

430855

Int. Cl.: COL B, D // U I D

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

RESIDENCIA: WILMINGTON, Delaware 19898, ESTADOS UNIDOS.

ENUNCIADO: UN METODO DE PREPARACION DE UN PERCARBO
NATO SODICO.-

Prioridad: Patente estadounidense n.º 405.053 del 10.10.73

BAD ORIGINAL

1 te el lavado. Normalmente se prefiere el perborato sódico
como aditivo blanqueador sólido porque es más estable que el
percarbonato en los polvos detergentes durante el almacena-
5 miento prolongado. La humedad externa, la alcalinidad del
detergente, la presencia de diferentes componentes en una
mezcla detergente y el contenido en humedad libre del deter-
gente contribuyen a la inestabilidad del percarbonato sódico
en las composiciones detergentes. Por ello, los percarbona-
tos que, por lo demás, son económicos, seguros y eficaces agen-
tes de blanqueo, no han encontrado amplio uso en los deter-
10 gentes para la ropa y otras composiciones de lavado.

Como la pérdida de peróxido de hidrógeno o del conte-
nido de oxígeno activo del percarbonato sódico se produce a
una velocidad mucho mayor en condiciones de humedad, se han
15 sugerido varios aditivos resistentes al agua como estabili-
zantes del percarbonato. Estos aditivos que pueden comunicar
resistencia a la humedad al percarbonato son los ácidos gra-
sos de cadena larga, sus ésteres y amidas, emulsiones copoli-
méricas y ceras y similares. Para presentar la máxima efi-
20 cacia, estos aditivos hidrofóbicos deben ser agregados a con-
centraciones relativamente altas al percarbonato. Sin embar-
go, cuando estos productos se añaden al agua, como en el lavado
de la ropa, queda un residuo insoluble indeseable.

Diversos investigadores en este campo han intentado
25 la estabilización química del percarbonato sódico. Entre los
estabilizantes químicos que aumentan la estabilidad del per-
carbonato sódico, la mayoría son compuestos de magnesio y
silicato sódico. El estabilizante preferido para el percar-
bonato sódico ha sido el silicato magnésico que se incorpora
30 al percarbonato sódico durante su preparación a partir de

1 carbonato sódico y peróxido de hidrógeno.

5 En la patente alemana 670.092 se describe el uso de un aerosol de sílice ahumada para estabilizar el percarbonato que puede ser utilizado en las composiciones de blanqueo o lavado. Sin embargo, la sílice ahumada de esa referencia se encuentra en forma agregada, con tamaños de partícula del orden de 2 a 10 micras. Estas partículas tienen una estructura sólo parcialmente hidratada y no son dispersables en el agua para formar soles de baja viscosidad y gran concentración si no se aplican unas fuerzas de cizalladura suficientemente altas para desagregar las partículas, haciendo con ello que las superficies desagregadas se hidrolicen y finalmente se dispersen. No sólo estos procedimientos son laboriosos y molestos sino que también son costosos, ya que implican la aplicación de cantidades excesivamente grandes de energía para iniciar mecánicamente la reacción química necesaria (hidrólisis) para conseguir la dispersión. Estas consideraciones han sido discutidas por K.A. Loftman en la publicación "Ultrafine Particles", editada por W.E. Kuhn, publicada por John Wiley and Sons, Inc., (N.Y.) (1963), págs. 203-204 y por R.K. Eler, en la publicación "Surface and Colloid Science", Vol. 6, editada por E. Matijevic, publicada por John Wiley and Sons, Inc., (1973), págs. 20 y 39-55.

25 COMPENDIO DE LA INVENCION

Ahora se ha encontrado que la estabilidad del percarbonato sódico en las composiciones sódicas blanqueadoras y detergentes puede ser mejorada poniendo en contacto el percarbonato sódico en partículas con un sol acuoso que contiene de 3 a 8 % en peso/volumen (gramos/100 cc) de sílice con un tamaño máximo de partícula de 0,1 micras y que se prepara

30

1 desmezando una solución de un silicato soluble en agua a
un pH de 8 a 10 aproximadamente, con objeto de depositar so-
bre las partículas de percarbonato de 4 a 10 % en peso de sí-
lice, calculado sobre el peso del percarbonato.

