

Int. Cl. CO7C

441995

MEMORIA DESCRIPTIVA

QUE SE ACOMPAÑA A LA SOLICITUD DE REGISTRO DE

PATENTE DE INVENCION

Por 20 años en España y Provincias de Ultramar

a favor de:

INSTITUTO NACIONAL DE INDUSTRIA (I.N.I.)
CENTRO DE ESTUDIOS TECNICOS DE MATERIAS ESPE-
CIALES (C.E.T.M.E.), domiciliado en Julian Ca-
marillo, 12, MADRID.

CONCEDIDA
-7 DIC. 1976

Por:

“POR PROCEDIMIENTO CONTINUO DE OBTENCION DE NI-
TROGUANIDINA”.

Inventor: Don ANGELO PASQUAL ARDANUY, Licenciado
en Ciencias Químicas, domiciliado en
Goya, 107, MADRID.

—oOo—

POOR
QUALITY

El procedimiento objeto de esta Patente está basado en las Patentes españolas nos. 427.812 y 429.144 del mismo autor y consiste en transformar aquellos procesos discontinuos en continuos y unificarlos en un proceso único y continuo.

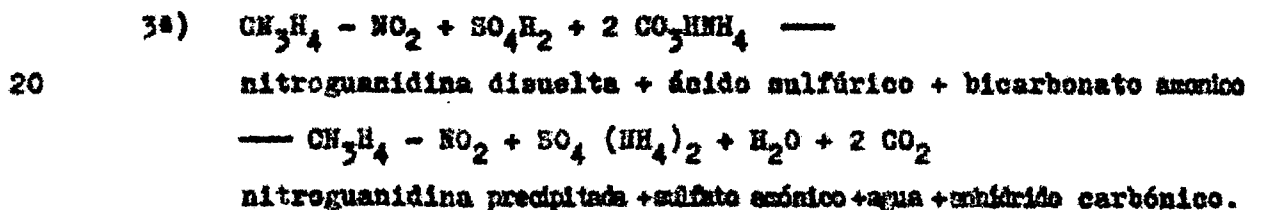
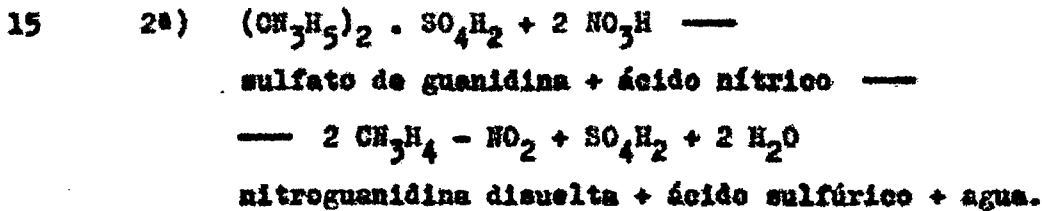
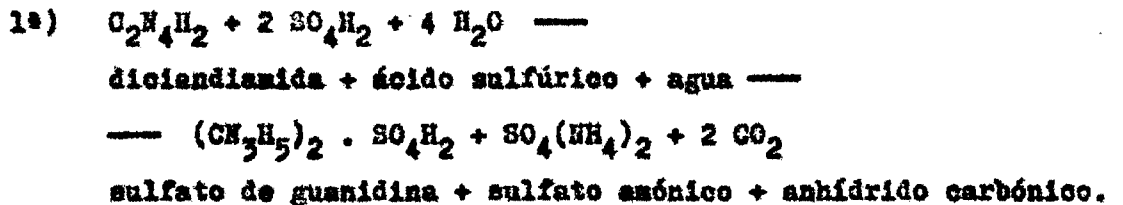
5 La reacción química se realiza en tres fases sucesivas que son:

1ª - sulfonación

2ª - nitración

3ª - precipitación

10 según el esquema químico:



La sulfonación de la diciandiamida se realiza con ácido sulfúrico del 96-97% de riqueza calentando a una temperatura de 115-118º a lo largo de 120 minutos para que la reacción sea completa.

Este ácido, con el sulfato de guanidina disuelto, se lleva a 20-21ºC para proceder a la nitración que se realiza con ácido nítrico de densidad 1,50 a una temperatura de 24º-25ºC a lo largo de 120 minutos con lo que la nitroguanidina formada

30

queda disuelta en el ácido en exceso.

