



P.- 52.373

DCR-B-PKT/AMD S.71/52

| |
|------------------|
| Int. Cl.: CO 1 B |
|------------------|

MEMORIA DESCRIPTIVA

Para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

A nombre de SOLVAY & CIE

entidad belga

con domicilio en rue du Prince Albert 33, B-1050 Bruse-
las, Bélgica.

por: "UN PROCEDIMIENTO CONTINUO DE FABRICACION DE
PERCARBONATO DE SODIO". (Clase Internacional CO1b)

31.10.72

- 1 -

408219



La invención se refiere a un procedimiento continuo de fabricación de percarbonato de sodio a partir de soluciones acuosas de peróxido de hidrógeno y de carbonato de sodio.

5 La fabricación clásica del percarbonato de sodio por cristalización en fase acuosa lleva consigo la introducción de los reactivos en un medio de reacción acuoso, la precipitación del percarbonato de sodio entre 10 y 20°C en presencia de un reactivo salino ("agent de relargage"),
10 por ejemplo NaCl, la separación de las aguas madres y el secado del percarbonato de sodio escurrido por ejemplo en leche fluidizado. Este procedimiento requiere varias operaciones de ingeniería química que lo hacen oneroso.

Otros procedimientos, como el secado por pulverización,
15 ción, proporcionan productos pulverulentos o en cristales finos.

Por último, la fabricación del percarbonato de sodio por reacción directa de las soluciones acuosas de H_2O_2 y de Na_2CO_3 en un secador de leche fluidizado, es decir por
20 cristalización y secado simultáneos en un reactor de leche fluido, muy sencilla desde el punto de vista del equipo necesario, presenta sin embargo ciertos inconvenientes, en particular pérdidas de H_2O_2 por arrastre en el aire de fluidización así como por descomposición.

25 La Sociedad Solicitante se ha fijado por objeto reme-

408219



diar los inconvenientes anteriores, esforzándose por poner a punto un procedimiento flexible que permita fabricar sobre demanda percarbonato de sodio de granulometría deseada.

5 La Sociedad Solicitante ha encontrado que se puede alcanzar un tal resultado operando de manera continua a partir de soluciones acuosas de H_2O_2 y Na_2CO_3 .

De acuerdo con la presente invención, dichas soluciones se introducen en un mezclador alimentado simultáneamente por percarbonato de sodio seco, el producto húmedo resultante se envía seguidamente a un secador, una parte alícuota del percarbonato de sodio seco que sale del secador se tamiza de tal manera que se obtenga percarbonato de sodio de granulometría deseada en cantidad correspondiente a la del percarbonato de sodio introducido por los reactivos de alimentación, mientras que el resto del percarbonato de sodio seco que sale del secador, así como la fracción de percarbonato de sodio fino obtenida por trituración del rechazo del tamizado se reciclan al mezclador.

20 De esta manera, la repartición de las dos soluciones de reactivos sobre los granos de percarbonato de sodio seco se efectúa por el efecto de mezclado, de tal suerte que no son de temer pérdidas de H_2O_2 .

25 Para la realización del procedimiento, pueden ser convenientes diferentes tipos de mezcladores continuos, en

408219



particular una cuba con uno o dos ejes provistos de paletas, un mezclador de tornillo, un tambor rotativo equipado con un rascador, etc.; la Sociedad Solicitante utiliza con preferencia un mezclador provisto de un eje de paletas.

Asimismo, para la operación de secado subsiguiente, pueden ser utilizados los secadores industriales corrientes tales como los tambores rotativos, los secadores de vibraciones, los secadores verticales de aire, así como los secadores de lecho fluido. En la práctica de la invención, la Sociedad Solicitante prefiere servirse de un secador de lecho fluido; en este caso, el percarbonato de sodio fino arrastrado por el aire de fluidización se recicla también ventajosamente al mezclador.

