



Patent  
aufrechterhalten nach  
§ 12 Abs. 3 ErstrG

**DEUTSCHES PATENTAMT**

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Aufrechterhaltung kann Einspruch eingelegt werden

---

(21) Aktenzeichen:	(22) Anmeldetag:	(44) Veröff.-tag der DD-Patentschrift:	(45) Veröff.-tag der Aufrechterhaltung:
DD C 01 B / 246 918 1	31. 12. 82	12. 09. 84	24. 03. 94

---

(30) Unionspriorität:  
—

---

(72) Erfinder: Windisch, Rainer, Dipl.-Chem., 04838 Eilenburg, DE; Henze, Eberhard, 04838 Eilenburg, DE; Heinze, Gerd, Dipl.-Ing., 04838 Eilenburg, DE; Thiele, Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr. rer. nat., 04838 Eilenburg, DE; Großmann, Eberhard, Dipl.-Ing., 04838 Eilenburg, DE

(73) Patentinhaber: Eilenburger Chemie-Werk GmbH, Ziegelstr. 2, 04838 Eilenburg, DE

---

**(54) Verfahren zur Herstellung von Natriumkarbonat-Perhydrat**

---

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:  
DD 114 051

## Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Natriumkarbonat-Perhydrat durch Umsetzung von fester, rieselfähiger Soda mit Wasserstoffperoxidlösungen in einem kontinuierlichen Rohrreaktor, wobei die Zone der Umsetzung in einem mittleren Bereich des Rohrreaktors liegt, bei gleichzeitiger Trocknung des Umsetzungsgemisches mit Warmluft, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Soda bzw. die feste Phase nacheinander eine Zone A des Rohrreaktors, in der der Soda die Abluft entgegenströmt, eine Zone B, in der ein Umluftstrom in den Rohrreaktor eintritt, eine Zone C, in der aus der Abluft abgetrennter Staub eingespeist wird, eine Zone D, in der in bekannter Weise die Umsetzung bei gleichzeitiger Warmlufttrocknung abläuft, und eine Zone E, in der die Warmlufttrocknung andauert und aus der der Umluftstrom austritt, welcher über einen Wärmetauscher der Zone B zugeführt wird, passiert, wobei die frische Warmluft in den Umluftstrom und/oder die Zone D und/oder die Zone E an einer oder mehreren Stellen eingespeist wird und der Mengenstrom der Umluft denjenigen der Warmluft um das 0,5- bis 7fache übertrifft.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Umluftstrom einen Staubabscheider, vorzugsweise einen Aerozyklon, passiert und der abgeschiedene Staub dem Produkt einverleibt wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß der Umluftstrom im Wärmetauscher in seiner Temperatur um 10 bis 70 K, vorzugsweise um 20 bis 50 K, erhöht wird.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Warmluft oder eine Teilmenge derselben an einer oder mehreren Stellen der Zone E mit einer Temperatur von 50 bis 150°C, vorzugsweise von 70 bis 130°C, eingespeist wird.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Warmluft oder eine Teilmenge derselben an einer oder mehreren Stellen der Zone D mit einer Temperatur von 20 bis 50°C eingespeist wird, wobei der eingespeiste Strom über die am Boden des Rohrreaktors befindliche feste Phase führt.
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Abluft den Rohrreaktor mit einer Temperatur von 55 bis 70°C, vorzugsweise von 58 bis 65°C, und mit einer relativen Feuchtigkeit von 50 bis 80%, vorzugsweise von 55 bis 70%, verläßt.
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, **gekennzeichnet dadurch**, daß die feste Phase die Zone D in weniger als einem Drittel der Gesamtverweilzeit durchläuft, jedoch mindestens 5 Minuten in dieser Zone verweilt.
8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Zone E von der festen Phase in mehr als einem Drittel der Gesamtverweilzeit durchlaufen wird.
9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, **gekennzeichnet dadurch**, daß in der Zone E wäßrige Lösungen üblicherweise verwendeter Granulierhilfsmittel und/oder Stabilisatoren eingespeist werden und der aus der Umluft abgeschiedene Staub in diesem Fall in die Zone E zurückgeführt wird.
10. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Soda mit besonders vorgebildeter Kornstruktur eingesetzt wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

## Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Natriumkarbonat-Perhydrat aus festem, rieselfähigen Natriumkarbonat und stabilisierten wäßrigen Wasserstoffperoxidlösungen, wobei dieses Natriumkarbonat-Perhydrat als bleichende Komponente in feste Wasch- und Bleichmittelmischungen eingearbeitet werden kann.

## Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

„Trockene“ Verfahren, die auf der Umsetzung von festem, rieselfähigen Natriumkarbonat und stabilisierten wäßrigen Wasserstoffperoxidlösungen beruhen, sind seit 1914 bekannt und inzwischen in vielen Varianten und Ausführungsformen vorgeschlagen worden. Sie unterscheiden sich sowohl hinsichtlich der Reaktionsbedingungen, unter denen die Anlagerung des Wasserstoffperoxids an das Natriumkarbonat erfolgt, als auch hinsichtlich der Eigenschaften der verwendeten Rohstoffe und des erhaltenen Produktes. Ein weiteres wichtiges Merkmal ist, wie und unter welchen Bedingungen das feuchte Umsetzungsprodukt, z.B. durch Trocknung, Granulierung und/oder Mischen mit anderen Stoffen, aufgearbeitet wird und welche Substanzen zur Verhinderung der Wasserstoffperoxidzersetzung eingearbeitet werden. Für das Verständnis der „trockenen“ Verfahren sind dabei folgende Tatsachen von Bedeutung:

1. Die Umsetzung erfolgt unter Wärmeentwicklung, wobei diese Wärme aus der Reaktionsmischung abgeführt werden muß, da es sonst zur Zersetzung des Wasserstoffperoxids kommt.
2. Die Umsetzung ist, je nach den gewählten Bedingungen, mit einer mehr oder weniger starken Zersetzung des Wasserstoffperoxids verbunden, wobei pro Mol Wasserstoffperoxid etwa die dreifache Wärmemenge frei wird als bei dessen Anlagerung an die Soda.
3. Die Zersetzung wird bei starker Erwärmung sowie durch Anwesenheit von Feuchtigkeit im Zusammenhang mit der Alkalität der Soda gefördert.
4. Von entscheidender Bedeutung für die Wirtschaftlichkeit eines Verfahrens ist die Ausbeute in bezug auf das Wasserstoffperoxid.
5. Weitere wichtige Kriterien sind der Energieverbrauch, der apparative Aufwand, die Raum-Zeit-Ausbeute und die erreichbare Qualität des Produktes, d. h. vor allem seine Eignung als bleichende Komponente in Wasch- und Bleichmittelgemischen. Dabei wird die Produktqualität einerseits durch die erreichbare Lagerstabilität, d. h. durch die Erhaltung des Wasserstoffperoxidgehaltes in festen Mischungen und durch das erreichbare Bleichvermögen in flüssiger Phase, andererseits durch mechanische Eigenschaften wie Korngröße, Rieselfähigkeit etc. bestimmt.

