

401414



Int. B.0.1/CO.1B

P. - 50.402

DCR-B- PKT/AMD
Cas S.71/18

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
CLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SOLVAY & CIE.

~~entidad de nacionalidad~~ sociedad anónima belga

con domicilio en rue du Prince Albert 33, B-1050 Bruselas,
Bélgica

por: "UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE GRANULOS QUE CON
TIENEN CLORITO DE SODIO" (Clase Internacional B01j,
C01b)

401414



5 Esta invención se refiere a un procedimiento de fabricación de gránulos que contienen clorito de so dio, por secado de un medio acuoso que contiene clorito en un lecho fluidizado que contiene constantemente gérmenes cuyas dimensiones son inferiores a las de los gránulos deseados.

10 La bibliografía técnica cita diversos procedimientos para la obtención de clorito de sodio sólido a partir de una disolución, o, en general, de un medio acuoso que contiene clorito. Uno de estos procedimientos consiste en efectuar una cristalización, seguida eventualmente de un filtrado con succión y del secado de los cristales (véase por ejemplo la Patente de los Estados Unidos Nº 2.520.915 del 26-4-1945 a nombre de
15 DIAMOND ALKALI Co.). Otro procedimiento, que se ha hecho clásico, consiste en un secado por atomización (véase el artículo de T.P. FORBATH en Chemical Engineering, 1961, 68, nº 12, pag. 180-182) que da lugar a fi nos cristales que presentan un aspecto pulverulento.
20 Se han empleado también secadores de tambor giratorio, calentados interiormente por tubos de vapor, y alimentados a través de un espesador previo (véase informe FIAT, Final Report Nº 825, Chlorine Dioxide and sodium chlorite at I. G. Farben, Griesheim, p. 4); este proce
25 dimiento conduce a la formación de lentejuelas o de fi nos cristales. El secado del clorito se efectúa a veces en varias etapas, a temperaturas crecientes (véase Patente Belga 452.924 del 29-10-1943, a nombre de SOLVAY y Cía). Para la fabricación de clorito de sodio granula
30 do, se ha propuesto preparar primero cristales de trihi



drato, por ejemplo por evaporación bajo vacío, agrupar después los cristales unitarios, disponiéndolos en forma de un lecho fluido en una disolución saturada de clorito, o incluso secar superficialmente los cristales de trihidrato por medio de una corriente de un gas inerte (Patente francesa N° 1.187.352, del 29-11-1957, y Patente Francesa 1.228.234, del 10-3-1959, ambas a nombre de la SOCIETE D'ELECTROCHIMIE, D'ELECTROMETALLURGIE ET DES ACIERIES ELECTRIQUES D'UGINE). Finalmente, para el secado de los cristales de trihidrato, se ha indicado que es ventajoso emplear el procedimiento de lecho fluidizado (A. I. KACHALOV - Khimicheskaya Promyshlennosti, 1960, p. 336-339).

La mayor parte de estos procedimientos requieren un número relativamente elevado de operaciones de ingeniería química, que los hacen costosos. Otros, como el procedimiento por atomización o el procedimiento de tambor giratorio, conducen a cloritos pulverulentos, en cristales finos o en lentejuelas, que no responden a los deseos de una parte importante de la clientela.

La Sociedad solicitante de la Patente ha adoptado por objetivo obtener en una sola operación un producto sólido, deshidratado, y que se presente con el aspecto de gránulos de dimensiones previamente determinadas, a partir de un medio acuoso que contiene clorito de sodio.

Según la presente invención, la sociedad solicitante ha encontrado que puede conseguirse eficazmente tal resultado aplicando un procedimiento de fabricación de gránulos que contienen clorito de sodio,

401414



5 a partir de un medio acuoso que contiene este producto, caracterizado porque se evapora el agua del medio acuoso citado por introducción de ésta en un secador de lecho fluidizado, efectuándose el secado en presencia constante de gérmenes cuyas dimensiones son inferiores a las de los gránulos deseados. Los gérmenes pueden ser partículas de clorito de sodio, o de cualquier sustancia compatible con el clorito.