5 Solamente es necesario introducir un sol acuoso de
sílice en las partículas de percarbonato sódico para preparar
el percarbonato sódico estabilizado de esta invención. Aun-
que el mecanismo que interviene en el efecto estabilizante
único de esta invención no es conocido, se supone que el pH
10 del percarbonato sódico es suficientemente alcalino para pro-
ducir una gelificación prácticamente inmediata de la sílice
sobre la superficie de las partículas de percarbonato y así
hacer resistente a la humedad al percarbonato. Como conse-
cuencia de ello, el percarbonato tratado presenta una esta-
15 bilidad considerablemente aumentada en las composiciones de-
tergentes en comparación con el mismo percarbonato que no ha
sido tratado como el sol de sílice de esta invención. Esta
mejora es extraordinariamente significativa porque el percar-
bonato sódico, que es bastante estable en estado seco, pier-
de su oxígeno activo a velocidad acelerada cuando se mezcla
20 con los ingredientes comúnmente empleados en las composicio-
nes sólidas detergentes o blanqueadores.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

25 En la práctica de esta invención, las partículas de
percarbonato sódico, es decir, polvo, gránulos, agregados
y formas en partículas similares, se ponen en contacto con
un sol fluido no gelificado, que contiene alrededor de 3 a
3 % en peso, volumen (granos/100 cc) de sílice en agua. Si se
30 desea, pueden emplearse concentraciones menores, en cuyo caso
la cantidad deseada de sílice se obtiene sobre la superficie

1 de las partículas de percarbonato recirculando el percarbonato
sódico o mediante aplicaciones repetidas del sol de sílice.

5 En general, pueden observarse resultados notables cuando se introduce sobre las superficies de las partículas de percarbonato solamente alrededor del 1 % en peso de sílice, calculado sobre el peso del percarbonato. Aunque no existe ningún límite superior real sobre la cantidad de sílice a depositar sobre las partículas de percarbonato, a concentraciones mayores de alrededor del 10 % en peso de sílice,
10 las partículas de percarbonato quedan recubiertas con una envoltura de sílice y su velocidad de disolución es gravemente reducida. Además, quedan residuos de sílice insoluble indeseables sobre los tejidos u otros substratos al final de los ciclos de lavado y/o blanqueo. Así, se ha encontrado que
15 en general puede utilizarse un intervalo de alrededor del 1 % al 10 % en peso de sílice, calculado sobre el peso del percarbonato y se prefiere un intervalo entre 1,2 y 5 % en peso aproximadamente.

20 El sol acuoso de sílice debe tener un pH comprendido entre 3 aproximadamente, que es el pH mínimo conseguible por desionización del silicato, y 10, preferiblemente de 6,5 a 10 y todavía mejor de 8 a 9,5. Por encima de un pH de 10 aproximadamente, el SiO_2 del sol se disuelve para formar
25 iones de silicato inicialmente y, al aumentar el pH, iones metasilicato. En la práctica, a un pH de 3 a 5 aproximadamente, los soles formados son inestables y deben ser utilizados por lo menos 24 horas. El intervalo de pH de 5 a 6,5 aproximadamente es el que da lugar a los soles menos estables de esta invención y deben ser utilizados dentro de
30

1 1 hora aproximadamente. Por esta razón, estos soles son ex-
traordinariamente adecuados para uso en una línea continua
donde pueden ser utilizados continuamente a medida que son
producidos continua o semicontinualmente.

5 El sol de sílice empleado en la práctica de esta in-
vención se prepara por descationización de soluciones acu-
sas de cualquier silicato soluble en agua, como los silica-
tos de metales alcalinos (sodio, potasio o litio), silicato
de guanidina, silicato de tetrametilamonio y similares o
10 mezclas de cualquier silicato soluble en agua, con una resina
cambiadora de catión hasta el pH exacto deseado. Preferible-
mente, se emplea un silicato de metal alcalino.

