



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 272 829**

(51) Int. Cl.:

**C01D 7/00** (2006.01)

(12)

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **03006843 .1**

(86) Fecha de presentación : **27.03.2003**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1357085**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **29.10.2003**

(54) Título: **Método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta y partículas de cristal de bicarbonato sódico.**

(30) Prioridad: **29.03.2002 JP 2002-96672**

(73) Titular/es: **Asahi Glass Company, Limited  
12-1, Yurakucho 1-chome  
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8405, JP**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.05.2007**

(72) Inventor/es: **Yokoyama, Kouichi;  
Narituka, Sadaji;  
Yamamoto, Kiyoshi y  
Hirano, Hachiro**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.05.2007**

(74) Agente: **Ungría López, Javier**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta y partículas de cristal de bicarbonato sódico.

La presente invención se refiere a un método nuevo para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que es útil en particular en el sector de productos alimenticios, productos farmacéuticos, etc, y que no tiene que contener un agente antisedimentación compacta, y tales partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta.

Hasta ahora, el bicarbonato sódico (también llamado carbonato de hidrógeno y sodio) se usa ampliamente en el sector de varios productos alimenticios, como un aditivo para levaduras artificiales, bebidas no alcohólicas, etc, en la industria farmacéutica como un dializado, un antiácido, etc, y además como un agente extintor de incendios, como un aditivo de baño, como un detergente, etc. En la mayoría de los casos, tal bicarbonato sódico es producido, transportado, almacenado, vendido o usado en forma de polvo o partículas granulares de cristal.

Sin embargo, las partículas de cristal de bicarbonato sódico presentan una propiedad de sedimentación compacta y se descompondrán fácilmente y cambiarán a carbonato sódico y tendrán una gran propiedad de sedimentación compacta, especialmente en la atmósfera en presencia de humedad a alta temperatura. Si se produce sedimentación compacta, la fluidez de las partículas será baja, y la eficiencia de manejo se deteriorará considerablemente en cada paso de la distribución anterior, y es probable que se originen varios problemas. Además, la sedimentación compacta es un problema serio que puede deteriorar el valor comercial del bicarbonato sódico.

Con el fin de evitar la sedimentación compacta de partículas de cristal de bicarbonato sódico, por ejemplo, JP-A-5-58622 propone incorporar varios agentes antisedimentación compacta, tal como estearatos, carbonatos, fosfatos, silicatos, caolín, talco o dióxido de silicio, o usar un material especial que tiene una baja permeabilidad a la humedad para empaquetado de bicarbonato sódico.

Sin embargo, tal método convencional para incorporar un agente antisedimentación compacta, no solamente requiere el costo del agente antisedimentación compacta o un proceso de su incorporación, sino que también requiere la selección del tipo del agente antisedimentación compacta dependiendo de la aplicación particular. Además, para productos alimenticios, productos farmacéuticos, etc, es imposible de usar, o su uso puede ser limitado. Además, en el caso de incorporar un agente antisedimentación compacta o análogos, la aplicación se puede restringir por ello, y su venta requerirá cuidado especial. Por otra parte, además, el método de usar un material especial de empaquetadura que tiene una baja permeabilidad a la humedad no solamente incrementa el costo, sino que tampoco evitará esencialmente la sedimentación compacta, dado que el efecto se perderá inmediatamente una vez abierto el envase.

En estas circunstancias, un objeto de la presente invención es proporcionar un método nuevo para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, y tales partículas de cristal de bicarbonato sódico, por lo que se puede evitar la sedimentación compacta incluso sin usar un agente antisedimentación compacta que se ha usado en el método convencional, o sin usar por ejemplo, un material especial de empaquetadura que tiene una baja permeabilidad a la humedad, y como resultado, no hay que seleccionar el tipo del agente antisedimentación compacta, o su uso no estará limitado.

Los autores de la presente invención han realizado un amplio estudio para la prevención de la sedimentación compacta de partículas de cristal de bicarbonato sódico, y como resultado, han hallado posible evitar la sedimentación compacta de partículas de cristal de bicarbonato sódico disminuyendo todo lo posible la concentración de ciertas impurezas contenidas en las partículas de cristal de bicarbonato sódico, a diferencia del método convencional de usar un aditivo tal como un agente antisedimentación compacta. A saber, los autores de la presente invención han hallado que la presencia de potasio contenido en las partículas de cristal de bicarbonato sódico está implicada de forma significativa en la sedimentación compacta de las partículas de cristal, y es posible evitar notablemente la sedimentación compacta disminuyendo la concentración de potasio todo lo posible.

