

A41421

PATENTE DE INVENCION

FMC No. 1623

CO7D

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR ACIDO CIANURICO
EN BRUTO.

Solicitante: FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente
en 2000 Market Street, Filadelfia, Pensilvania
19103, EE. UU. de A.

Esta invención se relaciona con la
formación de ácido cianúrico y con la purificación de
ácido cianúrico en bruto con una sal monosustituida de
un ácido inorgánico, dibásico o tribásico, a temperaturas
5 elevadas. Esta invención se relaciona también con la

formulación de nuevos cristales de ácido cianúrico de libre fluencia.

El ácido cianurico tiene la fórmula empírica $C_3H_3O_3N_3$ y consiste en el producto principal producido por calentamiento de urea, biuret o mezclas de ambos, en un horno, a temperaturas de 200 a 350°C aproximadamente. Desafortunadamente, el producto producido está compuesto de solo 75 a 80% aproximadamente de ácido cianúrico, siendo el resto del producto impurezas tales como triazinas sustituidas. Las impurezas de triazinas amino-sustituidas contienen generalmente 25% aproximadamente de amelida y cantidades menores de otras impurezas, tal como amelina. La mezcla producto de ácido cianúrico se denomina convencionalmente ácido cianúrico en bruto. Puesto que resulta muy difícil separar el ácido cianúrico en bruto en sus componentes principales con el fin de recuperar ácido cianúrico puro, se han propuesto diversos métodos para purificar el ácido cianúrico convirtiendo las impurezas de triazinas en ácido cianúrico, mediante hidrólisis ácida. Esta conversión por hidrólisis ácida se denomina a veces "proceso de digestión con ácido".

El proceso de digestión con ácido comprende mezclar ácido cianúrico en bruto con un ácido mineral fuerte, para dar una lechada que contiene de 10 a 15% de sólidos sin disolver. Los ácidos minerales descritos como practicables son ácido sulfúrico, clorhídrico, nítrico y fosfórico, prefiriéndose el ácido sulfúrico. La lechada se digiere a temperaturas de reflujo (unos 104°C) durante 1-10 horas. Esta digestión en ácido mineral caliente se traduce en la hidrólisis de la mayor parte de las impurezas de

debido a la rotura y corrosión de la instalación. La operación comercial de un proceso de digestión con ácido fosfórico, a las temperaturas operativas convencionales, no ha sido posible debido a la lenta velocidad de conversión de las impurezas y debido a que el ácido cianúrico se hidroliza parcialmente a amoníaco y dióxido de carbono tras un largo periodo de digestión. En adición, la velocidad de reacción con ácido fosfórico es aproximadamente 5 veces mas lenta que con ácidos minerales fuertes, tal como ácido sulfúrico.

El proceso de digestión con ácido sulfúrico y ácido nítrico, se bien es comercialmente eficaz cuando se efectua a temperaturas de hasta 130°C, ha causado numerosos problemas de contaminación con respecto a la solución de digestión ácida separada. La solución de digestión ácida separada ha sido parcial o totalmente desechada como una corriente residual sin tratar, puesto que el tratamiento para hacerla segura para su descarga, resulta difícil y costoso. Las soluciones de digestión ácidas sin tratar desechadas a corrientes de agua naturales, interrumpe y con frecuencia destruye, sin embargo, la fauna y flora natural. La operación comercial de un proceso de digestión con ácido sulfúrico a temperaturas superiores a 165°C, es extremadamente difícil y peligroso y se traduciría en una corrosión extensiva de la instalación en un corto periodo de tiempo.

Además de las anteriores deficiencias del proceso de digestión con ácido, el producto de ácido cianúrico producido por los procesos convencionales resulta frecuentemente difícil de separar de la solución de digestión ácida y difícil de manejar una vez separado, debido

a los pequeños cristales producidos. Los cristales tienen generalmente tamaños de partículas comprendidos entre 30 y 100 micras aproximadamente. Los cristales de este tamaño deben ser filtrados cuidadosamente para evitar que cristales valiosos de ácido cianúrico pasen a través de los medios de separación convencionales junto con el filtrado.

La presente invención proporciona un procedimiento para purificar ácido cianúrico en bruto mediante mezcla, con cantidades suficientes de agua, de ácido cianúrico en bruto y una sal monosustituida de un ácido inorgánico, en donde dicho ácido inorgánico es un ácido inorgánico dibásico o tribásico, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-45% que contiene aproximadamente 10-30% de dicha sal monosustituida de un ácido inorgánico, tras lo cual se calienta la lechada a una temperatura de 160 a 220°C aproximadamente, bajo al menos la presión autogénamente desarrollada para digerir las impurezas de ácido cianúrico en bruto, se enfría la lecha de ácido cianúrico digerida para precipitar los cristales de ácido cianúrico y se recuperan estos últimos de la solución de digestión.

El proceso de la invención permite la purificación de ácido cianúrico en bruto de un modo comercialmente simple y eficaz, sin los problemas de corrosión metálica concomitante asociados con los métodos de la técnica anterior y sin necesitar reactores digestores, de gran tamaño, costosos. Asimismo, permite la recuperación de ácido cianúrico en rendimientos y purezas excepcionalmente elevadas, en periodos de tiempos relativamente cortos, es decir entre 15 segundos y 10 minutos. Inesperadamente, se traduce

en la formación de un producto de ácido cianúrico que contiene al menos 90% de cristales de ácido cianúrico que tienen tamaños de partículas del orden 700 a 800 micras. Permite el empleo de una solución de digestión descargada como
5 fuente de subproducto útil así como la descarga directa de la solución de digestión a las corrientes efluentes sin tratamiento previo, hasta el presente imposible.

El empleo de una sal monosustituida de un ácido dibásico o tribásico para purificar ácido cianúrico
10 en bruto en elevado rendimiento a temperaturas de reacción altas, y en periodos de reacción relativamente cortos, es por lo tanto altamente sorprendente. Dicho procedimiento resulta totalmente inesperado debido a que estas sales son de ácidos relativamente débiles, en comparación con los
15 ácidos minerales fuertes totalmente disociables empleados convencionalmente, tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido nítrico.

En el proceso de esta invención, el ácido cianúrico en bruto que contiene amelida y otras impurezas
20 de triazinas amino-sustituidas, tales como melamina, amelina y complejos de amelina:amelida, se mezcla con una sal monosustituida de un ácido inorgánico dibásico o tribásico. La sal monosustituida del ácido inorgánico disuelve todas las impurezas solubles en ácido presente en la mezcla de reacción. Hidroliza la amelida y otras impurezas de triazina
25 para dar ácido cianúrico y la correspondiente sal de amonio. Alternativamente, la amelida y melamina, amelina o complejos de amelina:amelida, se mezclan o bien por separado o bien en combinación con la sal monosustituida de dicho ácido
30 inorgánico y se trata según el proceso de la invención para

proporcionar ácido cianúrico.

