



ESPAÑA

19	ES	11	NUMERO	21	449.842	10	A1
		22	FECHA DE PRESENTACION		15-7-76		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	596.200		15 de Julio de 1975		EE.UU. de A.

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISORIA
			CO1B/C11D		

64	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR PEROXIDO DE CARBONATO SODICO CRISTALINO, SECO Y DE LIBRE FLUENCIA.

71	SOLICITANTE (S)
	FMC CORPORATION.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	2000 Market Street, Filadelfia, Pensilvania 19103, EE.UU. de A.

72	INVENTOR (ES)
	RICHARD ARNOLD MOHR, Ing.; SUSHIL KUMAR BHALLA, Ing.; PETER HAROLD ZEH, Ing.

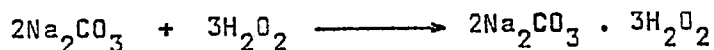
73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.

Esta invención se relaciona con un procedimiento mejorado para producir peróxido de carbonato sódico cristalino, de libre fluencia, mas particularmente con un procedimiento de secado rápido de este compuesto sin pérdida de oxígeno activo:

5 El peróxido de carbonato sódico es un compuesto cristalino que tiene la fórmula $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$ y que se obtiene haciendo reaccionar cantidades estequiométricas de carbonato sódico y peróxido de hidrógeno. Cuando se coloca en medios acuos, el peróxido de carbonato sódico se disgrega en sus compues-
10 tos componentes; es decir peróxido de hidrógeno y carbonato sódico. La sal actúa así como un vehículo y fuente de peróxido de hidrógeno en una forma seca conveniente. Debido a esta propiedad, el peróxido de carbonato sódico es útil como agente blanqueante en formulaciones detergentes.

15 El peróxido de carbonato sódico se prepara convencionalmente haciendo reaccionar carbonato sódico y peróxido de hidrógeno en una relación molar de esencialmente 2 : 3 bajo con-
diciones controladas de reacción, tal y como se ilustra en la siguiente ecuación:



La reacción anterior se efectúa preferiblemente en una zona de cristalización en donde se forma una lechada resultante de cristales de peróxido de carbonato sódico. Los cris-
25 tales de peróxido de carbonato sódico se separan de la lechada y los cristales se secan para obtener un producto de peróxido de carbonato sódico. Ejemplos de procedimientos de este tipo se describen en las patentes USA Nos. 2.986.448 y 3.870.783.

Se ha encontrado que es mas difícil secar el pe-

róxido de carbonato sódico en cantidades comerciales, de modo que contiene cantidades negligibles de humedad sin reducir el contenido en oxígeno activo causado por la descomposición del peróxido de hidrógeno. Algunos de estos métodos que han sido em
5 pleados para secar peróxido de carbonato sódico, bien por sí so los o bien en combinación, son:

a) Secado en vacío a temperatura de 20 a 50° C.,

b) Secado en aire caliente a temperatura de 40 a 60° C., y

10 c) Secado por aspersion de una lechada acuosa del mismo.

En la técnica del secado en vacío, los cristales de peróxido de carbonato sódico, contienen de 2 a 30 % en peso de humedad, se calientan a una temperatura de 20 a 50° C. bajo
15 vacío para acelerar el secado. En la técnica de secado con aire caliente, los cristales de peróxido de carbonato sódico se secan en un horno mantenido a una temperatura de 40 a 60° C., con una circulación de aire suave a través del horno. Ambos procesos son eficaces para separar el agua a muy bajos niveles. Sin
20 embargo, estas técnicas son extremadamente lentas, resultando en la descomposición parcial del peróxido de carbonato sódico y en un contenido en oxígeno activo mas bajo.

En la técnica del secado por aspersion, se pulveriza una lechada líquida de peróxido de carbonato sódico en una
25 corriente de gas caliente y el agua se evapora dejando un residuo seco. Este método seca a los cristales de peróxido de carbonato sódico rápidamente pero tiene ciertos inconvenientes, tales como los volúmenes de gases relativamente grandes y las elevadas temperaturas (unos 150 a 250° C.) necesarios para separar
30 el agua por evaporación, lo cual se traduce en cierta descompo-

sición del producto y en una pérdida del contenido en oxígeno activo. En adición, las variaciones de la velocidad de alimentación de la lechada o de la temperatura de la corriente del gas caliente o de la velocidad de flujo, se pueden traducir en un producto que tiene un contenido de humedad variable y un contenido en oxígeno activo también variable.