El potasio contenido en partículas de cristal de bicarbonato sódico es atribuible a potasio originalmente contenido como impurezas en hidróxido de sodio o carbonato sódico como la materia prima para bicarbonato sódico. Inesperadamente, según las conclusiones de los autores de la presente invención, se ha demostrado que cuando se producen partículas de cristal de bicarbonato sódico por cristalización de su agua madre, el potasio presente en el agua madre no se incorporará al interior de las partículas de cristal de bicarbonato sódico, y la mayor parte de él está presente selectivamente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal producidas. Este comportamiento distingue al potasio de otros iones metal. Por ejemplo, como se muestra en el ejemplo de referencia siguiente, el calcio se incorpora al interior las partículas de cristal de bicarbonato sódico, y no está selectivamente presente solamente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal, como en el caso de potasio.

Por otra parte, el potasio, como una sal de potasio tal como bicarbonato potásico, carbonato potásico o cloruro potásico, tiene una propiedad higroscópica y propiedad de sedimentación compacta más altas que el bicarbonato sódico, y el potasio está presente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal de bicarbonato sódico como se ha mencionado anteriormente, por lo que queda directamente influenciado por la temperatura de la atmósfera o por la humedad presente en la atmósfera, produciendo así una significativa propiedad de sedimentación compacta de las

# ES 2 272 829 T3

partículas de cristal de bicarbonato sódico. Consiguientemente, las partículas de cristal de bicarbonato sódico tienen una propiedad de sedimentación compacta considerablemente significativa cuando el potasio está presente incluso en una ligera cantidad en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal de bicarbonato sódico.

5       Además, se ha hallado que la sedimentación compacta de las partículas de cristal de bicarbonato sódico se puede suprimir más disminuyendo simultáneamente la concentración de iones carbonato además de la concentración de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico. La razón no se entiende claramente, pero se conjectura lo siguiente. Es decir, un carbonato de un metal alcalino es probable que forme cristales de hidrato que tienen alta propiedad higroscópica en comparación con un carbonato de hidrógeno, y en un caso donde potasio o sodio presentes en  
10      la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal de bicarbonato sódico forma tal carbonato que tiene una alta propiedad higroscópica, incluso si su cantidad es ligera, tal carbonato higroscópico absorbe humedad, produciendo así sedimentación compacta de las partículas de cristal de bicarbonato sódico. Cuanto más alto es el grado de distribución selectiva en la superficie, más destacada es la influencia. Además, también se ha hallado que es igualmente efectivo evitar la sedimentación compacta disminuyendo la concentración de iones carbonato, independientemente  
15      del contenido de potasio. Un carbonato está presente selectivamente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal, porque se forma un carbonato en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal secando las partículas de cristal en exceso, o un carbonato en el agua madre está presente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal por adhesión del agua madre.

20      La presente invención se basa en las nuevas conclusiones anteriores, y proporciona lo siguiente.

1. Un método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que incluye disminuir la concentración de potasio en partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$  a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa.

25      2. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según el punto 1 anterior, donde la concentración de iones carbonato en las partículas de cristal de bicarbonato sódico se baja a un nivel de a lo sumo 1% en masa que es el valor convertido de concentración de iones carbonato a concentración de carbonato sódico, a continuación lo mismo.

30      3. Un método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que incluye disminuir la concentración de iones carbonato en partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$  a un nivel de a lo sumo 1% en masa.

35      4. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según los puntos 1, 2 o 3 anteriores, donde el contenido de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico se baja a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa lavando las partículas de cristal de bicarbonato sódico con agua o una solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, seguido de secado.

40      5. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según el punto 4 anterior, donde dicha agua o solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico es una solución acuosa saturada de bicarbonato sódico.

45      6. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según los puntos 1, 2 o 3 anteriores, donde las partículas de cristal de bicarbonato sódico se producen por cristalización de un agua madre de una solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, donde la concentración de potasio en el agua madre se baja a un nivel de a lo sumo 400 ppm en masa para disminuir por ello el contenido de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa.

50      7. Partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$ , una concentración de potasio en las partículas de cristal de a lo sumo 50 ppm en masa, y una concentración de iones carbonato en las partículas de cristal de a lo sumo 1% en masa.

55      8. Un método antisedimentación compacta para bicarbonato sódico, que incluye sellar herméticamente las partículas de cristal de bicarbonato sódico según lo definido en alguno de los puntos 1 a 7 anteriores, con un material de empaquetadura que tiene una permeabilidad a la humedad de a lo sumo 5  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$  a 40°C, según lo estipulado en JIS Z0208.

