

24 J



P.- 60.505

DCR-B-LM-PKT/AMD  
S.7479

438818

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION

a nombre de SOLVAY & CIE

IND. CL. C11D; B015 // C 08 F;
--------------------------------

sociedad anónima belga

establecida en 33 rue du Prince Albert, B-1050 Bruselas,  
Bélgica.

por: "UN PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE GRANULOS DE  
SALES DE METALES ALCALINOS O DE AMONIO DE ACIDOS  
POLI- $\alpha$ -HIDROXIACRILICOS SUSTITUIDOS O NO"

14.6.75

- 1 -



La presente invención se refiere a una forma enteramente nueva de sales de metales alcalinos o de amonio del ácido poli- $\alpha$ -hidroxiacrílico o de sus derivados alcoholados, utilizables como sales mejoradoras de detergencia, "builders", en las composiciones detergentes, que presenta numerosas ventajas, en especial una excelente capacidad de flujo, un buen índice de desgaste y una densidad aparente adecuada, compatible con la de los otros constituyentes de los polvos detergentes y cuyas dimensiones de partículas pueden variar entre límites bastante amplios. La invención se refiere igualmente a un procedimiento nuevo que permite preparar estos productos.

El producto obtenido por precipitación, por medio de metanol, de las sales de metales alcalinos o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos de sus soluciones acuosas, según el procedimiento descrito en la Patente Belga nº 786.464 de 19 - 7 - 1972 a nombre de la firma Solicitante, se presenta en forma de un polvo muy fino que tiene una capacidad de flujo muy mala. En el almacenamiento, se observan fenómenos de aterronado y el producto puede ser incorporado con dificultad en los polvos para la colada.

Se han señalado en la bibliografía numerosos procedimientos para la fabricación de gránulos de compuestos orgánicos o minerales. La materia básica utilizada es, ha-

bitualmente, una solución del producto a granular. Así  
pues, se ha propuesto el fabricar gránulos de sustancias  
orgánicas o minerales uniendo cristales unitarios de  
estas sustancias y dispersándoles bajo la forma de una  
5 suspensión en una solución sobresaturada de la misma sus-  
tancia (Patente Francesa 1.187.352 del 29-11-1957 a nom-  
bre de la SOCIETE D'ELECTROCHIMIE, D'ELECTROMETALLURGIE  
Y DES ACIERIES ELECTRIQUES D'UGINE). Este procedimiento  
necesita, no obstante, un secado ulterior de los gránulos  
10 obtenidos y una etapa de reconcentración de la solución  
empobrecida, lo que le hace particularmente molesto.

Cuando se dispone del producto a granular ya  
en forma sólida pero presentándose en forma de partícu-  
las de dimensiones inadecuadas, es bien seguro poco eco-  
nómico ponerle en solución antes de preparar los gránu-  
15 los. Además la granulación de los poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos,  
directamente, a partir de sus soluciones acuosas, no es  
realizable. Así, por atomización se obtiene un polvo muy  
fino que tiene una capacidad de flujo mala y que es difí-  
cil de secar. Además, cuando se utilizan los procedimien-  
20 tos clásicos en lecho fluido, se obtienen igualmente, par-  
tículas difíciles de secar y tan finas que son arrastra-  
das por el aire de fluidización. Esto es debido al hecho  
de que las soluciones de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos son muy  
25 viscosas y que, por tanto, envuelven mal los gérmenes in-

14.6.75

24 JUN 1975

5        troducidos en el lecho fluido, lo que tiene por consecuencia el que la casi totalidad del producto seca como en un procedimiento por atomización. Además, como los poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos no cristalizan, la difusión del disolvente a través del gránulo no se hace sino lentamente y es difícil secar las partículas.

10        La firma Solicitante se ha marcado, como objetivo, obtener en una sola operación un producto sólido, deshidratado y que se presenta en forma de gránulos de dimensiones previamente determinadas, a partir de un producto más fino procedente de la síntesis de sales de metales alcalinos o de amonio, de ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrilicos, sin que sea necesario poner todo el producto en solución.

15        Los nuevos productos que constituyen el objeto de la presente invención se caracterizan por su peso específico aparente y por su capacidad de flujo.

