

PATENTE DE INVENCION

CIL 538.

436790

In. 538 C01B; e01D

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA SEPARACION DE PARTICULAS
DE AZIDAS BASICAS DE METALES ALCALINOS.

=====

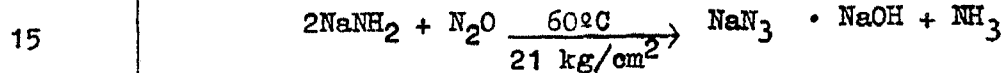
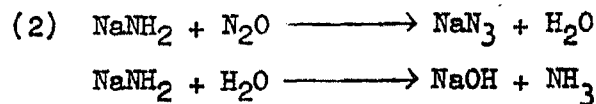
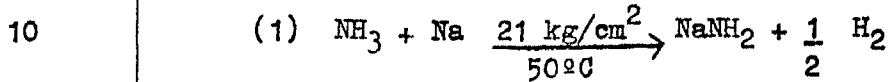
Solicitante: CANADIAN INDUSTRIES LIMITED, entidad canadiense,
residente en Cil House, Montreal, Quebec, Canadá.

=====

Esta invención se relaciona con la producción
de azidas de metales alcalinos y, en particular, con un
procedimiento para la recuperación de azida de metal al-
calino de un medio de reacción que comprende una solu-
ción de amoniaco anhidro/azida.

5

En el proceso de producción de azida de metal alcalino descrito por Kawakami et al. en la solicitud de Patente japonesa No. 38-25353 (1963) publicada el 28 de noviembre de 1.973, se disuelve un metal alcalino, por ejemplo sodio, en amoniaco anhidro líquido a 50°C y 21 kg/cm² relativos y se hace reaccionar con el mismo para formar amida sódica. La amida sódica se hace reaccionar entonces con óxido nitroso para formar una sal doble de azida sódica/hidróxido sódico. Estas reacciones proceden según las siguientes fórmulas empíricas:



El producto de la reacción descrita por Kawakami et al. y mostrado en la fórmula (2) consiste en una solución/suspensión de una sal doble insoluble de azida sódica/hidróxido sódico suspendida en la solución de amoniaco líquido/azida. La sal doble insoluble, suspendida, se recupera solo con dificultad por filtración o centrifugado y la solución de amoniaco líquido/azida sódica se recicla al proceso en la etapa representada por la fórmula (1). La sal doble recuperada se disuelve en agua y se procesa adicionalmente para separar y recuperar azida sódica e hidróxido sódico.

La utilidad y por lo tanto la aplicabilidad comercial del proceso continuo de Kawakami et al. está limitada por la dificultad implicada en la recuperación de la acida básica de metal alcalino (la sal doble) de vehículo de amoniaco líquido.

do. Normalmente, los sólidos suspendidos en líquidos se pueden recuperar por centrifugado continuo. Sin embargo, se desconocen las centrifugas capaces de operar a presiones superiores a $10,5 \text{ kg/cm}^2$ aproximadamente. Se pueden usar los filtros de hojas a presión pero los costos de instalación y operación son elevados y dicho sistema no es continuo. Kawakami et al observaron que los métodos de filtración están lejos de ser satisfactorios. La evaporación del amoníaco para recuperar la sal doble puede implicar probablemente la subida del coste de instalación, siendo bastante costosa la operación.

El objeto de la presente invención es proporcionar un método mejorado para la separación de partículas sólidas de azida básica de metal alcalino del medio de reacción en un proceso continuo de producción de azidas. Un objeto particular de la invención consiste en proporcionar un método para la separación continua y económica de partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino a partir de una solución vehículo de amoníaco líquido/azida de metal alcalino.

El método mejorado de la invención para la separación de partículas sólidas suspendidas de azida básica de metal alcalino a partir de una solución de amoníaco líquido/azida de metal alcalino, comprende las etapas de (1) poner en contacto la citada solución que contiene partículas suspendidas de azida básica con un aceite mineral inmiscible cuya densidad es superior a la densidad de dicha solución, (2) permitir que sedimenten la citada fase de aceite mineral y dicha fase de solución para formar una interfase, (3) permitir que las partículas suspendidas de azida básica atraviesen dicha interfase y se introduzcan en suspensión en la citada fase de aceite mineral y (4) separar la fase de solución y la fase de acei

te mineral que contiene azida básica y 5) recuperar de la fase de aceite las citadas partículas de azida básica.

