



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	19	AI
		21	483.872		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			4-9-79		

**PATENTE DE INVENCION**

20	PRIORIDADES	22	FECHA	23	PAIS
31	NUMERO				
	P 28502434-44		20-11-78		R.F.A.

27	FECHA DE PUBLICIDAD	31	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07D251/28		

24	TITULO DE LA INVENCION
	"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SUSPENSIONES O SOLUCIONES DE CLORURO DE CIANURILO".

31	SOLICITANTE (ES)	(PAR/EL
	DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT	78 193 CY)
	VORMALS ROESSLER	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt (Main), R.F.A.

72	INVENTOR (ES)
	Klaus Hentschel, Friedrich Bittner y Gerd Schreyer

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P-72.363)

MCA/

1                    Como es sabido, el cloruro de cianurilo, que se  
obtiene por trimerización de cloruro de cianógeno con ayuda  
de catalizadores, sobre todo de carbón activo, es un produc-  
to intermedio muy interesante para diferentes sectores in-  
5                    dustriales, tales como la preparación de colorantes y pro-  
ductos para la industria textil, así como para productos  
farmacéuticos, productos para la agricultura, y también pa-  
ra las industrias de materiales sintéticos, caucho y explo-  
sivos.

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

15                   Desde hace largo tiempo era habitual transformar  
directamente esta mezcla gaseosa de reacción en cloruro de  
cianurilo sólido, por ejemplo por introducción de la mezcla  
gaseosa en recintos enfriados desde el exterior (véase "ULL-  
mann", Enzyklopädie der technischen Chemie, 3ª edición, 1954,  
tomo 5, páginas 624 y 625, y 4ª edición, 1975, tomo 9, pá-  
20                   gina 652). O por introducción en un molino de bolas enfria-  
do con agua, según la memoria de patente de los Estados Uni-  
dos 3 256 070.

25                   El cloruro de cianurilo sólido resulta por lo ge-  
neral en forma de polvo, y hasta ahora es tratado posterior-  
mente en su mayor parte en esta forma.

                    Para la elevación de su velocidad de reacción en  
el tratamiento posterior es deseable tener presente el clo-  
ruro de cianurilo en forma finamente dividida o en forma  
disuelta.

30                   Para ello son conocidos una serie de procedimien-

1 tos, en los que el cloruro de cianurilo en forma sólida es  
incorporado en disolventes orgánicos (DE-AS 1 964 619), en  
agua (DE-OS 1 545 840) o en sistemas orgánico-acuosos in-  
5 tensamente enfriados (DE-AS 1 695 117), después de lo cual  
las soluciones o suspensiones de cloruro de cianurilo así  
obtenidas son hechas reaccionar lo más pronto posible des-  
pués de su preparación.

Sin embargo, en el caso de la preparación de sus-  
pensiones de cloruro de cianurilo sólido en disolventes pu-  
10 ramente orgánicos resultan suspensiones de grano relativa-  
mente grueso, cuyo tratamiento posterior conducía a dificult-  
tades. Las soluciones de cloruro de cianurilo en los disol-  
ventes orgánicos se presentan por lo general siempre con ba-  
jas concentraciones; en el caso de mayores concentraciones  
15 se forman, por el contrario, suspensiones de cloruro de cianurilo.

Objeto de la invención es un procedimiento para  
la preparación de suspensiones de grano fino o soluciones  
de cloruro de cianurilo en disolventes puramente orgánicos.

20 Se ha encontrado ahora que se pueden obtener sus-  
pensiones o soluciones de cloruro de cianurilo, con evita-  
ción o con una disminución muy grande de la hidrólisis de  
cloruro de cianurilo, por puesta en contacto de cloruro de  
cianurilo líquido y disolvente orgánico con ayuda de una bo-  
25 quilla, si se incorpora cloruro de cianurilo líquido, que  
preferentemente está libre de cloro y de cloruro de cianó-  
geno, a temperaturas en su margen de fusión, eventualmente  
en presencia de un gas inerte, por rociado en un recipiente  
de forma tubular a través de una boquilla, de preferencia  
30 una boquilla rociadora, que se encuentra en la cabeza de di-

