

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la memoria adjunta.

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	48 10 19		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			26 JUN 1979		

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO P 28 43 380.9-44		32 FECHA 5.10.78	33 PAIS Rep.Fed.A1.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C02D 251/28	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA	
54 TITULO DE LA INVENCION "PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA OBTENCION DE CLORURO DE CIANURO LO EN FORMA SOLIDA O LIQUIDA"			
71 SOLICITANTE (S) DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS ROESSLER			
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt (Main), República Federal Alemana			
72 INVENTOR (ES) Dr. Ralf Goedecke, Martin Liebert, Dr. Wolfgang Nischk, Dr. Wolfgang Plötz y Kurt Puschner			
73 TITULAR (ES)			
74 REPRESENTANTE D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 72.152)			

1 Como es sabido, el cloruro de cianurilo, que se
obtiene por trimerización de cloruro de cianógeno con ayu-
da de catalizadores, sobre todo de carbón activo, es un
5 producto intermedio muy interesante para diferentes secto-
res industriales, tales como la preparación de colorantes
y de productos para la industria textil, así como para
productos farmacéuticos, productos para la agricultura,
y también para los de las industrias de materiales sinté-
ticos, caucho y explosivos.

10 Como es sabido, el cloruro de cianurilo resulta
de la trimerización en forma gaseosa, conjuntamente con
cloruro de cianógeno no reaccionado y con cloro, así como
con productos secundarios.

15 Desde hace largo tiempo era habitual transformar
esta mezcla gaseosa de reacción directamente en cloruro
de cianurilo sólido, por ejemplo por introducción de la
mezcla gaseosa en recintos enfriados desde el exterior
(véase "Ullmann", Enzyklopädie der technischen Chemie, 3ª
edición, 1954, tomo 5, páginas 624 y 625, y 4ª edición,
20 1975, tomo 9, página 652). O por introducción en un moli-
no de bolas refrigerado con agua, según el procedimiento
de la memoria de patente de los Estados Unidos 3.256.070.

25 El cloruro de cianurilo sólido resulta por lo
general en forma de polvo, y hasta ahora es transformado
predominantemente en esta forma.

 Sin embargo un inconveniente del cloruro de cia-
nurilo sólido es su manipulación, con frecuencia nada sen-
cilla.

30 Para su envasado y almacenamiento, como también
para su transformación posterior, eran necesarias medidas

1 de precaución.

Además de ello la separación en forma sólida es-
5 taba también unida con ciertas dificultades técnicas, pues
to que el cloruro de cianurilo se depositaba en parte en
forma de cristales gruesos en las paredes y elementos de
inserción de los recipientes de separación y equipos de
descarga.

Estos cristales gruesos tenían que ser precipi-
tados mecánicamente, y conducían entonces a un claro em-
10 peoramiento de la calidad del producto final.

Para evitar la separación de cristales gruesos,
se rociaban a través de boquillas líquidos inertes de re-
frigeración en la separación de cloruro de cianurilo sólido,
véase memoria de patente alemana 1.266.308.

15 No obstante, en tal caso aparecían incrustaciones
en las boquillas, y por consiguiente obstrucciones.

Por razones de higiene de trabajo y de protec-
ción del medio ambiente, así como también con la aparición
de procedimientos cada vez más automatizados, era neces-
20 ario obtener cloruro de cianurilo en una forma más fácil
de manipular y de tratar.

Para ello se ofreció cloruro de cianurilo en
forma líquida o disuelta. Sin embargo la presencia de
cloruro de cianurilo en forma disuelta requiere un gasto
25 bastante grande para la preparación y recuperación del di-
solvente.

Además surgieron problemas de gases de escape,
que complicaban adicionalmente el procedimiento, véase
memoria de patente de los Estados Unidos 3.539.565.

30 También el disolvente empleado tenía que elegir-

1 - se en cada caso según el sector de elaboración posterior,
y la solubilidad del cloruro de cianurilo en los distintos
disolventes es muy diferente.