10 Algunos de los procedimientos de este género son conocidos desde hace mucho tiempo para la fabricación de gránulos de productos muy diversos, especialmente abonos, sulfato de sodio, sulfato de zinc, cloruro de sodio, cloruro de calcio, sosa cáustica, etc. Sin embargo, que sepa la Sociedad solicitante, nunca se ha
15 propuesto la aplicación de los mismos para la obtención de gránulos que contienen clorito de sodio a partir de una disolución, u otro medio acuoso, sin duda a causa de las dificultades previsibles, por el hecho de la sensibilidad de los cloritos a la temperatura y a los choques.
20

El procedimiento según la invención puede ser efectuado en discontinuo o en continuo. Se aplica para tratar disoluciones que contienen clorito de sodio y eventualmente otras sustancias compatibles, preferiblemente disoluciones concentradas, o suspensiones acuosas
25 resultantes, por ejemplo, de un espesamiento previo. El medio acuoso que contiene el clorito es introducido en un secador de lecho fluidizado, ya sea en una zona situada por encima del lecho propiamente dicho, ya sea
30 en el seno mismo del lecho fluidizado.



El lecho fluidizado de partículas de clorito debe contener siempre gérmenes de dimensiones más pequeñas que las de los gránulos deseados, estando destinados estos gérmenes a sufrir una alimentación a partir del clorito liberado del medio acuoso. Como se ha indicado anteriormente, estos gérmenes pueden consistir en partículas de clorito de sodio, o partículas de otra sustancia compatible con el clorito, por ejemplo cloruro de sodio, nitrato de sodio, carbonato de sodio, etc.

5

10 La alimentación de gérmenes del lecho fluidizado puede provenir de una fuente exterior, por ejemplo de un triturador, o de la formación in situ. Para la formación de gérmenes in situ, que la sociedad solicitante estima preferible a causa de la sensibilidad del clorito

15 al choque, basta equipar al secador de lecho fluidizado con un dispositivo de destrucción mecánica de los gránulos, por ejemplo un agitador o un rascador en el seno del lecho fluidizado. Los gérmenes pueden ser formados también por pulverización del medio acuoso que contiene el clorito, en condiciones tales que llega al lecho fluidizado en estado de partículas o de gotitas

20 separadas; con este fin puede emplearse cualquier dispositivo conocido, por ejemplo un pulverizador. También se pueden crear los gérmenes in situ por rotura mecánica de las partículas que se encuentran ya en el lecho,

25 por ejemplo por selección de un caudal suficiente de gas de pulverización.

La Sociedad solicitante ha comprobado que las partículas de clorito de sodio en el seno de un lecho fluidizado presentan una tendencia a la sedimen-

30

401414

19



tación que puede llegar, en algunos casos, hasta a dar lugar a que el lecho se transforme en una masa compacta completamente, con riesgo de descomposición térmica del clorito. Este inconveniente puede paliarse equipando el fondo del secador con un agitador, un rascador por ejemplo; por otro lado, un dispositivo tal puede por otra parte ser empleado de manera que cumpla simultáneamente dos funciones: impedir la sedimentación del lecho, y crear gérmenes por destrucción mecánica de una parte de los gránulos.

La temperatura del aire u otro gas vector introducido en la parte inferior del lecho fluidizado, por ejemplo a través de una tela o una placa de reparto, es preferiblemente inferior a alrededor de 180°C, y es ventajoso regular las condiciones de trabajo de modo que la temperatura existente en el seno del lecho fluidizado no sobrepase los 80°C.

El secador de lecho fluidizado puede ser de forma cilíndrica, cilindrocónica, paralelepípedica, o de cualquier otra forma que permita la aplicación del procedimiento.

