



10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			20-8-76		

PATENTE DE INVENCION

P.- 63.130

PAT/EL
5213 CY

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		P 25 37 673.2-44	23-8-75		Rep. Fed. Al.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07D		

54	TITULO DE LA INVENCION
	"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CLORURO CIANURICO SOLIDO FINAMENTE DIVIDIDO"

71	SOLICITANTE (S)
	DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS ROESSLER

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Weissfrauenstrasse 9, D-6000 Frankfurt 1, República Federal Alemana

72	INVENTOR (ES)
	Dr. Friedhelm Geiger, Dr. Werner Heimberger y Dr, Theodor Lüssling

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ

P.-63.130

1 Es sabido separar en forma sólida cloruro cianú-
rico originalmente en forma de vapor mediante desublimación
en espacios refrigerados desde el exterior, orillando la fa
se líquida. En este caso no puede evitarse que además de
5 cloruro cianúrico fino resulten también cristales de gra-
nos gruesos, que se depositan en los elementos de inserción
y en las paredes del separador y que deben ser separados
por sacudimiento mecánico después de una cierta duración
del trabajo, véase memoria de patente alemana 1.266.308.

10 Además de ello se conocen procedimientos para se-
parar cloruro cianúrico con ayuda de una corriente fría de
gases inertes en el cual ciertamente se evita la separación
de aglomerados gruesos, pero en el cual los ciclones conec-
tados a continuación y las correspondientes conducciones se
15 obstruyen debido a deposiciones de sustancias sólidas, y en
el cual, además de ello, junto con el gas de escape se des-
carga cloruro cianúrico a causa de su elevada presión de va-
por. Esto último, no obstante, es inadmisibile por razones
de protección del medio ambiente (memoria de patente ale-
20 mana 1.071.709).

Estas desventajas se evitan si se enfría vapor
de cloruro cianúrico utilizando un dispositivo especial,
con ayuda de un líquido de enfriamiento, que se evapora du-
rante la refrigeración (memoria de patente alemana 1.266.308).

25 No obstante, tampoco este modo de trabajo es plenamente sa-
tisfactorio, ya que la cámara de separación situada en la
parte inferior debe ser mantenida a temperaturas por encima
del punto de ebullición del líquido de enfriamiento.

30 Se ha encontrado ahora que puede obtenerse con fa-
cilidad cloruro cianúrico sólido finamente dividido, evitan

1 do las desventajas antes mencionadas, si se inyecta cloruro
cianúrico líquido en una columna de separación, se le en-
fría ampliamente con gases inertes conducidos en circuito
5 en un grado tal que el cloruro cianúrico se separa en for-
ma cristalina, los gases que contienen vapor de cloruro cianúrico
calentados en tal caso se lavan en una segunda colum-
na dispuesta a continuación, en contracorriente con un lí-
quido inerte que es buen disolvente del cloruro cianúrico,
hasta dejarlo libre del cloruro cianúrico evaporado, al mis-
10 mo tiempo se les enfría simultáneamente y a continuación se
les conduce nuevamente a la cámara de separación, mientras
que se devuelve la temperatura del líquido de lavado que con-
tiene cloruro cianúrico, que se ha elevado durante el proce-
so de lavado, conduciéndolo en circuito cerrado a través de
15 un refrigerador, nuevamente a la temperatura original, y
rociando constantemente con el líquido de lavado el lado
interior de la conducción tubular conectada con la columna
de separación que conduce a la columna de lavado, mientras
que se separa una corriente parcial del líquido de lavado
20 que contiene cloruro cianúrico en una tercera columna, que
es una columna de destilación, en cloruro cianúrico líqui-
do puro, que es recirculado a la columna de separación, y
en agente de lavado puro, que es recirculado a la columna
de lavado.

25 Cuanto más baja se escoge la temperatura de en-
friamiento, tanto menos cantidad de gas en circuito se nece-
sita para el enfriamiento y la cristalización del cloruro
cianúrico líquido. Entran en consideración en general tempe-
raturas del gas de 0 a 100°C, preferiblemente de 20 a 60°C.
30 Como gases inertes se emplean sobre todo aire o nitrógeno.

1 En comparación con la desublimación conocida de
vapores de cloruro cianúrico, en la etapa de la solidifica-
ción correspondiente al procedimiento de acuerdo con el in-
vento sólo ha de evacuarse $1/3$ de la cantidad de calor que
5 se produce durante la desublimación, ya que el calor de eva-
poración ya había sido sustraído del sistema previamente
durante la licuación del cloruro cianúrico. Dado que el pro-
cedimiento de acuerdo con el invento trabaja con cloruro cia-
núrico licuado, se emplea por lo tanto un cloruro cianúrico
10 que está libre de cloro y de cloruro de cianógeno. Del me-
jor de los modos se procede de acuerdo con la memoria de
patente (solicitud de patente alemana P 23 32 636.5-
44).