60      Ahora, la presente invención se describirá en detalle con referencia a la realización preferida.

Las partículas de cristal de bicarbonato sódico cuya sedimentación compacta se evita en la presente invención pueden ser las usadas en varios campos, pero la presente invención es especialmente efectiva para bicarbonato sódico usado en el sector de productos alimenticios, productos farmacéuticos, etc, en los que es imposible incorporar un agente antisedimentación compacta o su incorporación es limitado. El tamaño de las partículas de cristal de bicarbonato sódico se refiere a la propiedad de sedimentación compacta, y la presente invención es efectiva para las que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 50 a 400  $\mu\text{m}$ . En la presente invención, el diámetro de partícula medio se define como el tamaño de partícula a 50% en distribución acumulada de tamaño de partícula en base a masa por medio de análisis de tamiz. Si el diámetro de partícula medio es inferior a 50  $\mu\text{m}$ , la influencia de

la fuerza entre partículas tiende a ser más grande que la del propio peso de las partículas, y la influencia de factores que afectan a la fuerza entre partículas, como la temperatura y la humedad, tiende a ser grande. Consiguientemente, es probable que las partículas de cristal experimenten sedimentación compacta esencialmente, y aunque la sedimentación compacta es menos probable que tenga lugar por la presente invención, su efecto tiende a ser bajo. Por otra parte, si el diámetro de partícula medio excede de 500  $\mu\text{m}$ , el propio peso de las partículas tiende a ser pesado, y la influencia de la sedimentación compacta entre partículas tiende a disminuir, por lo que es probable que las partículas de cristal se desmenucen esencialmente incluso cuando experimenten sedimentación compacta, y aunque es menos probable que se produzca sedimentación compacta por la presente invención, su efecto tiende a ser bajo.

En la presente invención, hay que quitar potasio presente en las partículas de cristal de bicarbonato sódico para disminuir por ello su concentración todo lo posible para prevención de la sedimentación compacta. Lo ideal es quitar completamente el potasio de las partículas de cristal, pero eso no es posible en vista del costo, y además, se ha hallado que la extracción excesiva no es tan efectiva con vistas al efecto de evitar la sedimentación compacta. Consiguientemente, se ha demostrado que la concentración de potasio en las partículas de cristal es preferiblemente a lo sumo 50 ppm en masa, más preferiblemente a lo sumo 30 ppm en masa, y en particular preferiblemente la concentración total de potasio es a lo sumo 10 ppm en masa. La concentración de potasio en las partículas de cristal se puede medir con un método convencional disolviendo las partículas de cristal de bicarbonato sódico. Además, como se ha mencionado anteriormente, el potasio está presente sustancialmente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal de bicarbonato sódico, y consiguientemente, se puede conocer la tendencia midiendo la concentración de potasio en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal simplemente por espectroscopía de electrones para análisis químico (ESCA).

En la presente invención, con el fin de producir partículas de cristal de bicarbonato sódico cuya la concentración de potasio se ha bajado todo lo posible, se emplea preferiblemente el siguiente método. Un método es un método de lavar las partículas de cristal de bicarbonato sódico con agua o una solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, seguido de secado. En este método, como la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, se usa preferiblemente una solución acuosa que tiene una concentración de bicarbonato sódico de al menos 5% en masa, más preferiblemente una solución acuosa saturada de bicarbonato sódico, con el fin de evitar pérdida de las partículas de cristal de bicarbonato sódico por disolución al tiempo del lavado. Para el lavado, si se usa agua o la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, y qué grado de la concentración de la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico se emplea, si se usa, se determinan dependiendo del grado de disminución de la concentración de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico, el tamaño de partícula de las partículas de cristal de bicarbonato sódico, o el tipo de operación de separación sólido-líquido a emplear para obtener partículas de cristal de bicarbonato sódico de la suspensión después de la cristalización. El lavado se lleva a cabo preferiblemente poniendo agua o la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico en contacto con las partículas de cristal de bicarbonato sódico por pulverización o rociado.

