

429144

COFC

MEMORIA DESCRIPTIVA

QUE SE ACOMPAÑA A LA SOLICITUD DE REGISTRO DE

PATENTE DE INVENCION

24 MAR. 1976

Por 20 años en España y Provincias de Ultramar

a favor de

INSTITUTO NACIONAL DE INDUSTRIA (I.N.I.) -

CENTRO DE ESTUDIOS TECNICOS DE MATERIALES ESPE-

CIALES (C.E.T.N.E.), domiciliado en Julian Ca-

zarillo, 32, MADRID.

Por:

"PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN UN PROCEDI-

MIENTO PARA LA FABRICACION DE NITROGUANIDINA".

Inventor: Don ANGEL PASCUAL ARDANUY, domiciliado

en Goya, 107, MADRID.

—000—

POOR
QUALITY

La presente solicitud de Patente de Invención, concierne como su enunciado indica a unos perfeccionamientos introducidos en un procedimiento para la fabricación de nitroguanidina.

5 En el año 1.919, M.D. Marquoyrol y P. Loriette de París, patentaron en Suiza (Patente nº 87.384 del 30-12-19) un procedimiento de fabricación de nitroguanidina por el que, a diferencia de otros métodos, que necesitan primeramente preparar una sal de guanidina para luego transformarla en nitroguanidina, obtiene esta última directamente en una sola operación a partir de la dicianidamida.

Dicho procedimiento consiste en formar el sulfato de guanidina por calentamiento con ácido sulfúrico para seguidamente pasar a nitroguanidina por nitración con mezcla sulfonítrica, precipitando después sobre agua fría. Según la 15 citada Patente utiliza, para sulfonar, ácido sulfúrico de 61%, con el que reacciona la dicianidamida empleando un peso de ácido de 400 veces por 100 de dicianidamida. Para que la reacción, en estas condiciones, se complete, calienta el líquido en baño de aceite a 135-140° con lo que evapora el agua sobrante; después nitra con una sulfonítrica formada por 130 partes de ácido sulfúrico del 92% y 77 partes de ácido nítrico de 40° Baumé referidos a 100 partes de dicianidamida. En resumen pone en juego 530 partes de ácido sulfúrico (de distintas concentra- 20 ciones) y 77 partes de ácido nítrico para 100 de dicianidamida.

25 En 1.948 (Memorial des Poudres, tomo LXX, pág. 143) Aubertein en un "Estudio sobre la nitroguanidina" hace un completo análisis de las condiciones precisas para desarrollar el citado procedimiento de la forma más favorable. Llega a conclusiones prácticas análogas a las señaladas en la Patente de 30

Marqueyrol y Loriette: indica que debe emplearse para la sulfonación ácido sulfúrico poco concentrado (entre 60 y 70%, aunque emplea después ácido solamente del 60%), calienta el líquido reaccionante (diciandiamida y sulfúrico) hasta alcanzar 150°, después enfría a 25°C y procede a nitrar con mezcla sulfonítrica (47,7% de sulfúrico, 45,1% de nítrico y 7,2% de agua), indicando también la posibilidad de nitrar con ácido nítrico solo.

Finalmente precipita la nitroguanidina formada, y que se encuentra disuelta en el exceso de ácido, vertiendo el líquido sobre agua helada, obteniendo un rendimiento del orden del 90% en nitroguanidina.

Es objeto de la presente Patente de Invención, sustanciales modificaciones introducidas en el procedimiento de Marqueyrol y Loriette que le hacen mucho más asequible a un proceso industrial.

En primer lugar se consigue que la reacción se lleve a cabo sin ninguna dificultad, empleando, para la sulfonación, un ácido sulfúrico mucho más concentrado, por encima del 85% de contenido en ácido. Con ello se consigue una completa sulfonación empleando volúmenes de líquido inferiores: 365 partes de sulfúrico por 100 de diciandiamida.

En segundo lugar, la sulfonación se realiza en un baño de agua a ebullición, es decir a 100°C, en lugar de tener que calentar con baños de aceite a 140-150°C. Ello proporciona la indudable ventaja de no tener que emplear baños especiales, simplemente agua o vapor de agua a 100°C.