15 De esta manera se hace innecesaria una separación
del cloruro de cianógeno que no ha reaccionado durante la
trimerización, así como del cloro que eventualmente todavía
está presente. Esta es otra ventaja esencial del procedi-
miento de acuerdo con el invento, ya que el cloro y el clo-
ruro de cianógeno, cuando entran en contacto con los líqui-
20 dos de lavado a utilizar de acuerdo con el invento, pueden
dar lugar a intensos fenómenos de corrosión en la columna
de separación, en las conducciones tubulares y en las bom-
bas, así como en la columna de lavado.

25 Estos fenómenos de corrosión se evitan ahora, ya
que el cloruro cianúrico está totalmente libre de estas im-
purezas.

30 Si para el enfriamiento de los gases que están
cargados con vapor de cloruro cianúrico se utiliza un lí-
quido de lavado cuyo punto de ebullición es más elevado que
el del cloruro cianúrico, el cloruro cianúrico disuelto en

1 el agente de lavado puede ser recuperado mediante destila-
ción fraccionada en una columna, cuyo condensador es mante-
nido a temperaturas por encima del punto de fusión del clo-
5 ruro cianúrico, y eventualmente puede ser introducido de
nuevo para la inyección. El disolvente que resulta en la
parte inferior de dicha columna es utilizado en el circuito
de nuevo para el enfriamiento de los gases inertes.

Con el fin de evitar que en este modo de recupe-
ración de líquido de lavado los gases de escape de la colum-
10 na de destilación sean descargados a la atmósfera, puede
disponerse posteriormente otra columna de lavado adicional,
que es alimentada con el mismo disolvente.

De acuerdo con otra forma de realización puede
escogerse también un disolvente cuyo punto de ebullición
15 se encuentre por debajo de la temperatura de evaporación
del cloruro cianúrico, tal como por ejemplo meta-cloro-tri-
fluorotolueno. En este caso el disolvente es retirado lue-
go a través de la parte superior de la columna, mientras
que en la parte inferior de la misma queda cloruro cianúri-
20 co líquido puro.

Como líquidos de lavado, que sirven tanto para
la refrigeración de los gases inertes conducidos en el cir-
cuito como también para extraer por disolución el cloruro
cianúrico arrastrado debido a su elevada presión de vapor,
25 son apropiados todos los líquidos inertes capaces de disol-
ver cloruro cianúrico, tales como hidrocarburos alifáticos
o aromáticos, sus derivados halogenados, cetonas, o mez-
clas de estas sustancias. Son muy apropiados tolueno, xile-
no, 1,2,4-triclorobenceno, hexaclorobutadieno, dodecibence-
30 no, meta-cloro-trifluorotolueno, hexafluoroxileno, triclo-

1 rotrifluoroetano, trifluoropentacloropropano, perfluorooc-
tano, o sus mezclas. Se prefieren especialmente meta-cloro-
trifluorotolueno, hexafluoroxileno, dodecibenceno y tolu-
no.

5 Para la realización del procedimiento de acuer-
do con el invento no es crítica la presión; como margen de
presiones se utilizan presiones de 0,5 a 10 atmósferas ab-
solutas, preferiblemente de 1 a 5 atmósferas absolutas.

10 El procedimiento de acuerdo con el invento es ex-
plicado seguidamente con mayor detalle con ayuda de la fi-
gura 1; en tal caso se utiliza un disolvente cuyo punto de
ebullición es más elevado que el punto de evaporación del
cloruro cianúrico.

15 El cloruro cianúrico líquido es introducido pro-
cedente del recipiente de reserva 1 a través de la bomba 2,
de la conducción tubular 111 y de la cámara de separación
3 pasando por la boquilla 4 y allí es atomizado. Junto a
la cámara de separación 3 se encuentra la boca de descar-
ga 5 para el cloruro cianúrico sólido, el tubo de retira-
20 da 6, a través del cual es devuelto el gas en circuito a
través de la columna de lavado 7 pasando por el ventilador
8 y la conducción 112 por 9 dentro de la cámara de separa-
ción. Una corriente parcial del disolvente es introducida,
procedente de la columna 7 a través de la bomba 11 pasando
25 por la conducción 113 por 10, en el tubo de retirada 6.
Otra corriente parcial es alimentada a la columna de lava-
do 7 a través del refrigerador 12 y de la conducción 114
en contracorriente con la corriente de gas.

30 Otra parte del disolvente que contiene cloruro
cianúrico es alimentada a través de la conducción 115 pasan

1 do por el intercambiador de calor 13 a la columna de desti-
lación 14, a través de cuya parte superior pasa el cloruro
5 cianúrico al condensador 15 mantenido a una temperatura por
encima de 150°C y al colector previo 16. El cloruro cianúri-
co puede ser obtenido de allí tal como está - o tal como se
muestra en la figura - puede ser devuelto al recipiente de
reserva 1 a través de la conducción 116 mediante la bomba
17; una corriente parcial es derivada a través de la conduc-
ción 117 como reflujo a la columna de destilación 14. Desde
10 la parte inferior de esta columna es conducido el disolven-
te a través de la bomba 18 y el intercambiador de calor 13
pasando por la conducción 118 a la columna de lavado 19,
desde cuya parte inferior vuelve mediante la bomba 20 pasan-
do por la conducción 119 al circuito de líquido de la colum-
na de lavado 7. El condensador 15 y el colector previo de
15 destilación 16 son ventilados y evacuados, a través de las
conducciones 120 y 121, a la columna de lavado 19.

