

401261



Int. Cl.: COIC

401261

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

por "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ACIDOS CLORO-CIANURICOS", a favor de la firma española SOCIEDAD ANONIMA CROS, residente en BARCELONA, Paseo de Gracia, 56.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a ácidos cloro-cianúricos (incluyendo ácidos cloroisocianúricos), particularmente ácido triclorocianúrico y ácido diclorocianúrico, y a nuevos procedimientos para producirlos. La presente invención se refiere además a procedimientos continuos mejorados para preparar ácido triclorocianúrico y ácido diclorocianúrico.

Hasta ahora ya se ha propuesto en la patente estadounidense 2.607.738 y en la patente remitida estadounidense 24.412, a favor de Edgar E. Hardy en 19 de Agosto

401261



de 1.952 y en 31 de Diciembre de 1.957 respectivamente, preparar ácido triclorocianúrico al disolver ácido cianúrico en la cantidad teórica de una solución al 5% de sosa cáustica o potasa y tratar la solución resultante con cloro hasta que han sido substituidos por cloro tres átomos de álcali. Sin embargo, Chattaway y Wardmore, en el Journal of the Chemical Society, volumen 81, páginas 200-202, indican que, donde se utilizan cantidades relativamente grandes de reactivos en la cloración de ácido cianúrico disuelto en la cantidad teórica de potasa, se obtienen rendimientos bajos de producto y productos pobres en cloro aprovechable o activo. Así, el procedimiento discontinuo, precedente no es adaptable para la producción comercial en gran escala.

Asimismo se ha propuesto antes en la patente estadounidense 2.964.525 concedida en 13 de Diciembre de 1960 a William L. Robinson preparar ácido triclorocianúrico por cloración continua de una solución acuosa de cianurato trisódico a un pH de 4,5 a lo sumo y a temperaturas por debajo de 50°C y preparar ácido diclorocianúrico al clorar continuamente una solución acuosa de cianurato dipotásico a un pH de 4,5 a lo sumo. Aunque pueden obtenerse ácido triclorocianúrico y ácido diclorocianúrico en forma pura y en rendimientos elevados a partir de los procedimientos de la patente Robinson, estos procedimientos son relativamente caros debido al coste relativamente elevado en una escala comercial de hidróxidos sódico y potásico que se emplean para preparar el cianurato trisódico y el cianurato bipotásico, respectivamente.

Asimismo, en los procedimientos que emplean la cloración con cloro de soluciones acuosas de sales de metales alcalinos de ácido cianúrico, tal como cianurato sódico o potásico para producir ácidos clorocianúricos, existen siempre

401261



los peligros potenciales de la formación de cantidades significativas de tricloruro de nitrógeno, si el procedimiento no se controla cuidadosamente y se permite elevar el pH por encima de 4,5.

5. El tricloruro de nitrógeno es un material nocivo que se sabe que tiene riesgo de explosión y que asimismo es venenoso. Su formación, en cantidades significativas en la producción en una planta comercial constituye un riesgo para el personal así como también para la planta. Se forma siempre algo de tricloruro de nitrógeno debido a la descomposición del anillo de triazina del radical de ácido cianúrico de las sales de metales alcalinos de ácido cianúrico, cuando se hace reaccionar una solución acuosa de tales sales con cloro a un pH por encima de 4,5. Sin embargo, se forman cantidades altamente peligrosas de tricloruro de nitrógeno cuando el pH de las soluciones de cianurato de metal alcalino se ponen en contacto con cloro, en cualquier forma, a un pH por encima de 8,0. A un pH en la gama de 4,5 a 7,0, puede reducirse la formación de tricloruro de nitrógeno en algunas extensión bajando la temperatura por debajo de 35°C en la que el cloro se pone en contacto con el cianurato de metal alcalino. Sin embargo, cuando el pH de la reacción está por encima de 8,0 aproximadamente, se verifica descomposición substancial de la triazina dando por resultado la formación de cantidades peligrosas de tricloruro de nitrógeno incluso a temperaturas de 0°C. Asimismo tal formación de tricloruro de nitrógeno se incrementa además con un incremento en el pH y los cianuratos de metal alcalino no pueden clorarse en forma segura por encima de un pH de 9. Además, la destrucción del cianurato por la descomposición del anillo de triazina da por resultado rendimientos materialmente mas bajos de ácidos clorocianú-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

401261



ricos.

5. Es un objeto de la presente invención proporcionar un método practicable económica y comercialmente para producir ácidos clorocianúricos, particularmente ácido tricolorocianúrico y ácido diclorocianúrico con buenos rendimientos.

10. Es otro objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para preparar ácidos clorocianúricos, cuyo procedimiento reduce substancialmente o elimina las desventajas o las desventajas potenciales de los métodos de la técnica previa, expuestas anteriormente.

Otros objetos y ventajas de la presente invención serán evidentes de la descripción que sigue y de las reivindicaciones anexas.

15. En el presente proceso se ha encontrado que los ácidos clorocianúricos, particularmente el ácido tricolorocianúrico y el ácido diclorocianúrico, pueden prepararse económicamente al introducir y hacer reaccionar cloro gaseoso o líquido, de preferencia cloro gaseoso, en una dispersión o lechada acuosa alcalina de una sal de metal alcalinotérreo de ácido cianúrico, de preferencia sales de trimetal alcalinotérreo y sales de dimetal alcalinotérreo de ácido cianúrico, cuya dispersión alcalina tiene un pH de 12,0 a 12,6 a una temperatura en la gama desde justo por encima del punto de congelación de la citada lechada hasta aproximadamente 50°C y hasta que el pH de la dispersión está por debajo de 4,0 aproximadamente. Al proceder así se forma una mezcla de reacción acuosa, que tiene el pH antes definido, que comprende una lechada de ácido clorocianúrico en una solución acuosa de un cloruro de metal alcalinotérreo, estando tal lechada esencialmente exenta de cloruros de nitrógeno. Luego el ácido clorocianúrico puede separarse fácilmente de la masa de la fase acuosa de la lechada por métodos bien conocidos a

20.

25.

30.

401261



los técnicos en la materia, tal como centrifugación, decantación, sedimentación, filtración o similares.

