

406387



406.387

Int. Cl.: C 07 F

406387

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

por "PROCESO PARA LA PREPARACION DE DICLOROISOCIANURATOS ALCALINOS", a favor de la firma, SOCIEDAD ANONIMA GROS, residente en Barcelona, Paseo de Gracia 56.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a la fabricación de sales alcalinas del ácido dicloroisocianúrico, y más especialmente a la fabricación del dicloroisocianurato sódico.

5.

El dicloroisocianurato sódico es un poderoso agente de cloración, desinfección y blanqueo muy soluble en agua y con un elevado contenido en cloro activo, por lo que tiene gran aplicación en diversos campos como la depuración de aguas, tratamiento de fibras y formulaciones de agentes de limpieza. Tiene sobre otros agentes de blanqueo las ventajas de su alta solubilidad, alto contenido en cloro activo y gran estabilidad para el almacenaje

10.

406387

-4 S



en forma sólida, así como en mezcla con detergentes y otros productos en estado sólido. No produce gránulos insolubles sobre tejidos y otros materiales, evitando la aparición de manchas, ni aumenta la dureza de las

5. aguas tratadas con él, comunicando a las soluciones acuosas "per se" un pH de aproximadamente 6,5 que la hace compatible con muchas condiciones de trabajo.

- Los métodos conocidos hasta la fecha para la preparación de sales alcalinas del ácido dicloroisocianúrico se fundan en la obtención previa del ácido dicloroisocianúrico que se neutraliza posteriormente mediante hidróxidos o carbonatos alcalinos para dar las correspondientes sales de sodio o potasio cuyas soluciones necesitan concentrarse en condiciones adecuadas (llegándose a requerir la evaporación a vacío) a pesar de lo cual y trabajando a bajas temperaturas se produce una descomposición parcial con disminución del contenido en cloro activo. Otro tanto puede decirse de la concentración a temperaturas altas (de 80°C o superiores). Para evitar estos inconvenientes se describen procesos (véase patente alemana 1.174.789 del 25-11-1960 en los que se parte de ácido dicloroisocianúrico húmedo al que se agrega la cantidad equivalente de álcali en forma de carbonato, recomendándose mantener la temperatura entre 0°C y 20°C y el pH entre 5 y 7. Sin embargo los citados procesos tienen el inconveniente de que necesitan una homogeneización tan perfecta, que en la práctica resulta inasequible, para evitar que en el punto en donde cae al reactor de mezcla el carbonato alcalino anhidro se produzca una eleva-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

406387



- ción local de pH por encima de los valores recomendados con el desprendimiento de cloro consiguiente, en detrimento del contenido en cloro activo del producto final. Además, el tal proceso requiere que el ácido dicloroisocianúrico que se emplea en forma de torta húmeda esté exento de iones cloruro que favorecen sensiblemente esta descomposición. Otro inconveniente que hay que considerar es que el gas carbónico que se produce al adicionar el carbonato alcalino sólido dificulta el mojado de las partículas de carbonato que caen y favorece la formación circunstancial de carbonatos alcalinos hidratados en forma de grumos, y produce además la flotación de las partículas de ácido dicloroisocianúrico libre en el que, queda absorbido en parte el CO_2 . Todo ello provoca una marcha de neutralización engorrosa y con pérdidas de cloro.
- 5.
- 10.
- 15.

Entre los procedimientos de fabricación del ácido dicloroisocianúrico, son más aconsejables aquellos que (véase patente U.S.A. 2.913.460 de 17-11-1959) parten del tricloroisocianúrico y cianúrico en medio acuoso ya que permiten obtener el ácido dicloroisocianúrico con un elevado grado de pureza y evitar la presencia de iones cloruro.

20.

Sin embargo el objeto fundamental de esta invención no es el procedimiento de fabricación del ácido dicloroisocianúrico, sino concretamente el de la fabricación directa de las sales alcalinas de dicho ácido. Los procedimientos que requieren la preparación previa del ácido dicloroisocianúrico y posterior neutralización con un álcali, presentan mayores complicaciones ope-

25.

406387



5. ratorias con el consiguiente encarecimiento del proceso y baja de rendimiento y pureza del producto final. Por otra parte si se quieren reciclar las aguas madres procedentes de la fabricación de la sal alcalina, como hacemos en nuestro procedimiento, se observa, durante la neutralización del ácido dicloroisocianúrico previamente obtenido, un empobrecimiento gradual de la pureza del producto final por pérdida de cloro activo. Todos estos inconvenientes quedan resueltos con la innovación que representa el procedimiento objeto de la presente invención.