1 cho recipiente, estando este recipiente de forma tubular ce-  
rrado, o siendo cerrable, en su parte superior, y estrechán-  
dose en forma de pecho en su parte inferior hacia un orifi-  
cio de salida, y en el que el disolvente orgánico sale a  
5 través de una o preferentemente varias boquillas, de prefe-  
rencia boquillas de chorro plano, que se encuentran por en-  
cima del estrechamiento y que consisten en uno o varios ór-  
ganos rociadores dispuestos tangencialmente en una o varias  
filas, que están orientados ligeramente hacia arriba en di-  
10 rección al cierre superior o a la boquilla que se encuentra  
en la parte superior, y forma una capa de líquido a lo lar-  
go de la totalidad de las paredes de la cámara hasta la bo-  
quilla para el cloruro de cianurilo - siendo el espesor de  
esta capa junto al estrechamiento en forma de pecho mayor  
15 que en las demás paredes de la cámara - y en la que pene-  
tra el cloruro de cianurilo rociado.

Preferentemente el cloruro de cianurilo líquido  
es introducido en la boquilla a través de una conducción  
calentada.

20 Por el empleo del dispositivo descrito es posible  
distribuir el disolvente orgánico en las paredes de la cá-  
mara de modo que la capa de líquido en el estrechamiento en  
forma de pecho sea de mayor espesor que en las demás pare-  
des de la cámara.

25 Con la expresión "estrechamiento en forma de pe-  
cho", empleada en la técnica del vidrio, se piensa en un es-  
trechamiento que no discurre con pendiente, sino en una cur-  
va en S aplanada, partiendo de la pared del recipiente de  
forma tubular hacia el orificio de salida. Estrechamientos  
30 correspondientes se presentan también en botellas de vino

1     tinto como transición desde la botella propiamente dicha a  
su cuello.

5             De preferencia el estrechamiento puede empezar en  
el recipiente de forma tubular siempre allí donde aproxima-  
damente 50 % de las partículas rociadas inciden sobre la  
capa de líquido formada junto a la pared. De preferencia  
éste es el caso en el tercio inferior del recipiente de for-  
ma tubular.

10            La magnitud del diámetro del orificio de salida  
no es de por sí crítica. Naturalmente depende de la visco-  
sidad de los medios salientes, y ha de tener un tamaño mí-  
nimo tal que pueda entrar aire.

15            Preferentemente el orificio de salida es transfe-  
rido a un tubo de salida, que posee un diámetro cualquiera,  
pero de preferencia un diámetro igual o mayor que el del  
orificio de salida.

20            La boquilla o boquillas para los disolventes or-  
gánicos pueden ciertamente estar dispuestas en cualquier  
lugar del recipiente de forma tubular por encima del estre-  
chamiento, pero de preferencia se encuentran en la zona di-  
rectamente por encima del estrechamiento en forma de pecho.

25            Para los órganos rociadores dispuestos tangencial-  
mente entran en consideración tubitos o boquillas, así co-  
mo también orificios en las paredes de la cámara, o - en el  
caso de la presencia de un anillo de aportación - en las pa-  
redes de la cámara de éste.

Preferentemente se emplean tubitos.

30            El recipiente de forma tubular descrito tiene la  
gran ventaja de que puede ser hecho funcionar no sólo a la  
presión atmosférica, sino también con depresión. Así, se

1 pueden ajustar sin más depresiones que van desde la presión atmosférica hasta 0,01 bares.

5 En el caso de depresión se evapora una parte del disolvente, con lo que resulta un enfriamiento de la solución o suspensión resultante. De este modo la temperatura de la mezcla se puede mantener fácilmente a un nivel bajo, lo que es muy esencial para una realización continua.

Hasta ahora no era posible de este modo el ajuste de la temperatura de mezcla.

10 Por disolventes orgánicos se entienden aquéllos con menos de 0,1 % en peso de agua, es decir, pueden ser empleados también disolventes completamente anhidros.

Disolventes adecuados son:

15 alcanos con 3 a 17 átomos de carbono, de cadena recta o ramificada, cicloalcanos, tales como ciclopentano, ciclohexano; además decalina, benceno, tolueno, xileno, etilbenceno, cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, mono-, di-, tri- y tetra-cloroetileno, tricloroetano, cloro-  
20 fluorocicloalcanos, tales como triclorotrifluoroetano, clorobencenos, clorofluorobencenos, tales como trifluoruro de meta-clorobenceno; además cetonas, tales como acetona, metiletiletetona, dietiletetona, metilisobutiletetona, ciclohexanona, etc., ésteres, tal como acetato de etilo, o éteres, tales como dietiléter, diisopropiléter, dioxano, o alcoholes, tales como alcohol isopropílico.