Sorprendentemente, la introducción de cloro en dispersiones acuosas alcalinas de cianuratos de metales alcalinotérreos, cuyas dispersiones tienen un pH por encima de 12,0 y a menudo tan altas como 12,6, da por resultado la producción de ácidos clorocianúricos sin la formación de cantidades significantes de tricloruro de nitrógeno lo cual es inesperado en cuanto a la formación de cantidades apreciables de tricloruro de nitrógeno en la reacción entre el cloro y las soluciones de cianuratos de metales alcalinos bajo las mismas condiciones de pH.

Los cianuratos de metales alcalinotérreos, que se emplean en el procedimiento de la presente invención son relativamente insolubles en agua a temperaturas ordinarias, es decir de 20°C a 25°C, siendo solamente solubles en agua en una extensión de 0,1% a 0,2% en peso a tales temperaturas. La solubilidad al agua de estos cianuratos de metales alcalinotérreos es inesperadamente menor de 0,1 a 0,2% a temperaturas más elevadas. Así, a temperaturas de 50°C, se disolverá en agua menos de 0,1% en peso de tales cianuratos y esta propiedad de solubilidad es contraria a la solubilidad de los cianuratos de metales alcalinos que tienen solubilidades mucho mayores a temperaturas elevadas.

Aunque relativamente insolubles en agua, las dispersiones acuosas alcalinas de cianuratos de metales alcalinotérreos, que se emplean en la preparación de los ácidos clorocianúricos de acuerdo con los procedimientos de la presente invención, casi siempre tienen un pH por encima de 12,0 y a menudo tienen un pH por encima de 12,5. El pH de tales dispersiones acuosas tampoco es afectado substancial-

401261



mente por la concentración del cianurato de metal alcalinotérreo dispersado en ellas. Así, por ejemplo, una dispersión acuosa que contiene 1% en peso de dicianurato tricálcico tendrá en general un pH de 12,5 y una dispersión acuosa que contiene 30% en peso de dicianurato tricálcico tendrá un pH de 12,6. Por otra parte, una dispersión acuosa que contiene de 10 hasta 30% en peso de monocianurato monocálcico tendrá usualmente un pH de 12,0 a 12,1.

La concentración del cianurato de metal alcalinotérreo en las dispersiones acuosas alcalinas que pueden clorarse con cloro de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, pueden variar en una extensión considerable, es decir de 10% a 30% en peso del cianurato de metal alcalinotérreo, pero de preferencia está en la gama de 15% a 30%. Particularmente se prefiere utilizar una dispersión acuosa que contiene entre 20% y 25% en peso del cianurato de metal alcalinotérreo en la forma de un sólido dispersado entre 75% y 80% de agua. A concentraciones más elevadas de los cianuratos de metales alcalinotérreos, por ejemplo 20% a 30% en peso, tales dispersiones tienen propiedades tixotrópicas, es decir formarán sólidos similares a gel al reposar. Estos sólidos similares a gel pueden transformarse en el estado líquido original mediante agitación, de preferencia por medios mecánicos.

Los cianuratos de metales alcalinotérreos pueden prepararse mediante una serie de métodos tales como por ejemplo, hacer reaccionar un carbonato de metal alcalinotérreo con ácido cianúrico, pero se preparan más deseablemente al disponer juntos y al hacer reaccionar un óxido o hidróxido de metal alcalinotérreo, en la forma de una lechada acuosa, con una lechada acuosa de ácido cianúrico, en las proporciones moleculares necesarias para obtener la sal de metal alcalinotérreo.

401261



- linotérreo deseada de ácido cianúrico. Así, por ejemplo, cuando se desea preparar un dicianurato de tri-metal alcalinotérreo, una lechada acuosa, que contiene tres proporciones moleculares de un hidróxido de metal alcalinotérreo se mezcla
5. y hace reaccionar con una lechada acuosa que contiene dos proporciones moleculares de ácido cianúrico. Al proceder así se forma una dispersión acuosa alcalina de dicianurato de tri-metal alcalinotérreo, en la forma de un sólido dispersado, que tiene usualmente un pH entre 12,5 y 12,6 y entonces
10. puede introducirse cloro en tal lechada para preparar ácido triclorocianúrico. Por otra parte, cuando se desea preparar un monocianurato de mono-metal alcalinotérreo, se mezcla usualmente una lechada acuosa que contiene una proporción molecular de un óxido de metal alcalinotérreo o bien hidróxido y se hace reaccionar con una solución acuosa o lechada
15. que contiene una proporción molecular de ácido cianúrico. Al proceder así, se forma una dispersión acuosa alcalina de un monocianurato de mono-metal alcalinotérreo en la forma de un sólido disperso, que tiene usualmente un pH de 12,0 a
20. 12,1, que luego puede clorarse directamente con cloro como se ha descrito aquí para producir ácido diclorocianúrico.

- La concentración de óxido o de hidróxido de metal alcalinotérreo, en la lechada que se adiciona a la lechada de ácido cianúrico puede variar en alguna extensión, pero se ha
25. encontrado como particularmente útil una lechada acuosa que contiene de 10% a 35% en peso, de preferencia de 25% a 35% en peso de hidróxido de metal alcalinotérreo. La concentración de ácido cianúrico en la solución o lechada acuosa de ácido cianúrico a la que se adiciona la lechada de hidróxi-
30. do de metal alcalinotérreo, puede variar asimismo en alguna extensión pero se ha encontrado especialmente deseable una lechada que contiene de 5% a 25%, de preferencia de 15% a 25% en peso de ácido cianúrico.

401261



Aunque cualquiera del grupo de sales de metales alcalinotérreos de ácido cianúrico o sus mezclas puede utilizarse para preparar ácidos clorocianúricos de acuerdo con los procedimientos de la presente invención, se prefieren las sales de calcio, magnesio y bario de ácido cianúrico y las sales de calcio son las particularmente preferidas.

El ácido triclorocianúrico se puede preparar, de acuerdo con una realización de esta invención al introducir cloro en una dispersión o lechada acuosa alcalina que contiene de 10% a 30% en peso, de preferencia 20% a 30% en peso de dicianurato de trimetal alcalinotérreo en forma de sólido disperso, que tiene la fórmula empírica general $(C_3N_3O_3)_2 \cdot M_3$, donde M es un metal alcalinotérreo, de preferencia calcio, magnesio o bario, aunque se comprende que pueden asimismo utilizarse las sales correspondientes de berilio y estroncio. El cloro se introduce en la dispersión acuosa del cianurato alcalinotérreo, que usualmente tiene un pH de 12,0 a 12,5 y que puede mantenerse a temperaturas en la gama desde justo por encima del punto de congelación de la dispersión hasta aproximadamente 50°C, de preferencia 0°C a 50°C, más preferentemente de 10°C a 35°C, hasta que el pH de la dispersión acuosa cae desde el pH alcalino antes mencionado a un pH por debajo de 4,0, de preferencia por debajo de 3,5. Al proceder así, se forma una mezcla de reacción acuosa que tiene un pH por debajo de 4,0 y que comprende una lechada acuosa de ácido triclorocianúrico y una solución acuosa de cloruro de metal alcalinotérreo, y de la cual puede separarse fácilmente, como se ha descrito anteriormente, el ácido triclorocianúrico.