Según la presente invención, se proporciona un procedimiento mejorado para preparar un producto de peróxido de carbonato sólido cristalino, seco, de libre fluencia, mediante reacción de peróxido de hidrógeno y carbonato sódico en un medio acuoso, cristalización y recuperación y secado del producto de peróxido de carbonato sódico húmedo, caracterizado porque comprende:

(a) pasar el peróxido de carbonato sódico húmedo a una zona de secado, pasar una corriente de gas caliente a una temperatura entre 70 y 150° C. por dicha zona de secado, mantener la temperatura del gas de salida de la zona de secado a una temperatura reducida entre 50 y 130° C., mantener el peróxido de carbonato sódico dentro de la zona de secado en contacto con dicha corriente de gas caliente hasta que el peróxido de carbonato sódico contenga entre 0,05 y 0,5 % en peso de humedad residual;

(b) pasar el peróxido de carbonato sódico secado a una zona de enfriamiento, pasar una corriente de gas a una temperatura entre -20 y 40° C. por dicha zona de enfriamiento, mantener la temperatura del gas de salida de la zona de enfriamiento a una temperatura aumentada entre 0 y 50° C., mantener el peróxido de carbonato sódico dentro de la zona de enfriamiento en contacto con la corriente de gas hasta que el peróxido de carbonato sódico se enfríe a 0 - 40° C. y recuperar el material

enfriado como un producto de peróxido de carbonato sódico estable, seco, de libre fluencia y cristalino que contiene entre 0,001 y 0,20 % en peso de humedad residual.

5 Según el procedimiento de esta invención, el peróxido de carbonato sódico se separa de su licor madre por medios convencionales, es decir centrífugas o filtros. El producto húmedo resultante contiene normalmente de 2 a 30 % aproximadamente y con preferencia de 2 a 10 % en peso de humedad. Es esencial separar el producto húmedo de la centrífuga y pasarlo
10 a la zona de secado tan rápidamente como sea posible, para reducir la pérdida de contenido en oxígeno activo resultante de la descomposición del producto en sus compuestos componentes.

Con preferencia, el producto húmedo se alimenta por medios transportadores a la zona de secado la cual está
15 constituida por una cámara que contiene bandejas perforadas o de tipo tamiz, vibratorias, que soportan y transportan a los cristales a través de la sección de secado. Simultáneamente se introduce en la cámara una corriente de gas caliente por debajo de las bandejas pasando a través de las aberturas de las mismas
20 para fluidificar los cristales y lograr una transferencia térmica eficaz. La corriente de gas caliente, con preferencia aire caliente libre de humedad, se pasa a través de la zona de secado a una velocidad de flujo de 15,24 a 45,72 metros/minuto, con preferencia 30,48 metros/minuto. La temperatura de los gases de
25 entrada se ajusta de modo que la temperatura del gas de salida, que abandona la zona de secado, sea de 50 a 130° C., con preferencia de 50 a 80° C.

La temperatura exacta del gas de entrada dependerá de la cantidad de producto húmedo que pase al interior de la
30 zona de secado y del contenido en humedad del producto húmedo.

Las temperaturas de entrada entre 70 y 150° C., con preferencia entre 75 y 130° C., han resultado ser adecuadas, resultando en la temperatura del gas de salida deseada.

5 El producto húmedo se pone en contacto con la corriente gaseosa hasta que el peróxido de carbonato sódico contiene entre 0,05 y 0,5 % en peso de humedad residual, con preferencia entre 0,10 y 0,25 % en peso de humedad residual. Este nivel de humedad se consigue con poca pérdida de producto y prácticamente sin pérdida de oxígeno activo durante la etapa de
10 secado. Esto es lo más importante puesto que la pérdida de incluso un pequeño porcentaje de oxígeno activo durante la etapa de secado, puede hacer que el producto sea inaceptable para su venta comercial. El tiempo de contacto variará entre 5 y 60 minutos al objeto de permitir un secado uniforme independientemente de la distribución de tamaño de partículas.

