

30 4963



PATENTE DE INVENCION

Your Case Nº 20.532.

Memoria Descriptiva
sobre

"Método de purificación de melamina".

=.=.=.=.=

Solicitante: AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana,
residente en: Berdan Avenue, Township of Wayne,
New Jersey, EE. UU. de A.

=.=.=.=.=

La presente invención se relaciona con la purificación de melamina. Más particularmente, el presente descubrimiento se refiere a una mejora en la purificación de melamina, que implica el uso de
5. pequeñas pero eficaces cantidades de peróxido de

30 4963



- 2 -

hidrógeno.

De acuerdo con la presente invención, se establece una solución acuosa de melamina cruda del 2 al 15% con una temperatura del orden de 80 a 160°C y conteniendo una cantidad pequeña pero eficaz de H_2O_2 y suficiente álcali para proporcionar un pH en la solución del orden de 9 a 12 aproximadamente. La resultante solución se filtra para separar sólidos y se cristaliza a una temperatura del orden de 20 a 40°C bajo vacío, recuperándose cristales de melamina relativamente puros.

De acuerdo con otra versión de esta invención, se ha observado que la recuperación de melamina puede facilitarse más aún si se ajusta la solución de melamina cruda a una baja concentración del 2 al 9% aproximadamente y si se establece una reducida temperatura del orden de 90 a 115°C aproximadamente, y se ajusta el pH a un nivel de 11,0 a 12,0 aproximadamente. Esta baja concentración de melamina puede conseguirse convenientemente recirculando el filtrado (licor madre) de la operación de cristalización a la solución de melamina cruda, y particularmente una solución que tenga una concentración de melamina del 10 al 15% aproximadamente. Generalmente, las soluciones de melamina cruda tienen antes de dicha dilución una temperatura del orden de 120 a 160°C aproximadamente.

El arte químico ha conocido durante muchos años el efecto beneficioso que tienen los álcalis, tal como hidróxido sódico, hidróxido cálcico, hidróxido potásico o similares, en la purificación de melamina



cruda. Elmer y colaboradores, patente estadounidense número 2.863.869, lo atestiguan. Sin embargo, la presente invención constituye una sustancial mejora sobre tal técnica.

5. De acuerdo con una versión variante de la presente invención, la solución acuosa de melamina cruda del 2 al 15%, con una temperatura del orden de 80 a 160°C, se decolora primeramente con carbono (Darco) y se filtra a través de una capa de auxiliar filtrante (por ejemplo tierra de diatomeas Hyflo) antes de añadir el álcali y el peróxido de hidrógeno. Cuando la melamina ha de diluirse con licor madre recirculado, es preferible llevar a cabo las operaciones de decoloración y filtración antes de dicha dilución.
10. La concentración de peróxido de hidrógeno puede variar considerablemente generalmente hasta el 2 ó el 3% aproximadamente, y preferiblemente inferior al 0,2%.
15. La presente invención se comprenderá mejor con los siguientes ejemplos:
20. EJEMPLO 1
- Se disuelven 45 gramos de cristales de melamina cruda (aproximadamente un 10% de H₂O; color jarabe 150 aproximadamente) en 1000 ml de agua a 95-100°C. Se añade suficiente hidróxido sódico para hacer la solución 0,00167 normal en NaOH (pH 11 aproximadamente) y suficiente peróxido de hidrógeno para hacer su concentración del 0,01% en peso en la solución. Al cabo de unos 2,5 minutos a 95-100°C, se filtra la solución caliente y se enfría a 25°C. Los re-
- 25.
- 30.

30 4963



- 4 -

sultantes cristales son filtrados, lavados y secados. Estos cristales purificados dieron un ensayo de color jarabe de 16.