De acuerdo con otra realización de esta invención, puede prepararse ácido diclorocianúrico al introducir cloro y una dispersión acuosa que contiene de 10% a 30% en peso, de preferencia de 20% a 30% en peso, de un monocianurato de

401261



- mono-metal alcalinotérreo en la forma de un sólido disperso que tiene la fórmula empírica $C_3N_3O_3H.M$, en donde M es un metal alcalinotérreo, de preferencia calcio, magnesio o bario, aunque se comprende que pueden asimismo utilizarse las sales correspondientes de berilio y de estroncio. El cloro se introduce en la dispersión acuosa alcalina de tal cianurato, que usualmente tiene un pH de 12,0-12,1 y que puede mantenerse a una temperatura en la gama desde justo por encima del punto de congelación de la dispersión hasta aproximadamente 50°C de preferencia, desde 0°C a 50°C, más preferentemente de 10°C a 35°C, hasta que el pH de la dispersión, está por debajo de 4,0, de preferencia por debajo de 3,5 y más preferentemente por debajo de 2,5. Al proceder así, se forma una mezcla de reacción acuosa que tiene un pH por debajo de 4,0 y que comprende una lechada acuosa de ácido diclorocianúrico y una solución acuosa de cloruro de metal alcalinotérreo y de la cual puede separarse fácilmente, como se ha descrito antes, el ácido diclorocianúrico.

- El cloro puede introducirse en cualquiera de las dispersiones alcalinas antes mencionadas de cianurato de metal alcalinotérreo, como un líquido o un gas, pero se introduce de preferencia como un gas o en el estado parcialmente gaseoso. Usualmente es deseable dispersar el cloro a través de las dispersiones de cianurato acuoso por medios mecánicos, tal como, por ejemplo, al mezclar continuamente con efecto cortante o por agitación, hasta que el pH cae desde el pH inicial de 12,0-12,6 dependiendo de la sal de cianurato de metal alcalinotérreo utilizada, a un pH por debajo de 4,0, de preferencia un pH por debajo de 3,5, y puede adicionarse cloro hasta que tales lechadas tienen un pH de 1,0 o inferior sin afectar el rendimiento del ácido clorocianúrico obtenido. Si se utiliza cloro insuficiente, es decir, las dispersiones no se cloran a un pH por debajo de 4,0, la mezcla reac-

401261



- cional contendrá cantidades apreciables de cianurato de metal alcalinotérreo no reaccionado y no se obtendrá el rendimiento máximo de ácido clorocianúrico. Asimismo, si el cloro no se dispersa adecuada o eficientemente, se requerirán
5. cantidades excesivas de cloro para obtener una mezcla de reacción que tenga el pH arriba definido. La relación a la cual se introduce el cloro en la dispersión no es usualmente crítica y tal relación depende en general de la eficacia de la agitación mecánica.
10. Durante la cloración de las dispersiones acuosas que contienen de 10% a 30% en peso de cianuratos de metales alcalinotérreos en la forma de sólidos dispersos, los ácidos clorocianúricos se forman generalmente como sólidos como parte de la fase dispersa en la mezcla de reacción acuosa. Los sólidos en la mezcla de reacción formados durante la cloración
15. a un pH entre aproximadamente 3,5 y 4,5 comprenderán así una mezcla de un ácido clorocianúrico y un cianurato de metal alcalinotérreo.
20. Durante la mezcla de las dispersiones de cloro y de cianurato de metal alcalinotérreo se verifica una reacción exotérmica y la temperatura de la mezcla o lechada de reacción resultante se elevará desde la temperatura ambiente (por ejemplo de 20°C a 30°C) hasta 60°C, o incluso tan altas como 90°C, a menos que se enfrie la mezcla de reacción. En general
25. se ha encontrado descable mantener la mezcla de reacción a una temperatura desde 0°C hasta 50°C, de preferencia de aproximadamente 10°C a 35°C por enfriamiento de la mezcla de reacción durante la adición del cloro a las lechadas acuosas de cianurato de metal alcalinotérreo. La mezcla de reacción
30. acuosa puede enfriarse a una temperatura por debajo de 0°C, pero no es una ventaja y existe un peligro de congelar la mezcla a temperaturas por debajo de 5°C. Aunque pueden em-

401261



- plarse temperaturas de 25°C a 50°C, existe algo de pérdida del rendimiento debido a la solubilidad de los ácidos clorocianúricos a estas temperaturas a menos de que la mezcla de reacción se enfríe de 10°C a 35°C antes de la separación de ella del ácido clorocianúrico. Ya que los ácidos clorocianúricos son apreciablemente inestables en presencia de agua a temperatura por encima de 50°C, tales temperaturas deben evitarse para asegurarse contra pérdidas de rendimiento. En la mayoría de casos, cuando la mezcla de reacción o las lechadas, se mantienen a una temperatura dentro de la gama preferida de 10°C a 35°C, se obtienen rendimientos óptimos, por ejemplo rendimientos de hasta el 90% del teórico, basado sobre el cianurato de metal alcalinotérreo cargado.
- 5.
- 10.

Bajo las condiciones deseadas de temperaturas y pH, la reacción se completa usualmente entre 15 y 40 minutos, dependiendo de la cantidad de dispersión de cianurato de metal alcalinotérreo a ser clorada, la velocidad a la cual se introduce el cloro en la dispersión y la eficacia de la agitación de tal dispersión.

15.

Durante y después de la introducción del cloro en la dispersión de cianurato de metal alcalinotérreo se forma una mezcla de reacción acuosa, que tiene un pH por debajo de 4,0, de preferencia por debajo de 3,5, y que comprende una lechada de ácido clorocianúrico y una solución acuosa de un cloruro de metal alcalinotérreo. Los ácidos clorocianúricos son substancialmente insolubles en tal solución, siendo la solubilidad menor de 1,0% en peso a 10°C. El ácido clorocianúrico formado en la mezcla de reacción acuosa puede separarse de la masa de la mezcla de reacción acuosa con la cual está asociado por métodos bien conocidos, tal como filtración, decantación, centrifugación y similares.

