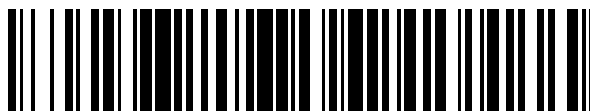


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 677 563**

51 Int. Cl.:

**C01D 1/30** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.12.2007 PCT/SE2007/051033**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.06.2008 WO08076072**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.12.2007 E 07861128 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.05.2018 EP 2091868**

54 Título: **Método para preparar hidróxido de potasio dihidrato**

30 Prioridad:

**20.12.2006 EP 06126713**  
**21.12.2006 US 876368 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**03.08.2018**

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.**  
**(100.0%)**  
**Velperweg 76**  
**6824 BM Arnhem, NL**

72 Inventor/es:

**HAMMER-OLSEN, ROY;**  
**JANSSON, INGER;**  
**HULTÉN, FELIX KARL TORSTEN;**  
**FORSBERG, KERSTIN MARIA y**  
**RASMUSON, ÅKE CHRISTOFFER**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 677 563 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

Método para preparar hidróxido de potasio dihidrato

La presente invención se refiere a un método para preparar hidróxido de potasio dihidrato que tiene un contenido en sodio inferior al 0,05% en peso, basado en el peso de los cristales de hidróxido de potasio.

5 **Antecedentes de la invención.**

Los procedimientos para purificar el hidróxido de potasio son conocidos desde hace mucho tiempo. El documento US 1.562.805 describe un procedimiento en el que el hidróxido de potasio se separa de una mezcla de hidróxidos de potasio y sodio, con lo que la mezcla se concentra hasta que tiene lugar en parte la cristalización a una temperatura elevada y se forman cristales de hidróxido de potasio, y son eliminados de las aguas madre a una temperatura elevada. Sin embargo, el proceso de cristalización descrito en el documento US 1.562.805 implica una elevación sustancial de la temperatura. El documento US 1.562.805 no menciona nada acerca del enfriamiento controlado de la mezcla para cristalizar el hidróxido de potasio.

El documento FR 714276 se refiere a la preparación de potasa cáustica cristalizada correspondiente a la fórmula  $\text{KOH} \cdot 1 \text{H}_2\text{O}$ , que comprende una primera etapa de obtención de  $\text{KOH} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  cristalizado, mediante el enfriamiento de las aguas madre de potasa. El documento FR 714276 no menciona el control de la etapa de enfriamiento.

El objeto de la presente invención es proporcionar un método facilitado para purificar hidróxido de potasio por medio de cristalización, con lo que puede obtenerse un hidróxido de potasio dihidrato de alta pureza que tiene un contenido en sodio menor del 0,05 % en peso, basado en el peso de los cristales de hidróxido de potasio.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método facilitado que solo requiera una etapa de cristalización, es decir, sin necesidad sustancial de recristalizar cristales ya formados para obtener una pureza suficiente.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un método práctico que permita una selección mayor de recipientes adecuados en los que se realiza la cristalización, particularmente a la vista de la naturaleza corrosiva del hidróxido de potasio, especialmente a temperaturas elevadas que, en el pasado, daban como resultado la corrosión de los recipientes a base de metal empleados. Otro objeto es proporcionar un método que no requiera la adición de ningún producto químico adicional que pueda contaminar el método de purificación. Además, el uso de materiales alternativos no metálicos tales como materiales plásticos ha sido hasta ahora limitado. Otro objeto es proporcionar un método realizado a temperatura ambiente o próxima a la temperatura ambiente, que facilite más la manipulación del proceso y que ahorre energía en comparación con los procesos de cristalización realizados a temperaturas elevadas.

**La invención.**

La presente invención se refiere a un método para preparar hidróxido de potasio dihidrato que tiene un contenido de sodio de menos del 0,05% basado en el peso de los cristales de hidróxido de potasio, de acuerdo con la reivindicación 1.

