

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 584 940**

51 Int. Cl.:

C01D 7/42 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.06.2005 E 05765277 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.04.2016 EP 1770066**

54 Título: **Proceso para producir granos cristalinos de bicarbonato de sodio con baja tendencia a la aglomeración**

30 Prioridad:

30.06.2004 JP 2004194540

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

30.09.2016

73 Titular/es:

**ASAHI GLASS COMPANY, LIMITED (100.0%)
Shin-Marunouchi Building, 1-5-1 Marunouchi,
Chiyoda-ku
Tokyo 100-8405, JP**

72 Inventor/es:

**HIRANO, HACHIROU;
KIKUCHI, SHINTARO;
NAKASHIMA, FUMIAKI;
ARIMA, HISAKAZU y
SAKURAI, SHIGERU**

74 Agente/Representante:

AZNÁREZ URBIETA, Pablo

ES 2 584 940 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).

Descripción

Proceso para producir granos cristalinos de bicarbonato de sodio con baja tendencia a la aglomeración

- 5 La presente invención se refiere a un nuevo proceso para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que son útiles en particular en el campo de los productos alimenticios, farmacéuticos, etc. y que no necesitan contener un agente antiaglomerante.

El bicarbonato de sodio (NaHCO_3 , que también se denomina carbonato ácido de sodio o hidrogenocarbonato de sodio) es muy utilizado en el campo de diversos productos
10 alimenticios, como levadura artificial, aditivo para refrescos, etc.; en la industria farmacéutica como dializado, antiácido, etc., y además como agente de extinción de incendios, como aditivo de baño, detergente, como medio de voladura, como agente neutralizador de gases ácidos, etc. En la mayoría de los casos, el bicarbonato de sodio se produce y envasa, suministra, transporta, almacena y utiliza en forma de partículas
15 cristalinas en polvo o granulares.

Sin embargo, las partículas cristalinas comerciales de bicarbonato de sodio generalmente tienen capacidad de aglomerarse, y tienen una alta capacidad de aglomerarse resultante del carbonato de sodio formado por secado en el proceso de producción, en especial en un entorno a alta temperatura con una alta humedad. Esta tendencia es particularmente
20 notable en la estación lluviosa. Si se produce aglomeración, la fluidez de las partículas es baja, la eficiencia de manipulación disminuye notablemente en los pasos respectivos desde la distribución hasta el uso y se plantean diversos problemas. Por tanto, la aglomeración es un problema serio que puede influir negativamente en el valor comercial del bicarbonato de sodio.

- 25 Hasta ahora, para impedir la aglomeración de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio, por ejemplo el Documento de Patente 1 propone incorporar diversos agentes antiaglomerantes, como estearatos, carbonatos, fosfatos, silicatos, caolín, talco o dióxido de silicio.

Sin embargo, este método convencional de incorporar un agente antiaglomerante no sólo
30 conlleva el coste del agente antiaglomerante o del paso de incorporarlo, sino que también requiere una selección del tipo de agente antiaglomerante en función de la aplicación particular. Además, en el caso de los productos alimenticios, farmacéuticos, etc. no se puede utilizar, o la cantidad a emplear puede estar limitada.

Además, el Documento de Patente 2 describe un método para producir cristales de
35 bicarbonato de sodio con una menor capacidad de aglomeración secando bicarbonato de

sodio a una temperatura de 20 a 60°C con aire caliente. Sin embargo, dado que la temperatura de secado es baja, la eficiencia del tratamiento del aparato secador tiende a ser baja, el aparato secador tiende a ser grande o el tiempo de secado tiende a ser largo.

5 Por otro lado, el Documento de Patente 3 describe un método para producir cristales de bicarbonato de sodio con menor capacidad de aglomeración, que comprende hacer que haya sesquicarbonato de sodio presente sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio. Sin embargo, para convertir el bicarbonato de sodio en sesquicarbonato de sodio se requiere un tratamiento bajo alta humedad durante un tiempo prolongado y, en consecuencia, los equipos tienden a ser grandes. Además, en el caso de
10 un tratamiento a una temperatura de al menos 30°C para acortar el tiempo de tratamiento, la temperatura y la humedad en el momento de la conversión en sesquicarbonato de sodio varían en gran medida en función de la concentración de gas dióxido de carbono presente en la atmósfera y, por tanto, es necesario controlar con mucha precisión la concentración de gas dióxido de carbono, la humedad y la temperatura.

15 El Documento de Patente 4 describe un método para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio con una baja capacidad de aglomeración que es particularmente útil en el sector de los productos alimenticios, farmacéuticos, etc. y que no necesita contener agentes antiaglomerantes, teniendo dichas partículas cristalinas de bicarbonato de sodio una baja capacidad de aglomeración.

20 Documento de Patente 1: JP-A-5-58622
Documento de Patente 2: Patente Japonesa N° 3306873
Documento de Patente 3: JP-A-2003-104722
Documento de Patente 4: EP 1 357 085 A

25 En estas circunstancias, un objeto de la presente invención es proporcionar un nuevo proceso para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que permita prevenir la aglomeración sin utilizar ningún agente antiaglomerante, cuya adición provocaría un aumento del coste y generaría diversos problemas en cuanto a su uso, y que permita reducir la capacidad de aglomeración fácil y eficientemente sin necesidad de un tiempo de tratamiento prolongado en su proceso de producción.

30 Los presentes inventores han llevado a cabo extensos estudios sobre la prevención de la aglomeración de partículas cristalinas de bicarbonato de sodio y, como resultado, han descubierto que la capacidad de aglomeración de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se puede reducir gracias al siguiente procedimiento.

35 Así, sobre la superficie de los cristales de bicarbonato de sodio, dependiendo de diversas condiciones como temperatura, humedad y concentración de dióxido de carbono gas, de un gas de una atmósfera con el que las partículas deben estar en contacto, en el paso de secado o en caso de que las partículas cristalinas sean descargadas en el paso de secado,

se descompone una cantidad muy pequeña de bicarbonato de sodio en carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) y se convierte en carbonato de sodio monohidratado ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) o sal de Wegscheider ($\text{Na}_2\text{C}_3 \cdot 3\text{NaHCO}_3$), y después se convierte en sesquicarbonato de sodio ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). La conversión de carbonato de sodio anhidro en sesquicarbonato de sodio a través del carbonato de sodio monohidratado se da a conocer en American Chemical Society, serie monográfica, "MANUFACTURE OF SODA", segunda edición, Capítulo XXIX, Behavior of Soda Ash in Storage, páginas 509 a 515 (publicado por Reinhold Publishing, 1942).

