

22 ABR. 1964

P - 26.314

3566/138-HH-O/E 663



297200

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 4 de Marzo de 1.964, con el nº 297.200

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SOCIETE DES PRODUITS AZOTES, sociedad anónima francesa, establecida en 3, rue La Boétie, Paris, Francia, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE MELAMINA POR POLIMERIZACION DE DICIANDIAMIDA"

---

En los procedimientos conocidos de fabricación de melamina por polimerización de la diciandiamida, casi siempre se ha recurrido a la presencia de amoníaco líquido o gaseoso para evitar en el curso de la reacción la desaminación de la melamina formada. La cantidad necesaria de amoníaco para obtener, según la temperatura alcanzada, la presión que desplace el equilibrio de la reacción en favor de la melamina, es importante. En la práctica, este hecho se traduce en complicaciones tecnológicas en la instalación y un consumo importante de amonia-

5)

10



co en relación con la cantidad de melamina producida.

Si se hace abstracción de los procedimientos donde se utiliza el amoniaco en fase líquida, y por lo tanto necesariamente en cantidad importante, pudiendo alcanzar un peso igual al de la diciandiamida utilizada, como por ejemplo en la patente alemana número 943.354 del 29 de Julio de 1941, la patente inglesa nº 732.989 del 30 de Septiembre de 1952 o la patente francesa nº 1.084.489 del 30 de Septiembre de 1953, y si no se consideran más que los procedimientos donde se utiliza en fase gaseosa, como en la patente alemana nº 752.869 del 30 de Enero de 1938 o la patente francesa nº 1.161.863 del 28 de Noviembre de 1956, que pertenece a la demandante, se observa que, en las mejores condiciones, la cantidad de amoniaco utilizada sobrepasa siempre el 5% del peso de la diciandiamida cargada en los aparatos de reacción. Ahora bien, es bien conocido que la recuperación de este amoniaco plantea graves problemas, debidos especialmente a que las impurezas contenidas en la diciandiamida (especialmente el azufre) pasan en gran parte en fase gaseosa y se acumulan en el amoniaco.

Partiendo de estos hechos conocidos, el presente invento tiene como objetivo un procedimiento de fabricación de melamina por polimerización de la diciandiamida en un recinto cerrado en presencia de amoniaco en estado gaseoso, caracterizado, porque se llena el recinto de reacción con la diciandiamida, densificada hasta un grado tal que el grado de llenado del aparato sobrepase los 600 kg. de diciandiamida por m<sup>3</sup> de volumen útil, de forma que la cantidad de amoniaco necesaria para conservar una presión de reacción suficiente (por ejemplo superior a 50 kg/cm<sup>2</sup>), se pueda redu-



cir al 5% como máximo del peso de la diciandiamida utilizada.

De hecho, si se toman además las precauciones necesarias para evitar la licuación del amoníaco, y particularmente si se trabaja como se especifica en la patente francesa, precitada nº 1.161.863 de la demandante (es decir, especialmente, efectuando un calentamiento previo de la diciandiamida sólida hasta una temperatura comprendida entre 100°C y su punto de fusión, de una forma todo lo uniforme posible, a fin de que ningún punto del medio de reacción esté a una temperatura inferior a la temperatura de condensación del amoníaco a la presión de la operación, y desarrollando el enfriamiento del medio de reacción bajo presión de amoníaco, al menos hasta que su temperatura haya descendido hasta aproximadamente 250°C), se observa que la cantidad necesaria de amoníaco gaseoso para obtener un rendimiento de melamina superior al 99,5% es siempre netamente inferior al 5% del peso de la diciandiamida utilizada.

En la realización del invento, se puede efectuar la densificación de la diciandiamida, a título indicativo, bien en el curso del llenado del autoclave o del recinto de reacción, por compresión por medio de un gato hidráulico o neumático o por la caída de un peso martinete, bien previamente al llenado por medios apropiados para aumentar la densidad aparente de la diciandiamida, tales como una aglomeración en bolas, granulados, tortas, etc.