El método de lavado se lleva a cabo preferiblemente mientras se realiza filtración por aspiración de una suspensión incluyendo las partículas de cristal de bicarbonato sódico obtenidas por cristalización y el agua madre colocadas en un filtro de aspiración, con el fin de quitar rápidamente la solución acuosa pulverizada. Además, en un caso donde el lavado se lleva a cabo a gran escala, las partículas de cristal de bicarbonato sódico se pueden poner en un separador centrifugo, en lugar del filtro de aspiración, y se pulveriza agua o la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico. El lavado con agua o la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico se lleva a cabo repetidas veces según requiera el caso de modo que la concentración de potasio en las partículas de cristal llegue a la concentración predeterminado anterior o inferior; sin embargo, en el caso de separación centrífuga, se lleva a cabo durante un tiempo predeterminado. Con el fin de aumentar la eficiencia de la extracción por medio del lavado, se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de agua o la solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico de 1 a 60°C.

Después del lavado, las partículas de cristal de bicarbonato sódico se secan. El secado se lleva a cabo, a escala industrial, usando preferiblemente gas de 50 a 500°C, en particular preferiblemente de 50 a 350°C, durante de 1 a 120 minutos. Con el fin de evitar la descomposición de bicarbonato sódico por secado, se lleva a cabo preferiblemente en una atmósfera conteniendo de 3 a 100% en volumen de dióxido de carbono. Después del secado, las partículas de cristal se tamizan de manera que tengan un tamaño de grano dependiendo de la aplicación particular usando una tamizadora pertinente. Cuando se precisan partículas de cristal que tienen un tamaño de partícula más pequeña, las partículas de cristal se pueden pulverizar por medio de un pulverizador.

Otro método preferido para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta de la presente invención, es un método donde las partículas de cristal de bicarbonato sódico se producen por cristalización de un agua madre de una solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, donde se controla la concentración de potasio en el agua madre. Se produce bicarbonato sódico generalmente soplando gas dióxido de carbono a un sistema de solución acuosa conteniendo hidróxido de sodio y/o carbonato sódico para formar un bicarbonato, y precipitar partículas de cristal de bicarbonato sódico. En la presente invención, un método de disminuir la concentración de potasio en el agua madre de la que se cristalizan partículas de cristal de bicarbonato sódico a un nivel de a lo sumo 400 ppm en masa.

El potasio contenido en el agua madre de la que se cristalizan las partículas de cristal de bicarbonato sódico, no se incorporará al interior las partículas de cristal de bicarbonato sódico cristalizadas, sino que está selectivamente presente en la superficie o en la capa superficial de las partículas de cristal obtenidas. En este caso, cuando el diámetro de partícula medio de las partículas de cristal obtenidas es de 50 a 500  $\mu\text{m}$ , la concentración de potasio en las partículas

## ES 2 272 829 T3

de cristal cristalizadas se puede bajar a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa controlando la concentración de potasio en el agua madre de la que se cristalizan las partículas de cristal de bicarbonato sódico de manera que esté dentro del rango anterior.

5 Con el fin de bajar más la concentración de potasio en las partículas de cristal, también se requiere una disminución adicional de la concentración de potasio en el agua madre. Así, para que la concentración de potasio en las partículas de cristal se baje a un nivel de a lo sumo 30 ppm en masa, la concentración de potasio en el agua madre se baja preferiblemente a un nivel de a lo sumo 300 ppm en masa. Además, para que la concentración de potasio en las partículas de cristal se baje a un nivel de a lo sumo 20 ppm en masa, la concentración de potasio en el agua madre se baja preferiblemente a un nivel de a lo sumo 200 ppm en masa. El método de disminuir la concentración de potasio en el agua madre y el método antes descrito del lavado se pueden emplear conjuntamente.  
10  
15

Las partículas de cristal de bicarbonato sódico antes obtenidas se secan de la misma manera que en método antes indicado. Además, después del secado, las partículas de cristal se tamizan de manera que tengan un tamaño de grano dependiendo de la aplicación particular por medio de una tamizadora pertinente.  
20

Además, en un caso donde se requieran partículas de cristal con un tamaño de partícula más pequeño, las partículas de cristal se pueden pulverizar por medio de un pulverizador. La extracción de potasio en la superficie de las partículas de cristal por lavado se lleva a cabo preferiblemente antes de la pulverización, por lo que las operaciones de lavado y secado se llevan a cabo fácilmente.  
25

Además, se ha demostrado que la propiedad de antisedimentación compacta de las partículas de cristal de bicarbonato sódico se puede mejorar más cuando la concentración de iones carbonato en las partículas de cristal de bicarbonato sódico es preferiblemente a lo sumo 1% en masa, además de la concentración de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico. Los iones carbonato en las partículas de cristal están presentes como una sal de sodio o una sal de potasio, y si la concentración excede de 1% en masa, el grado higroscópico tiende a ser alto, y consiguientemente se considera que aumenta la propiedad de sedimentación compacta de las partículas de cristal. En particular cuando la concentración de iones carbonato es preferiblemente a lo sumo 0,1% en masa, la propiedad de sedimentación compacta se puede hacer especialmente baja.  
30

