



282992

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

por "PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR MELAMINA", a favor de la firma italiana MONTECATINI, SOCIEDAD GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, residente en MILANO (Italia) Largo Guido Donegani, I-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Este invento se refiere a un procedimiento para recuperar melamina, especialmente melamina obtenida por pirólisis de urea bajo presión. En particular, este invento proporciona un procedimiento industrial simplificado para obtener melamina con pureza superior al 99%, a partir de melamina bruta obtenida por pirólisis de la urea bajo presión a temperatura elevada.

10. Se sabe que cuando la melamina preparada a partir de la urea, a presión y temperatura elevadas, es dilatada a la presión normal, experimenta degradación, conformación de

282992

30



varias impurezas, verbigracia melama, melama, melona e isotriazina, que, como es sabido, solo pueden separarse del producto principal con muchísima dificultad.

5. Empleando el procedimiento del invento que aqui se expone, la descomposición de la melamina se reduce en comparación con la descomposición que generalmente se presenta en la dilatación directa a presión normal. Además, los productos secundarios que se separan con dificultad del producto principal, aqui se transforman contemporaneamente en el aparato de dilatación en productos fáciles de apartar.

10. Se sabe que los productos secundarios derivados, de la degradación de la melamina se separan de ella con dificultad. Sin embargo, también se sabe ahora que se los puede transformar en otros productos, los cuales pueden separarse más facilmente por la acción sobre ellos de soluciones acuosas de álcalis o amoníaco, bajo presión y a temperaturas superiores a 100°C.

15. El invento aqui expuesto se basa en el sorprendente descubrimiento de que la transformación de dichos productos secundarios se lleva a cabo ventajosamente en presencia de grandes concentraciones de anhídrido carbónico (5 a 10% en peso de la solución) además de, o en adición con, amoníaco y agua, es decir, en presencia de carbonato amónico o carbonato amónico.

20. La importancia de este descubrimiento resulta evidente si se tiene en cuenta el ciclo implicado en la producción de la melamina a partir de la urea.

La urea, como se sabe, se transforma en melamina según la reacción siguiente:



282992



de la que resulta evidente que solamente el 50% de la urea se transforma en melamina, mientras que el 50% restante se convierte en amoníaco y anhídrido carbónico, en teoría.

5- La mezcla gaseosa que se obtiene de la reacción descrita antes se halla en la proporciones estequiométricas exactas, aptas para usar en la síntesis de la urea, lo cual es una ventaja económica definida en la producción cíclica de melamina.

10- En un proceso cíclico en el que los mencionados gases se vuelven a usar en la síntesis de la urea, el procedimiento más sencillo consiste en recuperarlos y absorberlos, después que se los ha separado de la melamina, en la misma solución de amoníaco o anhídrido carbónico que se recicla a la instalación de síntesis de urea.

15- Para lograr esto, es necesario que los gases de amoníaco y anhídrido carbónico sean suministrados por la instalación de melamina a una presión de unas 5 atmósferas por lo menos al final de la fase de temple.

20- El temple de la mezcla reaccional bajo presión se efectúa con soluciones saturadas de amoníaco y de anhídrido carbónico, para que la degradación de la melamina, que se descarga de los reactores se reduzca en grado notable o se evite por completo y se obtenga directamente una solución acuosa de melamina en presencia de NH_3 , carbonato amónico y carbamato amónico, con las ventajas que antes se han señalado.

25- Este invento es un procedimiento mejorado para recuperar melamina obtenida por la pirólisis de la urea bajo presión. El invento se caracteriza por el hecho de que la mezcla fundida que procede del reactor, mezcla que

30-



282992

- contiene la melamina, se temple, después de dilatación a una presión superior a la atmosférica, efectuándose el temple con una solución acuosa de reciclización (A), saturada con amoníaco y anhídrido carbónico y con sus productos de reacción, tales como carbonato amónico y carbonato amónico, y realizándose el contacto a temperatura de 100 a 200°C durante 10 a 60 minutos. La solución de melamina obtenida después de dicho período de tiempo se filtra y los productos insolubles se separan, después de lo cual se enfria la solución de melamina para cristalizar esta, de preferencia a presión atmosférica, y la solución enfriada se centrifuga para separar los cristales, que tienen gran contenido de melamina pura. Las aguas madres se someten a una corriente de vapor a baja presión, para separar el anhídrido carbónico y el amoníaco, así como sus productos de reacción, contenidos en dichas aguas madres. Los vapores condensados y enfriados se reciclan a la fase de temple como solución (A).

- Las impurezas, que primitivamente estaban presentes en la melamina, permanecen disueltas y/o suspendidas en las aguas madres.

Las condiciones de actuación preferidas son las siguientes:

- Presión de la mezcla que sale del reactor: de 60 a 100 atmósferas.

Presión de temple: de 5 a 95 atmósferas, y de preferencia de 10 a 35 atmósferas.

Temperatura de temple: de 120 a 170°C.