20.

25.

30.

Se forma poco o nada de tricloruro de nitrógeno como subproducto durante la reacción de cloro y las sales

401261



de metales alcalinotérreos de ácido cianúrico incluso cuando el pH se deje elevar por encima de 7, aunque se forma tricloruro de nitrógeno como subproducto cuando se utilizan como se ha descrito anteriormente sales de metales alcalinos de ácido cianúrico, tales como sales sódicas o potásicas. La razón o las razones para la falta de formación de tricloruro de nitrógeno en los procedimientos de la presente invención no son conocidas con certeza pero se cree que la reacción de cloro con los cianuratos de metales alcalinotérreos que están en la forma de sólidos dispersos en la mezcla de reacción pueden en parte prevenir la formación de tricloruro de nitrógeno.

El ácido triclorocianúrico puede prepararse continuamente de acuerdo con una realización de esta invención al introducir continuamente cloro, de preferencia cloro gaseoso y una dispersión o lechada acuosa de un diisocianurato de tri-metal alcalinotérreo, que tiene un pH de 12,0 a 12,5 en una zona de reacción mantenida a una temperatura dentro de la gama de 0°C a 50°C. El cloro se introduce usualmente continuamente y simultáneamente con la dispersión de cianurato en la zona de reacción y se dispersa continuamente en la dispersión de cianurato en la zona de reacción, con agitación hasta que, y a una velocidad tal que, la dispersión tiene un pH por debajo de 4,0, más deseablemente un pH por debajo de 3,5. Si se introduce cloro en la dispersión a una velocidad tal como para proporcionar un pH por encima de 4,0 bajo las condiciones de cloración continua del diisocianurato de tri-metal alcalinotérreo, se formarán a lo sumo solo pequeñas cantidades de ácido triclorocianúrico. La cantidad de cloro introducida es deseablemente una cantidad por lo menos igual o superior a 100% más que la cantidad estequiométrica de cloro necesario para reemplazar los átomos de metal alcalino-

401261



- térreo del dicianurato con átomos de cloro y es preferiblemente una cantidad de cloro que varía desde algo más de un 100% de exceso de la cantidad necesaria hasta el 200% de tal cantidad. Así se forma continuamente una mezcla de reacción acuosa que tienen un pH en la gama antes definida, que comprende una lechada de ácido triclorocianúrico en una solución acuosa de un cloruro de metal alcalinotérreo, una porción de cuya mezcla de reacción acuosa se extrae usualmente en forma continua, preferentemente en tal forma que se mantiene el volumen de la mezcla acuosa de reacción en la zona de reacción substancialmente constante, y de la cual puede separarse fácilmente el ácido triclorocianúrico como se ha descrito antes.
- 5.
- 10.

- El ácido diclorocianúrico puede prepararse continuamente de acuerdo con otra realización de esta invención al introducir continuamente cloro y una dispersión o lechada acuosa de un monocianurato de mono-metal alcalinotérreo en una zona de reacción mantenida a una temperatura dentro de la gama desde justo por encima del punto de congelación de la citada lechada hasta aproximadamente 50°C, de preferencia una temperatura dentro de la gama de 0°C a 50°C. El cloro se introduce de preferencia continuamente y se dispersa en la lechada de cianurato en la zona de reacción, con la agitación y velocidad necesarias hasta que la lechada tenga un pH por debajo de 4,0, de preferencia un pH por debajo de 3,0, más preferentemente un pH en la gama de 2,0 a 2,5. Si se introduce cloro en la dispersión a una velocidad tal como para proporcionar un pH por encima de 4,0 a aproximadamente 4,5 bajo las condiciones de cloración continua del monocianurato de mono-metal alcalinotérreo, la mezcla de reacción acuosa contendrá usualmente una mezcla de monocianurato de mono-metal alcalinotérreo no reaccionado y pequeñas cantidades de ácido diclorocianúrico. Por encima de un pH de 4,5 no se forman
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

401261



- cantidades apreciables de ácido diclorocianúrico. La cantidad de cloro es por lo menos igual a 100% de la cantidad estequiométrica de cloro necesario para reemplazar los átomos de metal alcalinotérreo del mono-cianurato con átomos de cloro y es de preferencia una cantidad de cloro que varía desde ligeramente en exceso de 100% de la cantidad necesaria hasta 120% de tal cantidad. Así se forma continuamente una mezcla de reacción acuosa, que tiene un pH en la gama de 2 a 4, que comprende una lechada de ácido diclorocianúrico en una solución acuosa de un cloruro de metal alcalinotérreo, una porción de cuya mezcla de reacción acuosa se extrae continuamente, de preferencia para mantener el volumen de la mezcla de reacción acuosa en la zona de reacción substancialmente constante, y de la cual puede separarse fácilmente como se ha descrito anteriormente el ácido diclorocianúrico.
- 5.
- 10.
- 15.

En la preparación arriba descrita de los ácidos clorocianúricos mediante cloración de dispersiones de cianurato de metal alcalinotérreo, se ha encontrado particularmente deseable separar continuamente los ácidos clorocianúricos de la masa de la mezcla de reacción acuosa mediante centrifugación hasta que la torta resultante del centrifugado contiene menos del 40%, de preferencia menos del 25% en peso de agua. El producto húmedo puede entonces lavarse con agua para eliminar los cloruros de metales alcalinotérreos residuales y puede luego secarse el ácido clorocianúrico de 50°C a 110°C para formar un producto sólido seco sin peligro de descomposición o de hidrólisis de los ácidos clorocianúricos.

20.

25.

Como se ha indicado antes, cuando la reacción de cloro y de los cianuratos de metales alcalinotérreos se realiza a temperaturas de aproximadamente 40°C a 50°C, permanecen cantidades apreciables de ácidos clorocianúricos en la

30.

401261



solución después que se han eliminado de la mezcla de reacción los ácidos clorocianúricos no disueltos. Con objeto de obtener rendimientos máximos es deseable enfriar la solución resultante por debajo de 35°C, de preferencia entre unos 10°C y 20°C mientras se dispersa cloro en tales soluciones hasta que el pH cae por debajo de 2,5 después de lo cual se forman ácidos clorocianúricos adicionales como partículas sólidas que pueden eliminarse como se ha descrito anteriormente.

