



ESPAÑA

(10) ES	(11) NUMERO	(10) AT
(21)	450334	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	30-7-76	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
75 23897	31-7-75	Francia

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	

(64) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AZODICARBONAMIDA.

(71) SOLICITANTE (ES)

PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

25 boulevard de l'Amiral Bruix 75116 Paris, Francia

(72) INVENTOR (ES)

Michel ALICOT y Adrian TIGNOL, ambos de nacionalidad francesa, los cuales han cedido sus derechos a la compañía solicitante.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1 Esta invención se refiere a un nuevo procedimiento para la preparación de azodicarbonamida. Este producto se conoce y se utiliza como agente de hinchado para las mezclas a base de caucho o de materias plásticas.

5 Se sabe que las características esenciales corrientemente exigidas para los agentes hinchantes son la finura y la regularidad dimensional de las partículas elementales que los constituyen.

10 Por otra parte, es conocido que la azodicarbonamida se obtenga por oxidación de la hidrazodicarbonamida, producto resultante de la reacción en solución acuosa diluida de la urea sobre hidrazina. Los oxidantes generalmente utilizados son las sales de cromo, el ácido nítrico, el bromo, el hipoclorito de sodio, el peróxido de nitrógeno, el peróxido de hidrógeno. La granulometría del producto acabado es mayorita-
15 riamente función de factores tan diferentes como la temperatura, la concentración inicial en hidrazodicarbonamida, la concentración y el caudal del oxidante, la dilución del oxidante en un gas inerte cuando se utiliza cloro como oxidante.
20 También esta oxidación resulta de una realización delicada y solo una elección precisa de los valores de los factores enumerados permite aproximarse en cierta medida a la granulometría deseada. El producto bruto de oxidación, filtrado y secado, tiene por lo general una finura insuficiente y posee
25 un espectro granulométrico extendido. La obtención de un producto completamente satisfactorio en aplicación necesita, de hecho recurrir a operaciones suplementarias costosas tales como triturados, tamizados y clasificaciones.

30 Ahora bien, se ha encontrado, conforme a la invención realizada en las dependencias de la Firma solicitante, que se

1 puede obtener, con un rendimiento superior al 90% con rela-
ción a la hidrazina, azodicarbonamida de una gran finura y
un espectro granulométrico muy apretado, sometiendo a un tra-
tamiento oxidante el producto bruto que resulta de la reacción
5 en estado fundido de una sal de hidrazina con urea.

Este producto contiene urea, cuando se utiliza en
exceso, y los productos de la reacción, en particular la sal
de amonio que corresponde al anión de la sal de hidrazina de
partida, por ejemplo, el sulfato de amonio en el caso en que
10 la sal de hidrazina de partida sea el sulfato ácido de hidra-
zina.

En vista de la reacción en estado fundido la sal de
hidrazina y la urea se toman en cantidades tales que la rela-
ción molar urea/hidrazina sea por lo menos igual a 2 y prefe-
rentemente comprendida entre 2 y 2,6.
15

Estos productos se mezclan íntimamente y la mezcla
se lleva a una temperatura superior a 110°C , preferentemente
entre 150 y 160°C ; la combinación es instantánea. De este modo
se aprovecha la propiedad de la urea de proporcionar transi-
toriamente cianato de amonio por un lado, y la reactividad
20 de los cianatos y del ácido ciánico respecto a la hidrazina
y de sus sales, por otro lado.

La reacción es exotérmica. La temperatura máxima a
respetar se define únicamente por la estabilidad del producto
final. Por comodidad, se prefiere no sobrepasar la temperatura
de 200°C . Con este fin, es interesante limitar la exotermici-
dad de la reacción, por cualquier medio conocido y especial-
mente mediante aporte de una pequeña cantidad de agua a la
mezcla de la sal de hidrazina y urea durante la reacción de
25 fusión.
30

1 También se puede, previamente a esta, aportar a la mezcla inicial de los constituyentes una cantidad de agua tal que la fusión de la masa reaccional se produzca a una temperatura inferior a 200°C.

5 El agua así aportada facilita, de un lado, la obtención de una mezcla homogénea en estado fundido y permite, de otro lado, limitar la evolución de la temperatura durante la reacción. La cantidad de agua así aportada es inferior al 20% de la cantidad de la sal de hidrazina utilizada.

10 Debido a la rapidez de la reacción es posible realizarla en continuo; sin embargo no existe inconveniente alguno en operar de forma discontinua.

 El producto sólido obtenido se dispersa en agua. Se utiliza por ejemplo, de 2 a 5 partes de agua por una parte de producto sólido. Se presenta bajo la forma de una suspensión de granulometría regular. Se trata por un oxidante. Este puede ser uno de los oxidantes habitualmente utilizados en los procedimientos anteriores. Preferentemente se selecciona cloro.