- Tiempo de permanencia, en las condiciones antes mencionadas de presión y temperatura: de 20 a 50 minutos.

282992



Concentración de la melamina en la solución, 5 a 20%, y de preferencia de 8 a 15%.

En esas condiciones es posible transformar los productos secundarios indeseables (que solo pueden separarse de la melamina con dificultad) en otros productos que son solubles en los álcalis, tales como la amelina y la amelida.

5.

Los gases de reacción que no pueden disolverse en las aguas madres, por estar estas ya saturadas de ellos, se envían, por medio de una válvula automática, a la instalación de síntesis de urea.

10.

El procedimiento de este invento asocia por lo tanto la ventaja económica derivada de la reutilización del amoníaco y del anhídrido carbónico, para la síntesis de la urea, con la ventaja de obtener melamina pura, con un título superior al 99%, sin recurrir a operaciones difíciles de purificación.

15.

Evidentemente, pueden introducirse en este procedimiento muchas variantes sin salirse de la esfera del invento, Así, por ejemplo, la peticionaria ha observado que, si la solución de melamina procedente de la fase de temple se trata en contracorriente con amoníaco gaseoso, en una etapa de extracción bajo condiciones de presión y temperatura semejantes a las del temple, de modo que se elimine el anhídrido carbónico disuelto y se produzca así una solución saturada que contenga solamente amoníaco (del 2 al 30%, y de preferencia del 5 al 20% de amoníaco), pueden obtenerse, después de filtración y cristalización, cristales con gran contenido de melamina. En ese caso, las aguas madres saturadas con amoníaco pueden reciclizarse como

20.

25.

30.

282992

30 N



tales, después de su descarga de la columna de temple. Los gases de amoníaco y de anhídrido carbónico liberados en la zona de extracción pueden enviarse a la instalación de urea.

5. En una segunda modalidad de realización, las aguas madres que están saturadas de amoníaco pueden tratarse con anhídrido carbónico, por ejemplo haciendo burbujear en ellas una corriente gaseosa de amoníaco y anhídrido carbónico procedentes de la zona de extracción y de la solución de temple. El anhídrido carbónico precipita los productos secundarios hidroxilados que están presentes en la solución amoniacal, porque disminuye la solubilidad de dichos productos, y facilita así la separación de esos productos secundarios por filtración. Esto elimina la necesidad de descargar de la solución de reciclización la solución (A), lo que conducirá a una pérdida de producto utilizable.
- 10.
- 15.

- Otra variante del procedimiento comprende el tratar la solución de melamina, obtenida del temple, en contracorriente con vapor, para eliminar el amoníaco y el anhídrido carbónico que están presentes. Luego el amoníaco y el anhídrido carbónico pueden enfriarse y condensarse para obtener solución (A), que se recicla.
- 20.

- El tratamiento con vapor se efectúa de preferencia en una escala de presión de 1 a 6 atmósferas, con la proporción de 0,15 a 0,30 Kg de vapor, y de preferencia 0,25 Kg, por Kg de solución procedente de la etapa de temple. En ese caso se obtiene una solución o una lechada de melamina que está exenta de NH_3 y CO_2 y que luego puede tratarse con una solución alcalina según procedimientos usados corrientemente para purificar la melamina.
- 25.
- 30.

282992

30



5. Cuando se emplea un aparato de acero inoxidable (18% de cromo, 11% de níquel y 3% de molibdeno) y se insuflan en la torre de temple pequeñas cantidades de oxígeno molecular, se obtiene otro aumento en el grado de pureza de la melamina.

10. Los objetos y fines anteriores se realizan empleando cualquiera de los tres esquemas de procedimiento que se describen a continuación y que están ilustrados en las Figuras 1, 2 y 3, las cuales representan procesos cíclicos de operación continua.

Estos se presentan de la manera siguiente:

Ciclo I. (Este proceso cíclico está ilustrado en la Fig. 1).

15. Después que la melamina ha salido del recipiente de pirolisis de la urea (no representado), se la introduce en el aparato de temple 1 por el tubo 2. La solución de melamina sale del aparato 1 por el tubo 5, se filtra en 6, pasa por la válvula de flotador 7 y luego es dilatada y enfriada en el depósito cristalizador 9 para que cristalice la melamina.

20. La melamina se separa de las aguas madres en la centrifugadora 10 y los cristales se separan en 11. Las aguas madres y las lavazas se envían por medio de la bomba 12 y el conducto 13 a la cabeza de una columna de destilación 14, en el fondo de la cual se insufla vapor por 17.

25. El amoníaco y el anhídrido carbónico se desprenden en la cabeza de la columna 14, salen por el conducto 18 y son absorbidos de nuevo en agua en el aparato 19. Por el tubo 23 se recicla a la columna de temple, por medio de la bomba 20, una solución saturada de amoníaco y anhídrido carbónico.

30.

