



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 357 004**

51 Int. Cl.:

**C01D 7/07** (2006.01)

**C01D 7/40** (2006.01)

**C01D 7/24** (2006.01)

**C01D 13/00** (2006.01)

**B01D 9/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04772088 .3**

96 Fecha de presentación : **24.08.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1783100**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.05.2007**

54

Título: **Método para producir hidrógeno-carbonato de metal alcalino.**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**15.04.2011**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**15.04.2011**

73

Titular/es: **ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED**  
**12-1, Yurakucho 1-chome**  
**Chiyoda-ku, Tokyo 100-8405, JP**

72

Inventor/es: **Nakashima, Fumiaki;**  
**Arima, Hisakazu;**  
**Kikuchi, Shintaro y**  
**Hirano, Hachiro;**

74

Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 357 004 T3

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).

**DESCRIPCION****CAMPO DE LA INVENCION**

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

- 5 Un hidrogenocarbonato de metal alcalino, tal como hidrogenocarbonato de sodio se produce mediante cristalización a partir de una disolución acuosa. Por ejemplo, el dióxido de carbono es soplado en una disolución acuosa que contiene iones de sodio para obtener cristales de hidrogenocarbonato de sodio formados por una reacción. Puesto que la disolución contiene iones de sodio, se emplea una disolución acuosa que contiene carbonato de sodio o hidróxido de sodio, o la denominada salmuera amoniacal obtenida soplando amoniaco en una disolución de cloruro de sodio.
- 10 Por ejemplo, el hidrogenocarbonato de sodio es usualmente difícil que crezca hasta formar partículas grandes y tiende a tener un tamaño medio de partículas pequeño, puesto que los núcleos tienden a formarse en gran cantidad durante la cristalización, por lo que la proporción de cristales de partículas finas aumenta, y el número total de cristales también aumenta. La formación de núcleos es probable que sea importante si se intenta obtener partículas grandes y se considera que es causado por desprendimiento de cristales semilla de la superficie de los cristales, por un rápido flujo de licor madre en la superficie de las partículas.
- 15 Si dichas partículas finas o pequeños cristales aumentan, es probable que la cantidad de cristales grandes disminuya, y además la subsiguiente operación, tal como separación, lavado, secado o clasificación de sólidos, tiende a ser difícil. Además, se desea obtener cristales de gran tamaño, por ejemplo, en una aplicación en la que se requiere la fluidez en forma de producto en polvo, y es objetivo del procedimiento de cristalización el obtener cristales grandes.
- 20 En un convencional procedimiento de cristalización, con el fin de aumentar el tamaño de cristales a precipitar, se ha empleado, por ejemplo, un método en el que se usa un modificador de hábito cristalino. Sin embargo, si se usa un modificador de hábito cristalino, el hábito cristalino es probable que cambie, por lo que el estado del cristal puede cambiar, y puesto que los efectos se obtienen en condiciones específicas, ha sido difícil usar dicho método en combinación con otros métodos. Además, el modificador de hábito cristalino puede permanecer en los cristales y disminuir la pureza de los cristales, por lo que la aplicación del producto tiende a ser limitada.
- 25 Adicionalmente, se conoce también un método en el que la carga de cristalización, es decir, la cantidad de cristales formados por unidad de tiempo y unidad de volumen, se reduce sustancialmente para disminuir el grado de súper saturación del componente cristalizado precipitado en el licor madre para minimizar así la formación de núcleo. Sin embargo, en este método, la carga cristalizada por unidad de tiempo y unidad de volumen del equipo de cristalización se requiere que sea baja, por lo que la productividad del equipo fue baja en muchos casos.
- 30 Asimismo, con el fin de disminuir el grado de súper saturación del componente cristalizado en el licor madre, existe un método de añadir un tercer componente (tal como cloruro de sodio o alcohol etílico) para disminuir la solubilidad de hidrogenocarbonato de metal alcalino. Sin embargo, debido a la separación del licor madre, se requiere que el compuesto compacto esté suficientemente lavado, y que el tercer componente mencionado antes pueda permanecer aún en los cristales. Además, en caso de querer añadir cloruro de sodio, existe una limitación de material en el equipo para evitar corrosión, y en caso de que se quiera añadir un disolvente orgánico inflamable, tal como, etanol, se incluirá una limitación operacional tomando en cuenta la inflamabilidad, por lo que la operación tiende a ser compleja.
- 35 Asimismo, con el fin de disminuir el grado de súper saturación del componente cristalizado en el licor madre, existe un método de añadir un tercer componente (tal como cloruro de sodio o alcohol etílico) para disminuir la solubilidad de hidrogenocarbonato de metal alcalino. Sin embargo, debido a la separación del licor madre, se requiere que el compuesto compacto esté suficientemente lavado, y que el tercer componente mencionado antes pueda permanecer aún en los cristales. Además, en caso de querer añadir cloruro de sodio, existe una limitación de material en el equipo para evitar corrosión, y en caso de que se quiera añadir un disolvente orgánico inflamable, tal como, etanol, se incluirá una limitación operacional tomando en cuenta la inflamabilidad, por lo que la operación tiende a ser compleja.
- 40 Adicionalmente, el tamaño de partículas de los cristales también se puede aumentar mediante el método de retirar del sistema los cristales formados en partículas finas. Sin embargo, si este método se lleva a cabo como una operación continua, será difícil desde el punto de vista del equipo, que pueda separar selectivamente las partículas finas de tal gran cantidad de material de manera suficiente como para aumentar el tamaño de los cristales, por lo que el problema está en que es difícil realizar suficientemente el tratamiento de cristales en partículas finas. También, se requiere un equipo para tratar las partículas finas separadas, por lo que el rendimiento tiende a ser bajo. Así pues, no es posible producir industrialmente cristales grandes de manera suficiente solamente por este método.
- 45 Asimismo, se describe un procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino, que comprende hacer reaccionar un disolución acuosa que contiene iones de metal alcalino con dióxido de carbono para precipitar cristales, en el que se repite intermitentemente una operación para disolver y retirar partículas finas de hidrogenocarbonato de metal alcalino, llevando la concentración del hidrogenocarbonato de metal alcalino disuelto en un líquido a un nivel que no supere la solubilidad de saturación con respecto a todo el líquido de cristalización presente en el equipo de cristalización (documento de patente 1). Sin embargo, se requiere que el soplado de gas de dióxido de carbono se cambie intermitentemente a aire, por lo que la eficacia de la operación es insuficiente y se requiere de una inversión para controlar el equipo.
- 50 Asimismo, se describe un procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino, que comprende hacer reaccionar un disolución acuosa que contiene iones de metal alcalino con dióxido de carbono para precipitar cristales, en el que se repite intermitentemente una operación para disolver y retirar partículas finas de hidrogenocarbonato de metal alcalino, llevando la concentración del hidrogenocarbonato de metal alcalino disuelto en un líquido a un nivel que no supere la solubilidad de saturación con respecto a todo el líquido de cristalización presente en el equipo de cristalización (documento de patente 1). Sin embargo, se requiere que el soplado de gas de dióxido de carbono se cambie intermitentemente a aire, por lo que la eficacia de la operación es insuficiente y se requiere de una inversión para controlar el equipo.