Unter Beachtung dieser Kriterien sind bei neueren „trockenen“ Verfahren zwei grundlegende Varianten erkennbar. Diese unterscheiden sich darin, daß in einem Fall die Umsetzung und die Entfernung des eingebrachten Wassers zeitlich und meist auch räumlich getrennt erfolgen, in einem anderen Fall dagegen die Umsetzung zeitlich und räumlich vom Trocknungsprozeß überlagert wird. Beide Ausführungsformen sind in der Literatur bereits ausführlich beschrieben und in ihren Vorzügen und Nachteilen erläutert worden. Bekannt ist, daß die Variante mit gleichzeitiger Umsetzung und Trocknung einige Vorzüge aufweist, wie beispielsweise intensiver Stoff- und Wärmeaustausch zwischen fester und gasförmiger Phase und Begrenzung der in der Reaktionsmischung vorhandenen Wassermenge durch den permanenten Trocknungsvorgang, wodurch den o. g. Eigenarten dieser Umsetzung besser entsprochen wird. So werden Wasserstoffperoxidausbeuten über 90% und infolge der intensiveren Prozesse bessere Raum-Zeit-Ausbeuten erzielt als bei der anderen Variante. Hinzu kommt der Vorteil, in nur einer Verfahrensstufe ein trockenes Produkt zu erhalten. Ein solches Verfahren ist beispielsweise in der DD-PS 114051 beschrieben. Dieses zeichnet sich dadurch aus, daß die Umsetzung im mittleren Teil eines kontinuierlich arbeitenden Rohrreaktors erfolgt, wobei die Wasserstoffperoxidlösung auf die ständig bewegte feste Phase aufgesprüht wird. Gleichzeitig wird mit im Gegenstrom zur festen Phase geführter Warmluft getrocknet. Dabei wird in einfacher Weise mit einer Wasserstoffperoxidausbeute über 90% und bei guter Raum-Zeit-Ausbeute ein Produkt erhalten, welches allen genannten Anforderungen weitgehend entspricht. Ein weiterer Vorteil besteht in der Ausnutzung der Reaktionswärme und dem geringen spezifischen Energieverbrauch, so daß mit diesem Verfahren im Vergleich zu anderen bekannten Verfahren eine überaus wirtschaftliche Variante gegeben ist. Jedoch ist auch dieses Verfahren mit Mängeln behaftet, deren Ursachen im Wesen der ablaufenden Prozesse zu suchen sind. Ein solcher Mangel besteht z. B. darin, daß durch die Gegenstromführung der Warmluft ein bereits nahezu trockenes Produkt in unmittelbarem Kontakt mit der zugeführten Warmluft hoher Temperatur und niedriger Feuchtigkeit gebracht wird. Um dabei einerseits die Wasserstoffperoxidzersetzung zu begrenzen, andererseits eine Verschlechterung der Produktstabilität durch irreversible Schädigung des Stabilisatorsystems (siehe DD-PS 140140) entgegenzuwirken, ist eine schonende Trocknung bei verminderter Warmlufttemperatur anzustreben. Da jedoch der einzubringende Wärmehalt der Luft durch die Stoff- und Wärmebilanzen des kombinierten Reaktions-Trocknungsprozesses vorgegeben ist, muß bei einer Verringerung der Temperatur zwangsläufig auch die zugeführte Luftmenge erhöht werden. Durch die dann höhere Strömungsgeschwindigkeit nimmt der Staubaustrag zu bzw. es muß bei gleichem Staubaustrag mit einem geringen Produktdurchsatz gearbeitet werden. Einer weiteren Erhöhung der Raum-Zeit-Ausbeute sind dadurch Grenzen gesetzt. Obwohl es von Vorteil ist, ein einstufiges kontinuierliches Verfahren zu haben, ist in diesem Fall durch die Gegenstromführung der Warmluft eine unerwünschte Verknüpfung des Feststofftransportes im Rohrreaktor mit dem Verlauf der Trocknungsprozesse gegeben. So führt die Gegenströmung der Warmluft zu einer Rückversetzung fester Teilchen entgegen ihrer Transportrichtung, wobei der Grad dieser Rückversetzung vom jeweiligen Wassergehalt der festen Phase mitbestimmt wird. Gleichermaßen beeinflusst die Teilchengröße der Soda den Grad der Rückversetzung. Dadurch ergibt sich für unterschiedliche Betriebszustände des Rohrreaktors auch ein unterschiedliches Verweilzeitverhalten der festen Phase und darüber hinaus eine abweichende Verweilzeitverteilung auch für die unterschiedlichen Kornfraktionen innerhalb der festen Phase. Die Komplexität und Kompliziertheit dieser Vorgänge liegt auch darin begründet, daß sich Trocknungsverlauf und Transportprozesse auf der einen Seite und die Umsetzung von Wasserstoffperoxid mit Soda und die Zersetzung des Wasserstoffperoxids auf der anderen Seite, insbesondere durch die energetischen Effekte, gegenseitig beeinflussen. Bei technischen Reaktoren ist es deshalb schwierig, einen stationären Betriebszustand im optimalen Bereich stabil aufrechtzuerhalten. Durch den dargestellten Mechanismus ausgelöste Verweilzeit- oder Füllgradschwankungen mit Auswirkungen auf die Produkteigenschaften lassen sich meist nicht völlig vermeiden. Bereits geringfügige, mitunter kaum beeinflussbare Änderungen der Eingangsgrößen, z. B. die Korngrößenzusammensetzung der verwendeten Soda, können zu deutlichen Veränderungen des stationären Betriebszustandes führen. Ein weiterer Mangel des Rohrreaktorverfahrens besteht darin, daß aus der Abluft abgetrennter Staub rückgeführt wird und dieser auf Grund der Gegenströmung der Abluft erneut ausgetragen werden kann. In der Folge reichert sich dieser Kreislauf insbesondere mit feinsten Partikeln so lange an, bis die Transportkapazität der Abluft voll ausgeschöpft wird. Der dadurch bedingte größere Anfall von Staub erfordert höhere Aufwendungen zu seiner Abscheidung aus der Abluft und Rückführung in den Reaktor.

Ein weiterer Mangel besteht darin, daß das Produkt des Rohrreaktorverfahrens inhomogen zusammengesetzt ist. Auf Grund unterschiedlicher Verweilzeit beim Durchlaufen der Umsetzungszone erhalten kleinere Partikel einen über- und größere einen unterdurchschnittlichen Wasserstoffperoxidgehalt.