282992

30 NOV



Del fondo de la columna de destilación 14
ge una suspensión 15 constituida por amelina y amelida.
Esta suspensión puede tratarse ulteriormente para recuperar
los mencionados productos secundarios.

5. La pérdida de melamina en la descarga de 3 es
relativamente pequeña, a causa de la gran concentración de
melamina en la solución que sale por 5 del aparato de tem-
ple 1.

10. Las condiciones de operación para los aparatos 14
y 19 las siguientes:

15. La presión es de 1 a 20 atmósferas, de preferen-
cia del orden de 1 a 5 atmósferas, y las temperaturas son
las correspondientes. Cabe observar que, aunque la presión
baja facilita la acción extractora, la presión elevada
permite obtener mayor temperatura de reflujo para las aguas
madres reciclizadas en 23. A consecuencia de esto, hay
ahorro de vapor.

Ciclo 2. (Este proceso cíclico está ilustrado en la Fig. 2)

20. En esta modalidad de realización, el anhídrido
carbónico se separa antes de la cristalización, extrayéndolo
con amoníaco. La cristalización subsiguiente de la
melamina se efectúa en presencia de amoníaco solamente,
con el fin de mantener en la solución los productos secun-
darios hidroxilados.

25. La solución de melamina que sale del aparato de
temple 201 se pasa por el tubo 204 a la cabeza de la
columna de destilación 205, mantenida a la misma presión
o a presión inferior que la de la etapa de temple. Se
insufla amoníaco por 206 para eliminar el anhídrido carbó-

282992₃₀



5. nico disuelto. De la cabeza de la columna se retira, por el tubo 216, una mezcla gaseosa constituida por amoníaco, anhídrido carbónico y vapor. Por el fondo de la columna se descarga una lechada de melamina en agua y amoníaco, que luego se filtra en 207, se dilata por la válvula 208 y cristaliza por enfriamiento en el aparato 209. Se centrifuga la lechada en 210 y las aguas madres que contienen amoníaco se ponen de nuevo vajo compresión, mediante la bomba 22, y se envian por el tubo 213 al aparato absorción 214, a fin de eliminar el NH_3 , el CO_2 y el vapor liberados por la cabeza de la columna de destilación 205.

15. A causa del CO_2 que está disuelto, las oxiamino-triazinas presentes en las aguas madres recuperadas de la centrifugadora precipitan y son separadas por filtración en 218.

20. Regulando apropiadamente la presión y la temperatura en el aparato 214 es posible obtener, en el fondo, una solución saturada de amoníaco y anhídrido carbónico en condiciones de extracción, la cual, después de filtrada en 218, se recicla en 219. de la cabeza de la columna 214 se saca amoníaco puro por 215, que luego se recicla a la columna de destilación 205.

25. Los aparatos 205 y 214 pueden hacerse actuar a temperatura variable entre 100° y 200°C , y de preferencia entre 120° y 170°C . Las concentraciones del amoníaco en ellos varían de 2 a 30% y las concentraciones preferidas son de 5 a 20%.

30. La temperatura de operación se elige en correspondencia con la presión y el porcentaje de amoníaco disuelto. Ciclo 3. (Este proceso cíclico está ilustrado en la Fig. 3)

282992



La pulpa de melamina que sale del aparato de temple 301 se dilata en 305 y es enviada a la columna de destilación 308, que recibe vapor por 309, para separar el amoníaco y al anhídrido carbónico.

5. Una mezcla de amoníaco, anhídrido carbónico y agua que se produce en la cabeza de la columna de destilación se hace pasar por el tubo 326 al aparato 327, para ser absorbida de nuevo con agua, y luego se devuelve al aparato de temple. La lechada descargada del fondo de la columna en 310 se envía a un disolutor 313, al que se reciclan, por 323, las aguas madres alcalinas, que contienen NaOH, en una cantidad determinada para producir una solución de melamina saturada a 100°C.
- 10.

15. La solución alcalina de melamina que sale por 314 se filtra en el aparato 316, al 100°C, y luego se envía a un cristalizador 320. La melamina se separa de las aguas madres alcalinas por centrifugación en 321. Las aguas madres se reciclan al aparato disolutor, después de un tratamiento apropiado de purificación y después de restablecer o completar el NaOH.
- 20.

Los aparatos 308 y 327 pueden hacerse trabajar con una escala de presión entre 1 atmósfera y la presión de temple; se prefiere la escala de presión de 1 a 6 atmósferas.

25. El porcentaje de NaOH en las aguas madres recicladas en 323 varía entre 0,1 y 0,4%. Por lo que atañe a los materiales utilizables para la construcción de la instalación, la mezcla constituida por agua, amoníaco, anhídrido carbónico y melamina es muy corrosiva, cuando está calentada a temperaturas superiores a 100°C y corroe rípi-
- 30.

282992



damente los aceros inoxidable que se usan de ordinario. Sin embargo, la adición de pequeños porcentajes de oxígeno o de aire a las soluciones antes mencionadas es suficiente para impedir la corrosión.

