



PATENTE DE INVENCION

Order letter No. 1585.

COFE

428242

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE DIHIDRATO DE DICLORO ISOCIANURATO SODICO.

=====

Solicitante: FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 633 Third Avenue, New York, New York 10017, EE.UU. de A.

=====

Esta invención se relaciona con la producción de dihidrato de dicloroisocianurato sódico de baja densidad en masa a partir de cristales humedecidos con agua de materiales de alimentación de dihidrato de dicloroisocianurato sódico.

5



5 Los dicloroisocianuratos son materiales bastante conocidos que se utilizan ampliamente como fuentes de cloro disponible en las composiciones sólidas de blanqueo, higiénicas y detergentes. Las sales sódicas y potásicas son las más utilizadas ampliamente en composiciones de lavado, a causa de que son muy solubles y fácilmente eliminadas por aclarado. Se sabe que los compuestos de dicloroisocianurato sódico existen en tres formas, especialmente, la forma anhidra, el 10 monohidrato (conteniendo aproximadamente 7,6 % de agua de hidratación en peso) y el dihidrato (conteniendo aproximadamente 14,1 % de agua de hidratación en peso). Véase las patentes USA de Symes Nos. 3.035.056 y 3.035.057.

15 Uno de los procedimientos de la técnica anterior para la producción de dihidrato de dicloroisocianurato sódico, comprende la cloración de isocianurato trisódico con cloro gaseoso. Los sólidos de dihidrato producidos por cloración son separados del resto de la fase acuosa por métodos bien conocidos para la separación de sólidos de líquidos, y a continuación se secan para separar el agua sin combinar y producir 20 dicloroisocianurato sódico seco. Los dihidratos producidos de este modo tienen densidades en masa de aproximadamente 0,56 g/cc. Estos dihidratos son eficaces como fuente de cloro disponible cuando se mezclan con componentes de composiciones sólidas blanqueantes y detergentes que tienen la misma densidad en masa. Sin embargo, cuando se mezclan con componentes de 25 una formulación blanqueante o detergente de baja densidad en masa o de tipo esponjoso, no se obtienen formulaciones uniformes puesto que las formulaciones segregan durante su almacenamiento o transporte. Esta segregación se traduce en formulaciones heterogéneas que no producen una acción higiénica 30



y/o blanqueante consistente.

En la Patente USA de Brown et al No. 3.293.188, se describe un intento para producir un preparado de composiciones blanqueantes, esterilizantes y desinfectantes con diversas densidades en masa. Brown et al describe el mezclado de un dicloroisocianurato (en forma ácida o de sal) con una mezcla de agentes vehículos sinérgica de tripolifosfato sódico y decahidrato de sulfato sódico. Esta mezcla se calienta y enfría para formar una lechada o masa plástica, la cual se seca entonces a temperaturas elevadas, aproximadamente 95°C, y se pulveriza para formar un producto en polvo con una "baja densidad en masa" cuyo contenido en agua puede variar entre 7 y 30%. La densidad en masa del producto final depende de la cantidad de agua empleada para la combinación del agente vehículo y el dicloroisocianurato. Los contenidos en humedad comprendidos entre 5 y 15 % en peso forman productos homogéneos densos después del secado. A medida que los contenidos en humedad se incrementan hasta un 50 % en peso, se producen, tras el secado, composiciones cuyas densidades en masa disminuyen progresivamente. La gama de densidad en masa para las composiciones producidas de este modo, son de 0,439 a 0,802 g/cc.

Brown et al's utilizan altas temperaturas (95°C) para secar sus composiciones, lo cual se traduce en la descomposición del dicloroisocianurato y en la obtención de un producto en donde el componente de dicloroisocianurato sódico debe tener la forma anhidra y/o la del monohidrato. Dicha descomposición se traduce también en una disminución del contenido en cloro disponible del producto. A pesar de que las patentes establecen que sus productos son materiales de "baja densidad en masa", estos productos, cuando se mezclan con formulaciones



blanqueantes o detergentes de baja densidad en masa o de tipo esponjoso, comienzan a segregarse durante su transporte o almacenamiento. La segregación se traduce en formulaciones que dejan de rendir una acción higiénica y/o blanqueante consistente.

5 El objeto de esta invención consiste en producir un producto de baja densidad en masa, resistente a la descomposición térmica, de libre fluencia y estable en el almacenamiento, sin pérdida de cloro disponible, que no se apelmazará, apelotonará ni se licuará cuando se combine y envase, y que
10 puede ser mezclado o combinado con formulaciones desinfectantes, blanqueantes o detergentes de baja densidad en masa o de tipo esponjoso.

