

PATENTE DE INVENCION

ICI 60/4 - Case A. 14 475

26 NOV 1904
262804



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento para la fabricación de carbonato sódico".

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad belga, domiciliada en Imperial Chemical House, Millbank, LONDRES, S.W.1.

=====

Este invento se refiere a procedimientos para la fabricación de carbonato de sodio y de carbonato de sodio-monohidratado, por la acción de dióxido de carbono sobre soluciones de sosa cáustica, especialmente las de concentración elevada obtenidas por electrolisis de salmuera en cubas

5.

262804



modernas del tipo de mercurio.

- Los procedimientos para carbonatar líquidos de sosa caustica obtenidos en celulas electrolíticas para salmuera, son ya conocidos, pero precisan un suministro de calor o una producción de bicarbonato sódico, o el empleo de una parte solamente de la sosa cáustica y el abandonar los líquidos finales. Además se precisan nuevas etapas para antes de poder aislarse como tal el carbonato sódico.
- 5.
10. Se ha descubierto el modo de obtener de soluciones, tales como por ejemplo las que se producen en las cubas modernas de mercurio, carbonato sódico y su monohidrato, directamente y sin necesidad de suministrar calor adicional alguno al sistema.
15. Se ha descubierto también el modo de separar físicamente la etapa de carbonatación de la etapa de cristalización o precipitación. Esto es de grandísima importancia y valor, ya que significa que las dos etapas pueden realizarse separadamente en equipo especial ideado para este objeto. En otros procedimientos que implican la cristalización y la carbonatación, tales como el proceso sodamónico, la carbonatación y la precipitación se llevan a cabo en la misma vasija. Este recipiente contiene una gran cantidad de líquido que puede fomentar un buen crecimiento de cristales, pero la presencia de este líquido impone una considerable contra-presión en los gases de carbonatación, y precisa una compresión cara del gas.
- 20.
- 25.
30. Separando las dos etapas, la cristalización puede llevarse a cabo, por ejemplo, en una capa gruesa de cristales, si así se desea, o en líquidos madres de composi-



262804

5. ciones especialmente conducente al tipo de crecimiento de cristales preciso, y especialmente la carbonatación puede realizarse en torres empacadas o recipientes análogos, que ofrezcan una baja caída de presión al paso del gas. Así, no se precisa suministro de dióxido de carbono a presión, como ocurre en los procedimientos conocidos, y por consiguiente el procedimiento a que este invento se refiere puede funcionar sin gastos de compresión, y usar como manantial económico de dióxido de carbono gases
10. de escape que no resultarían de empleo económico al comprimirlos en los procedimientos conocidos.

- De acuerdo con un primer tipo de este invento, se proporciona un procedimiento para obtener carbonato sódico monohidratado, por la acción de dióxido de carbono sobre líquidos de sosa cáustica, que comprende una etapa de carbonatación, en la que un líquido madre de una etapa de cristalización y que contiene menos de 20% en peso de NaOH y más del 6% en peso de Na_2CO_3 , y con preferencia menos del 12% de NaOH y más del 14% de Na_2CO_3 , se hace reaccionar a una temperatura superior a 30°C., con un gas que contenga dióxido de carbono suficiente para dar un líquido carbonatado en el que prácticamente toda la sosa caustica se ha convertido en carbonato sódico, seguido
15. por la etapa citada de cristalización, en la que el líquido carbonatado de la etapa de carbonatación indicada, se hace reaccionar con un líquido de sosa cáustica que contenga por lo menos 56%, y no más del 63% en peso de NaOH, por cuyo medio se precipita el carbonato sódico monohidratado, que se separa por medios adecuados.

20. De acuerdo con un segundo tipo de este invento,
- 25.
- 30.



262804

se obtiene carbonato sódico anhidro por un procedimiento que comprende todas las características descritas en la primera aplicación, excepto que el líquido de sosa caustica que se hace reaccionar con líquido carbonatado en la

5. etapa de cristalización, contiene por lo menos 63% en peso de NaOH, por cuyo medio se precipita el carbonato anhidrido y se separa por medios adecuados.