5. Los materiales más caros, tales como el Ti, el Ta, el Zr y el Ag, resisten muy bien este medio corrosivo, incluso en ausencia de O_2 .

10. Los ejemplos que siguen son meramente ilustrativos y no implican limitación, pues las condiciones de trabajo pueden variarse dentro de límites suficientemente amplios, como se ha manifestado antes. La composición, la presión y la temperatura de la mezcla de melamina, amoníaco y anhídrido carbónico que sale del reactor pueden variarse también.

15. En las descripciones que siguen se hace referencia a los diagramas de instalación de que se ha tratado antes.

EJEMPLO 1.

Se hace referencia a la Figura 1.

20. Una mezcla de NH_3 , CO_2 y melamina fundida, que procede por el tubo 2 de un reactor (no representado), a $380^\circ C$ y 100 atmósferas y que tiene la composición siguiente (en peso): $NH_3 = 46\%$; $CO_2 = 28\%$; melamina = 26% , se dilata a 20 atmósferas en el aparato 1 y luego se lava con una solución acuosa suministrada en 23, que contiene 20% de amoníaco y 6% de CO_2 en proporción de 8,0 Kg de solución por 1 Kg de melamina.

25. La solución de melamina recogida en el fondo de la columna 1 se calienta a $150^\circ C$ y se deja reposar durante 30 minutos.

282992



5. En estas condiciones, toda la cantidad de amoníaco y de anhídrido carbónico que acompañaban a la melamina fundida se recupera y es decargada de la parte inferior de la columna de destilación mediante un sistema 3-4 para la regulación automática de la presión. La solución de melamina 5 se filtra en 6, se dilata por medio de la válvula 7 y se enfria en el cristalizador 9.

De la centrifugadora 10, se extrae melamina 11, de las características siguientes:

10.	contenido de melamina:	99,1% en peso
	insoluble en agua:	0,3% "
	isotriazina:	0,6% "

15. Las aguas madres 13, que contienen NH_3 y CO_2 , se aportan a la cabeza de la columna de destilación 14, donde el NH_3 y el CO_2 se extraen insuflando vapor por 17, a presión atmosférica y 100°C , y luego se absorben otra vez en agua a 30°C en el aparato 19, con lo que se obtiene una solución que tiene la composición que antes se ha descrito para las aguas madres de la melamina fundida.

20. La solución 23 se recicla al temple por medio de la bomba 20 y un sistema automático 21-22 para la regulación del nivel.

25. El contenido de melamina se determina en cada caso por titulación potenciométrica con H_2SO_4 , según Dochlemann (Angw. Chem. 66, 1956, n.19,606). El porcentaje de isotriazina se determina por adsorción ultravioleta.

EJEMPLO 2.

Se hace referencia a la Figura 2.

28292
10 Nov.



5. Una mezcla (en 202) constituida por NH_3 , CO_2 y melamina fundida, que procede, a 380°C y 100 atmósferas, del reactor (no representado) y que tiene la misma composición que se ha expuesto en el Ejemplo 1, se dilata a 15 atmósferas y se lava con una solución acuosa introducida por 219, que contiene 0,8% de NH_3 y 2,0% de CO_2 y está saturada con melamina a 25°C , en la proporción de 7 Kg de solución por 1 Kg de melamina fundida.

10. La lechada de melamina se recoge en el fondo de la columna de temple 201, se calienta a 170°C y se mantiene en estas condiciones durante 20 minutos.

15. Asimismo, se extrae de la cabeza de la columna, por la válvula 220, la mezcla, en 221, de NH_3 y CO_2 que acompañaba a la melamina fundida. La solución de melamina 204 se envia a la columna de destilación 205, llena de anillos Rashig, y se la mantiene en las mismas condiciones de presión y temperatura que en el aparato de temple.

20. Por 206 se insufla amoníaco en el fondo de la columna de destilación, en proporción de 0,1Kg por 1 Kg de solución.

La solución amoniacal de melamina que se recoge, exenta de anhídrido carbónico, en el fondo de la columna se filtra en 207, se dilata en 208 y se enfría en 209 para cristalizar la melamina.

25. En condiciones de fabricación, la melamina descargada de la centrifugadora 210 por 211 tiene las características siguientes:

30.	contenido de melamina:	99,2% en peso
	insoluble en agua:	0,3% "
	isotriazinas:	0,5% "

282992



Las aguas madres amoniacales se reciclan en 213 a la torre de absorción 214, por medio de la bomba 212, a 15 atmósferas, para combinarlas químicamente con el anhídrido carbónico procedente, por el tubo 216, de la columna de destilación 205, mediante la reacción con el amoníaco disuelto en las aguas madres. Del fondo de la columna se obtiene una solución de amoníaco y anhídrido carbónico que contiene en suspensión las oxiaminotriazinas precipitadas de las aguas madres amoniacales por la acción del CO_2 .