Además, de acuerdo con los estudios de los presentes inventores, se ha confirmado que la aglomeración se produce cuando, sobre la superficie de los cristales de bicarbonato de sodio, el carbonato de sodio anhidro se convierte en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider, o el carbonato de sodio anhidro se convierte en sesquicarbonato de sodio a través de carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider. Se ha comprobado que, en el primer caso, la conversión de carbonato de sodio anhidro en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider, se produce una aglomeración relativamente débil, sin embargo, en el último caso, en la conversión de carbonato de sodio anhidro en el producto final sesquicarbonato de sodio se produce una mayor aglomeración. Se considera que esto es el resultado de la reticulación de partículas en puntos donde los cristales están en contacto, ya que no sólo cambian los propios cristales, sino que además su volumen y masa aumentan debido a la conversión arriba indicada, tal como se muestra en la siguiente Tabla 1. Los cambios de volumen y masa de los cristales son mayores cuando el carbonato de sodio anhidro se convierte en sesquicarbonato de sodio que cuando el carbonato de sodio anhidro se convierte en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider. Esto se entiende empíricamente por el hecho de que el grado de aglomeración es esencialmente proporcional a ello.

Tabla 1

| | Carbonato de sodio anhidro | Carbonato de sodio monohidratado | Sal de Wegscheider | Sesquicarbonato de sodio |
|---|----------------------------|----------------------------------|--------------------|--------------------------|
| Peso fórmula | 105,99 | 124,00 | 358,01 | 226,03 |
| Densidad (g/cm^3) | 2,533 | 2,259 | 2,334 | 2,044 |
| Masa (g) por 1 mol de Na | 53,0 | 62,0 | 71,6 | 75,3 |
| Volumen (cm^3) por 1 mol de Na | 20,9 | 27,4 | 30,7 | 36,9 |

A partir de los descubrimientos arriba indicados se entiende que la aglomeración se puede evitar previniendo el cambio sobre la superficie de los cristales de bicarbonato de sodio y

haciendo la composición sobre la superficie de los cristales de bicarbonato de sodio de modo que éstos sean cristales estables en la atmósfera de almacenamiento. Sin embargo, como el entorno para el almacenamiento de bicarbonato de sodio varía dependiendo de factores estacionales, etc., la aglomeración no se puede prevenir ni siquiera cuando la

5 superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio tiene una determinada composición cristalina fija únicamente de carbonato de sodio monohidratado, únicamente de sal de Wegscheider o únicamente de sesquicarbonato de sodio, tal como muestra un ejemplo más abajo. De acuerdo con experimentos detallados y estudios basados en cálculos termodinámicos realizados por los presentes inventores, en el aire (concentración

10 de dióxido de carbono 0,04% en volumen) el límite entre sal de Wegscheider y sesquicarbonato de sodio es tal como se muestra en la siguiente Tabla 2, y los cristales estables varían con la temperatura y la humedad. El límite entre sal de Wegscheider y sesquicarbonato de sodio también depende de la concentración de dióxido de carbono gas, y el límite se desplaza hacia un lado de alta humedad cuando la concentración de dióxido

15 de carbono gas aumenta. Cuando el bicarbonato de sodio está cerrado herméticamente, por ejemplo en una bolsa de polietileno, la concentración de dióxido de carbono gas en la bolsa aumenta al 0,1% en volumen en algunos casos y, en consecuencia, el límite está en un intervalo de una humedad relativa del 35 al 50%, dependiendo de la concentración de dióxido de carbono. En relación con el estado de las partículas cristalinas de bicarbonato

20 de sodio bajo condiciones meteorológicas con un lado de alta humedad y un lado de baja humedad del límite, por ejemplo en la estación de lluvias, el sesquicarbonato de sodio es estable bajo condiciones de alta humedad, y la sal de Wegscheider es estable cuando la humedad es baja. Además, la humedad relativa en la bolsa donde está envasado el bicarbonato de sodio aumenta o disminuye dependiendo de la diferencia de temperatura

25 entre el día y la noche. Por consiguiente, apenas se consigue prevenir la aglomeración haciendo únicamente que la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio tenga una composición predeterminada únicamente de carbonato de sodio monohidratado, únicamente de sal de Wegscheider o únicamente de sesquicarbonato de sodio.

Tabla 2

| | | | | | |
|--|----|----|----|----|----|
| Temperatura (°C) | 18 | 22 | 26 | 30 | 34 |
| Humedad relativa más baja a la que se forma sesquicarbonato de sodio (%) | 37 | 36 | 35 | 34 | 33 |

30

Sin embargo, los presentes inventores han observado el fenómeno arriba descrito consistente en que el grado de aglomeración es relativamente bajo cuando el carbonato de sodio anhidro se convierte en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider, pero es alto cuando el carbonato de sodio anhidro se convierte en sesquicarbonato de

35 sodio, y el hecho de que las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio normalmente están contenidas y almacenadas envasadas en un espacio cerrado, tal como una bolsa de

envase de polietileno. Además, los presentes inventores han descubierto que la aglomeración de cristales de bicarbonato de sodio se puede prevenir dentro de un intervalo esencialmente tolerable mediante un nuevo concepto de introducción positiva de una operación consistente en someter los cristales de bicarbonato de sodio a tratamiento
5 térmico para formar positivamente carbonato de sodio anhidro en una cantidad dentro de un intervalo específico sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio, que se evita.

En concreto, cuando la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio en una cantidad dentro de un intervalo específico se convierte positivamente en carbonato de sodio anhidro de modo que una cantidad predeterminada de carbonato de sodio anhidro
10 está presente sobre la superficie de los cristales de bicarbonato de sodio y las partículas cristalinas se envasan y almacenan herméticamente, el carbonato de sodio anhidro de la superficie absorbe la humedad del espacio cerrado y se convierte en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider. Mientras haya carbonato de sodio anhidro presente
15 se produce una conversión continua de carbonato de sodio anhidro en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider, reduciéndose la humedad en el espacio de envase. Es decir, el carbonato de sodio anhidro actúa como desecante. Por consiguiente, no se requiere humedad para provocar la conversión de carbonato de sodio anhidro finalmente a sesquicarbonato de sodio a través de carbonato de sodio monohidratado o sal de
20 Wegscheider, que resulta en una alta aglomeración. Como resultado, la superficie de los cristales de bicarbonato de sodio contiene carbonato de sodio anhidro y además carbonato de sodio monohidratado o solo sal de Wegscheider y no se produce una formación de sesquicarbonato de sodio en una cantidad tal que provoque una fuerte aglomeración, evitándose la aglomeración de partículas cristalinas de bicarbonato de sodio dentro de un
25 intervalo esencialmente tolerable.

Aquí, la cantidad de carbonato de sodio anhidro sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio oscila preferentemente entre el 0,03 y el 0,4% en masa. Si la cantidad es menor que este intervalo, el efecto como desecante no durará mucho; por el contrario, si es demasiado grande, se puede producir aglomeración.

30 La presente invención proporciona un proceso para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio de acuerdo con la reivindicación 1. En las reivindicaciones dependientes se recogen otras realizaciones.

