



265903

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 21 de Marzo de 1961, con el Núm. 265.903

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de STAMICARBON N.V., entidad holandesa, establecida
en 2 van der Maesenstraat, Heerlen, Holanda, por:

"UN METODO DE PREPARAR MELAMINA"

El presente invento se refiere a un procedimiento mejo-
rado para la producción de melamina por calefacción de urea
y/o cualquiera de los productos obtenidos por la descomposi-
ción térmica de la urea, como el biuret.

5 Es sabido que la melamina puede prepararse calentando
urea en presencia de un catalizador y bajo presión, siendo
la presión parcial de NH_3 y CO_2 durante este proceso por lo
menos 70 atm. y la temperatura, al menos, 300-450°C. El ca-
talizador puede ser ácido fosfórico, pentóxido de fósforo o
10 sales del ácido fosfórico, utilizado en una cantidad que com-



3003

prende de 0,1 a 10 moles por ciento, calculado sobre la cantidad de material de partida (patente de los EE.UU. 2.550.659).

Es sabido, asimismo, que la melamina puede prepararse calentando urea en presencia de NH_3 y SO_2 de 200° a 360°C y una presión de NH_3 de 14-70 atm., en presencia de 0,01 a 10% en peso, referido a la cantidad de material de partida, de un catalizador formado por un óxido, sal o ácido de, al menos, de un elemento del grupo que consta de fósforo, arsénico y antimonio (patente del Canadá 561.302).

Por otra parte, es sabido que el empleo catalítico del boro y compuestos del boro, como el ácido bórico, óxido bórico, fluoruro de boro, metaboratos y fosfato de boro afecta favorablemente a la preparación de melamina a partir de urea, NH_3 y SO_2 (patente del Canadá 561.303).

Una de las desventajas más usuales en los procedimientos antes indicados es la necesidad de que la reacción tenga que realizarse siempre a una presión relativamente elevada y, como consecuencia de ello, se originan grandes exigencias en los aparatos que se utilizan. Por consiguiente, el objeto principal del presente invento es proporcionar un método mejorado para preparar melamina a partir de urea y/o los productos de descomposición térmica de la misma mediante el cual se hace innecesario el empleo de una presión de reacción elevada. Otro objeto del invento es proporcionar un método de preparación de melamina, tal como se ha indicado anteriormente, mediante el cual se evita el empleo de aparatos de presión especialmente diseñados y la reacción puede llevarse a cabo de forma directa a la presión normal. Por "presión normal" debe entenderse aquí y en las reivindicaciones una presión de una atmósfera, aumentada por la presión necesaria para vencer la resistencia encontrada por la co-

265903



riente gaseosa al pasar por la instalación de síntesis. Normalmente, la presión total necesaria no pasará de dos atmósferas. Otros objetos serán evidentes también en lo que sigue.

5 Se ha descubierto ahora que la melamina puede producirse a la presión normal calentando un término del grupo que consta de urea y los productos de descomposición térmica de la misma, como el biuret, a una temperatura de, al menos, 220°C, en presencia de NH_3 , y en contacto con un catalizador formado esencialmente, al menos, por un término del grupo que consta
10 del fosfato de boro y fosfato de aluminio.

La preparación de melamina a la presión normal calentando urea en presencia de NH_3 y un material sólido, poroso, con un área superficial interna de 180-650 m^2/gramo , como gel de sílice, ha sido descrita anteriormente (patente inglesa No. 767.344).
15 Sin embargo, en contraste con esta propuesta anterior, los catalizadores del presente invento, es decir, el fosfato de boro y fosfato de aluminio, no poseen una gran área superficial interna. Así, por ejemplo, se han utilizado con éxito de acuerdo con el presente invento fosfato de boro que tenía un área superficial
20 cial interna de 16 m^2/gramo y fosfato de aluminio que tenía un área superficial interna de 54 m^2/gramo . Se observará sin embargo, que puede variar el área de la superficie interna real del fosfato de boro o fosfato de aluminio, siendo el factor más importante que no hay necesidad de utilizar materiales con áreas
25 superficiales internas elevadas, como se precisaba en la patente inglesa 767.344. Así, el área superficial interna del fosfato utilizado aquí no es preciso que pase de 50 m^2/gramo para producir resultados efectivos. Mediante este procedimiento, pueden obtenerse rendimientos en melamina que ascienden al 90% del
30 teórico.