La solución saturada de amoníaco y anhídrido carbónico se filtra en 218 para separar estos productos secundarios y luego se devuelve en 219 al temple. El amoníaco recogido en la cabeza de la columna 14 se envía de nuevo a la columna de destilación 6 por medio de un soplador (no representado) que está unido al tubo 215.

EJEMPLO 3.

Se hace referencia a la Figura 3.

La mezcla, en 302, de amoníaco, anhídrido carbónico y melamina fundida que proviene del reactor (no representado) en las mismas condiciones y con la misma composición que la que se ha descrito en los Ejemplos anteriores, se dilata a 30 atmósferas y se temple con una solución acuosa 332 de amoníaco y anhídrido carbónico, que contiene 25% de NH_3 y 8% de CO_2 , en proporción de 9 kg de solución por 1 Kg de melamina.

La lechada de melamina se recoge en el fondo de la columna de temple 301, se calienta a 150°C y se deja reposar durante 60 minutos.

282992

30 NOV.



Los gases que primitivamente vienen del reactor, junto con la melamina fundida, se retiran de la cabeza de la columna por medio del sistema automático 303-304 para regular la presión.

5. La solución de melamina se dilata a presión atmosférica por medio de la válvula 305 y se envía a una columna de destilación 308, por el fondo de la cual, en 309, se insufla vapor en una proporción de 0,25 kg por 1 kg de lechada, a fin de extraer el amoniaco y el anhídrido carbónico disuelto.
10. Del fondo de la columna 308 se obtiene una lechada exenta de NH_3 y de CO_2 , que se descarga por 312 a un aparato disolutor 313 y se disuelve junto con aguas madres alcalinas reciclizadas en 323, saturadas con melamina a 25°C y que contienen 0,2% de NaOH, hasta obtener una solución saturada a 100°C que contiene alrededor de 5% de melamina.
15. La solución extraída en 314 se filtra en el aparato 316 a 100°C y se envía a un cristalizador 320, donde se la enfria a 25°C.
20. La melamina separada por la centrifugadora 321 se extree en 322 y se lava con 1,5 veces su peso de agua.
- En condiciones de fabricación, los cristales obtenidos tienen las características siguientes:
- | | |
|----------------------------|-------|
| 25. contenido de melamina: | 99,0% |
| parte insoluble en agua: | 0,2% |
| isotriazinas: | 0,7% |
- Las aguas madres, junto con las lavazas, introducidas en 324, purificadas y restablecidas al 20% de contenido de NaOH, se reciclizan al aparato disolutor 313.
- 30.

28299230 NOV. 19



La mezcla 326 de amoníaco, anhídrido carbónico y agua que procede de la columna de destilación 308 se absorbe en agua en el aparato 327. Se obtiene así una solución saturada 332 de amoníaco y anhídrido carbónico, la cual se recicla a la columna de temple.

5.

EJEMPLO 4.

El aparato de temple es de acero inoxidable y actúa en las condiciones siguientes:

	presión	20 atmósferas
10.	NH ₃	20%
	CO ₂	6%
	melamina	10%
	temperatura	150°C
	tiempo de permanencia	30 minutos

15.

La solución de melamina se descarga del aparato de temple y se cristaliza por enfriamiento. Se obtiene así un producto cristalino que, después de analizado, presenta un contenido de cenizas del 0,20 al 0,3%, constituido por 80 a 90% de Fe₂O₃.

20.

Según una modalidad alternativa y preferida de este invento, se insufla en el mismo aparato de temple, mantenido en las condiciones de reacción anteriores, oxígeno en la proporción de 0,012:1 a 20 atmósferas por litro de solución, con lo que se obtiene un producto cristalino, que contiene de 0,01 a 0,005% de cenizas.

25.



282992

NOTA

Descrito el invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad italiana Nº 21.736/61 de fecha 1 de Diciembre de 1.961.

I. Procedimiento para recuperar melamina, obtenida

5. por pirólisis de la urea bajo presión, caracterizado por el hecho de que la mezcla fundida, procedente bajo presión del reactor y que contiene melamina, se temple, después de haberla dilatado a una presión superior a la atmosférica, con una solución acuosa de reciclización (A), saturada de amoníaco y anhídrido carbónico y sus productos de reacción, y se deja en contacto a temperatura de 100 a 200°C durante 10 a 60 minutos; la solución de melamina obtenida al cabo de este tiempo se filtra, para separar los productos insolubles, se cristaliza por enfriamiento a presión atmosférica y se centrifuga para separar los cristales de melamina, de gran contenido; mientras que de las aguas madres se recuperan, con vapor de agua a baja presión, el anhídrido carbónico y el amoníaco, así como sus productos de reacción, contenido en las mencionadas aguas madres;
10. esos vapores se condensan, se enfrían y se reciclan al temple como solución (A).
- 15.
- 20.

2. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación I, caracterizado por el hecho de que el temple de la melamina fundida se efectúa a temperatura comprendida entre 120 y 170°C.

25.

