

20 JUL. 1978



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

19 ES

11

21

22

NUMERO

466805

FECHA DE PRESENTACION

10-2-78

10 A1

PATENTE DE INVENCION

20 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
77 03865	11-2-77	Francia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO1B	
24 TITULO DE LA INVENCION		
MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE PERCARBONATO SODICO.		
71 SOLICITANTE (S)		
PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
25 boulevard de l'Amiral Bruix 75116 París (Francia)		
72 INVENTOR (ES)		
Louis Mesaros y Paul Mollard, ambos de nacionalidad francesa.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1 Esta invención se refiere a perfeccionamientos en un
procedimiento de preparación de percarbonato sódico. Más
exactamente, la invención se refiere a una mejora en el pro-
cedimiento de preparación de percarbonato sódico de fórmu-
5 la $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$, por acción del agua oxigenada sobre el car-
bonato sódico hidratado.

La patente francesa 73/26.674, presentada el 20 de
Julio de 1973 en nombre de la firma solicitante, describe
un procedimiento de preparación de percarbonato sódico por
10 acción del agua oxigenada del 60 al 80 % en peso sobre el
carbonato sódico, caracterizándose este procedimiento por el
hecho de que el carbonato sódico de partida está selecciona-
do entre carbonato sódico monohidratado y los carbonatos de
sodio hidratados que contienen entre 75 y 90 % en peso de
15 Na_2CO_3 . Es conveniente, para las aplicaciones que constitu-
yen lejías a las que está destinado, que el percarbonato só-
dico fabricado, además de buena resistencia a los choques y
a la atrición, presente una densidad aparente comprendida
aproximadamente entre 0,6 y 1 g/cm^3 y un diámetro medio com-
20 prendido aproximadamente entre 210 y 610 micras. Según el
procedimiento de la patente francesa 73/26.674 ya citada,
para preparar este percarbonato es necesario partir de un
carbonato sódico con una densidad aparente comprendida entre
0,450 y 0,750 g/cm^3 y un diámetro medio comprendido entre
25 200 y 450 micras. El hecho de tener que partir de un carbo-
nato sódico con una densidad aparente baja, comprendida en-
tre 0,450 y 0,750 g/cm^3 , establece límites a la preparación
del carbonato monohidratado.

Una forma económica para preparar este monohidrato con-
30 siste, en efecto, en carbonatar la sosa comercial al 48 %

1 mediante los gases de combustión depurados que contienen 12 %
de CO_2 en volumen. Por una parte, es ventajoso obtener un
buen rendimiento de captación del CO_2 durante esta operación
de carbonatación: así se limita el tamaño de la instalación
5 de depuración de los gases de combustión y el del compresor
que permite inyectarlos en el aparato de carbonatación de la
sosa. Por otra parte, la carbonatación de la sosa al 48 %
da lugar simultáneamente a la precipitación de carbonato mono-
hidratado, en las condiciones habituales de temperatura y
10 de presión, que permiten beneficiar el calor de reacción para
eliminar el exceso de agua. Una de las condiciones para
conseguir un rendimiento de captación elevado del CO_2 es que
la solución del carbonatador contenga un exceso de sosa li-
bre. Sin embargo, en estas condiciones, el carbonato mono-
15 hidratado que precipita se encuentra en forma de cristales
muy compactos cuya densidad aparente llega e incluso supera
al valor de $1,2 \text{ g/cm}^3$ y que son muy poco reactivos con
el H_2O_2 .

20 La firma solicitante ha comprobado que la adición de
pequeñas cantidades de un tensoactivo no iónico permitía uti-
lizar carbonato sódico monohidratado con una densidad apa-
rente que podía llegar a ser de $1,2 \text{ g/cm}^3$ e incluso más pa-
ra preparar percarbonato sódico con las características de-
seadas: buena resistencia a los choques y a la atrición,
25 una densidad aparente de $0,6-1 \text{ g/cm}^3$ y un diámetro medio de
250-610 micras, con un buen rendimiento.

30 El procedimiento de preparación del percarbonato sódico
de esta invención consiste, por lo tanto, en agregar una
pequeña cantidad de agente tensoactivo no iónico a la mez-
cla de reacción de agua oxigenada y carbonato sódico mono-

1 hidratado.

Dicho agente tensoactivo no iónico puede agregarse, por ejemplo, al agua oxigenada o también impregnar el carbonato de partida.

5 Puede utilizarse en esta invención cualquier tensoactivo no iónico a condición de que sea estable por una parte frente a las soluciones concentradas de agua oxigenada y por otra parte frente a las soluciones alcalinas de carbonato sódico.

10 Por "pequeña cantidad" de agente tensoactivo, se sobrentiende una cantidad del orden de 200 a 500 ppm con respecto al percarbonato fabricado. En el caso de que dicho agente tensoactivo no iónico se introduzca en la solución de agua oxigenada, esta última solución contiene alrededor de
15 0,5 a 1 g/l de tensoactivo.

La adición de tensoactivo no iónico según la invención permite obtener rendimientos superiores al 90 % en la preparación del percarbonato sódico por reacción de H_2O_2 con carbonato sódico monohidratado de una densidad aparente del orden de $1,2 \text{ g/cm}^3$, mientras que para este producto de partida el rendimiento es nulo sin la adición de dicho tensoactivo.

20 Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin limitarla.

EJEMPLO 1

Ensayo testigo (sin adición de tensoactivo)

25 En un masticador de laboratorio de movimiento planetario, provisto de una paleta giratoria a 150 rpm y de una doble camisa por donde circula agua termostaticada a 30°C , se cargan 500 g de carbonato sódico monohidratado con una densidad aparente de $0,985 \text{ g/cm}^3$.

30

1 A lo largo de media hora se vierte agua oxigenada al 68 % en peso, en cantidad calculada para fabricar el producto de fórmula $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$.

5 Así se obtiene percarbonato sódico que contiene 12,29% de oxígeno activo, con una densidad aparente de $0,768 \text{ g/cm}^3$ y un diámetro medio de 600 micras. El rendimiento en H_2O_2 de la operación es del 80,3 %.

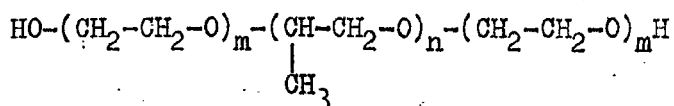
EJEMPLOS 2 y 3

Adición del tensoactivo no iónico al H_2O_2

10 Se repite la forma operatoria del Ejemplo 1 pero agregando 1 g/l de tensoactivo no iónico al agua oxigenada de partida.

Los resultados obtenidos están indicados en la Tabla I dada a continuación.

15 Los tensoactivos utilizados en los Ejemplos 2 y 3 son de fórmula:



20 Para el tenso-activo del Ejemplo 2, comercializado bajo el nombre de Pluronic L 61 por la firma solicitante, el peso molecular medio de la base hidrófoba del condensado (óxido de propileno) es 1750, el peso molecular medio total es 2000 y hay un 10 % por término medio de óxido de etileno.

25 Para el tensoactivo del Ejemplo 3, comercializado con el nombre de Pluronic L 62 por la firma solicitante, el peso molecular medio de la base hidrófoba del condensado (óxido de propileno) es 1750, el peso molecular medio total es 2500 y por término medio contiene 20 % de óxido de etileno.

1

TABLA I

Ej.	Tensoactivo	Título de oxígeno activo del percarbonato, %	Rendimiento en H ₂ O ₂ %	Características del producto obtenido	
				Densidad aparente g/cm ³	Diámetro medio, micras
2	Pluronic L 61	14,21	96,1	0,756	215
3	Pluronic L 62	14,37	93,9	0,760	235

5

EJEMPLO 4

10

Ensayo testigo

Se utilizó el mismo masticador del Ejemplo 1 y las mismas cantidades de carbonato y agua oxigenada. La temperatura se mantuvo a 30°C.

15

Se utilizó carbonato sódico monohidratado con una densidad aparente de 1,15 g/cm³. Se agregó agua oxigenada al 68 % en peso. La masa reaccionante se descompuso totalmente cuando se habían agregado los dos tercios de la cantidad estequiométrica de H₂O₂.

EJEMPLOS 5 a 8

20

Adición del tensoactivo no iónico sobre el carbonato sódico

Se opera como en el Ejemplo 4 pero impregnando el carbonato de partida con un tensoactivo no iónico.

La impregnación del carbonato se efectúa por adición de una solución acuosa al 5 % de dicho tensoactivo.

25

La adición de la cantidad estequiométrica de H₂O₂ al 68 % se realizó en 50 minutos.

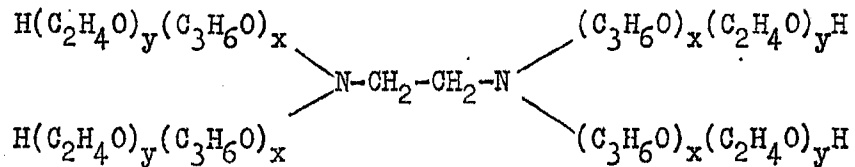
La Tabla II dada a continuación indica los resultados obtenidos.

30

El tensoactivo utilizado en el Ejemplo 5 es el producto de fórmula R-O(CH₂-CH₂O)_nH. Se obtuvo por policondensa-

1 ción de óxido de etileno con un alcohol lineal al 50 %
(± 2 %) C₉ y 50 % (± 2 %) C₁₁. El contenido en óxido de etileno por molécula era alrededor del 72 %. Fue comercializado por la firma solicitante bajo el nombre de Ukanil 85.

5 El agente tensoactivo del Ejemplo 6 era de fórmula:

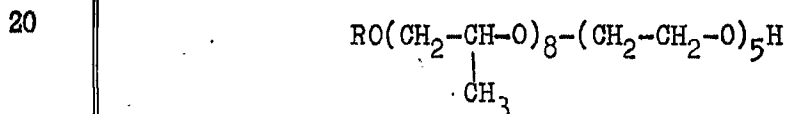


10 El peso molecular de su base hidrófoba está comprendido entre 3500 y 4000 y contiene 10 % de óxido de etileno. Ha sido comercializado por la firma solicitante con el nombre de Tetronic 901.

15 El agente tensoactivo del Ejemplo 7 es el Pluronic L 62, comercializado por la firma solicitante, definido para el Ejemplo 3.

El agente tensoactivo del Ejemplo 8 es un producto obtenido por policondensación de óxido de etileno y óxido de propileno con un alcohol lineal C₉ y C₁₁.

Responde a la fórmula (A):



donde R es el radical de dicho alcohol.

25

30

TABLA II

Ej.	Tensoactivo	Título de oxígeno activo del percarbonato, %	Rendimiento en H ₂ O ₂ %	Características del percarbonato	
				Densidad aparente g/cm ³	Diámetro medio, micras
5	Ukanil 85	13,56	96,5	0,674	560
	Tetronic 901	13,49	97,5	0,707	335
	Pluronic L 62	14,00	95,5	0,697	420
	(A)	12,47	96,2	0,773	310

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

REIVINDICACIONES

1. Mejoras introducidas en el procedimiento de preparación de percarbonato sódico, $2Na_2CO_3 \cdot 3H_2O_2$, por acción de agua oxigenada del 60 al 80 % en peso sobre el carbonato sódico monohidratado o sobre el carbonato sódico hidratado que contiene entre 75 y 90 % en peso de Na_2CO_3 , cuyas mejoras consisten en agregar al medio de reacción una pequeña cantidad de un agente tensoactivo no iónico, estable frente a las soluciones concentradas de agua oxigenada y frente a las soluciones alcalinas de carbonato sódico.

2. Mejoras según la Reivindicación 1, donde dicho tensoactivo no iónico impregna al carbonato sódico de partida.

3. Mejoras según la Reivindicación 1, donde dicho tensoactivo no iónico se agrega al agua oxigenada de partida.

4. Mejoras según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 3, donde se agregan de 200 a 500 ppm de dicho tensoactivo no iónico con respecto al percarbonato sódico fabricado.

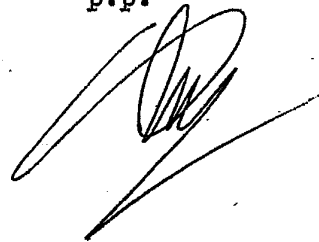
5. Mejoras según la Reivindicación 3, donde se agregan de 0,5 a 1 g/l de dicho tensoactivo no iónico al agua

1 oxigenada de partida.

6. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE
5 PERCARBONATO SODICO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de nueve páginas
mecanografiadas.

Madrid, 10 de Febrero de 1978
BERNARDO UNGRIA
p.p.



10

15

20

25

30