15 La corriente de gas de salida de la zona de secado que contiene partículas suspendidas, finamente divididas, de peróxido de carbonato sódico, se alimenta a un sistema de recuperación para separar las partículas de la corriente de gas de salida. Se pueden llevar a cabo los sistemas de recuperación típicos, pasando la corriente del gas de salida, a través de un
20 separador ciclónico o de un recogedor de polvo para separar la mayor parte de los sólidos. La corriente gaseosa efluente de un recogedor de polvo, se evacua preferiblemente a la atmósfera, mientras que la corriente gaseosa efluente de un ciclón se alimenta con preferencia a un lavador de agua convencional para separar las trazas de sólidos antes de enviar el aire a la atmósfera. Las corrientes de producto del separador ciclónico o del
25 recogedor de polvo se encuentran en estado finamente dividido y son principalmente de malla -80+200 (serie de tamices standard
30

USA ASTM-E-11-61). Esta corriente de producto puede recuperarse como valores de peróxido de carbonato sódico vendible o reciclarse a la zona de cristalización como fuente de semillas de cristalización.

5 El producto de peróxido de carbonato sódico que sale de la zona de secado tiene una temperatura entre 70 y 140° C. y, en consecuencia, debe pasarse a una zona de enfriamiento tan rápidamente como sea posible, para evitar las pérdidas por descomposición del producto. Con preferencia, el producto seco
10 se alimenta directamente a una zona de enfriamiento, la cual es idéntica a la zona de secado, excepto que el aire de entrada no está caliente. La corriente gaseosa se pasa a la zona de enfriamiento a presión atmosférica, con una temperatura entre -20 y 40° C., con preferencia 10 a 30° C., a una velocidad de flujo
15 de 15,24 a 45,72 metros/minuto, con preferencia a unos 30,48 metros/minuto. La temperatura del gas de salida que abandona la zona de enfriamiento se mantiene entre 0 y 50° C. El producto de peróxido de carbonato sódico se pone en contacto con la corriente de gas hasta que el producto se enfría a una temperatura
20 entre 0 y 40° C. Las temperaturas de producto mayores tienden a causar una descomposición localizada que genera calor y humedad, lo cual se traduce en la descomposición del producto.

Una vez terminado el enfriamiento, el producto resultante es un material cristalino, de libre fluencia, que contiene entre 0,001 y 0,2 % en peso de humedad residual. Prácticamente no se observa pérdida alguna del contenido en oxígeno activo.
25

La corriente de salida de la zona de enfriamiento, que contiene partículas suspendidas, finamente divididas, de peróxido de carbonato sódico, se alimenta a un sistema de recupe-
30

ración como anteriormente se ha descrito, por ejemplo, para recuperar los sólidos. Con preferencia, las corrientes de gases de salida de la zona de secado y de la zona de enfriamiento, se combinan y se tratan de forma simultánea.

5 El dibujo muestra un diagrama de flujos según una forma de realización del proceso de la invención. Según este es-
quema, el producto de peróxido de carbonato sódico húmedo se alimenta a la zona de secado 4 a través de la línea 2. La zona de secado 4 puede ser un secador convencional, tal como un seca-
10 dor vibratorio de lecho fluidificado. Simultáneamente, se pasa una corriente de gas caliente al interior de la zona de secado 4 a través de los conductos 6. La corriente de gas caliente seca al producto húmedo resultando en un material de peróxido de car-
bonato sódico que contiene entre 0,05 y 0,5 % en peso de hume-
15 dad residual. La corriente de gas de salida se extrae a través de la línea 8 y se alimenta al separador ciclónico 10 para recu-
perar partículas suspendidas. Los sólidos secos se retiran de la zona de secado 4 a través de la línea 12 y se pasan a la zo-
na de enfriamiento 14. Simultáneamente, se pasa una corriente de gas frío a la zona de enfriamiento 14 a través de los conduc-
20 tos 16. La corriente de gas frío separa las restantes trazas de humedad del producto de peróxido de carbonato sódico y disminu-
ye la temperatura del producto a 0 - 40° C. El material resul-
tante se extrae a través de la línea 20 y consiste en un produc-
25 to de peróxido de carbonato sódico cristalino, seco, de libre fluencia, que contiene entre 0,001 y 0,2 % en peso de humedad residual.