Documento de patente 1: WO01/14254 (Reivindicaciones).

**DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION****OBJETO A LOGRAR POR LA INVENCION**

5 Es objeto de la presente invención superar los problemas mencionados antes y proporcionar un procedimiento para obtener fácilmente un hidrogenocarbonato de metal alcalino con gran tamaño de partículas cristalizadas con un buen rendimiento, utilizando un equipo industrial conveniente, mediante un método de cristalización a partir de una disolución acuosa.

**MEDIOS PARA LOGRAR EL OBJETO DE LA INVENCION**

10 La presente invención proporciona un procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino, que comprende hacer reaccionar un disolución acuosa que contiene iones de metal alcalino con dióxido de carbono en un cristizador para precipitar cristales de hidrogenocarbonato de metal alcalino, caracterizado porque una parte de la suspensión que contiene dichos cristales en dicha disolución acuosa, se retira de dicho cristizador, y tras disolver una parte de dichos cristales, en el que se disuelve parcialmente los cristales grandes, se regresa a dicho cristizador, y en el que la parte de dichos cristales presente en la suspensión se disuelve ajustando la presión de dicha suspensión retirada de dicho cristizador para que sea inferior a la presión en dicho cristizador.

15 Con el fin de lograr el objeto mencionado antes, el procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino, se caracteriza porque en el procedimiento de hacer reaccionar un disolución acuosa que contiene iones de metal alcalino con dióxido de carbono en un cristizador para precipitar cristales de hidrogenocarbonato de metal alcalino en un cristizador indicado, que comprende un cristizador y un dispositivo de disolución para precipitar los cristales de un hidrogenocarbonato de metal alcalino, una parte de la suspensión que comprende la disolución acuosa y los cristales se retira del cristizador y tras disolver una parte de los cristales, se devuelve al cristizador.

20 En la presente invención, una parte de la suspensión que comprende la disolución acuosa y los cristales se retira del cristizador, y después de que una parte de los cristales presentes en la suspensión se disuelvan, se devuelve al cristizador. Con respecto a la disolución de los cristales dentro del dispositivo de disolución, los cristales más pequeños se disolverán y desaparecerán rápidamente y en consecuencia, una suspensión con cristales finos con eliminación de núcleos cristalinos, se devolverá al cristizador.

25 Además, en la presente invención, como forma de dejar que los cristales grandes de hidrogenocarbonato de metal alcalino sigan creciendo, se proporciona un método en el que los cristales grandes se disuelven hasta cierto punto una vez, y los cristales se hacen crecer de nuevo posteriormente por recristalización. Por tanto, los cristales grandes se disuelven parcialmente y se devuelven al cristizador en forma de cristales que se pueden hacer crecer de nuevo fácilmente. Cuando los cristales grandes se disuelven poco, sólo la porción final del extremo del cristal en dirección longitudinal se disolverá un poco. Dichas porciones son las caras de crecimiento de los cristales. Por la renovación de dichas caras de crecimiento de los cristales, estos se hacen crecer más. Con un hidrogenocarbonato de metal alcalino, incluso si la operación de retirar partículas finas se refuerza, llega a ser imposible dejar que los cristales crezcan más sólo mediante dicha operación, porque los cristales grandes propiamente dichos tienden a dejar de crecer. En la presente invención, como medida para resolver este problema, los cristales se disuelven un poco para hacer que vuelvan a crecer posteriormente. La disolución puede ser pequeña, puesto que se trata sencillamente de renovar las caras de crecimiento de los cristales.

30 Consecuentemente, mediante la presente invención, incluso en una operación continua, se puede obtener el mismo efecto como en el caso de retirar selectivamente partículas finas cristalizadas del sistema; se puede reducir sustancialmente el número aparente de núcleos formados; y es posible propiciar más el crecimiento de cristales de mayor tamaño, llegando a ser posible obtener industrialmente un hidrogenocarbonato de metal alcalino con mayor tamaño de partículas cristalizadas con gran eficacia.

**EFFECTOS DE LA INVENCION**

35 Según la presente invención, en el método de cristalización partiendo de una disolución acuosa, es posible controlar fácilmente y de manera segura el número aparente de núcleos formados a una escala industrial, por lo que llega a ser posible una producción industrial de hidrogenocarbonato de metal alcalino con excelente fluidez en forma de polvo con un gran tamaño de partículas. Por ejemplo, en el caso de hidrogenocarbonato de sodio, es posible por la presente invención obtener fácilmente cristales con un tamaño medio de partículas de al menos 150 µm.

**DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS FIGURAS**

50 La Figura 1, es una vista esquemática que muestra una realización de un dispositivo de reacción que comprende un cristizador y un dispositivo de disolución, el cual se utiliza preferiblemente en la invención.

**SIGNIFICADO DE LOS SÍMBOLOS**

1: cristizador, 2: cilindro interno, 3: entrada de gas, 4: depósito de disolución de material de partida, 5: dispositivo de suministro de dióxido de carbono, 6: dispositivo de suministro de aire, 7: dispositivo de disolución, 8: filtro

de membrana, 9: filtro de membrana, 10: intercambiador de calor, 11: filtro de membrana, L1: tubería de suministro de disolución de material de partida, L2: tubería de soplado de dióxido de carbono, L3: tubería de retirada de suspensión, L4: tubería de retirada de suspensión, L5: tubería de reciclo de suspensión, L6: tubería de retirada de suspensión, y L7: tubería de soplado de aire.

## 5 EL MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION

A continuación, se describirá con detalle la realización preferida de la presente invención con referencia a las figuras según lo requiera cada caso.

10 En la presente invención, el metal alcalino que constituye el hidrogenocarbonato de metal alcalino no se limita particularmente. En la siguiente realización, se describirá un caso en el que el metal alcalino es sodio, aunque la presente invención se puede aplicar similarmente en el caso de otro metal alcalino. Como otro metal alcalino, el potasio es preferido.

15 La Figura 1, es un diagrama de flujo que muestra una realización de una instalación de cristalización que se utiliza preferiblemente en la presente invención. En la Figura 1, el cristizador 1 como reactor está internamente provisto de un cilindro interno 2. La parte superior del cilindro interno 2, se conecta a un depósito de disolución de material de partida 4, a través de una tubería de suministro de disolución de material de partida L1, y una disolución acuosa de carbonato de sodio en el depósito de disolución de material de partida 4, se suministra al cilindro interno 2 mediante filtración precisa por un filtro de membrana 8. O, se suministra a un dispositivo de disolución 7 que se describirá a continuación.