La necesidad esencial para la conversión completa de la NaOH del líquido de las cubas, en carbonato sódico precipitado, o carbonato sódico monohidratado, es que toda

10. el agua introducida en el procedimiento, con el líquido de las cubas y con el gas de carbonatación, y también el agua formada por la reacción entre la NaOH y el CO_2 para formar Na_2CO_3 , se evapore. Para conseguir esto mas

15. eficazmente, sin necesidad de calor añadido, el líquido de las cubas ha de contener, por lo menos, 56% en peso de NaOH, si se precisa carbonato sódico monohidratado, y por lo menos 63% si se precisa carbonato sódico anhidro, El calor de reacción es suficiente para evaporar las cantida-

20. des de agua implicadas. El calor de reacción se desprende en parte, en el cristalizador y en forma de un calor de dilución y cristalización, y parcialmente como calor de carbonatación del líquido del carbonatador. El carbonato sódico monohidratado puede obtenerse cuando el líquido de

25. la cuba contiene menos del 56% de NaOH, pero solo si se suministra al sistema calor secundario; análogamente, quizás se conseguiría obtener carbonato sódico monohidratado cuando el líquido de la cuba contiene más de 63% de NaOH, aunque solamente si se perdiera una proporción apreciable

30. de calor de reacción, por ejemplo dejando de aislar térmi-



232864

camente la instalación.

5. El agua se elimina más fácilmente en el carbonatador donde penetra en la fase gaseosa y se arrastra con los componentes inertes del gas de escape. Si el agua se elimina por completo en esta etapa, se presentarían algo de incrustaciones de complejos de carbonato, en la parte superior del carbonatador, mientras que el líquido de la parte inferior se hallará insaturado. Las incrustaciones pueden eliminarse utilizando dos carbonatadores en serie y empleando cada uno de ellos alternativamente, como cabeza y cola del sistema. La incrustación formada mientras un carbonatador funciona como "cabeza", se elimina cuando funciona como "cola".
- 10.

15. Como variante, la incrustación formada puede evitarse eliminando parte del agua en un cristalizador en vacío, Esto proporciona un líquido frío para circular nuevamente al carbonatador. Cuando este líquido penetra en el carbonatador, el vapor de agua de la corriente de gas ascendente se condensa en él, y la dilución consiguiente hace imposible la precipitación.
- 20.

25. Otra variante es alimentar un líquido caustico de bastante concentración en el procedimiento, por ejemplo el líquido concentrado que las cubas de mercurio pueden producir. Se añade así menos agua al procedimiento, de la que permite la concentración mínima del 56%. La diferencia se añade al líquido que penetra en el carbonatador, con objeto de diluirlo.
- 30.

- La cristalización se realiza en uno o en varios recipientes a temperaturas comprendidas entre 8° y 108°C., prefiriéndose temperaturas entre unos 50°C y 80°C., aproxi-



252804

madamente. Si se utilizan varios recipientes parte de uno o de ambos reactivos, no precisan añadirse al primer recipiente. Si se elimina vapor de agua por evaporación en vacío durante la cristalización, para evitar la incrustación en el carbonatador, solamente precisa funcionar en vacío la última vasija de cristalización.

5. Para regular la temperatura del líquido que abandona el carbonatador, a un valor adecuado para la introducción de dicho líquido a los cristalizadores, el gas que penetra en el carbonatador ha de tener un punto de rocío adecuado. Si se desea que el líquido que abandona el carbonatador lo haga a temperatura elevada, el punto de rocío del gas puede resultar necesario que exceda al del gas natural de escape. En este caso, es necesario enriquecer el gas con vapor de agua antes de que penetre en el carbonatador, y recuperar el valor térmico del vapor de agua, del gas que abandone el carbonatador. Esto se consigue fácilmente dejando que el gas saliente del carbonatador caldee una corriente de circulación de agua, y utilizando el agua caliente para humedecer el gas que se dirige al carbonatador.

10. Al preparar carbonato sódico anhidro de acuerdo con la otra aplicación de este invento, el líquido saliente del carbonatador, si se desea, puede dividirse en dos partes. La primera se mezcla luego en el sistema de cristalización, con líquido de cuba que contenga por lo menos 63% de NaOH, y el calor de dilución de ésta aumenta la temperatura de la mezcla a unos 90°C., que es suficiente para precipitar en forma de carbonato sódico anhidro alrededor del 75% del Na₂O total presente. Este carbonato