Los ejemplos siguientes dados a título no limitativo, ilustran diversos modos de aplicación del invento y los resultados que se desprenden de éste.

#### Ejemplo 1

En un autoclave, que tiene una capacidad de 100 litros, se introduce la diciandiamida pulverizada, densificándola fuertemente con ayuda de un empujador y de un gato. El peso de



diciandiamida introducida llega a 80 kg.

Se precalienta entonces el conjunto hasta una temperatura comprendida entre 100 y 200°C.

En estas condiciones, una cantidad de 3 kg. de amoniac gaseoso, o sea 3,75% en peso de la diciandiamida utilizada, es suficiente para obtener una presión de 80 kg/cm<sup>2</sup> al fin de la reacción.

Ejemplo 2

En un autoclave, que tiene una capacidad de 430 litros, se introduce diciandiamida precalentada a 130°C, animando al autoclave de un movimiento vibra torio intenso, hasta el llenado de éste último. Se llega así hasta una densidad aparente de 0,8 para el producto densificado, lo que representa un peso de 345 kg de diciandiamida. Una cantidad de amoniac gaseoso del orden de 10 kgs., o sea, 2,9% en peso de la diciandiamida, es suficiente para obtener una presión de 70 kg/cm<sup>2</sup> al fin de la reacción, y en consecuencia, un rendimiento de melamina del orden de 99,8%.

Ejemplo 3

En el mismo autoclave que en el ejemplo 2, se introduce la diciandiamida por cantidades pequeñas del orden de 10 kg., densificando cada vez con un peso que se deja caer desde una altura de 1 m. aproximadamente sobre el producto.

Se obtiene así, después del llenado del autoclave, un peso de diciandiamida introducida del orden de 300 kg. Se necesitan entonces 11,5 kg. de amoniac para asegurar una presión final de 70 kg/cm<sup>2</sup>, lo que da una relación NH<sub>3</sub>/diciandiamida = 3,85%.

297200



Conviene hacer notar que la dician-<sup>92</sup>diamida densifi-  
cada muy energicamente puede alcanzar una densidad aparente  
superior a 1. En estas condiciones, la relación  $\text{NH}_3$ /dician-  
diamida puede tender aproximadamente al 2%.

5. La presente solicitud, que corresponde a la presen-  
tada en Francia el 5 de Marzo de 1.963 bajo el n<sup>o</sup> P.V. 926.870,  
se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto  
sobre Propiedad Industrial.

10  
N O T A

Los puntos de invención, propia y nueva, que se  
presentan para que sean objeto de la presente solicitud de  
Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los si-  
guientes:

12. - Un procedimiento de fabricación de melamina  
por polimerización de diciandiamida en un recinto cerrado en  
presencia de amoniaco gaseoso, caracterizado porque se efec-  
túa el llenado del recinto de reacción con diciandiamida den-  
sificada a un grado tal que el grado de llenado de dicho re-  
cinto sobrepasa 600 kilos de diciandiamida por metro cúbico  
de volumen útil, de forma que la cantidad de amoniaco nece-  
saria para obtener una presión reaccional suficiente pueda  
ser reducida a 5% como máximo del peso de diciandiamida usa-  
da.

22. - Un procedimiento de acuerdo con el punto 1,  
caracterizado porque la densificación de la diciandiamida se  
efectua en el curso del llenado del recinto reaccional, por  
compresión mediante un gato hidráulico o neumático, o por



caída de un peso.

3º. - Un procedimiento de acuerdo con el punto 1, caracterizado porque la densificación de la dicianidiamida es efectuada previamente al llenado del recinto reaccional por medios apropiados para aumentar la densidad aparente de la dicianidiamida tales como una aglomeración en bolas, gránulos o pastillas.

4º. - Un procedimiento de fabricación de melamina por polimerización de dicianidiamida.

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

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

Madrid,

22 ABR. 1964

P. A.

Alberto de Elizaburu  
Por Poderes

297200

ACC. AM. Chz