Especialmente preferidos son dioxano, benceno, tolueno, cloruro de metileno. Es también posible emplear gases licuados bajo presión.

30 Es también posible preparar suspensiones de cloruro de cianurilo en mezclas de los disolventes mencionados.

Los disolventes mencionados se emplean a temperatura ambiente o a temperaturas más bajas, hasta poco antes del punto de solidificación.

5 Las temperaturas de mezcla que resultan según el procedimiento según la invención son por lo general de 10 a 15°C.

10 Las temperaturas de mezcla dependen de las proporciones de mezcla " disolvente-masa fundida de cloruro de cianurilo ", que por lo general son de 6 : 1 hasta 1 : 1, y de la depresión que eventualmente se haya de aplicar.

15 Un dispositivo adecuado para la obtención de las suspensiones o soluciones de cloruro de cianurilo mencionadas se describe en la solicitud de patente española número 483.868 que es hecho funcionar del modo siguiente.

20 El cloruro de cianurilo líquido es introducido - véase figura 1 - a la conducción de alimentación 1 a través de una disposición de calefacción coaxial 2, a través de una boquilla de una o de dos sustancias 3, en la cámara de mezclado 5, es decir, en el recipiente de forma tubular 5.

Los disolventes a poner en contacto con el mate

1 rial a rociar llegan por conducciones de aportación separadas 7 a un anillo de distribución con diferentes segmentos 9 de cámara, véase también figura 2.

5 Desde estos segmentos de cámara los disolventes son inyectados tangencialmente en la cámara de mezclado 5, a través de órganos rociadores orientados ligeramente hacia arriba.

10 En el caso de empleo de sólo una conducción de aportación y de sólo, por ejemplo, un orificio en la cámara de mezclado 5, la conducción de aportación 7 desemboca directamente en el orificio 8, y se suprime la cámara de segmentos 9.

15 El chorro de disolvente posee, junto a la componente en dirección periférica, una componente de velocidad en dirección axial. De este modo el líquido llega junto a la pared de la cámara 5. Allí forma una capa 4 de líquido.

20 Si a través de las conducciones de aportación 7, 8 y 9 se introducen disolventes de diversos tipos en la cámara de mezclado 5, aparece aquí un mezclado intenso de estos líquidos introducidos, cuya intensidad puede ser aumentada aún más por introducción de un gas o de vapores de disolventes a través de los órganos rociadores 8.

25 En la capa de líquido 4 se rocía el cloruro de cianurilo que sale de la boquilla 3. El ángulo de rociado para el cloruro de cianurilo atomizado desde la boquilla 3 puede estar entre 15 y 150°, de preferencia entre 15 y 120°.

30 La forma de rociado varía desde un cono hueco o macizo hasta una niebla desordenada, según el tipo de boquilla.

1 Al incidir las particulitas rociadas 6 el cloruro  
de cianurilo atomizado solidifica y/o se disuelve en la ca-  
pa de líquido. La energía incorporada es cedida a la capa  
de líquido, independientemente de la presión en el reci-  
5 piente de forma tubular.

La mezcla saliente, que abandona el recipiente de  
forma tubular 5 por el orificio de salida 12, llega al re-  
cipiente 14, que está conectado directamente o a través de  
la conducción 13 con la abertura de salida 12 del recipien-  
te 5 - eventualmente de modo desmontable -.

De este modo es posible ajustar una presión cual-  
quiera, es decir una depresión o sobrepresión cualquiera,  
en el recipiente de forma tubular 5 y en el recipiente 14,  
por medio de dispositivos conocidos, que están unidos con  
15 el recipiente 14 a través de la conducción 16, véase figu-  
ra 3. (Los dispositivos conocidos para el ajuste de la  
presión no están mostrados, sin embargo, en la figura 3).

La mezcla es retirada por la salida 15. Sin em-  
bargo el recipiente 14 puede servir eventualmente también  
20 como recipiente de reacción para un tratamiento o reacción  
ulterior.

No obstante también es posible aplicar depresión  
o sobrepresión directamente en la conducción de salida 13  
por medio de los dispositivos conocidos, y evacuar de modo  
25 conocido la mezcla saliente desde la conducción 13, con re-  
nuncia a un intercalamiento del recipiente 14.