30 NOV. 1951



282992

3. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 1 y/o 2, caracterizado por el hecho de que la mezcla sale del reactor a una presión comprendida entre 60 y 100 atmósferas.
5. 4. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la mezcla reaccional se dilata, antes del tratamiento con la solución A, hasta una presión comprendida entre 5 y 95 atmósferas.
10. 5. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 4, caracterizado por el hecho de que el temple de la melamina fundida se efectúa de preferencia a presión de 10 a 35 atmósferas.
15. 6. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la solución de melamina se hace reposar en la columna de temple durante un período de tiempo comprendido, de preferencia, entre 20 y 50 minutos.
20. 7. Procedimiento conforme a lo definido en una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la solución en la torre de temple tiene una concentración de 5 a 20% en peso de melamina.
25. 8. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la solución tiene de preferencia una concentración de 8 a 15% de melamina.
30. 9. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que la mezcla fundida que viene del reactor a presión de unas 100 atmósferas presenta la siguiente composición en peso:
NH₃ = alrededor del 45%; CO₂ = alrededor del 27%; y melamina = alrededor del 27%



2823992

5. 10. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 9, caracterizado por el hecho de que la mencionada mezcla fundida se temple, después de dilatación a 20 atmósferas, con una solución acuosa que contiene alrededor de 20% de NH_3 y 6% de CO_2 en peso, en una proporción de unos 8 kg de solución por kg de melamina, y la lechada obtenida se calienta a 150°C y se deja reposar durante 30 minutos.
10. 11. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que la solución de melamina obtenida del temple se trata, de preferencia, en las mismas condiciones de temperatura y de presión, con amoníaco, en una proporción de alrededor de 0,1 kg de NH_3 por kg de solución, y la melamina pura se cristaliza de la solución amoniacal exenta de anhídrido carbónico.
15. 12. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 11, caracterizado por el hecho de que la melamina pura se cristaliza de una solución amoniacal exenta de anhídrido carbónico con una concentración de 2 a 30% en peso de NH_3 .
20. 13. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 12, caracterizado por el hecho de que la solución amoniacal, contiene de preferencia del 5 al 20% de amoníaco.
25. 14. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado por el hecho de que la mezcla fundida que contiene melamina se temple de preferencia, después de haberla dilatado a unas 15 atmósferas, con una solución acuosa que contiene alrededor del 8% de NH_3 y 2% de CO_2 en peso, saturada de melamina a 250°C , con proporciones de 7 kg de solución por kg de melamina fundida.
- 30.

30 NOV. 1971



282992

15. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 14, caracterizado por el hecho de que la solución de melamina se calienta a unos 170°C y se deja reposar en la columna de temple durante unos 20 minutos.
5. 16. Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 11 a 15, caracterizado por el hecho de que las aguas madres, de las que se separa la melamina pura, se utilizan para adsorber los gases procedentes de la columna de destilación con NH_3 , a fin de obtener la solución de reciclización (A).
10. 17. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que la solución de melamina obtenida del temple se trata con vapor a presiones comprendidas entre la atmosférica y la de temple, para extraer el amoníaco y el anhídrido carbónico, y los vapores que contienen los compuestos antes mencionados se enfrían y condensan para obtener la solución (A), la cual se recicla, mientras que la lechada de melamina, exenta del amoníaco y del anhídrido carbónico, se pone en solución con las aguas madres alcalinas de reciclización, saturadas con melamina y que contienen alrededor del 0,2% en peso de NaOH , hasta obtener una solución saturada de melamina a $100-130^{\circ}\text{C}$; la melamina se separa en estado puro por filtración en caliente, enfriamiento y centrifugación.
15. 20. 18. Procedimiento conforme a lo definido en la reivindicación 17, caracterizado por el hecho de que el tratamiento con vapor se efectúa de preferencia en una escala de presión de 1 a 6 atmósferas, con proporciones de 0,15 a 0,3 kg de vapor por kg de solución procedente del temple.
25. 30. 19. Procedimiento conforme a lo definido en las



282992

5. reivindicaciones 17 y 18, caracterizado por el hecho de que la mezcla fundida que contiene la melamina se temple, después de haberla dilatado a unas 30 atmósferas, con una solución acuosa que contiene un peso alrededor del 25% de amoníaco y del 8% de anhídrido carbónico, en una proporción de unos 9 kg de solución por kg de melamina.

10. 20. Procedimiento conforme a lo definido en las reivindicaciones 17 a 19, caracterizado por el hecho de que la solución de melamina se calienta a unos 150°C y se deja reposar en la columna de temple durante unos 60 minutos.

21. Procedimiento conforme a lo definido en una de las reivindicaciones precedentes caracterizado por el hecho de que se insufla oxígeno molecular en la columna de temple.

15. 22. Procedimiento para recuperar melamina. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintiuna hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, y acompañadas de tres láminas de dibujos.

Madrid, a 30 de Noviembre de 1.962.

20. MONTECATINI, SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA.

p.a.

JAIÑE ISEÑN MIRALLES
P. F.

