

PATENTE DE INVENCIÓN

=====

R 2177/R 2244.

Int. Cl.:	<u>CO1D</u>

437852,

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO E INSTALACION PARA LA OBTENCIÓN DE
BICARBONATO DE SODIO.

CONCEDIDA

10 DIC. 1976

Solicitante: RHONE-POULENC INDUSTRIES, entidad
francesa, residente en 22, avenue
Montaigne, 75-Paris (8ème), Francia.

La presente invención se refiere a un procedi-
miento de bicarbonatación directa en particular a partir
de efluyentes procedentes de células de electrólisis.

Igualmente se refiere a la instalación para su
5. puesta en práctica.

Desde hace largo tiempo ya se ha pensado obtener bicarbonato de sodio a partir de efluyentes procedentes de células de electrólisis.

5. Asi pues, en la patente americana nº 552.955, se ha propuesto alimentar el compartimento catódico con una solución acuosa de bicarbonato de sodio, alimentar el compartimento anódico con sal en solución y en descomponerla electro-
líticamente, transferir el producto procedente del compartimento catódico después de su conversión en mono-carbonato en
10. un recipiente separado y después en tratarle allí con gas carbónico en una proporción tal, que se transforme la solución de carbonato de sodio en bicarbonato de sodio, a continuación enviar de nuevo la solución al compartimento catódico y formar un precipitado de bicarbonato de sodio en el recipiente
15. separado manteniendo una circulación constante del líquido a través del compartimento catódico y del recipiente con una electrólisis continua de la sal y tratarle con anhídrido carbónico, después recuperar el precipitado del líquido.

Desde entonces, otros procedimientos han sido propuestos para fabricar bicarbonato en células de electrólisis.
20.

Pero el hecho de operar en las células presenta inconvenientes y en particular el de correr el riesgo de perturbar el funcionamiento del electrolizador, a pesar de mejoras sensibles aportadas a los procedimientos del tipo citado.
25.

También se ha pensado que resultaría mas ventajoso separar las dos operaciones, tal como se expone en la patente americana nº 2.383.674. En la patente americana nº 2.383.674 se trata una solución no saturada que contiene sosa cáustica
30. y cloruro de sodio procedente del compartimento catódico de

5. una célula de electrólisis, haciéndola pasar a través de un lecho de cloruro de sodio, hasta la saturación con respecto al cloruro de sodio y a la sosa caústica; después se trata la solución saturada por gas carbónico de modo a transformar lo mas posible la sosa caústica en bicarbonato y por último se filtra el precipitado de bicarbonato así obtenido.

10. Sin embargo, este procedimiento no conduce al porte deseado del producto obtenido. Tambien, en la patente francesa nº 1.188.512, que parte de la observación de que los factores críticos son la alcalinidad y la proporción en cloruro de sodio de la mezcla, la temperatura de carbonatación, la velocidad de la corriente gaseosa y su concentración en anhídrido carbónico, se reivindica un procedimiento que se caracteriza porque se somete a la carbonatación una
15. solución de carbonato de sodio que contiene cloruro de sodio poniendo en contacto una solución de carbonato de sodio que presenta una alcalinidad equivalente de 9,5% a 11,25% en peso de carbonato de sodio y que contiene de 11,0% a 14,5% de cloruro de sodio, con una corriente gaseosa que contiene
20. de 10% a 90% en volumen de anhídrido carbónico a un caudal comprendido entre 12 y 240 cm³ por minuto para 100 cm³ de solución a una temperatura comprendida entre 45º y 100ºC.

25. Pero este procedimiento presenta el inconveniente de ser extrictamente dependiente de las condiciones iniciales de concentración de los diferentes reactivos y por este motivo no permite tratar las soluciones de afluente tal cuales.

30. Por lo demas, obliga a tratar los reactivos, en un campo de avance de la reacción, a una temperatura determinada en un reactor en discontinuo y en virtud de las con-

centraciones impuestas necesita la adición de cloruro de sodio para obtener un rendimiento aceptable de recuperación en sosa, en forma de bicarbonato.

5. La Entidad solicitante ha observado que la aplicación práctica de un procedimiento de bicarbonatación directa se tropezaría con dificultades que derivarían en particular de la cinética de las reacciones puestas en práctica.

