

347892

P-36.790

DGRD-RVH/AD Cas S.66/6
"Procédé pour recristalliser du perborate de sodium"

Memoria descriptiva

9 DIC.



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de SOLVAY & CIE.

entidad / de nacionalidad Belga

con domicilio en 33, Rue du Prince Albert, Ixelles, Bruselas, Bélgica.

por: "PROCEDIMIENTO PARA RECRISTALIZAR PERBORATO DE SODIO"
(Clase Internacional C01b D061)

**POOR
QUALITY**



El presente invento concierne a un procedimiento para recristalizar perborato de sodio, en particular para recristalizar perborato de sodio fino o que tiene una granulometría fuera de las normas.

5 Se sabe que el perborato de sodio encuentra un gran mercado o salida en la preparación de los polvos de limpieza o para lavar.

10 Para evitar la segregación del perborato de sodio en los polvos para lavar es necesario mezclar, - con los otros constituyentes de estos polvos, un perborato del cual ciertas propiedades, especialmente el peso específico, la movilidad, y sobre todo las dimensiones de las partículas se aproximen al máximo a las propiedades correspondientes a los otros constituyentes de los polvos para lavar.

15 La incorporación del perborato fino en los polvos plantea problemas.

20 El perborato de sodio se obtiene en general - por reacción entre el peróxido de hidrógeno y el metaborato de sodio en solución acuosa, de cuyo medio se - separa por precipitación, eventualmente con salificación con NaCl, después de lo cual es sometido además a una filtración con succión y a un secado, manipulaciones que están acompañadas inevitablemente por una producción de productos finos por destrucción de los granos. Resulta de ello que el perborato de sodio crudo o bruto contiene una fracción de productos fino, que es preciso separar por tamizado.

25 Además, el perborato de sodio bruto o crudo -
30 puede contener una fracción fuera de las normas, es de-



5 cir una fracción de productos demasiado gruesos que
resultan de una aglomeración accidental de los granos,
la cual es necesario igualmente separar y transformar
después por molienda en un producto más fino.

5 Con el fin de recuperar el perborato fino, -
ya se han propuesto diversos procedimientos, basados -
principalmente en la granulación de los productos fi-
nos. Sin embargo, las técnicas de granulación son cos-
tasas y conducen a veces a productos de características
10 menos interesantes.

 La solicitante ha comprobado que no se modi-
fica la composición granulométrica del perborato obte-
nido cuando se la precipita a partir de soluciones en -
las que se ha disuelto previamente perborato de sodio.

15 La recuperación de la fracción de perborato -
de sodio fuera de las normas, que resulta del tamizado
del perborato de sodio bruto, puede efectuarse por lo -
tanto por disolución de esta fracción en los reactivos
de fabricación, y recristalización en el curso de un -
20 proceso normal de precipitación.

 Por lo tanto, el procedimiento que ha sido -
puesto a punto por la solicitante, para recristalizar -
el perborato de sodio fino o que tiene una granulometría
fuera de las normas, a la forma de un perborato de so-
25 dio cristalino cuyos diámetros de granos están sustan-
cialmente comprendidos entre 100 y 700 micras, consiste
en disolver completamente este perborato en la solución
acuosa de peróxido de hidrógeno y/o en la solución acuo-
sa de metaborato de sodio, que se utilizan como reacti-
30 vos para fabricar perborato de sodio, y en separar el -



perborato que precipita del medio de reacción que resulta de la mezcla de los dos reactivos.

5 El procedimiento permite recuperar, bajo una forma económicamente interesante, una cantidad de perborato de sodio fuera de las normas, que puede llegar hasta aproximadamente 30% en peso de la producción de perborato bruto.

10 La calidad del perborato de sodio precipitado bajo estas condiciones permanece idéntica a la del perborato precipitado habitualmente. Esto no se verifica más que con la condición de que la disolución del perborato de sodio en los reactivos sea completa en el momento de su utilización. En efecto, si subsisten --
15 cristales de perborato en las soluciones acuosas de peróxido de hidrógeno y de metaborato de sodio en el momento de su puesta en contacto, se aumenta en una proporción importante el contenido de productos finos del perborato que precipita.

20 A causa de la solubilidad del perborato mucho mayor en la solución acuosa de peróxido de hidrógeno -- que en la solución acuosa de metaborato, es particularmente conveniente disolver el perborato de sodio fuera de las normas en la solución acuosa de peróxido de hidrógeno que se utiliza para fabricar el perborato de --
25 sodio.

30 En efecto, por tonelada de solución acuosa de peróxido de hidrógeno al 20%, se pueden disolver al 20°C, 348 Kg de perborato de sodio. Haciendo reaccionar 393 -- Kg de esta solución con 607 Kg de una solución acuosa -- de metaborato de sodio al 18,5%, se obtiene una tonelada



de mezcla de reacción que proporciona, por enfriamiento hasta 5°C, un precipitado de 351 Kg de perborato de sodio, de los cuales 101,5 Kg provienen del perborato fuera de las normas recristalizado. La recuperación corresponde por lo tanto al 29% de la producción total.

5

Por el contrario, por tonelada de solución acuosa de metaborato de sodio al 18,5%, no pueden disolverse a 20°C más que 48,9 Kg de perborato de sodio. -- Cuando se hace reaccionar esta solución con la cantidad sensiblemente estequiométrica de peróxido de hidrógeno en solución al 20%, no se recuperan más que 33,5 Kg de perborato fuera de las normas por tonelada de mezcla de reacción, o sea aproximadamente 10% de la producción total. Se adoptará este último modo operatorio cuando se tiene muy poco perborato fuera de las normas para reciclar.