La presencia de percarbonato de sodio fino en el mezclador es esencial para la buena marcha del procedimiento: en efecto, el producto recogido será forzosamente más grueso que el percarbonato de sodio reciclado al mezclador, dado que las soluciones de los reactivos se depositan sobre los gránulos del percarbonato de sodio reciclado para provocar de tal manera un revestimiento de éste. La introducción de percarbonato de sodio fino en el mezclador se asegura por el reciclado después de la trituración de la fracción de producto demasiado gruesa, es decir, del rechazo de tamizado de la parte alícuota de percarbonato de so-

406219



-3 NOV. 1972

5 dio seco retirada a la salida del secador; en el caso de que el secado del percarbonato de sodio húmedo se efectúa en un secador de lecho fluidizado, es también ventajoso, por tanto, reciclar al mezclador el percarbonato de sodio fino arrastrado por el gas de fluidización.

10 La parte alícuota de percarbonato de sodio retirada a la salida del secador para ser tamizada y proporcionar el producto deseado no es más que una fracción de la cantidad total del percarbonato de sodio que sale del secador; en efecto, se ha comprobado que la cantidad de percarbonato de sodio seco que se recicla al mezclador debe ser suficiente para que el producto que sale del mezclador tenga una humedad inferior a 5-10% en peso, según el tipo de mezclador utilizado, con el fin de evitar la formación de aglomerados indeseables.

15 Para la buena marcha del procedimiento, es preferible introducir los dos reactivos en el mezclador en estado de soluciones acuosas; en efecto, cuando se introducen por separado en el mezclador una solución acuosa de H_2O_2 y carbonato de sodio anhidro, los dos reactivos reaccionan de manera incompleta, lo que da lugar a un percarbonato de sodio cuyo contenido en oxígeno activo es demasiado bajo; además, el carbonato de sodio sólido se fija sólo parcialmente sobre los granos de percarbonato de sodio introducidos igualmente en el mezclador, lo que provoca la

31.10.72

400210



formación de una cantidad muy importante de finos.

Con preferencia, se utilizan soluciones acuosas que
contengan de 20 a 70% de H_2O_2 en peso, y una solución
acuosa de carbonato de sodio que contiene de 15 a 34% en
5 peso, con preferencia del orden de 30% en peso; bien en-
tendiéndose, que estas soluciones pueden contener los estabi-
lizadores usuales del percarbonato de sodio o sus precur-
sores; así, si el estabilizador seleccionado es el silica-
to de magnesio, se puede utilizar una solución acuosa de
10 H_2O_2 que contenga sulfato de magnesio y una solución acuo-
sa de Na_2CO_3 que contenga silicato de sodio.

Cuando se utiliza un secador de lecho fluido en la
etapa del secado, se recomienda mantener la temperatura
del lecho preferiblemente entre 55 y 80°C, y no sobrepasa-
15 rar una temperatura de 100°C; por otra parte, es preferi-
ble también limitar al 80% la humedad relativa del gas de
secado --habitualmente aire-- en el secador con el fin de
evitar en el mismo en el mayor grado posible una descom-
posición demasiado importante del percarbonato de sodio.

20 La descripción que sigue en relación con el dibujo
adjunto, a título de ejemplo no limitativo, ayudará a com-
prender perfectamente cómo se puede llevar a la práctica
la invención.

25 La figura única representa esquemáticamente un con-
junto de aparatos que permiten la puesta en práctica del

408219



-3 NOV. 1972

procedimiento de acuerdo con la invención.

Un mezclador 1 de 70 l. de capacidad es alimentado por dos transportadores vibrantes 2 y 3. El transportador 2 permite añadir el percarbonato seco reciclado así como las soluciones de H_2O_2 y de Na_2CO_3 ; estas soluciones pueden, sin embargo, ser añadidas también directamente al mezclador 1, sirviendo entonces únicamente el transportador 2 para el reciclado del percarbonato seco, o pudiendo incluso ser suprimido. El transportador 3 está equipado con una tolva de alimentación 4 y permite regularizar la introducción continua de los gérmenes de percarbonato constituidos:

- por el percarbonato fino arrastrado por el aire de fluidización en el conducto 5 y recogido en el ciclón 6;
- por el percarbonato fino que procede del rechazo de la producción en el tamiz 18, que se hace pasar al triturador 19;
- por el rechazo sobre el tamiz 14 del percarbonato que sale del secador de lecho fluido 9 después de trituración en el triturador 19.

El percarbonato húmedo sale del mezclador 1 por la salida de rebosamiento 7 regulada al mismo nivel del eje, y pasa a un tamiz vibrante 8 de 10 mm de abertura de malla. Gracias a este tamiz, sobre el que se han depositado unas

408219



cuantas bolas gruesas de porcelana, se evita la introducción en el secador de lecho fluido 9 de los aglomerados de percarbonato de sodio húmedo eventualmente formados en el mezclador 1.