EJEMPLO 2

5. Se suspenden 68,04 kg. de cristales de melamina cruda (ensayo de color jarabe 150 aproximadamente) con 612,300 kg. de agua. Se añade suficiente NaOH para hacer la suspensión aproximadamente 0,00167 N (aproximadamente un pH de 11) y suficiente H₂O₂ para poner su concentración en el 0,009% aproximadamente en peso. Se
10. llena inicialmente un cristalizador con 816,500 kg. de agua conteniendo 55 gramos de NaOH (0,0017 N). La alimentación se pasa a través de un cambiador de calor para poner su temperatura en 145°C aproximadamente. A
15. esta temperatura, se filtra, se mezcla con un peso igual de líquido claro recirculado desde el rebosamiento del cristalizador y se lleva esta mezcla al cristalizador, que se mantiene a 35°C. Los cristales purificados separados después de la cristalización
20. dan ensayos de color jarabe del orden de 22-25.

La adición de peróxido de hidrógeno da unos resultados tan buenos como los obtenidos con unas 50 veces aproximadamente de cáustico en ausencia de peróxido de hidrógeno.

25. Una prueba similar al Ejemplo 2, pero empleando aproximadamente 10 veces más de H₂O₂, da un producto purificado que proporciona unos colores de jarabe inferiores, del orden de 15 a 17.

EJEMPLO 3

30. Se destila de NH₃ y CO₂ por ebullición una



suspensión de melamina cruda preparada a partir de urea (aproximadamente 1% de urea, 0,3% de CO_2 , 1,0% de NH_3 y 400 ppm de HCN). Los cristales de melamina en la suspensión dan un ensayo de color de 160 aproximadamente. Parte de los cristales de melamina (aproximadamente la mitad), son separados para dejar una suspensión cruda que contiene aproximadamente un 4% de melamina. Se emplean aproximadamente 1.000 gramos de suspensión para estos ensayos. El pH de esta suspensión destilada es de 10 aproximadamente. La suspensión se calienta entre 90 y 100°C para disolver los cristales de melamina. Se añade carbono decolorante Darco S-51 (12 gramos por 1.000 gramos de melamina) y se mantiene caliente la suspensión carbono sa durante unos 5 minutos y se filtra mientras se encuentra caliente a través de una capa de auxiliar filtrante (tierra de diatomeas Hyflo).

En una segunda operación, la solución caliente tratada con carbono se trata con NaOH (aproximadamente 1,5 gramos por 1.000 gramos de solución) y peróxido de hidrógeno (aproximadamente un gramo por 1.000 gramos de solución). La solución tratada se mantiene durante unos 5 minutos, se filtra, se enfría a 25°C aproximadamente y los resultantes cristales son filtrados, lavados y ensayados para la determinación del color jarabe. Se obtuvieron valores cromáticos del orden de 12 a 13. El pH del licor madre filtrado de los cristales es de 11,6 aproximadamente.

Unas pruebas similares, pero sin el uso de peróxido de hidrógeno, dan melamina con superiores

30 4963



- 6 -

valores cromáticos.

EJEMPLO 4

Se trata a 140°C con Darco S-51 una solución acuosa de melamina cruda al 10%, preparada a partir de urea y conteniendo cantidades menores de amoníaco, CO₂ y urea, así como cantidades pequeñísimas de otras impurezas, y se filtra a una presión de unas 3 atmósferas a través de una capa de auxiliar filtrante (tierra de diatomeas Hyflo). Se usa 0,454 kg. de Darco por 45,36 kg. de melamina. Luego se diluye el filtrado con licor madre del cristalizador recirculado (véase más abajo) a una concentración del 4% de melamina, teniendo el resultante filtrado una temperatura de 105°C. Se proporciona suficiente cáustico en el filtrado así diluido para establecer un pH de 11,5 aproximadamente. Asimismo, se añade peróxido de hidrógeno para establecer una concentración en la solución acuosa total de melamina del 0,09% aproximadamente. La solución así tratada es filtrada y el resultante filtrado se enfría a 30°C y se somete a cristalización bajo vacío. Los cristales de melamina recuperados, cuando se formulan en un jarabe de formaldehído y melamina, tienen un color APHA (patrón de la American Public Health Association) del 23. El licor madre del cristalizador se recircula y utiliza (como se indica anteriormente) para diluir el filtrado de la operación de filtración a 140°C y producir una solución acuosa que contiene aproximadamente un 4% de melamina y tiene una temperatura de 105°C.