Ejemplo 1 (figura 1) (El punto de ebullición del
20 disolvente se encuentra por encima del punto de ebullición
del cloruro cianúrico).

Desde el recipiente de reserva 1 se rocían dentro
de la cámara de separación 3 con ayuda de la bomba 2 pasan-
do por la conducción 111 y la boquilla 4 2,5 kg por hora de
25 cloruro cianúrico líquido con una temperatura de 150°C. Si-
multáneamente se introducen 36 Nm³/hora de nitrógeno (Nm³ =
metros cúbicos en condiciones normales) con una temperatura
de 20°C por 9. El nitrógeno caliente a 50°C que contiene cl-
ruro cianúrico, que sale de la cámara de separación 3 pasan-
do por el tubo de retirada 6 cuyas paredes 10 son rociadas
30

1 con dodecibenceno, desde la cámara de separación 3, es en-
friado en la columna de rociado 7 por circulación en contra
corriente de 100 kg/hora de dodecibenceno y al mismo tiem-
po es lavado hasta quedar libre de cloruro cianúrico y es
5 devuelto a través del ventilador 8 y la conducción 112 por
9 de nuevo a la cámara de separación 3. El dodecibenceno
es enfriado con ayuda del intercambiador de calor 12 hasta
que el gas del circuito pueda ser devuelto a 20°C a través
del ventilador 8 a la cámara de separación 3.

10 Desde el circuito para disolvente 7 - 11 - 12 -
114 se bombean 10,3 kg por hora de una solución al 3% de
cloruro cianúrico en dodecibenceno con ayuda de la bomba
11 a través de la conducción 115 y con ayuda del intercam-
biador de calor 13 a la columna de destilación 14, en donde
15 se efectúa una separación por destilación en cloruro cianú-
rico líquido puro y en dodecibenceno puro. El dodecibence-
no que resulta en la parte inferior de la columna es conducido
do con ayuda de la bomba 18 a través del intercambiador de
calor 13 y de la conducción 118 a la parte superior de la
20 columna de lavado de gases de escape 19 y desde allí vuelve
a través de la bomba 20, la conducción 119, el refrigerador
12 y la conducción 114 a la parte superior de la columna de
rociado 7.

25 El cloruro cianúrico que resulta en la parte supe-
rior de la columna de destilación 14 es enfriado a 150°C en
el condensador 15 y es recirculado en forma líquida a tra-
vés del colector previo 16, la bomba 17 y la conducción 116
al recipiente de reserva 1 para cloruro cianúrico líquido.

30 Con el fin de enriquecer cuantitativamente el do-
decibenceno en la parte inferior de la columna, se deriva

1 una corriente parcial del cloruro cianúrico condensado des-
de el colector previo 16 mediante la bomba 17 pasando por
la conducción 117, como reflujo a la columna de destilación
14. Con el fin de evitar que se descarguen a la atmósfera
5 gases de escape con contenido de cloruro cianúrico, el con-
densador 15 es ventilado a través de la conducción 121 y
el colector previo 16 a través de la conducción 120 a la
columna de lavado 19 que es hecho trabajar con dodecilben-
ceno.

10 Junto al fondo de la cámara de separación 3 re-
sulta cloruro cianúrico sólido con una distribución de ta-
maños de granos entre 10 y 80 μ , el cual es extraído a tra-
vés de las bocas de descarga 5.

15 Ejemplo 2 (figura 2) (El punto de ebullición del
agente de lavado se encuentra por debajo del punto de ebu-
llición del cloruro cianúrico).

Desde el recipiente de reserva 1 se introducen
por rociado con ayuda de la bomba 2 a través de la conduc-
ción 111 y la boquilla 4 2,5 kg por hora de cloruro cianú-
rico líquido con una temperatura de 150°C, dentro de la cá-
mara de separación 3. Al mismo tiempo se introducen por 9
36 Nm³/hora de nitrógeno con una temperatura de 20°C.