El ácido cianúrico en bruto se utiliza en cantidades suficientes para producir una lechada de ácido cianúrico en bruto. La concentración de la lechada de ácido cianúrico en bruto no es crítica. Sin embargo, y desde un punto de vista comercial, no son deseables las concentraciones de lechada por debajo del 10% aproximadamente o por encima del 45% aproximadamente. Las concentraciones de la lechada por debajo del 10% aproximadamente no son económicas a la vista de las pequeñas concentraciones de ácido cianúrico tratado. Las concentraciones de lechada superiores al 45% aproximadamente no son trabajables debido a que resultan difíciles de manipular. En consecuencia, las concentraciones de la lechada de ácido cianúrico en bruto deberán ser utilizadas en valores de 10 a 45%, prefiriéndose las concentraciones de 10 a 25%.

Las sales monosustituidas de un ácido inorgánico dibásico o tribásico, utilizadas en esta invención bien solas o bien en combinación, son preferiblemente disulfato amónico (NH_4HSO_4), bisulfato sódico (NaHSO_4), bisulfato potásico (KHSO_4), dihidrogeno ortofosfato de amonio ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$), dihidrogeno ortofosfato de sodio (NaH_2PO_4) y dihidrogeno ortofosfato de potasio (KH_2PO_4), incluyendo los hidratos de estas sales. Otras sales menos preferidas, pero equivalentes, pueden ser utilizadas. Algunas de las últimas sales incluyen los disulfatos o dihidrogeno ortofosfatos de litio, rubidio y cesio, así como otros ácidos inorgánicos equivalentes capaces de formar una sal que contiene el radical ácido y uno o mas átomos de hidrógeno. El bisulfato de amonio y dihidrogeno ortofosfato de amonio son las

sales mas preferidas puesto que al amoniaco es un subproducto de la hidrolisis de las triazinas amino-sustituidas, siendo estas sales mas compatibles con este subproducto.

La sal debe emplearse en cantidades suficientes para hidrolizar las triazinas amino-sustituidas. Esta cantidad debe ser al menos la estequiometricamente equivalente a los amino-sustituyentes sobre el compuesto con anillo triazina. En consecuencia, un mol de sal hidrolizará un mol de amelida que contiene un grupo amino. 2 moles de sal hidrolizarán un mol de amelina que contiene dos grupos amino. 3 moles de sal hidrolizarán un mol de melamina que contiene 3 grupos amino. Si no existe una cantidad equivalente de sal presente, la reacción no llegará a término. Para lograr resultados óptimos, la cantidad de sal deberá ser de como mínimo 10% con respecto a la cantidad estequiométrica. Para obtener al menos cantidades estequiométricas de la sal, es preferible mezclar el ácido cianúrico en bruto con suficientes cantidades de sal, de modo que la lechada resultante contenga de 10 a 45% de ácido cianúrico en bruto y de 10 a 30% aproximadamente de sal. Las concentraciones de sal superiores al 30% aproximadamente, pueden ser utilizadas, si bien no son preferibles. Las concentraciones de sal superiores a un 30%, no incrementarán la velocidad de hidrolisis de la triazina amino-sustituida y se traerá en la co-precipitación de la sal cuando los cristales de ácido cianúrico se precipitan, siendo necesario otros procedimientos de purificación para obtener un producto de ácido cianúrico puro.

La lechada de ácido cianúrico en bruto-sal monosustituida se obtiene mezclando el ácido cianúrico en bruto seco o una lechada de ácido cianúrico en bruto,

con soluciones acuosas de la sal monosustituida.

La digestión de las impurezas de ácido cianúrico en bruto deben efectuarse a un pH por debajo de 5 aproximadamente y con preferencia entre 0,2 y 5 y aún
5 mas preferiblemente entre 0,5 y 2,5. A un pH por encima de 5 aproximadamente, la reacción de hidrólisis cesa esencialmente. Estos valores pH se obtienen cuando se utilizan concentraciones de sal de 10 a 30% aproximadamente para dirigir el ácido cianúrico en bruto.

10 La digestión de la lecha de ácido cianúrico en bruto debe efectuarse a una temperatura de 160 a 220°C aproximadamente. A temperaturas de 160 a 220°C aproximadamente, la velocidad de reacción es muy rápida y prácticamente se convierte a ácido cianúrico la totalidad de las
15 triazinas amino-sustituidas. A temperaturas por debajo de unos 160°C, la velocidad de reacción es lenta y se disminuye significativamente la cantidad de triazinas amino-sustituidas convertidas a ácido cianúrico. A temperaturas superiores a unos 220°C, las sales monosustituidas catalizan la descomposición térmica del ácido cianúrico, disminuyendo así sustancialmente los rendimientos en ácido cianúrico. La velocidad de reacción óptima y la velocidad de conversión óptima
20 se presentan a la temperatura preferida de 190 a 205°C aproximadamente.

25 La digestión de la lechada de ácido cianúrico en bruto debe efectuarse bajo presión con el fin de evitar las pérdidas de vaporización de agua. Sin embargo, la presión no es crítica y se utiliza normalmente la presión autogenerada desarrollada, es decir la presión desarrollada
30 en el sistema, a las diversas temperaturas de reacción.

Generalmente, la presión autogenamente desarrollada variará entre 9,1 y 19,25 kg/cm² relativos aproximadamente, a temperaturas de reacción de 182 a 217°C aproximadamente, respectivamente.

5

El periodo de tiempo requerido para que la reacción se mantenga a la temperatura de operación deseada, no es un factor crítico. Una vez que la masa de reacción alcanza la temperatura de operación particular, las triazinas amino-sustituidas comienzan inmediatamente a formar

10

ácido cianúrico. La conversión máxima, es decir por encima del 90%, de las triazinas amino-sustituidas a ácido cianúrico se obtiene en tiempos de reacción de 15 segundos a 10 minutos aproximadamente, incluso aunque los tiempos de reacción superiores a 60 segundos no han incrementado significativamente

15

el porcentaje de triazinas convertidas. Sin embargo, y desde el punto de vista comercial, se utilizan tiempos de reacción de hasta 10 minutos aproximadamente y con preferencia de

20

1 a 5 minutos, cuando se utilizan reactores de presión convencionales. Los tiempos de reacción mas cortos, es decir tiempos de hasta 60 segundos, son comercialmente factibles con los reactores tubulares disponibles en el comercio. Un reactor tubular consiste en una cámara de reacción tubular alargada en donde la alimentación entra en el reactor por

25

uno de los extremos y sale por el otro. La reacción tiene lugar en el interior del tubo el cual está calentado por fuentes externas. El empleo de reactores tubulares incrementa grandemente la producción de ácido cianúrico purificado y elimina la necesidad de los reactores grandes y costosos actualmente utilizados.