5 El secador de lecho fluido 9 se construye de acero inoxidable. Está constituido por una parte cilíndrica coronada por un ensanchamiento cónico que desemboca en una segunda sección cilíndrica. En este secador 9, la capa fluidizada está confinada en la parte cilíndrica inferior; 10 ésta está provista de una doble envoltura 10 para la circulación de vapor de agua.

La base del lecho está constituida por una chapa de acero inoxidable 11, perforada con orificios de 2 mm de diámetro distantes entre sí 18 mm (36 orificios por dm^2); 15 dicha chapa perforada asegura un reparto correcto del aire de fluidización.

El lecho está equipado con una placa de separación 12 que divide el lecho en dos compartimientos desiguales, que equivalen respectivamente al 27 y 73% del volumen útil. 20 El percarbonato de sodio húmedo se introduce en el compartimiento mayor y debe pasar bajo la placa de separación para llegar al compartimiento pequeño, del que se evacua el percarbonato seco por la tubuladura 13.

El lecho trabaja en ligera depresión gracias a un ventilador 24 que aspira el aire de fluidización cargado de 25

408219



-3 NOV 1972

percarbonato de sodio fino a través del ciclón 6; los finos son trasegados del ciclón 6 y enviados nuevamente al mezclador 1 por 4 y 3.

5 El percarbonato de sodio seco que sale del secador 9 por la tubuladura 13 pasa sobre un tamiz vibrante 14 que retiene las costras y los aglomerados; el rechazo se envía por el conducto 15 al triturador 19 y se recicla después al mezclador 1 por el conducto 25.

10 El percarbonato de sodio seco pasado por el tamiz 14 se vierte en la tolva 16 de donde, por rebosamiento, una parte alícuota es enviada por la tubuladura 17 sobre el tamiz 18 equipado con una tela cuya abertura de malla está fijada por la granulometría deseada para la producción; el percarbonato de sodio que pasa a través del tamiz 18
15 constituye el producto acabado. El rechazo del tamiz 18 pasa al triturador 19 y es reenviado luego al mezclador 1 por el conducto 25.

El resto del percarbonato seco sale de la tolva 16 por un conducto de elevación por aire comprimido ("air
20 lift") 21 alimentado con percarbonato de sodio mediante un tornillo sin fin 20. La estanqueidad de esta introducción se logra gracias a la capa de percarbonato de sodio que se encuentra en la tolva de alimentación 16 del tornillo sin fin 20.

25 La separación del percarbonato seco reciclado y del

31.10.72

408210



aire se realiza por medio de un ciclón 22 equipado con un filtro de manga 23.

Ejemplo

5 En el aparato representado en la figura única, se ha adaptado al tamiz 18 una tela de abertura de malla igual a 0,5 mm, mientras que el tamiz vibrante 14 posee aberturas de malla de 2 mm; el ensayo ha tenido una duración de una semana.

10 Para este ensayo de larga duración, las condiciones operatorias adoptadas son las siguientes:

Por intermedio del transportador vibrante 2 se introducen, por hora:

- 15 - 7,5 kg de H_2O_2 al 24% (o sea, 1,80 kg de H_2O_2 al 100% por hora), que contiene 30 g de $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ /kg de H_2O_2 al 100%;
- 12,7 kg de Na_2CO_3 al 30% (o sea, 3,82 kg de Na_2CO_3 al 100% por hora), que contiene 40 g de silicato de sodio de 36^e Baumé/kg de Na_2CO_3 al 100%; la relación molar H_2O_2/Na_2CO_3 es, por tanto, de 1,47;
- 20 - 450 a 500 kg de percarbonato de sodio seco reciclado por el conducto de elevación por aire comprimido 21.

Por intermedio del transportador vibrante 3 se introducen, por hora:

- 7 a 8 kg de percarbonato fino procedente del ciclón 6;
- 25 - 5,5 a 7 kg de percarbonato fino procedente del trituradora-



- 3 NOV. 1972

408219

5 dor 19, el cual es alimentado por 0,5 a 1 kg de costras y de aglomerados recogidos sobre la rejilla de 2 mm de abertura de malla 14 y por 5 a 6 kg de percarbonato de sodio que constituye el rechazo del tamiz 18; la trituración se regula para dar finos cuyo diámetro medio sea del orden de 0,1 a 0,2 mm.