10. Un conocimiento ulterior de las ventajas y de los procedimientos de la presente invención se obtendrá de los ejemplos siguientes, que se destinan a ilustrar la invención pero no para limitar el objeto de la misma, las partes y los tantos por cientos son en peso a menos que se especifique de otra forma.

15. Ejemplo 1

Se dispersaron 56 partes de hidróxido cálcico en 131,7 partes de agua y el producto resultante se mezcló a temperatura ambiente (25°C) con una dispersión consistente en 65,4 partes de ácido cianúrico y 261,6 partes de agua para formar una dispersión acuosa que contenía 154 partes de dicianurato tricálcico. Esta dispersión, que tenía un pH de 12,5, se introdujo en un reactor equipado con un agitador, un termómetro, un tubo de salida de gas, electrodos de pH y un tubo de entrada de cloro y se cloró con cloro gaseoso durante unos 40 minutos a una temperatura que varió en el intervalo comprendido entre 30°C y 50°C, y hasta que el pH de la lechada fué de 4,0. El cloro se introdujo en la dispersión a una velocidad tal que la temperatura no excedió los 50°C. En esta operación se utilizaron 116 partes de cloro correspondientes a 120% más que la cantidad de cloro teóricamente requerida.

Los productos de esta reacción consistieron en una

401261



- mezcla de reacción acuosa que estaba compuesta de ácido triclorocianúrico en la forma de una lechada y una solución acuosa de cloruro cálcico, con un pH de 4,0. Esta lechada se enfrió a temperatura ambiente (25°C) y se separó la solución acuosa del cloruro cálcico del ácido triclorocianúrico mediante filtración y la torta del filtro resultante, conteniendo ácido triclorocianúrico y cloruro cálcico residual se lavó con agua fría (5°C). Después de secar se analizó el producto y se encontró que contenía 85% de cloro activo.
- 5.
10. Se obtuvo un rendimiento total de 100 partes de ácido triclorocianúrico, que suponen un rendimiento del 86% basado en el dicianurato tricálcico cargado.

- Al clorar una solución de cianurato trisódico conteniendo una cantidad equivalente de radical cianurato, en lugar del diisocianurato cálcico, bajo las condiciones anteriores, se produjeron vapores de NCl_3 nocivos y se obtuvo un producto que consistía en 65 gramos de un material conteniendo 66% de cloro activo.
- 15.

Ejemplo 2

20. 40,7 partes de hidróxido magnésico se disolvieron en forma de lechada en 95,3 partes de agua y el producto resultante se mezcló a temperatura ambiente con una lechada que contenía 70,9 partes de ácido cianúrico y 283,2 gramos de agua para formar una dispersión acuosa que contenía 95 partes
25. de mono-cianurato mono-magnésico, con un pH de 12,1. Esta dispersión se introdujo en un reactor equipado con un serpentín de refrigeración, un agitador, un termómetro y un tubo de salida de gas, electrodos de pH y un tubo dentado de cloro. La lechada se enfrió, por medio de un serpentín refrigerador que rodea el reactor, a una temperatura cuyo intervalo estaba comprendido entre 10°C y 15°C y se cloró con gas cloro
30. hasta que la lechada tuvo un pH de 2,5. El cloro se introdujo

401261



a una velocidad tal que la temperatura de la lechada no excedió 15°C durante la cloración. En la marcha de esta operación se consumieron 44,8 partes de cloro correspondientes a 30% más de cloro que la cantidad requerida teóricamente.

5. El producto de esta reacción consistió en una mezcla de reacción acuosa, que comprendía ácido diclorocianúrico en la forma de una lechada acuosa y una solución acuosa de cloruro magnésico con un pH de 2,5. La solución acuosa del cloruro magnésico se separó del ácido diclorocianúrico por filtración y se eliminó de la torta de filtro resultante el cloruro magnésico residual al lavarla con agua fría (10°C). Tras el secado, se analizó el producto y se encontró que contenía 70% de cloro activo. Se obtuvo un rendimiento total de 99 partes de ácido diclorocianúrico, que representaba un rendimiento de aproximadamente 90% basado el monocianurato mono-magnésico cargado.
- 10.
- 15.

Ejemplo 3

- Se preparó una dispersión acuosa de dicianurato dicálcico al mezclar juntos ácido cianúrico, agua e hidróxido cálcico en proporciones de aproximadamente 131, 800, y 110 partes en peso, respectivamente. La dispersión, que tenía un pH de 12,6, se agitó a temperatura ambiente (25°C) en un contenedor provisto de un agitador mecánico, y se introdujo por un periodo de aproximadamente 8 horas y a una velocidad de aproximadamente 0,4 partes de dicianurato tricálcico por hora, en un reactor equipado con un agitador eficiente, electrodos de pH y un baño de hielo para mantener la temperatura de reacción entre 20°C y 25°C. Simultáneamente con la introducción de la dispersión de dicianurato tricálcico, se cargó cloro continuamente, y se dispersó continuamente en forma mecánica a través de la dispersión de cianurato a una velocidad tal que el pH de la dispersión fué de 3,5. A medida
- 20.
- 25.
- 30.

401261



que se realizaba la reacción, se introdujo cloro a una velocidad tal que la temperatura de la dispersión no excedió 25°C. Los productos de la reacción incluyeron ácido triclorocianúrico en forma de una lechada y una solución acuosa de cloruro cálcico con un pH de 3,5. Estos productos se eliminaron periódicamente del reactor por medio de una bomba de succión hacia un receptor apropiado de modo que el tiempo de permanencia de la mezcla de reacción en el reactor fué de unos 30 minutos. El ácido triclorocianúrico se separó de la solución acuosa de cloruro cálcico por filtración, y la torta del filtro resultante se lavó con agua holada para eliminar de ella el cloruro cálcico residual.

El ácido triclorocianúrico purificado se secó al aire por la noche, se calentó por dos horas en un horno a 105°C, luego se molió en un estado finamente dividido y se recalentó a 105°C, durante 2 1/2 horas. El ácido triclorocianúrico así producido, tenía un contenido de cloro activo de 86,5% y se obtuvo en rendimiento que ascendía a 89,5%, de la teoría.