15 Puede utilizarse cualquier resina cambiadora de ca-
tión en su forma hidrógeno adecuada para preparar el sol de
sílice de esta invención. Preferiblemente, la resina cambia-
dora de ión es del tipo de ácido fuerte o de ácido débil en-
tre las que se encuentran, por ejemplo, Rexyn 101 (H) sumi-
nistrada por Fisher Scientific (tipo ácido fuerte); Dowex
50W MS, suministrada por Ionics, Inc. (tipo ácido fuerte);
20 resinas IRC 84 e IRC 50 de Rohm & Haas del tipo ácido carbo-
xílico (ácido débil); resina H-120 Rohm & Haas del tipo
ácido sulfónico (ácido fuerte) y cualquiera de las citadas
en la patente estadounidense 3.468.813 concedida a Mindick
y colaboradores el 23 de Septiembre de 1969 y similares. El
25 método descrito en la patente estadounidense 3.468.813 de
Mindick y colaboradores también puede emplearse para preparar
los soles de silicato soluble en agua que pueden ser desioni-
zados de forma continua o discontinua en la práctica de esta
invención. Preferiblemente, debe emplearse un sol de sílice
30 recién preparado con objeto de evitar el aumento del tamaño

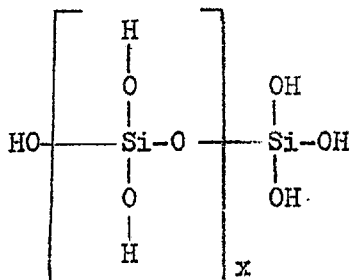
1 de partícula y del grado de agregación y gelificación. El
sol de sílice debe ser utilizado dentro de las 24 horas apro-
ximadamente después de haber sido preparado, cuando tiene un
pH comprendido entre 3 y 5 y dentro de 1 hora después de ha-
5 ber sido preparado cuando tiene un pH comprendido entre 5 y
6,5.

Para conseguir los máximos beneficios de una resina
cambiadora de catión dada, es interesante utilizar silicato
sódico de baja alcalinidad o alto contenido en SiO_2 . Por
10 ejemplo, un silicato con una relación de 3,7:1 a 2,5:1 apro-
ximadamente de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ sería el más adecuado para esta in-
vención. Se emplea menos resina cuando se utiliza un silicato
de relación más alta. Además, puede utilizarse una cantidad
dada de resina durante un periodo de tiempo más prolongado
15 cuando se emplea un silicato que presenta una relación más
alta, debido a la menor cantidad de hidróxido sódico en la
solución de silicato. Aunque debe haber poca diferencia en-
tre el producto de descationización del metasilicato sódico
o de un silicato con una relación de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,7:1 en
20 lo que se refiere a esta invención, el aspecto económico del
procedimiento inclina al uso de silicatos con una alta re-
lación.

La sílice desionizada de esta invención, que tiene un
pH comprendido entre 3 y 10, forma soles de partículas de
25 sílice coloidal (ácido silícico y ácido polisilícico) en mar-
cado contraste con los llamados silicatos solubles que forman
verdaderas soluciones y tienen un pH superior a 10 y hasta
de 12 para las soluciones con una concentración mínima de
un 1 % como mínimo. La única forma soluble de sílice, el áci-
30 do silícico ($\text{Si}(\text{OH})_4$) en los soles de esta invención ascien-

1 de a no más de alrededor de 100 ppm. Sin embargo, este ácido silícico monomérico aumenta constantemente de tamaño por polimerización a ácidos polisilícicos que tienen la siguiente estructura química:

5



10

que reticula a través de las unidades de SiO_3 repetidas. Se cree que cuando estas partículas se depositan de los soles acuosos sobre las partículas de percarbonato, se unen entre sí y coagulan en aglomerados relativamente compactados.

15

La sílice con un tamaño de partícula superior a 0,1 micras no es adecuada en la práctica de esta invención ya que estos soles contienen geles de partículas grandes y, por lo tanto, no son los materiales coloidales de baja viscosidad requeridos para poner en práctica esta invención. Aunque las partículas de sílice cuyo tamaño oscila entre 0,001 y 0,1 micras son eminentemente adecuadas en la práctica de esta invención, las más preferidas son las partículas cuyo tamaño oscila entre 0,002 y 0,05 micras.