La tercera fase, precipitación de la nitroguanidina microcristalina, se realiza seguidamente por neutralización del exceso de ácido con solución saturada de un carbonato soluble, procediéndose después a la separación de las aguas madres por centrifugación, para la posterior recuperación del sulfato disuelto en aquellas.

El proceso continuo que se patenta responde al esquema del dibujo adjunto.

El recipiente SA es un dosificador de ácido sulfúrico y el SB una tolva con dicianidamida que alimenta un tornillo sin fin; el ácido sulfúrico y la dicianidamida van cayendo continuamente a un pequeño reactor, SC, de pre-reacción, provisto de agitación y sistema de refrigeración, donde la dicianidamida se disuelve en el ácido sulfúrico manteniendo la temperatura entre 55°C y 60°C.

El reactor va provisto de una salida inferior regulable de forma que el volumen de líquido que salga sea igual al que entra para mantener sensiblemente constante el nivel en el reactor. El líquido reaccionante, que fluye por la salida inferior del reactor, pasa a un recipiente de reacción que puede ser un serpentín, SD, calentado a 115-118°C donde a lo largo de su recorrido la masa líquida reacciona totalmente. En el interior del recipiente se consigue una buena agitación por gas, aprovechando el anhídrido carbónico que se produce en la reacción. La longitud y sección del recipiente están calculados de tal forma que una sección teórica de la masa líquida invierta 120 minutos en recorrerlo totalmente.

Por la salida superior del recipiente pasa el ácido, conteniendo el sulfato de guanidina disuelto, a un pequeño recipiente abierto donde este líquido a 115°C pierde totalmente el anhídrido

carbónico que arrastra, y pasa a un serpentín de refrigeración, SE, para bajar la temperatura a 20-21°C.

El líquido que sale de este serpentín, SE, ya frío a 20°C, alimenta un pequeño reactor de pre-nitración, NB, provisto de agitación y refrigeración donde se mezcla con el ácido nítrico que fluye desde el dosificador, NA. El reactor va provisto de una salida inferior regulable por donde fluye la mezcla al reactor de nitración, NC, refrigerado. El paso del líquido a este recipiente se regula de forma que el volumen de líquido que pasa sea sensiblemente igual al del que entra en el reactor para mantener constante el nivel en este último. Todo este conjunto se mantiene a 24-25°C.

La longitud y sección del serpentín o recipiente están calculados de forma que una sección teórica del líquido reaccionante tarde en recorrerlo totalmente 120 minutos, para que la reacción sea completa.

Por la salida superior del recipiente de nitración, NC, fluye continuamente un líquido ácido conteniendo disuelta la nitroguanidina obtenida. Este ácido pasa a un pequeño recipiente abierto, PB, donde pueden desprenderse los vapores nitrosos que en pequeñas cantidades se forman. Este recipiente, actúa como dosificador de ácido de reacción, en la fase de precipitación. Esta se verifica en el reactor de precipitación, PA, provisto de agitador y en cuyo interior concurren dos tubos alimentadores: uno de alimentación de ácido de reacción procedente del dosificador, PB, y otro de alimentación de solución acuosa de un carbonato soluble procedente del dosificador, PC.

La neutralización y precipitación de la nitroguanidina son prácticamente instantáneas y el líquido con la nitroguanidina en suspensión va fluyendo continuamente por el reboadero lateral

del reactor y pasa a una centrifuga continua, PD, donde se separa la nitroguanidina de las aguas madres neutras que se recogen en un recipiente, PE, provisto de un agitador lento y que va recibiendo nuevas cantidades de carbonato sólido, procedentes del dosificador, PG, con objeto de volver a saturar las aguas madres que se reciolan a través de la bomba, PF, y pasan de nuevo al dosificador, PC, que alimenta el reactor de precipitación. De esta forma se maneja en todo momento un volumen limitado de solución saturada del carbonato que a su vez se va concentrando en sulfato hasta el límite que convenga para su ulterior recuperación. Por ello, y de manera intermitente, se retiran las aguas concentradas en sulfato por la llave inferior del recipiente, PE, y se sustituyen por igual volumen de agua por la llave PH.