Los dispositivos 5 y 14 mostrados en las figuras  
1 y 3, y eventualmente también la conducción 13, pueden ser  
calentados o enfriados de modo conocido, según los requisi-  
tos, véase por ejemplo Ullmann Enzyklopädie der technischen  
30

1 Chemie, tomo 1, 3ª edición, 1951, páginas 743 y siguientes y 769 y siguientes.

5 Asimismo como materiales de construcción entran en consideración los materiales conocidos para ello, loc. cit.

10 El volumen del recipiente de forma tubular 5 es determinado por las propiedades de los líquidos empleados, debiendo mantenerse lo más corto posible el camino de las particulitas rociadas 6 hasta la incidencia sobre la capa 4 de líquido.

De este modo es posible realizar caudales relativamente grandes en un recipiente de forma tubular, muy pequeño, por ejemplo el volumen en el ejemplo 1 es de aproximadamente 1,2 litros.

15 Por ajuste de una presión determinada, tal como por ejemplo una depresión, en el recipiente de forma tubular 5, se puede evacuar la energía térmica del cloruro de cianurilo rociado, en contacto con la capa de líquido.

20 La suspensión o solución producida de cloruro de cianurilo en el disolvente correspondiente obtenida abandona la cámara de mezclado por la salida 12.

25 Para la mejor conformación de la capa de líquido, los órganos rociadores 8 están orientados ligeramente hacia arriba, tangencialmente a la pared de la cámara. El ángulo exacto de inclinación se ajusta en función del disolvente, de modo que la capa de líquido alcance justamente la boquilla, pero sin tocarla.

30 Por el estrechamiento en forma de pecho y la capa de líquido de mayor espesor conseguida de este modo en este lugar de la pared, se logra que - a pesar del orifi-

1 -cio de salida - las demás paredes de la cámara estén siempre cubiertas con una capa uniforme, es decir ininterrumpida, del disolvente. De este modo se garantiza una elevada velocidad de mezclado.

5 El cono de rociado del cloruro de cianurilo líquido está designado con la cifra 6.

El número de las conducciones de aportación 7 depende del caso pertinente: Así, en el caso de introducción de una sola sustancia, es suficiente una conducción de aportación; sin embargo, para la mejor distribución de esta sustancia, pueden también manifestarse como favorables varias conducciones de aportación, véase por ejemplo figura 2; incluso en el caso de emplearse varios componentes, que también pueden ser introducidos simultáneamente como mezcla, es adecuado el anillo de distribución descrito a título de ejemplo en la figura 2.

15 El cloruro de cianurilo líquido se obtiene por procedimientos conocidos, por ejemplo según la memoria de patente alemana 2.332.636.

20 Preferentemente en el procedimiento según la invención se emplea un cloruro de cianurilo líquido, cuya temperatura es de 170°C y que está libre de cloro y de cloruro de cianógeno. Para liberar de cloro y de cloruro de cianógeno son adecuados procedimientos conocidos, tales como por ejemplo una desflegmatización.

25 El progreso técnico del procedimiento según la invención consiste en que la suspensión de cloruro de cianurilo obtenida es de grano muy fino y se evita con seguridad cualquier formación de grumos - como la que puede resultar también haciendo simplemente afluir cloruro de cia-

30

1 nurilo líquido en disolventes orgánicos. De este modo ya  
no es posible el riesgo de un tiempo de reacción innecesaria-  
5 mente prolongado del cloruro de cianurilo en reacciones  
posteriores, que anteriormente podían conducir fácilmente  
a reacciones secundarias.

Sin embargo también es esencial que por primera  
vez se pueden preparar a elección, de modo continuo, solu-  
ciones o suspensiones de cloruro de cianurilo, a saber se-  
gún las necesidades de cada momento.

10 Incluso disolventes, que de por sí son anhidros,  
pero que por reacción con cloruro de cianurilo o por auto-  
condensación pueden desprender agua, tales como por ejemplo  
cetonas, alcoholes o ésteres, se pueden emplear para la pre-  
paración de soluciones o suspensiones del cloruro de cianu-  
15 rilo, puesto que sus tiempos de permanencia en el recipien-  
te de forma tubular, así como las temperaturas de prepara-  
ción, pueden ser mantenidos muy bajos.

Los ejemplos siguientes deben explicar más deta-  
lladamente el procedimiento según la invención.