De acuerdo con la presente invención, mediante la nueva idea de que la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se carga positivamente en carbonato de sodio
35 anhidro de modo que la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio presenta una cantidad de carbonato de sodio anhidro dentro de un intervalo específico y este carbonato de sodio anhidro actúa como desecante, la aglomeración en la superficie del bicarbonato de sodio se puede reducir dentro de un intervalo tolerable durante un largo

período de tiempo por un tratamiento en un tiempo corto sin utilizar ningún agente antiaglomerante. Como resultado, se pueden obtener partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que no requieren una selección del tipo de agente antiaglomerante, cuyo uso no está limitado, que no requieren un tiempo de tratamiento prolongado y que se pueden
5 emplear de forma adecuada en campos industriales tales como productos alimenticios, productos farmacéuticos, aditivos para el baño, etc.

Además, es posible evitar la aglomeración durante un largo período de tiempo envasando las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio obtenidas en un material de envase con una transmisión de vapor específica o por debajo de la misma.

10 La Fig. 1 es un gráfico que ilustra las condiciones bajo las que los cristales de bicarbonato de sodio se someten a tratamiento térmico para formar carbonato de sodio anhidro sobre su superficie. El eje horizontal (eje X) representa la humedad relativa (%) y el eje vertical (eje Y) representa la concentración de dióxido de carbono gas (% en volumen). En la Fig. 1, la línea continua representa un caso en que la temperatura (T) es de 70°C, la línea
15 discontinua representa un caso en el que la temperatura (T) es de 80°C, la línea de puntos representa un caso en el que la temperatura (T) es de 90°C y la línea mixta alternativa larga y corta representa un caso en el que la temperatura (T) es de 95°C.

En la presente invención, las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se someten a tratamiento térmico de modo que la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se descompone y sobre la superficie de las partículas cristalinas se forma
20 carbonato de sodio anhidro en una cantidad dentro de un intervalo específico. Esta es una idea exactamente opuesta y muy diferente a la de un proceso de producción convencional con una cuidadosa atención para no descomponer el bicarbonato de sodio, como un proceso que incluye un paso de secado que requiere calentamiento, utilizándose para el
25 paso de secado un gas de dióxido de carbono caliente, de modo que el bicarbonato de sodio no se descomponga en la medida de lo posible ("Soda handbook", página 105 (publicado por la Japan Soda Industry Association en 1975)). Además, incluso cuando se utiliza aire para el secado, la idea de la presente invención es muy diferente a la de un proceso de acuerdo con la Patente Japonesa N° 3306873 (20 a 60°C) o un proceso de
30 acuerdo con el documento arriba indicado "MANUFACTURE OF SODA", página 282 (40 a 50°C), en el que se intenta no aumentar la temperatura del bicarbonato de sodio en la medida de lo posible.

La presente invención es eficaz para partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que deban ser sometidas a tratamiento térmico y que tengan cualquier tamaño de partícula
35 medio. No obstante, la presente invención es eficaz para partículas cristalinas con un tamaño de partícula medio de 50 a 500 μm , preferentemente de 70 a 300 μm . Si el tamaño de partícula es mayor de 500 μm , la influencia de la masa de los cristales tiende a ser significativa y la aglomeración tiende a desintegrarse por la gravedad. Además, si dicho

tamaño es inferior a 50 μm , las partículas tienden a aglomerarse por la influencia de fuerzas entre partículas, como fuerzas de Van der Waals, y la cantidad de lugares en los que las partículas están en contacto entre sí por unidad de volumen de las partículas tiende a aumentar, con lo que las partículas cristalinas tienden inherentemente a aglomerarse y el efecto de la presente invención tiende a disminuir. Aquí, el tamaño medio de partícula es un tamaño medio de partícula basado en la masa, y se define como el 50% del tamaño de partícula en la distribución acumulativa de tamaños de partícula basada en la masa obtenida mediante un método de tamizado. Específicamente, la medición se lleva a cabo con un agitador Ro-Tap y un método de tamizado tal como se estipula en JIS Z 8801-1 (en adelante designado simplemente como método de tamizado).

Las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que se deben someter a tratamiento térmico en la presente invención pueden ser partículas cristalinas de bicarbonato de sodio en estado húmedo separadas de una suspensión espesa que contiene bicarbonato de sodio en el proceso existente para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio, o pueden ser partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que ya han sido producidas. Por ejemplo, pueden ser (i) partículas cristalinas de bicarbonato de sodio en un estado húmedo separadas de una suspensión espesa que contiene bicarbonato de sodio obtenidas en un paso de cristalización por reacción de una disolución acuosa de carbonato de sodio o de una disolución acuosa de carbonato de sodio que contiene hidróxido de sodio o bicarbonato de sodio con dióxido de carbono gas para obtener bicarbonato de sodio; pueden ser (ii) partículas cristalinas de bicarbonato de sodio obtenidas por secado de los cristales de bicarbonato de sodio en estado húmedo; pueden ser (iii) partículas cristalinas de bicarbonato de sodio obtenidas por tamizado de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio secadas; o pueden ser (iv) partículas cristalinas de bicarbonato de sodio obtenidas por pulverización y clasificación de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio tamizadas. En el caso (i) arriba indicado no es necesario llevar a cabo un paso de secado y un paso de formación de carbonato de sodio anhidro por separado cuando el tratamiento térmico se realiza de modo que también actúe como secado de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio, lo que además resulta eficaz desde el punto de vista económico. En caso de prever un equipo adicional con el equipo existente para llevar a cabo la presente invención, se ha de seleccionar un método apropiado entre los métodos arriba indicados, dependiendo de las circunstancias, de modo que la escala del equipo sea pequeña.

En la presente invención, como medio para someter las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio a tratamiento térmico, como la temperatura, la humedad y la concentración de dióxido de carbono gas, es preferible poner las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio en contacto con un gas de calentamiento mientras se las hace fluir, pudiendo utilizarse adecuadamente un secador rotatorio o un lecho fluidizado. Resulta particularmente preferente un secador rotatorio capaz de proporcionar un tiempo de retención largo, capaz de ajustar de forma estable unas condiciones de operación en

detalle y capaz de producir un flujo cercano al flujo de pistón y, en consecuencia, capaz de realizar un tratamiento uniforme. Como gas para el tratamiento térmico se puede utilizar aire o nitrógeno gas, siempre que satisfaga el requisito de tener una concentración de dióxido de carbono gas tal como se calcula mediante la fórmula (1) o menor, o se puede utilizar un gas seco de reciclaje.

Cuando los cristales de bicarbonato de sodio se someten a tratamiento térmico para formar carbonato de sodio anhidro sobre su superficie, se puede formar sal de Wegscheider, carbonato de sodio monohidratado, sesquicarbonato de sodio o carbonato de sodio decahidratado como subproductos, dependiendo de las condiciones del tratamiento térmico. Sin embargo, en la presente invención, la formación se puede llevar a cabo de forma eficaz preferentemente bajo las condiciones indicadas a continuación. En concreto, en la presente invención, las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se someten a tratamiento térmico a una temperatura de 70 a 95°C con un gas de calentamiento que tiene una concentración de dióxido de carbono gas que corresponde como máximo a la concentración calculada mediante la siguiente fórmula (1):

$$\text{Concentración de gas de dióxido de carbono} = 0,071 \times e^{(0,1 \times T)} \times R^{(-0,0005 \times T - 0,9574)} \quad (1)$$

en base al gráfico de la Fig. 1, donde el eje horizontal (eje X) representa la humedad relativa (%) y el eje vertical (eje Y) representa la concentración de dióxido de carbono gas (% en volumen).