25 El nitrógeno que contiene cloruro cianúrico, que
sale de la cámara de separación 3 con una temperatura de
50°C, pasa a través del tubo de retirada 6, cuyas paredes
10 son rociadas con meta-clorobenzotrifluoruro a través de
la conducción 113 dentro de la columna de rociado 7 y se
enfía por circulación en contracorriente de 100 kg/hora
30 de meta-clorobenzotrifluoruro, al mismo tiempo se lava has

1 ta dejarlo libre de cloruro cianúrico, y se devuelve a tra
vés del ventilador 8 y la conducción 112 por 9 de retorno
a la cámara de separación 3. El meta-clorobenzotrifluoruro
es enfriado con ayuda del intercambiador de calor 12 hasta
5 que el gas en el circuito pueda ser devuelto a 20°C a la
cámara de separación 3. Desde el circuito para disolvente
7-11-12-114 se bombean 10,3 kg por hora de una solución al
3% de cloruro cianúrico en meta-clorobenzotrifluoruro con
ayuda de la bomba 11 pasando por la conducción 115 y el ca-
10 lentador 13 a la columna de destilación 14, en donde se efe-
túa una separación por destilación en cloruro cianúrico lí-
quido puro y en meta-clorobenzotrifluoruro puro. El cloruro
cianúrico líquido que resulta en la parte inferior de la
columna 14 es bombeado al recipiente de reserva 1 con ayuda
15 de la bomba 18 pasando por la conducción 116, mientras que
el meta-clorobenzotrifluoruro exento de cloruro cianúrico,
retirado por la parte superior de la columna 14, es recir-
culado a través del refrigerador 15 y del colector previo
16 con ayuda de la bomba 17 pasando por la conducción 119,
20 el refrigerador 12 y la conducción 114 a la parte superior
de la columna de rociado 7.

Con el fin de enriquecer cuantitativamente el clo-
ruro cianúrico en la parte inferior de la columna 14, una
corriente parcial del disolvente condensado es derivada me-
25 diante la bomba 17 pasando por la conducción 117, como refl-
jo a la parte superior de la columna de destilación 14.

Por el fondo de la cámara de separación 3 resul-
ta cloruro cianúrico sólido con una distribución de tamaños
de granos entre 10 y 80 μ , que es descargado por la boca de
30 descarga 5. No se pudieron comprobar pérdidas de cloruro

1 cianúrico.

5 REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Procedimiento para la preparación de cloruro cianúrico sólido finamente dividido, caracterizado por- que se inyecta cloruro cianúrico líquido en una columna de separación, se enfría con gases inertes conducidos en cir- cuito en un grado tal que el cloruro cianúrico es separado en forma cristalina, los gases que contienen vapor de clo- 15 ruro cianúrico, calentados de este modo, son lavados en una segunda columna dispuesta a continuación, en contracorrien- te con un líquido inerte que es buen disolvente del cloru- 20 ro cianúrico, hasta dejarlos libres de cloruro cianúrico evaporado, en tal caso se les enfría simultáneamente y a continuación se les devuelve nuevamente a la cámara de se- paración, mientras que se devuelve nuevamente a la tempera- 25 tura original la temperatura del líquido de lavado que con- tiene cloruro cianúrico, mediante conducción en circuito a través de un refrigerador, y se rocía constantemente con el líquido de lavado el lado interior de la conducción tubular conectada con la columna de separación, que conduce a la columna de lavado, mientras que se separa una corriente par- 30 cial del líquido de lavado que contiene cloruro cianúrico



1 en una tercera columna, que es una columna de destilación,
en cloruro cianúrico líquido puro, que es recirculado a la
columna de separación, y en agente de lavado puro, que es
recirculado a la columna de lavado.

5 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca
racterizado porque en calidad de gas inerte se emplea nitró
geno.

10 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
y 2ª, caracterizado porque la temperatura del gas inerte
utilizado para enfriar el cloruro cianúrico líquido se en-
cuentra entre 0 y 100°C.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
a 3ª, caracterizado porque la temperatura del gas inerte se
encuentra entre 20 y 60°C.

15 5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
a 4ª, caracterizado porque en calidad de líquido de lavado
para el gas inerte cargado con cloruro cianúrico se emplean
hidrocarburos alifáticos o aromáticos o sus derivados halo-
genados o mezclas de las sustancias mencionadas.

20 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
a 5ª, caracterizado porque en calidad de líquidos de lavado
se emplean tolueno, xileno, 1,2,4-triclorobenceno, hexaclo-
robotadieno, dodecibenceno, meta-cloro-trifluorotolueno,
hexafluoroxileno, triclorotrifluoroetano, trifluoropenta-
25 cloropropano, perfluoroetano o mezclas de los mismos.

7ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª
a 6ª caracterizado porque en calidad de líquidos de lavado
se utilizan meta-cloro-trifluorotolueno, hexafluoroxileno,
dodecibenceno y tolueno.

30 8ª.- Procedimiento para la preparación de cloruro

1 cianúrico sólido finalmente dividido.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 20. AGO. 1975

P.A.
Oscar
Por Poder



PBG.



