



385976

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE B.01 calcul
SUBCLASE J B

Nº 385.976

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un...

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UGINE KUHLMANN.

RESIDENCIA: 10 rue du Général Foy, PARIS,
Francia.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE
PERBORATO SODICO EN GRANOS".

Prioridad: Patente francesa nº. 69/42.042 del 5-12-69

ES

POOR
QUALITY

385976



1 La presente invención, debida a la colaboración de
Paul Mollard, se refiere a un nuevo procedimiento de obten-
ción de perborato sódico en granos de fórmula global
5 $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, a partir de una solución sobresaturada de per-
borato y a los productos obtenidos por este procedimiento.

 Es sabido que el empleo más usual del perborato só-
dico en granos consiste en mezclarlo con otras materias
pulverulentas para constituir productos de limpieza casera.
Pero el perborato más corriente tiene una densidad aparen-
10 te comprendida generalmente entre 0,65 y 0,75 g/cm³, tenien-
do los granos unas dimensiones individuales comprendidas
entre 200 y 400 micras. Los productos de este género pueden
ser mezclados fácilmente con otros productos pulverulentos
que entran en la composición de los productos de limpieza
15 doméstica como lejías, pero durante las manipulaciones di-
versas que preceden al empleo de estos últimos, se observa
una segregación cuyo efecto es destruir la regularidad de
la composición de la mezcla. Además, con frecuencia se pi-
den productos de granulometría diferente adaptada a condi-
20 ciones particulares.

 La firma solicitante ha descrito en su patente fran-
cesa nº 1.436.629, del 17 de Febrero de 1965, un perborato
de granos huecos de densidad aparente próxima a 0,4 g/cm³
y con unas dimensiones de los granos próximas a 300 micras;
25 en esta patente francesa se describe igualmente un procedi-
miento de obtención de estos granos utilizando "simientes"
muy ligeras previamente preparadas que son colocadas en una
solución sobresaturada de perborato. Sin embargo, la dimen-
sión de los granos obtenidos por este procedimiento está
30 limitada a un máximo práctico del orden de 300 micras. Fi-



385976

1 normalmente, la capacidad de producción está limitada, como
la de los procedimientos anteriormente conocidos, a una
cifra comprendida entre 20 y 80 kg por hora y por m³ de
cristalizador.

5 La firma solicitante ha comprobado que se pueden pro-
ducir granos de perborato en una gama de dimensiones más
amplia que sobrepasan las 850 micras aproximadamente, con
una densidad aparente comprendida entre 0,25 y 0,45 g/cm³,
por un procedimiento sencillo que presenta además la venta-
10 ja de una capacidad de producción muy elevada por m³ de
aparato.

Según la presente invención, se constituye una solu-
ción sobresaturada homogénea de perborato sódico, con una
relación molar H₂O₂/BO₂Na comprendida entre 0,8 y 1,1, en
15 la superficie de esta solución se introduce un agente fri-
gorígeno sólido o líquido, se agita lentamente la masa me-
diante un movimiento que limita los desplazamientos verti-
cales del líquido y después, una vez formados los granos
deseados que descienden al mismo tiempo que aumentan de
20 tamaño, se filtra la suspensión obtenida y se secan los
granos.

El fenómeno que se desarrolla de acuerdo con el pro-
cedimiento puede ser seguido a simple vista en un recipien-
te de paredes transparentes. El agente frigorígeno provoca
25 en la zona superior del líquido la aparición de cristales
muy finos que descienden en el seno del líquido y mediante
su contacto provocan la desaparición de la sobresaturación
de la solución, con formación de nuevos cristales finos,
engrosamiento de cada uno de ellos y adhesión de algunos
30 de ellos.



385976

16 JUN 1954

1 De esta forma se obtienen aglomerados cuyas dimensiones pueden superar las 850 micras aproximadamente y cuya densidad aparente está comprendida entre 0,25 y 0,45 g/cm³; cada uno de ellos está constituido por cristales finos soldados entre sí por puntos y dejan entre ellos espacios vacíos que garantizan la pequeña densidad buscada. Por densidad aparente entendemos aquí, en el sentido habitual, el peso del cm³ de granos secos.

5 Las soluciones de perborato utilizables según el procedimiento son soluciones sobresaturadas que se pueden obtener por mezcla de metaborato sódico y peróxido de hidrógeno, en solución. Se prefiere que la relación molar BO₂Na/H₂O₂ esté comprendida entre 1 y 1,1. También se prefiere utilizar soluciones cuya concentración en perborato esté comprendida entre 200 y 300 g/litro, lo que corresponde a un grado de sobresaturación comprendido entre 8 y 13 en relación con la solubilidad del perborato en agua a 25°C. Con frecuencia se prefiere que la solución contenga un exceso de B₂O₃ libre que no debe pasar de 7 g/litro.