T es la temperatura (°C) de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio sometidas a tratamiento térmico y la humedad relativa (R(%)) y la concentración de dióxido de carbono gas (% en volumen) son valores tal como se calculan con la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio sometidas a tratamiento térmico. La temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se mide, por ejemplo, aplicando un termómetro, como un termopar, a las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio descargadas de un aparato secador o un aparato de cocción. La Fig. 1 muestra las curvas de la fórmula (1) cuando T es 70°C, 80°C, 90°C y 95°C como ejemplos. En la Fig. 1, la línea continua representa un caso en que la temperatura (T) es 70°C, la línea discontinua representa un caso en que la temperatura (T) es 80°C, la línea de puntos representa un caso en que la temperatura (T) es 90°C y la línea mixta alternativa larga y corta representa un caso en que la temperatura (T) es 95°C. Específicamente, con referencia a una curva en el caso de que T sea cada una de las temperaturas, se utiliza un gas de calentamiento con una concentración de dióxido de carbono gas de como máximo la concentración de dióxido de carbono gas (% en volumen) correspondiente a R (humedad relativa, %).

En la presente invención, en el caso de la formación de carbonato de sodio anhidro, el gas utilizado para el tratamiento térmico tiene adecuadamente una humedad relativa preferente

de como máximo un 30%, de forma especialmente preferente como máximo un 20% y de forma particularmente preferente como máximo un 15%. La humedad relativa arriba indicada es preferiblemente lo más baja posible, ya que la formación de sal de Wegscheider ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{NaHCO}_3$) puede evitarse incluso cuando la concentración de dióxido de carbono gas es alta, evitándose la formación de carbonato de sodio monohidratado con seguridad.

Además, la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio en el tratamiento térmico oscila preferentemente entre 70 y 100°C, de forma particularmente preferente entre 70 y 95°C. El tiempo de tratamiento tiende a ser más largo cuando la temperatura es menor y, por consiguiente, si la temperatura es inferior a 70°C, el tiempo de retención para el tratamiento tiende a ser largo y los equipos tienden a ser grandes. Por otro lado, si la temperatura supera 100°C, la descomposición del bicarbonato de sodio tiende a acelerarse, con lo que será difícil controlar la operación de tratamiento y apenas se logrará obtener carbonato de sodio anhidro en una concentración predeterminada.

Como condiciones preferentes específicas para llevar a cabo el tratamiento arriba indicado se pueden mencionar las siguientes:

- a. En caso de que la humedad relativa del gas a utilizar para el tratamiento térmico esté en un intervalo de como máximo un 30% y superior a un 20%, la concentración de dióxido de carbono gas del gas a utilizar para el tratamiento térmico es de a lo sumo un 3% en volumen si la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio es de 70°C, a lo sumo un 4% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 7% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 11% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 19% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C y a lo sumo un 31% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma especialmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de como máximo un 2% en volumen cuando la temperatura es de 70°C, como máximo un 3% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, como máximo un 5% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, como máximo un 9% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, como máximo un 15% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C y como máximo un 25% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma particularmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 1% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 2% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 4% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 6% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 11% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y

90°C, y a lo sumo un 17% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C.

- b. En caso de que la humedad relativa del gas a utilizar para el tratamiento térmico esté dentro de un intervalo de como máximo un 20% y más de un 10%, la concentración de dióxido de carbono gas del gas a utilizar para el tratamiento térmico es de a lo sumo un 4% en volumen si la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio es de 70°C, a lo sumo un 6% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 11% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 17% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 29% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 46% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma especialmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 3% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 5% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 9% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 15% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 25% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 40% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma particularmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 2% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 3% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 6% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 10% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 16% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 26% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C.
- c. En caso de que la humedad relativa del gas a utilizar para el tratamiento térmico esté dentro de un intervalo de como máximo un 10% y más de un 5%, la concentración de dióxido de carbono gas del gas a utilizar para el tratamiento térmico es de a lo sumo un 8% en volumen si la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio es de 70°C, a lo sumo un 13% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 21% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 34% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 57% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 100% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma especialmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 6% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 11% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 19% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 30% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 52% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a

lo sumo un 90% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma particularmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 5% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 7% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 12% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 19% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 32% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 56% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C.

d. En caso de que la humedad relativa del gas a utilizar para el tratamiento térmico esté dentro de un intervalo de como máximo un 5%, la concentración de dióxido de carbono gas del gas a utilizar para el tratamiento térmico es de a lo sumo un 16% en volumen si la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio es de 70°C, a lo sumo un 25% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 45% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 73% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 100% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 100% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma especialmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 14% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 23% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 40% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 68% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 90% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 90% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C. De forma particularmente preferente, la concentración de dióxido de carbono gas es de a lo sumo un 9% en volumen si la temperatura es de 70°C, a lo sumo un 14% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 70°C y 75°C, a lo sumo un 25% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 75°C y 80°C, a lo sumo un 41% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 80°C y 85°C, a lo sumo un 57% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 85°C y 90°C, y a lo sumo un 60% en volumen si dicha temperatura oscila entre más de 90°C y 95°C.

Así, el bicarbonato de sodio sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se descompone en carbonato de sodio anhidro, y sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se forma carbonato de sodio anhidro. Aquí, la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se refiere a la superficie de las partículas cristalinas y una porción preferentemente dentro de aproximadamente 2 µm, de forma particularmente preferente dentro de aproximadamente 1 µm, por debajo de la superficie. El contenido de carbonato de sodio anhidro presente sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio oscila entre el 0,03 y el 0,4% en masa en

las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio. Si el contenido de carbonato de sodio anhidro es menor de un 0,03% en masa, la cantidad de carbonato de sodio anhidro que actúa como desecante tiende a ser demasiado pequeña, con lo que la persistencia del efecto de prevención de la aglomeración tiende a disminuir, y si el contenido es mayor de un 0,4% en masa, la influencia de una aglomeración débil que se produce cuando el carbonato de sodio anhidro se convierte en carbonato de sodio monohidratado o en sal de Wegscheider tiende a ser significativa, tal como se describe más abajo, y no se logrará el efecto de la presente invención. En particular, el contenido de carbonato de sodio anhidro oscila preferentemente entre el 0,05% y el 0,2% en masa, con lo que se logrará adecuadamente el efecto como desecante y además la influencia de la aglomeración débil tiende a ser pequeña. Aquí, la masa de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio como base es la masa de las propias partículas cristalinas y no se calcula como carbonato de sodio anhidro.