20        Los gránulos de sales de metales alcalinos o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrilicos, sustituidos o no, que constituyen el objeto de la presente invención, tienen un peso específico aparente por libre fluencia comprendido entre 0,35 y 0,55 kg/dm<sup>3</sup> y, de preferencia, entre 0,40 y 0,50 kg/dm<sup>3</sup>, y una capacidad de flujo expresada por el tiempo de flujo de un peso de 250 g por el orificio de  
25        16 mm de diámetro de un embudo para análisis de tallo cor-

14.6.75

24 JUN



to, que no excede de 10 segundos.

Las dimensiones de los gránulos pueden variar entre límites bastante grandes. No obstante, se prepararán, de preferencia, gránulos que tengan una granulometría próxima a la de los otros componentes de los polvos detergentes. En general, conviene especialmente bien una granulometría tal que por lo menos el 80% de los gránulos, aproximadamente, tenga un diámetro comprendido entre 0,1 y 1,5 mm. El diámetro medio de las partículas estará comprendido, ventajosamente, entre 0,3 y 0,5 mm. No obstante, modificando las condiciones del modo de preparación de los gránulos, se pueden preparar gránulos más gruesos o más pequeños, conservándose las características totales del producto desde el punto de vista de la capacidad de flujo y del peso específico aparente.

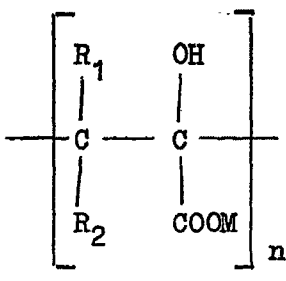
El producto que constituye el objeto de la presente invención se revela particularmente interesante con respecto a los productos obtenidos precedentemente, porque posee un mejor índice de desgaste, una mejor capacidad de flujo y un contenido en finos muy débil, lo que permite evitar el aterronado y el desgaste por frotamiento.

Las sales de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos que constituyen el objeto de la presente invención, tienen por fórmula

25

14.6.75

24 JUN 1976



5

10

15

donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan un hidrógeno o un grupo alcoholo que contiene de 1 a 3 átomos de carbono, M representa un metal alcalino o un grupo amonio y n tiene un valor por lo menos igual a 10. R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> pueden ser idénticos o diferentes; en general, R<sub>1</sub> representa hidrógeno y R<sub>2</sub> o bien hidrógeno, o un grupo metilo. M representará, lo más frecuentemente, sodio, potasio o un grupo amonio. El grado de polimerización de los poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos que constituyen el objeto de la presente invención está comprendido en general, entre 10 y un valor superior determinado por el límite compatible con la solubilidad en agua del compuesto; lo más frecuente es que esté comprendido entre 50 y 10.000.

20

25

El peso específico aparente por libre fluencia, de lo cual se trata en la presente invención, se determina por un procedimiento análogo al descrito en las Normas A.S.T.M. D 392-38 y B 212-48, preconizados respectivamente para la medida del peso específico aparente de polvos para moldeo y de polvos metálicos. La instalación utilizada es, sin embargo, ligeramente diferente. Lleva una tolva tronco-cónica cuya base mayor tiene un diámetro de 53 mm y la base

14.6.75



menor, provista de un obturador de abertura total, tiene un diámetro de 21 mm, siendo de 58 mm la altura entre las bases y de  $60 \text{ cm}^3$ , aproximadamente, el volumen útil.

5 El colector cilíndrico, de un volumen de  $50 \text{ cm}^3$ , tiene un diámetro interior de 37 mm y una altura igual a 46 mm aproximadamente. La base de la tolva está colocada a 65 cm por encima del fondo del colector. El modo operativo es idéntico al descrito en las normas ASTM. Se cierra el obturador de la tolva y se llena ésta con el producto  
10 a examinar, y se enrasa al nivel del borde superior de la tolva por medio de una lámina rectilínea. Se dispone el colector en el eje de la tolva y se abre el obturador. Después de hacer fluir la materia se enrasa al nivel superior del colector. El peso específico aparente por libre fluencia es igual a la relación entre el peso de materia en el  
15 colector expresado en kg, y el volumen del colector expresado en  $\text{dm}^3$ .

La capacidad de flujo del producto se caracteriza por el tiempo de fluencia de una cantidad determinada  
20 de producto por el orificio del tallo de un embudo calibrado. El procedimiento es sensiblemente análogo al descrito en la norma ASTM D 392-38.