D.174 + D.175



282992

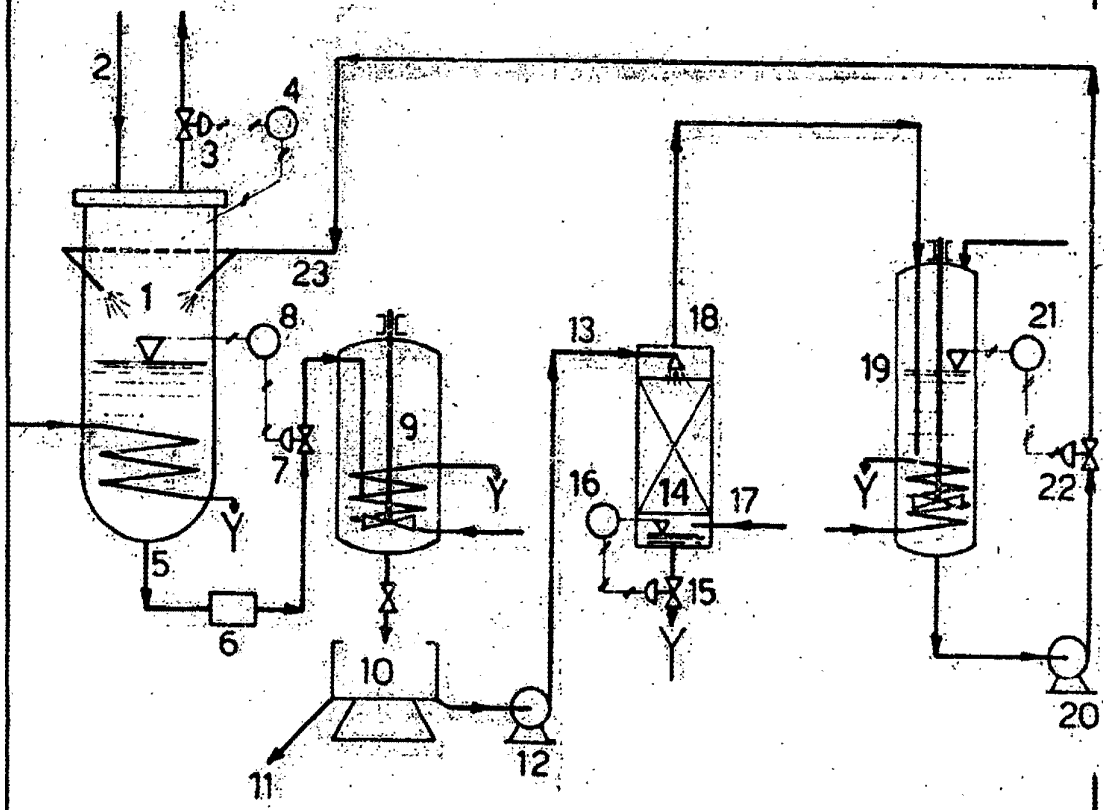


Fig. 1

Madrid 30 NOV 1962

Jaime Isern

J. Isern

D. 174 + D. 175

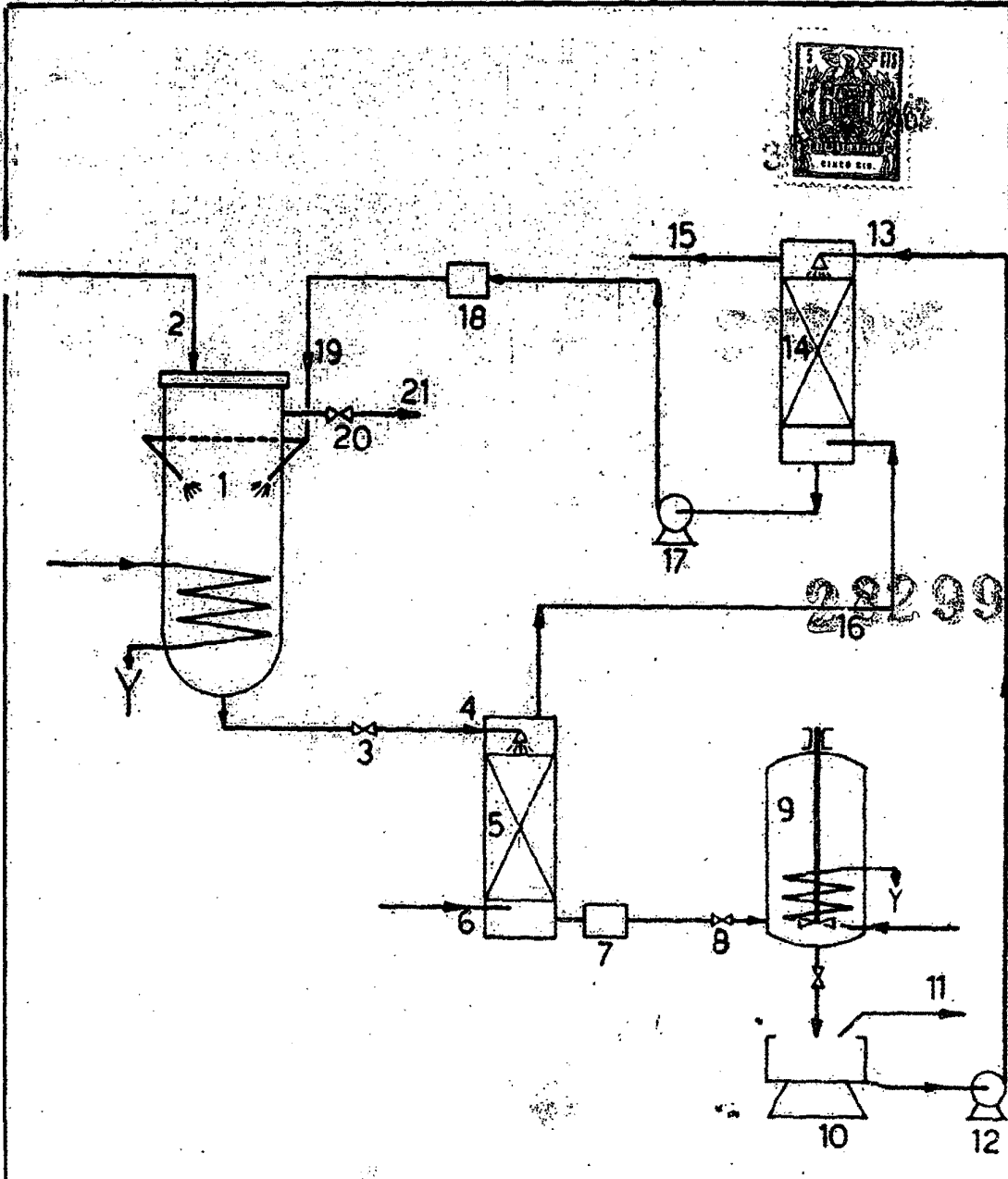