10 El agente frigorígeno provoca un enfriamiento local brutal de la zona con la cual está en contacto. Es indiferente que ejerza o no influencia sobre la solución, por ejemplo por dilución o acción química. La cantidad a utilizar es lo suficientemente baja para que esta acción carezca de importancia. Los agentes frigorígenos de empleo más sencillo actúan por cambio de estado sólido-líquido, sólido-gas o líquido-gas. Entre los sólidos podemos citar el hielo y la nieve carbónica; entre los líquidos, los clorofluorometanos, butano y propano.

15 La cantidad a emplear será determinada en función

30



1

5

10

15

20

25

30

de la forma y las dimensiones del aparato utilizado. A título indicativo y para guía del experto, se puede decir que un aumento de la cantidad de agente frigorígeno empleada permite una iniciación más rápida de la cristalización pero reduce el crecimiento de los granos que resultan más finos.

Es necesaria una ligera agitación de la masa; pero esta agitación no debe oponerse al descenso progresivo de los cristales a partir de la zona superior de la masa. Por lo tanto, es necesario que los dispositivos utilizados limiten los desplazamientos verticales en la masa; unos desplazamientos verticales demasiado violentos tenderían a homogeneizar la concentración del líquido en el conjunto de la masa y perturbarían la progresión del grado de sobresaturación de las capas sucesivas que encuentran los granos en el curso de su descenso progresivo a partir de la zona superior. Es evidente que durante su formación y su descenso, los granos modifican la sobresaturación de las capas que atraviesan y, si la operación está bien conducida, se puede llegar a que el líquido dejado por encima de los granos descendentes sea una solución cuya sobresaturación es prácticamente nula. No es posible definir de una forma más precisa un tipo de agitador conveniente para la ejecución del procedimiento, porque debe ser determinado en función de la forma y del volumen del aparato empleado.

Adaptando al volumen de solución sobresaturada que se desea tratar la velocidad de agitación y la cantidad de agente frigorígeno empleado, se puede hacer variar el grosor de los granos y su densidad aparente.

Además de la ventaja de permitir la obtención de

385976¹⁶



1 granos cuya densidad aparente y cuyo grosor son regulables dentro de los límites indicados, el procedimiento de la invención permite obtener entre 300 y 500 kg de producto seco por hora y por m³ de cristalizador.

5 La filtración de la suspensión obtenida y el secado de los granos no presentan dificultades particulares, gracias al hecho de que en la suspensión el líquido, si se desea, puede tener una concentración de perborato poco superior a su solubilidad.

10 Los productos obtenidos por el procedimiento de la invención, representados en la figura adjunta con un aumento de 78 veces, son granos ligeros constituidos por partículas soldadas entre sí por puntos, dejando entre ellas huecos que permiten la baja densidad; su dimensión, que puede alcanzar las 600 micras aproximadamente, es variable; después de secados, se pueden clasificar fácilmente para obtener productos de granulometría homogénea.

15 Los ejemplos dados a continuación se refieren al tratamiento de soluciones de perborato sódico en aparatos de diversas capacidades.

20 EJEMPLO 1

25 En un aparato de 7 litros, de 180 mm de diámetro y 300 mm de altura, provisto de un agitador de brazos horizontales cilíndricos de 10 mm de diámetro girando a 12 vueltas por minuto, se introducen 7 litros de una solución que contiene metaborato sódico y peróxido de hidrógeno en una relación H₂O₂/NaBO₂ igual a 0,98, siendo su concentración potencial en perborato sódico de 268 g/litro, se introducen 5 g/litro de borax anhidro.

30 En la superficie de esta solución se coloca 1 kg de

385976



1 hielo en escamas. Al cabo de 2 minutos, se observa la aparición en la zona superior de la solución de un velo ligero que se desplaza hacia abajo opacificándose.

5 Al cabo de 35 minutos, los granos formados se han reunido en el fondo del aparato.

Después de filtrar y secar, se obtienen 1680 g de perborato en granos con unas dimensiones medias de 385 micras, siendo la densidad aparente 0,41. La producción por litro de aparato es de 362 g de perborato sódico por hora.

10

EJEMPLO 2

Se opera como en el Ejemplo 1, pero la solución de partida presenta una relación $H_2O_2/NaBO_2$ igual a 0,94.

15

Se obtienen 1694 g de un perborato en granos de dimensiones medias 585 micras; la densidad aparente es 0,42. La producción por litro de aparato es de 365,5 g de perborato sódico por hora.

EJEMPLO 3

20

Se utiliza un cristalizador de 40 cm de diámetro interno y 48 cm de altura, provisto de un agitador axial de 6 palas horizontales regularmente distanciadas y constituidas por barritas de 20 mm de diámetro. La velocidad de agitación es de 7 revoluciones por minuto.

25

En este aparato se introducen 50 litros de una solución de una mezcla de metaborato y peróxido de hidrógeno, con una relación molar H_2O_2/BO_2Na igual a 1,01, un grado de sobresaturación de 11 y un contenido en B_2O_3 en exceso de 4 g/litro.

30

En la superficie de esta solución se colocan 5 kg de hielo en escamas. Al cabo de 2 minutos aparece en la zona superior del líquido un velo ligero que desciende opacificándose.