20 Esta disolución acuosa de carbonato de sodio se puede preparar por reacción preliminar de la disolución de hidróxido de sodio con dióxido de carbono, o añadiendo agua pura posteriormente para ajustar la concentración y composición. En la presente invención, en vez de disolución acuosa de carbonato de sodio se puede usar una disolución acuosa de hidróxido de sodio directamente, o se puede emplear una disolución acuosa que contiene, tanto carbonato de sodio como hidróxido de sodio. Además, se puede usar una disolución acuosa que contiene, tanto carbonato de sodio como hidrogenocarbonato de sodio. Un dispositivo de suministro de dióxido de carbono 5 y un dispositivo de suministro de aire 6, se conectan a una porción de entrada de gas 3, dispuesta en una porción inferior del cristizador 1, a través de una tubería de suministro de dióxido de carbono L2, y se mezclan el dióxido de carbono y el aire en una relación indicada. Dicho gas mezclado se suministra al cristizador 1, de la porción de entrada de gas 3, mediante filtración precisa por un filtro de membrana 9. Es por tanto posible, hacer reaccionar una disolución acuosa de carbonato de sodio con dióxido de carbono para precipitar cristales de hidrogenocarbonato de sodio. En ese momento, es preferible ajustar la temperatura en el cristizador 1 para que sea de 50 a 90°C, en la que la cristalización se puede llevar a cabo de manera eficaz y constante.

35 Al interior del cilindro interno 2, se conecta una tubería de retirada de suspensión L3, que en su posición delantera presenta un dispositivo de disolución 7, para ajustar la presión interna. Una parte de la suspensión que comprende la disolución acuosa de carbonato de sodio y cristales de hidrogenocarbonato de sodio, se saca del interior del cilindro interno 2 y se lleva al dispositivo de disolución 7, a través de la tubería de retirada de suspensión L3. Mediante el ajuste la presión dentro del dispositivo de disolución 7 para que sea inferior a la presión dentro del cristizador 1, una parte de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en la suspensión retirada, se disolverá en la disolución acuosa de carbonato de sodio. La suspensión con dicho tratamiento de disolución de partículas finas aplicado, se devuelve al cristizador 1, a través de la tubería de reciclo de suspensión L5.

40 Además, en lugar de usar la tubería de retirada de suspensión L3, se puede usar otra tubería de retirada de suspensión L4, conectada a una porción inferior del cristizador 1. En el caso de la tubería de retirada de suspensión L3, la suspensión se retira del cilindro interno 2, donde los cristales son pequeños, porque los cristales que entran en el cilindro interno 2 tienen que subir hasta aproximarse a la porción más alta del nivel de líquido en el cristizador, pero los cristales más grandes tienden a permanecer en una porción inferior del cristizador y tienden a entrar escasamente en el cilindro interno 2. Utilizando la tubería de retirada de suspensión L4 en lugar de la tubería de retirada de suspensión L3, se consigue poder retirar cristales de mayor tamaño y llevarlos al dispositivo de disolución 7. Por tanto, es posible disolver una parte de los cristales de mayor tamaño, y hacerlos crecer de nuevo posteriormente. Luego se devuelven al cristizador, y se hacen crecer posteriormente para que sean más grandes.

45 En la presente invención la cantidad de suspensión retirada del cristizador, que va al dispositivo de disolución 7, es preferiblemente de 30 a 200% en peso por hora, en base a la cantidad total de suspensión en la instalación de cristalización mostrada en la Figura 1.

50 Asimismo, la presión en el dispositivo de disolución 7 con el tratamiento de disolución en partículas finas, no se limita particularmente mientras sea inferior a la presión del cristizador 1, aunque la diferencia de presión entre las dos está preferiblemente en el intervalo de 0,01 a 1,0 MPa, más preferiblemente de 0,1 a 0,5 MPa. Dicha diferencia de presión se puede controlar, por ejemplo, retirando la suspensión del cristizador 1 funcionando a elevada presión para volver a llevar el interior del dispositivo de disolución 7 a la presión atmosférica. En el dispositivo de disolución 7, se forma dióxido de carbono gaseoso. Este gas de dióxido de carbono se puede reciclar a una fuente de suministro de

dióxido de carbono, luego se presuriza mediante un dispositivo de suministro de dióxido de carbono 5 y se sopla al cristalizador 1.

5 La suspensión que contiene cristales de hidrogenocarbonato de sodio precipitados, se retira mediante una tubería de retirada de suspensión L6 conectada a la porción inferior del cristalizador 1, y partiendo de la suspensión, los cristales de hidrogenocarbonato de sodio se separan y se secan en una atmósfera de dióxido de carbono gaseoso, pudiéndose obtener cristales de hidrogenocarbonato de sodio grandes y gruesos. Los cristales de hidrogenocarbonato de sodio así obtenidos tienen usualmente una gran relación de aspecto (el valor que se obtiene dividiendo la longitud del eje largo de un cristal por la longitud de su eje corto), pero pulverizándolos gruesamente para cortarlos perpendicularmente a la dirección del eje, se pueden transformar en polvo, con forma más cúbica, de mayor tamaño, con baja densidad aparente y excelente fluidez. Además, el hidrogenocarbonato de sodio se disuelve en agua desde la dirección del eje largo, y consecuentemente, a través de la pulverización gruesa mencionada antes, se puede aumentar la velocidad de disolución en agua.

15 Asimismo, en lugar de pulverización gruesa tras secado del hidrogenocarbonato de sodio, las partículas de la suspensión en el cristalizador 1 o en el dispositivo de disolución 7, también se pueden pulverizar para obtener cristales con una pequeña relación de aspecto. Usualmente, si las partículas de la suspensión de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1 se pulverizan gruesamente conforme se cristalizan, se forman núcleos de cristales de manera excesiva, y los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1 micronizan rápidamente. Sin embargo, en la presente invención, las partículas finas formadas pueden disolverse y retirarse fácilmente y de manera segura mediante el tratamiento de disolución de partículas finas descrito antes, e incluso si las partículas de la suspensión en el cristalizador 1 o en el dispositivo de disolución 7 se pulverizan, es posible obtener cristales con una relación de aspecto similar a las pulverizadas gruesamente tras secado. Adicionalmente, los cristales así obtenidos se someten a un crecimiento de cristales también tras la pulverización gruesa, de manera que se puedan redondear en cierta medida para conseguir una mayor fluidez como polvo.

25 Como método adecuado para pulverizar las partículas en la suspensión de hidrogenocarbonato de sodio, se puede mencionar un método, por ejemplo, en el que la suspensión que contiene los cristales se retira del dispositivo de disolución 7, a través de una tubería y se introduce en un pulverizador instalado afuera, y tras la pulverización llevada a cabo por el pulverizador, se devuelve al cristalizador 1 o al dispositivo de disolución 7. Además, en el momento de dicha pulverización las partículas pueden pulverizarse, por ejemplo, permitiendo que las partículas choquen con impulsores por medio de una bomba. Sin embargo, es preferible no aplicar una fuerza externa excesivamente fuerte a las partículas, puesto que las partículas pueden llegar a pulverizarse más finamente de lo deseado.