La humedad del percarbonato de sodio a la salida del mezclador 1 alcanza de 3 a 4%, y el tiempo de permanencia en el mismo es de 2 a 4,5 minutos.

10 El producto húmedo que sale del mezclador 1 se envía al secador de lecho fluido 9, en el que reinan las siguientes condiciones:

- caudal de aire: $60 \text{ m}^3/\text{h}$;
- temperatura del aire introducido: 220°C ;
- 15 - temperatura del lecho: 70°C ;
- velocidad del aire en el lecho: $0,67 \text{ m/seg}$;
- vapor de agua en la doble envoltura 10: a 9 atmósferas absolutas, es decir a 175°C ;
- humedad relativa del aire de salida: 75% aproximadamente.

20 Debe observarse que el rechazo de la producción en el tamiz de 0,5 mm de abertura de malla 18 permanece constante durante todo el ensayo en un valor aproximadamente igual a la cantidad de producto que pasa por el tamiz, es decir a la cantidad de producto acabado que se recoge, la cual
25 es de $5,62 \text{ kg/h}$; el diámetro medio del percarbonato de so-

408219



1972

dio reciclado permanece, por tanto, próximo a 0,5 mm a todo lo largo del ensayo.

Las características físicas del percarbonato de sodio obtenido son las siguientes:

| | | |
|----|--|-------|
| 5 | Oxígeno activo, en g/kg | 142 |
| | Peso específico aparente, en kg/dm ³ | 1,14 |
| | Fluidez, en segundos | 3 |
| | Granulometría: | |
| | % de rechazo en el tamiz de: 0,500 mm | 0,2 |
| 10 | 0,350 mm | 42,7 |
| | 0,250 mm | 86,7 |
| | 0,125 mm | 99,9 |
| | 0,088 mm | 100,0 |
| | diámetro medio, en mm | 0,255 |
| 15 | Índice de desgaste, en % | <1 |
| | Estabilidad, % de oxígeno activo perdido: | |
| | - después de 7 y 14 días a 50°C y con 68% de humedad relativa: 2 y 4 | |
| | - después de 1 h a 100°C: 7 | |

20 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Francia, el 15 de Noviembre de 1971, bajo el N^o 7140860, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

4082



3 NOV. 1972

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento continuo de fabricación de percarbonato de sodio a partir de soluciones acuosas de peróxido de hidrógeno y de carbonato de sodio, caracterizado por el hecho de que se introducen dichas soluciones en un mezclador alimentado por percarbonato de sodio seco reciclado, por el hecho de que se seca el producto húmedo resultante, por el hecho de que se toma una parte alícuota del percarbonato de sodio que sale del secador, siendo tamizada esta parte alícuota de tal manera que se recoge el percarbonato de sodio de granulometría desecha en cantidad correspondiente a la incorporada por los reactivos, y por el hecho de que se recicla al mezclador el percarbonato de sodio seco constituido por el resto del percarbonato de sodio que sale del secador y el percarbonato de sodio fino obtenido por trituración del rechazo de la parte alícuota de percarbonato de sodio retirada que queda sobre el tamiz.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el mezclador está

31.10.72

- 13 -

4082



constituido por una cuba provista de ejes de paletas.

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el secado se efectúa en un secador de lecho fluido y por el hecho de que el
5 percarbonato de sodio fino reciclado al mezclador lleva consigo además el percarbonato de sodio fino arrastrado por el gas de fluidización del secador.

4.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la cantidad total de
10 percarbonato de sodio seco reciclada al mezclador es tal que el contenido en agua del percarbonato de sodio húmedo que sale de dicho mezclador no sobrepasa el 10% en peso.

5.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se utiliza una solu-
15 ción acuosa de concentración comprendida entre 20 y 70% en peso de peróxido de hidrógeno y una solución acuosa de concentración comprendida entre 15 y 34% en peso de carbonato de sodio.

6.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 20 3, caracterizado por el hecho de que en el curso del secado en lecho fluido la temperatura del lecho no sobrepasa los 100°C, y por el hecho de que la humedad relativa del gas de secado no sobrepasa el 80% en el lecho fluido.

