

377461 3774

PATENTE DE INVENCION

FMC No. 1409

SECCION	QUIMICA
CLAS.	801
SUBCLAS.	d



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PERBORATO SODICO

=====

Solicitante FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente en
633 Third Avenue, New York, New York, EE.UU.de A.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento para preparar perborato sódico de baja densidad volúmica.

Se sabe que el perborato sódico se puede producir por la reacción de metaborato sódico y peróxido de hidrógeno

5. y que este compuesto se puede utilizar en productos detergen-



- tes. Muchas formulaciones detergentes contienen componentes deshidratados por aspersion con promedios de tamaño de partícula del orden de aproximadamente 30 a 40 mallas y densidades volúmicas de aproximadamente 0,3 g./cc. Se producen
5. por aspersion de una solución líquida o suspensión acuosa a través de una zona caliente, recuperando partículas sueltas de componentes detergentes. Cuando estas partículas deshidratadas por aspersion se mezclan en seco con perborato sódico para formar las formulaciones de detergentes, los compuestos
10. de perborato normal se segregan de la formulación debido a que normalmente tiene una mayor densidad volúmica (0,70-0,85 g/ cc) y además a causa de su tamaño de partícula extremadamente pequeño, normalmente inferior a 60 mallas. Esta situación se ve agravada adicionalmente por la elevada fragilidad de algunos de estos productos de perborato. O sea, las partículas
15. se desmenuzan durante la elaboración y manejo produciendo aún partículas más finas, que aumenta adicionalmente el problema que supone la segregación de estas partículas.

- En un intento para resolver esta dificultad, se han
20. propuestos diversos métodos para producir perborato sódico de baja densidad. Uno de dichos métodos se expone en la patente británica 1.015.835 Publicada el 5 de enero de 1966, en la cual se disminuye la densidad del perborato sódico aumentando la relación molar entre el peróxido de hidrógeno y metaborato
25. sódico utilizado en la preparación del perborato sódico. Este procedimiento se lleva a cabo a temperaturas esencialmente bajas del orden de 10-15°C, para producir glóbulos porosos de perborato sódico.

- A pesar de que este producto de perborato sódico se
30. considera una mejora respecto al perborato de técnicas ante-



- riores, experimenta no obstante el inconveniente de tener que ser producido a temperaturas sensiblemente bajas, v.g. 10 a 15°C. y ofrece solamente mejoras marginales en fragilidad. Como resultado, siempre se ha deseado disponer de un
5. nuevo procedimiento para producir perborato sódico que pudiera llevarse a cabo virtualmente a la temperatura del ambiente, o superior y que produjera un perborato sódico con el tamaño de partícula deseado y densidad volúmica conveniente para utilizarse en formulaciones de detergente y que no
10. fuera quebradizo, v.g., que las partículas no se vieran sometidas a desmenuzamiento durante su manejo ó elaboración.

- Según el presente invento, se puede producir una forma única en su género de cristales de perborato sódico con una densidad volúmica del orden de aproximadamente 0,3 a
15. 0,6 g./cc. y un tamaño superior a 60 mallas, cuyos cristales adoptan la forma de cristales prismáticos que tienen una relación de longitud: anchura de 3:1 a 10:1 y que se arraciman radialmente en un cuerpo que tiene un centro común con sus extremos sobresaliendo más allá del centro común en una
20. configuración de apariencia de estrella.

- Este producto de perborato sódico configurado en estrella, único en su género, se produce haciendo reaccionar juntos a una temperatura comprendida entre 25 y 45°C., en un medio acuoso, peróxido de hidrógeno y metaborato sódico en
25. una relación molar de $H_2O_2:BO_2$ de 1:1 en presencia de cristales de semilla reformados de tetrahidrato de perborato sódico preparado externamente con una relación de longitud:anchura de por lo menos 3:1, y separando los cristales de perborato sódico resultantes de su líquido de cristalización.

30. La figura 1 es una fotomicrografía (ampliación 15x)



de una muestra de perborato sódico disponible al mercado producido por métodos anteriores al invento, según se define en el ejemplo 3, experimento B.

5. La figura 2 es una fotomicrografía (aumento 15x) de una muestra de perborato sódico en forma de estrella según el presente invento, preparado por el procedimiento expuesto en el ejemplo 3, experimento A.

