

440675

3 SET. 1975

P.- 60.992

Z1-PA.MII/Bu

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar 1er. CERTIFICADO DE ADICIÓN

a nombre de PEROXID-CHEMIE GmbH.

entidad alemana

Int. Cl.:	C01B

establecida en Dr. Gustav-Adolph-Str. 3, 8023 Höllriegel-  
skreuth b. München, República Federal Ale-  
mana.

por: MEJoras INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL  
Nº 420.753, PRESENTADA EL 22 de NOVIEMBRE DE 1973, POR:  
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE PERBORATO DE SODIO  
MONOHIDRATADO RESISTENTE A LA ABRASIÓN"

11-8-75

- 1 -

**POOR  
QUALITY**

En la solicitud de patente española Nº 420.753 se describe un procedimiento para la preparación de perborato de sodio monohidratado resistente a la abrasión, mediante deshidratación de tetrahidrato en una corriente de aire, según el cual procedimiento la deshidratación se lleva a cabo con una humedad relativa del aire de 40 a 80% y temperaturas del aire de escape de por lo menos 60°C. La elevada humedad relativa del aire es ajustada por adición de vapor de agua al aire de deshidratación.

Según la solicitud de patente es suficiente que estas condiciones reinen previamente durante la eliminación de por lo menos 0,8 moles de agua de cristalización.

Se ha encontrado ahora que puede suprimirse una adición de vapor de agua al aire de deshidratación si se utiliza el agua de cristalización que se evapora para el ajuste de la deseada humedad relativa del aire.

Esto puede realizarse, por ejemplo, llevando a cabo la deshidratación de tetrahidrato en dos etapas. En la primera etapa se efectúa la deshidratación de modo lento, a saber, con tiempos de permanencia de los granos individuales de 2 a 5, preferiblemente de 3 a 4, horas en el aparato de deshidratación. Esta lenta deshidratación puede lograrse deshidratando con pequeñas diferencias de temperaturas del aire de aportación y del aire de esca-

pe a temperaturas por debajo de los puntos de fusión de los hidratos, o también trabajando con las diferencias de temperatura hasta ahora usuales, es decir con una temperatura del aire de aportación de 120-140°C y una temperatura del aire de escape de como máximo de 55°C, con grandes cantidades de material, con lo que se eliminan hasta aproximadamente 1,1 a 1,8, preferiblemente 1,2 a 1,7 moles de agua de cristalización. Después de ello se aumenta la temperatura de modo que la temperatura del aire de escape sea por lo menos de 60°C. De esta manera se logra una rápida deshidratación del producto y la humedad relativa del aire que circunda a los granos de cristales adopta valores de 40 a 80%, de modo que se funden porciones del producto de reacción y pueden ser deshidratadas rápidamente hasta llegar a la etapa del monohidrato. Con este modo de deshidratación se logra que en la primera etapa ceda agua de cristalización al principio solo la capa exterior del grano de tetrahidrato y se formen relativamente pocos "candles" por la salida de agua, es decir los cristales se hagan solamente poco porosos.

En la segunda etapa, con temperaturas del aire de escape por encima de 60°C se da lugar a que el núcleo del cristal, consistente todavía en tetrahidrato, funda en parte durante la deshidratación, con lo cual el cris-

tal experimente una consolidación de estructura. Esto significa que en la deshidratación que sigue a la fase de una lenta eliminación de agua, en condiciones usuales o con elevada temperatura del aire de escape, el agua de cristalización que sale entonces en la segunda etapa sea retirada sólo a través de pocos canales, en los cuales reine de antemano una elevada humedad relativa del aire, que sólo entonces hace posible una fusión parcial de los núcleos de los cristales.

El hecho de que la porosidad de los cristales depende fundamentalmente de la resistencia a la abrasión lo mostraron mediciones de las superficies específicas de acuerdo con el método BET.

