

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

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

5 MAR. 1979

PATENTE DE INVENCION

NUMERO	474.101
FECHA DE PRESENTACION	11-10-1978

10 AI

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
77/30654	12-10-1977	Francia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	68 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C 01 D	

64 TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR SULFATO SODICO"

71 SOLICITANTE (ES)
RHONE POULENC INDUSTRIES (R 2522)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
22, avenue Montaigne, 75-París (8ème), Francia

72 INVENTOR (ES)
Jean-Louis GENIN, André LONDICHE, René ROLLAND

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-69.887)

jga

1 La presente invención se refiere a un procedimiento para purificar sulfato sódico, sobre todo un sulfato sódico que contiene metionina.

5 El sulfato sódico es un subproducto de la fabricación de la metionina, y se le halla de nuevo en las -- aguas madres en esta fabricación.

Una solución para recuperar este sulfato sódico, en apariencia simple, consistiría en calcinar el sulfato sódico.

10 Sin embargo, en este caso no se obtiene más que un sulfato sódico en forma de pequeños cristales anhidros, de tinte grisáceo, que presentan un olor residual de metionina.

15 Además, los nauseabundos gases de calcinación no se podrían evacuar directamente por la chimenea de la instalación, sin riesgo de originar perjuicios particularmente molestos.

El procedimiento según la invención consiste en realizar un tratamiento térmico en medio oxidante.

20 Según una forma de realización particularmente ventajosa de la invención, se trata el sulfato sódico con una solución de oxidante, y luego se calcina el sulfato sódico así tratado.

25 Prácticamente, el tratamiento térmico es de al menos una hora, de manera que se obtenga un producto en forma de polvo blanco inodoro que no contiene prácticamente nada de aglomerado.

Se comprueba que el procedimiento según la invención conduce:

30 - a descomponer la metionina,

1 - a destruir los productos de descomposición carbonosos.

5 Por otra parte, se observa que el producto obtenido no se apelmaza, al contrario que el sulfato no tratado por la invención, y que es estable en el almacenamiento, lo que facilita su utilización y su conservación.

Además, se comprueba que los humos evacuados son inodoros, y que la corrosión observada es pequeña.

10 Uno de los factores críticos del procedimiento según la invención consiste en la elección del oxidante.

15 En efecto, si el oxidante es demasiado débil, la purificación no es lo bastante completa y el producto no responde a las normas deseadas, y si el oxidante es demasiado potente hay corrosión del dispositivo de calcinación.

Por ello, ventajosamente, se añade al sulfato sódico impuro una solución de clorato sódico concentrado del orden del 50%, siendo la cantidad de clorato sódico, en relación al sulfato, de 1 a 3%.

20 Tecnológicamente, una de las grandes dificultades estriba en los riesgos de corrosión.

25 Por ello, han sido necesarias largas investigaciones para poner a punto un procedimiento que responde al conjunto de las exigencias antes citadas, tanto en lo que se refiere al producto obtenido en cuanto a calidades químicas y físicas, como en lo que se refiere a la realización del procedimiento.

Según un modo de realización práctica, y que forma parte de la invención:

30 - en una primera etapa se trata el sulfato só-

1 dico por pulverización mediante la solución oxidante, a temperatura ambiente, de manera que se impregne el sulfato sódico.

5 - luego, en una segunda etapa, se somete el sulfato impregnado a un tratamiento térmico, elevando progresiva y uniformemente la temperatura.

 - por último, se recoge continuamente el producto obtenido.

10 De manera ventajosa, el tratamiento térmico se efectúa mediante un gas caliente, tal como aire caliente, alimentado en contracorriente en un horno rotativo.

15 Con el fin de asegurar un buen reparto de calor, se toman todas las medidas desde el punto de vista de aislamiento térmico y homogeneidad en el interior del horno, de manera que se obtenga una temperatura constante en la parte de aguas arriba y media del horno, y una disminución progresiva y regular de la temperatura en la parte de --
aguas abajo de dicho horno.