Eine weitere Einschränkung für den Einsatz der Produkte des Rohrreaktorverfahrens ergibt sich dadurch, daß es nicht gelingt, nach diesem Verfahren ein nahezu stöchiometrisch, d. h. entsprechend der Formel  $2 \text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}_2$ , zusammengesetztes Produkt auf wirtschaftliche Weise zu erzeugen, da in einem solchen Fall eine verminderte Wasserstoffperoxidausbeute eintritt.

## Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein „trockenes“ Verfahren zur Herstellung von Natriumkarbonat-Perhydrat, welches auf dem Prinzip eines kombinierten Reaktions-Trocknungsprozesses beruht und die den fortgeschrittensten derartigen Verfahren anhaftenden dargestellten Mängel überwindet.

## Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist ein Verfahren, bei dem es durch geeignete Führung der Stoff- und Wärmeströme innerhalb eines Rohrreaktors gelingt, ein qualitativ verbessertes Natriumkarbonat-Perhydrat bei erhöhter Raum-Zeit-Ausbeute zu erhalten. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß in einem kontinuierlichen Rohrreaktor die Soda bzw. die feste Phase nacheinander eine Zone A des Rohrreaktors, in der der Soda die Abluft entgegenströmt, eine Zone B, in der ein Umluftstrom in den Rohrreaktor eintritt, eine Zone C, in der aus der Abluft abgetrennter Staub eingespeist wird, eine Zone D, in der in bekannter Weise die Umsetzung bei gleichzeitiger Warmlufttrocknung abläuft, eine Zone E, in der die Warmlufttrocknung andauert und aus der der Umluftstrom austritt, welcher über einen Wärmetauscher der Zone B zugeführt wird, passiert, wobei die frische Warmluft in den Umluftstrom und/oder die Zone D und/oder die Zone E an einer oder mehreren Stellen eingespeist wird und der Mengenstrom der Umluft denjenigen der Warmluft um das 0,5- bis 7fache übertrifft. Dabei passiert der Umluftstrom einen Staubabscheider, vorzugsweise einen Aerozyklon, wobei der abgeschiedene Staub dem Produkt einverleibt wird. Der Umluftstrom wird im Wärmetauscher in seiner Temperatur um 10 bis 70 K, vorzugsweise um 20 bis 50 K, erhöht. Die Warmluft wird an einer oder mehreren Stellen entweder der Zone E mit einer Temperatur von 50 bis 150°C, vorzugsweise von 70 bis 130°C, oder der Zone D mit einer Temperatur von 20 bis 50°C, oder aber in einer gemischten Form, eingespeist. Die Abluft verläßt den Rohrreaktor mit einer Temperatur von 55 bis 70°C, vorzugsweise von 58 bis 65°C, und einer relativen Feuchtigkeit von 50 bis 80%, vorzugsweise 55 bis 70%.

So wurde gefunden, daß durch die Überlagerung der Warmluftströmung im Rohrreaktor mit einem Umluftstrom in erfindungsgemäßer Größe die feste Phase nacheinander durch einen Bereich mit Gegenstromführung und einen Bereich mit Gleichstromführung der Warmluft geführt werden kann und dabei Vorteile für die Durchführung des kombinierten Reaktions-Trocknungsprozesses entstehen.