10. La solución de metaborato sódico utilizada con el procedimiento del invento se puede preparar a partir de hidróxido de sodio en borax ó ácido bórico. Cuando el metaborato sódico se prepara de esta manera, la solución final se purifica normalmente por filtración o por cualquier otro medio conocido. La concentración de metaborato sódico en solución acuosa no es un factor crítico; son preferibles las concentraciones elecadas, preferiblemente soluciones de metaborato saturadas porque reducen la cantidad de agua que se debe eliminar en una etapa ulterior de cristalización al vacío.
- 15

20. El segundo reactivo, peróxido de hidrógeno, se puede utilizar en cualquier concentración que se desee, siendo preferible una concentración comprendida entre el 30 y el 70% de H_2O_2 . El peróxido de hidrógeno puede llevar estabilizadores de diversos tipos, como puede ser los estabilizadores de magnesio, estanato y silicato, o estabilizadores orgánicos tales como el ácido etilendiaminatetracético. Estos estabilizadores, que pueden encontrarse presentes en niveles del orden 10 a 1000 ppm., no afectan perjudicialmente al empleo de dicho peróxido de hidrógeno estabilizado con el procedimiento del invento.
- 25.

30. Para llevar a cabo el procedimiento presente, se carga un aparato de cristalización al vacío de tipo tradi-



cional con una solución saturada de perborato sódico preferi-
blemente una solución que contenga también algo de metaborato
sódico, v.g., metaborato sódico 0,3 M que actúa para reducir
la solubilidad del perborato sódico en solución. El perborato
5. sódico se puede preparar mezclando metaborato sódico y peró-
xido de hidrógeno o simplemente disolviendo perborato sódico
normal en agua hasta el límite de solubilidad. Esta solución
se mantiene a una temperatura del orden de 25 a 45°C. y se uti-
liza como líquido de cristalización en el que se cristaliza el
10. perborato sódico deseado.

A esta solución en el cristalizador de vacío se aña-
den soluciones de peróxido de hidrógeno y metaborato sódico
en cantidades necesarias para que la relación molar de H_2O_2 :
 BO_2 sea de 1:1. Simultáneamente, junto con las soluciones de
15. peróxido de hidrógeno y metaborato sódico, se añaden crista-
les de semilla preformados de tetrahidrato de perborato sódico
con forma prismática y una relación de longitud:anchura de
por lo menos 3:1. Estos cristales de semilla, producidos se-
gún se explicará más adelante, se pueden añadir al líquido
20. de cristalización bien de una forma continua o discontinua.
La proporción en que estos cristales de semilla se añaden a
la solución se expresa como proporción de sembradura en por-
centaje en peso, basándose esta proporción en el peso del pro-
ducto final (perborato sódico) producido por la solución. Por
25. ejemplo, si se producen 100 Kg. por hora de perborato sódico
y se añaden 20 Kg. por hora de semilla, la proporción de sembr-
adura es del 20%. En general la proporción de sembradura se mar-
tiene entre un 5 y un 30%, siendo la proporción de sembradu-
ra preferida del orden del 10 al 25%.

30. Los reactivos que se encuentran presente en el cris-

377461



- talizador, principalmente metaborato sódico y peróxido de hidrógeno, se encuentran presentes practicamente en una relación molar 1:1 de H_2O_2 : BO_2 , a excepción de un ligero exceso de metaborato sódico que se mantiene en el líquido de cristalización para disminuir la solubilidad del producto, perborato sódico, en el medio de reacción final. La concentración de metaborato sódico en la solución cristalizadora se puede expresar como gramos por litro de metaborato sódico en exceso; o sea, aquella cantidad de metaborato sódico en exceso a la cantidad estequiométrica que reaccionará con cualquier peróxido de hidrógeno presente para formar perborato sódico. A pesar de que se ha averiguado que el proceso de cristalización es virtualmente independiente de la cantidad de metaborato sódico en exceso presente dentro de los límites de 0 a 50 g./l., en forma de preferencia de realización de este invento, se suelen mantener en el líquido de reacción de 15 a 30 g./l. de metaborato sódico en exceso. Además, si así se desea, se pueden añadir de 5 a 7 g./l. de bórax al medio de reacción con el fin de ayudar a estabilizar el peróxido de hidrógeno presente y también para controlar el pH. Normalmente, cuando se añade algo de bórax, según se ha indicado anteriormente, al líquido de reacción, la combinación del metaborato en exceso y el bórax forman un sistema bien tamponado y, en estas condiciones, el pH oscilará de aproximadamente 10,0 a 10,5 y generalmente será del orden de $10,3 \pm 0,1$.