En la presente invención, como un método de controlar la concentración de iones carbonato en las partículas de cristal de bicarbonato sódico de manera que esté dentro del rango anterior, se emplea preferiblemente el método siguiente. A saber, en el proceso de secado en la producción de partículas de cristal de bicarbonato sódico, usando como gas de secado un gas de secado que tiene una concentración de gas dióxido de carbono de preferiblemente al menos 3% en volumen, en particular preferiblemente al menos 10% en volumen, la concentración de iones carbonato se controlará fácilmente, por lo que la descomposición de las partículas de cristal de bicarbonato sódico a carbonato sódico se puede evitar, y además, los iones carbonato contenidos en el agua madre reaccionan con gas dióxido de carbono y se convierten a iones carbonato de hidrógeno, disminuyendo así la concentración de carbonato sódico. Además, también es posible quitar el agua madre adherida lavando con agua para extracción de potasio, para reducir por ello el carbonato sódico simultáneamente.  
35  
40

Como se ha mencionado anteriormente, según la presente invención, partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta se pueden obtener sin incorporar, por ejemplo, un agente antisedimentación compacta como en un método convencional, y consiguientemente se puede obtener productos de excelente eficiencia de manejo y con un alto valor comercial incluso cuando se usan en el sector de productos alimenticios, productos farmacéuticos, etc. Sin embargo, la presente invención no excluye necesariamente la incorporación de un agente antisedimentación compacta en las partículas de cristal de bicarbonato sódico, y en un caso donde se requiera una mayor propiedad de antisedimentación compacta o una mayor fluidez como partículas finas, no es necesario afirmar que se puede incorporar un agente antisedimentación compacta dependiendo de la aplicación particular.  
45  
50

La presente invención se explicará ahora con más detalle con referencia a ejemplos. Sin embargo, se deberá entender que la presente invención no se limita de ningún modo a tales ejemplos específicos.

55 En los ejemplos, el contenido de potasio en partículas de cristal se midió por medio de un fotómetro de llama disolviendo partículas de cristal de bicarbonato sódico en agua. Además, el contenido de iones carbonato en partículas de cristal se midió por medio de titulación Winkler como un método de titulación por neutralización disolviendo partículas de cristal de bicarbonato sódico en agua, y la concentración de iones carbonato se convierte a concentración de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .  
60

Además, el grado de sedimentación compacta de partículas de cristal de bicarbonato sódico se observó visualmente y evaluó en los cuatro grados siguientes.

Nulo: No se confirmó sedimentación compacta.

65 Ligero: cuando las partículas de cristal se recogieron con las manos, se confirmaron bloques de varios cm, aunque su cantidad era pequeña. Los bloques estaban en un estado tal se desmenuzaban al tacto.

## ES 2 272 829 T3

Moderado: cuando las partículas de cristal se recogieron con las manos, se hallaron bloques de varios cm en varios puntos. Los bloques estaban en un estado tal que se desmenuzaban al apretarse.

Considerable: cuando las partículas de cristal se recogieron con las manos, se confirmaron bloques del tamaño de un puño. Los bloques estaban en un estado tal que se desmenuzaban al agarrarse.

### Ejemplo 1

Se produjeron dos tipos de partículas de cristal de bicarbonato sódico con diámetros de partícula medios de aproximadamente  $95 \mu\text{m}$  y aproximadamente  $235 \mu\text{m}$ , respectivamente, con varias concentraciones de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico como se indica en la tabla 1, cambiando las condiciones para producción de las partículas de cristal de bicarbonato sódico, y se prepararon 25 kg de cada una.

Se apilaron cinco bolsas de envasar que contenían 25 kg de las partículas de cristales de bicarbonato sódico, se almacenaron a una temperatura de  $25^\circ\text{C}$  durante 4 semanas, y posteriormente se comprobó la propiedad de sedimentación compacta de las partículas de cristal empaquetadas en la bolsa inferior. Los resultados de la prueba se exponen en la tabla 1.

20

(Tabla pasa a página siguiente)

25

30

35

40

45

50

55

60

65

# ES 2 272 829 T3

TABLA 1

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Diámetro de partícula medio ( $\mu\text{m}$ )	90	95	92	97	95	99	92	231	243	241	235
Concentración de potasio (ppm masa)	8	12	19	23	35	52	73	33	22	78	122
Concentración de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (%) en masa)	$\leq 0,1$	$\leq 1,2$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
Estado de sedimentación compacta	Nulo	Nulo	Ligero	Ligero	Considerable	Considerable	Ligero	Considerable	Considerable	Considerable	Considerable

## ES 2 272 829 T3

Como es evidente por los resultados expuestos en la tabla 1, se ha hallado que las partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una concentración de potasio superior a 50 ppm en masa exhiben una alta propiedad de sedimentación compacta, y que partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una concentración de potasio de a lo sumo 50 ppm en masa y que tienen una concentración de iones carbonato de a lo sumo 0,1% en masa muestran 5 una propiedad de sedimentación compacta considerablemente baja.

### Ejemplo 2

Se prepararon 30 kg cada uno de dos tipos de partículas granulares de cristal de bicarbonato sódico con diámetros 10 de partícula medio de 92  $\mu\text{m}$  y 235  $\mu\text{m}$ , respectivamente, y con concentraciones de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico de 63 ppm en masa y 72 ppm en masa, respectivamente. Se introdujeron 5 kg de cada uno de los dos tipos de partículas de cristal de bicarbonato sódico en un aparato de filtración por aspiración (embudo Buchner) de 50 cm de diámetro con papel filtro (papel filtro para análisis cualitativo número 2, fabricado por Advantec Co, Ltd.).

Por otra parte, usando una solución acuosa saturada de bicarbonato sódico preparada por separado, se roció la 15 solución acuosa saturada sobre las partículas de cristal de bicarbonato sódico contenidas en el embudo Buchner por medio de una pulverizadora para lavar la superficie de las partículas de cristal. Las partículas de cristal de bicarbonato sódico lavadas se secaron en una atmósfera de 40% en volumen de gas dióxido de carbono a 70°C durante 5 horas. Despues del secado, las partículas de cristal se soltaron ligeramente por medio de una batidora de zumo, y pasaron por 20 un tamiz con agujeros de 500  $\mu\text{m}$  para quitar las partículas bastas, por lo que se obtuvieron partículas de cristal con un diámetro de partícula medio como el identificado en la tabla 2. Esta operación se repitió varias veces para obtener 25 kg de las partículas de cristal.

Las partículas de cristal de bicarbonato sódico así obtenidas se empaquetaron en una bolsa de envasar y pusieron 25 en el nivel más bajo de la misma manera que en el ejemplo 1, y se comprobó la propiedad de sedimentación compacta después de 4 semanas. Los resultados de la prueba se exponen en la tabla 2. Aquí, la bolsa del nivel más bajo entre las cinco bolsas era la bolsa de empaquetar que contenía las partículas de cristal de bicarbonato sódico preparadas en el ejemplo 2, y las otras bolsas eran bolsas de envasar que contenían partículas de cristal de bicarbonato sódico preparadas en el ejemplo 1.

30

TABLA 2

	1	2	3	4
35 Diámetro medio de partícula ( $\mu\text{m}$ )	92	93	235	231
40 Concentración de potasio (ppm en masa)	63	9	72	7
45 Concentración de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (% en masa)	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
50 Lavado	Nulo	Hecho	Nulo	Hecho
Estación de sedimentación compacta	Considerable	Nulo	Considerable	Nulo

55 Como es evidente por los resultados expuestos en la tabla 2, se halla que la concentración de potasio de las partículas de cristal de bicarbonato sódico se baja y que la tendencia a sedimentación compacta de las partículas de cristal de bicarbonato sódico se suprime considerablemente, con la operación de lavado.

### Ejemplo 3

60 Se pusieron 200 litros de cada uno de los hidróxidos de sodio de 20% en masa con varias concentraciones de potasio como impurezas, en un recipiente (500 litros) equipado con un agitador, y la temperatura se elevó a 80°C. En este estado, se sopló 100% en volumen de gas dióxido de carbono a un caudal de 100 litro/minuto durante 5 horas para reacción. Entonces, la temperatura se bajó a 40°C, por lo que cristalizaron las partículas de cristal de bicarbonato sódico. Las partículas de cristal cristalizadas se sometieron a separación centrífuga para separar el agua madre, y después se secaron en una atmósfera de 40% en volumen de gas dióxido de carbono a 70°C durante 5 horas. Despues del secado, las partículas de cristal se aflojaron por una batidora de zumo, y pasaron a través de un tamiz con unos

# ES 2 272 829 T3

agujeros de 500  $\mu\text{m}$  para quitar las partículas bajas, por lo que se obtuvieron partículas de cristal de un diámetro de partícula medio como se identifica en la tabla 3.

La propiedad de sedimentación compacta de cada una de las partículas de cristal de bicarbonato sódico obtenidas se comprobó de la misma manera que en el ejemplo 2. Los resultados se exponen en la tabla 3.

TABLA 3

	1	2	3	4	5
Diámetro medio de partícula ( $\mu\text{m}$ )	171	185	157	169	191
Concentración de potasio en agua madre (ppm en masa)	183	245	701	1454	3405
Concentración de potasio en cristal (ppm en masa)	18	24	63	164	393
Concentración de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ (% en masa)	$\leq 0,1$				
Estado de sedimentación compacta	Nulo	Nulo	Ligero	Moderado	Considerable

Como es evidente por los resultados expuestos en la tabla 3, se halla que se puede obtener partículas de cristal con una baja concentración de potasio controlando la concentración de potasio en el agua madre de la que se cristalizan las partículas de cristal de bicarbonato sódico. El aumento de la concentración de potasio en las partículas de cristal es atribuible al potasio del agua madre unido a las partículas de cristal después de la separación centrífuga.

## Ejemplo de referencia

El ejemplo de referencia presente tiene la finalidad de mostrar que cuando se contiene calcio en el agua madre de la que se cristalizan las partículas de cristal de bicarbonato sódico, el calcio se incorpora a las partículas de cristal de bicarbonato sódico cristalizadas, a diferencia del caso de potasio, y como resultado, no hay cambio en la concentración de Ca contenido en las partículas de cristal entre antes y después del lavado de las partículas de cristal.

Se pusieron 200 litros de cada uno de los hidróxidos de sodio de 20% en masa que tenían varias concentraciones de calcio en un recipiente (500 litros) equipado con un agitador, y la temperatura se elevó a 80°C. En este estado, se sopló 100% en volumen de gas dióxido de carbono a un caudal de 100 litro/minuto durante 5 horas para reacción. Posteriormente la temperatura se bajó a 40°C, y así las partículas de cristal cristalizadas se sometieron a separación centrífuga para separar la humedad, y secaron en una atmósfera de 40% en volumen de gas dióxido de carbono a 70°C durante 5 horas. Después del secado, las partículas de cristal se aflojaron con una batidora de zumo, y las partículas bajas se quitaron por medio de un tamiz con un agujero de 500  $\mu\text{m}$ , por lo que se obtuvieron partículas de cristal de bicarbonato sódico. El ajuste del diámetro de partícula medio de las partículas de cristal de bicarbonato sódico se llevó a cabo cambiando las condiciones de agitación al tiempo de cristalización.

Se pusieron 5 kg de las partículas de cristal de bicarbonato sódico anteriores en un aparato de filtración por aspiración (embudo Buchner) que tenía un diámetro de 50 cm con papel filtro (papel filtro para análisis cualitativo número 2 fabricado por Advantec Co, Ltd.). Usando una solución acuosa saturada de bicarbonato sódico preparada por separado, se roció la solución acuosa saturada sobre las partículas de cristal de bicarbonato sódico contenidas en el embudo Buchner por medio de una pulverizadora, para lavar la superficie de las partículas de cristal. Las partículas de cristal de bicarbonato sódico lavadas se secaron en una atmósfera de 40% en volumen de gas dióxido de carbono a 70°C durante 5 horas. Después del secado, las partículas de cristal se aflojaron por medio de una batidora de zumo y pasaron a través de un tamiz con un agujero de 500  $\mu\text{m}$  para quitar las partículas bajas, por lo que se obtuvieron partículas de cristal con un diámetro de partícula medio como el identificado en la tabla 4.

# ES 2 272 829 T3

Se midió la concentración de calcio contenido en cada una de las partículas de cristal de bicarbonato sódico obtenidas, y los resultados se exponen en la tabla 4 en comparación con la concentración de calcio contenido en las partículas de cristal de bicarbonato sódico que no se lavaron con agua. La concentración de calcio se midió por medio de fotómetro de absorción atómica.

5

TABLA 4

	1		2		3		4	
10	Diámetro medio de partícula ( $\mu\text{m}$ )	91	92	97	95	223	224	225
15	Lavado	Nulo	Hecho	Nulo	Hecho	Nulo	Hecho	Nulo
20	Concen-tración de calcio en cris-tal (ppm en masa)	5	6	15	14	23	24	7
25								8

25

Como es evidente por los resultados expuestos en la tabla 4, el calcio contenido en el hidróxido de sodio material prima se incorpora al interior de las partículas de cristal de bicarbonato sódico cuando se cristalizan las partículas de cristal, y no se puede quitar ni siquiera lavando las partículas de cristal, en contraposición a potasio materia de la presente invención, que no se incorpora al interior de las partículas de cristal de bicarbonato sódico cuando cristalizan las partículas de cristal, y que se puede quitar por lavado, como se ha mencionado anteriormente.