FIG.-1

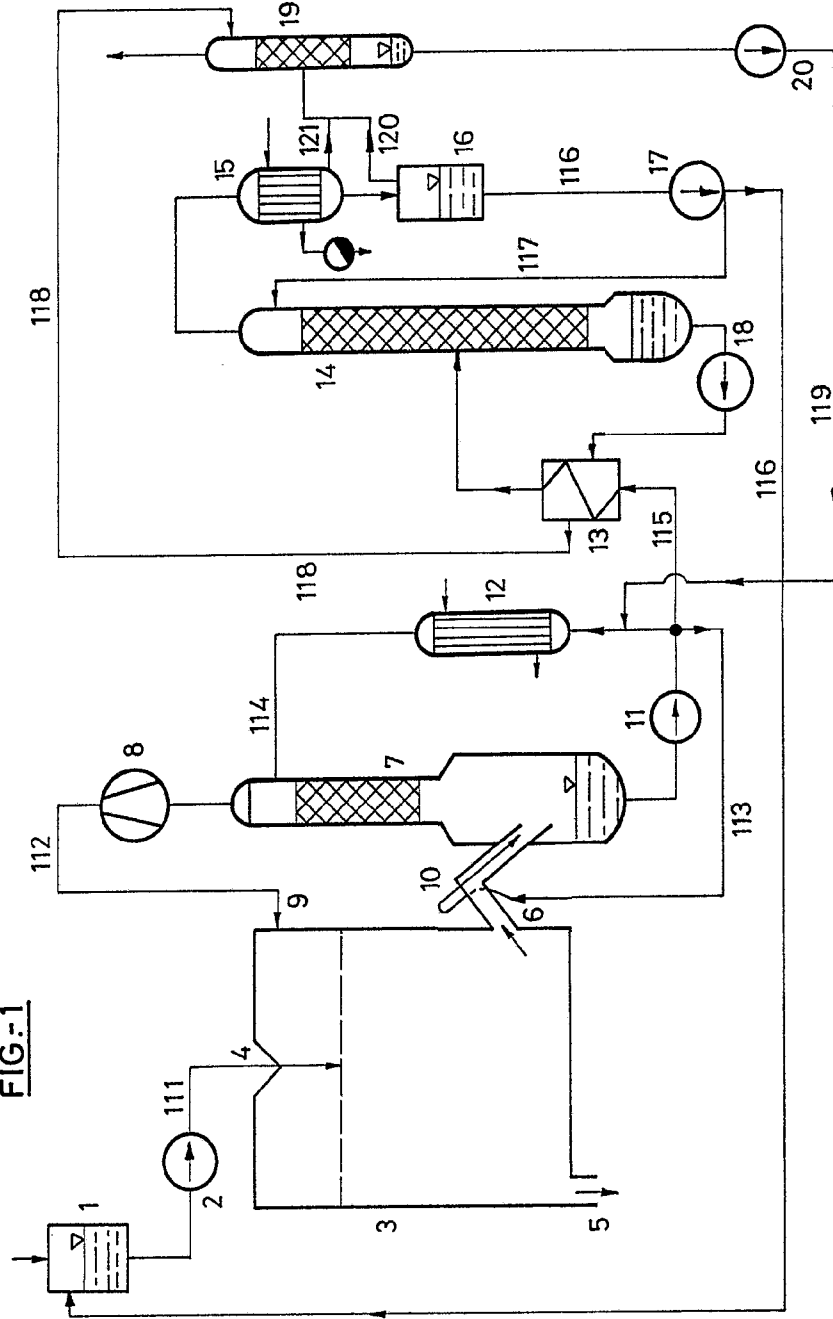