El aparato está constituido por un embudo con válvula, de acero inoxidable pulido, cuyo ángulo del cono  
25 es de  $60^\circ$ , el diámetro interior de 180 mm y la longitud del



tallo de 165 mm. El diámetro inferior del tallo es de 16 mm. El ensayo consiste en introducir 250 g de producto en el embudo y medir el tiempo de flujo después de la apertura de la válvula.

5                    Los gránulos de sales de un metal alcalino o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos de gran capacidad de flujo y de peso específico aparente comprendido entre 0,35 y 0,55 kg/dm<sup>3</sup>, que constituyen el objeto de la presente invención, pueden ser preparados a partir  
10 del producto más fino procedente de su síntesis.

Otro objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de gránulos de sales de metal alcalino o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos, sustituidos o nó, caracterizado porque se aglomeran  
15 partículas sólidas de dimensiones pequeñas de estas sustancias, y se las somete en un lecho fluido a la pulverización de una solución de esta misma sustancia, sirviendo esta solución de aglutinante entre dichas partículas sólidas, a una temperatura tal que permita una evaporación  
20 rápida del disolvente.

El procedimiento puesto a punto por la firma Solicitante se revela particularmente interesante puesto que permite la obtención en una etapa, de gránulos secos, de peso específico aparente adecuado, y de buena capacidad  
25 de flujo.

14.6.75

La temperatura del lecho fluido estará comprendida, con ventaja, entre 40 y 90°C, y de preferencia, entre 50 y 80°C. Temperaturas más bajas dan una sequedad menos buena del producto. Temperaturas más elevadas pueden llevar consigo un amarilleamiento de los gránulos. La temperatura del aire u otro gas vector introducido por la parte baja del lecho fluidizado, por ejemplo a través de una tela o de una placa de reparto, es de preferencia inferior a unos 180°C y, de preferencia, está comprendida entre 150 y 180°C.

El procedimiento según la invención puede ser realizado introduciendo en el lecho fluidizado de 80 a 98% en peso y de preferencia, de 85 a 95% del producto a granular, en forma sólida, introduciéndose el resto, o bien de 20 a 2% y, de preferencia, de 15 a 5%, del producto a granular, en estado de solución. Es poco interesante económicamente introducir en el lecho fluido cantidades más elevadas de producto en forma de solución, porque la cantidad de disolvente a evaporar es, entonces, demasiado elevada. Por el contrario, cuando se introduce demasiado poca solución, se observa una disminución de la resistencia al desgaste por frotamiento de los gránulos formados. Se utilizarán de modo ventajoso soluciones bastante concentradas de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos, de modo que no se deba evaporar demasiado disolvente en el lecho fluido, teniendo

14.6.75

24 JUN 1975

do cuidado, no obstante, de que la solución sea suficientemente fluida a la temperatura de utilización para poder ser pulverizada con facilidad en el lecho fluido. Se utilizarán ventajosamente, concentraciones en la solución de 1 a 20, y, de preferencia, de 5 a 10% en peso de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos. El disolvente habitualmente utilizado será agua, no obstante otros disolventes pueden venir igualmente.

La solución de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos se prepara por disolución en el disolvente de partículas finas arrastradas fuera del lecho fluido, del sobrante de la producción, o, eventualmente, del producto procedente del procedimiento de fabricación. Se pueden utilizar, por supuesto, mezclas de producto procedente de estos diferentes orígenes. Ventajosamente, se utilizarán las partículas finas arrastradas fuera del lecho fluido.

La solución se lleva ventajosamente a una temperatura próxima a la del lecho fluido antes de su introducción en este último, de modo que se disminuya su viscosidad. Esta solución puede ser introducida o bien en una zona situada por encima del lecho propiamente dicho, o bien en el mismo seno del lecho fluidizado, de cualquier manera conocida por sí. Se pueden utilizar, por ejemplo, inyectoros neumáticos tales como los pulverizadores para este fin.

14.6.75

La alimentación de producto sólido puede llevarse a cabo de cualquier manera conocida, por ejemplo, por medio de un sistema Venturi. El producto sólido introducido en el lecho fluido proviene del procedimiento de fabricación así como, eventualmente, de los finos arrastrados por el gas de fluidización o del sobrante de la producción después de trituración de los gránulos demasiado gruesos. La carga sólida tiene en general un diámetro medio de partícula inferior a 0,2 mm, y comprendido, lo más frecuentemente, entre 0,01 y 0,1 mm. Ha de quedar claro que estos valores no se dan más que a título de ejemplo y de que se pueden utilizar partículas de dimensiones inferiores.