30

Los autores de la presente invención estiman que este fenómeno es atribuible a una alta solubilidad de bicarbonato de potasio en agua y a que el potasio es menos probable que se incorpore a las partículas de cristal de bicarbonato sódico.

35

40

45

Además, para el almacenamiento de las partículas de cristal de bicarbonato sódico obtenidas en la presente invención, con el fin de evitar más la sedimentación compacta, se sellan preferiblemente herméticamente con un material de empaquetadura que tiene una permeabilidad a la humedad de a lo sumo  $5 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$  a  $40^\circ\text{C}$  según lo estipulado en JIS Z0208, por lo que se puede eliminar más efectivamente la influencia del ligero potasio o carbonato sódico que queda. La permeabilidad a la humedad se define, cuando un material de empaquetadura como una superficie límite se mantiene en un estado tal que un lado esté expuesto al aire atmosférico que tiene una humedad relativa de 90% y el otro lado se seca con cloruro de calcio, como la masa de vapor de agua que pasa a través de la superficie límite en 24 horas, y la masa de vapor de agua se convierte a un valor por unidad de área del material de empaquetadura. Una permeabilidad a la humedad más preferida es a lo sumo  $1 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$  a  $40^\circ\text{C}$ .

50

En la columna 8 de la tabla 1 con respecto al ejemplo 1, en un caso donde las partículas de cristal se empaquetaron con un material de empaquetadura de polietileno laminado con aluminio que tiene una permeabilidad a la humedad de a lo sumo  $0,5 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$  en lugar de polietileno que tiene una permeabilidad a la humedad de  $10 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$  a  $40^\circ\text{C}$ , el estado de sedimentación compacta era "Nulo".

55

Según la presente invención, se facilita un método nuevo para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, útil en el sector de productos alimenticios, productos farmacéuticos, aditivos de baño, etc, por el que se puede evitar la sedimentación compacta incluso sin usar un agente antisedimentación compacta o sin usar un material especial de empaquetadura, y como resultado, no hay que seleccionar el tipo del agente de antisedimentación compacta, o su uso no estará limitado.

60

65

**REIVINDICACIONES**

- 5        1. Un método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que incluye disminuir la concentración de iones carbonato en partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$  a un nivel de a lo sumo 1% en masa.
- 10      2. Un método según la reivindicación 1 para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que incluye disminuir la concentración de potasio en partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$  a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa.
- 15      3. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según la reivindicación 1, donde la concentración de iones carbonato en las partículas de cristal de bicarbonato sódico se baja a un nivel de a lo sumo 1% en masa que es el valor convertido de concentración de iones carbonato a concentración de bicarbonato sódico.
- 20      4. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según la reivindicación 1, 2 o 3, donde el contenido de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico se baja a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa lavando las partículas de cristal de bicarbonato sódico con agua o una solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, seguido de secado.
- 25      5. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según la reivindicación 4, donde dicha agua o solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, es una solución acuosa saturada de bicarbonato sódico.
- 30      6. El método para producir partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta según la reivindicación 1, 2 o 3, donde las partículas de cristal de bicarbonato sódico se producen por cristalización de un agua madre de una solución acuosa conteniendo bicarbonato sódico, donde la concentración de potasio en el agua madre se baja a un nivel de a lo sumo 400 ppm en masa para disminuir por ello el contenido de potasio en las partículas de cristal de bicarbonato sódico a un nivel de a lo sumo 50 ppm en masa.
- 35      7. Partículas de cristal de bicarbonato sódico que tienen una baja propiedad de sedimentación compacta, que tienen un diámetro de partícula medio de 50 a 500  $\mu\text{m}$ , una concentración de potasio en las partículas de cristal de a lo sumo 50 ppm en masa, y una concentración de iones carbonato en las partículas de cristal de a lo sumo 1% en masa.
- 40      8. Un método antisedimentación compacta para bicarbonato sódico, que incluye sellar herméticamente las partículas de cristal de bicarbonato sódico definidas en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, por un material de empaquetadura que tiene una permeabilidad a la humedad de a lo sumo 5  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{día})$  a 40°C, según lo estipulado en JIS Z0208.

45

50

55

60

65