385976



1 cándose. Al cabo de 20 minutos se ha terminado la cristali-
zación.

5 Después de filtrar y secar, se recogen 12 kg de gra-
nos de perborato con unas dimensiones medias de 550 micras,
teniendo el conjunto una densidad aparente de 0,42.

La productividad es de 600 kg por hora y por m³ de
recipiente.

EJEMPLO 4

10 Operando como en el Ejemplo 3 pero con una veloci-
dad de agitación de 12 revoluciones por minuto, se obtie-
nen 12 kg de granos de dimensiones medias 470 micras, sien-
do la densidad aparente del conjunto 0,39.

EJEMPLO 5

15 En un recipiente de 62 cm de diámetro, provisto de
un agitador axial de barritas horizontales, se mezclan a
la temperatura ambiente 120 litros de una solución de meta-
borato a una concentración de 300 g/litro de NaBO₂, 20 li-
tros de una solución al 70 % en peso de peróxido de hidró-
geno, 1,6 kg de bórax anhidro y 169 litros de agua.

20 Después de la homogeneización de la mezcla, que ocu-
paba una altura de 103 cm, se observa una elevación de tem-
peratura de 5°C; se reduce la velocidad de agitación a 5 re-
voluciones por minuto y sobre la superficie del líquido se
25 colocan 20 kg de hielo en escamas. Al mismo tiempo que se
observa un descenso de la temperatura de la zona superior
del líquido que progresa desde la superficie hasta unos
15 cm de profundidad, esta zona superior se enturbia como
consecuencia de la aparición de cristales finos que descien-
den en el seno del líquido engrosando; paralelamente, la

30

385976



1 temperatura de las zonas central e inferior del líquido se
eleva notablemente del orden de 10 a 15°C. Al cabo de 20
minutos ha desaparecido la sobresaturación y se puede fil-
trar la suspensión y después secar los cristales.

5 Una vez secos, se recogen 74 kg de cristales de per-
borato sódico, lo que representa un rendimiento del 98 %
con respecto al peróxido de hidrógeno utilizado y una pro-
ducción de 444 kg por hora y por m³ de aparato.

10 El producto tiene una densidad aparente de 0,42; la
media de las dimensiones de los granos es de 470 micras,
siendo el 28 % de ellos de dimensiones superiores a 840 mi-
cras y el 20 % de dimensiones inferiores a 149 micras. Se-
cos, son suficientemente robustos para permitir una clasi-
ficación de los granos.

15 En resumen, la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

20

25

30

385976

16 JUN 1964



EJEMPLO GRAFICO

1

5

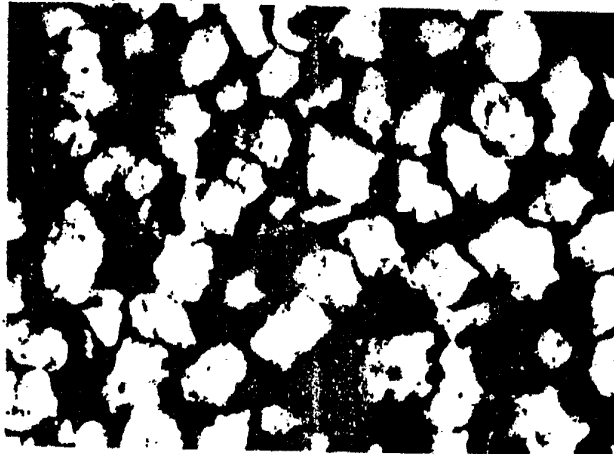
10

15

20

25

30



385976



REIVINDICACIONES

1
5
10
15
20
25
30

1. Un procedimiento de obtención de perborato sódico en granos que tiene una dimensión de granos comprendida entre 100 y 850 micras y una densidad aparente comprendida entre 0,35 y 0,45 g/cm³ a partir de una solución sobresaturada de perborato sódico, caracterizado por introducir en la superficie de dicha solución un agente frigorígeno líquido o sólido, agitar lentamente la masa mediante un movimiento que limite los desplazamientos verticales del líquido y después, una vez formados los granos buscados que descienden engrosando, filtrar y secar los granos.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución de partida tiene una relación molar H₂O₂/NaBO₂ comprendida entre 0,8 y 1,1.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución de partida tiene un grado de sobresaturación comprendido entre 8 y 13.

4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la solución de partida contiene una cantidad de B₂O₃ libre inferior a 7 g/litro.

5. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el agente frigorígeno es hielo en escamas.

6. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el agente frigorígeno es nieve carbónica.

7. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solici

385976

16



1

ta: UN PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE PERBORATO SODICO EN GRANOS.

5

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de doce páginas mecanografiadas.

Madrid, 27 noviembre 1.970

BERNARDO UNGRIA

p.p.

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'Bernardo Ungria', written over the typed name and initials.

10

15

20

25

30

A large, stylized handwritten signature or mark in dark ink, located at the bottom left of the page.