EJEMPLO 5



- Se repite el ejemplo 1 en todos los aspectos esenciales, con la excepción de que no se recircula ningún licor madre como diluyente, sino que se enfría a la temperatura ambiente el filtrado acuoso de melamina al 10%, que tiene una temperatura de 140°C, y se separan algunos de los sólidos de melamina de la resultante suspensión, quedando una suspensión acuosa de melamina al 4%. Esta suspensión es calentada luego a 105°C y tratada con álcali y peróxido de hidrógeno, seguido de cristalización, como en el Ejemplo 1. El color de la melamina producida cuando se formula en un jarabe de formaldehído y melamina, es de 22 APHA.
- Evidentemente, el presente descubrimiento abarca numerosas modificaciones dentro de la técnica del arte. Por consiguiente, aunque la presente invención ha sido descrita detalladamente con relación a específicas versiones de la misma, no se pretende que estos detalles sean considerados como limitaciones del ámbito de la invención, salvo en la medida en que aparecen en las adjuntas reivindicaciones.
- Aunque se ha mostrado aquí que el H_2O_2 es muy eficaz, se consideran igualmente otros aditivos que proporcionen un ambiente oxidante, en lugar o además del H_2O_2 , por ejemplo oxígeno, aire y similares.
- Entre otras ventajas del procedimiento de la presente invención, está el hecho de que la reducción de cáustico reduce la hidrólisis y correspondientes pérdidas de producción de melamina. La hidrólisis tiene por resultado la formación de melina y sus compuestos relacionados, que han de contaminar en la

30 4963



- 8 -

15 OCT. 1964

operación de cristalización al cristal de melamina, reduciendo así su pureza y adecuación para su empleo en aplicaciones seleccionadas.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
10. También se hace constar que el invento se refiere a dos solicitudes de patentes presentadas en Norteamérica, con fecha ambas de 8 de septiembre de 1964, números: 395.023 y 395.077, acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "MÉTODO DE PURIFICACION DE MELAMINA"; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1^a.- Método de purificación de melamina, caracterizado porque comprende el establecimiento de una solución acuosa de melamina cruda del 2 al 15%, con una temperatura del orden de 80 a 160°C y conteniendo una cantidad pequeña pero eficaz de H₂O₂ y suficiente álcali para proporcionar un pH en la solución del orden de 9 a 12 aproximadamente, la filtración de la solución caliente para separar sólidos y la cristalización de la resultante solución filtrada a una temperatura del orden de 20 a 40°C bajo vacío, y la
20. recuperación de cristales de melamina relativamente
- 25.
- 30.



15 OCT. 1934

puros.

5. 2ª.- Método, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se decolora primeramente una solución acuosa de melamina cruda del 13 al 15%, que tiene una temperatura del orden de 80 a 160°C, con carbono y se filtra antes de la adición de H_2O_2 y el álcali.

3ª.- Método, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el álcali es NaOH.

10. 4ª.- Método, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se diluye una solución acuosa de melamina cruda que contiene del 10 al 15% aproximadamente de melamina y tiene una temperatura del orden de 120 a 160°C aproximadamente, a una concentración de melamina del 2 al 9% aproximadamente y se reduce la temperatura a un nivel del orden de 90 a 115°C aproximadamente, mediante empleo de licor madre de recirculación recuperado de la operación de cristalización de la reivindicación 1ª.

15.

20. 5ª.- Método, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la concentración de H_2O_2 es inferior al 3% en peso aproximadamente.

6ª.- "Método de purificación de melamina"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

25. Esta memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

AMERICAN CYANAMID COMPANY.-
J. GÓMEZ ACEBO Y MODA
S. S.

15 OCT. 1934