

MP/.

288759



- 1 -

288759

Memoria Descriptiva

para

una Patente de adición

a favor de

HIBERNIA-CHEMIE GESELLSCHAFT MIT
BESCHRÄNKTER HAFTUNG
(Sociedad alemana)

residente en

Gelsenkirchen-Bier (Alemania)
Korstener Strasse 227

por:

MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N°
276.670 PDR: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MELAMINA

INVENTOR: Dr. Karl Schmitt, Dr. Josef Disteldorf y Dipl. Phys
Hans-Jürgen Haage, todos de nacionalidad aleman.

PRIORIDAD: Solicitud patente alemana H 45.987 IV/d/12p del
6 de Junio de 1962.



-2-

233759

5 El objeto de la patente principal es un procedimiento para la fabricación de melamina por calentamiento de urea bajo presión autógena mediante conductores recorridos por corriente situados en el interior del recipiente de reacción y empleando materiales no metálicos para el revestimiento del recipiente de reacción. Para el procedimiento es esencial que se utilice como conductor recorrido por corriente el material de reacción fundido. La posibilidad para este procedimiento reside en el conocimiento de que la urea posee una conductividad en una altura que permite su aprovechamiento inmediato como conductor de corriente y por ello como resistencia de calefacción. Sin embargo, en la ejecución del procedimiento debe considerarse que en la reacción de urea en melamina se producen productos intermedios, cuya conductividad - lo mismo que 10 la de la melamina - es menor por ordenes de valores que la de la urea. Esto significa naturalmente una dificultad para la introducción de la energía requerida, ante todo respecto al establecimiento de los electrodos.

15 El presente invento estriba ahora sobre la idea fundamental de crear una conductividad básica, por adición de un electrolito a la mezcla de reacción, que está casi totalmente disociado bajo las condiciones de reacción, cuya conductividad prácticamente no está influida por los diferentes estados del sistema químico.

20 Para las materias adicionales, por lo tanto, se re-

25



- 3 -

238759

5 quiere que bajo las condiciones de reacción se disuivan por la materia fundida y se disocien en iones. A estas materias pertenecen ante todo ácidos, especialmente los ácidos minerales, que se introducen preferentemente en forma de sus sales y anhídridos. Se prefieren los compuestos de amonio y aquí ante todo cloruro amónico y fosfato amónico.

La cantidad adicional está situada en general en el alcance de aproximadamente 0,1 a 5% de peso referido a la urea empleada.

10 La elección del material de adición y la cantidad a introducir se rige adecuadamente porque durante la reacción en el estado estacionario se alcanza aproximadamente una resistencia específica de $15 \Omega \text{cm}$. La urea tiene, a 200° en estado sin descomponer, una resistencia específica como la mencionada.

15 Una adición de por ejemplo 2% de cloruro amónico rebaja esta resistencia aproximadamente a valores de 7 a $8 \Omega \text{cm}$. Mientras que en la reacción térmica de urea en melamina sin electrolito adicional las resistencias específicas aumentan hasta aproximadamente $5000 \Omega \text{cm}$, la resistencia puede mantenerse, con la cantidad
20 indicada de cloruro amónico, aproximadamente a $15 \Omega \text{cm}$. La simplificación alcanzada por ello en la portación de energía puede observarse sin dificultad.

25 La adición misma se efectúa adecuadamente de tal modo que el material adicional se introduce junto con la urea en la cantidad requerida en el recipiente de reacción.



288759

La clase especialmente eficaz del suministro de energía conseguida por el presente invento, hace posible ejecutar la reacción en una forma especialmente simple, según el procedimiento. En ello se procede de tal modo que la mezcla de urea y material adicional se introduce bajo condiciones de reacción en la materia fundida que en esencia se compone en esencia de productos ya reaccionados. El procedimiento, por lo tanto, se conduce de tal modo que la mezcla de reacción siempre contenga una determinada cantidad de melamina. Este método de trabajo es ventajoso en dos aspectos. Por una parte se evita la formación de productos intermedios sólidos, que se manifiesta en el procedimiento usual y por ello el peligro de obstrucciones. Por otra parte se alcanza una conductividad homogénea por todo el recinto de reacción. Por lo tanto, prácticamente no se manifiesta ninguna caída de conductividad. En la forma de ejecución especial antes descrita del procedimiento se trabaja en general de tal modo que el nivel de melamina importe aproximadamente entre 50 y 95% de peso referido a la totalidad del material fundido de la reacción. En estas indicaciones numéricas se trata solamente de valores estadísticos. En la ejecución práctica del procedimiento, como se muestra por ejemplo en la figura 3 de la patente principal, naturalmente ocurre que en la proximidad del lugar de entrada de la urea existe una parte de urea relativamente alta y una parte de melamina relativamente baja, mientras que cerca del lugar de extracción para la melamina en esencia ya sólo existe melamina pura.

5
10
15
20
25



"Ejemplo"

288759

5 Se utiliza un reactor de presión de 2l l. de contenido de V₄A Extra, que está revestido con una aplicación de titanio y además en la cara interna de un revestimiento de grafito (espesor de pared 5 cm). El reactor corresponde por lo demás a la ilustración de la figura 3 según la patente principal.

10 A través de la tapa del reactor está introducido un electrodo de carbón situado centralmente, que para estabilización mecánica está provisto de un núcleo de titanio. El segundo electrodo se forma por la pared. En estado estacionario se aplica a ambos electrodos una tensión de 6 v a 50 hz, por lo que se establece una intensidad de corriente de aproximadamente 1000 A. El suministro de corriente se efectúa de modo que en el recipiente de reacción reine una temperatura máxima de 420°C. Por hora se suministra 20kg de urea que contienen 2% de peso de cloruro amónico, en el tercio superior del recipiente de reacción. Se cuida que el llenado del espacio por la fase líquida importe aproximadamente 2/3 en el reactor, es decir que la fase líquida alcanza hasta aproximadamente la altura de la entrada de la urea.

15 El tiempo de permanencia importa aproximadamente 40 minutos. En la parte inferior del recipiente se extrae la fase líquida compuesta esencialmente de melamina pura, resultando un rendimiento de melamina de 94%. La distensión de los gases se efectúa a través de una válvula de estrangulación de tal modo que se conserve una presión autógena de aproximadamente 100 atm. La relación estática entre urea y melamina en el recipiente de reacción importa aproximadamente 20 : 80.

20

25



288759

N O T A.-

La presente patente de adición, comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 276.670 por «procedimiento para la preparación de melamina», caracterizadas porque a la mezcla de reacción se le agregan pequeñas cantidades de ácidos, de sus sales y/o de sus anhídridos.

10 2.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque las materias adicionales se agregan en cantidades de 0,1 a 5% de peso referido a la urea empleada:

3.- Mejoras según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizadas porque se añade cloruro amónico.

15 4.- Mejoras según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizadas porque se agrega fosfato amónico.

20 5.- Mejoras según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas porque en el recipiente de reacción se deja permanentemente una cantidad de melamina que importa entre aproximadamente 95 y 50% de peso de la totalidad de la materia fundida de la reacción.

6.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 276.670 por «procedimiento para la preparación de melamina».

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

Madrid a 5 JUN 1963

CARLOS ROSS
P.A.