20

25

30

En forma cristalina pura, el percarbonato sódico responde a la fórmula general $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$. Generalmente, los percarbonatos de sodio contienen aproximadamente de 67,5 a 97 % en peso de carbonato sódico y alrededor de 32,5 a 3 % en peso de peróxido de hidrógeno. Así, el percarbonato sódico es un aducto de carbonato sódico y peróxido de hidrógeno en una amplia gama de proporciones que incluye cualquiera de los que se encuentran en el mercado. Son también adecua-

1 dos los percarbonatos y los métodos para su preparación co-
mo los descritos en las patentes estadounidenses 2.380.620
concedida a O.H. Walters el 31 de Julio de 1945; 2.448.058,
concedida a V.W. Stater y W.S. Wood el 31 de Agosto de
5 1948; 2.541.733 concedida a J.H. Young el 13 de Febrero de
1951; 3.555.696, concedida a H. Pistor y colaboradores el
19 de Enero de 1971; patente austriaca 140.553 concedida a
Osterreichische Chemische Werke Gesellschaft M.B.H. en
Viena el 11 de Febrero de 1935, etc.

10 Los sales de sílice de esta invención pueden ser in-
troducidos en las partículas de percarbonato que han sido
estabilizadas previamente con cualquier sustancia que actúa
como estabilizante del percarbonato como, por ejemplo, com-
puestos magnésicos como los citados en otra parte de esta
15 memoria, agentes complejantes como ácido etilendiaminotetra-
acético, ácido dietilentriaminopentaacético, ácido benzoico,
etc., para formar productos especialmente estables. Puede
emplearse cualquier cantidad estabilizante de estos aditi-
vos pero habitualmente se utilizan alrededor de 500 a
20 10.000 ppm.

El sol de sílice se introduce en el percarbonato por
cualquier método adecuado. Con frecuencia es ventajoso in-
troducir un sol de sílice en el percarbonato en un reactor
después de haberse formado el percarbonato pero antes de que
25 pase al secadero, aunque también puede ser introducido des-
pués de secar, seguido de una nueva operación de secado. El
sol de sílice puede ser agregado, aplicado, pulverizado o
introducido por cualquier otro método en las partículas de
percarbonato, empleando cualquier equipo mezclador en seco
30 adecuado como, por ejemplo, un mezclador rotatorio, un le-

1 cho fluidificado, mezcladores mecánicos o batidoras. Además,
las partículas pueden ser recirculadas tantas veces como se
desea y no es necesario observar límites críticos de tiempo
o temperatura.

5 Preferiblemente, el sol de sílice se pulveriza sobre
un lecho móvil de partículas de percarbonato empleando cual-
quier dispositivo corriente para la pulverización de un lí-
quido sobre un sólido. En una operación especialmente efi-
10 ciente, el percarbonato se introduce en el interior de un
mezclador de tambor giratorio que presenta la forma de un
cilindro alargado, cuyas paredes interiores son rascadas por
una hélice giratoria que simultáneamente mezcla el contenido
y lo mueve lentamente a lo largo del cilindro. El sol de
sílice puede ser pulverizado sobre las partículas de per-
15 carbonato mediante inyectores situados a la entrada o cerca
de la entrada del cilindro. Las partículas así puestas en
contacto se transportan después a través del cilindro, que
preferiblemente también contiene una zona de calefacción
para contribuir al secado del producto; unas temperaturas de
20 secado de unos 25 a unos 100°C son las más eficaces.

En una realización preferida de esta invención, el
sol acuoso de sílice contiene iones magnesio que pueden ser
introducidos en el sol en forma de solución concentrada de
una sal magnésica o en cualquier otra forma adecuada. Puede
25 utilizarse cualquier sal magnésica que sea soluble en agua
como fuente de iones magnesio, entre las que se encuentran,
por ejemplo, el sulfato magnésico, cloruro magnésico, bromu-
ro magnésico, acetato magnésico, fluorosilicato magnésico y
similares y mezclas de los mismos. Los iones magnesio co-
30 existen en el sol de sílice sin reaccionar con la sílice

1 para formar un compuesto insoluble como, por ejemplo,
MgSiO₃. Sin embargo, una vez introducidos en el percarbonato
sódico, los iones de magnesio reaccionan con la estructura
de sílice y funcionan inactivando cualquier posible cata-
5 lizador de descomposición que pudiera estar contenido en el
peróxido o en el carbonato sódico. Para conseguir este obje-
tivo eficientemente, se prefiere que el sol de sílice con-
tenga alrededor de 20 ppm de iones magnesio aunque pueden
emplearse de 1 a 100 ppm.