La salida o descarga de los gránulos de clorito puede hacerse por cualquiera de los dispositivos conocidos, por ejemplo por el fondo del secador con atriación, o por medio de una tubuladura lateral por reboso, determinando entonces esta tubuladura la altura del lecho fluidizado.

Con el fin de ilustrar la invención, sin limitar con ello su contenido, se dan a continuación ejemplos de realización del procedimiento. Los aparatos y los pro

cedimientos operatorios descritos a continuación pueden ser sustituidos por equivalentes muy conocidos por el experto en la técnica.

Ejemplo 1

5 El secador utilizado consiste en un cilindro de 15 cm de diámetro y 60 cm. de altura, provisto en su base de una placa de reparto o distribución de gas, que tiene inmediatamente por encima una tela de acero inoxidable de 3 mm. de abertura de mallas. Sobre esta tela
 10 gira un rascador provisto de pequeñas laminillas flexibles de acero inoxidable, a la velocidad de 250-300 revoluciones por minuto. La salida de los gránulos se efectúa en el fondo del lecho por medio de una tubuladura de 15 mm. de diámetro que recibe un suministro de
 15 aire frío de elutriación, a razón de $3 \text{ m}^3/\text{h}$. El lecho de partículas es fluidizado por introducción, a través de la placa de distribución, de una corriente de $53 \text{ m}^3/\text{h}$. de aire calentado a 135°C . La altura del lecho de partículas fluidizadas es de alrededor de 15 cm, y su temperatura es de 55°C . Inicialmente, el secador contiene
 20 2 kg. de partículas de clorito de sodio, o de una sustancia compatible.

El secador es alimentado en continuo por medio de un pulverizador que penetra en el seno del lecho, por el que pasa, con un caudal de 3300 g/h ., una
 25 disolución a 35°C que tiene la composición siguiente:

	NaClO_2	326 g/kg
	NaClO_3	5 "
	NaCl	86 "
30	Na_2CO_3	9 "
	NaOH	5 "

401414



Después de la puesta a régimen de la instalación, se descarga, por la tubuladura de salida de los gránulos, un caudal de 1,40 kg/h de producto que tiene la composición siguiente:

5	NaClO ₂	744 g/kg
	NaClO ₃	11 "
	NaCl	196 "
	NaOH	1 "
	Na ₂ CO ₃	41 "
10	H ₂ O	7 "

Las características físicas de los gránulos obtenidos son las siguientes:

-granulometría: diámetro comprendido entre 0,5 y 0,6 mm.

15 - peso específico aparente por derrame libre (sin apelmazar): 1,3 kg/dm³

- velocidad de disolución: disolución total en 45 seg. de 10 g. del material en un litro de agua a 15°C.

20 Este procedimiento no ha dado lugar a la sedimentación del lecho gracias al rascador, que cumple a la vez el papel de agitador y de destructor de gránulos para formar los gérmenes. Da un producto muy homogéneo, que presenta siempre las mismas composiciones químicas y las mismas características físicas. Permite obtener en una sólo operación, a partir de la disolución, un producto que no contiene más que 0,5-1% de agua, según las condiciones de trabajo escogidas.

25 Naturalmente, pueden preverse variantes sin apartarse de la patente. Se puede emplear un secador



con salida por rebose lateral, se puede introducir la disolución por encima del lecho fluidizado, se puede prever un agitador de otro tipo, e incluso suprimirlo.

5 Sin embargo, en este último caso, hay que cuidar particularmente la dispersión de la disolución con el fin de obtener gotitas que, por secado antes de depositarse sobre las partículas fluidizadas servirán de germen para la producción de nuevas partículas; según la naturaleza del pulverizador, se obtienen gotitas suficiente
10 mente gruesas para dar, por secado, nuevos gérmenes, o bien se crean éstos por rotura mecánica de las partículas que ya se encuentran en el lecho.

Se puede tratar una disolución, o un medio acuoso, que tiene una composición distinta a la del ejem
15 plo, particularmente una disolución que contiene más o menos clorito de sodio, y/o que contiene otras sales distintas a las que han sido citadas. La naturaleza de las partículas presentes en el secador puede ser cualquiera, siempre que se trate de un producto compatible
20 con el clorito.