7.- Un procedimiento continuo de fabricación de per-
25 carbonato de sodio.

31.10.72

- 14 -

408219



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

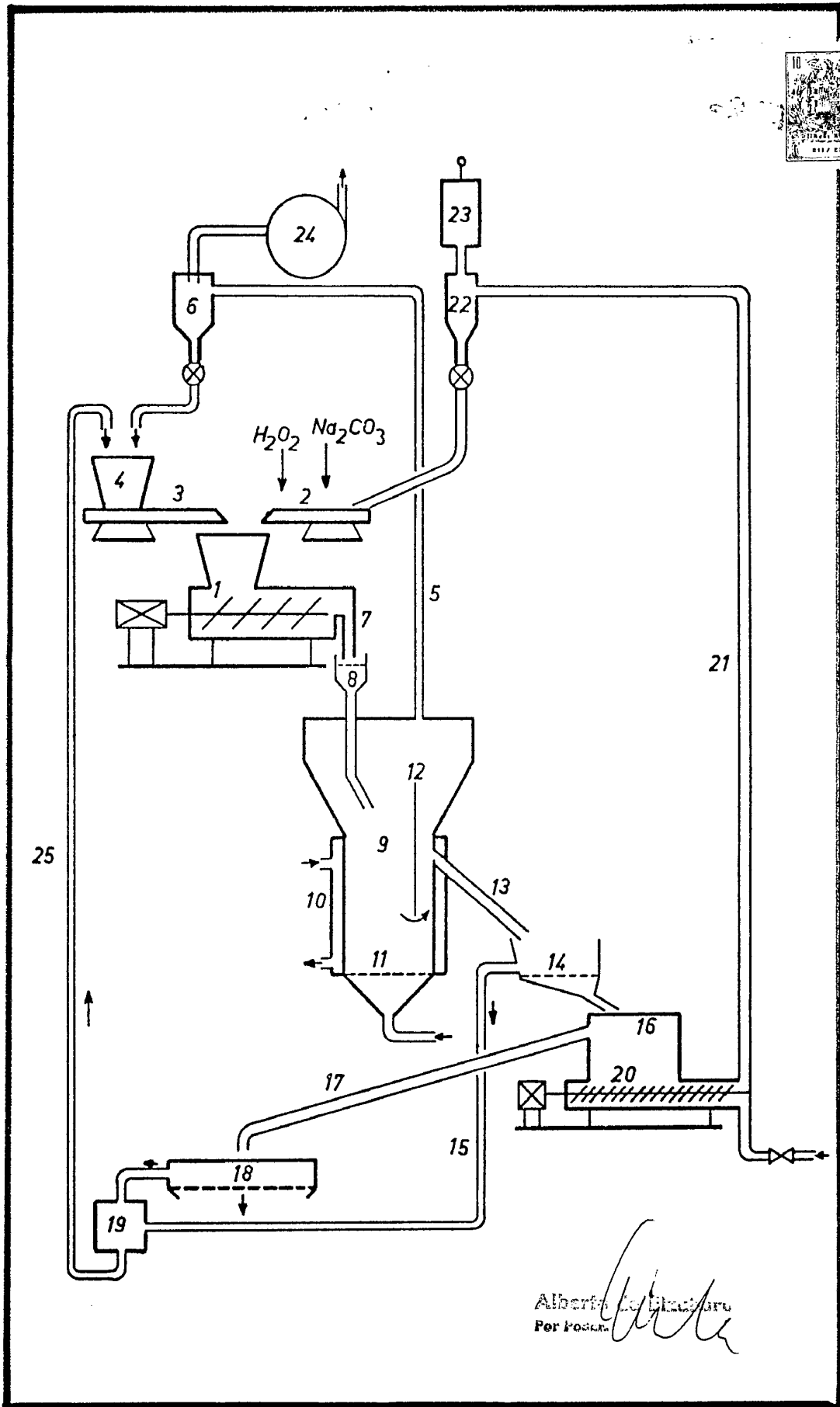
Esta Memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, -3 NOV. 1972
P.A.

Alberio de Elizaburu
Per Poder

31.10.72
H.M.C.

- 15 -



Alberto Co. Electrolyte
For Process