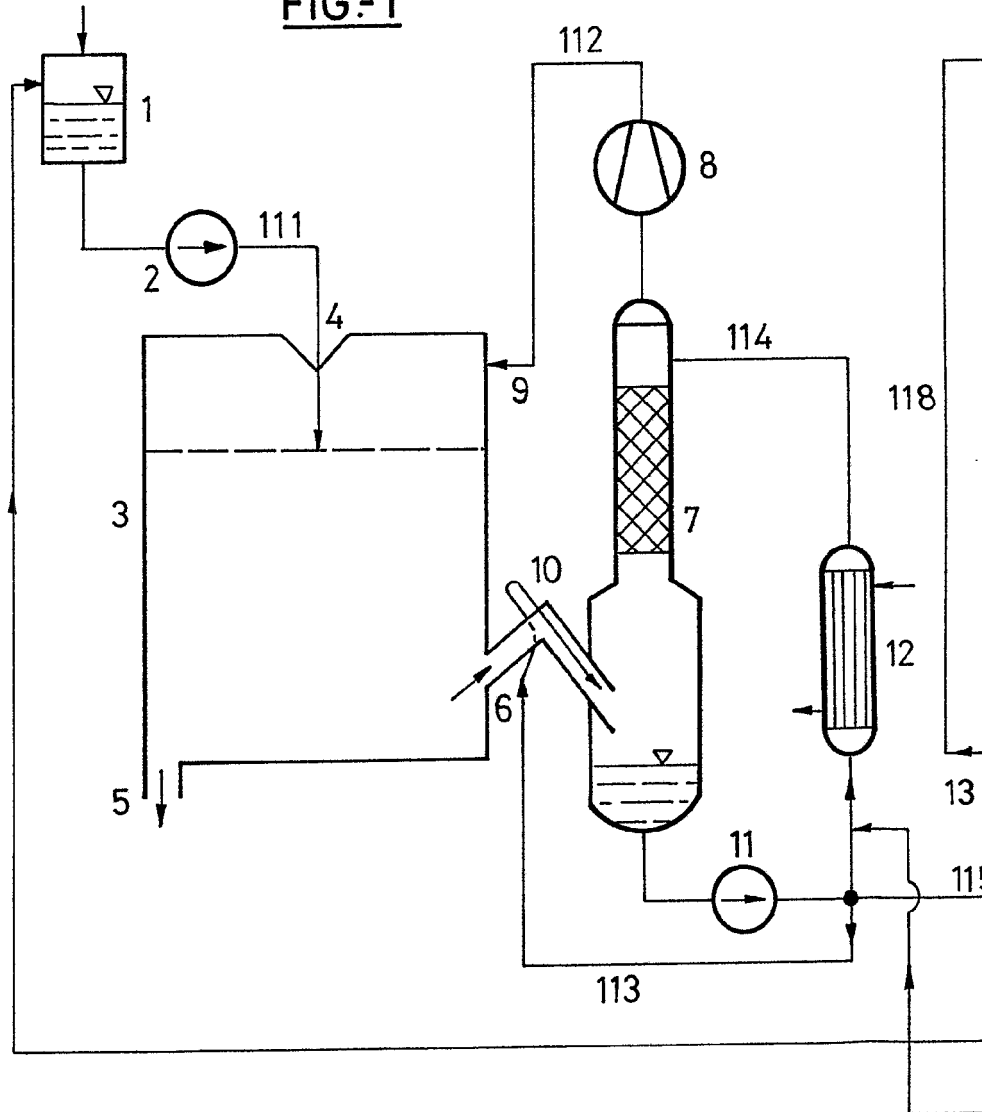
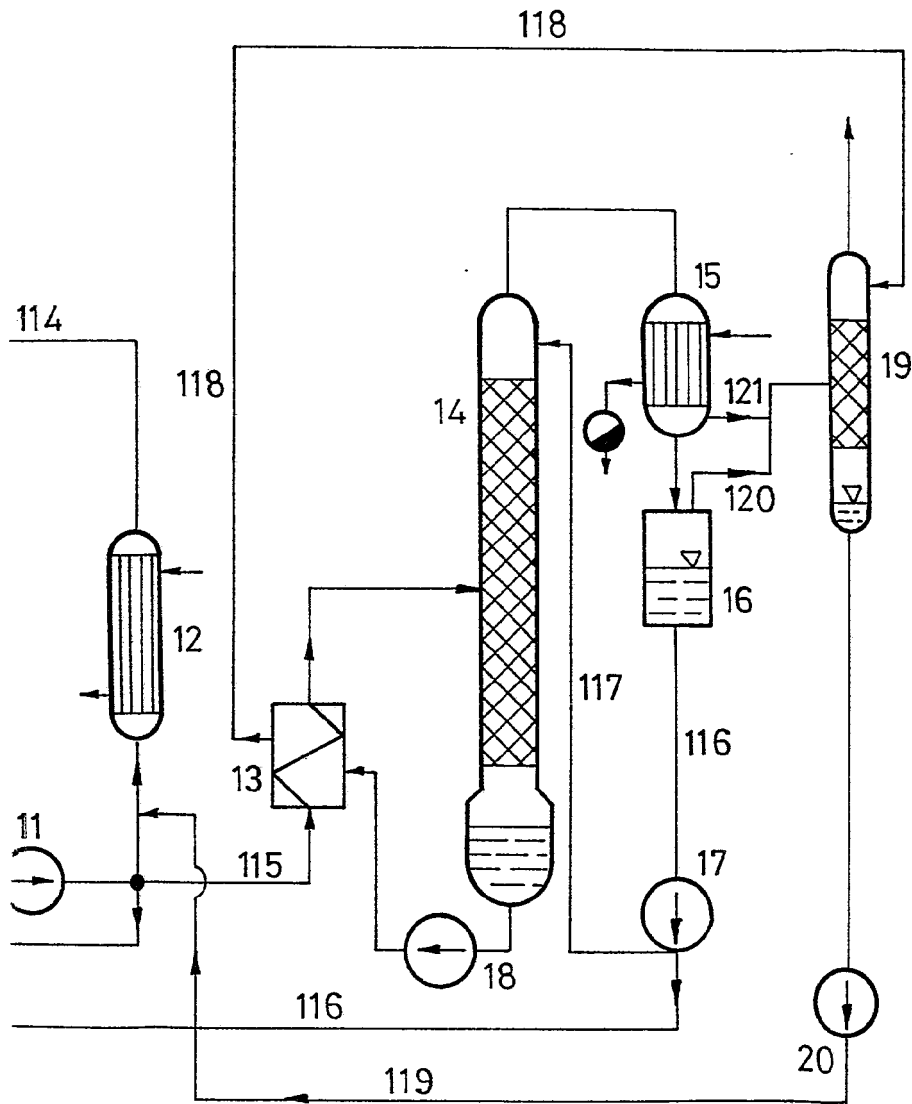