30 Es preferible que la composición del licor madre de dicha suspensión retirada de dicho cristalizador sea de tal modo, que el hidrogenocarbonato de metal alcalino esté a una concentración inferior a la concentración de saturación. Con respecto a una suspensión a ser pulverizada, se puede hacer que la composición del licor madre de la suspensión tenga una concentración saturada retirándola del dispositivo de disolución 7. Usualmente, puesto que los núcleos de cristales se forman mediante una fuerza de cizalla generada durante la pulverización, los cristales no sólo se doblan para ser cortos, sino que también dichos cristales dentro del cristalizador 1 se micronizan. En la presente invención, en el caso de la suspensión en el dispositivo de disolución 7, la composición del licor madre llega a ser inferior a la concentración saturada del hidrogenocarbonato de metal alcalino, por lo que incluso si los núcleos de los cristales se formaran, desaparecerían inmediatamente, lo cual sería lo deseable.

40 Por tanto, en esta realización, una parte de la suspensión se retira del cristalizador 1 para llevarla al dispositivo de disolución 7, y la presión en el dispositivo de disolución 7 se ajusta para que sea inferior a la presión en el cristalizador 1, por lo que la concentración del hidrogenocarbonato de sodio disuelto en la suspensión retirada será temporalmente inferior a la concentración de saturación. En ese momento, en la suspensión, están presentes cristales de hidrogenocarbonato de sodio con diversos tamaños de partículas, y todas las partículas empiezan a disolverse, pero las partículas de menor tamaño se disuelven y desaparecen de manera más rápida y completa que las partículas de mayor tamaño. Consecuentemente, los cristales más grandes permanecen selectivamente, y el número total de cristales disminuye, por lo que el número aparente de núcleos formados disminuye sustancialmente, incluso en funcionamiento continuo como se describió antes, pudiéndose obtener el mismo efecto que en el caso de retirar cristales en partículas finas fuera del sistema, lográndose ciertamente un buen rendimiento de cristales de hidrogenocarbonato de sodio con gran tamaño de partículas.

45 Además, ajustando apropiadamente las condiciones (la presión, temperatura, etc.) en dicho tratamiento de disolución de partículas finas, dichos cristales en partículas finas se pueden disolver selectivamente en la suspensión, por lo que el tamaño de partículas de los cristales precipitados se puede controlar de manera fácil y segura. Asimismo, mediante la retirada de los cristales grandes para llevarlos al dispositivo de disolución 7, donde se disuelve una parte de los cristales más grandes, se puede hacer que los cristales crezcan más para que tengan mayor tamaño. Dichos cristales se devuelven al cristalizador y se hacen crecer de nuevo para que sean aún más grandes. Por tanto, se puede hacer que posteriormente el tamaño de partículas de los cristales precipitados sea mayor.

55 Adicionalmente, la presente invención no se limita a la realización mencionada antes. Por ejemplo, durante el tratamiento de disolución en partículas finas, en el dispositivo de disolución 7, se puede soplar aire con un volumen de

0,2 a 20 veces el caudal de la suspensión en estado normal mediante una tubería de soplado de aire L7 para disolver una parte de los cristales de carbonato de sodio presentes en la suspensión, en la disolución acuosa de carbonato de sodio.

5 Por tanto, el dióxido de carbono disuelto en la suspensión se libera en el aire, y en consecuencia, la concentración de hidrogenocarbonato de sodio en la suspensión disminuye a un nivel inferior a la concentración saturada, por lo que las partículas finas de hidrogenocarbonato de sodio y las porciones finales frontales de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio se disuelven, y el número aparente de núcleos formados puede reducirse suficientemente. En la invención, el gas soplado dentro del dispositivo de disolución puede ser nitrógeno gaseoso en vez de aire, y también se puede mezclar dióxido de carbono para ajustar con precisión las condiciones de disolución.

10 Por el contrario, en el dispositivo de disolución 7, se puede añadir hidróxido de sodio a la suspensión para disolver una parte de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio presentes en la suspensión, en la disolución acuosa de carbonato de sodio. A saber, mediante la reacción de hidróxido de sodio e hidrogenocarbonato de sodio, tiene lugar la descomposición del hidrogenocarbonato de sodio, y consecuentemente, la concentración del hidrogenocarbonato de sodio en la suspensión disminuye a un nivel inferior a la concentración saturada, por lo que el número aparente de núcleos puede reducirse de la misma manera como se describió antes. También, el hidróxido de sodio se puede añadir solo, aunque es preferible añadirlo en forma de una disolución acuosa de hidróxido de sodio (concentración: preferiblemente de 20 a 40% en peso). La cantidad es preferiblemente de 0,05 a 30 kg/h, calculada como hidróxido de sodio anhidro con respecto a 100 kg/h de la suspensión. Si la cantidad es inferior a 0,05 kg/h, el efecto de disolución de partículas finas es pequeño, y si la cantidad excede 30 kg/h, aumenta la cantidad de agua en el sistema, por lo que no se consigue el equilibrio de líquidos (la cantidad de líquido aumenta demasiado, y se requiere purga) y el consumo de la unidad se deteriora, siendo esto indeseable.

25 El propósito de añadir una disolución acuosa de hidróxido de sodio al depósito de disolución 7, es disolver el hidrogenocarbonato de sodio. Consecuentemente, se puede añadir una disolución acuosa de carbonato de sodio insaturado. La concentración máxima es preferiblemente 30% en peso de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , y la cantidad a añadir es preferiblemente de 10 a 40 kg/h calculada como hidróxido de sodio anhidro con respecto a 100 kg/h de la suspensión. Además, la disolución a añadir puede ser una disolución acuosa con hidróxido de sodio y carbonato de sodio mezclados. Asimismo, dicha disolución puede ser una que disuelva el hidrogenocarbonato de sodio, por lo que puede ser una disolución de material de partida suministrada del depósito de disolución de material de partida 4.

30 Además, en el dispositivo de disolución 7, se puede añadir agua a la suspensión para disolver una parte de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio presentes en la suspensión en la disolución de carbonato de calcio. La concentración del hidrogenocarbonato de sodio en la suspensión, se puede por tanto disminuir a un nivel inferior a la concentración saturada, y el número aparente de núcleos formados puede reducirse sustancialmente de la misma manera descrita antes. En ese momento, la cantidad de agua a añadir es preferiblemente de 0,1 a 50 kg/h con respecto a 100 kg/h de la suspensión.

