

167582

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA 167582

descriptiva sobre "Un procedimiento para la fabricacion de  
percarbonato sódico".

POR

B. LAPORTE LIMITED

DE

LUTON

Bedfordshire

Inglaterra

167582

PATENTE DE INVENCION

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

167582



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

" Un procedimiento para la fabricación de percarbonato  
"sódico".

=====  
Solicitantes: B. LAPORTE LIMITED, domiciliados en Kingsway,  
Luton, Bedfordshire, Inglaterra.

=====  
El presente invento se refiere a la fabricación  
de percarbonato sódico.

Ya se han propuesto varios procedimientos para la  
fabricación de percarbonato sódico , entre ellos el que  
5. se describe por ejemplo en la memoria descriptiva de la patente  
inglesa nº 502.319.

El presente invento tiene por objeto proveer un  
procedimiento perfeccionado para la fabricación de percarbonato  
sódico que posee determinadas ventajas segun se describirá  
10. a continuación.

Con dicho objeto, el presente invento establece

167582

167582



- 2 -

21 SEP 1933

15. un procedimiento cíclico para la fabricación de percarbonato sódico en el que se añaden peróxido de hidrogeno y carbonato sódico simultánea o alternativamente, en pequeñas cantidades, al líquido o lejía madre desde una precipitación previa.

20. En la fabricación de percarbonato sódico segun el procedimiento de la presente invención el carbonato sódico y el peróxido de hidrógeno se añaden, de

preferencia, en la proporción requerida por la fórmula  $2Na_2CO_3 \cdot 3H_2O_2$ , pero la solución puede contener un exceso limitado de carbonato sódico puesto que éste reduce la solubilidad del percarbonato sódico formado y permite que se efectúe la precipitación a partir

25. de soluciones de oxígeno más diluidas. El exceso de carbonato sódico se mantiene durante todo el proceso de fabricación.

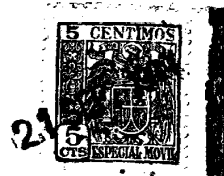
30. En el procedimiento de la presente invención el percarbonato de sodio se precipita de soluciones de oxígeno relativamente diluidas disminuyendo de este modo las pérdidas debidas a la descomposición. La solubilidad del percarbonato sódico puede reducirse todavía más mediante la adición de cloruro de sodio u otra sal metálica alcalina, tal como sulfato de sodio con o sin

35. presencia de un exceso de carbonato de sodio como queda citado anteriormente. El exceso óptimo de carbonato sódico se ha descubierto ser entre 40 y 60 grs. por litro de solución además del equivalente al  $H_2O_2$  basado en la proporción  $2Na_2CO_3 \cdot 3H_2O_2$ .

40. Se puede trabajar con mayor exceso de carbonato sódico, pero esto afecta a las propiedades de filtración del producto final. Tambien existe tendencia por la naturaleza granular

167582

167582



- 3 -

del producto a deteriorarse si el exceso de carbonato sódico aumenta. El deterioro en la naturaleza granular del precipitado se traduce en cantidades aumentadas de lejía que son retenidas por el precipitado y dan lugar a un aumento de pérdidas de oxígeno durante el secado con un aumento en la cantidad de sólidos otros que el percarbonato sódico en el producto final.

Se ha descubierto que la edición de estabilizadores usuales es beneficiosa y que era mejor añadirlos con el peróxido de hidrógeno y el carbonato sódico en cantidades proporcionadas. También se ha descubierto que en el presente procedimiento la utilización de silicato de sodio como estabilizador es preferible al sulfato de magnesio o al trisilicato de magnesio. El silicato de sodio resulta un producto mejor y más estable con un elevado rendimiento. La composición del silicato de sodio tiene poca importancia relativamente y las soluciones de silicato de sodio con proporciones de óxido de sodio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) a sílice ( $\text{SiO}_2$ ) que varían de 1 : 1 a 1 : 3.4 pueden utilizarse de manera igualmente satisfactoria. El factor importante es estandarizar la cantidad de  $\text{SiO}_2$  añadida. Es preciso emplear una cantidad de silicato de sodio que entre en un orden especificado para obtener los resultados más satisfactorios con respecto a la eficacia y naturaleza granular del producto. Se ha descubierto que es conveniente expresar la cantidad de silicato de sodio que ha de añadirse a la producción en términos de gramos de  $\text{SiO}_2$  por litro de peróxido de hidrógeno de 10 mol. de concentración, es decir, 340 gramos  $\text{H}_2\text{O}_2$  por litro de solución. Se ha averiguado que para obtener los resultados más satisfactorios la cantidad de silicato de sodio deberá estar dentro del orden de 6 gramos