252304

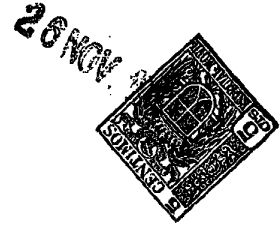


- sódico, se separa y el líquido madre se mezcla con la segunda de las dos partes de líquido carbonatado, con lo cual se precipita carbonato sódico monohidratado. Este monohidrato se devuelve al cristalizador, en el que la primera
5. parte de líquido carbonatado se mezcla con líquido frío que contiene, por lo menos, 63% de NaOH o, si se desea, se lleva a un segundo recipiente que contiene magna del cristalizador, y se convierte en carbonato sódico. El monohidrato, si se desea, puede convertirse en carbonato sódico anhidro de otros modos, por ejemplo por reacción con soluciones de sosa cáustica concentrada, en un sistema separado. Como antes se indicó, las etapas finales de cristalización pueden llevarse a cabo a presión reducida, con objeto de proporcionar un líquido madre más frío, que al
10. entrar en el carbonatador diluirá, por condensación, el vapor de agua y de este modo, evitando la supersaturación, impedirá que se realice la incrustación con complejos de carbonato.
- 15.

EJEMPLO 1.

20. Se introducen 667 kg. de un líquido madre de una etapa de cristalización, a una temperatura de 72° C. y que contengan 80 kg. de NaOH y 94,7 kg. de Na₂CO₃, en la parte superior de una columna empacada, en cuya parte inferior pasa el conducto de gas que contiene 11% de CO₂ y
25. se halla casi saturado con vapor de agua a 35° C. En la columna, se absorben 44 kg. de CO₂ y 62,8 kg. de agua evaporada por el calor de reacción, y salen del fondo 648 kg. de un líquido a 60,2° C, que contienen 200 kg. de Na₂CO₃ y prácticamente ningún otro material disuelto. Este líquido
30. que, en realidad, es una solución al 30,5 % de NaCO₃, se

262304



- mezcla en un cristalizador a la presión atmosférica, con 142,8 kg. de un líquido de 56% de NaOH a 60°C., después de lo cual la temperatura asciende a 72°C. y se precipitan 124 kg. de carbonato sódico monohidratado, y un líquido madre que contiene 14,2% de Na_2CO_3 y queda 12% de NaOH.
- 5.

EJEMPLO 2.

- Se introducen 650 kg. de un líquido madre de una etapa de cristalización, a una temperatura de 50°C. y con un contenido de 80 kg. de NaOH y 91 kg. de Na_2CO_3 , en la parte superior de una columna empacada, en el fondo de la cual pasa el gas de salida que contiene 11% de CO_2 y que se halla casi saturado de vapor de agua a 34°C. En la columna se absorben 44 kg. de CO_2 y se evaporan 39,7 kg. de agua. La temperatura en la parte superior de la columna asciende a 66,8°C., la del fondo, a 59,4°C. y del fondo salen 654 kg. de un líquido a la temperatura última, que contiene 197 kg. de Na_2CO_3 . Este líquido que en realidad es una solución al 30,1% de Na_2CO_3 se mezcla con 142,8 kg. de un líquido al 56% de NaOH. a 60°C., en un cristalizador de etapas múltiples, en el que las etapas finales se aplican a presión reducida. El resultado neto de la ganancia de calor por dilución del líquido al 56% de NaOH, y la pérdida de calor por evaporación en las etapas de presión reducida, es el llevar la temperatura del líquido madre, reduciéndola, a 50°C.; se precipitan 124 kg. de carbonato sódico monohidratado, y se recogen por medios adecuados.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

EJEMPLO 3.

30. Se introducen 690 kg. de un líquido madre a 81,1°C

262804



- y que contiene 101,5 kg de Na CO_2 y 80 kg. de NaOH, en la parte superior de una columna empacada en cuyo fondo pasa un gas de escape que contiene 11% de CO_2 y virtualmente saturado con vapor de agua a 63° C. En la columna
5. se absorben 44 kg. de CO_2 y se evaporan 46 kg. de agua y sale por la parte inferior 687 kg. de un líquido carbonatado, a 68,6° C, que contiene 208 kg. de Na CO_2 . Este líquido se divide en dos partes prácticamente iguales. Una de ellas, de peso 342 kg., pasa directamente al cristallizador principal donde se mezcla con 123 kg. de un líquido al 65 % de NaOH, también a 68,6° C. El calor de dilución de este último eleva la temperatura de la mezcla a 95° C., y se precipitan 81 kg. de carbonato sódico, que se recogen por medios adecuados, dejando 384 kg.
10. de un líquido madre que contiene 80 kg. de NaOH y 22 kg. de Na CO_2 .
15. Los 384 kg. de líquido madre, se mezclan a continuación, en un segundo cristallizador, con la otra parte de líquido carbonatado, de peso 345 kg., y se precipitan 29,2 kg. de carbonato sódico monohidratado, y se dejan 695 kg. de líquido madre a 81,1° C. que contienen 101 kg. de Na CO_2 y 80 kg. de NaOH. Este líquido madre está por tanto dispuesto para la nueva circulación a la columna de carbonatación. Los 29,7 kg. de carbonato sódico monohidratado, se devuelven al cristallizador principal o, si se desea, a un recipiente secundario que contiene el magna del cristallizador principal, y se convierten en 25,4 kg. de carbonato sódico.
- 20.
- 25.