5 Además son conocidos procedimientos que licúan
el cloruro de cianurilo gaseoso con ayuda de un líquido
auxiliar.

Estos líquidos auxiliares - tales como por ejem-
plo oxiclورو de fósforo - deben impedir la salida de clo-
ruro de cianurilo fuera de la columna de fraccionamiento.

10 Sin embargo el empleo de uno de tales líquidos
auxiliares requiere un costoso sistema de aparatos para el
tratamiento y la recirculación del líquido auxiliar emplea-
do, así como para la purificación del gas de escape.

15 Además de ello se ha demostrado que irrupciones
ocasionales del líquido auxiliar en la fase líquida de
cloruro de cianurilo conducían a considerables mermas de
calidad.

20 A pesar de ello, por razones de la importancia
creciente del cloruro de cianurilo líquido y de la eleva-
da proporción en el mercado del cloruro de cianurilo en
forma de polvo sería deseable que existiera un procedimien-
to según el cual se pudieran obtener ambas fases en el mis-
mo sistema de aparatos y de un modo sencillo.

25 Es misión de la invención, por consiguiente, la
creación de un procedimiento de preparación de cloruro de
cianurilo, con el que pueda ser obtenido cloruro de cianu-
rilo en forma predominantemente líquida o sólida, a elec-
ción.

30 Se ha encontrado ahora que se puede obtener clo-
ruro de cianurilo continuamente en forma sólida y líquida,

1 a partir de la mezcla gaseosa de reacción resultante de la
trimerización de cloruro de cianógeno, si la mezcla gaseo-
sa de reacción se introduce en una combinación de aparatos,
5 consistente esencialmente en una columna de extracción y un condensador conectado a continuación de ella,
de preferencia un condensador de cabezas, preferentemente
por encima de la columna de extracción, y se mantiene el
colector de la columna de extracción a la temperatura de
ebullición del cloruro de cianurilo, después de lo cual se
10 enfría el cloruro de cianurilo contenido en la mezcla gaseosa de reacción a la salida del condensador a una temperatura en el margen desde 146 hasta 190°C, y para la obtención de cloruro de cianurilo en forma líquida, el cloruro de cianurilo líquido se retira como tal en el extremo inferior de la columna de extracción y/o se introduce, directamente,
15 o eventualmente después de un almacenamiento intermedio, en una torre de rociado y se rocía en ella, después de lo cual se retira el cloruro de cianurilo sólido, en forma de granos finos, en el fondo de la torre de rociado.

20 Por regulación de la temperatura a la salida del condensador se puede ajustar la cantidad del cloruro de cianurilo a separar en forma líquida respecto a la cantidad de cloruro de cianurilo que sale por la cabeza con el gas residual.

25 Cuanto más baja es esta temperatura, tanto menores cantidades de cloruro de cianurilo son eliminadas con el gas residual.

Este gas residual puede ser destruido o tratado de modo conocido, por ejemplo por desublimación.

30 Como es sabido, las cantidades de cloruro de cianurilo

1 nógeno no trimerizado, así como de cloro y de componentes
de gas inerte en el gas residual, dependen de la naturale-
za y calidad del catalizador, y por consiguiente de las
condiciones que predominan en la parte de trimerización
5 de cloruro de cianógeno.

Como columna de extracción sirven las columnas
de destilación habituales.

10 Como condensadores se emplean intercambiadores
de calor conocidos, de preferencia intercambiadores de ca-
lor con haces tubulares. Estos condensadores pueden estar
dispuestos o bien conectados a continuación de la columna
de extracción o - como ya se ha dicho - preferentemente co-
mo condensadores de cabezas.

15 La eliminación del calor se realiza preferente-
mente mediante medios conocidos de transmisión de calor.

20 Ciertamente es posible introducir la mezcla ga-
seosa de reacción directamente en la columna de extracción,
pero se ha manifestado como energéticamente favorable con-
ducir el gas de reacción en la combinación de aparatos por
encima de la columna de extracción. Especialmente favora-
ble es la instalación de un elemento intermedio en la com-
binación de aparatos, a saber entre la introducción del
gas por encima de la columna de extracción y el condensa-
dor.