El empleo de ácido sulfúrico más concentrado permite trabajar a solamente 100°C, evitándose con ello la necesidad de evaporar el agua sobrante, con el consiguiente ahorro de energía.

Por último se nitra con ácido nítrico, en lugar de mezcla sulfonítrica, evitándose la previa preparación de ésta, y el empleo innecesario del sulfúrico que interviene en su preparación.

5 La precipitación final de la nitroguanidina de su solución sulfúrica con un exceso de ácido nítrico, se puede realizar empleando agua helada, mezclas de agua-hielo o por el procedimiento indicado en la Patente española N^o 427.812.

A continuación se expone para una mejor comprensión, un ejemplo típico del procedimiento seguido:

En un vaso provisto de agitación mecánica y termómetro, introducido en un baño de agua, que puede emplearse tanto para refrigerar como para calentar, se introducen 3.600 gr. de ácido sulfúrico de 86-87% de riqueza; se añaden poco a poco con buena agitación, 730 gr. de dicianídiamida, manteniendo la temperatura entre 45-48^o para lo cual se refrigera con agua corriente. Terminada la adición de dicianídiamida, se calienta el baño de agua llevándola a ebullición. Con ello la reacción progresa desprendiéndose anhídrido carbónico y elevándose, la temperatura de la reacción, por sí sola, hasta alcanzar unos 115^oC para después bajar lentamente a la temperatura del baño.

Terminada la sulfonación, se enfría hasta unos 20^oC, y acto seguido, en el mismo vaso, se procede a nitrar, empleando 730 gr. de ácido nítrico fumante de densidad 1,50, que se agrega con agitación lenta y poco a poco, sobre el líquido anteriormente obtenido, manteniendo la temperatura por debajo de 25^oC (entre 22^o-24^o) por lo cual hay que refrigerar nuevamente con agua fría.

De la forma descrita, la formación de nitroguanidina, que queda disuelta en el ácido en exceso, está resuelta faltando

solamente el proceso de precipitación, que se puede realizar vertiendo el líquido sobre una mezcla de 4 kg. de hielo y 3 kg. de agua.

Después se filtra y lava hasta neutralidad.

5 El rendimiento que se obtiene operando según lo expuesto, es del 90% sobre el teórico.

Descrita suficientemente en lo que precede la naturaleza de la Patente, así como el modo de llevarla ventajosamente a la práctica y, demostrado que constituye un positivo adelanto técnico en la fabricación de nitroguanidina, es por lo que se solicita registro de Patente de Invención, por veinte años en España y Provincias de Ultramar, haciendo constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento, lo que a continuación se especifica en las siguientes:

REIVINDICACIONES

18.- Perfeccionamientos introducidos en un procedimiento para la fabricación de nitroguanidina, caracterizado porque el ácido sulfúrico que se emplea en la sulfonación de la dician-
20 diamida es de una concentración superior al 85%, preferentemente entre 86 y 88%, con lo que se evita la evaporación del agua sobrante.

25 22.- Perfeccionamientos introducidos en un procedimiento para la fabricación de nitroguanidina, según reivindicación anterior, caracterizado porque la sulfonación se verifica en un baño calentado a 100°C, con agua a ebullición o vapor de agua a 100°C.

30 23.- Perfeccionamientos introducidos en un procedimiento para la fabricación de nitroguanidina, según reivindicaciones

anteriores, caracterizados porque el volumen de ácidos utilizados se reduce entre 340 y 363 partes de ácido sulfúrico por 100 de dicianidamida en lo referente a la sulfonación y en 130 partes por cada 100 de dicianidamida respecto a la fase de nitración.

5

La presente solicitud de registro de Patente de Invención, debe recaer sobre:

4ª.- PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE NITROGUANIDINA.

10

Todo ello según queda sustancialmente descrito en la presente memoria y reivindicaciones para los fines especificados.

Madrid,

El Agente Oficial

FERNANDO ALVAREZ