

405575

405.575



Int. Cl.<sup>4</sup> CO1C 3/08

Int. Cl.<sup>2</sup> C07C

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

por "UN PROCESO PARA LA PREPARACION DE ACIDO CIANURICO", a favor de la firma española S.A. CROS, residente en BARCELONA, Paseo de Gracia 56.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento de fabricación de ácido cianúrico a partir de urea.

El ácido cianúrico es materia prima para la fabricación de derivados clorados como el ácido tricloroisocianúrico, ácido dicloroisocianúrico y dicloroisocianuratos alcalinos utilizados como agentes de blanqueo en detergentes, para desinfección y depuración de aguas o como agentes de cloración. El ácido cianúrico puede utilizarse también en la fabricación de pesticidas derivados de la triazina o en la fabricación de resinas retardantes de llama, etc.

Cuando la urea se calienta por encima de su punto de fusión se transforma en ácido cianúrico. El ácido cianúrico así formado suele contener como impurezas biuret, amelida,



amelina y melamina, productos todos ellos resultantes de la pirolisis de urea y cuyos porcentajes en el ácido cianúrico dependen del proceso seguido.

- Así (Patente USA 3.236.845 de 22-FEB-1966) el ácido
5. cianúrico se puede preparar por pirolisis de urea en presencia de ácido cianúrico en proporciones adecuadas para evitar la formación de costras en las paredes del reactor que dificultan la transmisión del calor y la agitación de la masa de reacción.
10. Otros procedimientos se basan en la transformación de urea en un medio líquido inerte como aceite mineral o aceite de parafina (Patente USA 3.172.886 de 9-MAR-1965) eliminando posteriormente el disolvente por centrifugación de la masa de reacción a una temperatura comprendida entre 100<sup>o</sup>-120<sup>o</sup>C.
15. Por agitación del medio líquido se consigue una suspensión del ácido cianúrico; sin embargo presenta la desventaja de tener que centrifugar a temperatura elevada y por otra parte al quedar el producto impurificado con el aceite se hace necesario una posterior purificación del producto crudo.
20. También se utiliza como dispersante inerte (Patente Británica 975.714 de 8-FEB-1962) nitrobenceno, que se separa del producto final por filtración a temperatura ambiente. Se utiliza en este procedimiento un haluro ácido como cloruro amónico o bromuro amónico en pequeñas cantidades (catalizador) con objeto de aumentar el rendimiento en ácido cianúrico.
25. El producto bruto aparte del nitrobenceno residual contiene el catalizador y cantidades apreciables de amelida lo que hace necesario una adecuada purificación, seguido de una nueva filtración. Por otra parte se tiene la complicación

405575



de trabajar con un dispersante altamente tóxico y que forma con el aire mezclas explosivas de límites moderados.

5. Una de las ventajas de nuestra invención consiste en haber encontrado un proceso de fabricación de ácido cianúrico simplificado en el que se obtiene ácido cianúrico de una pureza superior al 98% que hace innecesaria una posterior purificación, con la consiguiente economía del proceso.

10. Según el proceso objeto de nuestra invención, el ácido cianúrico se obtiene por transformación de la urea en presencia de naftaleno como dispersante inerte, líquido a la temperatura de fusión de la urea y que es estable a la temperatura de trabajo. En dicho medio el ácido cianúrico formado queda disperso produciéndose una buena transmisión de calor y manteniéndose la dispersión fácilmente mediante simple agitación.

15. La temperatura a la que se produce la transformación de urea en ácido cianúrico, está comprendida entre 140°C y 215°C.

20. De acuerdo con este nuevo proceso el amoniaco producido en la reacción puede desplazarse mediante cloruro de hidrógeno seco con lo que se favorece la velocidad de reacción, al mismo tiempo que se impide la formación de amelida, amelina y melamina y muy especialmente de amelida.

25. El naftaleno puede separarse del producto de reacción por filtración de la masa de reacción a temperatura por encima del punto de fusión del naftaleno (80, 22°C), por extracción del mismo con acetona, tetracloruro de carbono u otro disolvente idóneo. Pero es mejor eliminar el naftaleno arrastrando con vapor el heterocazeótropo naftaleno-agua que tiene



un punto de ebullición de 98,8°C y una composición de 84% en peso de agua y 16% en peso de naftaleno.

- En el arrastre con vapor aparte de eliminar el naftaleno se completa la purificación del cianúrico debido al cloruro de hidrógeno residual que queda en el reactor al iniciarse el arrastre, el cual favorece la hidrólisis de la amelida que haya podido formarse. Una vez eliminado el naftaleno se filtra la suspensión acuosa del residuo que contiene el ácido cianúrico y parte del cloruro amónico formado en la reacción.
- 5.
10. Se lava con agua y seca a 100°C obteniéndose un producto sólido blanco con un contenido en ácido cianúrico superior al 98%. El rendimiento es superior al 80% basado en la transformación de la urea.

- Los siguientes ejemplos ilustran mejor la aplicación del proceso objeto de esta invención.
- 15.

Ejemplo 1.

- En un reactor de 2 litros provisto de agitación, termómetro, entrada de cloruro de hidrógeno seco y condensador mantenido a 90°C-100°C para evitar solidificaciones de naftaleno en el mismo, se introducen 500 gramos de naftaleno y 200 gramos de urea. Se calienta progresivamente la masa de reacción, mediante una manta eléctrica entre 140°C y 170°C durante 1 hora y finalmente se sube la temperatura a 200°C y se mantiene entre 200°C y 210°C durante 2 horas. Durante todo el proceso se pasa una corriente de cloruro de hidrógeno seco para favorecer el desprendimiento de amoníaco. Al final de dicho tiempo se para el paso de cloruro de hidrógeno seco, se enfría el contenido del reactor y extrae el naftaleno con acetona. Se filtra y lava la torta con agua para eli-
- 20.
- 25.