10

15

Evidentemente, se pueden combinar los dos modos operatorios, es decir disolver a la vez perborato fuera de las normas en la solución acuosa de peróxido de hidrógeno y en la solución de metaborato. Esta variante está particularmente indicada cuando se deben recuperar grandes cantidades de perborato fuera de las normas.

20

Los ejemplos siguientes se refieren a ensayos en forma discontinua; no obstante, se sobrentiende que el procedimiento es igualmente aplicable al caso de una fabricación de forma continua de perborato de sodio.

25

Ejemplos. -- En una cuba que contiene una solución acuosa de metaborato de sodio con 185 g/Kg, se introduce progresivamente a la temperatura ambiente, y bajo agitación, una solución acuosa de peróxido de hidróge-

30



no al 20% que corresponde a la cantidad estequiométrica.

5 Se disminuye seguidamente de forma lenta la temperatura hasta + 5°C, después se filtra con succión, y se seca el precipitado de perborato.

El ejemplo de referencia se efectúa sin disolución de perborato fino.

10 Los Ejemplos 1, 2, 3 y 4 dan los resultados obtenidos disolviendo, por tonelada de solución acuosa de peróxido de hidrógeno, respectivamente 100, 200, 300 y 348 Kg de perborato de sodio fino. El Ejemplo 4 -
15 corresponde a la utilización de una solución acuosa de peróxido de hidrógeno al 20%, saturada con perborato de sodio a 20°C; en este ensayo, se ha filtrado la solución acuosa de peróxido de hidrógeno saturada con perborato antes de la utilización, para evitar cualquier -
presencia de cristales de perborato en el momento de la mezcla de los reactivos.

20 Los resultados están consignados en la Tabla I siguiente.



Tabla I

Nombre del ensayo	Ensayo de Referencia	Ensayo n° 1	Ensayo n° 2	Ensayo n° 3	Ensayo n° 4
Perborato de sodio fino disuelto, en kg/tonelada de solución acuosa de H ₂ O ₂ al 20%	0	100	200	300	348 (saburación a 20°C)
Solución de metaborato de sodio al 13,5% utilizada, en kg/tonelada de mezcla de reacción	577	554	534	615	607
Solución acuosa de peróxido de hidrógeno al 20% (más perborato disuelto) utilizada, en kg/tonelada de mezcla de reacción	323	345	365	384	393
Perborato de sodio total precipitado a 50°C, en kg/tonelada de mezcla de reacción	278	301,5	322	342	351
Perborato de sodio fino disuelto en la solución acuosa de H ₂ O ₂ al 20%, en kg/tonelada de mezcla de reacción	0	31,5	61	80,5	101,5
Perborato de sodio fino recristalizado con relación al perborato total precipitado, en %	0	10,4	19	25	29

7 13/10

TABLA I

Nº del ensayo	Ensayo de - referencia
Perborato de sodio fino disuelto, en Kg/tonelada de solución acuosa de H_2O_2 al 20%	0
Solución de metaborato de sodio al 18,5% utilizada, en Kg/tonelada de mezcla de reacción	677
Solución acuosa de peróxido de hidrógeno al 20% (más perborato disuelto) utilizada, en Kg/tonelada de mezcla de reacción	323
Perborato de sodio total precipitado a 52°C, en Kg/tonelada de mezcla de reacción	278
Perborato de sodio fino disuelto en la solución acuosa de H_2O_2 al 20%, en Kg/tonelada de mezcla de reacción	0
Perborato de sodio fino recristalizado con relación al perborato total precipitado, en %	0



ABLA I

Ensayo de - referencia	Ensayo nº 1	Ensayo nº 2	Ensayo nº 3	Ensayo nº 4
da 0	100	200	300	348 (satura- ción a 20°C)
za ión 677	654	634	616	607
ñ n 323	346	366	384	393
278	301,5	322	342	351
n a 0	31,5	61	83,5	101,5
a- en \$ 0	10,4	19	26	29

7 Bis



En la Tabla II siguiente, se da una comparación de las propiedades físicas de los perboratos de sodio obtenidos según el ensayo de referencia y según el ensayo 4 de la Tabla I.

5

Tabla II

	Ensayo de referencia	Ensayo 4
Contenido en O ₂ activo, g/Kg	102	101
10 Peso específico aparente en Kg/dm ³	0,68	0,66
Granulometría,		
% de rechazo a: 710 μm	0	0
500 μm	0	1
350 μm	5	5
250 μm	50	51
15 125 μm	93	97
62 μm	100	100
Diámetro medio	250	250

20

La Tabla II muestra que los perboratos, obtenidos con o sin recristalización de perborato de sodio fino, son idénticos.

25

En particular, puesto que la granulometría de los productos obtenidos no ha sido afectada, la proporción de productos finos separada por tamizado, no aumenta cuando se vuelven a disolver los productos finos.

30

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica con fecha 22 de Diciembre de 1966, bajo el n^o P.V. 37.566, se acoge a los beneficios del -

9 DIC



Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

10

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

15

1.- Procedimiento para recristalizar perborato de sodio, en particular para recristalizar perborato de sodio fino o que tiene una granulometría que está fuera de las normas, en forma de un perborato cristalino cuyos diámetros de granos están comprendidos sustancialmente entre 100 y 700 micras, caracterizado porque se disuelve completamente este perborato en la solución acuosa de peróxido de hidrógeno y/o en la solución acuosa de metaborato de sodio, que se utilizan como reactivos para fabricar perborato de sodio, y porque se separa el perborato de sodio que precipita del medio de reacción que resulta de la mezcla de los dos reactivos.

20

25

2.- Procedimiento para recristalizar perborato de sodio.

30

Tal y como se ha descrito en la Memoria que -

9 DIC



antecede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 9 DIC. 1967

P.A.

Alberto de Elizaga
1967