Según la presente invención, puede prepararse un dihidrato de dicloroisocianurato sódico de baja densidad en
15 masa, resistente a la descomposición térmica, de libre fluencia y estable en el almacenamiento, a partir de cristales humedecidos con agua de dihidrato de dicloroisocianurato sódico, poniendo en contacto los cristales de dihidrato humedecidos con agua con un disolvente orgánico miscible en agua, secando
20 entonces el material que contiene disolvente a temperaturas inferiores a unos 48°C para separar el líquido de contacto y no las aguas de hidratación. De forma muy inesperada, se produce un producto de dihidrato de dicloroisocianurato sódico que tiene una densidad en masa de por lo menos cuatro veces
25 más ligera que la densidad del dihidrato de dicloroisocianurato sódico preparado de forma convencional.

El término dihidrato de dicloroisocianurato sódico de "baja densidad en masa", empleado para definir el producto de la invención, representa un dihidrato de dicloroisocianurato sódico que tiene una densidad en masa de 0,1 a 0,3 g/cc
30



aproximadamente.

5 El dihidrato de dicloroisocianurato sódico puede obtenerse por cualquier medio convencional y emplearse en un proceso de la invención. El material de alimentación dihidratado puede tener la forma seca o humedecida con agua. Cuando se emplea el dihidrato seco, es conveniente disolver los cristales secos en agua al objeto de disolver los aglomerados cristalinos. La solución que contiene los cristales disueltos se evapora y/o enfría a continuación, por ejemplo, por debajo de 10 12°C, para reformar los cristales. Los cristales reformados son entonces separados de la solución acuosa, mezclados con el líquido de contacto y secados.

15 El dihidrato de dicloroisocianurato sódico precipitado, producido por cualquier medio convencional o por disolución de los aglomerados cristalinos antes citados, se puede separar del resto de la solución acuosa de reacción por cualquier medio conocido, tal como por filtración, centrifugación, decantación o similares.

20 El tratamiento con el líquido de contacto se efectúa añadiendo el disolvente orgánico al precipitado y poniendo en contacto y mezclando el precipitado con el disolvente orgánico. El disolvente orgánico deberá añadirse casi inmediatamente al precipitado separado para retirar cualquier solución de reacción residual. Dicho contacto, se traduce en la 25 formación de cristales de baja densidad en masa que tienen un tamaño aproximado de 3 x 180 micras. Si se deja permanecer el licor madre sobre los cristales durante la separación, dichos cristales se romperán y aglomerarán, obteniéndose cristales cuyas densidades en masa son superiores y que tienen un tamaño 30 aproximado de 6 x 30 micras. Si se deja secar el precipitado,



éste se apelmazará de tal modo que será imposible el contacto completo con el disolvente.

5 El líquido de contacto se puede añadir completamente de una sola vez o añadirse en pequeñas porciones, retirándose cada porción completamente antes de añadir la próxima. Generalmente, es más eficaz emplear dos pequeñas porciones de líquido de contacto que una porción del mismo volúmen total. Cuando se utilizan dos o más porciones de líquido de contacto, éste último se puede volver a utilizar con líquido de contacto
10 nuevo. El mezclado total del precipitado y líquido de contacto es necesario en el caso de que hayan de conseguirse todos los beneficios de la invención.

15 El líquido de contacto empleado para contactar los cristales de dihidrato humedecidos con agua, debe ser un disolvente orgánico miscible con agua. El punto de ebullición del disolvente deberá ser relativamente bajo, es decir, inferior a unos 48°C, de modo que las temperaturas de secado inferiores a unos 48°C retiren el disolvente del dihidrato pero no las aguas de hidratación. Si se desea un disolvente orgánico
20 que tenga un punto de ebullición superior a 48°C, el secado deberá realizarse bajo vacío para asegurar un secado a una temperatura inferior a 48°C. El disolvente deberá ser también químicamente inerte en presencia del dihidrato. Ejemplos de disolventes orgánicos que pueden ser utilizados en la práctica
25 de esta invención, son acetona, metanol, tetrahidrofurano y acetonitrilo.

30 Una vez que los cristales de dihidrato se han mezclado totalmente con el líquido de contacto, dichos cristales de dihidrato son secados. El secado se puede realizar por cualquier medio conocido, tal como mediante una corriente de aire



caliente o en un horno de vacío.

Se utilizan temperaturas de secado inferiores a unos 48°C, con preferencia entre 25 y 35°C. Se pueden utilizar temperaturas ligeramente superiores a 48°C en el caso de que puedan tolerarse pérdidas de cantidades menores de agua de hidratación. Las temperaturas superiores a unos 66°C deben ser evitadas para prevenir la formación de la sal anhidra. Deben emplearse temperaturas de secado que retiren el disolvente orgánico retenido por el precipitado pero que no retiren las aguas de hidratación del dicloroisocianurato sódico.