En efecto se producen las tres reacciones siguientes:



15. Ahora bien, la primera reacción es rápida y es prácticamente total mientras que la velocidad de las otras dos reacciones es lenta.

Se observa en particular que si se conducen la operación en un reactor colocándose a baja temperatura, el tiempo de estancia para alcanzar el equilibrio es importante y se obtiene en general una mezcla de bicarbonato y de carbonato, siendo los cristales recogidos de un tamaño pequeño, difíciles de decantar, escurrir, lavar y separar.

20. De ello resulta que el rendimiento en sosa cáustica, recuperada durante esta operación está enormemente afectado.

25. Si por el contrario se colocase a temperatura elevada, se produciría un fenómeno de formación de incrustaciones que provocaría la obstrucción del reactor.

30. Además, por razones de orden económico, se debe colocar en condiciones tales que se llegue a un resultado

determinado a-priori, con un rendimiento en un producto comercializable elevado, lo que obliga a adoptar un procedimiento que puede trabajar prácticamente en continuo.

5. Ahora bien, se ha encontrado que estas condiciones pueden ser cumplidas poniendo en práctica el procedimiento que constituye el objeto de la presente invención y que consiste en obtener bicarbonato de sodio por tratamiento en particular de efluente procedente de una célula de electrólisis por acción de gas carbónico y caracterizado porque:
10. - se transforma la sosa contenida en el efluente en carbonato neutro de sodio,
- a continuación se lleva el carbonato así formado a una zona de formación y de precipitación del bicarbonato de sodio, siendo la zona una zona de intercambio gas-líquido y de evacuación de sólido,
15. - por último se conducen los productos que resultan de la segunda zona a una zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, siendo la citada zona igualmente una zona de intercambio gas-líquido y de evacuación de sólido, en la cual la temperatura es ventajosamente inferior o igual a 45°C a la salida de la citada zona.
20. Por zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, es preciso entender una zona en la que se continúa la formación y la precipitación del bicarbonato.
25. Como ya se ha dicho anteriormente el efluente tratado puede estar constituido por una solución procedente directamente de una célula de electrólisis.
30. De un modo preferible tal solución contiene entre 160 y 210 g/l de cloruro de sodio, y entre 100 y 200 g/l de sosa caústica.

5. De un modo preferente, los gases utilizados para las reacciones 2 y 3 contienen al menos, en volumen, 35% de gas carbónico, lo que permite trabajar con aparatos en contacto con la atmósfera, pero no se saldría del marco de la presente invención operando a presión, de modo a utilizar gases de menor proporción en gas carbónico.

Ademas, la temperatura máxima alcanzada en la segunda zona es ventajosamente inferior a 70°C.

10. Pero se ha descubierto que de forma inesperada, esta temperatura podía ser descendida efectuando un reciclado de una parte de la suspensión tomada al menos en un punto de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración en al menos un punto situado aguas arriba del punto de temperatura máxima. Eventualmente, se puede igualmente efectuar un reciclado de las aguas madre. Ventajosamente, se recicla una parte de la suspensión tomada en cabeza de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, en cabeza de la zona de formación y de precipitación del bicarbonato de sodio.

20. En particular se ha observado que merced a este reciclado de la suspensión, se podía poner en práctica el procedimiento con excelentes resultados con una temperatura máxima alcanzada en la segunda zona baja, ventajosamente comprendida entre 40 y 60°C.

25. Se ha observado que de forma sorprendente, permaneciendo todas las condiciones iguales, el producto obtenido presentaba un diámetro medio de cristales, leído en la curva de tamizado, mas elevado.

30. El procedimiento según la presente invención puede ser llevado a cabo por una instalación que constituye igual-

mente parte de la invención y que se caracteriza porque comprende en combinación:

- en una primera parte, medios de puesta en contacto gas-líquido;

5. - en una segunda parte, medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación de sólido;

- en una tercera parte, medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación de sólido asociados a medios de refrigeración.

10. Los medios de puesta en contacto gas-líquido pueden estar constituidos por cualquier medio conocido tal como columna de revestimiento, reactores provistos de medios de agitación, etc.