20 Ejemplo 1:

A través de una conducción de aportación 1 calen-  
tada se introduce cloruro de cianurilo líquido a alrededor  
de 165°C en la boquilla 3 de una sustancia. La boquilla  
posee un ángulo de rociado de aproximadamente 90°. La pre-  
25 sión previa de la masa fundida es de 6,5 bares. A través  
de la boquilla 3 se rocían 320 kg/h de cloruro de cianuri-  
lo en la cámara de mezclado 5. La cámara de mezclado 5 po-  
see un diámetro de 100 mm y en ella reina una presión de  
aproximadamente 0,13 bares.

30 A través de cuatro conducciones de alimentación

1 7 diferentes llega tolueno (1070 l/h) a los segmentos 9 de cámara, y después de la salida por los ocho tubitos 8, forma una capa 4 de líquido en la cámara de mezclado 5.

5 La suspensión de cloruro de cianurilo y tolueno sale de la cámara de mezclado 5 por la tubería 12, con una concentración de cloruro de cianurilo de 25,7 %. El espectro granulométrico determinado fotográficamente manifestó que un 90 % de las partículas era  $< 10 \mu\text{m}$ .

Ejemplo 2:

10 A través de la conducción de aportación 1 calentada se introduce cloruro de cianurilo líquido a alrededor de  $170^{\circ}\text{C}$  en la boquilla 3 de una sustancia. Esta boquilla 3 posee un taladro de 2,6 mm y un ángulo de rociado de aproximadamente  $78^{\circ}$ . La presión previa del cloruro de cianurilo líquido es de 4,5 bares. A través de la boquilla 3 se rocían 340 kg/h de cloruro de cianurilo líquido en la cámara de mezclado 5. Esta cámara de mezclado 5 posee un diámetro de 100 mm, y la presión en la cámara de mezclado es de 0,13 bares.

20 A través de cuatro conducciones de aportación 7 diferentes llegan 1100 litros/hora de acetona a los segmentos 9 de cámara, y después de la salida por ocho tubitos 8, forman una capa de líquido 4 en la cámara de mezclado 5.

25 La suspensión de cloruro de cianurilo y acetona abandona la cámara de mezclado 5 por la tubería 12. La concentración de cloruro de cianurilo en la suspensión es de 28,4 % en peso; la temperatura de la suspensión saliente es  $14^{\circ}\text{C}$ .

30 El espectro granulométrico determinado fotográficamente no manifestó ninguna partícula mayor que  $100 \mu\text{m}$ .

1 Ejemplo 3:

5 A través de la conducción de aportación 1 calentada se introduce cloruro de cianurilo líquido a alrededor de 170°C en la boquilla 3 de una sustancia. La boquilla  
10 posee un taladro de 0,8 mm y un ángulo de rociado de aproximadamente 78°. La presión previa de la masa fundida es de 6 bares. A través de la boquilla se rocían 49 kg/h de cloruro de cianurilo en la cámara de mezclado 5. La cámara de mezclado 5 tiene un diámetro de 80 mm y en ella reina una presión de 4 bares.

A través de cuatro conducciones de aportación 7 opuestas llega, a través de ocho tubitos 8, n-butano líquido en una cantidad de 610 l/h, a la cámara de mezclado 5.

15 La mezcla saliente llega a un recipiente intermedio. Desde este recipiente intermedio es transportada a un recipiente de expansión, donde el n-butano se evapora a una presión de 0,1 bares. El cloruro de cianurilo en polvo remanente tiene una granulometría de más de 95 % < 100  $\mu\text{m}$ .

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 1ª.- Procedimiento para la preparación de suspensiones o soluciones de cloruro de cianurilo en disolventes orgánicos, por puesta en contacto de cloruro de cianurilo líquido con los disolventes orgánicos con ayuda de una boquilla, caracterizado porque se incorpora cloruro de cianurilo líquido, que preferentemente está libre de cloro y de cloruro de cianógeno, a temperaturas en su margen de fusión, 15 eventualmente en presencia de un gas inerte, por rociado en un recipiente de forma tubular a través de una boquilla, de preferencia una boquilla rociadora, que se encuentra en la cabeza de dicho recipiente, estando este recipiente de forma tubular cerrado, o siendo cerrable, en su parte superior, 20 y estrechándose en forma de pecho en su parte inferior hacia un orificio de salida, y en el que el disolvente orgánico sale a través de una o preferentemente varias boquillas, de preferencia boquillas de chorro plano, que se encuentran por encima del estrechamiento y que constan de uno 25 o varios órganos de rociado, dispuestos tangencialmente en una o varias filas, que están orientados ligeramente hacia arriba en dirección al cierre superior o a la boquilla que se encuentra en la parte superior, y forma una capa de líquido a lo largo de la totalidad de las paredes de la cámara 30 hasta la boquilla para el cloruro de cianurilo, - siendo

1 el espesor de esta capa junto al estrechamiento en forma de  
pecho mayor que en las demás paredes de la cámara -, y en  
la que penetra el cloruro de cianurilo rociado.