El procedimiento según la invención puede ser realizado de modo continuo o discontinuo. El secador de lecho fluidizado puede ser de forma cilíndrica, cilindro cónica, paralelepípedica o de cualquier otra forma que permita la aplicación del procedimiento.

La salida de los gránulos puede hacerse por cualquier dispositivo conocido, por ejemplo por el fondo del secador con levigación o por una tubuladura lateral por desbordamiento, determinando esta tubuladura, entonces, la altura del lecho fluidizado.

El secador de lecho fluido puede estar equipado ventajosamente con un dispositivo de destrucción mecánica de los aglomerados demasiado grandes, por ejemplo un



triturador, un agitador, o un rascador dispuesto en el seno del lecho fluidizado. Estos dispositivos permiten igualmente, evitar el apisonamiento y de la toma en masa del lecho. No obstante, cuando se utilizan lechos  
5 fluidos de grandes dimensiones, no es necesario en general utilizar tales dispositivos para romper los aglomerados.

Los gases procedentes del lecho fluido pasan a través de un separador de finos tal como por ejemplo un  
10 ciclón. Los gases extraídos pueden ser enviados a la atmósfera o recirculados eventualmente al lecho fluido, parcial o totalmente, después de la eliminación del vapor de agua que contienen por secado o condensación.

Las dimensiones de las partículas están reguladas por la presión del gas en el inyector que permite  
15 introducir la solución en el lecho fluido, siendo el grosor de las partículas inversamente proporcional a la presión. Si el aparato utilizado lleva un triturador en el lecho fluido, el grosor de los granos será, por supuesto,  
20 inversamente proporcional al grado de utilización del triturador.

El procedimiento según la invención puede ser realizado en un aparato tal como por ejemplo el representado en la figura 1 que se acompaña, que representa una  
25 forma de realizar el procedimiento según la invención.



La figura 1 representa un lecho de partículas  
1 fluidizado por medio de un gas tal como el aire que  
entra en el sistema por la vía 2 después de haber sido  
precalentado en un precalentador 3 alimentado con aire  
5 por la vía 23 y cuya temperatura está controlada por me-  
dio de un regulador 4. El aire caliente pasa a la cámara  
de viento 5, atraviesa el emparrillado 6 y penetra en el  
lecho fluido 1 coronado por una zona 7 que permite devol-  
ver una parte de los finos al lecho fluido. El emparrilla-  
do 6 está perforado en el centro por un orificio 15 que  
10 permite el paso del eje de un rascador de láminas flexi-  
bles, 16. Una tubuladura 24 permite la introducción de  
un triturador en el fondo del lecho.

Los gases procedentes del lecho fluido pasan por  
15 la vía 8 a un colector de finos o ciclón 9, y abandonan  
el aparato por el ventilador 10. Los finos son recupera-  
dos en 11.

El producto sólido procedente de la síntesis y,  
eventualmente, una parte de los finos recuperados en 11,  
20 se envían simultáneamente, por medio de un pasadizo vibran-  
te 12, a un lecho fluido, con la ayuda de un Venturi 13,  
alimentado por aire comprimido, por la vía 14.

La solución de producto utilizada como agluti-  
nante sale por la vía 18, con el depósito termostático  
25 de almacenamiento 17 mantenido a la temperatura deseada,  
14.6.75



y es pulverizada en el lecho fluido con ayuda de un pulverizador 19, alimentado con aire comprimido por la vía 20.

5 El producto granulado es recogido por desbordamiento por la vía 22.

10 La figura 2 representa una instalación que permite realizar el procedimiento según la invención de modo discontinuo. Se fluidiza un lecho de partícula 1 por medio de un gas tal como aire que entra en el sistema por la vía 2 después de haber sido precalentado en 3. El aire caliente pasa a la cámara de viento 5, atraviesa el emparrillado 6 y penetra en el lecho fluido 1 coronado con una zona 7 que permite devolver una parte de los finos al lecho fluido.

15 Los gases procedentes del lecho fluido pasan por la vía 8 a una manga filtrante de tela, 25. Los finos recogidos en la manga son enviados por la vía 27 a un Venturi 26 alimentado por aire comprimido, por la vía 30. A continuación son recirculados al lecho fluido por un tubo vertical 29 que atraviesa la tapadera del lecho fluido y se sumerge en la capa fluidizada. Una esclusa 28 está prevista en el circuito.