15. Los medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación del sólido pueden estar constituidos por una columna ahogada, provista de coladores o de elementos del tipo gasosifón como los que comprenden una virola interior concéntrica a otra virola exterior dispuestas entre dos diafragmas, o por cualquier otro medio equivalente.

20. Por último, los medios de refrigeración están constituidos de un modo simple por dispositivos refrigerantes tales como serpentines de circulación de líquido.

25. Los diversos medios agenciados como denominados anteriormente pueden estar repartidos en un mismo dispositivo o en varios dispositivos.

30. Pero de un modo preferente la instalación comprende al menos dos dispositivos distintos de los cuales uno contiene medios de puesta en contacto gas-líquido, y los otros encierran cada uno en primer lugar medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación de sólido y a continua-

ción medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación de sólido asociados a otros medios de refrigeración.

5. De un modo práctico los citados dispositivos están constituidos por columnas ahogadas. Ventajosamente, los medios de puesta en contacto gas-líquido de la primera columna son idénticos a los medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación de sólido de la segunda columna. De este modo, la primera columna puede funcionar en lavado, siendo disuelto el bicarbonato depositado en forma incrustante mientras que las demás columnas, o la otra columna, pueden funcionar como reactor.

10. Por lo demás, la instalación según la presente invención puede comprender medios de reciclado de una parte de la suspensión tomada en al menos un punto de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, en al menos un punto situado aguas arriba del punto de temperatura máxima.

15. Tal instalación puede comprender además otros medios de reciclado, en particular de aguas madre.

20. Pero la presente invención será más fácilmente comprendida con ayuda de los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1

25. Se utiliza una instalación tal como se esquematiza en la figura 1, que comprende una columna sumergida 1, que funciona en lavado y otra columna sumergida 2 que funciona como reactor.

30. Estas dos columnas presentan una estructura interna que comprende medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación del sólido, constituidos por elementos a coladores tal como se ilustra en el esquema de la columna 2 y que comprende un collarín 3 sobremontado por una campana 4.

5. La lejía inicial es alimentada en la columna 1 por un conducto de entrada 5, siendo introducido el gas que encierra gas carbónico por un conducto 6 a la columna 1, siendo evacuados el sobrante de gas carbónico y los gases inertes por un conducto 7.

10. La lejía resultante del paso por la columna 1 pasa a continuación por un conducto 8 a la columna 2 donde es introducida por la parte superior. Gas carbónico es introducido en la columna 2 por 10 y 11, siendo evacuados el exceso de gas carbónico y los gases inertes por 12. La columna 2 presenta en su parte inferior medios de refrigeración constituidos por una caja de refrigeración 13, y un conducto 14 de evacuación de la suspensión.

15. Con una instalación que comprenda dos columnas de diámetro interno igual a 1,80 m y de altura igual a 20 m, se introduce una lejía de composición siguiente:

Na Cl : 190 g/l

Na OH : 120 g/l

20. con un caudal de 15 m³/h y se trata esta lejía por medio de un gas que contiene en volumen el 40% de gas carbónico.

25. Se introduce cada vez, en 6, 10 y 11 un tercio de la cantidad total de gas carbónico. La temperatura de introducción del gas carbónico es de 28°C. La temperatura máxima alcanzada en la zona de precipitación del bicarbonato de sodio es igual a 58°C.

La temperatura de la lechada recogida en la base de la segunda columna es de 25°C.

El rendimiento de recuperación de la sosa en forma de bicarbonato es del 89,9%.

30. La lechada recogida es una suspensión de bicarbo-

nato, decantado y filtrado fácilmente, exento de cloruro de sodio y de carbonato de sodio. Los cristales recogidos, tienen un diámetro medio leído en la curva de tamizado igual a 180 μ .

5.

Ejemplo 2

Se utiliza una instalación tal como se esquematiza en la figura 2, que comprende una columna sumergida 15 que funciona como reactor, y un decantador continuo 16.

10.

La columna 15 está provista de coladores. Su diámetro es de 150 mm y su altura de 9 m. El decantador 16 tiene una capacidad de 50 litros. El efluente se introduce por 17 con un caudal de 50 litros/hora y está constituido por una lejía que procede de la electrólisis que comprende 126 g/l de NaOH y 183 g/l de NaCl.