35 El cambio de temperatura durante el enfriamiento puede controlarse mediante cualquier método convencional.

Los cristales pueden separarse de la solución mediante filtración, como la filtración bajo vacío. Puede aplicarse un vacío a la solución para provocar la evaporación de la misma. Esto puede llevarse a cabo a una temperatura sustancialmente constante, p. ej. a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 35, o de aproximadamente 15 a aproximadamente 35, tal como de aproximadamente 20 a aproximadamente 33, por ejemplo de aproximadamente 20 a aproximadamente 30, o de aproximadamente 25°C a aproximadamente 30 °C.

45 El hidróxido de potasio puede estar hidratado o deshidratado. Existen diversas formas de hidratos de hidróxido de potasio que incluyen  $\text{KOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{KOH} \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$ ,  $\text{KOH} \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$  y  $\text{KOH} \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$ , y otros. El hidróxido de potasio se conoce comúnmente como potasa cáustica o potasa que se puede producir, p. ej., por medio de electrólisis de cloruro de potasio. La forma de cristales de hidrato de hidróxido de potasio puede variar con la temperatura. Por ejemplo, el hidróxido de potasio dihidrato puede ser predominante a temperaturas no elevadas, especialmente por debajo de aproximadamente 35 °C. Una temperatura por debajo de aproximadamente 35 °C puede entonces dar como resultado sustancialmente hidróxido de potasio dihidrato.

De acuerdo con una realización, la solución es acuosa. Además de agua, puede contener también un disolvente orgánico miscible con el agua, tal como un alcohol como metanol, etanol o glicerol; o mezclas de los mismos.

50 De acuerdo con una realización, la solución de hidróxido de potasio contiene impurezas catiónicas y/o aniónicas, p. ej. de iones de sodio y/o cloruro. La solución a purificar puede tener un contenido de sodio de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 5, por ejemplo, de aproximadamente 0,005 a aproximadamente 2 o de aproximadamente 0,02 a aproximadamente 1, tal como de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 1% en peso. La solución puede tener un contenido de cloruro de aproximadamente 0,0001 a aproximadamente 0,5, tal como de aproximadamente

0,0003 a aproximadamente 0,1% en peso. La solución también puede contener impurezas de hierro y/o níquel, por ejemplo en una cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 100 mg/l.

De acuerdo con una realización, la velocidad de enfriamiento es de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 4, por ejemplo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2, o de 0,1 a aproximadamente 1 °C/h.

- 5 De acuerdo con una realización, los cristales de hidróxido de potasio formados se aclaran, por ejemplo, con agua para eliminar las impurezas de los mismos.

De acuerdo con una realización, la adición de una cantidad efectiva de cristales tales como cristales de hidróxido de potasio, p. ej. cristales de hidróxido de potasio dihidrato, se hace para inducir el crecimiento de los cristales en la solución, por ejemplo antes o durante el enfriamiento. De acuerdo con una realización, la solución se siembra con una cantidad efectiva de cristales tales como KOH, por ejemplo en una cantidad de aproximadamente 0,00001 a aproximadamente 10% en peso basado en la cantidad inicial de KOH en la solución. En cualquier ocasión, en caso de que se siembre la solución, es importante que la temperatura sea tal que no haya comenzado la nucleación espontánea incontrolada. La temperatura a la que se satura la solución depende de la concentración del hidróxido de potasio, y cualquier adición de cristales se debe realizar cuidadosamente para evitar la nucleación espontánea.

15 La solución puede agitarse mediante elementos de agitación, p. ej. agitadores de paletas, para mantener la solución de hidróxido de potasio lo más homogénea posible. El método se ejecuta hasta que los cristales de hidróxido de potasio contengan menos de aproximadamente 0,05, por ejemplo menos de aproximadamente 0,03 o menos de aproximadamente 0,001% en peso de sodio basado en el peso de cristales de hidróxido de potasio. Tales medidas se pueden efectuar por cualquier método convencional, por ejemplo mediante medidas *on-line* o *off-line* (en línea o fuera de línea).