25 En este elemento intermedio la mezcla gaseosa de
reacción a condensar experimenta un enfriamiento interme-
dio, antes de que entre en el condensador.

30 Como torre de rociado y como cámara de separación
pueden ser empleados aparatos habituales con refrigeración
por aire o por líquidos.

1 Como órgano de rociado de la torre de rociado
sirven todos los sistemas de aparatos adecuados para ello,
tales como platos de rociado, boquillas de una y dos sus-
tancias de diferentes tipos constructivos, que pueden ba-
5 sarse en principios de atomización de diferentes tipos.

 El progreso técnico del procedimiento según la
invención consiste por una parte - como ya se ha dicho -
en la flexibilidad del procedimiento, con el que se pue-
den obtener porciones líquidas y sólidas de cloruro de cia-
10 nurilo a partir de la mezcla gaseosa de reacción, a conti-
nuación de la trimerización de cloruro de cianógeno.

 Por otra parte, el procedimiento, realizable de
modo técnicamente fácil, requiere sólo pocas etapas de pro-
cedimiento, puesto que el procedimiento se contenta sin
15 sustancias químicas auxiliares adicionales.

 Además de ello los productos finales se destacan
por gran pureza - y en lo que al producto sólido se refie-
re - por una granulometría especialmente fina e incluso
por una mejorada capacidad de fluir.

20 El cloruro de cianurilo líquido se obtiene ade-
más preferentemente exento de cloro y de cloruro de cianó-
geno, por ejemplo por expulsión de los gases disueltos des-
de el cloruro de cianurilo licuado.

25 Además, el procedimiento trabaja sin contamina-
ción del medio ambiente, puesto que los componentes perju-
diciales contenidos en los gases residuales, tales como
por ejemplo cloro y cloruro de cianógeno, pueden ser eli-
minados por procesos habituales de lavado y eventualmente
pueden ser devueltos de nuevo a la preparación de cloruro
30 de cianógeno.

1 El procedimiento según la invención se explica más detalladamente con ayuda de la figura 1 y del ejemplo.

5 En la figura 1, a través de la conducción tubular 1 la mezcla de reacción gaseosa sobrecalentada, que se compone de vapor de cloruro de cianurilo y del gas residual a base de cloro, cloruro de cianógeno y gases inertes, y que sale del reactor de trimerización no mostrado aquí, es conducida a la combinación de aparatos 2.

10 La combinación de aparatos consta de la columna de extracción 2 b y del condensador de cabezas 2 c. Eventualmente por intercalación del elemento intermedio 2 a puede realizarse el enfriamiento de la mezcla de vapores a la temperatura del vapor saturado, evaporándose de nuevo una parte del condensado de cloruro de cianurilo que sale del condensador.

15 Sin elemento intermedio 2 a, la mezcla de vapores es introducida directamente por debajo del condensador 2 c y allí es enfriada.

20 Una parte de la mezcla de vapores de cloruro de cianurilo que entra en la combinación de aparatos 2 es licuada en el condensador 2 c, la porción restante es sacada del sistema conjuntamente con los gases no condensados, y eventualmente es liberada de cloruro de cianurilo en una cámara de separación (no mostrada).

25 La proporción de cloruro de cianurilo condensado al que permanece en forma gaseosa se ajusta con ayuda del sistema 3 de medición y regulación de la temperatura a la salida del condensador 2 c.

30 En la parte de extracción de la columna de extracción 2 b se eliminan los gases residuales disueltos en el

1 cloruro de cianurilo licuado, sobre todo cloro y cloruro
de cianógeno.

5 Para ello es necesaria una temperatura de colas
que sea superior o igual a la temperatura de ebullición
del cloruro de cianurilo líquido a la correspondiente pre-
sión de la columna, y que se conserva con ayuda del evapo-
rador 9.