15.

El gas de carbonatación se introduce por 18 en la base de la columna 15, y contiene 68% de CO₂ en volumen. La temperatura máxima alcanzada en la zona de precipitación es de 55°C aproximadamente.

20.

La lechada sale de la zona de refrigeración 19 a una temperatura de 45°C y después es evacuada por un conducto 20 hasta el decantador 26.

25.

Los cristales de bicarbonato formado son recogidos en la base del decantador en 21, mientras que una bomba 22 asegura un reciclado de líquido claro en 23, en cabeza de la zona de precipitación con un caudal de 50 l/h.

Se observa que la conversión de la sosa en bicarbonato es total y el rendimiento de precipitación es del 84%.

30.

Ademas los cristales de bicarbonato formado decantan perfectamente y pueden ser filtrados y lavados fácil-

mente.

5. En este ejemplo se ha utilizado un efluente que proviene directamente de electrólisis, pero evidentemente se puede, como en el ejemplo anterior, recurrir a una columna que funcione como lavado.

Ejemplo 3

En este ejemplo se utiliza una instalación tal como se ilustra en la figura 3.

10. Este dispositivo es similar al representado en la figura 1, salvo que comprende medios de reciclado de la suspensión tomada en al menos un punto de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración en al menos un punto situado aguas arriba del punto de temperatura máxima y que comprende un conducto de reciclado 24 en comunicación con el interior de la columna 2 por dos aberturas 25 y 26.

15. Con una instalación que comprenda dos columnas, de diámetro interno igual a 1,80 m y de altura igual a 20 m, se introduce una lejía de composición siguiente:

NaCl : 192 g/l

20. NaOH : 112 g/l

con un caudal de lejía de 14 m³/h, y se trata esta lejía por medio:

25. - de un gas que contiene en volumen el 40% de gas carbónico e introducido en 6, en una cantidad tal que la concentración de sosa en el conducto 8 sea igual a 22 g/litro,
- y de un gas que contiene en volumen el 80% de gas carbónico introducido en 11.

En cada caso, la temperatura de introducción de los gases es de 30°C.

30. Además, se recicla con un caudal de 30 m³/h la sus-

La temperatura máxima alcanzada en la zona de formación y de precipitación del bicarbonato de sodio es igual a 51°C.

5. La temperatura de la lechada recogida en la base de la segunda columna es de 30°C.

El rendimiento de recuperación de la sosa en forma de bicarbonato es del 88,2%.

10. Se observa que si se opera con reciclado, los cristales de bicarbonato recogidos tienen un diámetro medio de 170 μ mientras que si se efectúa la operación sin reciclado el diámetro medio de los cristales no es mas que de 155 μ .

Este ejemplo pone por tanto en evidencia el efecto inesperado sobre el tamaño de los cristales que resulta de la puesta en práctica del procedimiento según la invención.

15.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo 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 unas solicitudes de patentes presentadas en Francia con los números 74.17783 de 22 de Mayo de 1.974 y 75.06290 de 28 de Febrero de 1.975, acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO E INSTALACION PARA LA OBTENCION DE BICARBONATO DE SODIO, caracterizándose por lo siguiente:

30.

1.- Procedimiento e instalación para la obtención

de bicarbonato de sodio, por tratamiento en particular de efluente que proviene de una célula de electrólisis y en particular de una célula de diafragma, por acción de gas carbónico, el procedimiento caracterizado porque se transforma la sosa
5 contenida en el efluente en carbonato neutro de sodio; a continuación se lleva el carbonato así formado a una zona de formación y precipitación de bicarbonato de sodio, siendo esta zona de intercambio gas-líquido y de evacuación del sólido; y por último se conducen los productos que resultan de la segunda
10 zona a una zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, siendo igualmente esta zona una zona de intercambio gas-líquido y de evacuación de sólido.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura máxima alcanzada en la segunda
15 zona es inferior a 70°C, y porque la temperatura a la salida de la zona de refrigeración es inferior o igual a 45°C.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque se recicla una parte de la suspensión tomada en al menos un punto de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, en al menos un punto situado
20 aguas arriba del punto de temperatura máxima.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la temperatura máxima alcanzada en la segunda zona está comprendida entre 40 y 60°C.