Un granulado de monohidrato, preparado según las condiciones usuales, tiene una superficie específica de 10 a 14  $\text{m}^2/\text{g}$  e índices de abrasión superiores a 15%. Por el contrario, un monohidrato preparado de acuerdo con el invento tiene una superficie específica de 7 a 9  $\text{m}^2/\text{g}$  e índices de abrasión inferiores a 5%. Mediciones de la superficie del producto intermedio preparado en la primera etapa por lenta deshidratación con aproximadamente 12,5% de O activo, correspondiente a  $\text{NaBO}_3 \cdot 2,5 \text{H}_2\text{O}$  mostraron valores de solamente 2,5-4,5  $\text{m}^2/\text{g}$  con valores de partida de aproximadamente 0,5-1  $\text{m}^2/\text{g}$  para el tetrahidrato. Estos valores relativamente bajos para el monohi-

drato y para el producto intermedio, de 12,5% de O activo reafirman la opinión de que durante la primera etapa de lenta deshidratación efectuada de acuerdo con el invento resultan productos que sólo están atrevesados por pocos canales en la capa exterior.

### Ejemplo

Un secador en lecho fluidificado con una superficie de aproximación de corriente de  $2,5 \text{ m}^2$  fue alimentado con 370 kg de tetrahidrato con la humedad procedente de la centrífuga con 5% de humedad residual adherida. El caudal de circulación de aire a través del secador fue durante todo el proceso de deshidratación de aproximadamente  $8.000 \text{ m}^3/\text{hora}$ . En la primera etapa de deshidratación el material fue deshidratado durante cuatro horas a una temperatura del aire de aportación de 50 a  $52^\circ\text{C}$ . La temperatura del aire de escape se ajustó a  $41-45^\circ\text{C}$ . Al final de este período de deshidratación la determinación del oxígeno activo del producto de reacción mostró valores entre 12,36 y 12,60% lo cual corresponde a un contenido residual de agua de cristalización de 2,56 moles. Después de ello la temperatura del aire de aportación fue aumentada rápidamente a  $140-160^\circ\text{C}$ , con lo cual el aire de escape adoptó temperaturas de  $60-63^\circ\text{C}$ .

Se obtuvieron 221 kg de producto final con

un contenido de oxígeno activo de 15,6%, una superficie específica de 7,8 m<sup>2</sup>/g y un índice de abrasión de 4%. El diámetro medio de los granos fue de 0,3 mm.

5 12,5 kg de polvo se separaron del aire de deshidratación en los ciclones dispuestos detrás del secador y fueron devueltos a la producción de tetrahidrato.

Esta solicitud que corresponde a la presentada República Federal Alemana, el 19 de Septiembre de 1974 con el nº F 24 44 780.1, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

15

#### 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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

20

1ª.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal Nº 420.753, presentada el 22 de Noviembre de 1973, por: "Procedimiento para la preparación de perborato de sodio monohidratado resistente a la abrasión", realizándose dicho procedimiento por deshidra-

25

tación de perborato de sodio tetrahidratado en una corriente de aire, en el cual en el aire que circunda a los granos de cristales se ajusta una humedad relativa de 40 a 80% y la temperatura del aire de escape se ajusta a por lo menos 60°C, caracterizadas porque la humedad relativa del aire es generada mediante el agua de cristalización que se evapora.

2.<sup>a</sup>.- Mejoras según la reivindicación 1.<sup>a</sup>, caracterizadas porque la deshidratación se efectúa en dos etapas, llevándose a cabo la deshidratación en la primera etapa con una humedad relativa del aire inferior a 40% y con temperaturas del aire de escape inferiores a 60°C con una lentitud tal que el tiempo de permanencia de los granos individuales en el aparato de deshidratación sea de 2-5, preferiblemente de 3-4 horas y tras haberse eliminado 1,1-1,8 moles, preferiblemente 1,2-1,7 moles de agua de cristalización se aumenta la temperatura del aire de aportación hasta que la temperatura del aire de escape sea por lo menos de 60°C, con lo cual en el aire que circunda a los granos de cristales se ajusta una humedad relativa de 40-80%.

3.<sup>a</sup>.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 420.753, presentada el 22 de Noviembre de 1973, por: "Procedimiento para la preparación de perborato de sodio monohidratado resistente a la

abrasión.

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

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

Madrid, 12 MAR. 1976

P.A.

Fernando de Elizaburo  
Por Poder.