5 El método mejorado de la invención comprende también las etapas adicionales de poner en contacto dicha fase de aceite que contiene azida básica con una fase acuosa, para formar una interfase, y permitir que las partículas sólidas suspendidas de azida básica atraviesen la citada interfase, preferiblemente pasando a través de un medio de tamizado en dicha interfase, introduciéndose en la fase acuosa en donde se disuelven las partículas de azida básica.

10 De este modo, se puede proporcionar un sistema de tres capas consistente en una fase superior de partícula sólida de azida básica de metal alcalino suspendidas en una solución de amoníaco líquido/azida de metal alcalino, una capa media que comprende una fase de aceite mineral que tiene una densidad superior a la densidad de la capa superior, y una capa inferior que comprende agua, estando interpuesto un tamiz en la interfase fase de aceite/fase de agua. El tamaño de malla del tamiz se elige para que corresponda al tamaño medio de partícula de la azida básica de metal alcalino y reducir al mínimo el transporte de aceite con las partículas de azida básica a medida que las mismas sedimentan en la fase acuosa.

El método y aparato de la invención pueden comprenderse mejor observando los dibujos adjuntos, en donde:

25 La figura 1 muestra un sistema de separación en dos capas en donde dos métodos de separación, en dos capas, separados, se operan en tandem; y

La figura 2 muestra un sistema de separación en tres capas.

30 Con referencia a la figura 1, se muestra un recipiente

te a presión cerrado 1 que tiene una línea de entrada 2 para la introducción de una solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino que contiene partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino. La línea de entrada 3 se proporciona para la introducción, en el recipiente 1, de un aceite mineral inmiscible, inerte, de una densidad superior a la densidad de la solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino. La línea de salida 4 se proporciona para la preparación de la azida de metal alcalino disuelta en amoniaco líquido y la línea de salida 5 se proporciona para la separación de aceite mineral que contiene partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino. En la línea 5 se muestra una válvula de descarga 6. La interfase entre la fase de solución de amoniaco líquido/azida y la fase de aceite se muestra en 7. También se muestra el recipiente atmosférico 8 que tiene una línea de entrada 9 para la introducción de agua. Dentro del recipiente 8 se encuentra el recipiente 10 que tiene una abertura tamiz en el fondo 11. La línea de salida 12 se proporciona para la separación de una solución acuosa de azida de metal alcalino e hidróxido de metal alcalino. La línea 13 proporciona una salida para el aceite mineral desde el recipiente 10 el cual se recicla por medio de la bomba 14 al recipiente 1. La interfase entre la fase de aceite y la fase acuosa se muestra en 15.

Con referencia a la figura 2, se muestra un recipiente a presión cerrado 20 que tiene una línea de entrada 21 para la introducción de una solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino que contiene partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino. La sección media 22 del recipiente 20 es de un tamaño en sección transversal reducido y con-

tiene una fase de aceite mineral inerte 23 cuya densidad es superior a la densidad de la solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino. La sección inferior 24, aumentada, del recipiente 20, se muestra con una línea de entrada 25 para la introducción de agua, una línea de salida 26 para la separación de solución acuosa de azida de metal alcalino e hidróxido de metal alcalino y medios de agitación 27. Entre las secciones 22 y 24 del recipiente está acoplado un tamiz 28. Las interfases líquidas se muestran en 29 y 30.