30

El mezclado del ácido cianúrico en bruto

y de la sal monosustituida para formar la lechada resultante, así como el calentamiento, se consiguen por medios y procedimientos convencionales. El mezclado y calentamiento se pueden efectuar por separado o en una sola etapa. Por ejemplo,

5 un procedimiento a emplear cuando el mezclado y el calentamiento se efectúan por separado, consiste en mezclar el ácido cianúrico en bruto con agua, para formar una lechada de ácido cianúrico, colocar la lechada en un recipiente a presión y calentar el recipiente a la temperatura deseada.

10 La sal se pasa entonces al interior del recipiente a presión bien como un sólido o bien como una solución acuosa, se mezcla con el ácido cianúrico en bruto y tiene lugar la reacción. Cuando el mezclado y el calentamiento se efectúan en una sola etapa, uno de los procedimientos consiste en añadir

15 el ácido cianúrico en bruto, bien seco, bien húmedo o bien enlechado con agua, para formar una solución de sal acuosa, la cual se mezcla y se pasa al interior del reactor el cual ha sido previa o ulteriormente calentado a la temperatura deseada. La reacción se permite entonces que llegue

20 a su término. Igualmente, se pueden utilizar otros procedimientos.

Una vez completada la reacción de digestión, la lechada de ácido cianúrico digerida en caliente se enfria por cualquier medio convencional para precipitar los

25 cristales de ácido cianúrico. Los cristales son entonces recuperados de la solución de digestión por cualquier medio deseable. En la patente USA nº 3.107.244, se describe un procedimiento que puede ser utilizado para recuperar los cristales de ácido cianúrico. En este procedimiento, la le-

30 chada de ácido cianúrico digerida en caliente, se enfria

a una temperatura superior a unos 57°C para precipitar cristales de ácido cianúrico anhidro. Los cristales precipitados se separan luego de la solución de digestión por filtración, a una temperatura superior a unos 57°C. Los cristales separados se lavan entonces con agua caliente a una temperatura superior a unos 57°C y se recuperan los cristales de ácido cianúrico lavados. Pueden tambien utilizarse otros métodos para precipitar y recuperar los cristales de ácido cianúrico.

Los cristales de ácido cianúrico recuperados pueden ser secados entonces y almacenados o pasarse directamente a un clorador y convertirse en ácidos cloroisocianúricos. La conversión de ácido cianúrico en ácidos cloroisocianúricos, tales como dicloroisocianúrico y/o tricloroisocianúrico, ya es bien conocida en la técnica y no constituye parte de esta invención.

El secado se puede efectuar de cualquier modo convencional, con el fin de separar la humedad residual y producir un producto cristalino de libre fluencia. Preferiblemente, los cristales se secan calentando con medios convencionales a una temperatura de al menos 120°C hasta la temperatura de descomposición de los cristales (unos 300°C).

La separación de la solución de digestión de los cristales de ácido cianúrico se traduce en cristales que pueden ser manipulados fácilmente y evita la formación de masas de tipo cemento, duras, de ácido cianúrico. Sin embargo, la separación de toda la solución de digestión de los cristales, no es comercialmente factible. Se ha determinado que la separación de todas las cantidades residuales de traza de la solución de digestión de los cristales, produce

un producto comercialmente satisfactorio. Estas cantidades de trazas residuales de solución de digestión que permanecen en los cristales, debe constituir generalmente menos del 0,15% en peso y preferiblemente de 0,001 a 0,1% en peso

5 aproximadamente de contenido en fosfato o sulfato. La frase "contenido en fosfato" se refiere a las sales fosfatos presentes en la solución de digestión cuando las triazinas amino-sustituidas se digieren con dihidrogeno ortofosfato de amonio, sodio potasio. La frase "contenido en sulfato" se refiere a

10 las sales sulfato presentes en la solución de digestión cuando las triazinas amino-sustituidas se digieren con bisulfato de amonio, sodio o potasio.

La solución de digestión separada contiene el resto de las impurezas disueltas, productos de sal y sales monosustituidas en exceso. La solución de digestión

15 total o porciones de la misma se pueden reciclar esporádica o continuamente al digestor. La porción de la solución de digestión no reciclada se usa convenientemente como una fuente de subproductos útiles que contienen sales fosfato o sulfato. Por ejemplo, las soluciones de digestión que contienen fosfato diamónico $\text{[(NH}_4\text{)}_2\text{HPO}_4\text{]}$ o sulfato amónico $\text{[(NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4\text{]}$, resultantes de la digestión de triazinas amino-sustituidas con dihidrógeno ortofosfato de amonio y disulfato de amonio respectivamente, se pueden utilizar direc

20 tamente como fertilizantes, aditivos de alimentación o nutrientes en procesos de fermentación. Las soluciones de digestión que contienen sulfato sódico (Na_2SO_4), sulfato de sodio-amonio (NaNH_4SO_4) y sulfato amónico $\text{[(NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4\text{]}$ o sulfato potásico (K_2SO_4), sulfato de potasio-amonio

25 ($\text{KNaNH}_4\text{SO}_4$) y sulfato amónico $\text{[(NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4\text{]}$, resultantes de la

30

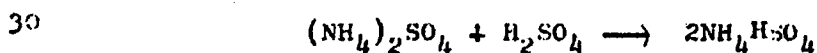
digestión de triazinas amino-sustituidas con bisulfato
sódico y bisulfato potásico respectivamente, son útiles
como fertilizantes para cosechas sensibles a los cloruros,
tales como tabaco y cítricos con respecto a las sales de
5 potasio, y como cargas en detergentes sintéticos y en
procesos de fibras textiles con respecto a las sales sódicas.
Las soluciones de digestión que contienen fosfato disódico
(Na_2HPO_4) y fosfato de sodio-amonio ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$) o fosfato
dipotásico (K_2HPO_4) y fosfato de potasio-amonio (KNH_4HPO_4),
10 resultantes de la digestión de triazinas amino-sustituidas
con dihidrógeno ortofosfato de sodio y dihidrógeno ortofos-
fato de potasio respectivamente, son útiles como fertili-
zantes y como secuestrantes en productos alimenticios. El
compuesto más económico y preferido a producir consiste en
15 fosfato diamónico puesto que puede ser utilizado directa-
mente como un fertilizante sólido o como una solución
nutriente para plantas. Los procesos para la producción de
soluciones que contienen fosfato diamónico, son ya bien
conocidos y se encuentran descritos en la técnica.