20 La solución utilizada como aglutinante se envía por la vía 18 a un pulverizador 19 alimentado por la vía 20 con aire comprimido.

25 Con el fin de ilustrar la invención, sin limitar

24 JUN



por otra parte su extensión, se proporcionan a continuación ejemplos de realización del procedimiento. Los aparatos y los modos operatorios descritos más adelante pueden ser reemplazados por equivalentes bien conocidos por los expertos en la técnica.

5

Ejemplo 1

Los ensayos representados seguidamente han sido realizados de forma continua en un aparato del mismo tipo que el representado en la figura 1. El secador de sección cilíndrica utilizado, lleva dos tramos de diámetros diferentes. El tramo inferior 1 tiene un diámetro de 152 mm y una altura por encima del emparrillado de reparto de aire de 915 mm, mientras que el tramo superior tiene un diámetro de 254 mm y una altura de 420 mm. La placa de reparto de los gases 6, está constituida por una chapa de acero inoxidable perforada con orificios de 0,5 mm de diámetro. Esta chapa está perforada en el centro por un orificio de 20 mm de diámetro con el fin de permitir el paso de un rascador de láminas flexibles. El rascador gira a una velocidad de 70 vueltas por minuto. Por una tubuladora 24 se introduce un triturador que funciona 2 segundos cada 100 segundos aproximadamente. La salida de los gránulos se efectúa por desbordamiento por una tubuladura situada a 760 mm del fondo del lecho fluido.

10

15

20

25

14.6.75

El lecho de partículas es fluidizado por introduc-

24 JUN 1975

5 ción a través de la placa de reparto de gases, de una corriente de 17 m<sup>3</sup> N/h de aire, calentado a 165-170°C. Inicialmente el secador contiene 3.640 kg de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilato de sodio tamizado. El diámetro medio de esta carga era de 0,090 mm.

El producto tiene una capacidad de flujo muy mala y no es posible medir el peso específico aparente por libre fluencia porque se observa aterronado.

10 El secador está alimentado de modo continuo con solución acuosa de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilato de sodio, por un pulverizador que se sumerge en el seno del lecho fluido.

15 Las condiciones operatorias de régimen, así como las características del producto obtenido están representadas en la tabla 1 que figura a continuación.

La resistencia al desgaste ha sido medida según la norma ISO/TC 47/WG 11 (secretariado - 86) de la British Standard Institution.

Tabla 1

20

	Ensayo 1	Ensayo 2
Aire de fluidización		
temperatura ..... °C	165-170	165-170
caudal ..... m <sup>3</sup> N/h	17	17
25 Temperatura de la capa fluidizada ..... °C	50-55	50-55



Tabla 1 (continuación)

		Ensayo 1	Ensayo 2
5	Alimentación del pulverizador aire caudal .....m <sup>3</sup> N/h temperatura °C presión kg e/cm <sup>2</sup>	3,5 76-80 2	3,5 76-80 2
10	Solución de poli- $\alpha$ -hidroxiacri- lato de sodio concentración ..... g/kg temperatura °C caudal kg/h	70 70 0,84	100 70 1,14
15	Alimentación de producto sólido caudal medio de poli- $\alpha$ -hi- droxiacrilato de síntesis kg/h caudal medio de finos re- circulados kg/h presión de aire en el Ven- turi kg e/cm <sup>2</sup> caudal de aire en el Ven- turi Nm <sup>3</sup> /h	0,81 1,87 0,6 2,5	0,65 1,35 0,6 2,5
20	Producto obtenido producción kg/h peso específico aparente por libre fluencia kg/dm <sup>3</sup> diámetro medio mm desgaste (ensayo norma ISO) % capacidad de flujo sec.	0,87 0,41 0,405 22 6	0,77 0,42 a 0,48 0,425 14 4-5

25 La parte que no pasa por el tamiz de 1,4 mm de  
abertura de malla, es inferior al 1%.

14.6.75



La granulometría del producto obtenido ha sido comparada con la del producto de partida. La tabla 2 que figura seguidamente indica los tantos por ciento de las muestras, que pasan a través de tamices de aberturas de malla diferentes.