Cuando el bicarbonato de sodio sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se descompone en carbonato de sodio anhidro, tal como se describe más arriba, parte del bicarbonato de sodio se puede convertir en sal de Wegscheider, carbonato de sodio monohidratado o sesquicarbonato de sodio, pero en la presente invención el contenido de estas sales diferentes al carbonato de sodio anhidro está preferentemente en un nivel de contenido predeterminado o por debajo de éste. En concreto, en los casos que contienen carbonato de sodio monohidratado, sal de Wegscheider y sesquicarbonato de sodio, su contenido total es preferentemente de a lo sumo el 0,3% en masa, de forma particularmente preferente a lo sumo el 0,2% en masa, calculado como carbonato de sodio anhidro en las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio. Si dicho contenido es mayor del 0,3% en masa, el efecto de reducción de la propiedad de aglomeración de la presente invención tiende a ser pequeño y, además, la pureza de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio como producto (en adelante designadas a veces simplemente como producto) tiende a ser baja, por ello desfavorable.

Normalmente, las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio de la presente invención así obtenidas, que tienen carbonato de sodio anhidro sobre su superficie, son envasadas, suministradas, transportadas y almacenadas por un distribuidor o un usuario. En este caso, como material para envasar las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se puede utilizar adecuadamente un material de envase preferente con una tasa de transmisión de vapor de agua de a lo sumo $5 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$, de forma particularmente preferente a lo sumo $1 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$, a 40°C , con una diferencia de humedad relativa de un 90% tal como se estipula en JIS K 7129. Mediante el uso de un material de envase de este tipo con una tasa de transmisión de vapor de agua dentro del intervalo arriba indicado, la persistencia del efecto de prevención de la aglomeración de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio que tienen carbonato de sodio anhidro sobre su superficie aumentará notablemente.

Como material de envase con la tasa de transmisión de vapor de agua arriba indicada es preferible utilizar, por ejemplo, una lámina o una película de una resina que tiene aluminio o sílice depositado por vapor sobre su superficie como capa antihumedad. Como ejemplo de este tipo de estructura de material de embalaje se puede utilizar preferentemente una

5 hoja laminada obtenida de modo que una película de tereftalato de polietileno (en adelante designada como película de PET) con un espesor preferentemente entre 5 y 30 μm , que tiene aluminio o sílice depositado por vapor sobre la misma, se utiliza como una capa a prueba de humedad para la capa exterior, de forma que la capa con deposición por vapor está orientada hacia el interior y, según sea necesario, una película de nylon con

10 orientación biaxial (designada en adelante como película de ON) y con un espesor preferentemente de 5 a 30 μm para mejorar la resistencia a la penetración se utiliza para la capa intermedia, y para la capa interior en contacto con las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se emplea una película de polietileno de baja densidad lineal (en adelante designada como película de LLDPE) con un espesor preferentemente de 30 a

15 150 μm laminada en seco.

Para la capa a prueba de humedad de la hoja laminada arriba indicada también se puede utilizar una membrana delgada de aluminio o una película de aluminio depositada por vapor, pero éstas no son transparentes y pueden constituir una barrera en un paso de detección de metales en el momento del suministro. Además, para la capa a prueba de

20 humedad también se puede utilizar una película revestida con cloruro de vinilideno, pero, dado que contiene cloro, cuando una bolsa de envase se quema en el momento de su eliminación se generará cloruro de hidrógeno gas, lo que resulta desfavorable. A este respecto, es preferible utilizar la película de PET que incluye aluminio o sílice depositado por vapor como capa a prueba de humedad, que es transparente, que pasará a través de

25 un detector de metales y que no genera cloruro de hidrógeno durante su combustión. Como método de deposición por vapor de aluminio o sílice se puede utilizar un método PVD (*physical vapor deposition* - deposición física de vapor) además de un método CVD (*chemical vapor deposition* - deposición química de vapor). Como sustrato sobre el que se realiza la deposición por vapor se puede utilizar una película de ON además de la película

30 de PET.

Además, dado que la película de LLDPE de la capa interior de la hoja laminada estará en contacto directo con las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio como producto, es preferible utilizar una LLDPE completamente libre de aditivos que no contenga ningún antioxidante o similar que pueda producir una coloración del producto, etc. En lugar de la

35 LLDPE se puede utilizar un polietileno de baja densidad, pero es preferible LLDPE, ya que presenta una excelente resistencia de termosellado.

Ejemplos

La invención se describe a continuación de forma detallada con referencia a los Ejemplos, pero se ha de entender que la presente invención no está limitada en modo alguno a estos Ejemplos específicos.

Ejemplo 1

- 5 Se produjeron partículas cristalinas de bicarbonato de sodio (en adelante designadas a veces simplemente como productos) con diversas composiciones superficiales y se llevó a cabo una prueba para evaluar la propiedad de aglomeración de las mismas. En la Tabla 3, el nº 1, el nº 6 y el nº 7 corresponden a Ejemplos Comparativos, y nos nº 2 a 5 y el nº 8 corresponden a Ejemplos de la presente invención.
- 10 En un tanque (50 m³) provisto de agitador se introdujeron 20 m³ de una disolución acuosa de hidróxido de sodio con una concentración de un 20% en masa y la temperatura se aumentó a 80°C. En este estado se hizo pasar una corriente de un 100% en volumen de dióxido de carbono gas durante 5 horas con un caudal de 10 m³ por minuto en un estado estándar para cristalización por reacción. En el paso de cristalización primero se somete a
- 15 reacción el hidróxido de sodio con dióxido de carbono para formar carbonato de sodio. Hasta ese momento no precipita ningún cristal. Después se someten a reacción el dióxido de carbono y el carbonato de sodio para formar bicarbonato de sodio. Aquí, como la solubilidad del bicarbonato de sodio es baja, precipitan cristales de bicarbonato de sodio. Después, disminuyendo la temperatura a 40°C bajo una corriente continua de dióxido de
- 20 carbono gas, precipitaron partículas cristalinas de bicarbonato de sodio. La suspensión obtenida se sometió a un separador centrífugo para separar el agua madre, obteniendo así partículas cristalinas de bicarbonato de sodio.

Los cristales húmedos de bicarbonato de sodio se pusieron en contacto con un gas de

25 secado consistente en aire con contenido en dióxido de carbono gas en un flujo paralelo bajo las condiciones mostradas en la siguiente Tabla 3 utilizando un secador rotatorio (fabricado por MASUNO SEISAKUSHO LTD.), con lo que las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se secaron y parte de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se cocieron para formar carbonato de sodio anhidro. En la Tabla 3, la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio descargadas del secador rotatorio está

30 representada como temperatura de secado y la humedad relativa y la concentración de dióxido de carbono del gas de secado son valores calculados como la temperatura de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio.