FIG:-1





Oscar de Elzoburu
Por hacer

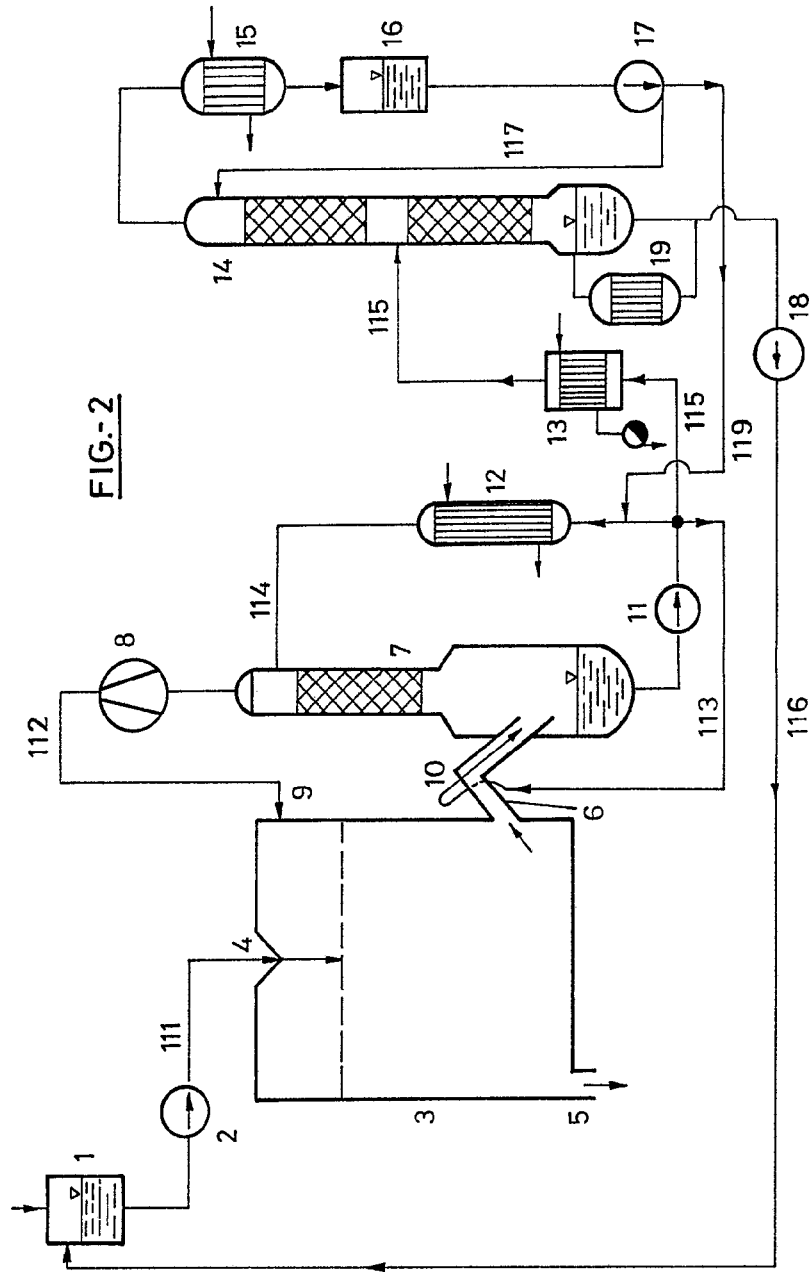


FIG-2