10 Los percarbonatos estabilizados de esta invención
pueden utilizarse en cualquier formulación detergente o de
blanqueo en seco. Como ejemplos adecuados, podemos citar los
sistemas detergentes descritos en las patentes estadouniden-
ses 3.458.665, concedida a Schiefer y colaboradores el 5 de
15 Agosto de 1969; 3.415.752 concedida a Browning y colaborado-
res el 10 de Diciembre de 1968; patente canadiense 834.690
concedida a Walter P. Fethke el 17 de Febrero de 1970 así
como cualquiera de las descritas en la obra Synthetic
Detergents por A. Davidsohn & B.M. Milwidsky, C.R.C. Press:
20 Cleveland, 1968, especialmente en las páginas 66 a 207 y
similares. En general, se emplea alrededor de 3 a 25 % en
peso de percarbonato sódico, calculado sobre el peso total
del detergente.

25 Los percarbonatos de sodio estabilizados de esta in-
vención también pueden ser utilizados en formulaciones secas
blanqueadoras como, por ejemplo, las descritas en las paten-
tes estadounidenses 3.398.096 concedida a Balaram Das y co-
laboradores el 20 de Agosto de 1968; 3.697.217 concedida a
Lodric Maddox el 10 de Octubre de 1972; 3.522.184 concedida
30 a Y. Nakagawa y colaboradores el 28 de Julio de 1970 y simi-

1 lares. En general, se emplea alrededor del 10 % al 70 % en
peso de percarbonato sódico, calculado sobre el peso total
de la formulación blanqueadora.

5 Aunque la invención ha sido descrita con detalle con-
siderable refiriéndonos a los percarbonatos de sodio, se
sobreentiende que el procedimiento de esta invención y sus
ventajas pueden ser igualmente aplicables a las partículas
de cualquier perhidrato como los perfosfatos, perboratos y
persilicatos de metales alcalinos y peróxidos de urea y si-
10 milares.

La invención es ilustrada además aunque no limitada
por los siguientes ejemplos en los que todas las partes y
porcentajes se dan en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

15 A. Preparación del sol de sílice

Una solución de 25 partes de $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 200 ml
de agua destilada se descationiza a un pH de 6,4 añadiendo
lentamente una resina de tipo ácido sulfónico, previamente
lavada (Rexyn[®] 101H, un copolímero de poliestireno sulfona-
20 tado, cambiador de catión, de ácido orgánico fuerte, en su
forma hidrógeno, porosidad media, vendido por Fisher
Scientific Co.) a una solución de silicato bien agitada. Se
obtiene un sol de sílice al 3,54 % de SiO_2 que contiene par-
tículas de sílice con un tamaño medio de 0,005 micras apro-
25 ximadamente. Después el sol de sílice se decanta en un fras-
co pulverizador y se utiliza en forma de niebla fina y uni-
forme propulsada por gas Freon[®]. Este procedimiento se uti-
liza para preparar los soles empleados durante la siguiente
30 preparación.

1 B. Aplicación del sol de sílice al percarbonato sódico

5 Sobre 100 partes de percarbonato sódico conteniendo
alrededor de 500 ppm de Mg y alrededor de 4100 ppm de SiO₂
como estabilizantes y con un contenido del 12,8 % de oxígeno
activo, en un reactor rotatorio de acero inoxidable, de
1 libro de capacidad, se pulverizan 20 ml del sol de sílice
descrito en A. El reactor rotatorio se hace girar a unas
35 rpm y se inclina formando un ángulo de 30° aproximadamen-
te con la horizontal. El percarbonato húmedo se seca des-
pués a 50°C durante media hora en una estufa con circula-
ción forzada de aire. Después el producto se transfiere al
10 reactor rotatorio y se pulveriza con unos 30 ml de sol de
sílice recién preparado a una concentración de 2,33 % en
peso/volumen (gramos/100 cc) (preparado descationizando
15 5 partes de Na₂SiO₃·5H₂O en 50 ml de agua con Rexyn[®] 101H
hasta un pH de 5,4) y se seca a 50°C durante media hora. Es-
ta operación se repite tres veces más, pulverizando cada vez
el percarbonato sódico secado en estufa con 30 ml de la pul-
verización de sol de sílice al 2,83 %. Al final de la quinta
20 aplicación, el producto se seca a 50°C. El producto final
pesa 98,5 g y contiene 12,3 % de oxígeno activo. La cantidad
de sílice en el producto final debida a la aplicación del sol
de sílice es del 2,16 %.

