



207260

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

207260

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN COMPUESTO DE NI
TROGENO", a favor de la firma estadounidense, AMERICAN CYANAMID
COMPANY, de Nueva York (E.E. UU.)

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de compuestos del tipo de cianamida y, más particularmente, a la transposición de urea en cianamida, diciandiamida, o melamina, o mezclas de éstas.

- 5. En el pasado, ha sido la opinión de los expertos en el arte de la cianamida, que la urea pudiese ser transformada en melamina, solamente bajo presión mayor que alrededor de 100 por pulgada cuadrada y, preferiblemente, más grande que 1.500 p.p.c. El uso de presiones tan elevadas lo hizo necesario que los aparatos de transformación fuesen construídos muy fuertes y resistentes al ataque corrosivo de amoníaco a altas temperaturas y presiones. Como sea que la síntesis a presión elevada de melamina a partir de urea, de ordinario es manejada en presencia de amoníaco añadido, tal amoníaco tiene que ser sometido otra vez a presión y pasado por el ciclo, lo cual aumenta el coste del
- 10.
- 15.

207260



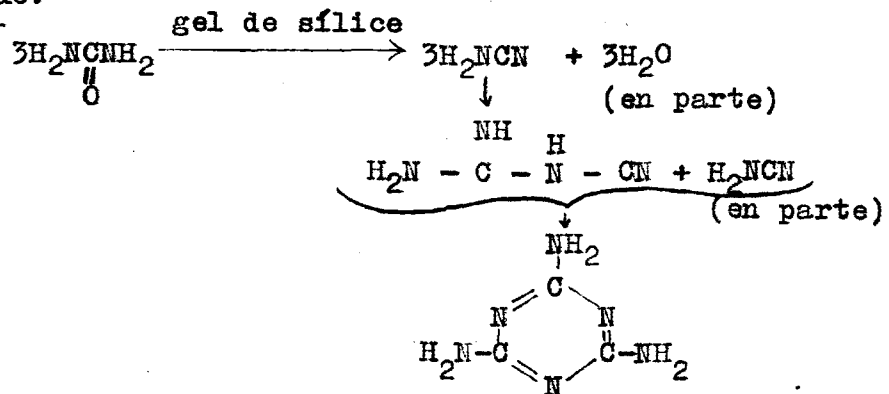
síntesis a presión.

En vista de los anteriores inconvenientes del síntesis a alta presión de la melamina, ha sido hace mucho tiempo una finalidad de la industria de la melamina, desarrollar un proceso para convertir urea en melamina a presión atmosférica. Incluso, antes de que fué conocido (1943) que la urea puede transformarse en melamina en buen rendimiento bajo alta presión, se había hecho intentos para convertir urea en cianamida, durante aproximadamente un siglo. Se ha informado, por ejemplo, que la urea puede ser convertida, por deshidratación, en cianamida, mediante cloruro de tionilo, ácido fosfórico, etc., a través de intermediarios, resultando en la destrucción del agente de deshidratación.

Sin embargo, antes del presente invento, no fueron encontrados medios para convertir urea directamente en cianamida o sus polímeros a presión atmosférica.

Ahora se ha encontrado que la urea puede ser convertida directamente en cianamida y sus polímeros, a presión atmosférica en razonable rendimiento y a un coste muy reducido, simplemente por calentamiento de urea con un catalizador de gel de sílice, a una temperatura de 275° - 650°C.

Mientras que el proceso de la transformación de urea en cianamida, etc., de acuerdo con el presente invento, aún no se conoce perfectamente, la reacción sobre todo es aparentemente como sigue:



30.

207260 15



El siguiente ejemplo ilustra la invención, sin limitarla.

EJEMPLO

- En un matraz florentino de 1 litro de cabida fueron cargados 50 g de gel de sílice. Este gel de sílice contuvo con
5. siderable vapor de agua adsorbido, pero esto no impidió su operación catalítica. Seguidamente fué adicionada urea pulverizada (1/4 mol, 15 g) al gel de sílice, mezclándose los dos materiales, sacudiendo el matraz unos cuantos minutos. El matraz fué calentado en un baño de arena, cuya temperatura superficial (como se midió mediante par termoeléctrico), fué de aproximadamente 340-360°
10. C. Cuando la masa reaccional fué llevada a temperatura reaccional empezó a condensarse vapor de agua en la porción superior del matraz. El matraz fué dejado en el baño de arena durante 20 minutos después de lo cual fué retirado, dejándolo enfriar. El matraz (y contenido), fué seguidamente lavado con agua caliente y la lechada fué filtrada en caliente. El filtrado fué sometido a prueba de cianamida y melamina conforme a los bien conocidos métodos de nitrato de plata y picrato respectivamente. Se obtuvo un razonable rendimiento de ambas. Igualmente se encontró una pequeña cantidad
15. de diciandiamida.
- 20.

- En vez del lixiviado de la masa reaccional con agua sola, puede la misma ser extraída, primero, con éter (en el cual la cianamida es soluble, pero en el cual diciandiamida y melamina son insolubles), seguido por extracción acuosa para recuperar los
25. dos últimos compuestos separados de la cianamida. Esta última extracción acuosa se hace en el calor del modo conocido, dejando enfriarse el filtrado, después de lo cual la melamina cristaliza de la solución. La solución residual, conteniendo diciandiamida entonces puede ser concentrada y evaporada para recuperar su diciandiamida.
- 30.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser lleva

20726015



da a la práctica en otras variantes de realización que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, empleando los materiales, tiempos y proporciones más adecuados a cada caso: por quedar todo é^llo comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

5.

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que la presente solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente estadounidense nº 267.007, depositada el 17 de enero de 1952, y se declaran como nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones:

10.

1ª.- Procedimiento para la preparación de un compuesto de nitrógeno, del grupo que consiste en cianamida, diciandiamida, y melamina, caracterizado porque comprende el calentamiento de urea con un catalizador de gel de sílice a una temperatura de 275° a 650°C., a presión esencialmente atmosférica.

15.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado por comprender el calentamiento de urea con gel de sílice a una temperatura de alrededor de 340 a 360°, a presión esencialmente atmosférica.

20.

3ª.- Procedimiento para la preparación de un compuesto de nitrógeno.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de cuatro hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

25.

Madrid, a 10 de enero de 1953.

p.a. JAIME SERN