

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

5 ENE. 1979

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

ES

11

21

22

NUMERO	471589
FECHA DE PRESENTACION	10-Julio-1.978

AI

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
NO REGISTRADA ESTA PRIORIDAD - NO REGISTRADA ESTA PRIORIDAD - NO REGISTRADA ESTA PRIORIDAD		
P 27 48 783,8 - 41	31-10-77	R.F.A. <i>OH</i>
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	<i>C01B/C11D</i>	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION DE PERCARBONATO DE SODIO"		
71 SOLICITANTE (ES)		
DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS ROESSLER (PAT/EI 7218 PV)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt (Main), República Federal Alemana		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Hans Klebe y Dr. Gerd Knippschild.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-69.356)		

1 El percarbonato de sodio es, como se sabe, muy inestable debido a su elevada higroscopicidad frente a la humedad, a diferencia del perborato de sodio tetrahidratado.

5 Incluso muy pequeñas cantidades de humedad, tal como se presentan por ejemplo en mezclas de agentes de lavado o de limpieza, conducen a una disminución rápida del contenido de oxígeno activo, así como también a una formación de grumos de los agentes de lavado y de limpieza propiamente dichos.

10 Por ello ya se intentó pronto contrarrestar este inconveniente en el caso de utilizarse percarbonato de sodio, a saber mediante adición de conocidos estabilizadores para peróxido de hidrógeno, por ejemplo de silicatos de minerales alcalino-térreos (memoria de patente alemana 870.092).

15 Aun cuando compuestos que contienen ácido silícico, a saber ácidos silícicos propiamente dichos, se utilizaron en el tiempo subsiguiente preferentemente frente a otras sustancias para la estabilización (tales como recubrimientos a base de parafina o polietilenglicol o empleo de varios estabilizadores al mismo tiempo (DT-OS 2.511.143)), sin embargo la estabilidad del percarbonato, alcanzada de este modo, en atmósfera húmeda era muy insuficiente.

25 Las razones consistían por una parte en una realización técnicamente imperfecta de la puesta en contacto del percarbonato y del compuesto estabilizador que contiene ácido silícico.

30 Así, por ejemplo, aerosoles de ácido silícico, que en sí eran ya difíciles de dispersar, se añadieron du-

1 -rante la preparación del percarbonato a la mezcla de reac-
ción o al polvo de percarbonato seco, eventualmente también
a las soluciones de percarbonato ya listas (DT-OS 870.092
y 24 48 453). Las dos sustancias se presentaban a continua-
5 ción por separado una junto a otra, pero apenas aparecía
ningún efecto estabilizador.

O también tenía lugar en sí el envolvimiento de
la partícula de percarbonato; pero la realización técnica
requerida para ello era extraordinariamente complicada y
10 además de esto no siempre conducía a un envolvimiento sufi-
ciente.

Así según el procedimiento de la DT-OS 24 48 453
se rociaba percarbonato de sodio con un sol acuoso, que con-
tenía 3 hasta 8% de ácido silícico, y poseía un valor de
15 pH desde 3 hasta aproximadamente 10.

Sin embargo, esta sustancia envolvente se prepa-
raba mediante desionización de silicatos solubles en agua,
tales como silicatos de metales alcalinos con ayuda de in-
tercambiadores de cationes. No obstante, los soles acuosos,
20 obtenidos de esta manera, no son estables, durante un tiem-
po prolongado, sino que deben emplearse ulteriormente en
un tiempo moderado. En otras palabras, la estabilización
de los percarbonatos requiere constantemente una instala-
ción de intercambiadores de cationes, lista para el servi-
25 cio, ya que los soles preparados de esta manera no son es-
tables.

A pesar de este gasto, después de sólo 6 días en
el ensayo de almacenamiento de agentes de lavado en atmós-
fera húmeda, en el caso más favorable estaba descompuesto
30 ya 10% de oxígeno activo.

Dado que los recubrimientos a base de silicato de metal alcalino, en virtud de su reacción con el contenido de dióxido de carbono del aire, son higroscópicos, en la DT-OS 25 11 143 se emplearon mezclas acuosas de silicatos de metales alcalinos o alcalinotérreos y de fluosilicatos de los mismos metales, para recubrir a las partículas de percarbonato. Estas partículas se presentaban secas y eran rociadas con la mezcla mencionada anteriormente.

10 No obstante, un rociado de soles que contienen ácido silícico no siempre puede realizarse de una manera sencilla en virtud de la viscosidad de los soles y del peligro de cristalización, y requiere un determinado gasto de técnica de regulación. Por lo tanto, los dos procedimientos mencionados últimamente de la DT-OS 24 48 453 y
15 25 11 143 eran técnicamente muy costosos.

Es misión de la invención proveer de un modo sencillo al percarbonato de sodio con un recubrimiento que contiene ácido silícico y obtener un producto estable frente a la humedad.

20 Se ha hallado ahora que puede estabilizarse percarbonato de sodio para el almacenamiento en atmósfera húmeda, si se mezcla intensamente percarbonato de sodio con un contenido de 1 hasta 10% en peso de agua, referido al percarbonato, con ácido silícico altamente disperso y a
25 continuación se seca de manera usual.

De este modo se llega sobre la superficie a una formación de silicato de sodio. Esto no ocurre al mezclar con percarbonato de sodio seco; puesto que durante el secado subsiguiente se evapora el agua conllevada por el percarbonato de sodio y sobre la superficie se forma una en-

30

03078

voltura de silicato de sodio, que protege al percarbonato de sodio, sobre todo en atmósfera húmeda.

5 Como percarbonato de sodio con 1 hasta 10% en peso se utiliza preferentemente el producto resultante después del cristizador.

Naturalmente, sin embargo, es posible también incorporar la correspondiente cantidad de agua en el percarbonato usual seco.

10 Por ácido silícico altamente disperso se entiende un ácido silícico, que posee un tamaño medio de partículas primarias de 2 hasta 100 m μ .

Se emplean preferentemente ácidos silícicos con un tamaño de partículas primarias de 7 hasta 20 m μ .

15 Se pueden emplear también partículas con diámetro mayor, pero con ello la envoltura de las partículas de percarbonato de sodio se vuelve heterogénea.

Este ácido silícico se añade en estado seco al percarbonato.

20 La preparación de tales ácidos silícicos es conocida, por ejemplo, según el procedimiento de la memoria de patente alemana 974.793.

25 La temperatura de mezclado no es crítica, normalmente la temperatura será la del percarbonato húmedo, que sale del cristizador. En cualquier caso deben evitarse temperaturas que pueden conducir a la descomposición de oxígeno activo.

El mezclado tiene lugar en aparatos mezcladores sencillos, tales como tambores granuladores, tornillos sin fin, mezcladores, a saber tanto discontinua como continuamente.

1 El mezclado de los dos componentes se prosigue
hasta tanto que las partículas de ácido silícico hayan si
do absorbidas por la superficie de las partículas húmedas
de percarbonato de sodio. Esto puede comprobarse por me-
5 dio de un ensayo previo.

A continuación del mezclado, el producto obteni
do es secado de manera usual, y se forma la envoltura de
silicato de sodio.

10 La cantidad de ácido silícico altamente disperso
se dosifica de tal manera que el producto obtenido contie
ne 0,05 a 5% en peso de SiO_2 .

El procedimiento se explica más detalladamente
con ayuda del ejemplo siguiente:

15 En este caso significan: NaPc = percarbonato de
sodio

Oa = oxígeno activo

H rel.A. = humedad relati-
va del aire

Ejemplo

20 En un tambor rotativo ($\phi = 250$ mm, altura = 250
mm), que contiene a distancias iguales 4 nervios de arras
tre de 15 mm de anchura, se disponen previamente con una
inclinación de 15° y una velocidad de rotación de 30 rpm
1.000 g de percarbonato de sodio. En una etapa de procedi-
25 miento se aplican por rociado 40 g de agua (correspondien
tes a 4%). Inmediatamente después de esto se incorporan
24,5 g de ácido silícico altamente disperso (tamaño medio
de partículas primarias = 12 μ).

30 A continuación se seca el NaPc envuelto con SiO_2
a 55 - 60°C aproximadamente durante 30 minutos en una es-

1 tufa de secado.

Se obtuvo un producto con los siguientes resultados de análisis:

	Oxígeno activo:	13,26%
5	SiO ₂ :	0,99%
	CO ₂ :	26,53%
	Fe ₂ O ₃ :	0,003%
	Densidad aparente:	1,030 kg/l
	Análisis granulométrico sobre 0,8 mm:	4%
10	sobre 0,5 mm:	37%
	sobre 0,4 mm:	13%
	sobre 0,2 mm:	35%
	sobre 0,1 mm:	10%
	resto:	1%

15

	Material de partida de NaPc inestabilizado	NaPc estabilizado con SiO ₂
20	Descomposición de Oa a + 30°C y 92,9% de humedad relativa del aire después de 4 días %	21,2
	después de 7 días %	45,0
25	después de 10 días %	59,0
		1,6
		6,8
		8,4

Para la realización del ensayo de acondicionamiento de aire a + 30°C y 92,9% de humedad relativa del aire se disponen 3 desecadores (diámetro 150 mm, altura 150 mm), en los que se almacenan durante 4, 7 y 10 días

30

03078

1 las sustancias que se han de investigar.

En los desecadores se cargan 760 ml de solución saturada de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ con sedimento.

5 Cada uno de los desecadores se carga cada vez con 10 vidrios de reloj abiertos (diámetro 35 mm, altura 30 mm), en los que se encuentran 2 g ($\pm 0,01$ g) de sustancia por cada vidrio de reloj.

10 5 vidrios de reloj contienen el material de par- rida inestabilizado y los restantes 5 el percarbonato de sodio estabilizado con SiO_2 .

15 Después de haber transcurrido la duración de la investigación se retira en cada caso uno de los desecado- res de la estufa de secado, se vuelven a pesar los vidrios de reloj, y se utiliza la muestra total como muestra a pe- sar para la determinación del oxígeno activo restante.

20

25

03078

1

- REIVINDICACIONES -

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Procedimiento para la estabilización de percarbonato de sodio con compuestos que contienen ácido silícico, que se caracteriza porque en la primera etapa de procedimiento se aplica ácido silícico finamente distribuido sobre la superficie de percarbonato de sodio húmedo, que contiene de 1 hasta 10% en peso de agua, formándose en una segunda etapa de procedimiento, durante el desecado del agua que mantiene adherido al percarbonato de sodio, silicato de sodio como sustancia de recubrimiento sobre la superficie del percarbonato de sodio.

15

20

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, que se caracteriza porque como ácido silícico altamente disperso se emplea uno con un tamaño medio de partículas primarias de 2 hasta 100 m μ .

25

3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª y 2ª, que se caracteriza por el hecho de que se utilizan ácidos silícicos con un tamaño medio de partículas primarias de 7 hasta 20 m μ .

4ª.- Procedimiento para la estabilización de percarbonato de sodio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 24.OCT.1978

P.A.

Alberto de Eizaburu
Por Poder