5 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque como disolventes orgánicos se emplean  
dioxano, benceno, tolueno o cloruro de metileno.

10 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª  
y 2ª, caracterizado porque por reducción de la presión des-  
de la atmosférica hasta 0,01 bares en el recipiente de for-  
ma tubular se disminuye y se ajusta a elección la tempera-  
tura de la mezcla.

15 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones  
1ª a 3ª, caracterizado porque en la realización del proce-  
dimiento se emplea un sistema de aparatos cuyo orificio de  
salida desemboca en otro recipiente, que está unido de modo  
fijo o desmontable con el recipiente de forma tubular, y  
que tiene dispositivos conocidos de por sí para la aplica-  
ción de una depresión o sobrepresión.

20 5ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SUS-  
PENSIONES O SOLUCIONES DE CLORURO DE CIANURILO".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-

1 cede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.


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

5

Madrid, 19. SEI. 1979

P.A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder



JAC

20089

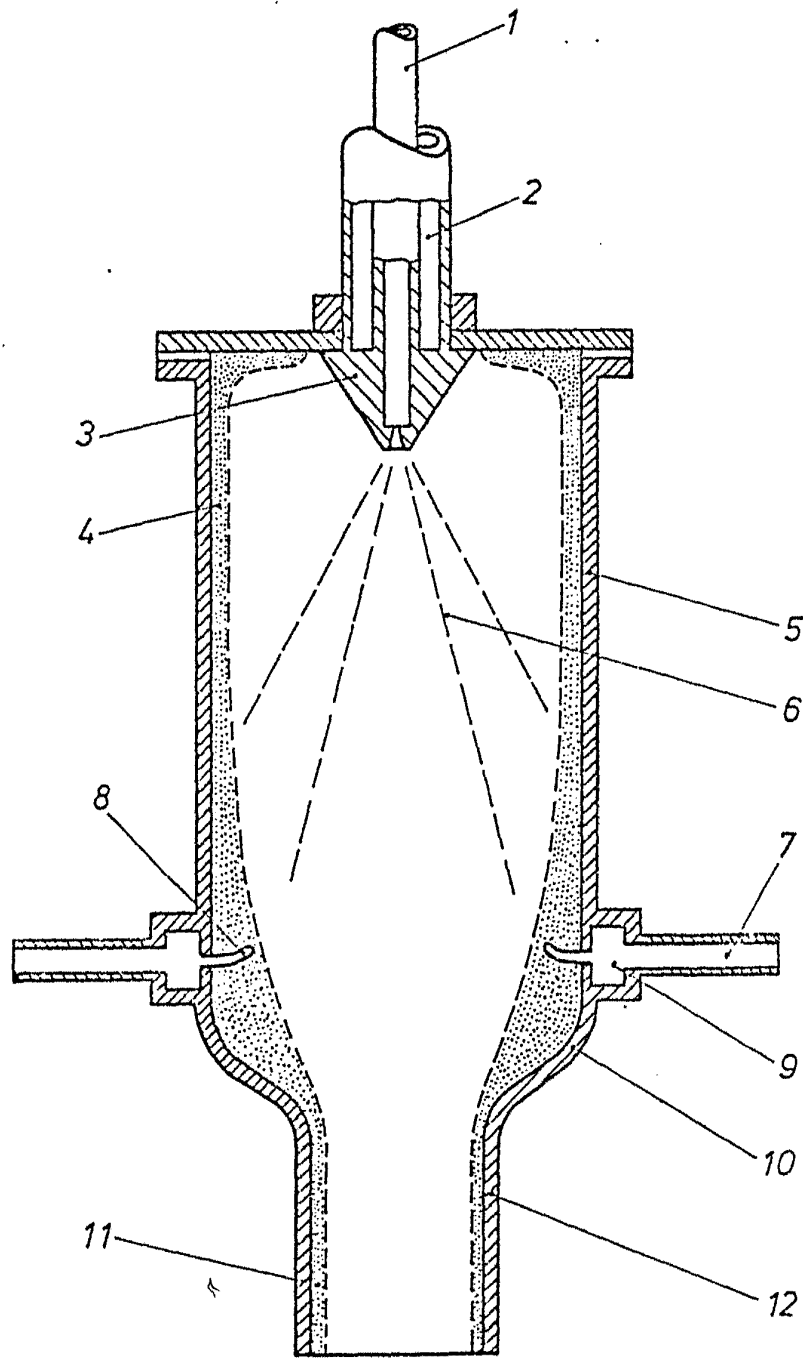


FIG.1

*Alberto de Elzaburu*  
P.R. Rodon

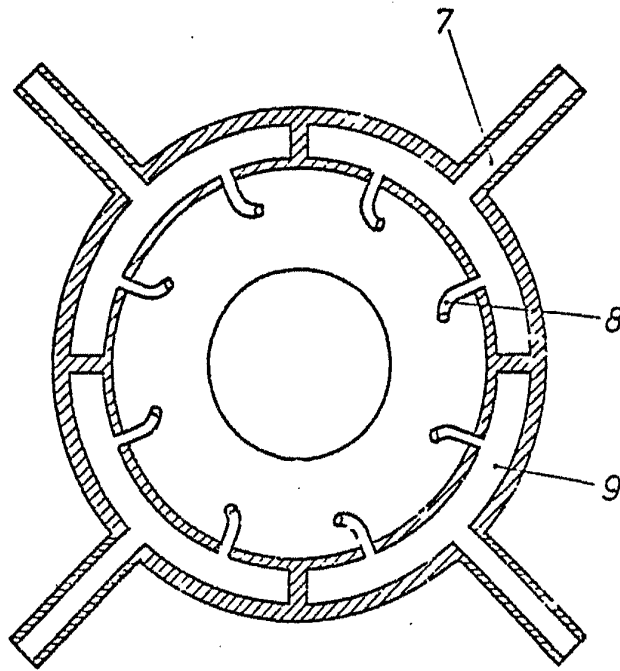


FIG. 2

Alberto de Elzaburu  
Por Poder,

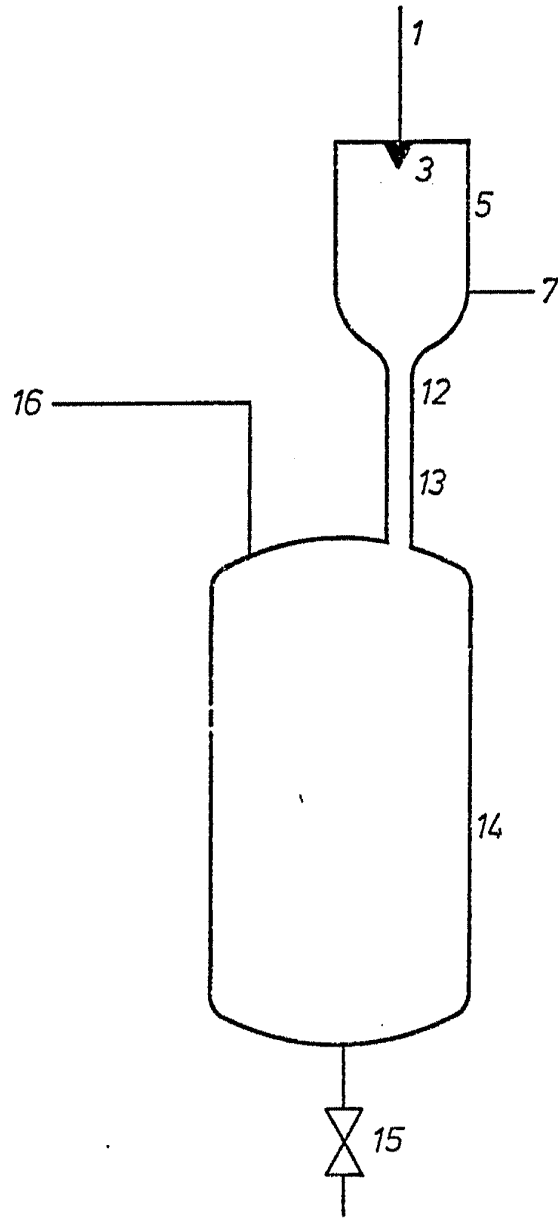


FIG.3

Alberto de Alzabura  
Por Poder