

256927



PATENTE DE INVENCION

Ref. P.423B

256927

## Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hipoclorito de un metal alcalino".

=====

*Solicitante:* UNITED STATES BORAX & CHEMICAL CORPORATION, residente en:  
630, Shatto Place, Los Angeles 5, California, Estados Unidos de América.

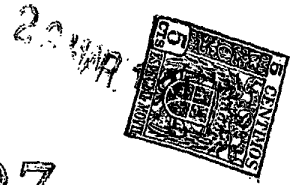
=====

Este invento se refiere a composiciones sólidas apropiadas para utilizarse como blanqueadores o decoloradores, y al procedimiento para la producción de tales composiciones.

5

De acuerdo con este invento, una composición sólida apropiada para usarse como blanqueador o decolorador comprende un borato y un hipoclorito de un metal alcalino y tiene una relación molar ( $\text{OCl}^-$ ) :  $\text{X}_2\text{O}$  :  $\text{B}_2\text{O}_3$  ( en la que X representa un átomo de metal alcalino, y solo se tiene en cuenta la alcalinidad titulable) que corresponde con pro-

10



256927

porciones de desde 0,029 a 0,36 moles de  $\text{OCl}^-$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ , y de 0,30 a 0,90 moles de  $\text{X}_2\text{O}$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

5 En un tipo preferido de composición, de acuerdo con este invento, hay de 0,15 a 0,20 moles de  $(\text{OCl}^-)$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$  y de 0,30 a 0,60 moles de  $\text{X}_2\text{O}$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

10 Las ventajas particulares de las composiciones de acuerdo con este invento son que, en comparación con las composiciones sólidas de blanqueo o decoloración que contienen hipoclorito de sodio, utilizadas o propuestas previamente, son mas estables y menos higroscópicas. Se ha descubierto que una estabilidad elevada y una baja higroscopicidad son de gran importancia para la aceptación comercial de una  
15 composición sólida de blanqueo o decoloración, y se cree que varias composiciones propuestas anteriormente y que contenían hipoclorito de sodio, no han tenido éxito comercial como composiciones sólidas de blan-  
20 queo o decoloración debido a sus extremas higroscopicidad e inestabilidad.

En las composiciones de este invento, pueden hallarse presentes, en calidad de impurezas, varias sales cristalinas solubles, tales como cloruros y cloratos de metales alcalinos. No obstante, debe  
25 comprenderse que el  $\text{X}_2\text{O}$ , del cual debe hallarse presente de 0,30 a 0,90 moles por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ , comprende solamente la alcalinidad titulable calculada como  $\text{X}_2\text{O}$  partiendo de hipocloritos y boratos. La alcali-  
30 nidad titulable se determina facilmente por titula-



256927

ción potenciométrica, técnica conocida para los peritos en la materia.

Las composiciones de este invento pueden prepararse por una gran variedad de métodos, por ejemplo, por la cloración de un borato de metal alcalino, o mediante la adición de un borato de metal alcalino al hipoclorito de sodio. Mas específicamente sin embargo, un método de valor especial para preparar las composiciones de este invento es el que, comprende la cloración de una solución acuosa de uno o mas hidróxidos de metales alcalinos, añadiendo a esta solución una lechada de uno o mas boratos de metales alcalinos y/o ácido bórico, y el secado de la lechada así formada. Un segundo método de especial valor para preparar las composiciones de acuerdo con este invento es el que comprende la cloración de uno o mas boratos de metales alcalinos, con o sin ácido bórico y con o sin uno o mas hidróxidos de metales alcalinos, o la cloración de ácido bórico con uno o mas hidróxidos de metales alcalinos, y el secado de la mezcla clorada. Algunos ejemplos de los materiales de partida que pueden ser sometidos a la cloración, son el boraz y la sosa cáustica; metaborato de sodio; metaborato de potasio; borax y ácido bórico; borato de litio y borax; borato de potasio y sosa cáustica; metaborato de sodio y ácido bórico; ácido bórico e hidróxidos de sodio o potasio; así como otras varias combinaciones de estas substancias.