25 En cuatro meses de almacenamiento, el producto no pier-
de nada de oxígeno activo.

C. Estabilidad en detergente

30 Se prepara una formulación detergente experimental
suspendiendo los ingredientes de la Tabla I en 150 ml de
agua y secando la suspensión en bandejas de polietileno en
una estufa con circulación forzada de aire, durante la no-

1 che, a 70°C.

TABLA I

Ingredientes

	Tridecilbenzosulfonato sódico lineal	32
5	Agente tensoactivo no iónico Neodol 45-11 de Shell, un etoxilato de alcohol primario lineal C ₁₂ a C ₁₅	4
	Tripolifosfato sódico (Na ₅ P ₃ O ₁₀)	64
	Silicato sódico (SiO ₂ :Na ₂ O = 2,35:1)	14
	Abrillantador óptico	2
10	Sulfato sódico	80
	MgSO ₄ ·7H ₂ O	4
	Total	200

15 Al siguiente día, el detergente seco se tritura, se pasa por un tamiz del nº 40 de las normas estadounidenses y se determina que el contenido en humedad es del 18,7 %. Después de secar más para reducir el contenido de humedad al 11,1 ± 0,5 %, el detergente se mantiene en una vasija cerrada durante 60 horas a la temperatura ambiente. A continuación, se prepara una mezcla de 18,0 g del detergente y 2,0 g (10 % del detergente total) del percarbonato sódico de este ejemplo (Muestra A) y se prepara una mezcla igual a excepción de que se emplea percarbonato no estabilizado (Muestra B). Las muestras experimentales se mantienen durante 6 días a 90°F (32°C) y 85 % de humedad relativa y se mide la estabilidad del detergente.

	<u>Porcentaje de pérdida de oxígeno activo</u>	<u>Porcentaje de mejora</u>
Muestra A	14,6	27,7
Muestra B	20,2	-

30

EJEMPLO 2

A. Preparación del sol de sílice

Se desionizan 1000 ml de una solución de silicato sódico $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ 3,25:1, conteniendo 6 g de $\text{SiO}_2/100$ ml de solución, a pH 10, por adición y agitación de una resina de ácido carboxílico IRC 50 Rohm & Haas. La adición se realiza en un vaso de precipitados y la temperatura de la solución de silicato se mantiene alrededor de 35°C . La adición dura 20-25 minutos.

Se separa la resina por filtración a pH 10. Alrededor de 900 ml de este silicato desionizado se desionizan de nuevo a pH 9,1 con una resina cambiadora de ión Dowex[®] 50W. Después ésta se separa por filtración y el sol a pH 9,1 se emplea en la estabilización del percarbonato. El sol contiene 4,85 g de $\text{SiO}_2/100$ ml de sol y las partículas de sílice tienen un tamaño medio de 0,002 micras.

B. Aplicación del sol de sílice al percarbonato sódico

Un total de 62,9 partes de sol de sílice al pH y a las concentraciones dadas en A, supra, se pulveriza sobre 100 partes de un percarbonato sódico que tiene un contenido en oxígeno activo del 13,1 % y que contiene alrededor de 685 ppm de Mg y 4300 ppm de SiO_2 como estabilizantes. La pulverización se realiza empleando un pulverizador de nieblas operado a gatillo, que genera una presión de atomización al apretar el gatillo. La fina niebla de sol de sílice se pulveriza sobre el percarbonato en un reactor rotatorio como el descrito en el Ejemplo 1. Como la cantidad de agua en el sol de sílice es bastante alta, el percarbonato es alternativamente calentado a unos 40°C y enfriado (para reducir al mínimo la descomposición) mediante una pistola eléc-

1 trica de aire que impide que el percarbonato se humedezca
y forme bolas. El producto se seca después a 50°C.