167582

167582

- 4 -

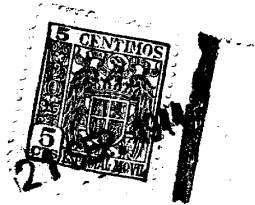


- a 27 gramos de  $\text{SiO}_2$  por litro de 10 mol. de peróxido de hidrogeno. Para diferentes concentraciones de peróxido de hidrogeno la cantidad de silicato añadida está basada en las cantidades antes mencionadas. Por ejemplo, si la cantidad standard de silicato a añadir se fija en 12 gramos de  $\text{SiO}_2$  por litro de 10 mol. (34%) peróxido de hidrógeno entonces cuando se utilicen 60% de peróxido de hidrógeno, el silicato añadido será 21.4 gramos  $\text{SiO}_2$  por litro de peróxido de hidrógeno 60%. La proporción de  $\text{SiO}_2$  para el oxígeno aprovechable es por consiguiente, la misma en ambos casos. Después de las dos primeras adiciones peróxido de hidrógeno, silicato de sodio y carbonato sódico, puede suceder que no se forme precipitado de percarbonato sódico, sino un precipitado silíceo gelatinoso separado, que es indeseable, pues tiende a perjudicar la naturaleza granular y las propiedades filtrantes del precipitado final. Por esta razón la adición de silicato de sodio puede aplazarse hasta la tercera adición de peróxido de hidrógeno, y la cantidad añadida en cada adición ajustarse convenientemente. Se ha descubierto que es mejor adicionar el estabilizador al mismo tiempo que se adicionan el peróxido de hidrógeno y el carbonato sódico y si se adopta el método de adición simultánea el estabilizador debería añadirse bien sea a intervalos regulares durante la fabricación o mezclarle directamente con el peróxido de hidrógeno. Cuando se utilicen soluciones de peróxido de hidrógeno de alta concentración, p.ej. 60%, es recomendable que el silicato de sodio se añada directamente a la fabricación y no se mezcle con la solución concentrada de peróxido de hidrógeno. Esto evita la formación de un precipitado gelatinoso que tiene lugar cuando se mezclan una solución concentrada de peróxido de hidrógeno y silicato de sodio. Cuando se utilicen estabilizadores del
- 75.
- 80.
- 85.
- 80.
- 85.
- 90.

167582

167582

- 5 -



tipo silicato, la lejía debe estar clara y substancialmente libre de precipitado silíceo antes de que vuelva a utilizarse.

95. También se ha descubierto que la adición de metafosfato de sodio afecta favorablemente a la naturaleza granular del precipitado. La cantidad de metafosfato de sodio añadida a la lejía madre se puede reducir según la marcha del ciclo.

También se ha averiguado que el peróxido de hidrógeno puede añadirse hasta en las más elevadas concentraciones que pueden prepararse. El procedimiento se presta a la utilización de soluciones de peróxido de hidrógeno de elevada concentración, por ejemplo, 60%, reduciéndose de este modo la cantidad de lejía madre que debe rechazarse debido al exceso de volumen.

100. El líquido madre se filtra o clarifica antes de volver a utilizarse. Si las adiciones de peróxido de hidrógeno y de carbonato sódico son alternas entonces la base de las adiciones deberá ser tal que la cantidad de carbonato sódico añadido de una vez no deberá exceder de 20 grs. por litro con la

110. cantidad estequiométrica de peróxido de hidrógeno después de admitir por exceso carbonato sódico para mantener la concentración y la cantidad específica de estabilizador. Esto asegura la naturaleza granular del producto ; si se añaden más de 20 grs. por litro entonces la naturaleza granular del

115. percarbonato se perjudica. Como se ha dicho anteriormente, es conveniente que haya 40 grs. de carbonato sódico por litro como mínimo.