15

20 La oxidación se realiza a una temperatura inferior a los 100°C por lo general cerca de la temperatura ambiente; en el caso en que el oxidante sea cloro, se opera ventajosamente en presencia de una cantidad catalítica de bromuro; esta disposición sin embargo no es esencial para la realización del procedimiento.

25

 El producto de oxidación se separa y se lava. La azodicarbonamida así formada se obtiene con un rendimiento superior al 90% de la teoría con relación a la hidrazina utilizada. La misma está constituida por partículas de una gran regularidad y con una dimensión inferior a 10 µ.

30

1 Si la oxidación se realiza por un gas oxidante que
contiene peróxido de nitrógeno, según el procedimiento des-
crito en la patente francesa No. 1.561.374 del 17 de Febrero
de 1969, se realiza directamente sobre el producto seco y a
5 una temperatura de 80 a 100°C.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin
limitarla.

Ejemplo 1

Se mezclan íntimamente 130 partes de sulfato ácido de
10 hidrazina, 145 partes de urea, 20 partes de agua y se calien-
ta la masa progresivamente hasta la temperatura de 120°C.
La reacción es exotérmica. En algunos minutos la temperatura
sube de 160-170°C con solidificación de la masa.

Después de enfriamiento, el producto obtenido se dis-
15 persa en 270 partes de agua conteniendo una parte de bromuro
de sodio. Se hace barbotear cloro gaseoso a temperatura de
30°C, hasta que una toma de ensayo no proporcione insoluble
alguno en una solución de hidróxido de sodio 2N. Se filtra,
se lava y se seca. Se obtienen 105 partes de azodicarbonami-
20 da. El rendimiento con relación a la hidrazina es del 90%.
Granulometría (determinada con ayuda de un contador COULTER):
100% < 7 µ.

Ejemplo 2

Se mezclan íntimamente 619 partes de sulfato ácido de
25 hidrazina obtenido a la salida de una centrifugadora y conte-
niendo un 16% de humedad, con 580 partes de urea a la tempe-
ratura de 100°C, durante 10 a 15 minutos. La mezcla obtenida
se cuele en capa fina sobre una placa llevada a 145-150°C.
La reacción, exotérmica, se termina en 2 a 3 minutos. La tem-
30 peratura se eleva a 160°C. Se obtiene una masa de producto

1 el cual después de enfriamiento se pone en suspensión en 1100
partes de agua. Se añaden 3 partes de bromuro de sodio y se
hace barbotear cloro gaseoso a temperatura de 30°C hasta que
5 una toma de ensayo no proporcione insoluble alguno en una
solución de hidróxido de sodio 2 N. Se filtra, se lava con
agua y se seca. Se obtienen 427 partes de azodicarbonamida.
El rendimiento es del 92%. Granulometria (determinada con
ayuda de un contador COULTER): 100% < 10 µ.

Ejemplo 3

10 Se mezclan 260 partes de sulfato ácido de hidrazina
con 290 partes de urea en un mezclador del tipo WERNER y se
lleva a la temperatura de 100°C, temperatura esta que se man-
tiene durante 10 minutos. A continuación se eleva la tempera-
tura a 110-120°C. La reacción, de la cual se limita la exo-
15 termicidad añadiendo 50 partes de agua, se termina en algunos
minutos. La temperatura máxima alcanzada es de 160°C.

Después de enfriamiento, la masa de reacción se sus-
pende en 540 partes de agua que contiene 2 partes de bromuro
de sodio. Se oxida en las condiciones de los ejemplos 1 y 2.
20 Se obtienen 210 partes de azodicarbonamida. O sea un rendi-
miento del 90% con relación a la hidrazina involucrada. Granu-
lometria (determinada con ayuda de un contador COULTER): 100%
< 10 µ.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de azodicarbona-
mida caracterizado porque se somete a un tratamiento oxidante
el producto resultante de la reacción, en estado fundido, de
30 una sal de hidrazina con urea.

1 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque el producto sometido al tratamiento oxidante es
el producto resultante de la fusión del sulfato de hidrazina
con la urea.

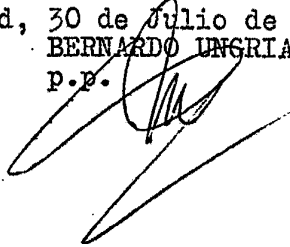
5 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque el producto resultante de la fusión se trata
mediante un oxidante en dispersión acuosa.

10 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-
rizado porque la oxidación se realiza sobre el producto seco a
una temperatura de 80 a 100°C por medio de peróxido de nitró-
geno.

5. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AZODICARBONAMIDA.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de siete páginas
mecanografiadas.

Madrid, 30 de Julio de 1976
BERNARDO UNGRIA
P.P.



20

25

30