La corriente del gas de salida se retira de la zo-
na de enfriamiento 14 a través de la línea 18 y se combina pre-
30 feriblemente con el gas de salida presente en la línea 8, pasán

dose al separador ciclónico 10. La mayoría de los sólidos presentes en las corrientes de gas de salida 8 y 18 se separan en un separador ciclónico 10 y se retiran a través de la línea 22. El gas de salida que abandona el separador ciclónico 10 a través de la línea 24, se alimenta a un lavador convencional para separar las trazas de sólidos antes de enviar el aire a la atmósfera.

El siguiente ejemplo ilustra adicionalmente la invención. Todos los porcentajes indicados se ofrecen en peso, a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO

Cristales de peróxido de carbonato sódico conteniendo 5 % de agua, y que tiene un contenido en oxígeno activo del 15,22 % aproximadamente, se alimentan continuamente a un secador de tipo transportador vibratorio, de lecho fluidificado, a una velocidad de 965 kg/hora. Simultáneamente, se pasa al secador una corriente de aire seco, a una velocidad de 30,48 metros/minuto. La temperatura de entrada de la corriente de gas es de 80° C. y la temperatura de salida se mantiene en 55° C. Los cristales de peróxido de carbonato sódico se mantienen en el secador durante unos 30 minutos, tras lo cual el material resultante, que tiene una temperatura de unos 75° C. y contiene 0,2 % en peso de humedad, se introduce inmediatamente en una zona de enfriamiento. La temperatura de entrada de la corriente de gas de la zona de enfriamiento es de 5° C. y la temperatura de salida se mantiene en 25° C. La corriente de gas pasa a la zona de enfriamiento a una velocidad de 30 metros/minuto. Los cristales de peróxido de carbonato sódico se mantienen en la zona de enfriamiento durante unos 7 minutos, tras lo cual el mate

rial resultante, que tiene una temperatura de 20° C. y que tiene menos de 0,2 % en peso de humedad, se extrae y se pasa al almacenamiento. Las corrientes de gases de salida de la zona de secado y de la zona de enfriamiento, se pasan a través de un ciclón para la recuperación de partículas secas de peróxido de carbonato sódico que miden: 33 % -50+80; 21 % -80+100; 29 % -100+140 y 17 % -140 malla (serie de tamices USA-ASTM-E-11-61).

El producto seco de peróxido de carbonato sódico es de libre fluencia y cristalino y tiene un contenido en oxígeno activo de 15,18 % en peso. El contenido teórico en oxígeno activo del peróxido de carbonato sódico es del 15,28 % en peso.

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.

REIVINDICACIONES

1^a.- Procedimiento para preparar peróxido de carbonato sódico cristalino, seco y de libre fluencia, mediante reacción de peróxido de hidrógeno con carbonato sódico en un medio acuoso, cristalización, recuperación y secado del producto de peróxido de carbonato sódico húmedo resultante; caracterizado porque comprende:

(a) pasar el peróxido de carbonato sódico húmedo a una zona de secado, pasar una corriente de gas caliente a una temperatura entre 70 y 150° C. por dicha zona de secado, mantener la temperatura del gas de salida de la zona de secado a una temperatura reducida entre 50 y 130° C., mantener el peróxido de carbonato sódico dentro de la zona de secado en contacto con dicha corriente de gas caliente hasta que el peróxido de carbonato sódico contenga entre 0,05 y 0,5 % en peso de humedad residual;

(b) pasar el peróxido de carbonato sódico secado a una zona de enfriamiento, pasar una corriente de gas a una temperatura entre -20 y 40° C. por dicha zona de enfriamiento, mantener la temperatura del gas de salida de la zona de enfriamiento a una temperatura aumentada entre 0 y 50° C., mantener el peróxido de carbonato sódico dentro de la zona de enfriamiento en contacto con la corriente de gas hasta que el peróxido de carbonato sódico se enfríe a 0 - 40° C. y recuperar el material enfriado como un producto de peróxido de carbonato sódico estable, seco, de libre fluencia y cristalino que contiene entre 0,001 y 0,20 % en peso de humedad residual.