Puesto que la cristalización y recuperación del producto perborato sódico tiene lugar de una forma continua, parte de los cristales de perborato sódico permanecen en suspensión en el líquido de cristalización. Es conveniente mantener la densidad de la suspensión acuosa de la mezcla en el cris-



- talizador a un nivel de 5 a 40 para obtener resultados óptimos. La densidad de la suspensión acuosa se define como el peso (en gramos) de cristales de perborato sódico por 100 cc de suspensión acuosa. La densidad precisa de la suspensión acuosa necesaria para obtener partículas dentro del tamaño de malla deseado dependerá de la velocidad de elaboración del producto y de la velocidad o proporción de sembradura. Por ejemplo, a una proporción de sembradura del 20% y una velocidad de producción de 100 g./hr. por litro de mezcla de reacción del producto en forma de estrellas, se ha averiguado que una densidad de suspensión acuosa de 5 producía resultados satisfactorios. No obstante, con una proporción de sembradura del 10% era necesaria una densidad de la suspensión acuosa de 15 para preparar un producto con una calidad igualmente buena.
- 5.
 - 10.
 - 15.

- Los cristales de perborato sódico en forma de estrellas se preparan a una velocidad comprendida entre 50 y 300 g./hr. por litro de volumen de cristalizador activo, siendo preferible una velocidad de 100 g./hr. por litro. El volumen de cristalizador activo es el volumen de la suspensión acuosa en el cristalizador donde los cristales se distribuyen uniformemente por todo el líquido de cristalización. Esta velocidad de producción se obtiene regulando las cantidades de los reactivos que se añaden de una forma continua al cristalizador.
- 20.
 - 25.

- La reacción para formar el perborato sódico se lleva a cabo en el cristalizador a temperaturas entre 25 y 45°C. Las temperaturas inferiores a 25°C. tienden a formar partículas de un tamaño más fino que el deseado, mientras que las temperaturas superiores a 45°C. producen una descompo-
- 30.

377461

13 MAR



sición excesiva. Trabajando a temperaturas del orden de 25°C. o ligeramente superiores, se simplifica la operación comercial de este procedimiento porque no se tiene que emplear agua para refrigerante fría para condensar el agua evaporada en los cristalizadores de vacío industriales empleados normalmente para cristalizar el perborato sódico. El empleo de las citadas temperaturas, v.g 25-45°C., se considera una notable ventaja si se compara con los procedimientos anteriores que exigían temperaturas de reacción no superiores a 15°C. porque evita la necesidad de tener que emplear medios de refrigeración para enfriar la solución en el cristizador y/o el condensador utilizado para condensar agua evaporada del cristizador.

En la práctica, el líquido de reacción en el cristizador se mantiene a una temperatura fijada para precipitar los cristales de perborato sódico bien a presiones atmosféricas o a presiones reducidas. Son preferibles las presiones reducidas para poder facilitar la evaporación de agua del líquido de reacción en el cristizador y para ayudar a controlar la temperatura del líquido de reacción. Es conveniente eliminar parte de agua para mantener el volumen del líquido de reacción constante, evitándose de este modo la necesidad de tener que desaguar líquido en exceso conteniendo reactivos.

Con el procedimiento citado anteriormente, se deben añadir al cristizador cristales simientepreformados de tetrahidrato de perborato sódico con una forma prismática y con una relación de longitud:anchura de por lo menos 3:1, junto con el peróxido de hidrógeno y metaborato sódico. Estos cristales semilla se producen, bien en una operación de



- cristalización discontinua o continua, añadiendo metaborato sódico concentrado (aproximadamente 5 M) y peróxido de hidrógeno con una concentración del orden del 15 al 70% a un líquido de cristalización de perborato sódico saturado que
5. tiene una temperatura del orden de 25 a 45°C.; la temperatura preferible para preparar los cristales de sembradura es de 35°C. Los cristales se precipitan de la solución a una velocidad de 25 a 300 g./hr. por litro y se separan de su líquido de cristalización mediante filtración u otras técnicas de separación conocidas.
- 10.