10 La masa fundida de cloruro de cianurilo, así pre-
parada, purificada de gases residuales, es introducida a
través de la conducción 10 al recipiente de reserva 11,
del que puede ser retirada a través de la conducción 11 a.

15 Si la masa fundida de cloruro de cianurilo ha
de ser transformada a la forma sólida, puede ser introdu-
cida tanto directamente a través de la conducción 12 como
desde el recipiente de reserva 11 y la conducción 15, me-
diante la bomba 13 a la torre de rociado 14, y allí puede
ser rociado y extraído a través de la conducción 14 a como
producto sólido rociado.

20 Todas las partes de los aparatos y las conduccio-
nes que contienen o conducen masas fundidas de cloruro de
cianurilo han de ser calentadas a temperaturas superiores
al punto de fusión del cloruro de cianurilo.

Ejemplo 1

25 Se introduce por hora una mezcla de 981 kg de
vapor de cloruro de cianurilo y 70 kg de gas residual (N_2 ,
 Cl_2 , $ClCN$, CO_2) en la columna de extracción 2 b. La pre-
sión de la mezcla es de 794 torr y su temperatura 225°C.

30 Después del enfriamiento a la temperatura de va-
por saturado de 191°C en el elemento intermedio 2 a, la
mezcla es enfriada a 150°C en el condensador 2 c. Para la

1 - separación de los gases residuales disueltos en el cloruro de cianurilo licuado se conduce en contracorriente respecto de la corriente de líquido que desciende en la columna una corriente de vapor de cloruro de cianurilo de 196 kg/h
5 procedente del colector.

En el colector de la columna resultan 891 kg/h de masa fundida de cloruro de cianurilo prácticamente puro. Esta masa fundida es rociada en una torre de rociado con una boquilla de dos sustancias, obteniéndose de este modo la siguiente distribución granulométrica:

10

< 50 μm	93,7 % en peso
50 - 71 μm	4,1 % en peso
72 - 100 μm	2,0 % en peso
> 100 μm	0,2 % en peso

15

El gas residual saturado con cloruro de cianurilo, a 150°C, sale del condensador de cabezas 2 c a través de la conducción 4.

1

REIVINDICACIONES

5

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

10

15

20

25

1ª.- Procedimiento mejorado para la obtención de cloruro de cianurilo en forma sólida o líquida, a partir de la mezcla de reacción que resulta de la trimerización de cloruro de cianógeno, caracterizado porque la mezcla gaseosa de reacción es introducida en una combinación de aparatos, consistente esencialmente en una columna de extracción y un condensador conectado detrás de ella, de preferencia un condensador de cabezas, preferentemente por encima de la columna de extracción, y se mantiene el colector de la columna de extracción a la temperatura de ebullición del cloruro de cianurilo, después de lo cual se enfría el cloruro de cianurilo contenido en la mezcla gaseosa de reacción a la salida del condensador a una temperatura en el margen desde 146 hasta 190°C, y para la obtención de cloruro de cianurilo en forma líquida, el cloruro de cianurilo líquido se retira como tal en el extremo inferior de la columna de extracción y/o se introduce directamente, o eventualmente después de un almacenamiento intermedio, en una torre de rociado y se rocía en ella, después de lo cual se retira el cloruro de cianurilo sólido, en forma de granos finos, en el fondo de la torre de rociado.

30

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,

18069

mle

1 - caracterizado porque el cloruro de cianurilo resultante en forma líquida es liberado de cloro y de cloruro de cianógeno disueltos en la columna de extracción a continuación de la condensación.

5 3a.- "PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA OBTENCION DE CLORURO DE CIANURILO EN FORMA SOLIDA O LIQUIDA".

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.

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

Madrid, 26. JUN. 1979

P.A.