5

Tabla 2

10	Abertura de malla del tamiz mm	Ensayo 1		Ensayo 2	
		Producto de síntesis	Producto granulado	Producto de síntesis	Producto granulado
		% en peso			
15	1,000		97,9		97,4
	0,710		83,8		82,2
	0,500		60,9		59,3
	0,350	85,5	40,4	100,0	38,0
	0,250	81,6	22,0	97,8	18,0
	0,125	65,0	4,5	95,3	3,0
	0,088	46,5		93,3	
	0,063	28,3		72,1	
	0,045	13,3		50,4	
	0,020			5,7	
20	Diámetro medio mm	0,090	0,405	0,076	0,425

Los resultados dados anteriormente muestran que es posible, utilizando el procedimiento según la invención, obtener gránulos que poseen un peso específico aparente y

25

14.6.75



una granulometría próximos a los de otros componentes de polvos para la colada, que son habitualmente de 0,35 a 0,50 kg/dm<sup>3</sup> y de 0,3 a 0,5 mm de diámetro respectivamente.

5 Este procedimiento no ha dado lugar al apisonamiento del lecho. Se obtiene un producto bien homogéneo que siempre presenta las mismas características físicas. Permite obtener en una sola operación un producto que contiene menos del 0,1% de agua en las condiciones operatorias escogidas.

10 Se apreciará que pueden ser previstas variantes sin caer fuera de la Patente. Se puede utilizar un secador en el que la salida de los gránulos se efectúe por el fondo del lecho, se puede introducir la solución por encima del lecho fluidizado, se puede prever un agitador de otro tipo o incluso suprimirle.

15

#### Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra otra variante del procedimiento de preparación de gránulos de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilatos.

20

El ensayo ha sido efectuado de modo discontinuo en un secador en lecho fluido de sección cilíndrica que lleva dos tramos de diámetros diferentes, tal como se describe en la figura 1. El tramo inferior tiene un diámetro de 300 mm y una altura total de 1.010 mm. Está coronado por

25

14.6.75



un tramo cuyo diámetro es de 500 mm y la altura de 1.000 mm. La placa de reparto de gas, situada a 150 mm del fondo del tramo inferior, está atravesada por 600 orificios de 2 mm de diámetro orientados lateralmente.

5 El lecho de partículas está fluidizado por introducción a través de la placa de reparto de gas, de una corriente de  $50 \text{ N m}^3/\text{h}$  de aire calentado a  $170^\circ\text{C}$ . La temperatura del lecho fluido es de  $60^\circ\text{C}$ .

10 Inicialmente el secador contiene 15 kg de partículas de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilato de sodio de síntesis de dimensiones muy pequeñas.

15 El secador se alimenta durante 4 horas por un pulverizador situado en el seno del lecho fluido, por medio del cual se pulverizan  $2 \text{ kg/h}$  de una solución acuosa de poli- $\alpha$ -hidroxiacrilato de sodio al 5% en peso, a  $25^\circ\text{C}$  con  $6 \text{ N m}^3/\text{h}$  de aire a  $100^\circ\text{C}$  y una presión efectiva de  $3,5 \text{ kg/cm}^2$ .

20 Los finos arrastrados con el aire de fluidización son recogidos en una manga filtrante acoplada a la salida de los gases de fluidización y recirculados a razón de  $5,7 \text{ kg/h}$  de finos, al lecho fluido, por un tubo vertical que se sumerge en la capa fluidizada y que desciende hasta 50 mm por encima del emparrillado de reparto de los gases.

25 La capacidad de flujo del producto es excelente.

14.6.75

24 JUN 1975



El diámetro medio de las partículas obtenidas es de 0,3 mm.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Francia, con fecha 11 de Julio de 1974, bajo el nº 7424603, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

### REIVINDICACIONES

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

1ª.- Un procedimiento de fabricación de gránulos de sales de metales alcalinos o de amonio de ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos sustituidos o nó, caracterizado porque se aglomeran partículas sólidas de pequeñas dimensiones de estas sustancias sometiéndolas, en un lecho fluido, a la pulverización de una solución de esta misma sustancia, sirviendo esta solución de aglutinante entre las citadas partículas sólidas, a una temperatura tal

14.6.75

- 21 -



que permite una evaporación rápida del disolvente.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la temperatura del lecho fluido está comprendida entre 40 y 90°C.