Ejemplo 2

En este ejemplo se describe un modo de realización de la invención, en el que los gérmenes son creados en el lecho por rotura mecánica de las partículas que se encuentran en él, gracias a la elección de un
25 caudal suficiente de aire de pulverización.

Se emplea un secador que comprende una columna de vidrio pyrex de 30 cm. de diámetro y de 1,5 m. de al
tura, provista en su base de una placa de distribución de gas constituida por una placa perforada con orifi-
30 cios de 2 mm. de diámetro. No se dispone de rascador

401414



de laminillas. La zona de fluidización, que es de 45 cm. a partir de la placa perforada, comprende una haz tubular de $0,1 \text{ m}^2$ de superficie, calentado con vapor. La salida de los gránulos se efectúa por rebose lateral del lecho fluidizado.

La disolución de alimentación es introducida por medio de un pulverizador neumático montado en la pared, a 10 cm. de la placa perforada; se dispersa en gotitas muy finas que se depositan sobre los gránulos fluidizados, los cuales han sufrido una rotura mecánica por la violencia del chorro de aire de pulverización.

La carga inicial del lecho consta de 40 kg. de gránulos de clorito técnico (84% de NaClO_2) de alrededor de 0,5 mm. de diámetro, procedentes de una fabricación anterior; también puede constar de gránulos de cloruro de sodio. Esta carga es fluidizada por introducción, a través de la placa perforada, de una corriente de $200 \text{ m}^3/\text{h}$. de aire calentado a 120°C . La presión del vapor de calentamiento del haz tubular es de $2 \text{ kg. fuerza/cm}^2$. De este modo, la temperatura del lecho es llevada a 60°C .

El caudal de aire en el pulverizador es de $10 \text{ m}^3/\text{h}$., y arrastra, con un caudal de 11,7 kg/h., una disolución acuosa que comprende, por kg., 301 g. de NaClO_2 , 8 g. de NaClO_3 , 32 g. de NaCl , 2,7 g. de NaOH y 4,3 g. de Na_2CO_3 .

Por rebose del lecho flúido se descarga automáticamente un caudal de 4 kg. de producto por hora. Este producto consiste en gránulos que tienen un diámetro medio de alrededor de 0,5 mm, y un peso específico

401414



aparente, por derrame libre, de $1,45 \text{ kg/dm}^3$. Su composición química es la siguiente NaClO_2 844 g., NaClO_3 21 g., NaCl 100 g., NaOH 0,3 g., Na_2CO_3 25 g., por kg.

5 En este ensayo, el aire no se pone de nuevo en circulación. La salida de los gránulos por rebose podría ser sustituida fácilmente por una salida por elutriación, como en el ejemplo anterior.

Ejemplo 3

10 En un aparato idéntico al del ejemplo 2, se introduce una carga inicial de 25 kg. de cloruro de sodio, que se fluidiza, por introducción a través de la placa perforada de un caudal de $150 \text{ m}^3/\text{h}$. de aire calentado a 120°C . La presión del vapor en el haz tubular es igualmente de $2 \text{ kg. fuerza/cm}^2$. La temperatura
15 del lecho es de 60°C . Por medio de un caudal de aire en el pulverizador de $9,5 \text{ m}^3/\text{h}$. se dispersa en el lecho, a razón de 7 kg/h , una disolución acuosa que comprende, por kg., 271 g. de NaClO_2 , menos de 2 g. de NaClO_3 , 9,7 g. de NaCl , 7,7 g. de NaOH , 6,1 g. de Na_2CO_3 ,
20 y 194 g. de NaNO_3 . Después de 40 horas de funcionamiento y eliminación casi total de la carga inicial de NaCl , se obtienen, por rebose del lecho, $3,4 \text{ kg/h}$. de un producto sólido que contiene, por kg., 482 g. de NaClO_2 , 2 g. como máximo de NaClO_3 , 48 g. de NaCl , 13,3
25 g. de NaOH , 14,9 g. de Na_2CO_3 , y 427 g. de NaNO_3 . Este producto consta de gránulos de aproximadamente $0,8 \text{ mm}$. de diámetro, y tiene un peso específico aparente, por derrame libre, de $1,3 \text{ kg/dm}^3$. Se trata de un clorito enriquecido en nitrato de sodio, de estabilidad mejora-
30 da.