5 En el experimento de control, solamente se pulverizan
33,2 partes de agua destilada desprovista de sílice sobre
100 partes de percarbonato sódico. Esta cantidad de agua
es justamente suficiente para mantener el percarbonato húme-
do y fluido pero no excesivamente mojado y apelsonado. Des-
pués el producto se seca a 50°C.

10 Los ensayos de estabilidad de las mezclas de percar-
bonato-detergente se realizaron mezclando 3,75 g de cada per-
carbonato de la Tabla II con 71,25 g del detergente comer-
cial Tide ^(R) previamente mezclado, fabricado por Procter
and Gamble Company a partir de una fuente única y almacenan-
do las mezclas en cajas de cartón desprovistas de barrera
15 durante 6 días a 90°F (32°C) y 85 % de humedad relativa. La
mejora en la estabilidad del percarbonato en el detergente
debida al tratamiento con el sol de sílice de A a un pH de
9,1 sobre el percarbonato de control resultó ser del 35,8 %.

TABLA II

Cantidad del SiO ₂ sobre el percar- bonato sódico.	Oxígeno ac- tivo del per- carbonato.	Pérdida de oxígeno activo en 6 días en detergente. Tide ^(R) a 90°F (32°C)/85% H.R.
2,14 %	12,3	13,8
- (tratado con agua)	12,8	21,5

25

EJEMPLO 3

A. Preparación de sol de sílice

Aproximadamente 20 libras (9,0 kg) de resina cambia-
dora de catión fuertemente ácida Dowex ^(R) 50 WX8 se lavan
repetidas veces con agua destilada desionizada para separar
30

1 todo el ácido sulfúrico libre. Este lavado se realiza en
un tambor de polietileno de 35 galones (132 litros). Cuando
el pH del agua de lavado alcanza un máximo (alrededor de
3,5) se saca del tambor por decantación la mayor cantidad
5 posible de agua. A la resina húmeda se añade una solución de
silicato sódico con una relación $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ de 3,25:1, con-
teniendo alrededor de 7 g de $\text{SiO}_2/100$ cc de solución. (El
exceso se utiliza para compensar el agua que contiene la re-
sina). Se aplica una intensa agitación durante la adición
10 del agua. Se continúa añadiendo agua hasta que el tambor
de 35 galones (132 litros) se llena hasta completar su capa-
cidad. El pH del líquido que sobrenada es 3,2. Después el
sol de sílice se decanta cuidadosamente en otro tambor de
polietileno de 35 galones (132 litros) a través de un tamiz
15 de 40 mallas de las normas estadounidenses. Después este sol
se emplea para estabilizar el percarbonato.

El contenido de sílice (o de ácido polisilícico) del
sol de sílice se determinó evaporando todo el agua libre de
una pequeña muestra y después secando el residuo bajo una
20 lámpara de infrarrojo hasta peso constante. El contenido de
sílice de los diversos lotes de sol de sílice así preparados
fue de 6,1-6,3 % (peso/volumen).

Con otro sol de sílice se repitió el procedimiento
anterior, a excepción de que cada vez se utilizó una resina
25 ácida limpia recién lavada. El pH del sol de sílice era en
general de 3-3,5. Los soles de sílice preparados de esta for-
ma se mantuvieron a unos 20°C y se utilizaron dentro de me-
nos de unas 20 horas.