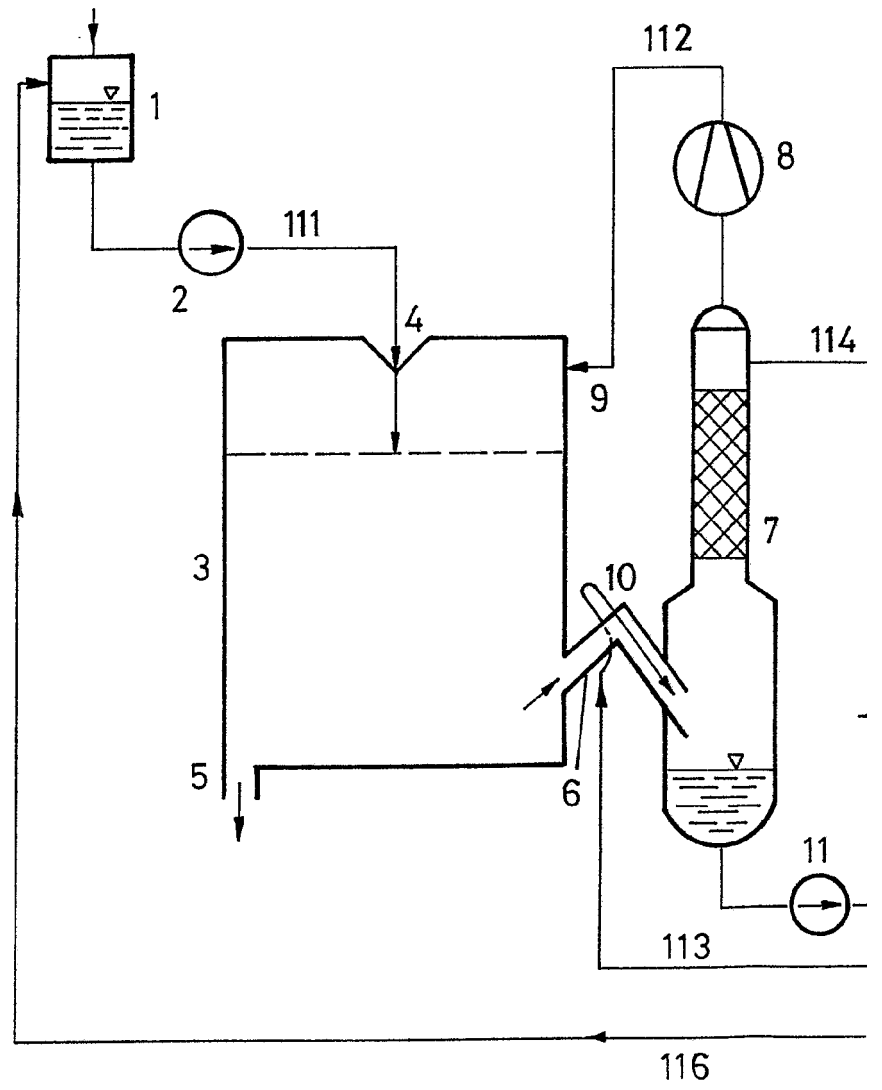
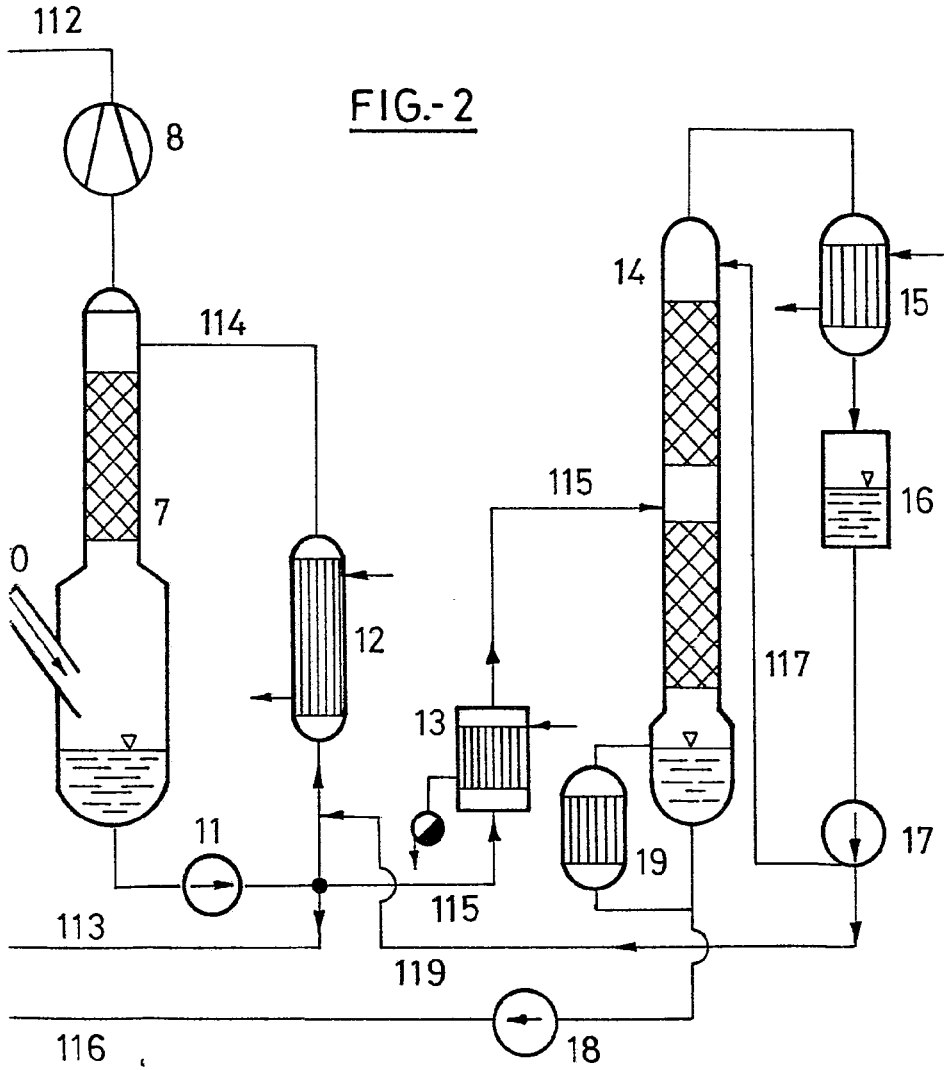


FIG.-2



Oscar de Elizaburu

Pat. Mod.