En una operación utilizando el aparato de la figura 1, una solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino que contiene partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino producida, por ejemplo, por el proceso descrito por Kawakami et al, se suministra continuamente al recipiente a presión 1 a través de la línea de entrada 2. Un aceite mineral inerte que tiene una densidad superior a la densidad de la solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino, se suministra también continuamente al interior del recipiente 1, a través de la línea 30. Las dos soluciones, que son inmiscibles, forman una interfase en 7 y las partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino sedimentan por gravedad en la fase inferior del aceite. La solución superior restante del recipiente 1, que comprende una solución practicamente libre de hidróxido de azida en amoniaco líquido, se retira continuamente a través de la línea 4. La fase de aceite inferior, que contiene partículas de azida básica de metal alcalino, se retira continuamente en la línea 5 y pasa a través de la válvula de descarga 6 desde donde se suministra a los recipientes atmosféricos 8 y 10 para su ulterior separación. El recipiente atmosférico 8 se suministra continuamente con agua a través

de la línea 9. La fase de aceite del recipiente 1 que pasa a través de la línea 5, se suministra al recipiente con fondo de tamiz 10 en donde forma una interfase 15 con el agua dentro del recipiente 8. Las partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino sedimentan por gravedad sobre el tamiz 11 y pasan en solución en la fase acuosa inferior. El aceite, liberado de sus partículas suspendidas de azida básica, flotan hacia arriba en la fase de aceite y se devuelve continuamente al recipiente 1 por vía de la línea 13, bomba 14 y línea 3. La solución acuosa de azida básica de metal alcalino se separa continuamente del recipiente 8 a través de la línea 12 para su ulterior procesado.

En una operación que utiliza el aparato de la figura 2, una solución de amoníaco líquido/azida de metal alcalino que contiene partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino, se suministra continuamente al interior del recipiente a presión 20 a través de la línea deentrada 21, en donde forma una interfase, en 29, con una fase de aceite inerte, inmisible, 23, en la sección 22 del recipiente. Las partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino sedimentan en la fase de aceite 23. Se suministra continuamente agua a la sección 24 del recipiente a través de la línea de entrada 25, en donde forma una interfase en 30 con la fase de aceite 23. Las partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino sedimentan a través de la fase de aceite 23 y se depositan sobre el tamiz 28 en donde se disuelven en la fase de agua inferior. La disolución de las partículas de azida básica es ayudada por los medios agitadores 27. La solución acuosa de azida básica de metal alcalino se retira continuamente a través de la línea 26 para su ulterior procesado.

Los siguientes ejemplos intentan ilustrar, pero no limitar, el proceso de separación mejorado de la invención.

EJEMPLO 1

5 A un recipiente a presión se añaden 351,2 g de amoniaco líquido anhidro y 66 g de azida sódica básica. La mezcla se agita momentaneamente para suspender la azida sódica básica. Se añaden entonces 250 ml de aceite mineral y la azida básica sedimenta en la fase de aceite. Se añaden luego 200 ml de agua al fondo del recipiente y la azida básica sedimenta en la fase de agua en donde una ligera agitación causa la disolución. Se forman tres fases con interfases de clara separación.

EJEMPLO 2

15 Se suministran 5 partes de azida sódica en bruto suspendida en 100 partes de aceite mineral, a una velocidad de 225 g/minuto, al interior de un recipiente de agua. Se situa un tamiz de malla 20 justo por debajo de la posición de la interfase líquida. La azida en bruto se disuelve en el agua y las fases de aceite y agua no se mezclan no emulsifican.

20 El aceite mineral adecuado para utilizarse como medio de fase de aceite, debe ser inerte a cualquier reacción química con los componentes de la solución de amoniaco líquido/azida de metal alcalino y debe tener una densidad superior a la densidad de esta solución. El aceite mineral alifático es un aceite preferido pero pueden emplearse también otros aceites similares, tales como, por ejemplo, aceite de sillicona.

25 Los materiales de construcción de los recipientes y líneas de los aparatos se ajustarán a las necesidades de un proceso de fabricación de azidas a elevada presión y de-

30

berá evitarse el uso de metales reactivos. Los recipientes 8 y 10 mostrados en la figura 1 pueden ser, si se desea, de un material plástico inerte, tal como polietileno.