35 Además, en el dispositivo de disolución 7, se puede añadir agua a la suspensión para disolver una parte de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio presentes en la suspensión. Mediante la adición de agua disminuirá la concentración de hidrogenocarbonato de sodio en la suspensión y el número aparente de núcleos formados puede reducirse sustancialmente de la misma manera como se describió antes. En ese momento, la cantidad de agua a añadir es preferiblemente de 5 a 50 kg/h con respecto a 100 kg/h de la suspensión.

40 También, en el dispositivo de disolución 7, la suspensión se puede calentar para disolver una parte de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio presentes en la suspensión. Por tanto, la concentración de hidrogenocarbonato de sodio en la suspensión se reduce a un nivel inferior a la concentración saturada, y el número aparente de núcleos formados puede reducirse sustancialmente de la misma manera como se describió antes. Dicha temperatura de calentamiento es preferiblemente de 0,2 a 10°C.

45 Uno de los métodos mencionados antes para disolver las partículas finas se puede llevar a cabo sólo, o se pueden llevar a cabo dos o más métodos en combinación. Por ejemplo, en la tubería de retirada de suspensión L4 y la tubería de reciclo de suspensión L5 de la Figura 1, se instala un intercambiador de calor 10, en el lado aguas abajo del dispositivo de disolución 7, y en el dispositivo de disolución 7, la suspensión bajo una presión inferior a la presión en el cristizador 1 se calienta posteriormente, para aumentar la eficacia del tratamiento de disolución de las partículas finas, etc.

55 Asimismo, en la realización mencionada antes, se muestra un caso en el que una instalación de cristalización está provista de un cristizador tipo cilindro interno de un sistema continuo de depósito completamente agitado. Sin embargo, el procedimiento de la presente invención, es eficaz en diversas operaciones de cristalización para precipitar cristales mediante la reacción de una disolución que contiene iones de metal alcalino con dióxido de carbono, tal como una operación de cristalización en un sistema continuo, una operación de cristalización en un sistema por lotes, una operación de cristalización en un sistema de depósito completamente agitado, o una operación de cristalización en un sistema de flujo pistón. Por ejemplo, el procedimiento de la presente invención, se puede llevar a cabo adecuadamente también en caso de usar un equipo de cristalización de tipo flujo pistón, en el que se ponen en contacto una disolución

que contiene iones de metal alcalino y dióxido de carbono, o en el caso de emplear un equipo de cristalización de tipo enfriamiento, tal como enfriamiento por aire.

El procedimiento de la presente invención, se puede utilizar en combinación con una operación para retirar y prevenir la formación de partículas finas ya empleada, tal como un método de usar un modificador de hábito de cristales o adición de un tercer componente para disminuir la solubilidad del hidrogenocarbonato de metal alcalino, y además, se puede utilizar una pluralidad de dichas operaciones en combinación.

### EJEMPLOS

A continuación, se describirán detalladamente los Ejemplos y Ejemplos comparativos de la presente invención. Sin embargo, se debe de entender que los siguientes ejemplos no limitan en lo absoluto la presente invención. En la invención, Ejemplos 1 y 3 a 8 son ejemplos de la presente invención, y el Ejemplo 2 es un ejemplo comparativo.

### INSTALACIÓN CATALIZADORA

En los siguientes ejemplos, excepto que el medio de disolución de partículas finas del dispositivo de disolución 7 es diferente, se utilizó el dispositivo de reacción con la estructura mostrada en la Figura 1, y se llevó a cabo un ensayo continuo de cristalización de hidrogenocarbonato de sodio para confirmar los efectos de la presente invención.

Como cristizador 1, se utilizó una torre de cristalización con un diámetro interno de 0,4 m y una altura total de 16,05 m, provista de un cilindro interno 2, con un diámetro interno de 0,1 m y una altura de 11,31 m.

Como disolución de partida a suministrar al cristizador 1, se utilizó una disolución acuosa de carbonato de sodio, que se preparó por reacción preliminar de dióxido de carbono con una disolución acuosa de hidróxido de sodio obtenida por un método de intercambio de iones por membrana y añadiendo posteriormente agua pura, seguido de concentración y ajuste de la composición. Esta disolución acuosa de hidrogenocarbonato de sodio se sometió a filtración precisa por un filtro de membrana 8 con 0,1  $\mu\text{m}$  de porosidad y a continuación, se suministró continuamente en una cantidad predeterminada al cristizador 1, a través de la tubería de suministro de material de partida L1. La concentración de la disolución de material de partida suministrada, se obtuvo por titración de neutralización ácido-alcalino mediante el método Winkler.

El dióxido de carbono, para usar en la cristalización se mezcló con aire y tras ser presurizado por un compresor proporcionado en el dispositivo de suministro de dióxido de carbono 5, se sometió a filtración precisa mediante un filtro de membrana 9 con 0,1  $\mu\text{m}$  de porosidad y a continuación, se suministró continuamente en una cantidad predeterminada al cristizador 1, a través de la tubería de soplado de dióxido de carbono L2.

Para medir el tamaño medio de partículas de los cristales en el cristizador 1, la suspensión mezclada que comprende los cristales y la disolución, es decir, el líquido madre (la porción de disolución de la suspensión excluyendo cristales) en el cristizador 1 se separó por centrifugación, seguido de secado en 40 a 43% de gas de dióxido de carbono a 50°C en un secador tipo caja, en el que el tamaño medio de partículas se evaluó mediante medición de peso por medio de ensayo de agitación y tamices normales tipo JIS. A saber, tamices normales con diámetro de 20 cm y con 355  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 106  $\mu\text{m}$ , 75  $\mu\text{m}$  y 45  $\mu\text{m}$ , de porosidad respectivamente, se colocaron en una bandeja en orden de menor a mayor de porosidad, y se colocaron 100 g de la muestra en el tamiz superior, cubierto con una tapa y luego se montó en una máquina tamizadora (dispositivo de ensayo de agitación y golpeteo) capaz de impartir agitación con golpeteo y rotación simultáneas, seguido de tamizado durante 30 minutos. La masa de la muestra remanente en cada tamiz y la masa de la muestra recibida en la bandeja, se midieron para obtener una distribución de tamaños de partículas acumulada, representada en un papel de distribución logarítmica normal, de la que se obtuvo el tamaño medio de partículas del valor 50%.

### EJEMPLO 1

Una disolución de material de partida se suministró constantemente al cristizador 1, a un caudal de 100 kg/h mediante la tubería de suministro de disolución de material de partida L1, y al mismo tiempo, se suministró continuamente una mezcla de gas de dióxido de carbono, a una concentración de 40 a 43% y aire mediante la tubería de soplado de dióxido de carbono L2 a un caudal de 30  $\text{m}^3/\text{h}$  (estado normal).

Además, del cilindro interno 2 en el cristizador 1, la suspensión se retiró a un caudal de 800 kg/h mediante la tubería de retirada de suspensión L3, para llevarla al dispositivo de disolución 7 (diámetro interno: 0,4 m, altura: 3,1 m) y se devolvió a la presión atmosférica.