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se separan partículas de peróxido de carbonato sódico seco de la zona de secado y se enfrían los gases de

salida de la zona.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura de la corriente de gas que pasa a la zona de secado está comprendida entre 75 y 130° C. y la temperatura del gas de salida se mantiene entre 50 y 80° C.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el peróxido de carbonato sódico se mantiene en la zona de secado hasta que contiene entre 0,10 y 0,25 % en peso de humedad residual.

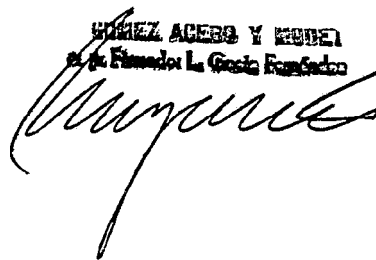
5ª.- Procedimiento para preparar peróxido de carbonato sódico cristalino, seco y de libre fluencia, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

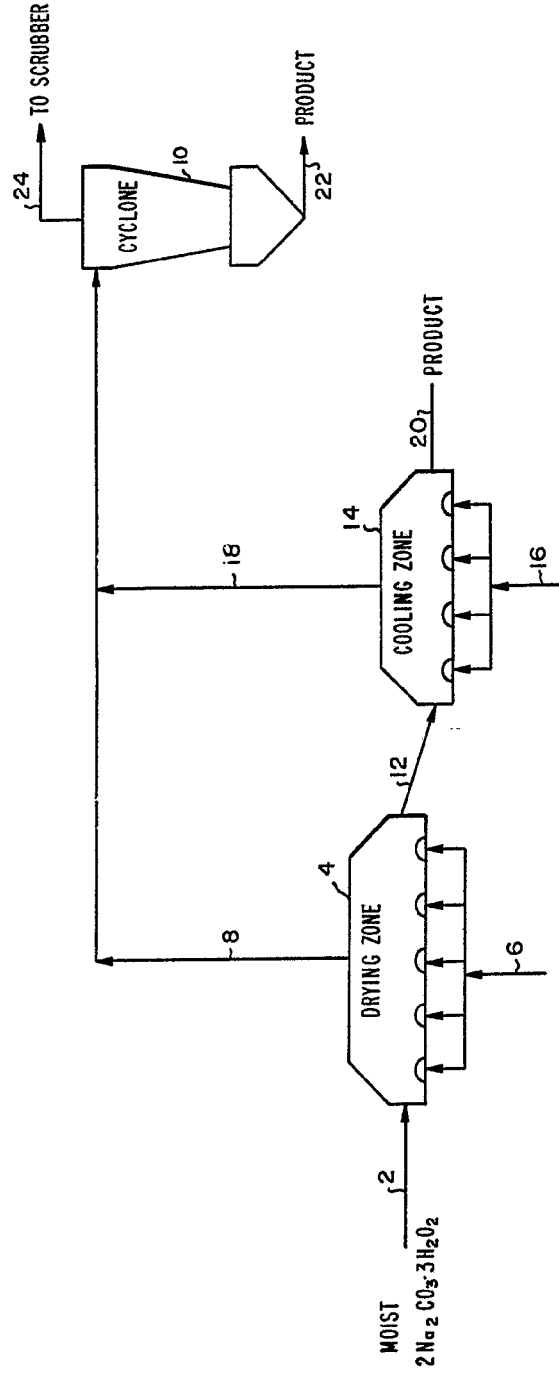
Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 18 DIC. 1976

FMC CORPORATION.

HÉNER ACERO Y REDEA
Ingenieros de la Costa Española

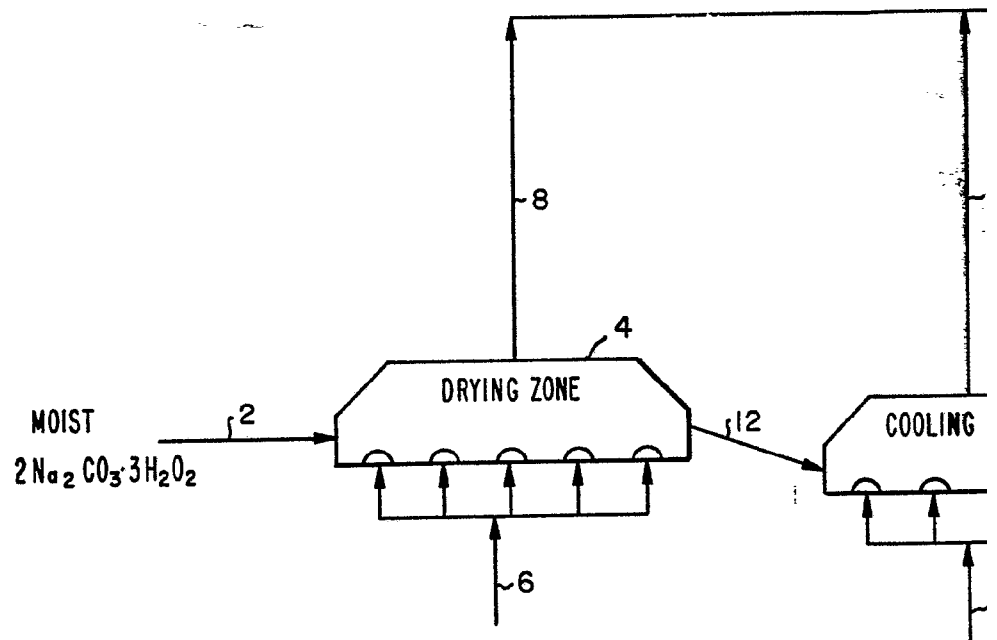


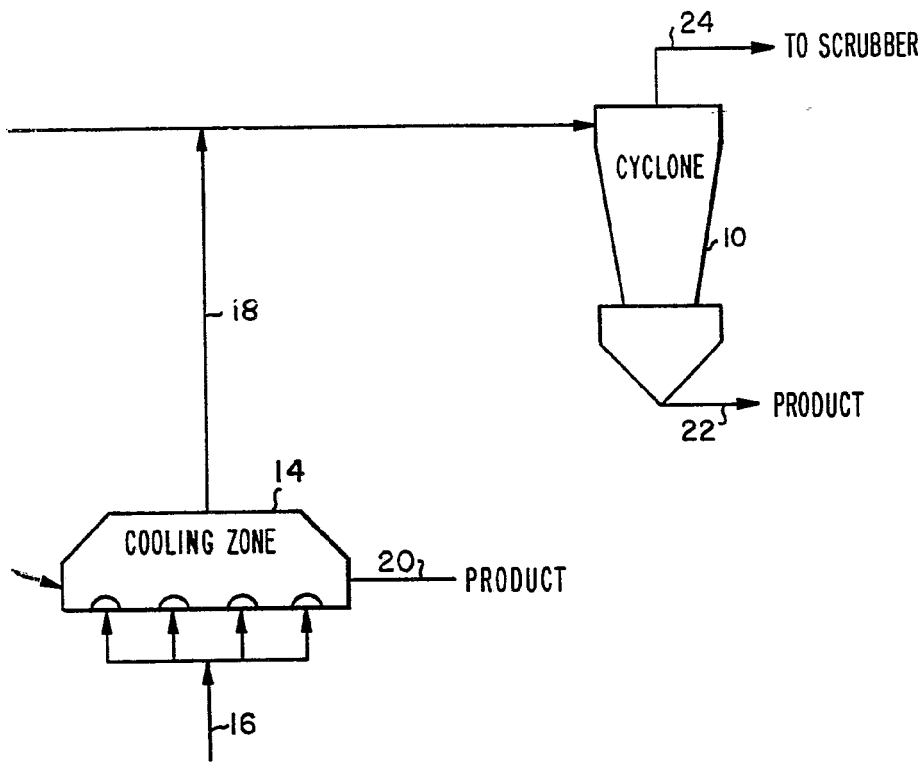


18 DIC. 1978

18 DIC. 1978

[Handwritten signature]





Handwritten scribbles

~~Madrid~~ 18 DIC. 1976

~~... ..~~
~~... ..~~
~~... ..~~
Handwritten signature