Puede observarse que el proceso mejorado de la invención proporciona un método económico y eficaz para la separación de la fase de azida y la fase de hidróxido en un proceso continuo de fabricación de azidas, cuyo proceso mejorado evita todas las dificultades hasta ahora experimentadas en el uso de los métodos de centrifugado o filtración.

N O T A

=====

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Canadá con el nº 198.458 de 24 de abril de 1.974; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA SEPARACION DE PARTICULAS DE AZIDAS BASICAS DE METALES AL-CALINOS, caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento mejorado para la separación de partículas de azidas básicas de metales alcalinos, suspendidas en una solución de azida de metal alcalino/amoniaco líquido, caracterizado porque comprende las etapas de: poner en contacto dicha suspensión de partículas de azida básica de metal alcalino con un aceite mineral inmiscible, no reactivo, de densidad superior a la densidad de dicha solución; permitir

que se separen el aceite mineral y la solución para formar una interfase, por lo cual dichas partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino atraviesan dicha interfase y se introducen en suspensión en el aceite mineral; separar dicha solución de amoniaco líquido/azida y dicho aceite mineral que contiene azida básica; y recuperar, de dicho aceite mineral, las partículas de azida básica de metal alcalino.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende también las etapas adicionales de poner en contacto dicho aceite mineral que contiene azida básica con agua, para formar una interfase, y permitir que las partículas de azida básica atraviesan la interfase y se introduzcan, en solución, en el agua.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque en la interfase aceite/agua se interpone un medio de tamizado que tiene aberturas correspondientes al tamaño medio de partícula de las citadas partículas suspendidas de azida básica de metal alcalino.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el proceso es continuo.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3), caracterizado porque dicho aceite mineral inmiscible se elige entre aceites minerales alifáticos y aceite de silicona.

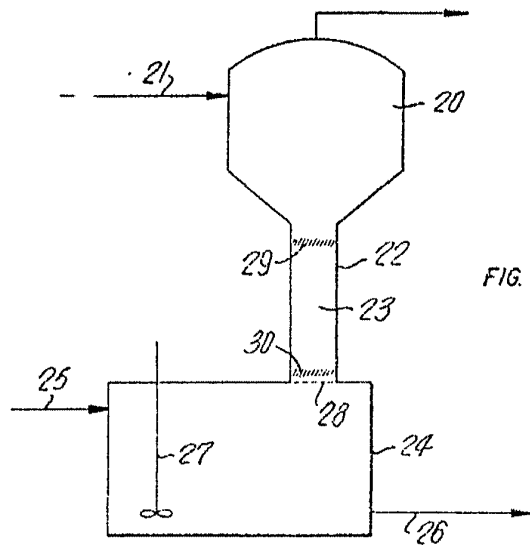
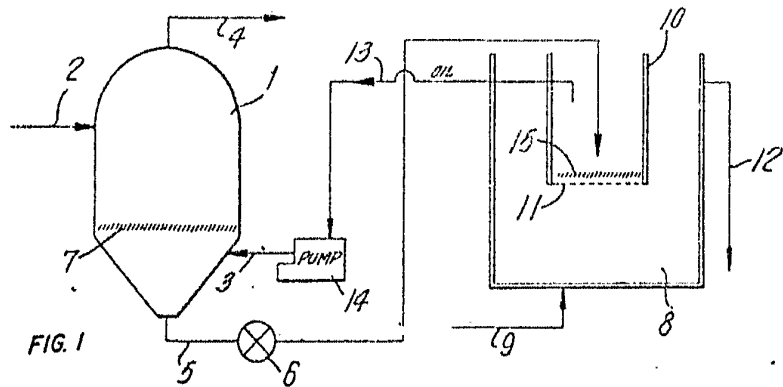
6.- Procedimiento mejorado para la separación de partículas de azidas básicas de metales alcalinos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

1975
1 ABR. 1975

Madrid,
CANADIAN INDUSTRIES LIMITED.

GONZALEZ ACEVEDO Y ROBERTO
Abogados
[Handwritten Signature]



ESCALA
VARIABLE

MADE 21 ABR. 1975

Handwritten signature