20 El proceso de la invención se puede
efectuar discontinuamente o continuamente con o sin reciclo.
Se prefiere un sistema de digestión de un solo golpe a un
sistema de reciclo cuando se utiliza bisulfato sódico,
dihidrógeno ortofosfato sódico, bisulfato potásico o dihidró-
25 geno ortofosfato potásico para digerir las triazinas amino-
sustituidas. Se prefiere un sistema de digestión continuo,
con reciclo, a un sistema discontinuo, cuando se utiliza
bisulfato amónico o dihidrógeno ortofosfato amónico, puesto
que las triazinas amino-sustituidas se descomponen a ácido
30 cianúrico y sulfato amónico o fosfato diamónico que actúan

como tampones de la digestión a temperatura elevada.

5 Cuando se utiliza un sistema de digestión continuo con reciclado, la solución de digestión se recicla hasta que el pH de la solución de digestión es superior a 5 aproximadamente. Una vez que la solución de digestión alcanza un pH superior a 5 aproximadamente, la solución o bien se desecha del sistema para producir los subproductos útiles anteriormente descritos, o bien se regenera y se recicla posteriormente, incluso aunque la regeneración puede 10 efectuarse opcionalmente antes de que el pH sea superior a 5 aproximadamente. Las soluciones de digestión que contienen sulfato amónico se pueden reciclar 7 u 8 veces antes de desecharse o regenerarse. Las soluciones de digestión regeneradas son recicladas y mezcladas con el ácido cianúrico 15 en bruto o triazinas amino-sustituidas, efectuándose la digestión como anteriormente se ha descrito, para producir cristales puros de ácido cianúrico.

Las soluciones de digestión que contienen sulfato amónico son regeneradas añadiendo cantidades suficientes de bisulfato amónico y/o ácido sulfúrico a la solución de digestión, para rebajar el pH de la solución de 20 digestión a un valor comprendido entre 0,2 y 5, preferiblemente entre 0,5 y 2,5. La adición de bisulfato amónico se traduce en la disminución del pH y en la sustitución del sulfato amónico con bisulfato amónico el cual es el material 25 activo que digiere a las triazinas amino-sustituidas. La adición de ácido sulfúrico se traduce en la disminución del pH y en la conversión de sulfato amónico a bisulfato amónico según la siguiente ecuación:



Para convertir sulfato amónico a bisulfato amónico, se añaden cantidades estequiométricas de ácido sulfúrico a la solución de digestión, es decir 1 mol de ácido sulfúrico por cada mol de sulfato amónico. No se requieren cantidades de ácido sulfúrico superiores a la cantidad estequiométrica, incluso aunque la concentración de ácido sulfúrico presente en la lechada de ácido cianúrico en bruto resultante puede ser inferior al 10% aproximadamente y con preferencia entre 5 y 10% aproximadamente.

Las concentraciones de ácido sulfúrico en la lechada resultante no deben ser superiores al 10%, puesto que las concentraciones superiores a este valor se traducirán en una corrosión extensiva de la instalación digestora.

El ácido sulfúrico se utiliza como ácido sulfúrico concentrado (95 a 97%) o como una solución acuosa de ácido sulfúrico preparada a partir de ácido sulfúrico dispersado en agua a cualquier concentración deseada de ácido sulfúrico. La cantidad exacta de bisulfato amónico o ácido sulfúrico necesaria para regenerar la solución digestora, se determina fácilmente analizando la concentración de sulfato o bisulfato amónico en la solución de digestión recuperada, por métodos convencionales, y añadiendo luego la cantidad requerida de bisulfato amónico o ácido sulfúrico a la solución del digestor, para llevar a cabo la regeneración.

Quando se utiliza cualquiera de estos métodos de regeneración, es necesario ajustar la concentración de sal de la solución de digestión regenerada a un valor inferior a un 30%, de modo que cuando la solución de digestión regenerada se recicle y mezcle con el ácido cianúrico.

co en bruto, la concentración de sal total en la lechada resultante no exceda del 30% aproximadamente. La concentración de sal en la solución de digestión regenerada se ajusta convenientemente añadiendo agua a la solución de digestión regenerada o bien purgando una porción de la solución de digestión antes de la regeneración y añadiendo agua a la porción restante a regenerar y reciclar.

Las soluciones de digestión que contienen fosfato diamónico se regeneran según el procedimiento anterior a un pH comprendido entre 0,2 y 5 y preferiblemente entre 0,5 y 2,5, con dihidrógeno ortofosfato de amonio y/o ácido fosfórico. La adición de dihidrógeno ortofosfato de amonio se traduce en la disminución del pH y en la sustitución del fosfato diamónico con dihidrógeno ortofosfato amónico que es el material activo que digiere a las triazinas amino-sustituidas. La adición de ácido fosfórico se traduce en la disminución del pH y en la conversión de fosfato diamónico a dihidrógeno ortofosfato de amonio según la siguiente ecuación:



No se requieren cantidades de ácido fosfórico superiores a la cantidad estequiométrica, incluso aunque la concentración de ácido fosfórico presente en la lechada de ácido cianúrico en bruto resultante, pueda estar entre 10 y 15% aproximadamente.

La conversión de sulfato amónico a bisulfato amónico con ácido sulfúrico, puede efectuarse in situ bien durante la etapa de mezclado, con lo cual se forma la lechada de ácido cianúrico en bruto, o bien durante la etapa de calentamiento en donde son hidrolizadas

las triazinas amino-sustituidas. El procedimiento preferido de *in situ* se efectua durante el mezclado en donde la solución acuosa de ácido sulfúrico se mezcla con el ácido cianúrico en bruto, la sal monosustituida y/o la solución de digestión reciclada, para formar una lechada de ácido cianúrico al 10-45% que contiene aproximadamente de 5 a 10% de ácido sulfúrico y aproximadamente de 10 a 30% de dicha sal monosustituida.

La conversión de fosfato diamónico a dihidrógeno ortofosfato de amonio con ácido fosfórico, puede efectuarse tambien *in situ*, como anteriormente se ha descrito, con cantidades suficientes de ácido fosfórico para formar una lechada que contiene aproximadamente 10-15% de ácido fosfórico.