- En un procedimiento típico para la producción de cristales de siembra de tetrahidrato de perborato sódico, se añaden cantidades estiquiométricas de solución de peróxido de hidrógeno y metaborato sódico a un depósito equipado con agitador o cristalizador que contiene una solución saturada de perborato sódico. A medida que se añaden al cristalizador más peróxido de hidrógeno y metaborato en solución , no precipitan cristales de perborato, y algunos de estos cristales se separan de una forma continua para
15. utilizarse como sembradura. La velocidad de producción de semilla de perborato sódico es del orden de 25 a 300 g./por hora, siendo preferible una producción de 150 g./l.por hora. Esta velocidad, v.g 150 g./l. por hora, se refiere a los gramos de cristales de semilla que se cristalizan en un
20. litro de volumen de cristalizador activo cada hora. La densidad de suspensión acuosa del líquido cristalizador puede oscilar entre 5 y 40.
- 25.

- Generalmente, es preferible una densidad de suspensión acuosa elevada, para poder obtener velocidades de
30. producción de 100 g./l. por hora, del orden de 10 a 20, v.g.

10:00:00

377461



10 a 20 gramos de perborato sódico por 100 cc. de volumen de cristalizador activo.

- En la producción de cristales de semilla mediante la técnica continua citada, se añaden de una forma continua
5. la solución de metaborato sódico y peróxido de hidrógeno. La cristalización tiene lugar constantemente con la adición constante de los reactivos y la velocidad de producción varía dependiendo de las cantidades de componentes añadidos. Estas cantidades se deberán regular para producir de 25 a
10. 300 g., preferiblemente 150 gramos de cristales de semilla por hora por litro de volumen de cristalizador activo. En una producción de cristales de semilla de tipo discontinuo, este tipo de adición deberá oscilar de 45 minutos a 2 horas y media para permitir la cristalización de un lote en este
- 15 periodo de tiempo.

- El tamaño de particular de estos cristales de semilla es extremadamente importante para el proceso general de elaboración. En general, los cristales de semilla son cristales largos a modo de aguja, v.g, cristales prismáticos, que
20. tienen una relación de longitud:anchura del orden de 3:1 a 10:1. Estos cristales pueden ser cristales prismáticos individuales o pueden agruparse entre sí en aglomeraciones o racimos con un centro común y extremos salientes para formar pequeñas configuraciones a modo de estrellas. El número de
25. cristales rectangulares como agujas que componen estos racimos en forma de estrella pueden ser del orden de 2 a 20.

Los ejemplos que siguen se exponen para ilustrar el invento. Los tamaños de malla se refieren a las normas estadounidenses.

30.

377461



Ejemplo 1 - preparación continua de cristales de semilla se perborato sódico.

Se cargó con agua un cristizador al vacío de una capacidad de 3 litros y medio. La temperatura del agua en el cristizador era de 35°C. y se mantuvo a esta temperatura durante todo el experimento. Se añadieron de una forma continua al cristizador una solución acuosa que contenía peróxido de hidrógeno al 35% y una solución acuosa que contenía metaborato sódico 5 M y se evaporó agua de una forma continua del cristizador hasta que se produjo una solución saturada de perborato sódico por la reacción de peróxido de hidrógeno y metaborato sódico. A la solución saturada resultante en el cristizador, que tenía un volumen de aproximadamente 3 litros y medio, se añadieron 5 g./l. de bórax y 20 g./l. de metaborato sódico. Después se añadieron adicionalmente solución de peróxido de hidrógeno y solución de metaborato sódico al cristizador en una relación molar de 1:1 de H_2O_2 : BO_2 y a una velocidad suficiente para producir 100 gramos de perborato sódico por hora por litro de mezcla en el cristizador. En estas condiciones, la cristalización tuvo lugar a partir de una solución sobre saturada y se formaron muchos pequeños núcleos de cristales en la solución.

Cada 15 minutos se sacaron cristales de perborato sódico durante el experimento a una velocidad correspondiente a 100 g./l. por hora. El producto se aisló haciendo pasar la suspensión acuosa de líquido de cristalización a través de una etapa de filtración al vacío donde se separaron los cristales de perborato sódico, devolviendo después el líquido de cristalización filtrado de nuevo al cristizador. Se evaporó suficiente agua en el cristizador de vacío para

377461



mantener constante el nivel líquido de cristalización para no tener que tirar líquido de cristalización durante el experimento.