Inmediatamente después de la operación de secado, las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se enfriaron a 30°C mediante un dispositivo de refrigeración cilíndrico

35 provisto de agitador de paletas y una camisa de refrigeración indirecta. Para la refrigeración, un aire seco con un punto de rocío de -40°C se calentó a 20°C y se inyectó en el interior del dispositivo de refrigeración, y se purgó un gas que acompañaba las

partículas cristalinas. La concentración de dióxido de carbono del aire seco era del 0,04% en volumen. Después, las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio se sometieron a tamizado utilizando un tamiz de agitación circular provisto de oscilador ultrasónico y de una malla con una abertura de 0,25 mm, y las partículas que pasaron por el tamiz se obtuvieron
5 como producto. Este producto se empleó para la siguiente evaluación con respecto a la aglomeración. El producto, que consiste en partículas que habían pasado por el tamiz, tiene un tamaño de partícula medio de 0,1 mm.

A continuación se describe específicamente un método de ensayo para evaluar la propiedad de aglomeración de un producto.

- 10 Un kg del producto arriba descrito de partículas cristalinas de bicarbonato de sodio con un tamaño de partícula medio de 0,1 mm, obtenidas como partículas que han pasado por un tamiz utilizando un tamiz de agitación circular provisto de un oscilador ultrasónico, se pesó y se dispuso en una bolsa hecha de una película de LLDPE completamente libre de aditivos con un espesor de 120 μm y ésta se cerró herméticamente por termosellado y se dejó
15 reposar durante un mes en una atmósfera a 25°C y con una humedad relativa de un 85%. Después, la bolsa se abrió con cuidado para que el producto no se desintegrara y el producto se echó con cuidado sobre un tamiz de ensayo (en adelante designado simplemente como "tamiz") que tenía un diámetro interior de 200 mm y una malla metálica con una abertura de 3 mm, tal como se estipula en JIS Z 8801-1. La masa del producto y
20 el tamiz se pesó para medir la masa del producto sobre el tamiz y determinar la relación de masa con respecto a todo el producto. La relación se definió como la "cantidad de partículas débilmente aglomeradas". Aquí se considera que las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio aglomeradas como un todo en el momento de la apertura tienen una relación del 100%.
- 25 Después se dieron golpes suaves con la mano durante tres segundos en el tamiz en el que se había dispuesto el producto y la masa del producto y el tamiz se pesó para medir la masa del producto sobre el tamiz, para determinar la relación de masa con respecto al producto en el momento del envase. Esta relación se definió como la "cantidad de partículas moderadamente aglomeradas". Además, el tamiz sobre el que se dispuso el
30 producto se golpeó suavemente con la mano durante 19 segundos y la masa del producto y el tamiz se pesó para medir la masa del producto dispuesto sobre el tamiz, para determinar la relación de masa del producto en el momento del envase. Esta relación se definió como la "cantidad de partículas fuertemente aglomeradas". El ensayo arriba indicado para evaluar la propiedad de aglomeración se designará simplemente como
35 "ensayo de evaluación de la propiedad de aglomeración".

La medición del tamaño de partícula medio del producto antes del ensayo de evaluación de la propiedad de aglomeración depende del método de tamizado y la abertura del tamiz utilizado fue de 355 μm , 250 μm , 180 μm , 150 μm , 106 μm , 75 μm o 45 μm .

Además, para medir el carbonato de sodio anhidro, el carbonato de sodio monohidratado, la sal de Wegscheider y el sesquicarbonato de sodio, la cantidad total de carbonato de sodio anhidro, carbonato de sodio monohidratado y sesquicarbonato de sodio en el producto se determinó cuantitativamente mediante un método de extracción en metanol anhidro tal como se describe más abajo, y el contenido de carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider y el contenido de sesquicarbonato de sodio en el producto se determinó mediante un método TGA tal como se describe más abajo. A partir de los resultados de medición obtenidos mediante estos métodos, se determinaron las cantidades respectivas de carbonato de sodio anhidro, carbonato de sodio monohidratado y sesquicarbonato de sodio en las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio.

Más abajo se describe el método de extracción en metanol anhidro.

En la presente invención, el concepto "método de extracción en metanol anhidro" se refiere a un método donde se analiza la cantidad total de carbonato de sodio anhidro, carbonato de sodio monohidratado y sesquicarbonato de sodio en el producto mediante la extracción de los respectivos componentes del bicarbonato de sodio con metanol anhidro, seguida de una titulación de neutralización. Específicamente se pesan 5 g del producto, que se disponen en 100 ml de metanol anhidro y la mezcla se agita después durante 30 minutos. Luego se lleva a cabo la titulación con ácido clorhídrico 0,1N, con fenolftaleína como indicador, para determinar cuantitativamente la cantidad total de carbonato de sodio anhidro, carbonato de sodio monohidratado y sesquicarbonato de sodio en el producto. Aquí, el ácido clorhídrico 0,1N se prepara diluyendo un 35% en masa de una solución acuosa con metanol anhidro para reducir la inclusión de humedad en la mayor medida posible, o también se puede utilizar una solución de cloruro de hidrógeno. Aquí, la sal de Wegscheider es esencialmente insoluble en metanol anhidro y por ello no se mide mediante el método de extracción de metanol anhidro.

A continuación se explica el método TGA.

En la presente invención, el "método TGA" es un método para medir el contenido de carbonato de sodio monohidratado, sal de Wegscheider y sesquicarbonato de sodio en las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio, y es un método para medir la reducción de masa de los respectivos componentes mediante termólisis en dos niveles específicos de temperaturas mediante un analizador termogravimétrico y analizar el contenido de un componente de carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider y el contenido de un componente de sesquicarbonato de sodio a partir de la diferencia en el perfil de reducción de peso entre los dos niveles de temperaturas.

Una cantidad determinada del presente producto como muestra a medir se dispone en una célula de muestra y el producto se calienta a una temperatura constante en un gas de secado, como nitrógeno gas, que no reacciona con el bicarbonato de sodio, el carbonato

de sodio anhidro, el carbonato de sodio monohidratado, la sal de Wegscheider ni el sesquicarbonato de sodio, y se mide con precisión la reducción de masa cuando el carbonato de sodio monohidratado, la sal de Wegscheider y el sesquicarbonato de sodio se descomponen en carbonato de sodio anhidro.