Sorprendentemente se ha descubierto que la velocidad de conversión de las triazinas amino-sustituidas se dobla casi cuando la lechada del digester contiene aproximadamente 10-15% de ácido fosfórico en adición a 10-30% aproximadamente de la sal monosustituida de un ácido fosfato tribásico. Este incremento en la velocidad de conversión solamente ocurre con lechadas que contienen dihidrógeno ortofosfato de amonio, dihidrogeno ortofosfato de sodio o dihidrogeno ortofosfato de potasio. Este incremento en la velocidad de conversión es comercialmente significativo a la vista del incremento sustancial en los rendimientos de ácido cianúrico obtenidos en un periodo de tiempo determinado. En adición, este incremento en la velocidad de conversión es altamente significativo en especial cuando se utiliza dihidrogeno ortofosfato de amonio, puesto que no solo se convierten más rápidamente las triazinas amino-sustituidas a

ácido cianúrico y fosfato diamónico a estas temperaturas operativas elevadas, sino que los fosfatos de diamonio formados durante la reacción de digestión se convierten simultáneamente a dihidrógeno ortofosfato de amonio que facilitan
5 adicionalmente la reacción de digestión. Las cantidades de ácido fosfórico superiores a un 15% no son preferibles puesto que la velocidad de conversión no incrementa significativamente al aumentar las concentraciones de ácido fosfórico. La solución de digestión recuperada o bien se desecha para
10 producir subproductos útiles o bien se regenera y recicla como anteriormente se ha descrito.

El ácido fosfórico se utiliza como ácido fosfórico concentrado o como una solución acuosa de ácido fosfórico preparada a partir de ácido ortofosfórico, ácido
15 pirofosfórico, ácido superfosfórico o combinaciones de los mismos, en dispersión en agua, a cualquier concentración deseada de ácido fosfórico.

Los cristales de ácido cianúrico producidos según esta invención son cristales nuevos, grandes,
20 bien definidos y de libre fluencia. Sorprendentemente, se ha descubierto que el tamaño cristalino depende de la solución digestora específica utilizada. Por ejemplo, cuando la solución digestora contiene bisulfato amónico, bisulfato
sódico, bisulfato potásico o dihidrógeno ortofosfato de
25 amonio y ácido fosfórico, por lo menos el 90% de los cristales de ácido cianúrico recuperados tienen tamaños de partícula de 700 a 800 micras y tienen densidades aparentes de 1,10 g/cm³ aproximadamente, conteniendo 0,001 a 0,1% aproximadamente de contenidos en sulfato o fosfato como anteriormente
30 se ha mencionado.

Estos cristales son aproximadamente 15 veces mas grande que los cristales de ácido cianúrico preparados convencionalmente. La formación directa de cristales grandes permite que los cristales sean recuperados de un modo fácil y eficaz sin la necesidad de llevar controles cuidadosos para evitar las pérdidas de ácido cianúrico atribuibles principalmente a los equipos de separación convencionales. En adición, los cristales producidos tienen unos valores de fragilidad aproximadamente iguales a los cristales preparados convencionalmente, permitiendo así que los cristales sean manipulados, transportados y almacenados facilmente sin presentar las dificultades asociadas con el espolvoreo.

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar adicionalmente esta invención. Todos los porcentajes indicados están basados con respecto al peso total de la lechada, a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO 1

Este ejemplo demuestra el efecto que tiene las diferentes sales inorgánicas sobre el porcentaje de las triazinas amino-sustituidas convertidas a ácido cianúrico.

Experimento inventivo I

Una muestra de 25,8 g (0,2 moles) de ácido cianúrico en bruto, preparado a partir de urea que por analisis ofrece aproximadamente 80% de ácido cianúrico, 18% de amelida y 2% de amelina, se mezcla con 50 g (0,43 moles) de bisulfato amónico (Na_4HSO_4) y 120 g de agua, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto. La lechada se carga al interior de autoclave Hastelloy B^(TM) de 300 ml.

El autoclave se sella, se sacude y se calienta a 200°C en un periodo de tiempo de 85 minutos. La temperatura de reacción se mantiene luego en 200°C durante 1 minuto. El autoclave se enfria luego en un baño de hielo y se enfria rápidamente a 10°C. La mezcla de reacción se extrae del autoclave y el ácido cianúrico cristalizado se filtra de la solución de digestión. Los cristales de ácido cianúrico filtrados se analizan luego con respecto al contenido en ácido cianúrico, amelida y amelina. El producto tiene una densidad aparente de 1,10 g/cm³ aproximadamente y el 90% aproximadamente, como mínimo, de los cristales de ácido cianúrico, poseen tamaños de partícula comprendidos entre 700 y 800 micras. Los resultados se ofrecen en la tabla I.

Experimento inventivo 2

Se repite el procedimiento del experimento 1, excepto que en lugar del bisulfato amónico se utilizan 50 g (0,36 moles) de bisulfato sódico monohidratado (NaHSO₄.H₂O). El producto tiene una densidad aparente de 1,10 g/cm³ aproximadamente y al menos el 90% de los cristales de ácido cianúrico tienen tamaños de partícula comprendidos entre 700 y 800 micras aproximadamente. Los resultados se ofrecen en la Tabla 1.

Experimento inventivo 3

Se repite el procedimiento del experimento 1, excepto que en lugar del bisulfato amónico se utilizan 50 g (0,43 moles) de dihidrogeno ortofosfato de amonio. El producto tiene al menos un 90% de cristales de ácido cianúrico de un tamaño de partícula de 300 a 400 micras. Los resultados se resumen en la Tabla I.

Experimento comparativo A

Se repite el procedimiento del experimento 1, excepto que en lugar del bisulfato amónico se utilizan 50 g (0,93 moles) de cloruro amónico. El producto tiene al menos el 90% de cristales de ácido cianúrico de un tamaño de partícula inferior a 100 micras. Los resultados se ofrecen en la tabla I.

EJEMPLO 2

Este ejemplo demuestra el porcentaje de conversión de triazinas amino-sustituidas a ácido cianúrico, con bisulfato amónico y dihidrogeno ortofosfato de amonio en combinación con ácido fosfórico. Este ejemplo demuestra también las velocidades de conversión de reacción.

Experimentos inventivos 5 a 9

Una muestra de 25,8 g (0,2 moles) de ácido cianúrico en bruto preparado a partir de urea tipo de análisis ofrece aproximadamente 80% de ácido cianúrico, 18% de amelida y 2% de amelina, se mezcla con 100 ml de agua, para formar una lechada al 10,8%. La lechada se carga al interior de un autoclave Hastelloy B de 300 ml. El autoclave se sella, se sacude y se calienta a 200°C. Una solución de 50 g de dihidrógeno ortofosfato de amonio en 61 ml de agua, mantenida a 70°C, se insufla entonces al interior del autoclave bajo presión, bien sola o bien simultáneamente con una solución acuosa de ácido fosfórico. En el experimento 5, no se añade ácido fosfórico. En el experimento 6, se insuflan al interior del autoclave 10,46 g de ácido ortofosfórico al 86% en 140 g de agua. En el experimento 7, se insuflan en el autoclave 20,9 g de ácido ortofosfórico al 86% en 140 g de agua. En el experimento 8, se insuflan en el autoclave 23,5 g de ácido ortofosfórico al

86% en 140g de agua. En el experimento 9, se insuflan en el autoclave 34,8 g de ácido ortofosfórico al 86% en 140 g de agua.

5 La temperatura de reacción se mantiene en 200°C durante 1 minuto. El autoclave se enfría entonces en un baño de hielo tras lo cual se enfría rápidamente a 80°C en el espacio de 30 segundos. Después de enfriar a 10°C, el ácido cianúrico cristalizado se filtra de la solución de digestión. Los cristales filtrados de ácido cianúrico se analizan entonces con respecto al contenido en ácido cianúrico, amelida y amelina. Los resultados se ofrecen en la Tabla II. Las velocidades de reacción se muestran en la Tabla II como una constante de velocidad en horas recíprocas, bajo el encabezamiento $k \text{ hr}^{-1}$.

15

Experimento inventivo 10

Se repite el procedimiento del experimento 5, excepto que en lugar de la solución de dihidrógeno ortofosfato de amonio, se insufla en el autoclave una solución de 50 g de bisulfato amónico en 61 ml de agua, mantenida a 70°C. Los resultados se ofrecen en la Tabla II.

20

EJEMPLO 3

Este ejemplo demuestra el efecto que tiene el empleo de soluciones de digestión de bisulfato amónico recicladas para convertir las triazinas amino-sustituidas a ácido cianúrico.

25

Experimentos inventivos 11 a 18

En el experimento 11, una muestra de 25,8 g (0,2 moles) de ácido cianúrico en bruto, preparado a partir de urea que por análisis ofrece aproximadamente 80% de ácido cianúrico, 18% de amelida y 2% amelina, se mezcla

30

con 50 g (0,43 moles) de bisulfato amónico y 120 g de agua, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto. La lechada se carga al interior de un autoclave Hastelloy B de 300 ml. El autoclave se sella, se sacude y se calienta a 200°C en un periodo de tiempo de 85 minutos. La temperatura de reacción se mantiene a 200°C durante 1 minuto. El autoclave se enfria luego en un baño de hielo tras lo cual se enfria rápidamente a 10°C. La mezcla de reacción se separa del autoclave y el ácido cianúrico cristalizado se filtra de la solución de digestión. Los cristales filtrados de ácido cianúrico se analizan entonces con respecto al contenido en ácido cianúrico, amelida y amelina.

En el experimento 12, el peso combinado original (170 g) de bisulfato amónico y agua se restablece añadiendo 11 g de agua a la solución de digestión recuperada del experimento 11 que pesa 159 g. A la solución restaurada y tratada según el experimento 11, se añade una muestra de 25,8 g (0,2 moles) de ácido cianúrico en bruto, preparado como anteriormente, y que por análisis ofrece 80% de ácido cianúrico, 18% de amelida y 2% de amelina. Los cristales de ácido cianúrico se filtran de la solución de digestión y se analizan con respecto al contenido en ácido cianúrico, amelida y amelina. Se repite el procedimiento del experimento 12 en los experimentos 13 y 14 con la soluciones de digestión recuperadas de los experimentos 12 y 13 respectivamente.

En el experimento 14 R, la solución de digestión recuperada del experimento 14 se regenera con ácido sulfúrico. La solución de digestión se analizan con respecto al contenido en sulfato amónico $[(NH_4)_2SO_4]$. Se añade entonces a la solución de digestión una cantidad estequiomé-

5 trica de ácido sulfúrico concentrado (95%), para convertir el sulfato amónico a bisulfato amónico. Se purga una porción del 35% de la solución de digestión y se añade agua a la solución de digestión para restaurar el contenido en bisulfato amónico y agua a 170 g.

10 En el experimento 15, la solución de digestión regenerada (experimento 14 R) se mezcla con ácido cianúrico en bruto según el experimento 11 y los cristales de ácido cianúrico filtrados se analizan con respecto al contenido en ácido cianúrico, amelida y amelina.

15 En los experimentos 16, 17 y 18, se repite el procedimiento del experimento 12, con las soluciones de digestión recuperadas de los experimentos 15, 16 y 17 respectivamente, y los cristales de ácido cianúrico filtrados se analizan con respecto a su contenido en ácido cianúrico, amelida y amelina.

Los resultados se ofrecen en la Tabla III.

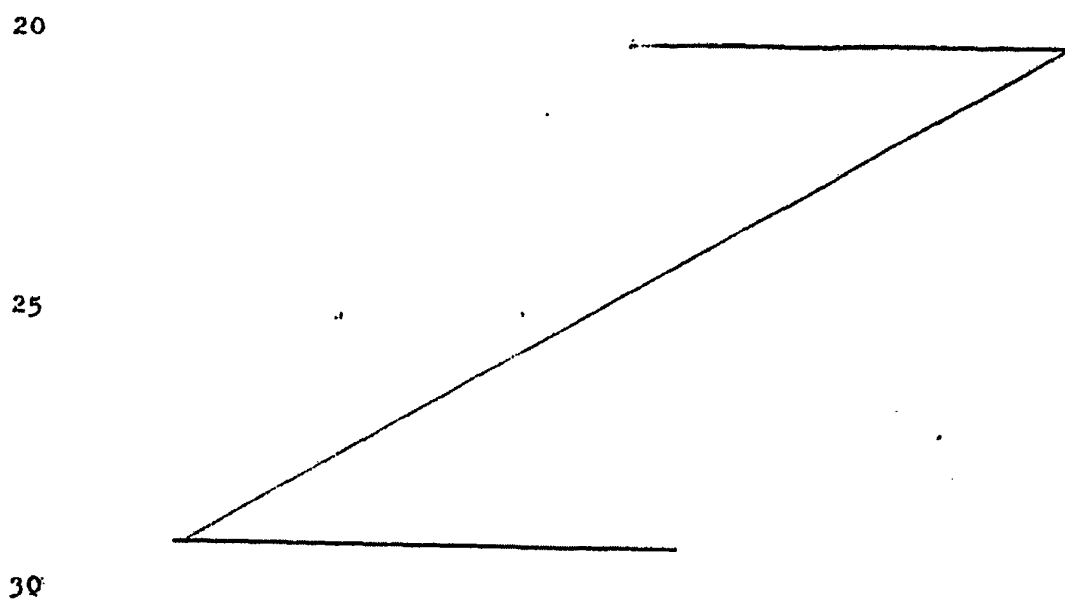


TABLA I

Ejempl No	Sal Inorgánica	Ph de reacción		Análisis del pro ducto		% Total de con- versión de ame- lida y amelina	Tamaño cristalino del ácido cianúrico
		Princi pio	Final	% ácido cianú- rico	% Amelida y Amelina		
1	NH_4USO_4	0,50	0,65	>99,9	trazas	99	>90% con tamaños de partículas entre 700 y 800 micras
2	$\text{NaUSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,80	1,05	>99,9	trazas	99	igual que en el Experimento 1
3	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$	4,15	4,4	>99,9	trazas	97	>90% con tamaños de partículas entre 300 y 400 micras
4	$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	4,25	4,95	99,2	0,8	95	>90% con tamaños de partículas entre 200 y 300 micras
Comparativo A	NH_4Cl	4,81	5,8	84,4	15,6	26	>90% con tamaños de partículas inferior- es a 100 micras.

">" Significa Superior a

TABLA II

<u>Ejem</u> <u>pl</u> <u>Nº</u>	<u>Concen-</u> <u>tración</u> <u>de</u> <u>NH₄HSO₄</u> <u>en %</u>	<u>Concentra-</u> <u>ción de</u> <u>NH₄H₂PO₄</u> <u>en %</u>	<u>Concen-</u> <u>tración</u> <u>de H₃PO₄</u> <u>en %</u>	<u>pH final</u> <u>de reacción</u>	<u>% total</u> <u>de con-</u> <u>versión</u> <u>de ame-</u> <u>lida y</u> <u>amelina</u>	<u>k hr⁻¹</u>	<u>Tamaño cristalino</u> <u>del ácido cianúrico</u>
5	0	21,0	0	4,95	83,0	78	>90% con tamaños de partículas entre 300 y 400 micras
6	0	21,0	6,0	3,35	88,1	127	igual que en el experimento 5
7	0	21,0	12,5	2,45	97,8	228	>90% con tamaños de partículas entre 700 y 800 micras
8	0	21,0	13,9	2,42	97,5	226	igual que en el experimento 7
9	0	21,0	20,0	2,25	97,8	228	igual que en el experimento 7
10	21,0	0	0	0,65	95,0	180	igual que en el experimento 7

">" Significa superior a.

TABLA III

N ^o Ejemplo	pH de reacción		Análisis del producto		% total de conversión de amelida y amelina	Observaciones
	Principio	Final	% ácido cianúrico	% amelida y Amelina		
1	0,50	0,55	>99,9	traza	99,0	Digestión con solución nueva
2	0,55	0,65	>99,9	traza	98,9	Digestión con primera solución de reciclo del experimento 11
3	0,65	0,95	>99,9	traza	98,9	Digestión con segunda solución de reciclo del experimento 12
4	0,95	1,25	>99,9	traza	98,5	Digestión con tercera solución de reciclo del experimento 13
4R	Regeneración de la solución de digestión del experimento 14					
5	0,50	0,56	>99,9	traza	99,0	Digestión con solución de digestión regenerada del experimento 14
6	0,56	0,67	>99,9	traza	98,9	Digestión con solución del reciclo del experimento 15
7	0,67	0,98	>99,9	traza	98,8	Digestión con solución del reciclo del experimento 16
8	0,98	1,27	>99,9	traza	98,5	Digestión con solución del reciclo del experimento 17

" Significa superior a.

NOTA .-

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; también se hace constar, que el invento corresponde a una solicitud de patente, presentada en Norteamérica, bajo el número Ser 511.447, de fecha de 2 de octubre de 1974, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR ÁCIDO CIANÚRICO EN BRUTO; caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- Procedimiento para purificar ácido cianúrico en bruto, caracterizado porque comprende:
- a) mezclar, en cantidades suficientes de agua, ácido cianúrico en bruto y una sal monosustituida de un ácido inorgánico, en donde el ácido inorgánico es un ácido inorgánico dibásico o tribásico, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-45% que contiene de 10 a 30% de sal monosustituida de un ácido inorgánico, cuya lechada puede contener opcionalmente un ácido mineral;
 - b) calentar la lechada a una temperatura de 160-220°C bajo al menos la presión autogénamente desarrollada para digerir las impurezas de ácido cianúrico en bruto;
 - c) enfriar la lechada de ácido cianúrico digerido para precipitar los cristales de ácido cianúrico; y
 - d) recuperar los cristales de ácido cianúrico de la solu-

ción de digestión, secar opcionalmente los cristales y recuperar opcionalmente la solución de digestión, ajustar su pH si es necesario y reciclar la solución de digestión recuperada de la etapa d) a la etapa a).

5

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la sal monosustituida de un ácido inorgánico se elige del grupo consistente en disulfato amónico, dihidrógeno ortofosfato de amonio, disulfato sódico, dihidrógeno ortofosfato sódico, bisulfato potásico y dihidrógeno ortofosfato potásico.

10

3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque se mezclan cantidades suficientes de ácido cianúrico en bruto con una sal monosustituida de un ácido inorgánico, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-25%.

15

4^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque las impurezas de ácido cianúrico en bruto se digieren durante un periodo de tiempo que oscila entre 15 segundos y 10 minutos aproximadamente.

20

5^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la lechada se calienta a una temperatura de 190 a 205°C.

25

6^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la etapa de mezclado a) y la etapa de calentamiento b) se efectúan en una sola etapa.

30

7^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la sal monosustituida en un ácido inorgánico es bisulfato amónico.

8^a.- Procedimiento según la reivindi-

15^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque comprende reciclar la solución de digestión recuperada de la etapa d) a la etapa a) hasta que el pH de la solución de digestión recuperada es superior a 5 aproximadamente, para proporcionar una sal monosustituida de un ácido inorgánico para purificar el ácido cianúrico en bruto.

5

16^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque la solución de digestión de la etapa d) que contiene una sal monosustituida de un ácido inorgánico elegida del grupo consiste en bisulfato amónico y dihidrógeno ortofosfato amónico y que tiene un pH entre 0,2 y 5, se recicla a la etapa a) para proporcionar dicha sal monosustituida de un ácido inorgánico para purificar el ácido cianúrico en bruto.

10

15

17^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque comprende regenerar la solución de digestión recuperada ajustando el pH de la solución de digestión recuperada a un valor comprendido entre 0,2 y 5 con un material elegido del grupo consistente en (1) una sal monosustituida de un ácido inorgánico idéntico a la sal monosustituida del ácido inorgánico usada en la etapa a) y (2) un ácido mineral a partir del cual se deriva la sal monosustituida del ácido inorgánico, reciclar la solución de digestión regenerada a la etapa a) para proporcionar una sal monosustituida de un ácido inorgánico para purificar el ácido cianúrico en bruto y mezclar la solución de digestión regenerada con el ácido cianúrico en bruto.

20

25

30

18^a.- Procedimiento según la reivindi-

cación 1ª, caracterizado porque comprende regenerar la solución de digestión recuperada de la etapa d) que contiene sulfato amónico, ajustando el pH de dicha solución de digestión a un valor comprendido entre 0,2 y 5 con un material elegido del grupo consistente en bisulfato amónico y ácido sulfúrico, reciclar la solución de digestión regenerada a la etapa a) para proporcionar una sal monosustituída de un ácido inorgánico para purificar el ácido cianúrico en bruto y mezclar la solución de digestión regenerada con el ácido cianúrico en bruto.

19ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque comprende regenerar la solución de digestión recuperada de la etapa d) que contiene fosfato diamónico ajustando el pH de dicha solución de digestión a un valor comprendido entre 0,2 y 5 con un material elegido del grupo consistente en dihidrógeno ortofosfato de amonio y ácido fosfórico, reciclar la solución de digestión regenerada a la etapa a) para proporcionar una sal monosustituída de un ácido inorgánico para purificar el ácido cianúrico en bruto y mezclar la solución de digestión regenerada con el ácido cianúrico en bruto.

20ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el ácido cianúrico en bruto de la etapa a) se mezcla con agua, una solución acuosa de ácido sulfúrico y una sal monosustituída de un ácido inorgánico dibásico, seleccionada del grupo consistente en disulfato amónico, bisulfato sódico y bisulfato potásico, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-45% aproximadamente de dicha sal monosusti-

tuida de un ácido inorgánico dibásico.

21^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el ácido cianúrico en bruto de la etapa a) se mezcla con agua, una solución acuosa de ácido fosfórico y una sal monosustituida de un ácido inorgánico tribásico, seleccionada del grupo consistente en dihidrógeno ortofosfato de amonio, dihidrógeno ortofosfato de sodio y dihidrógeno ortofosfato de potasio, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-45% que contiene aproximadamente 10-15% de ácido fosfórico y 10-30% de dicha sal monosustituida de un ácido inorgánico tribásico.

22^a.- Procedimiento según la reivindicación 21^a, caracterizado porque la sal monosustituida de un ácido inorgánico tribásico es dihidrógeno ortofosfato de amonio y el producto de ácido cianúrico recuperado contiene al menos un 90% de cristales de ácido cianúrico que tienen tamaños de partículas de 700 a 800 micras.

23^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a ó 17^a, caracterizado porque el ácido mineral es ácido sulfúrico o fosfórico.

24^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque una sal monosustituida de un ácido inorgánico elegida del grupo consistente en sulfato amónico, dihidrógeno ortofosfato de amonio, bisulfato sódico, dihidrógeno ortofosfato de sodio, bisulfato potásico y dihidrógeno ortofosfato de potasio y ácido cianúrico en bruto, se mezclan en agua, en cantidades suficientes para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-25% conteniendo 10-30% de dicha sal monosusti-

tuida de un ácido inorgánico.

25*.- Procedimiento según la reivindicación 17*, caracterizado porque una sal monosustituída de un ácido inorgánico dibásico, seleccionada del grupo
5 consistente en bisulfato amónico, bisulfato sódico y bisulfato potásico, se mezcla con ácido cianúrico en bruto suficiente, en agua, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-25% que contiene 10-30% de dicha sal monosustituída de un ácido inorgánico dibásico, siendo el
10 ácido mineral ácido sulfúrico.

26*.- Procedimiento según la reivindicación 4*, caracterizado porque se mezclan en agua cantidades suficientes de ácido cianúrico en bruto, una solución acuosa de ácido fosfórico y una sal monosustituída de
15 un ácido inorgánico tribásico, elegida del grupo consistente en dihidrógeno ortofosfato de amonio, dihidrógeno ortofosfato de sodio y dihidrógeno ortofosfato de potasio, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-25% que contiene 10-15% de ácido fosfórico y 10-30% de dicha
20 sal monosustituída de un ácido inorgánico tribásico.

27*.- Procedimiento según la reivindicación 4*, caracterizado porque se mezclan en agua cantidades suficientes de ácido cianúrico en bruto, una solución acuosa de ácido fosfórico y dihidrógeno ortofosfato
25 de amonio, para formar una lechada de ácido cianúrico en bruto al 10-45% que contiene 10-15% de ácido fosfórico y 10-30% de dihidrógeno ortofosfato de amonio; se recupera y recicla la solución de digestión recuperada para la etapa de mezclado hasta que el pH de la solución de digestión
30 recuperada sea superior a 5 aproximadamente, para proporcio-

nar una sal monosustituida de un ácido inorgánico; y se mezcla la solución de digestión reciclada con el ácido cianúrico en bruto para purificar este último.

5

28^a.- Procedimiento según la reivindicación 26^a ó 27^a, caracterizado porque la etapa de mezclado y la de calentamiento se efectúan en una sola etapa.

10

29^a.- Procedimiento según la reivindicación 27^a, caracterizado porque el pH de la solución de digestión reciclada se mantiene entre 0,2 y 5 con un material elegido del grupo consistente en dihidrógeno ortofosfato de amonio y ácido fosfórico.

15

30^a.- Procedimiento según la reivindicación 27^a, caracterizado porque el pH de la solución de digestión reciclada se mantiene entre 0,5 y 2,5.

20

31^a.- Procedimiento según la reivindicación 27^a, caracterizado porque los cristales recuperados de ácido cianúrico se secan a una temperatura de al menos 120°C hasta la temperatura de descomposición de los cristales.

25

32^a.- Procedimiento según la reivindicación 4^a, caracterizado porque la sal monosustituida de un ácido inorgánico es bisulfato amónico, y los cristales de ácido cianúrico se recuperan de la solución de digestión, la solución de digestión se recupera y se recicla a la etapa de mezclado hasta que el pH de la solución de digestión recuperada es superior a 5, para proporcionar una sal monosustituida de un ácido inorgánico, y la solución de digestión reciclada se mezcla con el ácido cianúrico en bruto para purificar este último.

30

33^a.- Procedimiento según cualquiera

de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la sal monosustituida se utiliza en cantidades de al menos 10% en exceso con respecto a la cantidad estequiométrica.

5 34*.- Procedimiento para purificar ácido cianúrico en bruto; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 37 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 29 DIC. 1979

FMC CORPORATION.

A. MENEN AGUAS Y SUELOS
C/ Alameda de Carlos III, 10, Madrid