Por vía de contraste, cuando se cloró una solución de cianurato trisódico con un pH de 13,5 y conteniendo una cantidad equivalente de radical de cianurato, es decir, se pasó cloro dentro de la solución total de cianurato de forma que el pH descendió gradualmente, se obtuvo un producto sólido conteniendo 75% de cloro activo con un rendimiento que ascendía a 74% de la teoría basado en los reactivos cargados. Además, se formaron grandes cantidades de tricloruro de nitrógeno y el procedimiento tuvo que pararse después de 10 minutos a causa del peligro de explosión.

Ejemplo 4

Se preparó una dispersión acuosa de dicianurato tricálcico al adicionar, con agitación, 188 partes (libras) de una lechada acuosa que contenía 30% de hidróxido cálcico, a

401261



- 327 partes de una lechada acuosa que contenía 20% de ácido cianúrico. La cantidad de hidróxido cálcico empleada fué de 0,1 muy aproximadamente en exceso de la requerida para formar dicianurato tricálcico y el pH fué de 12,5 aproximadamente.
5. La dispersión se agitó continuamente y se enfrió a una temperatura de 10°C. Se cargaron aproximadamente 4,5 partes de esta lechada en un recipiente de cloración que comprendía un recipiente de vidrio cilíndrico forrado, que tenía un diámetro interno de 5 pulgadas y una altura interna de 13 pulgadas,
10. cuyo contenedor se proveyó de tres (3) tabiques de una pulgada de ancho verticales espaciados equidistantemente y espaciados hacia dentro radialmente en una pulgada de la pared interior del contenedor. La capacidad del contenedor fué de aproximadamente ocho partes (libras) de lechada. Se proporcionó agitación mediante un árbol montado coincidente con el
15. eje vertical del contenedor y provisto de un propulsor de turbina de seis palas de dos pulgadas de diámetro espaciado dos pulgadas por encima del interior del fondo del contenedor y un segundo propulsor de turbina de seis palas de dos
20. pulgadas de diámetro espaciado cinco pulgadas por encima del primer propulsor mencionado. El árbol y los propulsores giraron a 2.300 revoluciones por minuto o una velocidad periférica del propulsor de 1.200 pies por minuto. El contenedor estaba provisto asimismo de un tubo para introducir cloro
25. gaseoso en el fondo del contenedor debajo del propulsor más inferior y asimismo estaba provisto de un tubo para introducir la lechada acuosa de dicianurato tricálcico por el fondo del contenedor debajo del propulsor inferior. El contenedor estaba asimismo provisto de un tubo extendido verticalmente
30. hacia abajo en el contenedor a una distancia de diez pulgadas del fondo del contenedor para la extracción de los productos de reacción.

Se introdujo cloro gaseoso continuamente en las 4,5

401261



partes de la dispersión de dicianurato tricálcico por un período de 15 minutos en una velocidad tal que la temperatura del medio acuoso se mantuvo a una temperatura de 21°C a 23°C cuando circuló la salmuera a una temperatura de -25°C a través de la camisa del contenedor. Durante este período, el cloro se dispersó continuamente a través de la solución mediante los propulsores agitadores y los tabiques. Al final de este período de tiempo, se formó una parte inferior acuosa que comprendía una lechada de ácido triclorocianúrico y dicianurato tricálcico en una solución acuosa de cloruro cálcico y cloro, teniendo la parte inferior un pH de 2,9 a 3,0.

El resto de la dispersión de dicianurato tricálcico como se preparó en el primer párrafo de este ejemplo, se agitó a temperatura ambiente. Luego esta dispersión se introdujo continuamente en la parte inferior acuosa en el reactor a una velocidad de 0,4 partes (libras) por minuto con agitación a la velocidad antes descrita, y se introdujo continuamente y al propio tiempo cloro gaseoso en la parte inferior acuosa en una cantidad de 105% en exceso del cloro teóricamente requerido para reaccionar con el dicianurato tricálcico en el contenedor. La agitación continua de la dispersión dispersó continuamente el cloro gaseoso a través de la parte inferior acuosa y el cloro se introdujo a una velocidad tal que el pH estuvo entre 2,9 y 3,0. La temperatura de la parte inferior acuosa en el contenedor se mantuvo a 21°C - 23°C mediante refrigerante circulante a través de la camisa del contenedor. Cuando los contenidos del contenedor se elevaron por encima del nivel del tubo de extracción de líquido arriba mencionado, el nivel de la parte inferior acuosa en el contenedor se mantuvo constante al bombear continuamente una porción de la parte inferior acuosa del recipiente que contenía ácido triclorocianúrico a través del tubo de extracción. La porción de parte inferior acuosa así ex-

401261



traida se suministró continuamente a una centrífuga donde se separó ácido triclorocianúrico en la forma de una torta de centrifugación, mientras que la masa del líquido acuoso conteniendo cloruro cálcico de descartó.. La torta de centrifugación constaba de ácido triclorocianúrico y aproximadamente 0,8% de cloruro cálcico y aproximadamente 15% de agua basado sobre el peso seco del ácido triclorocianúrico. Cuando la torta de centrifugación había completado la capacidad de la centrífuga, se desvió el suministro de la parte inferior acuosa a una segunda centrífuga y la torta centrífuga se centrifugó ulteriormente hasta que contuvo de 5% a 6% de humedad. Luego se extrajo la torta de la centrífuga, se lavó con agua helada para eliminar una porción principal de cloruro cálcico y se secó en un horno a 105°C. El rendimiento del ácido triclorocianúrico fue del 97% basado sobre el dicianurato tricálcico empleado y este producto contenía 85,6% de cloro activo.

El tiempo de permanencia del cloro y de la disposición acuosa de dicianurato tricálcico en el reactor varió entre 20 y 25 minutos.

El procedimiento continuo arriba descrito se realizó por dos períodos de 5 y 7 horas respectivamente, sin dificultades en la operación o sin baja en el rendimiento de ácido triclorocianúrico pero debe comprnderse que el procedimiento es operable continuamente por períodos de tiempo más largos.

Ejemplo 5

Se preparó una dispersión acuosa de monocianurato monocálcico al adicionar, con agitación, 136 partes de una lechada acuosa que contenía 30% de hidróxido cálcico a 355 partes de una lechada acuosa que contenía 20% de ácido cianúrico.

401261



co, teniendo la dispersión final una relación molar 1:1 de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a ácido cianúrico y un pH de 12,1. 4 partes de esta dispersión se cargaron a un recipiente de cloración con camisa idéntico al descrito en el ejemplo 4. Esta dispersión

5. se agitó y se mantuvo a una temperatura de 10°C , haciendo circular salmuera a una temperatura de -25°C a través de la camisa del recipiente.

La dispersión en el recipiente se cloró luego al pasar cloro gaseoso a través de un tubo en el fondo del recipiente dentro de la lechada en un punto justo debajo del propulsor agitador con el propulsor funcionando a 2.300 revoluciones por minuto o una velocidad periférica del propulsor de 1.200 piés por minuto, suministrándose el cloro a una velocidad suficiente para mantener la temperatura de la lechada a 15°C con salmuera a -25°C circulando a través de la camisa de refrigeración. La introducción de cloro y la dispersión mecánica del mismo a través de la dispersión se continuó hasta que el pH de la dispersión estuvo entre 2,5 y 3,0. El producto resultante fue una mezcla de reacción acuosa que

10. comprendía ácido diclorocianúrico en un medio acuoso conteniendo una solución de cloruro cálcico y cloro.

15.

20.

El resto de la dispersión de monocianurato monocálcico se enfrió a 10°C y se introdujo en la lechada antes descrita de ácido diclorocianúrico en el recipiente de cloración a través de una abertura tubular en la parte inferior del recipiente debajo del propulsor más inferior a una relación de 0,3 partes por minuto con agitación continua a la velocidad del propulsor antes descrita, y se introdujo continuamente cloro gaseoso en la lechada en la relación de 0,03 partes por

20. minuto correspondientes a un exceso molar del 107% de cloro teóricamente requerido para reemplazar los átomos de calcio y para formar ácido diclorocianúrico basado en la lechada de

30.

401261



- monocianurato monocálcico así introducida. Bajo las condiciones de agitación y de dispersión del cloro a través de la lechada, la velocidad a la que se introdujo el cloro fue tal que el pH de la lechada estaba entre 2,0 y 2,5. La temperatura de la lechada se mantuvo substancialmente a 17°C pasando salmuera refrigerante a -20°C a través de la camisa del recipiente. Una porción de la lechada en el recipiente se bombeó continuamente desde el recipiente a través del tubo de extracción a una velocidad de aproximadamente 0,35 partes por minuto manteniendo así un volumen substancialmente constante de la parte inferior de lechada en el recipiente que consistía en un peso de lechada de aproximadamente 8 partes.

- La lechada extraída del recipiente se deshidrató continuamente en una centrífuga hasta un contenido de agua de menos del 40% en peso, basado sobre la torta seca de la centrífuga. Cuando la torta colmó la capacidad de la centrífuga, la lechada extraída del recipiente de cloración se desvió a otra centrífuga y la torta en la primera centrífuga se deshidrató hasta que contenía aproximadamente 25% en peso de humedad. La torta que constaba esencialmente de ácido diclorocianúrico y agua, se lavó con agua fría (10°C) para extraer el cloruro cálcico residual y luego se secó en un horno durante 2,5 horas a 100°C. El rendimiento de ácido diclorocianúrico fue superior al 96%, basado sobre el monocianurato monocálcico utilizado, y el producto contenía 70,9% de cloro aprovechable.

- El tiempo de permanencia del cloro y del monocianurato monocálcico en el recipiente de cloración varió entre 15 y 20 minutos. El procedimiento continuo se realizó durante 2 1/2 horas sin ninguna dificultad en la operación o sin baja en el rendimiento de ácido diclorocianúrico pero debe comprenderse que el procedimiento es operable continua-



mente sobre periodos de tiempo mucho más largos.

En la cloración continua de las sales de metales alcalinotérreos antes descritos del ácido cianúrico no se forman cantidades apreciables de ácidos clorocianúricos a menos que se proporcione cloro suficiente y se disperse a través de las lechadas acuosas de los cianuratos para proporcionar un pH de 4,0 o inferior y se obtienen rendimientos máximos cuando el pH durante la cloración continua está por debajo de 3,5.

5. Aún cuando puede producirse ácido triclorocianúrico al clorar una dispersión acuosa de un dicianurato de trimetal alcalinotérreo por debajo de un pH de 4,0, se obtienen rendimientos máximos cuando la dispersión se clora a un pH por debajo de 3,0 y no se obtienen beneficios perceptibles al clorar tal lechada a un pH por debajo de 2,5. Por otra parte, puede producirse ácido diclorocianúrico al clorar una dispersión acuosa de un monoisocianurato de mono-metal alcalinotérreo a un pH de 3,5, pero se obtienen rendimientos máximos cuando tal lechada se clora a un pH por debajo de 2,5 y no se obtienen beneficios perceptibles al clorar tal lechada a un pH por debajo de 2,0.

10. En la cloración de las sales de metales alcalinotérreos de ácido cianúrico como se ha descrito aquí es posible introducir cloro en tales lechadas a un pH más elevado sin descomposición del anillo de triazina y la formación concomitante de tricloruro de nitrógeno que hasta ahora ha sido posible por la cloración de cianuratos de metales alcalinos. Asimismo tal cloración no requiere un control de pH rígido y es en general menos peligroso y más económico que los procedimientos de cloración anteriores.

15. Los productos de los procedimientos de la presente invención son útiles como constituyentes activos de compo-

40 126 1



siciones que tienen propiedades oxidantes, blanqueantes, detergentes y desinfectantes.

= . =

REIVINDICACIONES

5. Descrito el objeto del presente invento, se declaran como no divulgadas ni practicadas en España las siguientes reivindicaciones:

10. 1.- Un procedimiento para preparar un ácido clorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir cloro en una dispersión acuosa alcalina de una sal de metal alcalino-térreo de ácido cianúrico a una temperatura en la gama desde justo por encima del punto de congelación de la citada dispersión hasta unos 50°C y hasta que el pH de la dispersión está por debajo de 4,0.

15. 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, para preparar tricolorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir cloro en una dispersión acuosa alcalina de un dicianurato de trimetal alcalino-térreo a una temperatura desde aproximadamente 0° hasta 50°C y hasta que el pH de la dispersión esté por debajo de 4,0.