- 5 Específicamente, una cantidad predeterminada del producto se pesa en una célula de muestra y se lleva a cabo una medición a una temperatura predeterminada mediante un método isotérmico utilizando un nitrógeno gas que esencialmente no contiene ninguna humedad por medio de un analizador termogravimétrico. Aquí, la medición se puede llevar a cabo utilizando los datos recién descubiertos por los presentes inventores, que consisten
- 10 en que el bicarbonato de sodio es más estable térmicamente y menos propenso a descomponerse que el carbonato de sodio monohidratado, la sal de Wegscheider y el sesquicarbonato de sodio, y en que el sesquicarbonato de sodio es más estable térmicamente que el carbonato de sodio monohidratado y la sal de Wegscheider. En concreto, mediante el empleo de dos niveles de temperaturas de medición
- 15 predeterminadas y a partir de la diferencia se puede determinar con exactitud el contenido de carbonato de sodio monohidratado o de sal de Wegscheider y el contenido de sesquicarbonato de sodio. Para la temperatura inferior entre los dos niveles de temperaturas se selecciona una temperatura tal que la descomposición del carbonato de sodio monohidratado o de la sal de Wegscheider se complete esencialmente en un tiempo
- 20 determinado y que la descomposición de sesquicarbonato de sodio esencialmente no se inicie. Además, para la temperatura superior se selecciona una temperatura tal que la descomposición del carbonato de sodio monohidratado, la sal de Wegscheider y el sesquicarbonato de sodio se complete esencialmente en un tiempo determinado. La temperatura y el tiempo varían de acuerdo con la cantidad de la muestra para la medición,
- 25 la estructura del aparato de medición, la estructura del recipiente de muestras, etc.

En este ejemplo se utilizó un analizador térmico termogravimétrico/diferencial TG/DTA6200 fabricado por SII Nanotechnology Inc. En esta medición, la temperatura inferior era de 53°C y la temperatura superior era de 63°C, y después de un intervalo de 50 minutos se midió la reducción de peso a cada temperatura. La masa de la muestra utilizada para la medición

30 era de 60 mg. Además, para corregir la reducción de peso por descomposición del propio bicarbonato de sodio, en un momento determinado de los dos niveles de temperatura se llevó a cabo una medición por separado con respecto al bicarbonato de sodio sin contener esencialmente nada de carbonato de sodio monohidratado, sal de Wegscheider ni sesquicarbonato de sodio, y la reducción de peso obtenida se restó de cada valor medido

35 como línea base. La reducción de peso a 53°C corresponde al contenido de carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider y el valor obtenido al restar la reducción de peso a 53°C de la reducción de peso a 63°C corresponde al contenido de sesquicarbonato de sodio. El carbonato de sodio monohidratado y la sal de Wegscheider se distinguieron evaluando cuál de las regiones de carbonato de sodio monohidratado o de sal de

Wegscheider se alcanzaba en un diagrama de equilibrio de fases en base a las condiciones de temperatura, humedad relativa y concentración de dióxido de carbono gas bajo las que se llevó a cabo el tratamiento de humidificación. En un caso que no depende del diagrama de equilibrio de fases, los cristales de carbonato de sodio anhidro se almacenan durante
5 un largo período de tiempo bajo la atmósfera y el cambio de los cristales se examina mediante análisis estructural de los cristales por difracción de rayos X.

El valor obtenido al restar los contenidos de carbonato de sodio monohidratado y sesquicarbonato de sodio determinados mediante el método TGA del contenido correspondiente a la cantidad total de carbonato de sodio anhidro, carbonato de sodio
10 monohidratado y sesquicarbonato de sodio, determinado mediante el método de extracción de metanol anhidro, es el contenido de carbonato de sodio anhidro.

La siguiente Tabla 3 muestra los resultados del análisis de la propiedad de aglomeración de productos que contienen carbonato de sodio anhidro y que no contienen carbonato de sodio monohidratado, sal de Wegscheider ni sesquicarbonato de sodio. En el método TGA
15 no se produjo ninguna reducción de masa correspondiente al carbonato de sodio monohidratado o la sal de Wegscheider, ni ninguna reducción de masa correspondiente al sesquicarbonato de sodio y, por consiguiente, los contenidos de carbonato de sodio monohidratado, sal de Wegscheider y sesquicarbonato de sodio eran del 0% en masa. Los mismos resultados se obtienen con respecto a la Tabla 4. Aquí, cada contenido se calcula
20 como carbonato de sodio anhidro. Tal como muestra claramente la Tabla 3, el grado de aglomeración disminuyó mediante un contenido específico de carbonato de sodio anhidro, y en particular la reducción de la cantidad de partículas moderadamente aglomeradas y la cantidad de partículas fuertemente aglomeradas es notable, lo que indica el efecto de la presente invención. Cuando el contenido de carbonato de sodio anhidro está dentro del
25 intervalo específico definido por la presente invención, se considera que la propiedad de aglomeración se ha reducido.

Los presentes inventores estiman el mecanismo por el cual la cantidad de partículas moderadamente aglomeradas y la cantidad de partículas fuertemente aglomeradas tienen valores mínimos dentro del rango de la presente invención tal como se indica a
30 continuación. Es decir, en los casos en los que el contenido de carbonato de sodio anhidro es bajo, cuanto menor es la cantidad de carbonato de sodio anhidro, mayor es la degeneración del carbonato de sodio anhidro en sesquicarbonato de sodio, y se produce un alto grado de aglomeración. Además, en los casos en los que el contenido de carbonato de sodio anhidro es alto, el área de contacto en las partes de contacto entre las partículas
35 aumenta, con lo que avanza la aglomeración inicial resultante de la degeneración de carbonato de sodio anhidro en carbonato de sodio monohidratado o sal de Wegscheider.

Tabla 3

| | | | | | | | |
|--|------|------|------|------|------|------|------|
| Número | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Temperatura (°C) | 75 | 75 | 75 | 80 | 84 | 90 | 98 |
| Humedad relativa del gas (%) | 18 | 18 | 18 | 16 | 13 | 7 | 8 |
| Concentración de dióxido de carbono en gas (% en volumen) | 70 | 4 | 3 | 5 | 6 | 10 | 10 |
| Tamaño de partícula medio (µm) | 111 | 103 | 105 | 98 | 101 | 97 | 108 |
| Contenido de carbonato de sodio anhidro (% en masa) | 0,01 | 0,03 | 0,05 | 0,16 | 0,27 | 0,42 | 0,63 |
| Contenido de carbonato de sodio monohidratado y sal de Wegscheider (% en masa) | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Contenido de sesquicarbonato de sodio (% en masa) | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Cantidad de partículas débilmente aglomeradas (% en masa) | 83 | 75 | 70 | 82 | 87 | 96 | 100 |
| Cantidad de partículas moderadamente aglomeradas (% en masa) | 59 | 48 | 38 | 32 | 51 | 90 | 100 |
| Cantidad de partículas fuertemente aglomeradas (% en masa) | 18 | 13 | 10 | 1 | 11 | 69 | 99 |

Ejemplo 2

- La bolsa de envase hecha de una película de LLDPE de 120 µm utilizada en el Ejemplo 1 tenía una tasa de transmisión de vapor de agua de 6,0 g/(m² · 24 h) a 40°C con una diferencia de humedad relativa de un 90% tal como se estipula en JIS K 7129. En su lugar, se utilizó una bolsa de envase que tenía depositado sobre la misma un vapor de alúmina y se llevó a cabo el ensayo para evaluar la propiedad de aglomeración. Esta bolsa de envase está hecha de una lámina que tiene una estructura obtenida de modo que se utiliza una película de PET de 12 µm con una deposición de vapor transparente de alúmina aplicada mediante el método PVD para la protección contra la humedad de la capa exterior, de forma que la capa de deposición de valor está orientada hacia adentro, para la capa intermedia se utiliza una película de ON de 15 µm y para la capa interior se utiliza una película de LLDPE de 70 µm completamente libre de aditivos, y las capas se laminan por laminación en seco.
- La transmisión de vapor de la bolsa de envase era de 0,2 g/(m² · 24 h) a 40°C con una diferencia de humedad relativa de 90°C tal como se estipula en JIS K 7129. Como muestra para el ensayo de evaluación de la propiedad de aglomeración se utilizó el n° 5 del Ejemplo 1. Los resultados se muestran en la Tabla 4. Los resultados con respecto a la bolsa a

prueba de humedad corresponden al nº 8. La aglomeración se pudo prevenir en un mayor nivel. Además, no se observó ninguna coloración del producto en cada una de las muestras de los Ejemplos 1 y 2. Además se pudo utilizar un detector de metales sin ningún problema.