N O T A

30. Describa suficientemente la naturaleza del

262804



- invento así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
5. También se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con fecha 27 de noviembre de 1.959, nº 40.367 acogiéndose, 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 para la fabricación de carbonato sódico", caracterizándose por lo siguiente:
- 10.

- 1º.- Procedimiento para la fabricación de carbonato sódico, caracterizado por aplicarse a la obtención de carbonato sódico monohidratado por acción de dióxido de carbono sobre líquidos de sosa cáustica, y por comprender una etapa de carbonatación en la que el líquido madre de una etapa de cristalización y que contiene menos del 20% en peso de NaOH y más del 6% en peso de Na_2CO_3 y con preferencia menos del 12% de NaOH y más del 14% de Na_2CO_3 , se hace reaccionar a una temperatura superior a 30°C., con un gas portador de dióxido de carbono suficiente para dar lugar a un líquido carbonatado en el que prácticamente toda la sosa cáustica se ha convertido en carbonato sódico, seguido por la etapa mencionada de cristalización, en la que el líquido carbonatado de dicha etapa de carbonatación se hace reaccionar con un líquido de sosa caustica que contiene por lo menos 56% y no más del 63% aproximada-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



262804

mente, en peso, de NaOH, por cuyo medio se precipita carbonato sódico monohidratado, que se separa por medios adecuados.

- 2º.- Procedimiento, para la fabricación de
5. carbonato sódico, prácticamente anhidro, caracterizado por aplicarse la acción de dióxido de carbono sobre líquidos de sosa cáustica, que comprende una etapa de carbonatación, en la que un líquido madre de una etapa de cristalización y que contenga menos del 20% en peso
10. de NaOH y más del 6% en peso de Na_2CO_3 , y con preferencia menos del 12% de NaOH y más del 14% de Na_2CO_3 , se hace reaccionar a una temperatura superior a 30°C. con un gas portador de dióxido de carbono suficiente para dar lugar a un líquido carbonatado en el que prácticamente
15. toda la sosa cáustica se ha convertido en carbonato sódico, seguido por la etapa de cristalización citada, en la que el líquido carbonatado de la etapa de carbonatación mencionada, se hace reaccionar con un líquido de sosa caustica que contenga por lo menos 63% en peso de
20. NaOH, por cuyo medio se precipita carbonato sódico anhidro, que se separa por medios adecuados.

- 3º.- Procedimiento, según reivindicación 2ª, caracterizado porque el líquido que sale de la etapa de carbonatación se divide en dos partes, una de las
25. cuales se hace reaccionar en una etapa de cristalización con líquido de sosa caustica que contiene como mínimo, 63% de NaOH, con lo cual se precipita carbonato sódico anhidro que se separa para dar un magna y un primer líquido madre que luego se mezcla con la otra de las dos
30. porciones de líquido que sale de la etapa de carbonata-

262804



5. ción, por cuyo medio se precipita carbonato sódico monohidratado, que se separa de un segundo líquido madre, que vuelve a introducirse en la circulación en la mencionada etapa de carbonatación; el mencionado carbonato sódico monohidratado, se retorna luego a la etapa de cristalización o, si se desea, al magna de dicha etapa, con lo cual se convierte el carbonato sódico anhidro, que se precipita y separa por medios adecuados.

10. 4^a.- Procedimiento, según reivindicación 1^a, 2^a y 3^a, caracterizado porque la etapa de cristalización se realiza a una temperatura comprendida entre 50^o y 80^oC., aproximadamente.

15. 5^a.- Procedimiento, según reivindicación 1^a, 2^a, y 3^a, caracterizado porque la etapa de cristalización se aplica a una presión inferior a la atmosférica.

6^a.- Procedimiento para la fabricación de carbonato sódico; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid, 26 NOV. 1960

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO