

17 FEB



274705

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a una solicitud de patente de invención, por veinte años, para España y sus Posesiones, por UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE BICARBONATO POTASICO, a favor de la razón social FMC CORPORATION, da nacionalidad estadounidense, residente en Nueva York, 161 East 42nd. Street (EE.UU.)

-----

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de bicarbonato potásico.

El bicarbonato sódico se ha obtenido en la forma habitual, mediante la reacción del cloruro sódico en solución acuosa, con bicarbonato amónico. Este método no es aplicable a la producción de bicarbonato potásico y por ello se han ideado métodos para convertir el cloruro potásico en bicarbonato potásico.

Se sabe que el bicarbonato potásico se puede hacer mediante la reacción del cloruro potásico con el bióxido

5

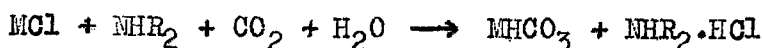
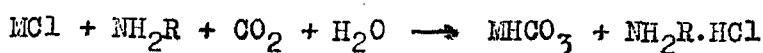
10

-2-274705

17 FEB 1962



de carbono y trimetilamina. Si bien este procedimiento parece eficaz, nunca se utilizó comercialmente debido en apariencia a las producciones escasas obtenidas mediante el mismo. La reacción fundamental puede producirse para obtener resultados elevados si las aminas primaria y secundaria se substituyen por la amina terciaria, trimetilamina. La reacción tiene lugar en la forma siguientes:



Debido al éxito obtenido con las aminas primaria y secundaria, se han llevado a cabo posteriores estudios para encontrar más aminas convenientes, en particular entre las aminas de estas clases. Por ejemplo, se sabe que las aminas de alquilo primaria y secundaria que tienen radicales alquilos conteniendo de 3 á 4 átomos de carbono, resultan, según se ha comprobado, particularmente útiles en el procedimiento. Estas aminas tienen la ventaja, cuando se trata de la preparación de bicarbonato potásico, de que el bióxido de carbono tiene una presión reducida de equilibrio sobre sus bicarbonatos de amina, para que la reacción pueda realizarse a presiones tan bajas como la atmosférica.

En condiciones adecuadas, la reacción para producir bicarbonato potásico del cloruro potásico, puede realizarse de manera eficaz utilizando estas aminas primaria y secundaria preferidas. Sin embargo su utilización produce resultados escasos, incluso a temperaturas moderadamente elevadas, por ejemplo, de unos 40°C cuya temperatura se encuentra con frecuencia en el funcionamiento normal.

Una finalidad de la presente invención consiste en

274705



45

proporcionar un método para producir bicarbonato potásico mediante la reacción de cloruro potásico y bióxido de carbono, en presencia de un reactivo actuando como elemento intermedio, efectuándose la reacción de manera eficaz a temperaturas elevadas, tanto como la del medio ambiente, y a presiones del orden de la atmosférica.

50

Conforme a la presente invención, el bicarbonato potásico se produce mediante la reacción de cloruro potásico y bióxido de carbono, en un sistema acuoso que contenga imina heterocíclica -piperidina- incorporando gas bióxido de carbono dentro de un sistema acuoso agitado, que contenga cloruro potásico y piperidina, para proporcionar el correspondiente bicarbonato potásico e hidrocloreuro de piperidina, y separando el producto de bicarbonato del sistema de reacción en forma de producto sólido. La piperidina puede regenerarse de su hidrocloreuro mediante la reacción con un material alcalino, como por ejemplo el hidróxido sódico o el potásico, un carbonato alcalino o cal, y recupérase sencillamente y con eficacia, como un azeotropo con agua, en una concentración de un 65% de piperidina, en cuya condición puede reciclarse respecto al sistema de reacción.

55

60

65

Las producciones de bicarbonato potásico se consiguen por este procedimiento, siendo por lo menos iguales (y en muchos casos superiores) a las que se lograron hasta el momento presente, teniendo la ventaja significativa de su elevada eficacia, a temperaturas algo elevadas.

70

El método conforme la presente invención, comprende la reacción de la piperidina con bióxido de carbono en un sistema acuoso que contenga cloruro potásico. La piperidina se transforma, mediante el bióxido de carbono y agua, en bicarbonato de piperidina soluble en agua, y este

17 FEB 1952

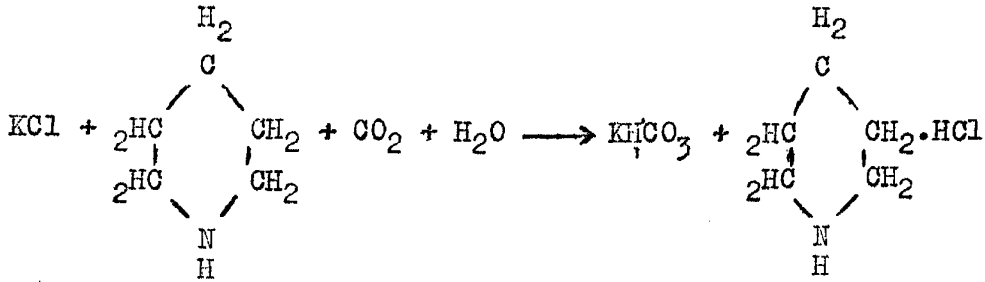


274705

75

producto intermedio reacciona con el cloruro potásico para formar bicarbonato potásico. La reacción se efectúa según la siguiente ecuación desarrollada:

80



85

El bicarbonato potásico precipita como un sólido que puede separarse fácilmente de las aguas madres por filtración, centrifugado o cualquier otro medio adecuado.

90

En la realización de la versión preferente de este procedimiento, el gas bióxido de carbono se pasa a un sistema acuoso conteniendo cloruro potásico y piperidona. El bióxido de carbono se pasa dentro de la solución a una presión tan reducida como lo es una atmósfera, si bien, si se desea, pueden utilizarse presiones más elevadas. Al comienzo de la reacción tiene lugar una fase sólida de cloruro potásico, en contacto con la piperidina soluble en el agua. Se agita la mezcla de la reacción absorbiéndose el gas bióxido de carbono.

95

100

La mezcla de reacción puede tener al mismo tiempo tres fases, es decir, cloruro potásico sólido, bicarbonato potásico y bicarbonato de piperidina sólido. Conforme a lo generalmente establecido, las condiciones con las que se obtendrán producciones más elevadas de bicarbonato potásico sólido, con un mínimo de contaminación de otros sólidos, son aquellas para las que la absorción teórica de CO<sub>2</sub> es más elevada, donde la solubilidad del bicarbonato potásico se ve detenida por la concentración en ex-



27470517

105

ceso de iones de bicarbonato, y donde se encuentran presentes en la mezcla de reacción cloruro potásico sólido y bicarbonato de piperidina sólido, en cantidades tan mínimas como sea posible.

110

Si bien la presencia del cloruro potásico sólido en la mezcla de reacción no efecte perjudicialmente a la producción del producto, lleva a la contaminación del producto deseado de bicarbonato potásico, y, por consiguiente debe evitarse. La contaminación tiene lugar debido al cloruro potásico sólido, al separarse, juntamente con el bicarbonato potásico sólido, de las aguas madres.

115

120

La reacción se realiza con preferencia a una temperatura de unos 10°C a 50°C. Se obtienen producciones excelentes a estas temperaturas en sistemas en los que la escala de la concentración de piperidona oscila entre 6,0 a 11,5 moléculas gramo por cada 1.000 gr. de agua, y los límites de las proporciones moleculares del cloruro potásico de piperidina sean de 1:1 a 1:4: 1. Temperaturas por bajo de unos 10°C pueden utilizarse; sin embargo debido a que la temperatura disminuye por bajo de este punto, tiene lugar la precipitación de la sal de piperidina y el producto se contamina. Además, enfriando hasta estas temperaturas reducidas, resulta difícil de conseguir con esta reacción exotérmica. Temperaturas más elevadas, es decir, sobre unos 50°C pueden utilizarse, si se desea, pero disminuye la producción, incluso con el reactivo de piperidina.

125

130

135

Respecto a las cantidades de ingredientes, los sistemas de reacción que tengan proporciones moleculares de piperidina respecto al cloruro potásico, de 1:1 producen contaminación del producto por el KCl, no siendo recomendables en cuanto a eficiencia o pureza. Utilizando más de



274705

1,4 moléculas de piperidina por molécula de cloruro potásico se tiene, por otra parte, un consumo considerable de piperidina, sin que en realidad se presente ningunas ventaja adicional.

140

Del mismo modo, utilizando menos de unas 6 moléculas gramo de piperidina por cada 1000, gr. de agua en el sistema, se reduce la producción de bicarbonato, mientras que utilizando más de unas 11,5 moléculas gramo de piperidina por 1000 gr. de agua en el sistema, se reduce la producción de bicarbonato, mientras que utilizando más de unas 11,5 moléculas gramo de piperidina por 1000 gr. de agua, no se obtienen ventajas notables en el procedimiento, originándose un consumo considerable de piperidina.

145

150

El procedimiento a que hacemos referencia es de una gran eficacia para la producción de bicarbonato potásico proporcionando elevadas producciones del mismo, bajo condiciones de funcionamiento extraordinariamente sencillas.

155

Por ejemplo, teniendo en cuenta que las aminas previamente preferentes, primaria y secundaria, por ejemplo la amina de isopropilo, actúa eficazmente a temperaturas reducidas, cuando la temperatura se eleva hasta 40°C o cerca de esta cantidad con los reactivos anteriores, las producciones descienden considerablemente. Por otra parte, cuando se

160

utiliza la piperidina en esta reacción, resulta posible actuar con el procedimiento a temperaturas que oscilan entre los 10 y los 50°C con gran eficacia, resultando que hace posible el funcionamiento bajo condiciones frecuentemente aparecidas en la práctica comercial, sin necesidad de tener un equipo excesivo de enfriamiento. Este procedimiento

165

resulta también de utilidad porque el hidrocloreto de piperidina, presente en la reacción, después de la extracción

17 FEB



7 - 274705

170

del producto de bicarbonato potásico, puede regenerarse a piperidina fácilmente mediante el tratamiento con maneriales alcalinos, y después de la destinación proporciona una solución azeotrópica de unos 65% de piperidina en agua, en cuya concentración, la piperidina acuosa puede, sin modificación, reciclarse en la reacción:

175

Los siguientes ejemplos sedan sólo como ilustración del procedimiento que tratamos, pero en modo alguno debe considerarse que limiten el ámbito de la invención:

EJEMPLO I

180

Se pusieron en contacto 70 gr. de cloruro potásico con una solución acuosa de 112 gr. de piperidina en 120 gr de agua. La mezcla se agitó y se hizo pasar por ella una corriente de bióxido de carbono a una temperatura mantenida de unos 20°C hasta que no estuvo disuelta. Se precipitó el bicarbonato potásico; el precipitado contuvo 90 gr. de bicarbonato potásico con una producción del 96%.

185

El residuo de la mezcla de reacción, después de la separación del bicarbonato, fué una fase acuosa que contenía hidrocioruro de piperidina. Esta solución se trató para extraer la piperidina mediante la adición de una cantidad estequiométrica de hidróxido sódico, para transformar el hidrocioruro en piperidina y cloruro sódico. Después de la solución así obtenida, ésta se destiló para proporcionar una parte azeotrópica que contenía aproximadamente un 65% de piperidina.

190

EJEMPLO II

195

El procedimiento del ejemplo I se siguió a excepción de que la temperatura utilizada debidamente fué de 40°C.



- 8 -

274705

El bicarbonato potásico se obtuvo en cantidad de unos 86 gr., lo que significó una producción de un 90%.

200

A manera de comparación con los ejemplos anteriores se utilizó amina de isopropilo en la reacción, en cantidad de 59 gr. juntamente con 52 gr. de cloruro potásico, en 100 gr. de agua. Esta cantidad de amina proporciona una producción elevada para el sistema de amina de isopropilo. Cuando la reacción estuvo por bajo de 20°C se obtuvo el 95% de bicarbonato potásico, mientras que cuando dicha reacción estuvo a 40°C sólo se obtuvo un 80% de producción de bicarbonato potásico.

205

210

Observando estos ejemplos puede apreciarse que el sistema de piperidina es altamente eficaz, proporcionando unas producciones comercialmente aceptables de bicarbonato potásico a elevadas temperaturas o a temperaturas de 20°C mientras que el sistema de amina de isopropilo utilizado anteriormente, tan sólo resulta eficaz a temperaturas inferiores a 20°C

215

Finalmente sólo resta manifestar que en la presente invención cubrán cuantas variantes sean posibles dentro del cuadro general de la misma, sin que éste se altere.

- - - - -

220

NOTA. - Descrito suficientemente lo que antecede sólo resta consignar que lo que se declara propio y nuevo del solicitante es lo contenido en las siguientes:

#### REIVINDICACIONES

1 - Un procedimiento para la producción de bicarbonato potásico, caracterizado porque se hace reaccionar el gas

-9-

274705

17 FEB 1962



225

bióxido de carbono, con un sistema acuoso que contiene cloruro potásico y piperidina, para obtener como resultado bicarbonato potásico e hidrocloreuro de piperidina, separándose el bicarbonato potásico de la mezcla de reacción.

230

2 - Un procedimiento, según reivindicación 1ª caracterizado porque la piperidina se regenera de su hidrocloreuro de piperidina, y se separa una solución ezeotrópica de piperidina, mediante destilación, de la mezcla de reacción residual.

235

3 - UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE BICARBONATO POTASICO.

- - - - -

240

Todo según va descrito en la presente memoria, que consta de nueve hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara con un total de doscientas cuarenta líneas numeradas al margen.

Madrid 17 febrero 1962

P. 2ª