Según una realización, la temperatura de la solución varía de aproximadamente 10 a aproximadamente 33, o de aproximadamente 15 a aproximadamente 33, o de aproximadamente 15 a aproximadamente 33, tal como de aproximadamente 20 a aproximadamente 33, por ejemplo de aproximadamente 20 a aproximadamente 30 o de aproximadamente 25 a aproximadamente 30 °C. En estos márgenes de temperatura, la cristalización de hidróxido de potasio se realiza sustancialmente en forma de KOH. 2(H<sub>2</sub>O).

De acuerdo con una realización, los cristales formados por el método como se define en el presente texto se recristalizan para mejorar más la pureza de los mismos, si es necesario.

Opcionalmente, no se añade amoníaco en el método.

Siendo así descrita la invención, resulta evidente que puede variar de muchas maneras. Los siguientes ejemplos ilustrarán mejor cómo se puede realizar la invención descrita sin limitar el alcance de la misma.

Todas las partes y porcentajes se refieren a parte y porcentaje en peso, si no se indica otra cosa.

### Ejemplos.

En todas las muestras excepto para el ensayo E, se preparó una solución saturada de hidróxido de potasio (tabla 1). La muestra E se preparó disolviendo en agua cristales de KOH.2H<sub>2</sub>O obtenidos de ensayos anteriores. La temperatura de la solución de KOH se redujo mientras se agitaba (muestra B: 150 rpm, C-N: 100 rpm) con una velocidad de enfriamiento de 0,1-1 °C/h en todas las muestras excepto la B (referencia). Todas las soluciones, excepto para B y L, se sembraron posteriormente con un pellizco de cristales de KOH a baja sobresaturación.

Una vez alcanzada la temperatura final deseada, esta temperatura se mantuvo constante. Los cristales se separaron de las aguas madre mediante filtración a través de un filtro de vidrio por succión al vacío. En varios ensayos (véase la tabla 2), los cristales se aclararon con 1 o 3 ml de hielo fundente que se filtraron rápidamente a través del lecho de cristal.

Tabla 1

ID de la muestra	Cristales KOH-H <sub>2</sub> O			Solución KOH-H <sub>2</sub> O			Composiciones de muestras	
	KOH %	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> %	Na %	KOH %	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> %	Na %	50% p KOH [g]	gránulos KOH [g]
B(ref)	59,1	0,5	0,041	52,9	0,5	0,31	43,0	5,0
C	60,3	0,5	0,012	53,1	0,5	0,31	43,0	5,6
E	59,4	0,5	0,001	52,3	1,1	0,008	-	-
F	59,5	0,5	0,001	52,8	0,5	0,41	45,0	7,5

ES 2 677 563 T3

G	59,5	0,5	0,001	52,7	0,5	0,35	44,0	6,0
H	59,6	0,5	0,015	52,7	0,5	0,36	44,0	6,1
I	59,4	0,5	0,016	52,9	0,5	0,34	44,0	6,1
J	58,2	0,5	0,019	52,9	0,5	0,41	44,0	7,5
K	59,4,	0,5	0,001	52,9	0,5	0,38	44,0	5,4
L	59,7	0,5	0,004	54,1	0,5	0,38	42,0	8,0
M	58,9	0,5	0,003	54,1	0,5	0,38	42,0	8,0
N	59,9	0,5	0,001	52,7	0,5	0,35	(44)	(6,1)

5 La Tabla 1 muestra los resultados de los experimentos de cristalización. Se midió un contenido de carbonato más elevado en la muestra E preparada a partir de cristales de KOH.2H<sub>2</sub>O y agua (ultrapura), La solución N se sembró y se cristalizó a una temperatura de 25 °C. A partir de entonces, se dejó que la solución alcanzara el equilibrio a 25 °C. Los cristales se filtraron y la solución saturada filtrada se sembró de nuevo a 25°C.