- Se averiguó que los cristales de semilla de tetra-
5. hidrato de perborato sódico resultante tenían la forma de cristales prismáticos con una relación de longitud:anchura superior a 3:1. Muchos de estos pequeños cristales se arracimaron alrededor de un centro común con extremos sobresalientes más allá del centro común y con una apariencia de
10. estrella. La densidad volúmica de estos cristales de perborato sódico era de 0,36 g./cc, y la gama de tamaños de particular estaba comprendida entre 34 y 91 mallas. Estos cristales de tetrahidrato de perborato sódico utilizaron como cristales de semilla en el ejemplo 3 subsiguiente, experi-
15. mento A.

Ejemplo 2 - Preparación discontinua de cristales de semilla de perborato sódico.

- Un cristalizador de vacío con una capacidad de 3
20. litros y medio similar al utilizado en el ejemplo 1 , se cargó con una solución acuosa saturada de perborato sódico mantenida a 35°C. La solución saturada tenía un volumen de aproximadamente 3 litros y contenía 5 g./l. de bórax y 20 g./l. de metaborato sódico en exceso; o sea, metaborato sódico en
25. exceso a la cantidad estequiométrica necesaria para formar perborato sódico con cualquier H_2O_2 en solución. Una solución acuosa que contenía peróxido de hidrógeno al 35% y una solución de metaborato sódico 5 M se añadieron continuamente al cristalizador de vacío a una velocidad suficiente para producir 100 gramos de cristal de tetrahidrato de perbo-
30. rato sódico por hora por litro de suspensión acuosa en el

377 46 119



5. cristizador. Las soluciones acuosas de peróxido de hidrógeno y de metaborato sódico se añadieron en una proporción suficiente para obtener una proporción molar 1:1 de $H_2O_2:BO_2$. Después de haber efectuado una adición continua por espacio de unos 30 minutos, comenzaron a formarse pequeños cristales de tetrahidrato de perborato sódico en la solución sobresaturada. Se continuaron añadiendo las soluciones por espacio de una hora o más, llegando a ser el tiempo total de adición de una hora y 30 minutos. Cuando la densidad de la suspensión acuosa alcanzó 15 (definiéndose la densidad de la suspensión acuosa como el peso en gramos de cristales de tetrahidrato de perborato sódico por 100 cc. de suspensión acuosa en el cristizador), se filtró el contenido del cristizador y se separaron los cristales resultantes de su líquido de cristalización.

10. Este procedimiento se repitió para obtener varias cristalizaciones discontinuas de una hora y media de cristales de tetrahidrato de perborato sódico. Los cristales resultantes tenían una densidad volúmica de 0,45 g./cc. Los cristales eran cristales a modo de aguja prismáticos con una relación de longitud:anchura superior a 3:1. A pesar de que algunos de los cristales eran cristales prismáticos simples, la mayor parte formó racimos o aglomeraciones de 2 a 20 de estos cristales a modo de aguja con centros comunes y los extremos sobresaliendo más allá del centro común para producir una estructura con forma de estrella. Estos cristales se utilizaron como cristales de siembra en el ejemplo 4.

15. Ejemplo 3, experimento A preparación de cristales de tetrahidrato de perborato sódico en forma de estrella utilizando semillas preparadas de una forma continua.

20. 25. 30.



- Se cargó un cristalizador de vacío de una capacidad de 3 litros y medio con una solución acuosa saturada de perborato sódico a una temperatura de 35°C. La solución saturada que tenía un volumen de aproximadamente 3 litros y medio contenía también 0,8 g./l. de bórax y 16 g./l. de metaborato sódico en exceso (metaborato sódico en cantidades superiores a las cantidades estequiométricas necesarias para producir perborato sódico con cualquier peróxido de hidrógeno que hubiera presente en solución). Una solución acuosa que contenía peróxido de hidrógeno al 35% y una solución acuosa de metaborato sódico 5,4 M se añadieron de una forma continua al cristalizador a una velocidad suficiente para producir 100 gramos de tetrahidrato de perborato sódico por hora por litro de suspensión acuosa en el cristalizador. También se añadieron de una forma continua cristales de siembra de tetrahidrato de perborato sódico preparado según el ejemplo 1 con las soluciones de metaborato sódico y peróxido de hidrógeno para conseguir una proporción de sembradura del 16,7%. Esto exigió añadir 20 gramos de semilla por hora por litro de suspensión acuosa. La velocidad de siembra es el peso de semillas de tetrahidrato de perborato sódico que se añaden por hora dividido por el peso del producto final que se obtiene por hora de un cristalizador. Por consiguiente, por cada 100 g./hr. de producto de tetrahidrato de perborato sódico recuperado, se añadieron al cristalizador 16,7 g./hr de semillas.