En un método específico y preferido para la preparación que puede citarse, se prepara en primer



- 4 -

256927

20/11/55

lugar hipoclorito de sodio mediante la cloración de una solución acuosa de hidróxido de sodio, a continuación se hace una lechada de la solución de hipoclorito con un borato o combinación de boratos, y luego se seca rápidamente la lechada resultante; en este procedimiento específico preferido se emplean los ingredientes en proporciones tales que el producto acabado tenga de 0,15 a 0,20 moles de  $(OCl^-)$  por mol de  $B_2O_3$  y de 0,30 a 0,60 moles de  $Na_2O$  por mol de  $B_2O_3$ . No obstante, debe comprenderse claramente que este invento no se limita a ningún método o procedimiento particular empleado para obtener el blanqueador o decolorador de hipoclorito-borato, siendo importante solamente que el producto final contenga las relaciones apropiadas de los ingredientes y que la etapa de secado se lleve a cabo lo más rápidamente posible.

Estos blanqueadores o decoloradores pueden prepararse también mezclando borax y sosa cáustica en estado seco y clorando a continuación la mezcla seca con gas cloro. Así, estos materiales pueden prepararse utilizando hipocloritos de metales alcalinos o gas cloro introducido bien en una lechada acuosa o en un polvo seco. Si se utiliza la cloración directa, el punto final deseado para la misma, puede observarse por medición continua del pH o por análisis químico. El cloro o material que lo contenga puede también calcularse previamente y añadirse en la cantidad total precisa.

30

Como ya se indicó, para producir los pro-

256927



ductos a que este invento se refiere, pueden usarse  
mas de un tipo de borato de metal alcalino. Pueden  
clorarse simultaneamente borato sódico y borato potás-  
sico, o puede mezclarse un borato sódico con NaOH y  
5 KOH clorando luego. Sin embargo, debe tenerse pre-  
sente, que el  $X_2O$  total ha de permanecer entre los  
límites antes indicados.

Cuando se utiliza un medio de preparación  
en húmedo, puede usarse cualquiera de los métodos  
10 bien conocidos de secado, tales como el secado en hor-  
no en vacío, el secado por pulverización, el secado  
en tambor, y el secado por tiro forzado de aire, mien-  
tras el secado se realice rapidamente.

Las composiciones de este invento, pueden  
15 presentarse en forma cristalina o amorfa, pero en  
cualquiera de los casos deben usarse métodos de se-  
cado rápido para evitar la descomposición debida al  
recalentamiento.

En esta Memoria y en las reivindicaciones  
20 adjuntas, la denominación "seco" se utiliza para in-  
dicar un material que no tiene agua libre. Así, aun-  
que las composiciones de este invento, terminadas,  
contienen distintas cantidades de agua químicamente  
combinada, o agua de cristalización, el material es  
25 seco, dado que prácticamente no existe en él agua  
libre o no combinada químicamente.

Un estudio de la química que interviene en  
la preparación de los productos de este invento, re-  
velará que la mezcla inicial, antes de la cloración  
30 tendrá siempre una relación molar  $X_2O : B_2O_3$  mas ele-

256927



vada que el producto terminado, que (como se indica anteriormente) comprende de 0,029 a 0,36 moles de  $(\text{OCl}^-)$  y de 0,30 a 0,90 moles de  $\text{X}_2\text{O}$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ . La disminución en el contenido de  $\text{X}_2\text{O}$  se comprenderá fácilmente, dado que la cloración produce cloruros y cloratos además del borato-hipoclorito deseado. Aunque es completamente cierto que todo el metal alcalino presente al iniciarse la reacción se halla todavía presente al terminarse ésta, queda sin embargo el hecho de que se forman cloruros y cloratos neutros. Esto explica el que la relación final  $\text{X}_2\text{O} : \text{B}_2\text{O}_3$  sea inferior a la relación inicial o de partida, toda vez que los cloruros y cloratos formados no constituyen alcali titulable.

Aunque, como antes se indica, durante la producción del borato-hipoclorito se forman cloruros y cloratos, estos cuerpos no son perjudiciales para el producto final.

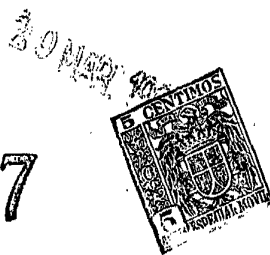
Los siguientes ejemplos aclaran este invento.

Ejemplo 1.

Se añadieron 455 gramos de sosa cáustica a 520 gramos de agua y se agitó hasta terminar la solución completa. A continuación se hizo pasar por la solución la cantidad estequiométrica de cloro (390 g. de  $\text{Cl}_2$ ) necesaria para reaccionar con la  $\text{NaOH}$  para formar  $\text{NaOCl}$ . Luego se mezclaron a la solución de hipoclorito sódico, 1450 g. de borax pentahidratado, y 625 g. de ácido bórico.

La lechada se colocó a continuación en un

- 256927



tambor secador. El tambor secador contenía dos rodillos separados por 0,01", que se calentaban interiormente por medio de vapor para darles una temperatura exterior de 153° C. Los rodillos giraban a 8 r.p.m.; esto proporcionaba al material un tiempo de contacto de 3,85 segundos.

El producto resultante era un decolorador o blanqueador sólido y estable de circulación o movimiento libre, que por análisis se comprobó que contenía alrededor de 6,6 % de cloro disponible, y relaciones molares ( $\text{OCl}^-$ ) :  $\text{P}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  :  $\text{B}_2\text{O}_3$  de 0,151 y 0,458, respectivamente.

El análisis químico de este producto era el siguiente;  $\text{NaOCl}$ , 6,9 %;  $\text{NaCl}$ , 16,9 %;  $\text{NaClO}_3$ , 1,2 %;  $\text{Na}_2\text{O}$ , 14,6 %;  $\text{B}_2\text{O}_3$ , 42,7 %;  $\text{H}_2\text{O}$ , 17,7 %.

Ejemplo 2.

Utilizando la técnica y el equipo del ejemplo anterior, se disolvieron 415 gramos de  $\text{NaOH}$  en 800 g. de agua, y se cloraron con 355 gramos de cloro gaseoso. Luego se añadieron al hipoclorito sódico preparado, 1260 gramos de un borato sódico que contenía 18,7 % de agua de hidratación, y una relación molar  $\text{Na}_2\text{O}$  :  $\text{B}_2\text{O}_3$  de 0,24.

El producto resultante era un decolorador sólido estable y de movimiento libre que, por análisis, se comprobó que contenía alrededor de 8,5 % de cloro disponible y relaciones molares ( $\text{OCl}^-$ ) :  $\text{B}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  :  $\text{B}_2\text{O}_3$  de 0,183 y 0,433, respectivamente.

El análisis químico de este producto fué

2563



el siguiente: NaOCl, 8,9 %; NaCl, 16,2 %; NaClO<sub>3</sub>, 1,4 %; Na<sub>2</sub>O, 13,9 %; B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 45,6 %; H<sub>2</sub>O, 14,0 %.

Ejemplo 3.

5 Se añadieron 420 gramos de metaborato sódico ( Na<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·4H<sub>2</sub>O ) y a 615 ml. de agua, y la mezcla se agitó hasta que la solución fué completa a la temperatura ambiente. A continuación se añadieron 65,5 g. de borax ( Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>·10H<sub>2</sub>O ) y se agitaron con la solución. En este caso la solución del borax no fué completa.

10 Por la mezcla se hicieron pasar 72 gramos de cloro seco, mientras se agitaba ( la mezcla acusó un pH de 9,3 en una dilución 1:10 ponderal ). La lechada se secó a continuación en un horno de vacío a la presión de 1-3 mm. a 60 - 65° C. aproximadamente.

15 El producto resultante era un decolorador sólido, estable y de movimiento libre, que por análisis se comprobó que tenía 5,5 % de cloro disponible y relaciones molares finales ( OCl<sup>-</sup> ) : B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Na<sub>2</sub>O : B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 0,143 y 0,58, respectivamente.

Ejemplo 4.

25 Se añadieron 420 gramos de metaborato sódico ( Na<sub>2</sub>B<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·4H<sub>2</sub>O ) a 1000 ml. de agua y la mezcla se agitó hasta solución completa a la temperatura ambiente; luego se agregaron 33 g. de ácido bórico ( H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> ).

30 Se hizo pasar por la mezcla cloro seco hasta que una muestra del líquido que sobrenadaba en la lechada, acusó un pH de 9,6 - 9,8 en una dilución



20 MAR 1970

256927

1:10 ponderal.

5 La lechada se secó como antes y proporcionó un sólido de movimiento libre, que por análisis se comprobó que tenía 5,66 % de cloro disponible y relaciones molares finales ( $\text{OCl}^-$ ) :  $\text{B}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{O}:\text{B}_2\text{O}_3$  de 0,148 y 0,66 respectivamente.

Ejemplo 5.

10 Se mezclaron con 9390 gramos de agua, 6,788 de metaborato sódico ( $\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) y 821 gramos de metaborato potásico ( $\text{K}_2\text{B}_2\text{O}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ). La temperatura de la lechada se mantuvo por debajo de 26° C. y por la lechada se hizo pasar cloro seco hasta que el pH del líquido que sobrenadaba fué de 9,35.

15 La lechada clorada se secó a continuación en un secador de pulverización, caldeado con gas, que tenía una temperatura de entrada de 204° C. y una temperatura de salida de 117° C.

20 El producto resultante fué un decolorador o blanqueador sólido estable, de movimiento libre que, por análisis, se comprobó que tenía 3,0 % de cloro disponible y relaciones molares finales ( $\text{OCl}^-$ ):  $\text{B}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{O} : \text{B}_2\text{O}_3$  de 0,077 y 0,56, respectivamente.

25 El contenido de cloro disponible del material sólido de los Ejemplos anteriores, se midió por el método de titulación de ioduro potásico/ tiosulfato. En este cálculo, se añadió un g. de la muestra a 100 ml. de solución acidificada de ioduro potásico. El iodo liberado se tituló con solución tipo 0,1N de tiosulfato sódico hasta el punto final corriente (desaparición del color amarillo) y el por-

30

256927

27 MAR 1960



centaje de cloro disponible, se calculó por la fórmula:

$$\frac{\text{ml. de tiosulfato} \times 0,1 \times 3,55}{\text{peso de muestra}} = \% \text{ de cloro disponible}$$

5

N O T A

10

15

20

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que los procedimientos anteriormente indicados, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren sus principios fundamentales. También se hace constar que el invento corresponde a una Patente presentada en Norteamérica con fecha 3 de julio de 1959, nº Ser. 824.778 acogiendo, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UNA COMPOSICION DE BLANQUEO QUE CONTENGA UN BORATO Y UN HIPOCLORITO DE UN METAL ALCALINO" caracterizandose por lo siguiente:

25

1ª.- Procedimiento de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hipoclorito de un metal alcalino, caracterizado por comprender el clorar una solución acuosa de uno o mas hidróxidos de metal alcalino, el añadir uno o mas boratos de metal alcalino y/o ácido bórico en esta solución, y el secar la lechada así formada.

30

2ª.- Procedimiento, de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hipoclorito de un metal alcalino, caracterizado por com-

256927

20 MAR



5 prender el clorar uno o mas boratos de metal alcalino, con o sin ácido bórico y con o sin uno o mas hidróxi- dos de metal alcalino, o el clorar ácido bórico con uno o mas hidróxidos de metal alcalino, y el secar la mezcla clorada.

10 3ª.- Procedimiento de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hipoclorito de un metal alcalino, caracterizado porque comprende la preparación de una composición sólida adecuada para usarse como blanqueador y que contiene un borato y un hipoclorito de un metal alcalino, en la que la relación molar  $(\text{OCl}^-):\text{X}_2\text{O}:\text{B}_2\text{O}_3$  (siendo X un átomo de metal alcalino y tomando en consideración solamente la alcalinidad titulable) corresponde a proporciones de 0,029 a 0,36 moles de  $(\text{OCl}^-)$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$  y de 0,30 a 0,90 moles de  $\text{X}_2\text{O}$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

15 4ª.- Procedimiento de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hipoclorito de un metal alcalino, según lo especificado en la reivindicación 3ª, caracterizado porque la preparación comprende 0,15 a 0,20 moles de  $(\text{OCl}^-)$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$  y 0,30 a 0,60 moles de  $\text{X}_2\text{O}$  por mol de  $\text{B}_2\text{O}_3$ .

20 5ª.- Procedimiento de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hipoclorito de un metal alcalino, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 3ª y 4ª, caracterizado porque la composición contiene borato sódico e hipoclorito sódico.

25 6ª.- Procedimiento de obtención de una composición de blanqueo que contenga un borato y un hi-  
30

256927

20 MAR 1960



perclorito de un metal alcalino; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 20 MAR 1960

United States Borax & Chemical Corporation.

J. GÓMEZ AGUIRRE Y MORET