405575



minar el cloruro amónico formado y finalmente el producto sólido blanco se seca a 100°C. Peso seco 121,9 gramos con un contenido en ácido cianúrico del 98,9%. Rendimiento 84,06% calculado a partir de la urea.

5. Ejemplo 2.

- En un matraz de 2 litros provisto de agitación, termómetro, entrada de cloruro de hidrógeno seco, entrada de vapor y condensador mantenido a 90°C-100°C, se introducen 500 gramos de naftaleno y 250 gramos de urea. Se calienta progresivamente la masa de reacción, mediante una manta eléctrica entre 140°C-170°C durante 30 minutos y posteriormente se sube la temperatura a 200°C y se mantiene entre 200°C-210°C durante 3 horas 30 minutos. Durante todo el proceso se pasa una corriente de cloruro de hidrógeno seco para favorecer el desprendimiento de amoníaco. Terminada la reacción se cierra el paso de cloruro de hidrógeno seco y se deja enfriar la masa de reacción a 130°C momento en el que se inicia el arrastre de vapor para eliminar el naftaleno. Una vez que se han pasado 4,5 kg. de vapor se cierra el paso del mismo, se enfría el residuo a temperatura ambiente y se filtra la suspensión acuosa del ácido cianúrico que contiene disuelto parte del cloruro amónico formado. Se seca a 100°C. Peso seco = 153,8 gr. Contenido en ácido cianúrico del producto seco 99,05%. Rendimiento basado en la urea de partida 84,97%.

Por enfriamiento del heteroazeótropo se separa el naftaleno sólido que se recupera por filtración y se seca a 40°C. Peso seco 476,2 gramos. Rendimiento de recuperación del naftaleno 95,24%.

405575



El consumo de cloruro de hidrógeno seco a lo largo de la operación fue de 131,8 gramos es decir 86,7% del teórico para reaccionar con el amoniaco desprendido en la reacción.

5. El balance de nitrógeno a lo largo de la operación fue como sigue:

Nitrógeno puesto (250 gr. de urea). . . . . = 116,67 gr.

Nitrógeno transformado :

En 153,8 gr. de ácido cianúrico del 99,05% . = 49,57 gr.

10. En 156,8 gr. de cloruro amónico recogido

en el reactor . . . . . = 41,07 gr.

En 36,2 gr. de cloruro amónico recogido

en el "scrubber" . . . . . = 9,48 gr.

En 7,8 gr. de amoniaco recogido en el

15. "scrubber" . . . . . = 6,42 gr.

total 106,54 gr.

Rendimiento en nitrógeno = 91,31%

= . =

20.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto de la presente invención, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

25. 1.- Un proceso para la preparación de ácido cianúrico a partir de urea, caracterizado porque se emplea naftaleno fundido como medio dispersante para llevar a cabo la reacción.

2.- Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 que se caracteriza porque la temperatura de reacción está com-



405575

prendida entre 140°C y 215°C.

5. 3.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones precedentes caracterizado porque el calentamiento se hace en dos etapas: en la primera etapa la temperatura está comprendida entre 140°C y 200°C y preferentemente entre 140°C y 170°C. En la segunda etapa la temperatura está comprendida entre 170°C y 215°C y preferentemente entre 200°C y 210°C.

10. 4.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones precedentes caracterizado porque el tiempo que dura la primera etapa de calentamiento, descrita en la reivindicación 3, está comprendida entre 15 y 120 minutos y preferentemente entre 20 y 60 minutos y el tiempo que dura la segunda etapa de calentamiento, descrita en la referida reivindicación tercera, está comprendido entre 1 y 6 horas y preferentemente entre 2 y 4 horas.

20. 5.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado porque para aumentar la velocidad de reacción, se hace pasar una corriente de cloruro de hidrógeno seco que desplaza el equilibrio hacia la formación de amoníaco.

25. 6.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones precedentes caracterizado porque se emplea el cloruro de hidrógeno seco en cantidades sustanciales que pueden variar entre 20% y 100% en peso referido a peso de urea y preferentemente entre 30% y 60% en peso de cloruro de hidrógeno referido a peso de urea.

7.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones precedentes caracterizado porque el amoníaco desprendido en la producción de ácido cianúrico se recupera por una parte



como cloruro amónico en solución acuosa y por otra parte como solución acuosa amoniacaal.

5. 8.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la recuperación del naftaleno empleado como medio dispersante se hace mediante destilación heteroazeotrópica con agua, con la que forma una mezcla de punto de ebullición constante de 98,8°C.

10. 9.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los restos de naftaleno empleado como dispersante, que impregnan la masa final de ácido cianúrico se eliminan por arrastre en corriente de vapor de cuyo condensado se recupera el naftaleno.

15. 10.- Un proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado porque el naftaleno empleado como medio dispersante se elimina por extracción con disolventes como metanol, etanol, propanol, tetracloruro de carbono, 1,2-dicloroetano, acetona, benceno, tolueno, xileno y hexano.

20. 11.- Un proceso para la preparación de ácido cianúrico.

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

Madrid, a 5 AGO. 1972

p. a.

JAIMESERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

mt.