5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 4, caracterizado porque se recicla una parte de la suspensión tomada en cabeza de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración, en cabeza de la zona de formación y de precipitación del bicarbonato de sodio.

- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el efluente que proviene de una célula de electrólisis contiene entre 160 y 210 g/l de cloruro de sodio y entre 100 y 200 g/l de sosa cáustica.
5. 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se trata el efluente por un gas que contiene al menos, en volumen, 35% de gas carbónico en las zonas de precipitación de bicarbonato.
- 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se trata el efluente por un gas que contiene, en volumen, menos de 35% de gas carbónico, en las zonas de precipitación de bicarbonato, estando los gases ventajosamente a presión.
10. 9.- Instalación para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizada porque comprende en combinación: en una primera parte, medios de puesta en contacto gas-líquido; en una segunda parte, medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación del sólido; y en una tercera parte medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación del sólido asociados a medios de refrigeración.
15. 10.- Instalación según la reivindicación 9, caracterizada porque los medios de puesta en contacto gas-líquido están constituidos por una columna con revestimiento.
20. 11.- Instalación según la reivindicación 9, caracterizada porque los medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación del sólido están constituidos por una columna sumergida provista de elementos a coladores.
25. 12.- Instalación según la reivindicación 9, caracterizada porque los medios de puesta en contacto gas-líquido
- 30.

y de evacuación del sólido están constituidos por una columna sumergida de gasosifones.

5. 13.- Instalación según una de las reivindicaciones 9 a 12, caracterizada porque comprende al menos dos dispositivos de los cuales uno contiene medios de puesta en contacto gas-líquido y los otros contienen cada uno en primer lugar medios de puesta en contacto gas-líquido y de evacuación de sólido asociados a medios de refrigeración.

10. 14.- Instalación según la reivindicación 13, caracterizada porque comprende al menos dos columnas sumergidas provistas interiormente de elementos a coladores.

15. 15.- Instalación según una de las reivindicaciones 9 a 14, caracterizada porque comprende medios de reciclado de la suspensión tomada en al menos un punto de la zona de final de bicarbonatación y de refrigeración en al menos un punto situado aguas arriba del punto de temperatura máxima.

16.- Instalación según una de las reivindicaciones 9 a 15, caracterizada porque comprende medios de reciclado de las aguas madre.

20. 17.- Procedimiento e instalación para la obtención de bicarbonato de sodio, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.

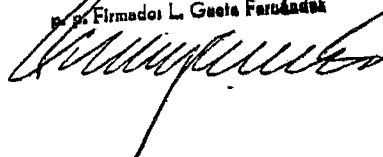
25. Esta Memoria consta de 16 hojas escritas a máquina por una sola cara.

24 MAYO 1975

Madrid,

RHONE-POULENC INDUSTRIES.