30 B. Estabilización del percarbonato sódico

Se preparó percarbonato sódico de forma continua en

1 un reactor rotatorio cilíndrico. El producto se preparó in-
troduciendo 1,5 partes de carbonato sódico anhidro por un
extremo y rociándolo con alrededor de 1 parte de peróxido
5 de hidrógeno al 70 % a través de cuatro boquillas atomiza-
doras colocadas dentro de la zona de entrada del reactor.
Previamente se había añadido sulfato magnésico al H_2O_2 pa-
ra conseguir alrededor de 500 ppm de Mg en el producto fi-
nal. Se roció silicato sódico (relación $SiO_2:Na_2O = 2,5:1$)
sobre el carbonato sódico a la entrada del reactor. El per-
10 carbonato sódico húmedo resultante se roció con los soles de
sílice al 6 % de pH 3-3,5 con un tamaño medio de partícula
de 0,01 micras aproximadamente, dentro de la zona de sali-
da del reactor. La cantidad de sílice depositada sobre el
percarbonato se calculó en un 1-1,5 % de SiO_2 , basado so-
15 bre el peso del producto final.

El percarbonato tratado con sol de sílice se secó
después en un secadero de lecho fluidificado mediante aire
caliente a unos 50-70°C. El contenido de oxígeno activo del
20 producto que salía del secadero era alrededor del 13-13,7 %.
De esta forma se trataron varios centenares de libras (1 li-
bra = 0,45 kg) de este percarbonato sódico tratado con sol
de sílice.

En un experimento de control, se mantuvieron constan-
tes todas las condiciones a excepción de que, en lugar del
25 sol de sílice, se agregó al percarbonato desde la boquilla
atomizadora situada en la zona de salida del reactor, una
cantidad de agua equivalente. De esta forma se prepararon
varios centenares de libras de material de control.

30 La estabilidad al cabo de 6 días de las mezclas del
detergente comercial Tide [®] fabricado por Procter & Gamble

1 Company y unas pocas muestras seleccionadas al azar de per-
carbonato se determinaron de acuerdo con el procedimiento
del Ejemplo 2. El promedio de pérdida de oxígeno activo en
5 las mezclas de Tide [®] y tres muestras de percarbonato só-
dico de control fue del 14 %, mientras que el promedio de
pérdida de oxígeno activo de las muestras de Tide [®] y cin-
co muestras de percarbonato tratado con 1 a 1,5 % de sílice
fue de 9,8 %. Esto representa una mejora del 30 % en la es-
tabilidad del percarbonato sódico en un detergente.

10 Debe entenderse que en los ejemplos anteriores los
componentes y las condiciones utilizadas pueden sustituirse
por sus contrapartidas adecuadas aquí mencionadas y que aun-
que el invento ha sido descrito con considerable detalle en
lo que antecede, estos detalles se dan simplemente con fines
15 ilustrativos. Los expertos en la técnica pueden introducir
variaciones en la invención sin apartarse del espíritu y
alcance de la misma establecidos en las reivindicaciones.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

20 REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de un percarbonato só-
dico que presenta una mayor estabilidad en las formulaciones
blanqueadoras y detergentes sólidas, caracterizado por tra-
tar las partículas del percarbonato con un sol acuoso prepa-
25 rado por desionización de una solución de un silicato solu-
ble en agua, a un pH de 3 a 10, que contiene alrededor de
3 % a 8 % de sílice con un tamaño máximo de partícula de
0,1 micras, y depositar de 1 a 10 % en peso de sílice, cal-
culada sobre el peso del percarbonato, sobre las partículas

1 de percarbonato y secar el producto resultante.

2. Un método según la Reivindicación 1, donde se depositan sobre el percarbonato alrededor de 1,2 a 5 % en peso de sílice.

5 3. Un método según la Reivindicación 1, donde el silicato soluble en agua es un silicato de metal alcalino.

4. Un método según la Reivindicación 3, donde el silicato de metal alcalino es silicato sódico.

10 5. Un método según la Reivindicación 1, donde el pH del sol de sílice es de 6,5 a 10.

6. Un método según la Reivindicación 1, donde el pH del sol de sílice es de 8 a 9,5.

7. Un método según la Reivindicación 1, donde el sol es pulverizado sobre el percarbonato sódico.

15 8. Un método según la Reivindicación 1, donde el percarbonato está estabilizado con iones magnesio, un agente complejante o ácido benzoico antes de ser tratado con el sol acuoso.

20 9. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN METODO DE PREPARACION DE UN PERCARBONATO SODICO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintiuna página mecanografiada.

25

Madrid, 9 Octubre 1.974

BERNARDO UNGRIA

P.P.

30