Ejemplo:

15 Siguiendo la técnica descrita anteriormente, el dosificador SA se va alimentando con ácido sulfúrico del 86% de riqueza y la tolva SB con dicianidamida. Ambos dosificadores se regulan de forma que la relación entre el ácido sulfúrico que fluye al reactor y la dicianidamida sea de 2,625 a 1 en volumen/peso o, lo que es igual, de 4,687 a 1 en peso/peso.

20 Se regula el paso del reactor SC al serpentín SD para que el volumen de líquido en el reactor alcance aproximadamente la mitad del mismo.

25 Pasados unos 120 minutos comienza a fluir ácido de reacción por el tubo de salida del serpentín SE que se recibe en el reactor de pre-nitración EB, en cuyo momento se pone en marcha la fase de nitración, ajustando los dosificadores del ácido nítrico de densidad 1,50, de forma que la relación de fluencia entre ambos sea de 5,714 a 1 en volumen/volumen.

30 transcurrido el tiempo de nitración, unos 120 minutos,

comienza a caer líquido en el dosificador, PB, poniendo entonces en marcha el sistema de precipitación, regulando con los dosificadores PB y PC, el paso de ácido y de solución de bicarbonato amónico al reactor PA de forma que la suspensión que sale por el rebosadero PD sea siempre neutra o ligeramente ácida. En el recipiente PE se va reponiendo el bicarbonato amónico conforme se va consumiendo, para lo cual se emplea el dosificador PG alimentado con bicarbonato amónico sólido. El gasto de bicarbonato es de unas 5,5 partes en peso por 1 de nitroguanidina obtenida.

5

La nitroguanidina que se va separando de la centrífuga PD se lava con agua para eliminar los restos de sulfato amónico y se seca.

10

Las aguas madres, se retiran intermitentemente del recipiente PE cuando alcanzan una densidad de 1,20 y se pasan a concentrar por calentamiento para recuperar el sulfato amónico.

15

El rendimiento obtenido en nitroguanidina es del 85% y en sulfato amónico del 90% del teórico.

Suficientemente descrito el procedimiento de obtención de nitroguanidina en marcha continua, que no tiene carácter limitativo alguno respecto a las cantidades empleadas tanto en la sulfonación, como en la nitración y precipitación, así como en las concentraciones de los ácidos y en los tiempos y temperaturas empleadas tanto en la sulfonación como en la nitración, que son aproximados, ni en el carbonato empleado en la precipitación, 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:

20

25

30

REIVINDICACIONES

1^a.- Un procedimiento continuo de obtención de nitroguanidina, caracterizado porque la fase de sulfonación se realiza en un reactor en forma de serpentín que va siendo recorrido continuamente por los productos reaccionantes.

2^a.- Un procedimiento continuo de obtención de nitroguanidina, según reivindicación anterior, en el que el líquido reaccionante es agitado por el gas que se produce "in situ".

3^a.- Un procedimiento continuo de obtención de nitroguanidina, según anteriores reivindicaciones, en el que la fase de nitración se caracteriza por realizarse en un reactor en forma de serpentín que va siendo recorrido continuamente por los líquidos reaccionantes.

4^a.- Un procedimiento continuo de obtención de nitroguanidina, según reivindicaciones anteriores, en el que la fase de precipitación se realiza en un reactor donde fluyen continuamente solución ácida sulfonítrica de nitroguanidina, y solución acuosa de un carbonato soluble, descargándose continuamente por un rebosadero.

5^a.- Un procedimiento continuo de obtención de nitroguanidina, según reivindicaciones anteriores, en el que la solución acuosa del carbonato soluble que se emplea en la precipitación se recicla continuamente una vez repuesto el carbonato gastado, para entrar de nuevo en el ciclo de precipitación.

6^a.- Un procedimiento continuo de obtención de nitroguanidina, según reivindicaciones anteriores, por el que, a través de una instalación de aparatos enlazados armónicamente, y en un solo proceso, se obtiene nitroguanidina a partir de ácido sulfúrico, diclándiasida y ácido nítrico.