Tabla 2

ID de muestra	Na (cristales) %	Na (solución) %	K <sup>1</sup>	H <sub>2</sub> O de aclarado [ml]	Siembra	Tamaño de los cristales <sup>2</sup>
B (ref)	0,041	0,31	1,3 E-01	-	-	pequeño
L	0,004	0,38	1,1 E-02	-	-	medio
C	0,012	0,31	3,9 E-02	-	B	grande
H	0,015	0,36	4,2 E-02	-	C	medio-pequeño
I	0,016	0,34	4,7 E-02	-	C	medio-pequeño
J	0,019	0,41	4,6 E-02	1	C	medio-pequeño
M	0,003	0,38	7,9 E-03	3	C	medio
K	0,001	0,38	2,6 E-03	1	C	medio-grande
E	0,001	0,008	1,3 E-01	1	C	grande-medio
F	0,001	0,41	2,4 E-03	1	C	grande-medio
G	0,001	0,35	2,9 E-03	1	C	grande-medio
N	0,001	0,35	2,9 E-03	1	C	grande

<sup>1</sup> cociente de pureza: C<sub>Na (cristales) / C<sub>Na (solución)</sub></sub>

<sup>2</sup> pequeño < 1 mm, medio ≈ 1 – 2 mm, grande ≈ 2 – 3 mm.

10 La tabla 2 muestra los resultados obtenidos en combinación con la información acerca de cómo se sembraron y se aclararon las muestras, así como el tamaño de los cristales filtrados. Se encuentra un mayor contenido de sodio en

5 las muestras que no han sido aclaradas con agua después de la filtración. También se puede observar que los cristales más grandes tienen por regla general un menor contenido de sodio. El mayor contenido de sodio se encontró en la muestra B (referencia) que no se había aclarado y en la que la nucleación espontánea se produjo a 20 °C. La temperatura se mantuvo entonces constante a 20 °C, después de lo cual los cristales se filtraron de las aguas madre al cabo de 40 minutos. En cambio, en la muestra L se inició un proceso de nucleación controlado a 29 °C por el cual los cristales crecían a medida que la temperatura se reducía en 1 °C/h hasta que alcanzaba los 25 °C. También en la muestra I se produjo una nucleación rápida a 24 °C. En la muestra C, se produjo una nucleación suave después de la siembra a 23 °C. Los cristales de la muestra J fueron relativamente pequeños debido al hecho de que la siembra se hizo demasiado temprano, es decir, a un bajo grado de saturación a una temperatura de 29,8 °C.

10

**REIVINDICACIONES**

1. Método de preparación de hidróxido de potasio dihidrato que tiene un contenido en sodio menor que 0,05% en peso, basado en el peso de los cristales de hidróxido de potasio, que comprende
  - 5 (a) proporcionar una solución saturada de hidróxido de potasio que tiene una temperatura en el intervalo de aproximadamente -25 a aproximadamente 33 °C,
  - (b) enfriar dicha solución de tal manera que la variación de temperatura está en un intervalo de 0,001 a 5 °C/h para formar cristales de hidróxido de potasio dihidrato
  - (c) separar de la solución los cristales de hidróxido de potasio dihidrato.
2. Método según la reivindicación 1, en el que la solución es una solución acuosa.
- 10 3. Método según la reivindicación 1 o 2, en el que la solución de hidróxido de potasio contiene impurezas catiónicas y/o aniónicas.
4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la velocidad es de 0,1 a 4 °C/h.
5. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la velocidad es de 0,1 a 1 °C/h.
- 15 6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la solución tiene una temperatura de 10 a 33 °C.
7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la solución tiene una temperatura de 15 a 33°C.
8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la solución contiene impurezas de sodio en una cantidad de 0,001 a 5% en peso.
- 20 9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la solución contiene impurezas de cloruro en una cantidad de 0,0001 a 0,5% en peso,
10. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que hierro y/o el níquel están presentes en la solución en una cantidad de 0,1 a 100 mg/l.
- 25 11. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que se aclaran los cristales de hidróxido de potasio formados.
12. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que se hace la adición de una cantidad efectiva de cristales de hidróxido de potasio para inducir el crecimiento de los cristales en la solución.
13. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que los cristales se recristalizan.