Los cristales de dicloroisocianurato sódico de baja densidad en masa, de la invención, tienen un tamaño medio de 3 x 180 micras y una densidad en masa de 0,1 a 0,3 g/cc aproximadamente, con preferencia de 0,13 a 0,25 g/cc aproximadamente. Una densidad en masa particularmente preferida es la de 0,3 g/cc. Tras el calentamiento, las aguas de hidratación se pierden en una sola etapa a temperaturas entre 48 y 66°C. Estos cristales de baja densidad en masa tienen las mismas propiedades excelentes de estabilidad en el almacenamiento y de libre fluencia que el dihidrato de dicloroisocianurato sódico preparado convencionalmente. Estos cristales son también resistentes a la descomposición térmica, cuya propiedad constituye una ventaja especial del material dihidratado.

Los cristales de dihidrato de dicloroisocianurato sódico preparados de forma convencional, se encuentran en forma aglomerada y tienen un tamaño aproximado de 6 x 30 micras y densidades en masa superiores a 0,56 g/cc. Después de calentar, las aguas de hidratación son liberadas en dos etapas. La primera agua de hidratación se elimina a temperaturas entre 65 y 70°C. La segunda agua de hidratación se elimina a tempe-



raturas entre 105 y 110°C.

EJEMPLO 1-A

Preparación según la técnica anterior de dihidrato de dicloroisocianurato sódico.

5 Se prepara una lechada acuosa al 20 % en peso de ácido
de dicloroisocianúrico la cual se alimenta a un reactor. Se
prepara una solución al 50 % de hidróxido sódico que se ali-
menta simultáneamente al mismo reactor, a una velocidad sufi-
ciente para mantener el pH en 6,8. La temperatura de la mezcla
10 de reacción se mantiene entre 20 y 25°C mediante un intercam-
biador de calor refrigerado con agua. La lechada resultante,
que contiene dihidrato de dicloroisocianurato sódico precipi-
tado, se filtra a través de un embudo de porosidad media para
separar la sal del medio acuoso. La sal separada se seca en-
15 tonces suavemente a unos 40°C en una corriente de aire calien-
te durante 24 horas aproximadamente. El producto resultante es
un material de dihidrato de dicloroisocianurato sódico crista-
lino, blanco y de libre fluencia. El cloro disponible resultó
ser de 55,2 %, siendo el teórico de 55,4 %. La densidad en masa
20 del dihidrato fue de 0,56 g/cc.

EJEMPLO 1-B

Procedimiento de la invención

25 Se produce dihidrato de dicloroisocianurato sódico
de acuerdo al ejemplo 1-A, a excepción de que no se lleva a
cabo ninguna etapa de secado. Inmediatamente después de la
filtración, los cristales de dihidrato humedecidos con agua
se ponen en contacto y se combinan, totalmente, con acetona.
El producto de sal humedecido con acetona se seca entonces a
unos 30°C en una corriente de aire caliente durante 24 horas
30 aproximadamente. El producto resultante es un producto crista-



lino, blanco, esponjoso, de libre fluencia identificado como un material de dihidrato de dicloroisocianurato sódico que tiene un contenido en cloro disponible del 55,2 %; teórico, 55,4 %. El dihidrato tenía una densidad en masa de 0,13 g/cc.

5

EJEMPLO 2

Ensayo de la propagación de llama horizontal

10

Las muestras de los ejemplos 1-A y 1-B fueron ensayadas de acuerdo al procedimiento RI7593 del Bureau of Mines de los Estados Unidos. Las muestras se colocaron en un lecho de 25,4 mm x 50,8 mm x 177,8 mm y se calentaron en un extremo con un mechero de propano. La velocidad de propagación de la llama horizontal fue cronometrada y medida. Los productos de los ejemplos 1-A y 1-B no mostraron ninguna propagación de llama y no pudieron ser quemados.

15

N O T A

20

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el nº 378.829 de 13 de julio de 1.973, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE DIHIDRATO DE DICLOROISOCIANURATO SODICO; caracterizándose por lo siguiente:

25

30

Rz

1.- Procedimiento para la producción de dihidrato de dicloroisocianurato sódico de baja densidad en masa, resis-



5

tente a la descomposición térmica, de libre fluencia y estable en el almacenamiento, caracterizado porque comprende poner en contacto dihidrato de dicloroisocianurato sódico humedecido con agua con un disolvente orgánico miscible en agua; secar el dicloroisocianurato sódico tratado con disolvente a una temperatura inferior a unos 48°C, para separar el disolvente orgánico y no las aguas de hidratación; y recuperar un dihidrato de dicloroisocianurato sódico de baja densidad en masa, del orden de 0,1 a 0,3 g/cc aproximadamente.

10

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el disolvente orgánico miscible en agua es acetona.

15

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la temperatura de secado es de 25 a 35°C.

4.- Procedimiento para la producción de dihidrato de dicloroisocianurato sódico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20

Madrid, 13 JUL 1974

FMC CORPORATION.

L. GOMEZ ALEJO Y MOJER
P. P. Firmado: L. Gasta Fernández