Ejemplo 4

En lugar de crear los gérmenes en el lecho por medio de un caudal de aire de pulverización suficiente, como en los ejemplos 2 y 3 anteriores, en el presente ejemplo se procede a ello por introducción

5 de un caudal dado de gérmenes de cloruro de sodio.

El aparato empleado es el de los dos ejemplos anteriores. Se introduce en él una carga inicial de 40 kg. de clorito de sodio al 80%, que se fluidiza por un

10 caudal de aire de pulverización de $200 \text{ m}^3\text{N/h}$. calentado a 120°C . La presión del vapor en el haz tubular es de $2 \text{ kg.- fuerza/cm}^2$, por lo que la temperatura del lecho es de 60°C . Para la pulverización se hace pasar un caudal de aire de $4 \text{ m}^3\text{N/h}$, que arrastra, por hora, 11,7 kg.

15 de una disolución acuosa que contiene, por kg., 301 g. de NaClO_2 , 8 g. de NaClO_3 , 32 g. de NaCl , 2,7 g. de NaOH , y 4,3 g. de Na_2CO_3 . Se introducen también 0,2 kg./h. de gérmenes de NaCl sólido que tiene una granulometría media de 0,187 mm. Por rebose del lecho se obtienen 4,2

20 kg/h. de un producto sólido que comprende por kg. 800 g. de NaClO_2 , 20 g. de NaClO_3 , 150 g. de NaCl , 0,3 g. de NaOH y 25 g. de Na_2CO_3 . Este producto consiste en granulos de aproximadamente 0,7 mm. de diámetro, y tiene un peso específico aparente por derrame libre, de 1,4

25 kg/dm^3 .

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Bélgica el 13 de Abril de 1971, Nº P.V. 102.099, se acoge a los beneficios del artº 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

401414

19 AB



REIVINDICACIONES

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:

5

1.- Un procedimiento de fabricación de gránulos que contienen clorito de sodio, a partir de un medio acuoso que contiene este producto, caracterizado por evaporar el agua de dicho medio acuoso por introducción de éste en un secador de lecho fluidizado, efectuándose el secado en presencia constante de gérmenes cuyas dimensiones son inferiores a las de los gránulos deseados.

10

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los gérmenes son introducidos en el secador a partir de una fuente exterior.

15

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los gérmenes presentes en el secador son formados in situ por destrucción mecánica de una parte de las partículas que se encuentran en el lecho fluidizado.

20

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los gérmenes presentes en el secador son formados por desecación de gotitas separadas obtenidas por pulverización del medio acuoso.

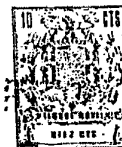
25

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque los gérmenes presentes en el secador son formados por destrucción mecánica de las partí-

12.4.72.

-13-

401414



culas que se encuentran ya en el lecho, bajo la acción del chorro de gas que introduce el medio acuoso en el seno del lecho.

5 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el fondo del secador está provisto de un rascador que tiene por objeto evitar la sedimentación de las partículas presentes en el lecho fluidizado.

10 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura existente en el lecho fluidizado es mantenida por debajo de aproximadamente 80°C.

15 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura del gas vector o transportador introducido por la parte inferior del lecho fluidizado no excede de 180°C.

9.- UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE GRANULOS QUE CONTIENEN CLORITO DE SODIO.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid,

p.a.

19 ABR 1952

Alfonso de los Rios
for K...
[Handwritten signature]

TRR/.-