Fig. 2

Madrid
Jaime Isern

[Handwritten signature]

D.174+D.175

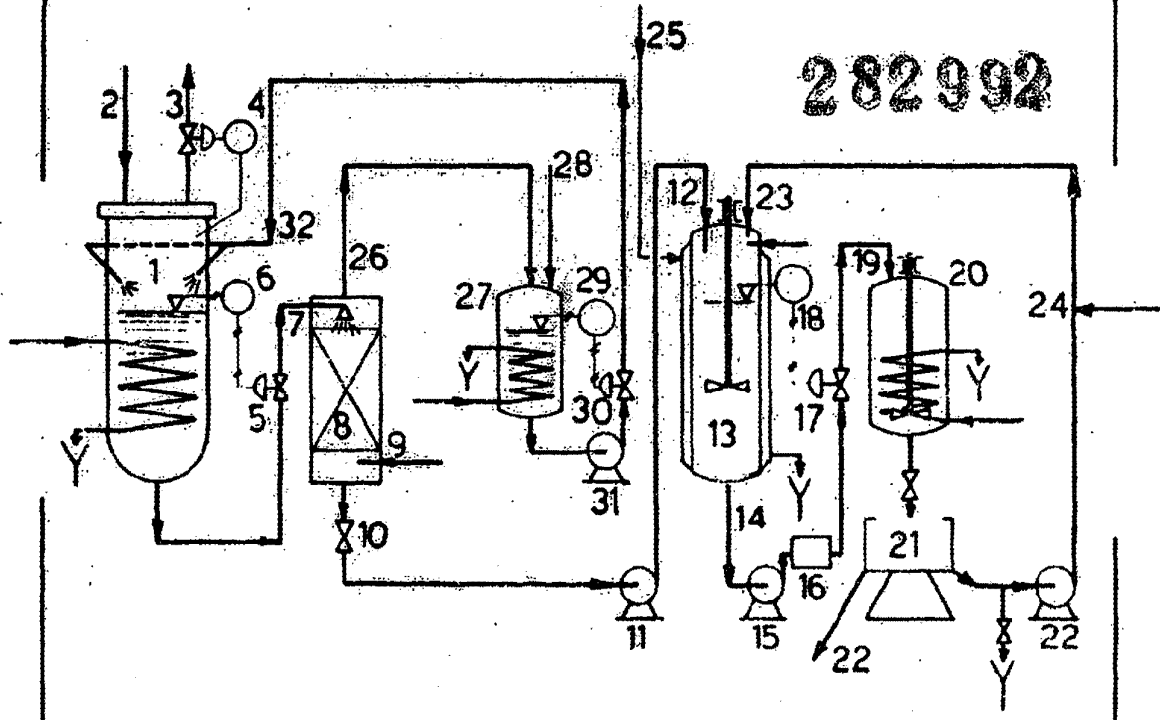


Fig. 3

Madrid 50 NOV 1950

Jaime Isern