El producto de tetrahidrato de perborato sódico se separó del cristalizador a una velocidad de aproximadamente 120 g./hr. por litro de suspensión acuosa en el cristalizador. Esto se efectuó haciendo pasar constantemente el líquido.

377461

13



-15-

- do de cristalización y la suspensión acuosa cristalina a través de un filtro de vacío, separando los cristales del líquido de cristalización y devolviendo el líquido de cristalización al cristalizador. La densidad de la suspensión acuosa
5. (peso en gramos de cristales por 100 cc, de suspensión acuosa) del líquido de cristalización en el cristalizador era de 10, y se eliminó suficiente agua al vacío para mantener el volumen del líquido de cristalización constante en todo el experimento.
10. El cristalizador se hizo funcionar durante varias horas hasta que se hubo alcanzado un estado uniforme. Se averiguó que el producto de tetrahidrato de perborato sódico resultante recuperado tenía densidad volúmica de aproximadamente 0,47 g./cc., un tamaño medio de partícula de 29 mallas y que
15. tenía la forma de cristales prismáticos con una relación de longitud:anchura de 3:1 6:1. Los cristales prismáticos se arracimaron en grupos que tenían centros comunes con extremos sobresalientes más allá de los centros comunes dando una apariencia de estrella. Estos cristales se ilustran en la figura
20. 2 de los dibujos que son fotomicrografías de los cristales con un aumento de 15x.

- Experimento B - a título de comparación, la figura
- 1 de los dibujos ilustra fotomicrografías de cristales de perborato sódico tradicional preparado mezclando vigorosamente
25. entre sí peróxido de hidrógeno y metaborato sódico prácticamente a la temperatura del ambiente a excepción de que no se añadieron semillas de tetrahidrato de perborato sódico del tipo descrito en el presente invento a la solución de cristalización. En lugar de esto, el producto se separó de su líquido
30. de cristalización se recicló simplemente de nuevo al cris-

377461



1970

talizador. Según resultará evidente, estos cristales tenían la forma de cristales columnares, achatados, irregulares, pequeños, con una densidad volúmica de aproximadamente 0.7 a 0,8 g./cc.

5. Ejemplo 4 - producción de cristales de tetrahidrato de perborato sódico en forma de estrella utilizando semillas preparadas en un procedimiento discontinuo.

Se repitió el procedimiento del ejemplo 3, a excepción de que los cristales de semilla que se añadieron se prepararon según se expone en el ejemplo 2. Los cristales de semilla se añadieron en la cantidad de 20 g./hr. para dar una velocidad de siembra de 16,7%. No obstante, en este caso la densidad de la suspensión acuosa en el cristalizador fue de 15 en lugar de 10 como en el ejemplo 3. La solución del líquido de cristalización en el cristalizador dió un análisis de 35 g./l. de perborato sódico, 16 g./l. de metaborato sódico en exceso (la cantidad en exceso a la cantidad estequiométrica necesaria para reaccionar con cualquier peróxido de hidrógeno y producir perborato sódico) y 0,8 g./l. de bórax. Se alcanzó un estado de funcionamiento uniforme en el cristalizador al cabo de 2 a 3 horas y el producto de tetrahidrato de perborato sódico recuperado tenía una densidad volúmica de 0,45 g./cc. un tamaño medio de partícula de 21 mallas y una fiabrilidad del 8%. La fiabrilidad se determina con sigue: 20 gramos del producto + 100 mallas se deposita en un tubo vertical de 25,4 mm. de diámetro interior y se hace pasar un gas en sentido ascendente a través del tubo a una velocidad de 7,07 l. por minuto durante 2 minutos. Durante este periodo el producto queda en suspensión por el gas y se ve sometido a multiples colixiones mientras

377461



se encuentra en suspensión. Entonces se determina la proporción de partículas de 100 mallas que resultan de este tratamiento.