5 3ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª ó 2ª, caracterizado porque la temperatura del lecho fluido está comprendida entre 50 y 80°C.

10 4ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizado porque la cantidad de sales de metales alcalinos o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos introducida en forma de partículas sólidas, está comprendida entre 80 y 98% del peso total de dichas sales introducidas en el lecho fluido.

15 5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado porque la cantidad de sales de metales alcalinos o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos introducida en forma de partículas sólidas, está comprendida entre 85 y 95% del peso total de dichas sales introducidas en el lecho fluido.

20 6ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque la solución de sales de metales alcalinos o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos, es una solución acuosa.

25 7ª.- Un procedimiento según la reivindicación 6ª, caracterizado porque la solución acuosa contiene de

14.6.75

24 JUN 1975



1 a 20% en peso de sales de metales alcalinos o de amonio de los ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos.

5

8ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, caracterizado por que se recirculan al lecho fluido los finos recogidos a la salida de éste.

9ª.- Un procedimiento de fabricación de gránulos de sales de metales alcalinos o de amonio de ácidos poli- $\alpha$ -hidroxiacrílicos sustituidos o no.

10

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

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

15

Madrid,

P.A.

24 JUN. 1975

Alberto de la Haza  
Por Poder  
*Alto*

14.6.75  
IAG/

- 23 -

16050 V



24 JUN 1960

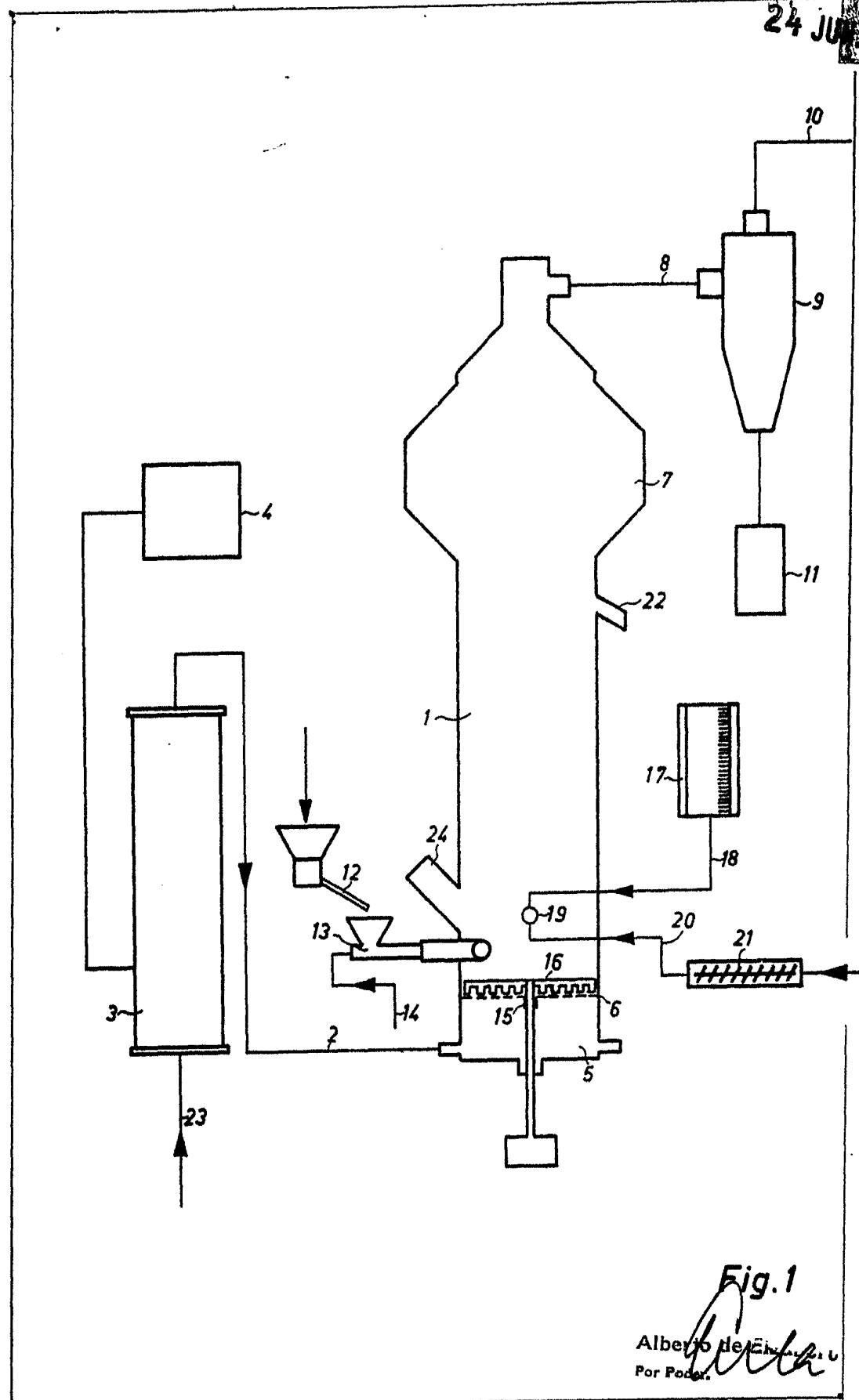
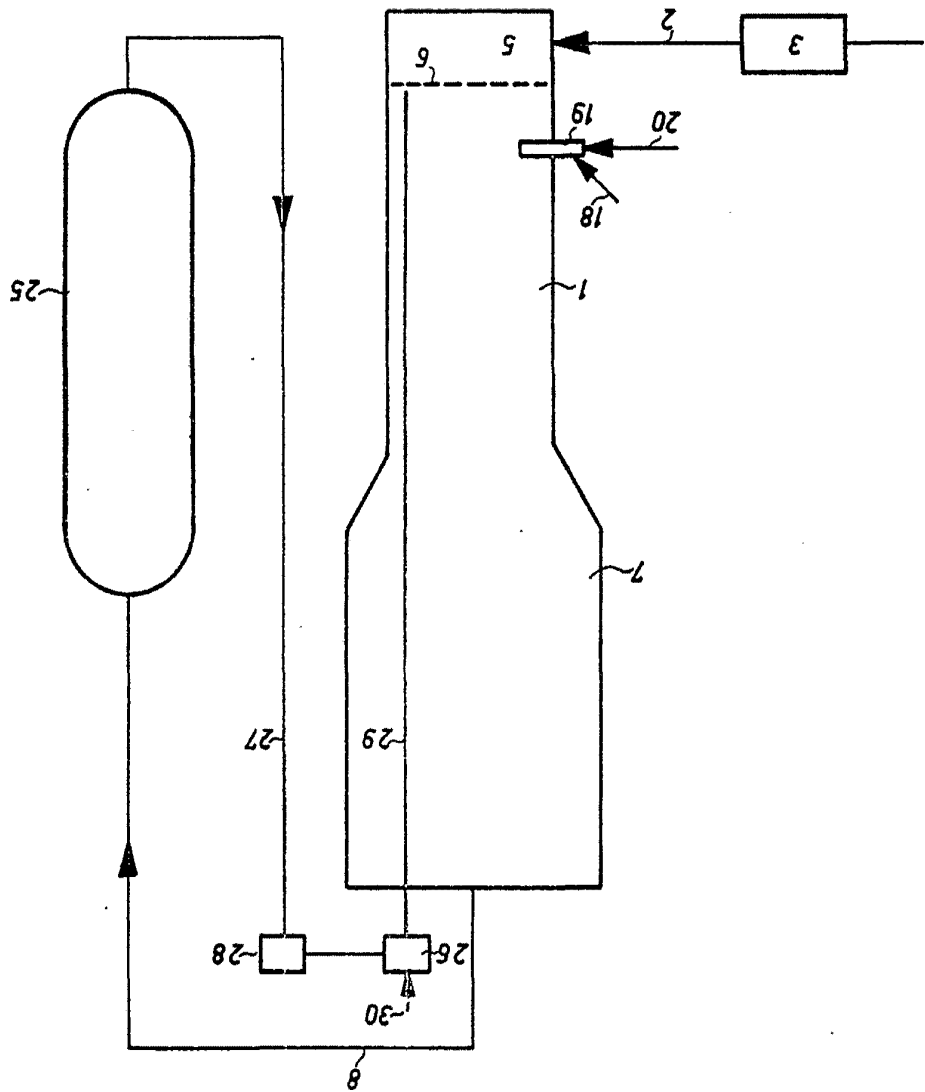


Fig. 1

Alberio de E...  
Por Poder...

Alberto de Echeverri  
por Poder

Fig. 2



24 JUN 1965

II/II

SOLVAI & CIE