20 Se ha observado que esta técnica en contracorriente, con control del perfil de temperaturas, conducía a resultados superiores a los observados con otras técnicas más clásicas, y sobre todo horno rotativo en contracorriente, secado de tipo instantáneo, horno de mufla, calentamiento por infrarrojos, etc.

25 De manera preferente, en el caso de tratamiento con clorato, se lleva al sulfato sódico a purificar a una temperatura comprendida prácticamente entre 600 y 450°C, ya que, por una parte, hay que evitar que el sulfato fragüe, fenómeno que comienza a aparecer hacia 600°C, y por
30 otra parte, por razones económicas y tecnológicas, es in-

1 interesante adoptar una temperatura suficientemente elevada.

5 Como ya se ha dicho antes, se utiliza de preferencia clorato sódico como oxidante, pero no habría desviación del marco de la presente invención si se recurre a otro oxidante. Así, se ha observado que el persulfato sódico o amónico daba excelentes resultados en cuanto a la purificación del sulfato sódico; sin embargo, tales productos resultan ser de una utilización más delicada en lo que se refiere a la corrosión.

10 En el caso de que se pueda contentar con un efecto más débil, se puede recurrir a un oxidante menos eficaz, como por ejemplo un nitrato.

15 La cantidad de oxidante en relación al sulfato sódico depende, naturalmente, de la naturaleza de este oxidante y de las condiciones de tratamiento, sobre todo de temperatura.

Así, se puede disminuir la temperatura con la condición de aumentar la proporción de oxidante, y viceversa.

20 Por otra parte, se puede hacer pasar a los humos un tratamiento complementario, tal como desodorización con lejía.

25 El producto obtenido se presenta en forma de polvo blanco de densidad comprendida entre 1,1 y 1,3, y de blancura al menos igual al 90% de la de un carbonato de magnesio en polvo de referencia, determinada como sigue.

30 La muestra cuya blancura se quiere medir se extiende en un círculo de 10 cm de diámetro aproximadamente, y se pone directamente sobre un leucómetro (fotómetro) Lange, provisto de filtro verde, efectuándose la lectura en

1 un galvanómetro Multiflex (para esta medida se puede utilizar igualmente el aparato Photovolt).

5 Se efectúa un contraste previo con carbonato de magnesio en polvo Prolabo para análisis, nº 25096, llevando la aguja del galvanómetro a 100%.

Su aspecto se puede mejorar por trituración. El producto obtenido puede servir en particular en composiciones detergentes.

10 Sin embargo, la presente invención se comprenderá mejor con ayuda de los ejemplos siguientes, dados a título ilustrativo, pero en absoluto limitativo.

En el esquema adjunto se han representado únicamente los dos tambores 1 de humidificación y 2 de calcinación.

15 El tambor 1 está provisto de una rampa 3 de humidificación, y dispone de medios 4 de arrastre en la rotación.

20 El sulfato sódico a tratar se lleva por una tolva 5 al horno, y se retira por un conducto 6 al horno 2 de calcinación.

25 Este presenta medios 7 de arrastre en la rotación. El aire caliente se introduce por el extremo 8 de aguas abajo del tambor, mientras que el sulfato tratado se retira por 9, antes de experimentar un enfriamiento en 10. El tambor 2 es de tipo clásico, calorifugado en su parte de aguas arriba, y presentando en esa misma parte de aguas arriba unas líneas de martillos.

Ejemplo 1

30 Se utiliza un tambor 1 de humidificación de 3 m de longitud y 1,3 m de diámetro. Se trata el sulfato con

1 una solución de clorato al 50%, a razón de 40 kg por hora, o sea 20 kg de NaClO_3 , por tonelada de sulfato, o sea 2% de clorato. El tiempo de residencia en este primer tambor es de 1 h 20 min.

5 El producto pasa luego al calcinador 2, de longitud igual a 12 m y con diámetro de 2 m, provisto en el interior de paletas de elevación.

El volumen del lecho corresponde a 8 toneladas de Na_2SO_4 , y el tiempo de residencia es de 8 h.

10 La temperatura de los gases a la entrada, en equilibrio de marcha, es de 660°C, y la temperatura de salida de los gases es de 400°C, lo que corresponde a una temperatura de tratamiento del producto de 550°C.

15 El producto obtenido se presenta en forma de polvo blanco, sin olor de metionina.

La blancura es de 93%.

Se observa también una ausencia total de puntos negros o rojos, lo que indica ausencia de corrosión.

20 Por otra parte, se observa que no hay adherencia al interior del calcinador.

Ejemplo 2

Este ejemplo es idéntico al ejemplo 1, salvo en que el contenido de clorato se ha disminuído a 1,5%.

La blancura es entonces de 90%.

25 Ejemplo 3

Este ejemplo es idéntico al ejemplo 2, salvo en que se ha subido la temperatura de entrada de los gases a 750°C, lo que corresponde a un tratamiento del producto de 600°C.

30 La blancura conseguida recupera el mismo valor

1 que en el ejemplo 1, o sea 93%.

Ejemplo 4

En este ejemplo se reemplaza, en el ejemplo 1, el clorato sódico por nitrato sódico.

5 Se observa una blancura de 87%.

Ejemplo 5

Se reemplaza en las condiciones del ejemplo 1 el clorato por persulfato. La blancura se lleva a 95%.

10 Los ejemplos precedentes muestran el interés de la presente invención. Se refieren al sulfato que contiene metionina como impureza orgánica. Sin embargo, evidentemente, el ámbito de la presente invención no está limitado a este compuesto orgánico. Se puede aplicar además para derivados tales como β -naftol o resorcina.

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 purificar sulfato sódico, sobre todo sulfato sódico que contiene trazas de metionina, por tratamiento en medio oxidante, caracterizado por el hecho de que se trata el sulfato sódico con una solución de oxidante, esencialmente del grupo de los cloratos, nitratos y persulfatos, y luego se calcina el sulfato sódico así tratado.

15

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se trata el sulfato sódico con una solución concentrada de clorato sódico, siendo la cantidad de clorato, en relación al sulfato, de al menos 1 a 3% en peso.

20

3ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 2ª, caracterizado por el hecho de que en una primera etapa se trata el sulfato a temperatura ambiente con una solución oxidante, de manera que se impregna el sulfato sódico, y luego, en una segunda etapa, se hace experimentar un tratamiento térmico al sulfato impregnado, subiendo progresiva y uniformemente la temperatura.

25

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado por el hecho de que el tratamiento térmico se efectúa mediante un gas caliente, alimentado en contracorriente a un horno rotativo.

30

16108

1 5ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado por el hecho de que se impregna el sulfato sódico con una solución de clorato sódico, y luego se trata térmicamente dicho sulfato, al menos
5 durante una hora, a una temperatura comprendida entre 450 y 600°C.

 6ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado por el hecho de que se hace experimentar un tratamiento complementario a los humos resultantes del tratamiento térmico del sulfato sódico con la composición oxidante.

10

 7ª.- "PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR SULFATO SÓDICO".

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

15

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

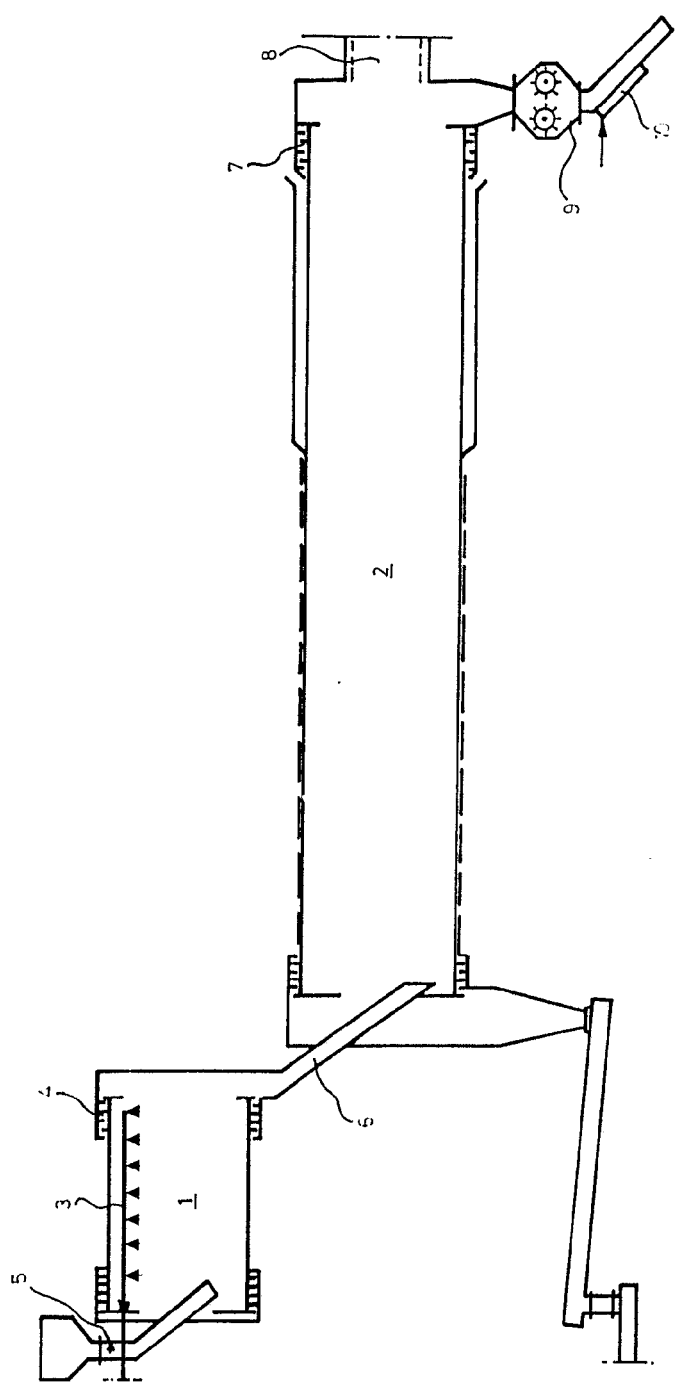
Madrid, 06. DIC. 1978

20

F.A.
Fernando de Elzaburu
Por Poder.

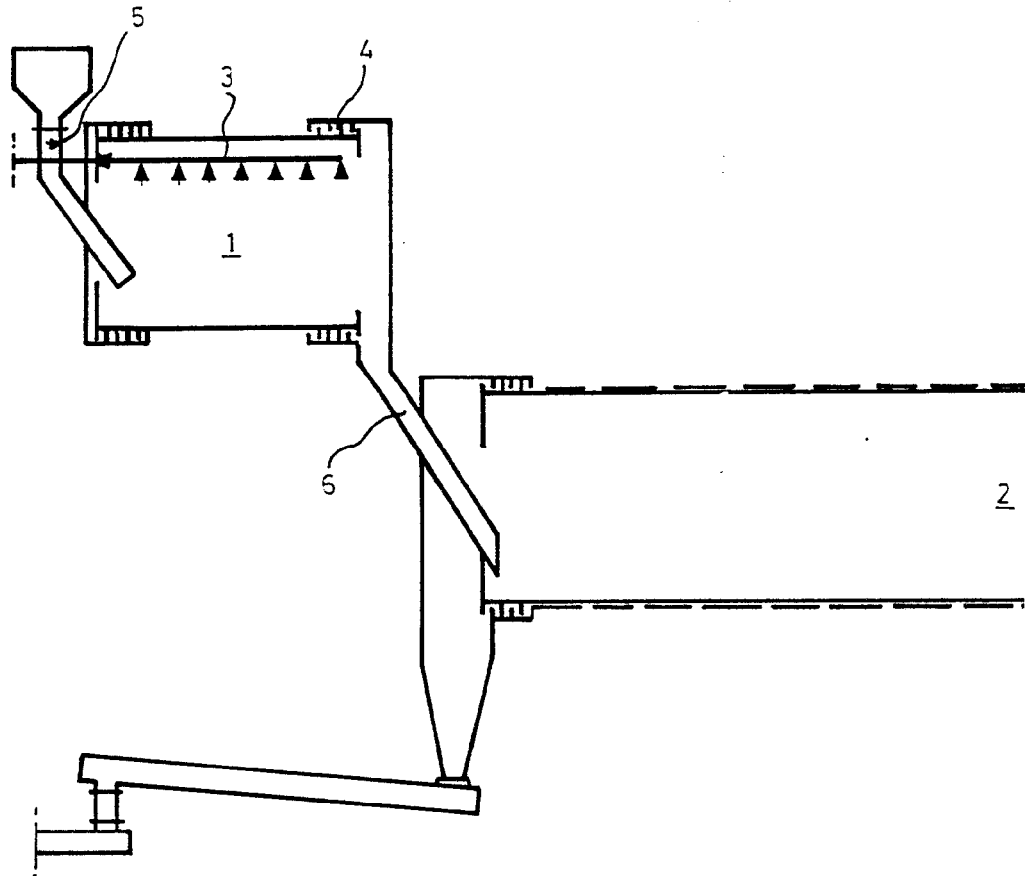


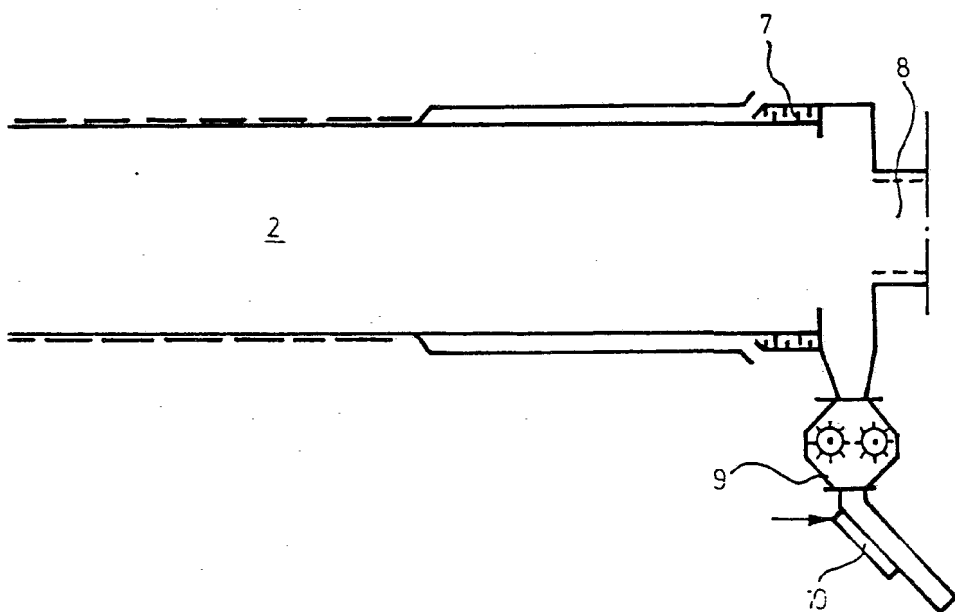
JAC



Fernando Elizalde
P.E.T. S.A. de C.V.

RHCNE FCULENC INDUSTRIES





Fernando de Elzoburu
Per. Forer.