I. GÓMEZ AGÜERA Y MÚDEZ
por Firmado: L. Goeta Faróndax



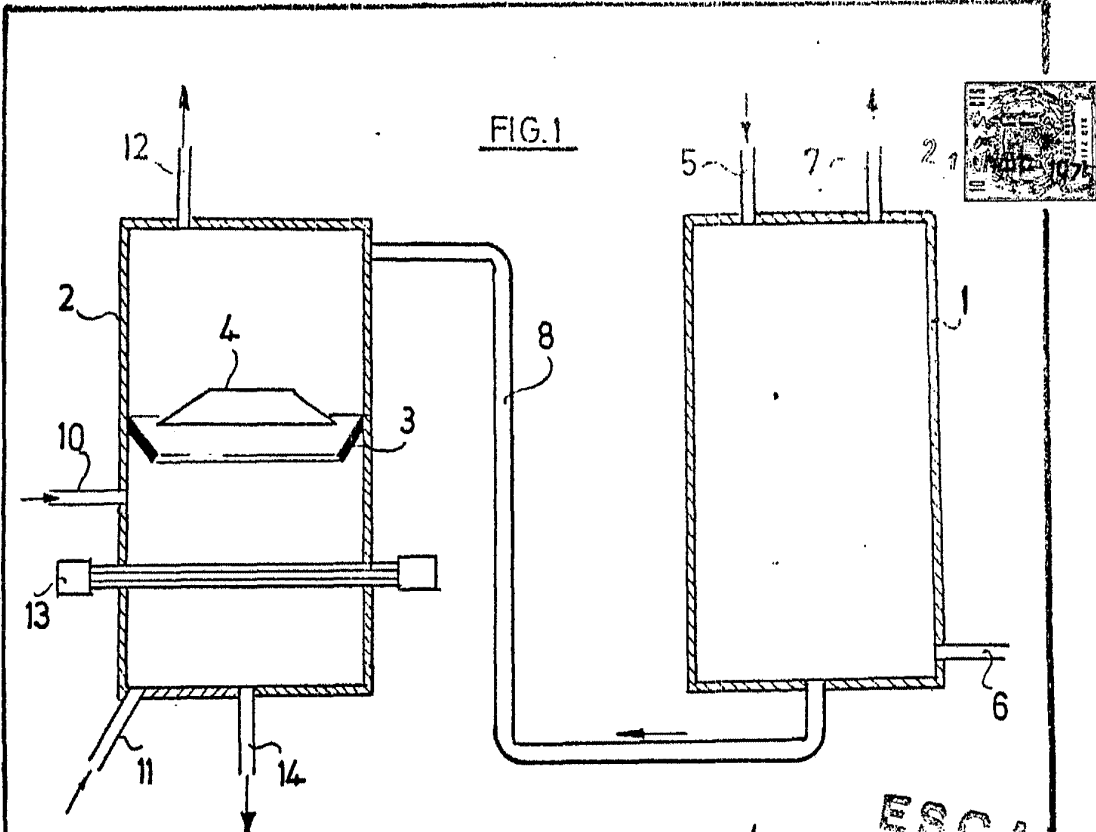


FIG. 1

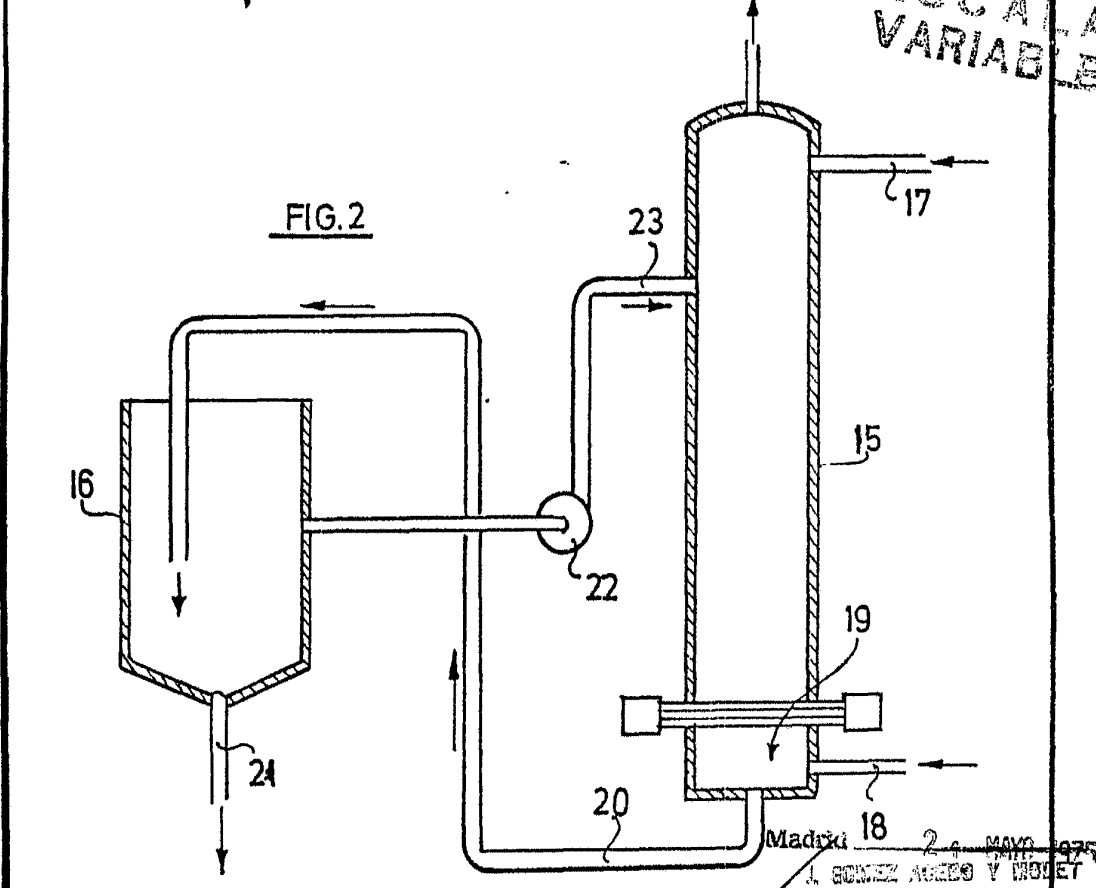
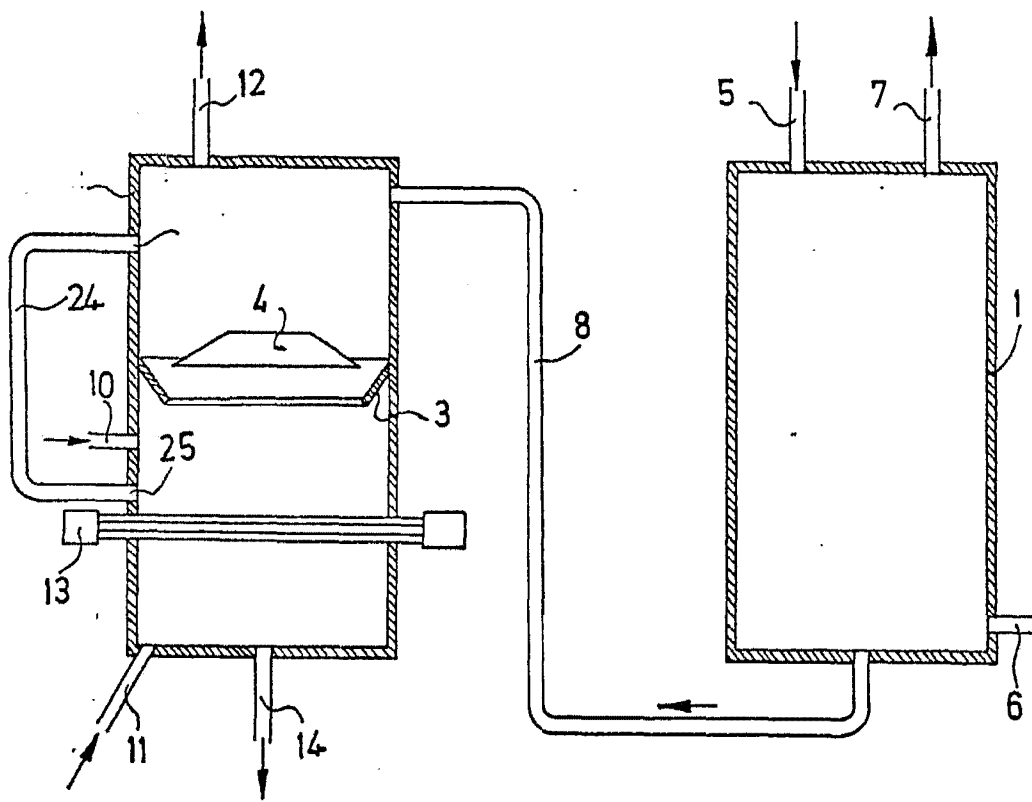


FIG. 2

ESCALA VARIABLE

ESCALA VARIABLE.

Madrid 24 Mayo 1975
 J. GOMEZ AREDO Y MORA
 Ingenieros L. Grupos Furn...



ESCALA VARIABLE

21 MAYO 1975

A. GONZALEZ AGUIRRE Y MOJET
Dra. de. Flemming L. G. G. G. G. G.

ESCALA VARIABLE.