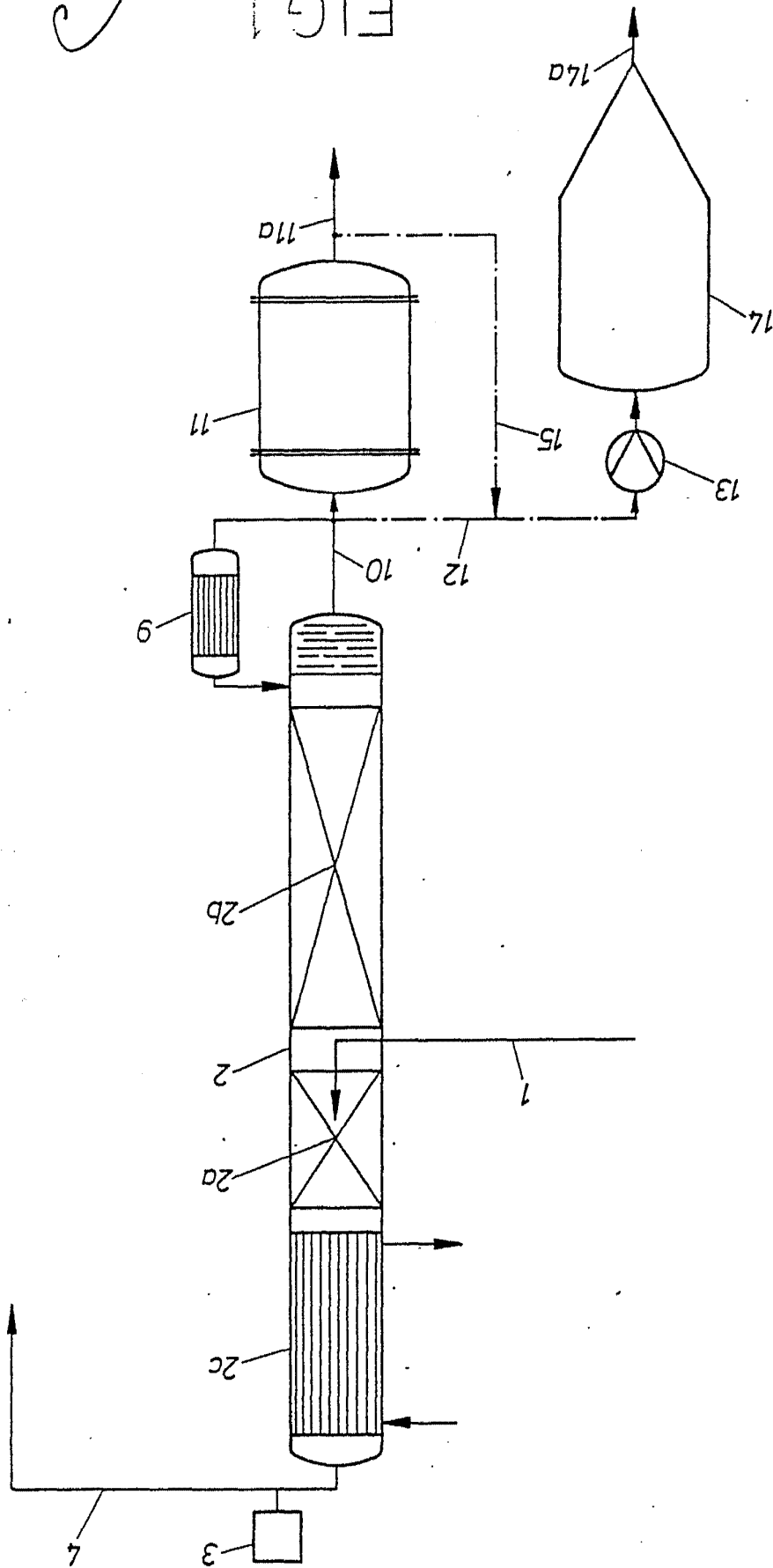
Alberto de Elizaburu
Por Poderes

JAC

mfe

Alberto de Eizaburu
 Por Poder

FIG 1



I/I