265903



5 Para llevar a cabo el método presente, puede hacerse variar la cantidad de fosfato de boro y/o fosfato de aluminio utilizada. Sin embargo, la cantidad total de catalizador necesaria para producir un kilogramo de melamina por hora se hallará, generalmente, en el intervalo de 5 a 50 kilogramos.

Según se indicó anteriormente, la temperatura de tratamiento debe ser, al menos, de 220°C, pero, aparte de esta limitación, la temperatura puede variar esencialmente. Sin embargo, un intervalo conveniente se halla entre 300 y 400°C.

10 La producción de melamina puede llevarse a cabo del modo más ventajoso, de acuerdo con el presente invento, introduciendo el material de partida, por ejemplo urea, en un lecho de catalizador que esté fluidizado con una corriente de NH_3 , mientras que los gases formados en el lecho se llevan a través de un lecho de catalizador fijo. Como un ejemplo típico, la relación NH_3 /urea puede ser, en este caso, 1,5-5 m^3 de NH_3 por kilogramo de urea, y la cantidad en peso del catalizador en el lecho fijo puede ser 10 a 20 veces la cantidad del lecho fluido.

20 El invento se ilustra, pero no se limita, con los siguientes ejemplos.

EJEMPLO I

25 100 g de urea por hora se introdujeron en un lecho fluidizado de fosfato de boro en forma de partículas, que tenía un área superficial interna de, aproximadamente, 16 m^2 /gramo, estando el lecho fluidizado por medio de NH_3 gaseoso. Se utilizaron, aproximadamente, 2,5 m^3 de NH_3 por kilogramo de urea. La temperatura del lecho fué de 350°C. La mezcla de gases que dejan la parte superior del lecho fluidizado se introdujo por la parte inferior de un lecho fijo de fosfato de boro a 330°C.

30 Se obtuvieron 30 g de melamina por hora, lo que corresponde a



un rendimiento del 90%.

265903

EJEMPLO II

5 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, excepto que el fosfato del boro se sustituyó por fosfato de aluminio, que tenía un área superficial interna de $54 \text{ m}^2/\text{gramo}$, dando esencialmente el mismo rendimiento de melamina.

EJEMPLO III

10 Se repitió el procedimiento del ejemplo I, utilizando biuret en lugar de urea. El rendimiento fué, aproximadamente, el 90% del teórico.

Se observará que pueden realizarse diferentes modificaciones en el invento aquí descrito sin apartarse de los límites del mismo, tal como se indica en las reivindicaciones que siguen.

15 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 23 de Marzo de 1960, bajo el Núm. 249.750, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

20 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

25 1º. - Un método de preparar melamina, que comprende calentar un miembro del grupo consistente en urea y productos de la descomposición térmica de la misma, a presión normal y a una temperatura de al menos 220°C en presencia de por lo



265903

menos un fosfato sólido elegido del grupo consistente en fosfato de boro y fosfato de aluminio.

2º. - Un método según el punto 1º, en el cual el calentamiento de dicho miembro se lleva a cabo en presencia de NH_3 .

5 3º. - Un método de preparar melamina, que comprende calentar un miembro del grupo consistente en urea y productos de la descomposición térmica de la misma a presión normal y a una temperatura de por lo menos $220^{\circ}C$ en presencia de NH_3 y de un catalizador que consiste esencialmente en un fosfato sólido
10 elegido del grupo consistente en fosfato de boro y fosfato de aluminio.

4º. - Un método según el punto 1º, en el cual dicho miembro se calienta a entre 300 y $400^{\circ}C$.

15 5º. - Un método según el punto 1º, en el cual el catalizador se usa en forma de un lecho fluidificado.

6º. - Un método según el punto 3º, en el cual se calienta primero urea en presencia de un lecho de catalizador fluidificado y luego en presencia de un lecho de catalizador fijo.

7º. - Un método de preparar melamina.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

1 JUN 1954

DG/No