El producto de tetrahidrato de perborato sódico final estaba compuesto por cristales prismáticos que tenían una relación de longitud:anchura de 3:1 a 7:1; se agruparon cristales entre sí formando racimos de 4 a 20 de estos cristales prismáticos alrededor de un centro común con extremos sobresaliendo más allá del centro común para formar una aglomeración en forma de estrella.

EJEMPLO 5

Para obtener un producto de monohidrato de perborato sódico en forma de estrella se utilizó el procedimiento que sigue: se preparó una suspensión con una muestra de 100 gramos del producto de tetrahidrato de perborato sódico en forma de estrella elaborado según el ejemplo 3 experimento A, en un tamiz en un recipiente y se hizo pasar aire caliente seco forzado a través del recipiente y a través de la muestra depositada sobre el tamiz por espacio de unos 30 minutos hasta que la muestra se hubo deshidratado completamente al monohidrato. La temperatura de la muestra durante la conversión fue aproximadamente 50°C. El monohidrato de perborato sódico en forma de estrella resultante tenía la misma morfología general que los cristales precursores y su densidad volúmica era de 0,39 g./cc.

EJEMPLO 6

El tetrahidrato de perborato sódico en forma de estrella se puede convertir también en otros productos de perborato sódico, como puede ser el perborato sódico efervescente, que tiene la propiedad de desprender oxígeno ga-

377461



- seoso al ponerse en contacto con el agua. Esta conversión se realizó como sigue: una muestra de 100 gramos del producto tetrahidrato de perborato sódico en forma de estrella elaborado según el ejemplo 3, experimento A, se depositó en un tubo vertical y se hizo pasar aire caliente seco en sentido ascendente a través del tubo a una velocidad lineal superficial de aproximadamente 60,9 cm. por segundo. La muestra quedó en suspensión por la acción del chorro de aire y mientras estaba en suspensión se calentó a 150°C. por medio de una camisa calentadora que rodeaba el tubo vertical, y se mantuvo a esta temperatura por espacio de 15 minutos. Se obtuvo un producto de perborato sódico efervescente en forma de estrella que tenía la misma morfología general que los cristales precursores y su densidad volúmica era de 0,31 g./cc. Se averiguó que el producto tenía un contenido de oxígeno activo del 8,6% y contenido de oxígeno gaseoso del 7,4% (porcentaje en peso de gas O_2 liberado al ponerse en contacto con agua) y con las propiedades efervescentes descritas en la patente estadounidense 3.421.842 publicada el 14 de enero de 1969 a nombre de Darbee et al.

Por los ejemplos 5 y 6 anteriores es evidente que se puede obtener un producto de perborato sódico con configuración de estrella en forma de cristales de tetrahidrato o monohidrato o un producto de perborato sódico que contiene oxígeno activo y/u oxígeno gaseoso. Se pretende que el término "perborato sódico", según se utiliza genéricamente en la memoria descriptiva y reivindicaciones al referirse al nuevo compuesto del presente invento, comprenda todos los hidratos de perborato sódico conteniendo de 1 a 4 aguas de cristalización, y mezcla de los mismos, así

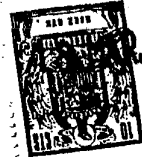
37746113



como perborato sódico que contenga oxígeno activo y/u oxígeno gaseoso.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en
10. Norteamérica, con el número y fecha siguiente: Ser. No. 806.979 de 13 de marzo de 1969, acogiéndose por lo tanto a los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España, sobre:
15. PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PERBORATO SODICO; caracterizándose por lo siguiente:
- 1.-Procedimiento para producir perborato sódico, en forma de cristales prismáticos con una relación de longitud: anchura de 3:1 a 10:1, arracimándose radialmente dichos cristales en un grupo que tiene un centro común con sus extremos sobresaliendo de dicho centro común para formar racimos o aglomeraciones en configuración de estrella con un tamaño superior a 60 mallas (norma estadounidense) y una densidad volúmica de 0,3 a 0,6 g./cc., caracterizado porque se hacen
20. reaccionar juntos, a una temperatura de 25 o a 45°C, en un medio acuoso, peróxido de hidrógeno y metaborato sódico en una proporción molar de $H_2O_2:BO_2$ de 1:1, en presencia de cristales de siembra preformados preparados externamente de tetrahidrato de perborato sódico con una relación de longitud:anchura de por lo menos 3:1, separando los cristales
25. 30.



1970

de perborato sódico resultantes de su líquido de cristalización.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el peróxido de hidrógeno se utiliza como una solución acuosa que tiene una concentración de peróxido de hidrógeno al 30-70% y el metaborato sódico se utiliza como una solución acuosa que tiene una concentración de metaborato sódico de aproximadamente 5M.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo en un cristalizado de vacío y se evapora agua continuamente de la mezcla de reacción para mantener el volumen de la mezcla constante.

15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la velocidad de siembra se mantiene de un 5 a un 30% y los cristales en forma de estrella de perborato sódico se preparan a una velocidad del orden de 50 a 300 g./hr. por litro de volumen de cristalizador activo.

20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción tiene lugar en presencia 15 a 30 g./l. de metaborato sódico en exceso y 5 a 7 g./l. de bórax

25. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la densidad de suspensión acuosa de la mezcla de reacción se mantiene entre 5 y 40 gramos de cristales por 100 cc. de mezcla de reacción.

30. 7.- Procedimiento para producir perborato sódico; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de 24 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 13 MAR, 1970
 EMC CORPORATION
 GÓMEZ ACEBO Y MODEI
 P. Firmado: F. Hernández Ruiz

ESCALA
VARIABLE

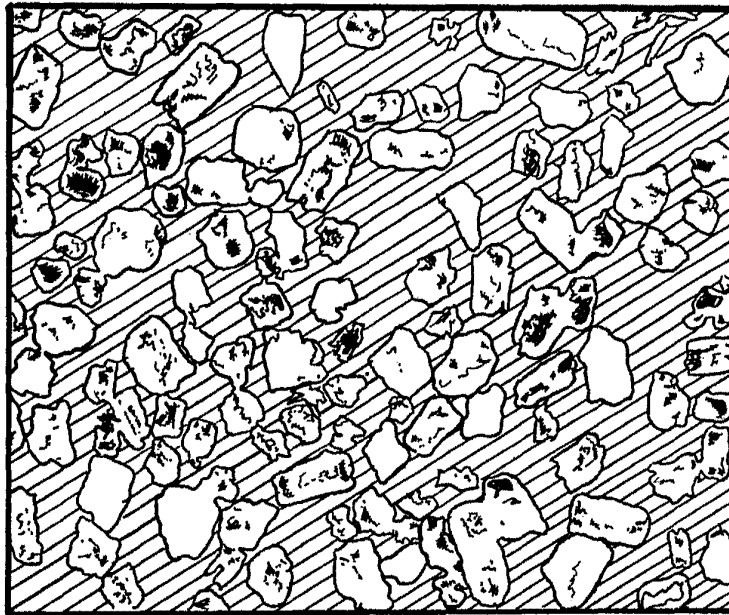


FIG. 1

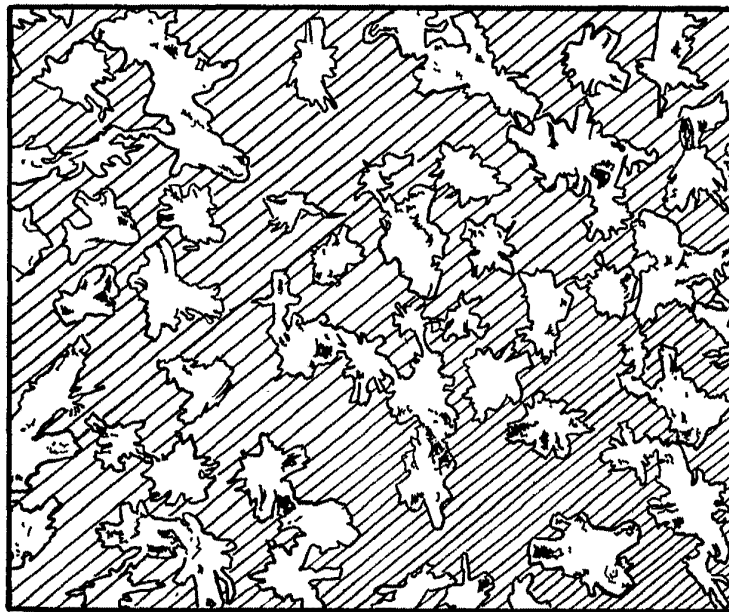


FIG. 2

12 AGO. 1972

Madrid

J. GOMEZ ACEBO Y CA
Sociedad Limitada

[Handwritten signature]