Tabla 4

| Número | 5 | 8 |
|--|------|------|
| Tamaño de partícula medio (μm) | 101 | 101 |
| Contenido de carbonato de sodio anhidro (% en masa) | 0,27 | 0,27 |
| Contenido de carbonato de sodio monohidratado y sal de Wegscheider (% en masa) | 0,0 | 0,0 |
| Contenido de sesquicarbonato de sodio (% en masa) | 0,0 | 0,0 |
| Cantidad de partículas débilmente aglomeradas (% en masa) | 87 | 12 |
| Cantidad de partículas moderadamente aglomeradas (% en masa) | 51 | 0 |
| Cantidad de partículas fuertemente aglomeradas (% en masa) | 11 | 0 |

5

De acuerdo con la presente invención es posible evitar eficazmente diversas desventajas resultantes de la aglomeración de bicarbonato de sodio, incluso a escala industrial. Además, la formación de este bicarbonato de sodio se puede lograr mediante un método que se puede llevar a cabo fácilmente en poco tiempo. Por lo demás, se puede lograr sin ningún equipo adicional de cocción, llevando a cabo la cocción también como un paso de secado.

10

Reivindicaciones

1. Proceso para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio, que comprende someter partículas cristalinas de bicarbonato de sodio con un tamaño de partícula medio de 50 a 500 μm , basado en la masa, a un tratamiento térmico a una temperatura de 70 a 95°C con un gas de calentamiento que tiene una concentración de dióxido de carbono gas correspondiente como máximo a la concentración calculada mediante la siguiente fórmula (1), formando así carbonato de sodio anhidro sobre la superficie de las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio con un contenido de carbonato de sodio anhidro entre un 0,03 y un 0,4% en masa en los cristales de bicarbonato de sodio:

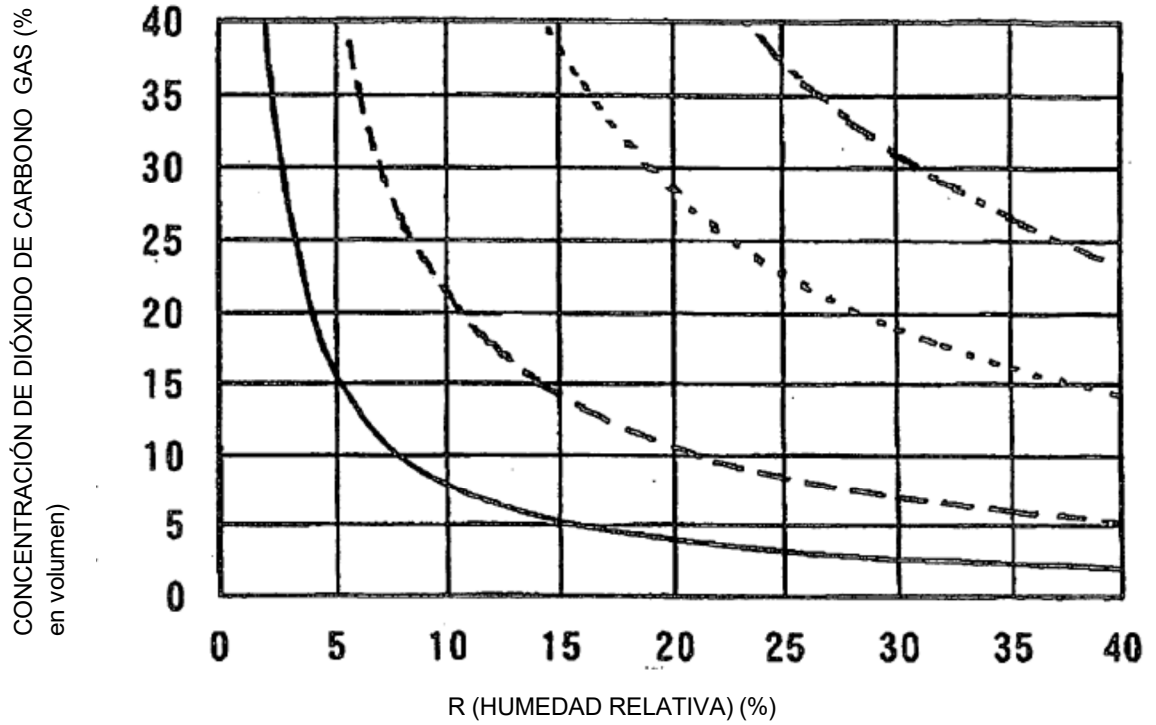
$$\text{Concentración de gas de dióxido de carbono} = 0,071 \times e^{(0,1 \times T)} \times R^{(-0,0005 \times T - 0,9574)} \quad (1)$$

(donde T (°C) es la temperatura de los cristales de bicarbonato de sodio y R (%) es la humedad relativa alrededor de los cristales a la temperatura de los cristales, con la condición de que el límite superior de la concentración de dióxido de carbono gas sea del 100% en volumen).

2. Proceso de producción según la reivindicación 1, caracterizado porque el contenido de carbonato de sodio monohidratado, sesquicarbonato de sodio y sal de Wegscheider en las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio es de como máximo un 0,3% en masa, calculado como carbonato de sodio anhidro.
3. Proceso para la producción de partículas cristalinas de bicarbonato de sodio según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque se obtiene una suspensión que contiene bicarbonato de sodio por cristalización, se separan las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio húmedas de la suspensión, y las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio húmedas se someten a tratamiento térmico.
4. Proceso para producir partículas cristalinas de bicarbonato de sodio según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque se obtiene una suspensión que contiene bicarbonato de sodio por cristalización, se separan las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio húmedas de la suspensión y las partículas cristalinas de bicarbonato de sodio húmedas se secan y después se someten a tratamiento térmico.
5. Proceso de producción según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el tratamiento térmico se lleva a cabo con un secador rotatorio.

35

Fig. 1



- T = 70°C en la fórmula (1)
- - T = 80°C en la fórmula (1)
- ... T = 90°C en la fórmula (1)
- · T = 95°C en la fórmula (1)