10. Una de las ventajas de esta invención consiste en haber encontrado un proceso de fabricación de dicloroisocianurato sódico muy simplificado, que permite, aparte de su economía, evitar las pérdidas de cloro activo que se producen reduciendo el tiempo del proceso y el número de operaciones necesarias para llegar al producto final. Otra ventaja de esta invención es que se evita la necesidad de evaporar agua para cristalizar el dicloroisocianurato sódico, lo que además de encarecer el proceso va en detrimento de la pureza del producto.

15. El objeto fundamental de esta invención es, por consiguiente, la obtención de dicloroisocianurato sódico por cloración de una mezcla de cianurato monosódico y bicarbonato sódico con ácido tricloroisocianúrico en las proporciones adecuadas para cada componente.

20. Una versión del modo operativo del proceso objeto de esta invención es la siguiente:

25. Se suspenden dos moles de ácido tricloroisocianúrico seco, o preferentemente húmedo, con aproximada-



- mente un 30% de humedad, en un reactor que contiene solución saturada de dicloroisocianurato sódico. Sobre esta suspensión que se mantiene en continua agitación se deja caer una suspensión en solución saturada en dicloroisocianurato sódico que contiene un mol de cianurato monosódico y 2 moles de bicarbonato sódico. La adición de esta última suspensión se hace en forma tal que el pH de mezcla final se mantenga entre 5 y 5,5. Con ello el desprendimiento de CO_2 es rápido y las burbujas formadas son de gran tamaño sin que se produzca la flotación de las partículas en suspensión de la masa. La cloración se produce en forma inmediata y el tiempo requerido es solamente el necesario para homogeneizar la mezcla siendo como máximo quince minutos. A continuación se procede a la filtración y se seca el producto con un contenido aproximado del 30% de humedad en corriente de aire caliente durante 16 horas a 45°C y 8 horas a 85°C con lo que se obtiene un rendimiento prácticamente cuantitativo de un producto cuyo contenido en cloro activo llega hasta el máximo teórico, es decir, de un 64,5 %. Las aguas madres de centrifugación se mantienen fuera de la acción de la luz a temperatura ambiente para una posterior utilización, siendo perfectamente estables en estas condiciones. Como la cantidad de agua evaporada en el secado es superior a la producida químicamente en la neutralización del bicarbonato sódico, la disminución de volumen de aguas madres a reciclar se compensa por adición de la correspondiente cantidad de agua. El volumen de aguas madres necesario por operación no es crítico siendo su -
5.
10.
15.
20.
25.

406387

-4 SEP



ficiente con que la suspensión mantenga la fluidez necesaria para que se pueda agitar cómodamente.

- Otra versión del proceso objeto de esta invención consiste en adicionar sobre una suspensión en solución saturada de dicloroisocianurato sódico que contiene un mol de cianurato monosódico y 2 moles de bicarbonato sódico cuyo pH es 7 otra suspensión en solución saturada de dicloroisocianurato sódico con dos moles de ácido tricloroisocianúrico húmedo. El pH final queda en 5,5. Con ello el desprendimiento de CO_2 es rápido y las burbujas formadas son de gran tamaño sin que se produzca la flotación de las partículas en suspensión de la masa. La cloración se produce de forma inmediata y el tiempo requerido es solamente el necesario para homogeneizar la mezcla como máximo quince minutos. A continuación se procede a la filtración y se seca el producto con un contenido aproximado del 30 % de humedad en corriente de aire caliente durante 16 horas a 45°C y 8 horas a 85°C , con lo que se obtiene un rendimiento prácticamente cuantitativo de un producto cuyo contenido en cloro activo es de hasta 64,5 %. Las aguas madres de centrifugación se mantienen fuera de la acción de la luz a temperatura ambiente para una posterior utilización, siendo perfectamente estables en estas condiciones. Como la cantidad de agua evaporada en el secado es superior a la producida químicamente en la neutralización del bicarbonato sódico, la disminución de volumen de aguas madres a reciclar se compensa por adición de la correspondiente cantidad de agua. El volumen de aguas madres necesario por opera -
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



ción no es crítico siendo suficiente con que la suspensión mantenga la fluidez necesaria para que se pueda agitar cómodamente.

Los siguientes ejemplos ilustran mejor la aplicación del proceso objeto de esta invención:

5.

Ejemplo 1.