El procedimiento puede llevarse a cabo con soluciones que contengan diferentes concentraciones de cloruro sódico, pero para reducir las pérdidas debidas a la descomposición de oxígeno, es mejor realizarle con concentraciones de 200 - 280 grs. de cloruro sódico por litro. El contenido de cloruro sódico tiene un papel importante en el rendimiento

167582

- 6 -

167582

21 SEP



y estabilidad del producto final. Observese en la siguiente tabla:

125.	Contenido en la solución			Resultados.
	<u>NaCl</u>	<u>Exceso</u>	<u>Pérdidas de oxígeno durante la fabricación.</u>	<u>Rendimiento en oxígeno como percarbonato húmedo.</u>
	Grs/litro	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ Grs/litro		
130.	270	41	1.0%	99.0%
	200	39	4.2%	92.5%
	100	38.7	6.1%	84.3%

De análoga manera si el contenido en cloruro de sodio de la solución aumenta sobre la cifra máxima dada

135. anteriormente, la calidad del precipitado vuelve a deteriorarse. La concentración de sal de la solución puede acondicionarse ya sea periódicamente durante la fabricación o al final de la misma, siendo este último particularmente conveniente para elevadas concentraciones de soluciones de

140. peróxido de hidrógeno en las que la cantidad de dilución es pequeña.

El carbonato sódico puede añadirse bien sea en forma anhidra o en una de las modificaciones cristalizadas.

En la última forma es preferible añadirle como finos

145. cristales. El procedimiento puede ejecutarse satisfactoriamente a temperaturas normales, por ejemplo, por encima de las que generalmente se utilizan en la fabricación de percarbonato. Puede llevarse a cabo, por ejemplo, hasta a temperaturas tan elevadas como 25° C.

150. El procedimiento de la presente invención tiene numerosas ventajas. Por ejemplo, se obtiene una economía de materiales, las pérdidas debidas a la descomposición se reducen a un mínimo, mientras que el procedimiento no requiere refrigeración especial y puede llevarse a cabo

155. a la temperatura normal de la habitación y aun hasta unos

167582

167582

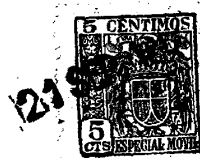
21 SEP 1955



- 25° C. mientras que las propiedades y calidad del percarbonato sódico obtenido son satisfactorias en todos los aspectos. Tambien el procedimiento de la presente invención permite efectuar un gran numero de adiciones debido a la calidad granular del producto. Se ha comprobado que es posible efectuar hasta 18 adiciones de 89 lbs. de peróxido de hidrógeno de 30.4% para un ciclo de trabajo de 500 gallons.
160. Al llevar a cabo el presente invento con arreglo a una disposición preferente, se añade la cantidad requerida de metafosfato sódico a la lejía madre clara desde una fase previa y la temperatura se acondiciona de modo que no sea menor de 15° C. Las dos primeras adiciones de carbonato sódico y peróxido de hidrógeno pueden hacerse sin adición de silicato sódico. Las adiciones
165. subsiguientes consisten en cantidades proporcionadas de carbonato sódico, peróxido de hidrógeno y silicato sódico, mezclándose estas dos últimas juntas cuando se utilicen bajas concentraciones de peróxido de hidrógeno. Las adiciones pueden hacerse con cinco minutos de intervalo.
170. El tiempo entre cada adición depende de la cantidad de peróxido de hidrógeno y carbonato de sodio añadida en cada adición, Segun se ha dicho anteriormente la cantidad máxima de carbonato sódico añadida no deberá exceder de una cantidad equivalente de más de 20 grs.  $\text{Na CO}_2^3$  por
175. litro. Para tal cantidad se ha averiguado que el intervalo entre adiciones debe ser de cinco minutos. Para adiciones menores se ha visto que el intervalo puede reducirse, pero que no deberá ser menor de dos minutos. Durante la fabricación la temperatura puede elevarse hasta 22° C. y
180. mantenerse en esta cifra hasta que se efectúa la edición
- 185.

167582

167582



- 8 -

la mezcla  
final de sal. Se filtra después/con o sin refrigeración,  
por ejemplo a 15° C.

Los siguientes ejemplos ilustran el modo  
en que el procedimiento objeto de la invención puede

190. llevarse a la práctica.

1.- 450 gallons de una solución de la composi-  
ción siguiente: 250 grs. de NaCl por litro, 40 grs. de  
Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> por litro y 2.5 grs. de oxígeno aprovechable por  
litro se echaron en una tina de 700 gallons de capacidad  
provista de un agitador marchando a 36 r.p.m. A esta

195.

solución, cuya temperatura era de 15° C. se añadieron 7 onzas y  
media de metafosfato de sodio. Al cabo de un periodo de uno o  
dos minutos se añadieron 89 lbs. de peróxido de hidrógeno que  
contenia 30.4 grs. de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por 100 mls., 0,5 gallons

200.

de silicato de sodio (Na<sub>2</sub>O.3.2.SiO<sub>2</sub>) solución de 60° Tw.,  
y 56 lbs. de carbonato sódico anhidro. La mezcla cargada  
se agitó durante 3 minutos después de lo cual se efectuó  
una nueva adición de 89 lbs del antedicho H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 0,5 gallons  
de la expresada solución de silicato de sodio y 56lbs. de

205.

carbonato sódico anhidro, en un periodo de 1 a 2 minutos.  
La mezcla cargada se agitó durante 3 minutos y las adiciones  
de peróxido de hidrógeno, silicato sódico y carbonato sódico  
tuvieron lugar como queda dicho anteriormente hasta llegar  
a un total de 12 adiciones. El percarbonato sódico se separó

210.

como un precipitado granular y no hubo signos de descomposi-  
ción durante el procedimiento. Se aumentó gradualmente la  
temperatura, hasta después de la cuarta adición en que la  
temperatura era 22° C. La mezcla se mantuvo a esta tempera-  
tura durante el resto del procedimiento. Después que se

215.

completaron las 12 adiciones, se añadieron 250 libras de sal  
común y para reajustar la concentración de NaCl que había

167582

167582



- 9 -

disminuido debido a la dilución durante el procedimiento. La mezcla se enfria a 15° C y se filtra por medio de una centrifuga.

El producto filtrado después de clarificación se utiliza para

220. preparar otra carga de percarbonato de sodio del modo descrito anteriormente, mientras que el residuo húmedo de percarbonato sódico que contiene 11.3% de oxígeno aprovechable, se seca sin descomposición para dar un polvo fino, granular, fluido estable que contiene 13.3% de oxígeno aprovechable.

225. La eficacia de la recuperación de oxígeno como percarbonato de sodio fué igual a 96%. El oxígeno aprovechable presente en la solución al comenzar el procedimiento representa la solubilidad del percarbonato sódico en una solución de cloruro de sodio y carbonato de sodio de las concentraciones dadas y a la temperatura de la filtración previa.

230. 2.- 500 gallons de lejía madre de una precipitación previa fueron vertidos en una tina y se añadieron 9 onzas de metafosfato sódico. Después se actúa de idéntica manera que en el ejemplo 1, efectuándose

235. 11 adiciones de 57 lbs de peróxido de hidrógeno 60%.

11 adiciones de 58 lbs de cenizas de sosa.

11 adiciones de 3 1/2 cuartillos de solución de silicato de sodio (1.30 Sp.Gr)

240. Después que se han efectuado 11 adiciones, se añaden 154 lbs. de cloruro sódico. Después de refrigeración a 15° C. el percarbonato se filtra por medio de una centrifuga y se seca. El percarbonato de sodio seco contiene 13.74% de oxígeno aprovechable con un rendimiento de oxígeno como percarbonato de sodio de 97.3%.

245.

167582

167582

- 10 -

N O T A



21 SEP 5

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son
250. susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 9 de agosto de 1943 nº 12830/43, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los
255. Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la fabricación de percarbonato sódico"; caracterizándose por lo siguiente:
260. 1º.- Procedimiento para la fabricación de percarbonato sódico caracterizándose porque el peróxido de hidrógeno y el carbonato de sodio se añaden simultánea o alternativamente en pequeñas cantidades de la lejía madre de una precipitación previa.
265. 2º.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizándose porque el carbonato de sodio y el peróxido de hidrógeno se añaden en las proporciones requeridas por la fórmula  $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$ .
270. 3º.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizándose porque el carbonato de sodio se añade en una proporción en exceso de la requerida por la fórmula  $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$  estando comprendido este exceso entre 40 y 60 grs. por litro de solución.
275. 4º.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el silicato de sodio se utiliza como estabilizador.

167582

167582

21 SEP



- 11 -

5º.- Procedimiento segun una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizándose porque la solución contiene entre 200 y 280 grs; de cloruro de sodio por litro.

280.

6º.- Procedimiento segun una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizándose porque tambien se añade metafosfato sódico a la lejia madre.

7º.- Procedimiento segun queda substancialmente descrito con referencia a los ejemplos que se mencionan.

285.

8º.- Procedimiento segun queda substancialmente descrito y reivindicado en cualquiera de los puntos anteriores.

"Un procedimiento para la fabricación de percarbonato sódico"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria que consta de once hojas escritas a máquina por una sola cara.

290.

Madrid 21 de septiembre de 1944.

B.LAPORTE LIMITED.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL