

Memória descritiva referente à
patente de invenção de SOLVAY &
CIE. (Société Anonyme), belga, in-
dustrial, com sede em 33, rue du
Prince Albert, B-1050 Bruxelles,
Bélgica, para:

"PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DE GRÃOS DE BICARBONATO
DE UM METAL ALCALINO DE UMA PELÍCULA LÍQUIDA DE
CLORIDRATO DE UMA BASE ORGÂNICA AZOTADA ADSORVIDA
À SUA SUPERFÍCIE E PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE
BICARBONATO DE UM METAL ALCALINO"

A presente invenção refere-se a um processo para
separar grãos de bicarbonato de metal alcalino de uma película
líquida de cloridrato de uma base orgânica azotada que os im-
pregna.

Conhece-se já uma técnica para a fabricação de
bicarbonato de sódio segundo a qual se mistura uma solução
aquosa de cloreto de sódio e uma solução orgânica de uma amina
insolúvel em água, se trata a mistura resultante com um gás con-
tendo anidrido carbônico, seguidamente submete-se a mesma a uma
decantação para separar uma suspensão aquosa de bicarbonato de
sódio e uma solução orgânica de cloridrato da amina. A suspen-
são aquosa é em seguida submetida a uma decantação ou a uma
filtração para extrair dela o bicarbonato de sódio sólido que
ela contém e a solução orgânica é tratada para regenerar a amina,



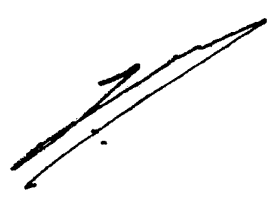
que é reciclada no processo (Patente GB-A-1 082 436 (KAISER ALUMINUM & CHEMICAL CORPORATION), pág. 2, linhas 105 a 125; Central Patents Index, Basic Abstracts Journal, secção E, Week T. 49, Derwent Publication Ltd., Londres, Resumo 78430T-E; Pedido de patente JP-A-7241237 (Israel Mining Inds. Inst. Res. & Dev.)).

O bicarbonato de sódio recolhido na sequência deste processo conhecido apresenta-se geralmente no estado de grãos que estão impregnados de uma película de adsorção da solução orgânica de cloridrato da amina. A presença desta película constitui um inconveniente, visto que reduz a qualidade do bicarbonato de sódio e acarreta uma perda de amina.

A invenção remedeia este inconveniente fornecendo um processo que permite recuperar de maneira eficaz e económica o cloridrato de uma base orgânica azotada, nomeadamente o cloridrato da amina, adsorvido sobre os grãos de bicarbonato do metal alcalino, e que permite produzir, simultaneamente, bicarbonato de metal alcalino de qualidade melhorada.

Como consequência a invenção refere-se a um processo para separar grãos de bicarbonato do metal alcalino de uma película do cloridrato líquida de uma base orgânica azotada adsorvida à sua superfície; de acordo com a invenção dispersam-se os grãos num banho aquoso e submete-se a suspensão aquosa resultante, sucessivamente, a uma turbulência e depois a uma decantação.

No processo de acordo com a invenção a base orgânica azotada é por definição qualquer reagente orgânico azotado insolúvel em água que apresenta um carácter básico suficiente para reagir com o cloreto de hidrogénio, formando o cloridrato da base. O líquido pode ser constituído pelo cloridrato da base



orgânica azotada tal qual, quando esta é normalmente líquida nas condições de realização do processo. Como variante pode ser uma solução do cloridrato num dissolvente apropriado, de preferência um dissolvente orgânico. Como regra geral é vantajoso escolher a natureza e a quantidade do dissolvente de modo que o líquido apresente uma viscosidade que não exceda 3 centipoises, de preferência 1,5 centipoises, nas condições de realização do processo. Os exemplos de dissolventes orgânicos utilizáveis no âmbito da invenção são o xileno, butilbenzenos, metiletilbenzenos e mais particularmente o white spirit e os dissolventes comerciais conhecidos pelas marcas ISOPAR (Esso) que é uma mistura de isoparafinas, SOLVESSO (Esso) que é uma mistura de compostos aromáticos, SHELLSOL AB (Shell) que é uma mistura de compostos aromáticos, e SHELLSOL K, que é uma mistura de compostos alifáticos.

A película líquida é uma camada delgada, contínua ou descontínua, de líquido adsorvida sobre os grãos.

De acordo com a invenção os grãos impregnados da película líquida do cloridrato de uma base orgânica azotada são dispersos num banho aquoso e a suspensão aquosa assim obtida é submetida a uma turbulência e depois a uma decantação.

O banho aquoso pode ser a água ou uma solução aquosa. No caso de uma solução aquosa esta deve de preferência ser inerte quimicamente face ao bicarbonato de metal alcalino nas condições de trabalho. Pode ser, por exemplo, uma solução aquosa de cloreto do metal alcalino. Prefere-se utilizar uma solução aquosa de bicarbonato de metal alcalino, de preferência uma solução saturada.

O banho aquoso deve ser utilizado em quantidades suficientes para permitir uma dispersão fácil e eficaz dos grãos



de bicarbonato de metal alcalino, evitando a formação de aglomerados. Convém no entanto evitar uma quantidade excessiva de banho, que ocasionaria um volume excessivo e necessitaria de um gasto excessivo de energia na fase posterior de realização da turbulência. A quantidade óptima de banho a utilizar depende com efeito de diversos parâmetros, entre os quais figuram a natureza do banho e a distribuição granulométrica do bicarbonato de metal alcalino; pode ser determinada facilmente em cada caso particular por um trabalho laboratorial de rotina.

A turbulência tem por função destacar a película líquida dos grãos de bicarbonato e dispersá-la no banho aquoso. Pode ser exercida por qualquer meio adequado, por exemplo um agitador rotativo ou uma injeção de gás. A intensidade e a duração da turbulência devem ser suficientes para destacar a película líquida dos grãos e dependem de diversos parâmetros, nomeadamente do diâmetro médio dos grãos, da natureza do líquido da película, da natureza do banho aquoso, das massas respectivas dos grãos de bicarbonato de metal alcalino e do banho, assim como da temperatura. Podem ser determinadas facilmente em cada caso particular por um trabalho laboratorial de rotina.

A decantação que se segue à turbulência tem por função separar os grãos de bicarbonato de metal alcalino de uma fase líquida contendo o cloridrato. Pode ser executada por gravidade ou por centrifugação. A seguir à decantação evacua-se a referida fase líquida e recolhem-se os grãos de bicarbonato de metal alcalino.

Por considerações de natureza económica o processo de acordo com a invenção é realizado com vantagem a baixas temperaturas, de preferência abaixo dos 60°C, por exemplo entre 15 e 40°C.



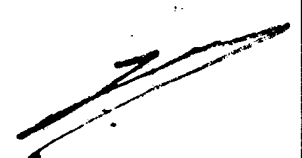
O bicarbonato de metal alcalino recolhido depois da decantação está húmido; pode ser eventualmente submetido a uma operação posterior de secagem.

Numa forma de realização particular do processo de acordo com a invenção os grãos de bicarbonato húmidos recolhidos depois da decantação são dispersos num outro banho aquoso e a dispersão resultante é submetida sucessivamente a uma turbulência e a uma decantação, tal como foi descrito anteriormente. Esta forma de realização particular da invenção, que pode ser repetida em várias fases, aumenta a eficácia do processo.

O processo de acordo com a invenção aplica-se a todas as bases orgânicas azotadas, tais como foram definidas anteriormente, e particularmente às que são insolúveis em água, por exemplo às iminas insolúveis em água e aos seus derivados, aos sais de amónio quaternário insolúveis em água e às aminas e derivados aminados insolúveis em água; aplica-se particularmente bem às aminas primárias, nomeadamente às alquilaminas primárias contendo 12 a 24 átomos de carbono na molécula, que têm uma aplicação interessante na produção de bicarbonato de sódio pela técnica das aminas anteriormente referida. Por outro lado o processo de acordo com a invenção aplica-se também com eficácia nos casos em que a película líquida dos grãos de bicarbonato compreende uma mistura da base orgânica azotada e do cloridrato da referida base, por exemplo uma mistura compreendendo entre 30 e 70% em peso da base e entre 70 e 30% de cloridrato.

O processo de acordo com a invenção tem uma aplicação interessante no tratamento de grãos de bicarbonato de sódio obtidos pela técnica das aminas, anteriormente descrita.

A invenção refere-se igualmente também a um processo para a produção de bicarbonato de metal alcalino, segundo



o qual se trata o cloreto de metal alcalino na presença de água com um gás contendo anidrido carbônico e uma base orgânica azotada insolúvel em água, se submete a mistura reactiva a uma decantação para recolher, por um lado, uma fase aquosa compreendendo uma suspensão aquosa de bicarbonato de metal alcalino e, por outro lado, uma fase orgânica compreendendo cloridrato da base orgânica azotada, e se trata a fase aquosa para extrair dela o bicarbonato de metal alcalino sólido que ela contém e umas águas-mães; de acordo com a invenção o bicarbonato de metal alcalino sólido é submetido a uma turbulência num banho aquoso e depois a suspensão aquosa resultante é submetida a uma decantação, como se expôs anteriormente.

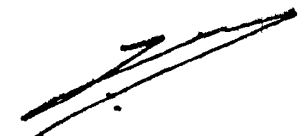
As particularidades e os pormenores da invenção vão salientar-se na descrição seguinte dos desenhos anexos.

A figura 1 representa o esquema geral de uma instalação para a produção de bicarbonato de sódio utilizando uma forma de realização particular do processo de acordo com a invenção.

As figuras 2, 3 e 4 representam formas de realização modificadas da instalação da figura 1.

Nestas figuras utilizaram-se notações de referência iguais para elementos idênticos.

A instalação representada na figura 1 compreende uma câmara de cristalização 1 que é alimentada continuamente com uma solução aquosa sensivelmente saturada de cloreto de sódio ou uma calda aquosa de cloreto de sódio 2, um líquido orgânico 3 compreendendo uma amina primária insolúvel na solução aquosa de cloreto de sódio, e um gás contendo anidrido carbônico 4. O líquido orgânico 3 pode ser por exemplo uma solução a 50% em peso



em xileno da alquilamina primária conhecida pela marca PRIMENE JMT (Rohm & Haas) que contém entre 18 e 24 átomos de carbono na molécula.

Como variante o líquido orgânico pode ser uma alquilamina primária líquida contendo menos de 18 átomos de carbono na sua molécula, utilizada tal qual, não dissolvida num dissolvente, por exemplo a amina conhecida pela marca PRIMENE 81R (Rohm & Haas) cuja molécula contém entre 12 e 14 átomos de carbono.

O gás 4 é de preferência rico em anidrido carbônico, contendo pelo menos 60% em peso de anidrido carbônico.

Na câmara de cristalização 1 o bicarbonato de sódio cristaliza e a amina é convertida em cloridrato de amina.

Retira-se da câmara de cristalização 1 um líquido 5 constituído por uma mistura de cristais de bicarbonato de sódio, umas águas-mães da cristalização e uma fase orgânica contendo cloridrato de amina. O líquido 5 é transferido para uma câmara de decantação 6 onde se separa, por gravidade, por um lado a fase orgânica de cloridrato da amina 7 e, por outro lado, uma fase aquosa 8 contendo essencialmente uma suspensão aquosa de bicarbonato de sódio.

A fase aquosa de cloridrato de amina 7 é tratada de forma conhecida por si num dispositivo 9 para regenerar a amina, que é reciclada na câmara de cristalização 1.

A fase aquosa 8 é enviada a um dispositivo de secagem ou de filtração 10 onde se extrai dela, separadamente, bicarbonato de sódio no estado de grãos 11 e umas águas-mães 12. Estas são recicladas na câmara de cristalização 1 depois de se

lhes adicionar cloreto de sódio.

De acordo com a invenção o bicarbonato de sódio sólido 11 é introduzido numa câmara de malaxagem 13 com um banho aquoso 14 que pode ser por exemplo água, uma solução aquosa de cloreto de sódio ou, mais vantajosamente, uma solução aquosa de bicarbonato de sódio. A mistura é submetida a uma turbulência viva na câmara 13, por exemplo por meio de uma ou várias hélices. A mistura resultante 15 é em seguida transferida para uma câmara de decantação 16 onde se opera por decantação a separação de uma fase orgânica 17, que se recicla na fase orgânica 7, e de uma fase aquosa 18 que se envia a um dispositivo de secagem ou de filtração 19.

Recolhe-se do dispositivo 19 por um lado cristais de bicarbonato de sódio 20 e, por outro lado, umas águas-mães 21 que se reciclam na câmara de cristalização 1.

Os cristais de bicarbonato de sódio 20 são transferidos para um filtro 22 onde são submetidos a uma corrente de água de lavagem 23.

O bicarbonato de sódio 24 recolhido do filtro 22 pode ser enviado a um forno de calcinação, não representado, para se produzir carbonato de sódio anidro.

A água recolhida da lavagem 25 é enviada a uma câmara de cristalização 1.

Numa forma de realização modificada do processo, com referência à figura 2, a fase aquosa 8 separada da fase orgânica 7 é enviada tal qual, directamente à câmara de malaxagem 13, onde é submetida a uma viva turbulência. A mistura resultante 15 é em seguida tratada da forma descrita anteriormente com



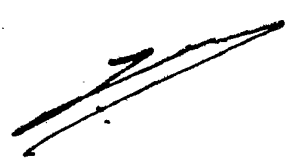
referência à fig. 1.

Na forma de realização representada na fig. 3 os grãos de bicarbonato de sódio 20 provenientes da câmara de decantação 19 são transferidos para uma segunda câmara de malaxagem 26 onde se introduz, por outro lado, a corrente de água 25 proveniente do filtro 22. Na câmara de malaxagem 26 o bicarbonato de sódio e a água são submetidos a uma maceração enérgica e a suspensão aquosa resultante 27 é transferida para uma câmara de decantação 28 de onde se retiram, separadamente, uma solução aquosa 29 que se envia à câmara de cristalização 1, e grãos de bicarbonato de sódio 30 que se enviam ao filtro 22, onde são tratados como já foi descrito anteriormente com referência à fig. 1.

Numa forma de realização simplificada do processo representado na fig. 4 os grãos de bicarbonato de sódio 11 recolhidos do dispositivo de secagem ou de filtração 10, depois da carbonatação, são introduzidos directamente na câmara de malaxagem 26, onde são em seguida tratados como se descreveu acima com referência à fig. 3.

O exemplo cuja descrição se segue permite reconhecer o interesse da invenção.

Fez-se reagir uma solução aquosa aproximadamente saturada de cloreto de sódio, uma amina PRIMENE 81R (mistura de aminas contendo 12 a 14 átomos de carbono na molécula) e anidrido carbónico, filtrou-se a suspensão aquosa resultante de bicarbonato de sódio e recolheram-se separadamente o bicarbonato de sódio sólido e as águas-mães. O bicarbonato de sódio sólido continha por kg 2 g de amina (no estado de uma mistura da amina e do cloridrato da amina) e as águas-mães tinham a composição ponderal seguinte:



NaCl : 132 g/kg
NaHCO₃ : 37 g/kg
Amina : 1,4 g/kg.

De acordo com a invenção dispersou-se 1 kg de bicarbonato de sódio sólido em 4,25 kg das águas-mães e submeteu-se a dispersão resultante a uma turbulência viva por meio de um agitador de hélice durante 30 minutos. Seguidamente deixou-se a mistura decantar durante 15 minutos para separar uma fase orgânica contendo a amina e uma fase aquosa. Recolheu-se a fase aquosa que se filtrou para extrair dela o bicarbonato de sódio sólido. Este apresentava um teor residual de amina de 0,35 g/kg.



REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

Processo para a separação de grãos de bicarbonato de um metal alcalino de uma película líquida de cloridrato de uma base orgânica azotada adsorvida à sua superfície, caracterizado pelo facto de se dispersarem os grãos (11, 20) num banho aquoso (14, 25) e se submeter a suspensão aquosa resultante (15, 27) sucessivamente a uma turbulência (13, 26) e depois a uma decantação (16, 28).

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado pelo facto de o banho aquoso (14) ser uma solução aquosa saturada de bicarbonato de um metal alcalino.

- 3ª -

Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2 caracterizado pelo facto de se submeterem os grãos de bicarbonato do metal alcalino (20, 30) recolhidos da decantação (16, 28) a uma lavagem com água (23).

- 4ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 3 caracterizado pelo facto de o cloridrato da base orgânica azotada ser um cloridrato de amina.

- 11 -

- 5ª -

Processo de acordo com a reivindicação 4 caracterizado pelo facto de o cloridrato da base orgânica azotada ser o cloridrato de uma alquilamina primária compreendendo entre 12 e 24 átomos de carbono.

- 6ª -

Processo para a produção de bicarbonato de um metal alcalino, segundo o qual se trata o cloreto do metal alcalino (2), na presença de água, com um gás contendo anidrido carbónico (4) e uma base orgânica azotada insolúvel em água (3), se submete a mistura reactiva a uma decantação (6) para recolher, por um lado, uma fase aquosa (8) compreendendo uma suspensão aquosa de bicarbonato de metal alcalino e, por outro lado, uma base orgânica (7) compreendendo o cloridrato da base orgânica azotada, e se trata a fase aquosa (8) para se extrair dela o bicarbonato de metal alcalino sólido que ela contém e umas águas-mães, caracterizado pelo facto de se submeter o bicarbonato de metal alcalino sólido a um processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 7.

- 7ª -

Processo de acordo com a reivindicação 6 caracterizado pelo facto de, para se extrair o bicarbonato de metal alcalino sólido da fase aquosa (8), se submeter esta sucessivamente a uma turbulência viva (13) e a uma decantação (16).

- 8ª -

Processo de acordo com a reivindicação 7 caracterizado pelo facto de, antes de se submeter a fase aquosa (8) à

- 12 -

turbulência (13), se evacuar uma fracção das águas-mães.

- 9ª -

Processo de acordo com as reivindicações 7 ou 8 caracterizado pelo facto de se reciclarem as águas-mães (21) na mistura reactiva.

Foram inventores Léon Ninane, belga, engenheiro civil electricista e "Master of Sciences", residente em Rue Laënnec, 1, F-54110 Donbasle-sur-Meurthe, França; e Claude Breton, francês, doutor engenheiro, residente em Rue Pierre Breton, 5, F-54110 Donbasle-sur-Meurthe, França.

A requerente declara que o primeiro pedido desta patente foi apresentado em França, em 5 de Novembro de 1986, sob o Nº. 86.15527.

Lisboa, 4 de Novembro de 1987

O AGENTE OFICIAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DR. J. ALEXANDRE BOBONE
Agente Oficial da Propriedade Industrial



RESUMO

"PROCESSO PARA A SEPARAÇÃO DE GRÃOS DE BICARBONATO
DE UM METAL ALCALINO, DE UMA PELÍCULA LÍQUIDA DE
CLORIDRATO DE UMA BASE ORGÂNICA AZOTADA ADSORVIDA
À SUA SUPERFÍCIE E PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE
BICARBONATO DE UM METAL ALCALINO"

A presente invenção refere-se a um processo para separar grãos de bicarbonato de metal alcalino (11) de uma película líquida de cloridrato de uma base orgânica azotada adsorvida à sua superfície, no qual se dispersam os grãos num banho aquoso (14) e se submete a suspensão aquosa resultante sucessivamente a uma turbulência (13) e depois a uma decantação (16). O processo aplica-se aos grãos de bicarbonato de sódio obtidos pelo processo das aminas.

•
•
•

Fig. 1

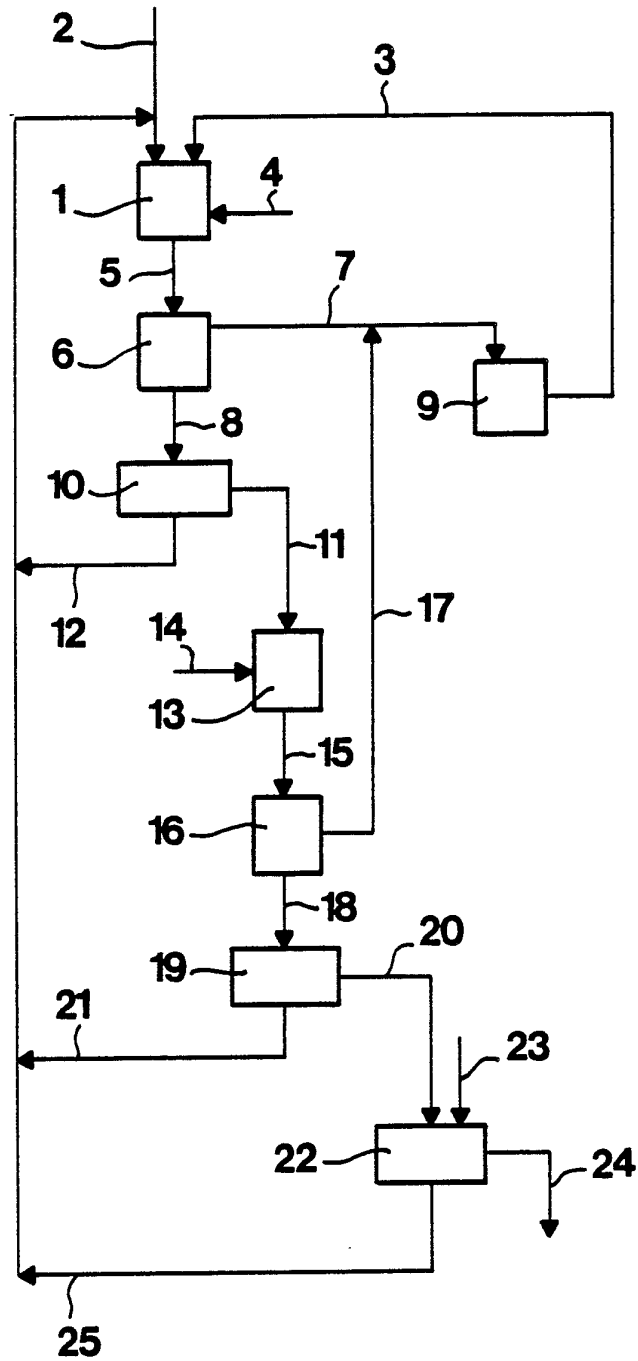
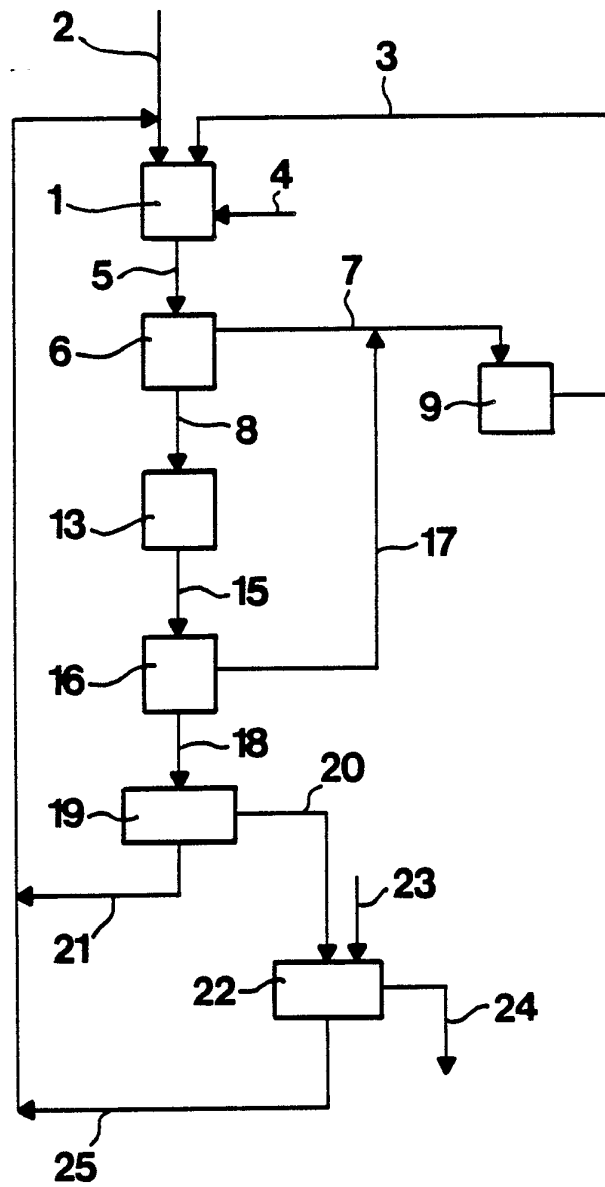


Fig. 2



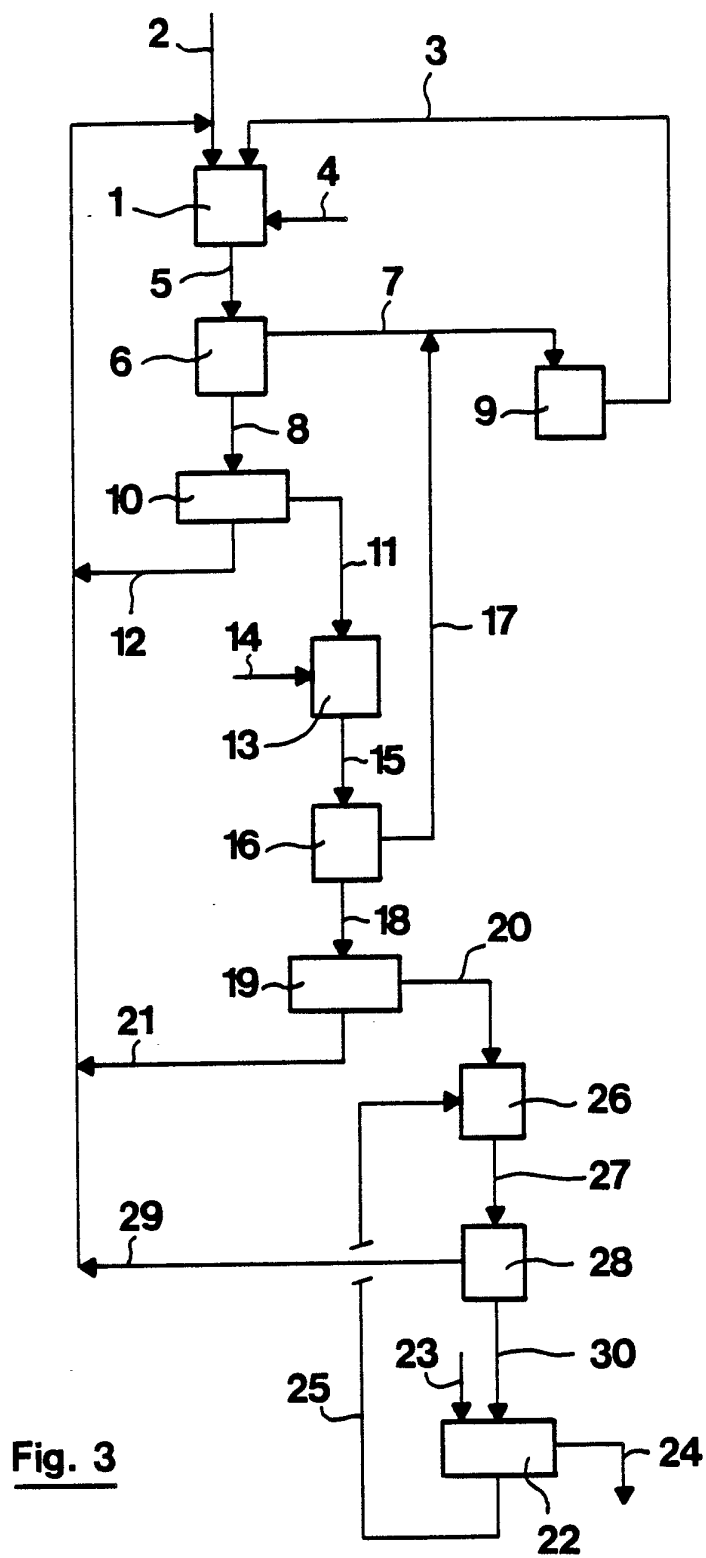


Fig. 3

Fig. 4