Asimismo, este líquido se devolvió a la entrada (lado superior) del cilindro interno 2, a través del intercambiador de calor 10 (temperatura: 67°C) a través de la tubería de reciclado de suspensión L5. La cantidad de suspensión retirada del cristizador 1 mediante la tubería de retirada de suspensión L6, se ajustó dependiendo de la cantidad de disolución de material de partida suministrada para mantener constante el nivel de líquido en el estabilizador 1. La temperatura de cristalización en el cristizador 1, se mantuvo a 65°C mediante calentamiento indirecto por vapor de agua proveniente del intercambiador de calor 10.

5 En la Tabla 1, se muestran las composiciones de la disolución de material de partida suministrada, el licor madre en el cristalizador 1 y el licor madre en el dispositivo de disolución 7, al igual que el tamaño medio de partículas de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1, y el número aparente de núcleos formados, desde el primer día al quinto día tras la iniciación del ensayo de cristalización. En la presente invención, los valores numéricos para la composición en el cristalizador son diferentes a los valores reales de la composición en el cristalizador, porque en el momento cuando se toma la muestra de suspensión del cristalizador, la presión que se ha ejercido sobre la suspensión como muestra, se libera, y la presión disminuye a nivel de presión atmosférica, y la suspensión estará en el mismo estado que cuando se lleva al dispositivo de disolución. Específicamente, la concentración de NaHCO<sub>3</sub> disminuye, y la concentración de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> aumenta. Se hace evidente que en el Ejemplo 1, mediante el tratamiento de disolución de partículas finas, se redujo sustancialmente el número aparente de núcleos formados, y aumentó el tamaño medio de partículas de los cristales precipitados.

**TABLA 1**

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)						Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el cristalizador		Licor madre en el dispositivo de disolución			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		
1	19,5	2,6	4,5	11,1	4,6	11,1	92	7,9 x 10 <sup>12</sup>
2	20,6	2,0	4,1	12,1	4,2	12,0	128	5,6 x 10 <sup>12</sup>
3	20,0	2,2	4,5	11,7	4,6	11,1	103	6,7 x 10 <sup>12</sup>
4	20,2	2,2	4,3	11,5	4,4	11,1	115	2,0 x 10 <sup>12</sup>
5	20,0	2,1	4,2	11,3	4,3	11,3	120	8,8 x 10 <sup>11</sup>

**EJEMPLO 2 (Ejemplo comparativo)**

15 La cristalización se llevó a cabo en las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, excepto que se detuvo la retirada de la suspensión del cilindro interno 2 en el cristalizador 1, mediante la tubería de retirada de suspensión L3 en el Ejemplo 1. El caudal de la disolución de material de partida fue 100 kg/h, el caudal de dióxido de carbono suministrado fue 30 m<sup>3</sup>/h (estado normal). El análisis se llevó a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, y los resultados se muestran en la Tabla 2. En el Ejemplo 2, incluso después de completarse la cristalización en el primer día tras iniciarse el ensayo de cristalización, los cristales permanecieron para micronizarlos a un tamaño aproximado de 50 µm. Consecuentemente, el ensayo terminó en ese momento

**TABLA 2**

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)				Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el cristalizador			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		
1	20,2	2,1	4,7	11,2	51	3,5 x 10 <sup>12</sup>

25 **EJEMPLO 3**

Una disolución de material de partida se suministró constantemente al cristalizador 1, a un caudal de 200 kg/h mediante la tubería de suministro de disolución de material de partida L1, y al mismo tiempo, se suministró continuamente una mezcla de gas de dióxido de carbono, a una concentración de 40 a 43% y aire mediante la tubería de soplado de dióxido de carbono L2 a un caudal de 54 m<sup>3</sup>/h (estado normal).

30 Además, desde cilindro interno 2 en el cristalizador 1, la suspensión se retiró a un caudal de 1.200 kg/h mediante la tubería de retirada de suspensión L3 para llevarla al dispositivo de disolución 7 y se devolvió a la presión



atmosférica. Asimismo, se pasó aire a través de un filtro de membrana 11 con 0,1µm de porosidad y luego se sopló a un caudal de 120 l/h (estado normal) desde la tubería de soplado de aire L7, y luego, este líquido se devolvió a la entrada (lado superior) del cilindro interno 2, a través del intercambiador de calor 10 (temperatura: 82°C) mediante la tubería de reciclado de suspensión L5. La cantidad de suspensión retirada del cristalizador 1 mediante la tubería de retirada de suspensión L6, se ajustó dependiendo de la cantidad de disolución de material de partida suministrada para mantener constante el nivel de líquido en el estabilizador 1. La temperatura de cristalización en el cristalizador 1, se mantuvo a 80°C mediante calentamiento indirecto por vapor de agua proveniente del intercambiador de calor 10.

En la Tabla 3, se muestran las composiciones de la disolución de material de partida suministrada y el licor madre en el dispositivo de disolución 7, al igual que el tamaño medio de partículas de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1, y el número aparente de núcleos formados, desde el primer día al quinto día tras la iniciación del ensayo de cristalización.

**TABLA 3**

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)				Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el dispositivo de cristalización			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		
1	20,2	2,6	7,3	11,8	190	7,2 x 10 <sup>10</sup>
2	21,3	2,0	7,0	11,8	201	1,0 x 10 <sup>10</sup>
3	20,8	2,2	7,4	11,5	220	2,1 x 10 <sup>10</sup>
4	20,9	2,2	7,3	12,8	212	9,2 x 10 <sup>9</sup>
5	20,8	2,1	7,3	12,3	208	8,5 x 10 <sup>9</sup>

**EJEMPLO 4**

Una disolución de material de partida se suministró constantemente al cristalizador 1, a un caudal de 110 kg/h mediante la tubería de suministro de disolución de material L1, y al mismo tiempo, se suministró continuamente una mezcla de gas de dióxido de carbono, a una concentración de 40 a 43% y aire mediante la tubería de suministro de dióxido de carbono L2 a un caudal de 54 m<sup>3</sup>/h (estado normal).

Además, desde el cilindro interno 2 en el cristalizador 1, la suspensión se retiró a un caudal de 800 kg/h mediante la tubería de retirada de suspensión L3 para llevarla al dispositivo de disolución 7 y se devolvió a la presión atmosférica. Asimismo, se hizo pasar aire a través de un filtro de membrana 11 con 0,1µm de porosidad y luego se sopló a un caudal de 120 l/h (estado normal) desde la tubería de soplado de aire L7, y luego, este líquido se devolvió a la entrada (lado superior) del cilindro interno 2, a través del intercambiador de calor 10 (temperatura: 67°C) mediante la tubería de reciclo de suspensión L5. En ese momento, se suministró una disolución acuosa de hidróxido de sodio al dispositivo de disolución 7, a un caudal constante de 12,5 kg/h. La disolución acuosa de hidróxido de sodio, se obtuvo mediante un método de membrana de intercambio de iones a una concentración de 48%, seguido de filtración precisa mediante un filtro de membrana con 0,1µm de porosidad. El motivo para disminuir la concentración de la disolución de material de partida es ajustar la carga de cristalización por unidad de disolución en el cristalizador 1 para igualar con el Ejemplo 1. A saber, se tomaron en consideración la adición de hidróxido de sodio al dispositivo de disolución 7 y el aumento de la concentración del licor madre.

Asimismo, la cantidad de suspensión retirada del cristalizador 1 mediante la tubería de retirada de suspensión L6 se ajustó dependiendo de la cantidad de disolución de material de partida suministrada para mantener constante el nivel de líquido en el estabilizador 1. La temperatura de cristalización en el cristalizador 1, se mantuvo a 65°C mediante calentamiento indirecto por vapor de agua proveniente del intercambiador de calor 10.

En la Tabla 4, se muestran las composiciones de la disolución de material de partida suministrada, el licor madre en el cristalizador 1 y el licor madre en el dispositivo de disolución 7, al igual que el tamaño medio de partículas de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1, y el número aparente de núcleos formados, desde el primer día al quinto día tras la iniciación del ensayo de cristalización.

TABLA 4

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)						Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados  (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el cristalizador		Licor madre en el dispositivo de disolución			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		
1	10,7	1,7	5,2	6,7	11,7	1,6	145	2,9 x 10 <sup>11</sup>
2	10,8	0,5	5,2	6,7	11,7	4,7	164	8,6 x 10 <sup>10</sup>
3	11,0	0,2	5,4	7,0	11,9	4,9	166	5,0 x 10 <sup>10</sup>
4	14,8	0,2	6,7	8,7	13,2	6,6	162	8,8 x 10 <sup>10</sup>
5	13,2	0,3	5,3	6,9	11,8	4,8	162	9,2 x 10 <sup>10</sup>

## EJEMPLO 5

5 Una disolución de material de partida se suministró constantemente al cristalizador 1, a un caudal de 180 kg/h mediante la tubería de suministro de disolución de material L1, y al mismo tiempo, se suministró continuamente una mezcla de gas de dióxido de carbono, a una concentración de 40 a 43% y aire mediante la tubería de suministro de dióxido de carbono L2 a un caudal de 72 m<sup>3</sup>/h (estado normal).

10 Además, desde el cilindro interno 2 en el cristalizador 1, la suspensión se retiró a un caudal de 800 kg/h mediante la tubería de retirada de suspensión L3 y se llevó al dispositivo de disolución 7 y se devolvió a la presión atmosférica. Asimismo, se hizo pasar aire a través de un filtro de membrana 11 con 0,1µm de porosidad y luego se sopló a un caudal de 120 l/h (estado normal) desde la tubería de soplado de aire L7, y luego, este líquido se devolvió a la entrada (lado superior) del cilindro interno 2, a través del intercambiador de calor 10 (temperatura: 67°C) mediante la tubería de reciclado de suspensión L5. La cantidad de suspensión retirada del cristalizador 1 mediante la tubería de reciclo de suspensión L5. En ese momento se suministró agua pura al dispositivo de disolución 7, a un caudal constante de 20 kg/h. La cantidad de suspensión retirada del cristalizador 1 mediante la tubería de retirada de suspensión L6, se ajustó dependiendo de la cantidad de disolución de material de partida suministrada para mantener constante el nivel de líquido en el estabilizador 1. La temperatura de cristalización en el cristalizador 1, se mantuvo a 65°C mediante calentamiento indirecto por vapor de agua proveniente del intercambiador de calor 10.

20 En la Tabla 5, se muestran las composiciones de la disolución de material de partida suministrada, el licor madre en el cristalizador 1 y el licor madre en el dispositivo de disolución 7, al igual que el tamaño medio de partículas de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1, y el número aparente de núcleos formados, desde el primer día al quinto día tras la iniciación del ensayo de cristalización.

TABLA 5

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)						Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados  (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el cristalizador		Licor madre en el dispositivo de disolución			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		
1	24,3	0,8	4,5	8,7	4,5	9,7	125	1,7 x 10 <sup>12</sup>
2	24,0	0,7	4,5	9,1	4,5	10,1	163	1,1 x 10 <sup>11</sup>
3	24,2	0,4	4,4	8,5	4,4	9,5	152	2,1 x 10 <sup>11</sup>
4	24,6	0,7	4,7	9,5	4,7	10,5	155	1,8 x 10 <sup>11</sup>
5	24,7	0,6	4,7	8,7	4,7	9,7	145	3,5 x 10 <sup>11</sup>

**EJEMPLO 6**

Una disolución de material de partida se suministró constantemente al cristizador 1, a un caudal de 200 kg/h mediante la tubería de suministro de disolución de material L1, y al mismo tiempo, se suministró continuamente una mezcla de gas de dióxido de carbono, a una concentración de 40 a 43% y aire mediante la tubería de suministro de dióxido de carbono L2 a un caudal de 72 m<sup>3</sup>/h (estado normal).

Además, desde el cilindro interno 2 en el cristizador 1, la suspensión se retiró a un caudal de 800 kg/h mediante la tubería de retirada de suspensión L3, para llevarla al dispositivo de disolución 7. Asimismo, se hizo pasar aire a través de un filtro de membrana con 0,1µm de porosidad y luego se sopló a un caudal de 120 l/h (estado normal) desde la tubería de soplado de aire L7, y luego, este líquido se devolvió a la entrada (lado superior) del cilindro interno 2, a través del intercambiador de calor 10 (temperatura: 82°C) mediante la tubería de reciclo de suspensión L5. La cantidad de suspensión retirada del cristizador 1 mediante la tubería de retirada de suspensión L6, se ajustó dependiendo de la cantidad de disolución de material de partida suministrada para mantener constante el nivel de líquido en el estabilizador 1. La temperatura de cristalización en el cristizador 1, se mantuvo a 80°C mediante calentamiento indirecto por vapor de agua proveniente del intercambiador de calor 10.

En la Tabla 6, se muestran las composiciones de la disolución de material de partida suministrada y el licor madre en el dispositivo de disolución 7, al igual que el tamaño medio de partículas de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristizador 1, y el número aparente de núcleos formados, desde el primer día al quinto día tras la iniciación del ensayo de cristalización.

**TABLA 6**

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)				Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el dispositivo de cristalización			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		
1	21,0	2,2	4,3	12,3	170	6,2 x 10 <sup>10</sup>
2	21,2	2,2	4,1	12,3	172	7,1 x 10 <sup>10</sup>
3	20,4	2,0	4,2	12,0	163	5,0 x 10 <sup>10</sup>
4	19,8	2,3	4,1	11,7	162	8,2 x 10 <sup>10</sup>
5	20,0	2,4	4,2	11,5	162	1,0 x 10 <sup>10</sup>

**EJEMPLO 7**

Mientras se llevaba a cabo una operación de cristalización bajo las mismas condiciones que en el Ejemplo 3, a partir del tercer día del inicio de la cristalización, se llevó a cabo una operación en la que al mismo tiempo que la operación de cristalización, se sacó la suspensión de la porción inferior del dispositivo de disolución 7 a través de una tubería, y dicha suspensión se devolvió al dispositivo de disolución 7 utilizando un pulverizador de sistema húmedo fabricado por EUROTTEC, LTD (CAVITRON CD1000) provisto de un motor con una potencia de 2,2 Kw. Mediante esta operación, las partículas cristalizadas en la suspensión retirada, se pulverizaron gruesamente. Se instaló un convertidor en el pulverizador de sistema húmedo, y se ajustó la velocidad rotacional conforme se observaba la forma del cristal. Mediante esta operación, se obtuvieron los cristales con el mismo ancho que en el Ejemplo 3 y cortos de longitud. En la Tabla 7, se muestran los resultados de la cristalización de la misma manera que en el Ejemplo 1.

**TABLA 7**

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)				Tamaño medio de partículas (µm)	Número aparente de núcleos formados (nº)
	Disolución de material de partida		Licor madre en el dispositivo de cristalización			
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaHCO <sub>3</sub>		

1	19,9	1,2	7,2	11,7	175	$9,0 \times 10^{10}$
2	19,7	0,8	7,2	12,1	182	$3,2 \times 10^{10}$
3	19,5	1,1	7,4	11,5	199	$2,6 \times 10^{10}$
4	19,5	1,3	7,4	13,0	202	$1,2 \times 10^{10}$
5	19,3	1,1	7,1	12,0	198	$1,6 \times 10^{10}$

5 Los cristales (cristales A) obtenidos el quinto día tras el inicio de la cristalización y los cristales (cristales B) obtenidos el segundo día tras el inicio de la cristalización, se observaron mediante un microscopio y se compararon, así que la longitud del eje largo de los cristales A fue menor que la de los cristales B, pero la longitud del eje corto, es decir, el espesor fue sustancialmente el mismo que el espesor del eje corto de los cristales B, y por tanto, se confirmó que la relación de aspecto disminuyó.

#### EJEMPLO 8

10 Se empleó la tubería de retirada de suspensión L4 en lugar de la tubería de retirada de suspensión L3 en la transferencia de la suspensión desde el cristalizador 1, al dispositivo de disolución 7. Otras condiciones fueron las mismas que en el Ejemplo 2.

15 En la Tabla 8, se muestran las composiciones de la disolución de material de partida suministrada, el licor madre en el cristalizador 1 y el licor madre en el dispositivo de disolución 7, al igual que el tamaño medio de partículas de los cristales de hidrogenocarbonato de sodio en el cristalizador 1, y el número aparente de núcleos formados, desde el primer día al quinto día tras la iniciación del ensayo de cristalización.

**TABLA 8**

Nº de días pasados	Composición de la disolución (% en peso)						Tamaño medio de partículas ( $\mu\text{m}$ )	Número aparente de núcleos formados ( $n^\circ$ )
	Disolución de material de partida		Licor madre en el cristalizador		Licor madre en el dispositivo de disolución			
	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	$\text{NaHCO}_3$	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	$\text{NaHCO}_3$	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	$\text{NaHCO}_3$		
1	21,2	1,5	7,0	11,5	7,1	11,5	210	$8,6 \times 10^9$
2	20,8	1,6	7,1	12,2	7,2	12,1	222	$6,3 \times 10^9$
3	20,7	1,5	7,0	11,1	7,1	11,0	255	$4,9 \times 10^9$
4	21,0	1,7	6,9	12,3	7,0	12,3	261	$3,3 \times 10^9$
5	21,1	1,4	7,2	12,4	7,3	12,3	256	$4,0 \times 10^9$

#### APLICABILIDAD INDUSTRIAL

20 El hidrogenocarbonato de metal alcalino con alta densidad y buena solubilidad, obtenido mediante la presente invención, es muy útil para aplicaciones, tales como, el uso de hidrogenocarbonato de sodio para agente dialítico para usar, por ejemplo, en hemodiálisis por riñón artificial, o hidrogenocarbonato de sodio para agente en productos para el baño.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino, que comprende hacer reaccionar un disolución acuosa que contiene iones de metal alcalino con dióxido de carbono en un cristalizador para precipitar cristales de hidrogenocarbonato de metal alcalino, caracterizado porque una parte de la suspensión que contiene dichos cristales en dicha disolución acuosa, se retira de dicho cristalizador, y tras disolver una parte de dichos cristales, en el que se disuelve parcialmente los cristales grandes, se regresa a dicho cristalizador, y en el que la parte de dichos cristales presente en la suspensión se disuelve ajustando la presión de dicha suspensión retirada de dicho cristalizador para que sea inferior a la presión en dicho cristalizador.
- 10 2. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según la reivindicación 1, en el que el cristalizador mencionado antes está internamente provisto de un cilindro interno y la suspensión es retirada del interior del cilindro interno.
- 15 3. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la parte de los cristales mencionados antes presente en la suspensión, se disuelve soplando aire en dicha suspensión retirada de dicho cristalizador, a un volumen de 0,2 a 20 veces en un estado normal con respecto al caudal de la suspensión.
- 20 4. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la parte de los cristales mencionados antes presente en la suspensión, se disuelve añadiendo una disolución acuosa que contiene carbonato y/o hidróxido de metal alcalino a dicha suspensión retirada de dicho cristalizador.
- 25 5. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la parte de los cristales mencionados antes presente en la suspensión, se disuelve añadiendo agua a dicha suspensión retirada de dicho cristalizador.
- 30 6. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la parte de los cristales mencionados antes presente en la suspensión, se disuelve calentando la suspensión retirada de dicho cristalizador.
- 35 7. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la cantidad de suspensión retirada de dicho cristalizador es de 30 a 200% en peso por hora, en base a la cantidad total de suspensión en el cristalizador mencionado antes.
- 40 8. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la disolución acuosa mencionada antes contiene carbonato y/o hidróxido de un metal alcalino
9. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que dicho hidrogenocarbonato de metal alcalino es sodio o potasio.
10. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que se pulveriza la parte de los cristales presente en dicha suspensión retirada desde el cristalizador mencionado antes.
11. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la composición del licor madre de dicha suspensión retirada del cristalizador mencionado antes, es tal que el hidrogenocarbonato de metal alcalino está con una concentración menor a la concentración saturada.
12. El procedimiento para producir un hidrogenocarbonato de metal alcalino según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que la temperatura en el cristalizador mencionado antes es de 50 a 90°C.