- En un reactor provisto de agitación mecánica conteniendo 5 litros de solución acuosa saturada de dicloroisocianurato sódico, se suspenden 465 gramos (2 moles) de ácido tricloroisocianúrico (564,5 gramos de tricloroisocianúrico con un contenido en humedad del 30%). Sobre esta suspensión que se mantiene en continua agitación se deja caer lentamente, para facilitar el desprendimiento de CO_2 , 1 litro de solución acuosa saturada de dicloroisocianurato sódico que contiene en suspensión 129,1 gramos (1 mol) de ácido cianúrico, y 252 gr. (3 moles) de bicarbonato sódico. La suspensión así formada contiene 1 mol de cianurato monosódico y 2 moles de bicarbonato sódico. El pH de la mezcla final se mantiene durante la adición entre 5 y 5,5 (tiempo de adición 15 minutos). La adición se lleva a cabo a la temperatura ambiente. Terminada la adición se centrifuga. El producto resultante (humedad 30% aproximadamente) se seca en corriente de aire caliente a 45°C durante 16 horas y a 85°C durante 8 horas obteniéndose 659 gramos (rendimiento aproximadamente del 100%) de dicloroisocianurato sódico en un contenido en cloro activo hasta 64,5%. Las aguas madres procedentes de la centrifugación, saturadas en dicloroisocianurato sódico sirven
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

406387 - 4



para posteriores operaciones y son estables a temperatura ambiente fuera de la acción de la luz.

Ejemplo 2

5. En un reactor provisto de agitación mecánica conteniendo 5 litros de solución acuosa saturada de dicloroisocianurato sódico, se suspenden 129,3 gramos (1 mol) de ácido cianúrico y 252 gramos (3 moles) de bicarbonato sódico. El pH resultante es de 7. La suspensión así formada contiene 1 mol de cianurato monosódico y 2 moles de bicarbonato sódico.

10. Sobre esta suspensión que se mantiene en continua agitación se vierte lentamente, para facilitar el desprendimiento de CO_2 , 1 litro de solución acuosa saturada de dicloroisocianurato sódico que contiene en suspensión 465 gramos (2 moles) de ácido tricloroisocianúrico (664,5 gramos de tricloroisocianúrico con un contenido en humedad del 30%), (tiempo de adición 15 minutos). La adición se lleva a cabo a la temperatura ambiente. El pH final de la mezcla es de 5,5. Terminada la adición se centrifuga. El producto resultante (humedad 30% aproximadamente) se seca en corriente de aire caliente a 45°C durante 16 horas y a 85°C durante 8 horas, obteniéndose 658,5 gramos (rendimiento del 100% aproximadamente) de dicloroisocianurato sódico en un contenido en cloro activo hasta 64,5%.

15. Las aguas madres procedentes de la centrifugación, saturadas en dicloroisocianurato sódico sirven para posteriores operaciones y son estables a temperatura ambiente fuera de la acción de la luz.

20.

25.



REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

- 5. 1. Proceso para la preparación de dicloroisocianuratos alcalinos, preferentemente dicloroisocianurato sódico, caracterizado por efectuarse una cloración directa de una suspensión en solución acuosa saturada de dicloroisocianurato sódico, conteniendo proporciones de 1 mol de cianurato monosódico por 2 moles de bicarbonato sódico, mediante una fuente de cloro constituida por otra suspensión que contiene la proporción de 2 moles de ácido tricloroisocianúrico en solución acuosa saturada en dicloroisocianurato sódico; en cuyo proceso reaccional se adicionan ambas suspensiones una sobre otra, indistintamente, en el orden preferido, cristalizando el dicloroisocianurato sódico formado, o, en su caso, la sal alcalina correspondiente, espontáneamente, sin técnicas evaporatorias posteriores.
- 10. 2. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado por conducirse la reacción en forma tal que el pH oscila durante la operación entre valores de 7 y 5, estabilizándose finalmente a pH 5,5.
- 15. 3. Proceso según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura a que se verifica la reacción se mantiene entre 5 y 35°C y, preferentemente entre 15°C y 25°C.
- 20. 4. Proceso según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las aguas madres, resultantes de
- 25.



la separación del producto final cristalizado, se reincorporan al proceso en operaciones sucesivas, previa la adición opcional del agua necesaria para mantener el volumen constante de las mismas; y estabilizándose su composición, en cuanto a su contenido en cloro activo, manteniéndolas fuera del contacto de la luz, a temperatura ambiente y a pH 5,5.

5.

5. Proceso, según las reivindicaciones 1, 2 y

3, caracterizado en que el dicloroisocianurato sódico obtenido se seca en corriente de aire caliente en dos etapas sucesivas, la primera durante un período de 16 horas a temperatura comprendida entre 35º y 50º C, preferentemente a 45º C, y la segunda a temperatura comprendida entre 50º y 90º C y preferentemente a 85º C.

10.

15.

6. Proceso para la preparación de dicloroisocianuratos alcalinos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 10 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 14 SET 1972

P. S. JAVIER ISERN
p. p.

Firmado: JOSE L. MCRA