La presente solicitud de registro de Patente de Inven-

ción, debe recaer sobre:

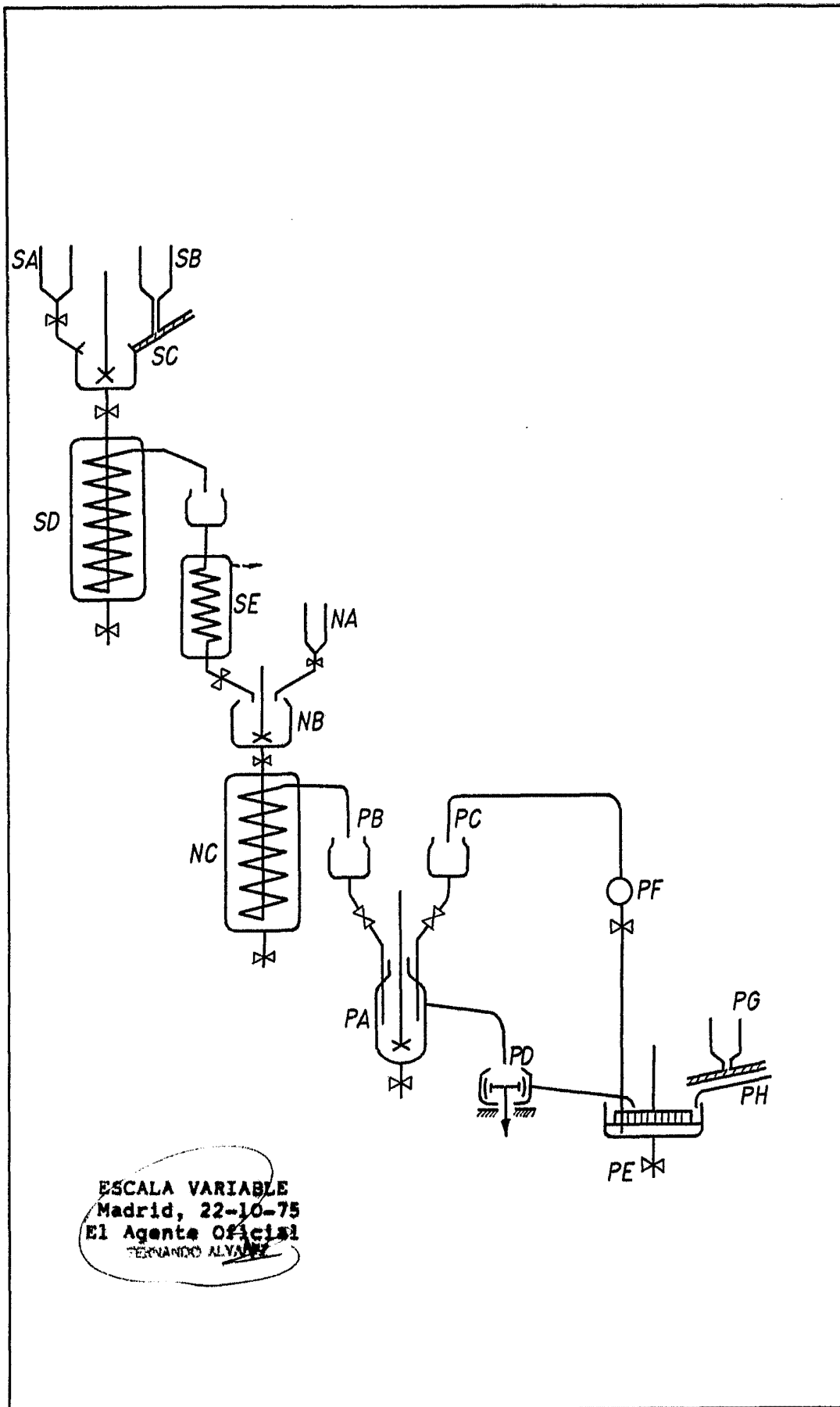
7*.- UN PROCEDIMIENTO CONTINUO DE OBTENCION DE NITROGUANIDINA.

5 Todo ello según queda sustancialmente descrito en la presente memoria y reivindicaciones y representado por el adjunto dibujo para los fines especificados.

Madrid, 2 2 OCT. 1975

El Agente Oficial

FERNANDO ALVAREZ



ESCALA VARIABLE
Madrid, 22-10-75
El Agente Oficial
FERNANDO ALVAREZ