25. 3.- Un procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido tricolorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir cloro gaseoso en una dispersión acuosa alcalina de dicianurato tricálcico mantenida a una temperatura desde justo por encima del punto de congelación de la citada dispersión hasta unos 50°C y hasta que el pH de la citada dispersión esté por debajo de 4,0 formando con ello una mezcla de reacción acuosa en la citada zona de reacción, que tiene el pH antes definido y que comprende una lechada acuosa de ácido tricolorocianúrico, y separando luego
30. el ácido tricolorocianúrico de la masa de la fase acuosa de

401261



la citada lechada.

- 4.- Un procedimiento según las reivindicaciones precedentes para preparar ácido triclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir, con agitación, una dispersión acuosa alcalina que contiene de 20% a 30% en peso de dicianurato tricálcico en una zona de reacción mantenida a una temperatura en la gama de aproximadamente 10°C a unos 35°C, introduciendo cloro gaseoso en la citada dispersión en la citada zona de reacción, hasta que el pH de la citada dispersión esté por debajo de 3,5 para formar con ello en la citada zona de reacción una mezcla de reacción acuosa que tiene el pH antes definido y que comprende una lechada acuosa de ácido triclorocianúrico y eliminando luego el ácido triclorocianúrico de la masa de la fase acuosa de la citada lechada.
- 5.- Un procedimiento continuo según las reivindicaciones precedentes, para ácido triclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir continuamente una dispersión acuosa alcalina de un dicianurato de tri-metal alcalino-térreo en una zona de reacción que se mantiene a una temperatura en la gama de 0°C a 50°C, introduciendo y dispersando continuamente cloro gaseoso dentro de la citada dispersión a una velocidad suficiente para formar continuamente una mezcla de reacción acuosa en la citada zona, que tiene un pH por debajo de 3,5 y que comprende una lechada acuosa de ácido triclorocianúrico, eliminando continuamente el ácido triclorocianúrico junto con una porción de la fase acuosa de la citada lechada de la zona de reacción y separando luego el ácido triclorocianúrico así eliminado de la fase acuosa asociada con él.
- 6.- Un procedimiento continuo según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido triclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir continuamente una dispersión acuosa alcalina de dicianurato tricálcico dentro de una

401261



- lechada acuosa de ácido triclorocianúrico en una zona de reacción en la que la citada lechada se mantiene a una temperatura de 0°C a 50°C, introduciendo y dispersando continuamente cloro gaseoso dentro de la citada dispersión en la citada lechada en la citada zona de reacción a una velocidad suficiente para formar continuamente una mezcla de reacción acuosa en la citada zona de reacción, que tiene un pH por debajo de 3,5 y que comprende una lechada acuosa que contiene cantidades adicionales de ácido triclorocianúrico, eliminando continuamente ácido triclorocianúrico, junto con una porción de la fase acuosa de la citada lechada de la zona de reacción y separando luego el ácido triclorocianúrico así eliminado de la masa de la fase acuosa asociada con él.
- 5.
- 10.
- 7.- Un procedimiento según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido diclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir cloro dentro de una dispersión acuosa alcalina de un monocianurato de mono-metal alcalino-térreo a una temperatura de unos 0°C a 50°C hasta que el pH de la dispersión esté por debajo de 4,0.
- 15.
- 8.- Un procedimiento según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido diclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir cloro gaseoso con agitación dentro de una dispersión acuosa alcalina de monocianurato monocalcico a una temperatura desde justo por encima del punto de congelación de la citada dispersión hasta unos 50°C y hasta que el pH de la citada dispersión esté por debajo de 4,0 formando con ello una mezcla de reacción acuosa en la citada zona de reacción, que tiene el pH arriba definido y que comprende una lechada acuosa de ácido diclorocianúrico y separando luego el ácido diclorocianúrico de la masa de la fase acuosa de la citada lechada.
- 20.
- 25.
- 30.

401261



- 9.- Un procedimiento según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido diclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir, con agitación una dispersión acuosa alcalina que contiene de 20% a 30% en peso de monocianurato monocálcico en una zona de reacción mantenida a una temperatura en la gama de aproximadamente 10° C a unos 35° C, introduciendo cloro gaseoso dentro de la citada dispersión en la citada zona, hasta que el pH de la citada dispersión esté por debajo de 3,0 formando con ello en la citada zona, una mezcla de reacción acuosa, que tiene el pH arriba definido y que comprende una lechada acuosa de ácido diclorocianúrico y eliminando luego el ácido diclorocianúrico de la masa de la fase acuosa de la citada lechada.
- 5.
- 10.

- 10.- Un procedimiento continuo según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido diclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir continuamente una dispersión acuosa alcalina de un monocianurato de mono-metal alcalino-térreo en una zona de reacción que se mantiene a una temperatura en la gama de 0° C a 50° C, introduciendo y dispersando continuamente cloro gaseoso dentro de la citada reacción en la citada zona de reacción a una velocidad suficiente para formar continuamente una mezcla de reacción acuosa en la citada zona de reacción que tiene un pH por debajo de 3,0 y que comprende una lechada acuosa de ácido diclorocianúrico, eliminando continuamente ácido diclorocianúrico, junto con una porción de la fase acuosa de la citada lechada, de la zona de reacción y separando luego el ácido diclorocianúrico así eliminado de la fase acuosa asociada con él.
- 15.
- 20.
- 25.

- 11.- Un procedimiento continuo según las reivindicaciones precedentes, para preparar ácido diclorocianúrico, caracterizado porque comprende introducir continuamente una dispersión acuosa alcalina de monocianurato monocálcico den-
- 30.

401261



tro de una lechada acuosa de ácido diclorocianúrico en una zona de reacción, manteniéndose la citada lechada a una temperatura de 0°C a 50°C, introduciendo y dispersando continuamente cloro gaseoso dentro de la citada dispersión en la

5. citada lechada en la zona de reacción a una velocidad suficiente para formar continuamente una mezcla de reacción acuosa en la citada zona de reacción, que tiene un pH por debajo de 3,0 y que comprende una lechada acuosa que contiene cantidades adicionales de ácido diclorocianúrico, eliminando
10. continuamente ácido diclorocianúrico junto con una porción de la fase acuosa de la citada lechada de la citada zona de reacción y separando luego el ácido diclorocianúrico así eliminado de la masa de la fase acuosa asociada con él.

- 12.- Un procedimiento para preparar ácidos clorocianúricos.
- 15.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 29 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras

Madrid, a 24 MAR. 1972
JAIME ISERN

p.a.

p. a.


Firmado: JOSE F. NIETO

mpc.