Es ist bekannt, daß eine Umlufttrocknung mit Führung des Umluftstromes über einen Wärmetauscher generell zu schonenden Trocknungsbedingungen führt, da bei gleichgroßer Trocknungskapazität wie bei einmaliger Luftvorwärmung die Eintrittstemperatur der Warmluft beliebig verringert werden kann. In erfindungsgemäßer Weise wird der erwärmte Umluftstrom zunächst durch die Umsetzungszone geführt, um dort durch eine intensive Trocknung einen Großteil des mit der Wasserstoffperoxidlösung eingespeisten Wassers zu entfernen, das Reaktionsmilieu trocken zu halten und die freiwerdende Reaktionswärme möglichst vollständig für den Trocknungsvorgang aufzubrauchen. In der darauffolgenden Zone E wird die Trocknung dann fortgeführt, wobei sich deren Intensität zunehmend verringert und somit der Gefahr einer Überhitzung des nahezu trockenen Produktes, wie sie beim Gegenstromverfahren besteht, begegnet wird. Durch die Zuführung eines Teils der Wärme mit dem Umluftstrom gelingt es, unabhängig von der Temperatur der frischen Warmluft die gewünschte Ablufttemperatur und -feuchtigkeit einzustellen. Derartige gewünschte Abluftzustände sind im Falle einer einmaligen Vorwärmung der Luft, wie sie beispielsweise dem Gegenstromverfahren eigen ist, nur unter nachteiligen Folgen für die Ausbeute an Wasserstoffperoxid und für die Produktqualität zu erreichen. Demgegenüber können derartige Abluftzustände mit der erfindungsgemäßen Verfahrensweise erreicht und damit die Raum-Zeit-Ausbeuten verbessert werden, ohne daß nachteilige Folgen entstehen. Dabei wird frische Warmluft im Bereich der Zone E so eingespeist, daß einer zu starken Abkühlung entgegengewirkt wird. Nunmehr tritt die Abluft in gleichem Maße, wie frische Warmluft in den umlaufenden Strom eingespeist wird, aus diesem aus und verläßt den Rohrreaktor im Gegenstrom zur eingespeisten Soda, wobei sich in der Abluft befindliches Wasserstoffperoxid in bekannter Weise an die Soda anlagert und dieses somit rückgewonnen wird. Durch die erfindungsgemäße Einspeisung des Umluftstromes in die Zone B ist es somit möglich, den Reaktions-Trocknungsprozeß unter Gleichstrombedingungen ablaufen zu lassen und dennoch die Abluft aus diesem Prozeß mit der eingespeisten Soda in Kontakt zu bringen, worin eine Voraussetzung für eine gute Wasserstoffperoxidausbeute besteht. Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung wird der Umluftstrom nach der Entnahme aus der Zone E entstaubt, wodurch ein Rücktransport von trockenem Produkt in die Umsetzungszone bzw. die Zone A verhindert wird. Dadurch und durch den Umstand, daß die Strömung in beiden Richtungen von der Zone B weggeführt, wird einer Verflechtung der Transportprozesse über den gesamten Rohrreaktor, die beispielsweise beim Gegenstromverfahren zu nachteiligen Wirkungen führen, entgegengewirkt. Gleichermaßen gelingt es, die Anreicherung von feinsten Teilchen im Kreislauf der Abluftentstaubung zu verhindern, indem der abgefilterte Staub in die Zone C, also in einen Gleichstrombereich, eingeführt wird. Somit kann jedes Teilchen nur einmal mit der Abluft ausgetragen werden und passiert nach der Rückführung in den Rohrreaktor zwangsläufig die Zonen D und E, wobei die erneute Rückführung in die Zone A über die Umluft durch o. g. Entstaubung der Umluft verhindert wird. Obwohl mit der Entstaubung der Umluft und der Abluft insgesamt eine wesentlich größere Luftmenge zu behandeln ist als beim einfachen Gegenstromverfahren, ist diese Verfahrensweise von Vorteil. Der Grund dafür besteht darin, daß die Entstaubung der Umluft unvollständig sein und beispielsweise in einfacher Weise in einem Aerozyklon erfolgen kann, wodurch nur geringe zusätzliche Aufwendungen entstehen. Demgegenüber muß die Abluft gefiltert werden, wobei in erfindungsgemäßer Weise der Staubanfall an dieser Stelle verringert wird und keine Anreicherung von feinsten Partikeln im Filterkreislauf erfolgt, wie dies beim Gegenstromverfahren der Fall ist. Somit kann mit nur unwesentlichen apparativen Aufwendungen bei gleichem Staubanfall in der Abluft wie beim Gegenstromverfahren eine größere Luftmenge durch den Rohrreaktor geführt bzw. die Strömungsgeschwindigkeit erhöht werden. Dadurch ergeben sich zusätzliche Möglichkeiten zur Erhöhung der Raum-Zeit-Ausbeute. Durch die Gleichstromführung von fester Phase und Warmluft in den Zonen C, D und E werden kleinere Teilchen durch die Luftströmung schneller durch den Rohrreaktor geführt als größere Teilchen. Dies ist günstig für den Verlauf der schonenden Trocknung, da kleinere Teilchen ohnehin schneller trocken werden und danach nicht mehr so lange im Rohrreaktor verweilen. Von besonderem Vorteil ist aber, daß unter diesen Bedingungen ein Produkt erhalten wird, bei dem Teilchen verschiedener Größe einen nahezu gleichen Gehalt

an Wasserstoffperoxid aufweisen und insgesamt Produkte mit einheitlich höherem Gehalt an Wasserstoffperoxid auf wirtschaftliche Weise erhalten werden können.

Weitere Merkmale vorliegender Erfindung betreffen die vorteilhafte Führung der Warm- und Umluftströme. Erfindungsgemäß wird die Temperatur des Umluftstromes im Wärmetauscher um 10 bis 70 K erhöht. Die jeweils erforderliche Temperaturdifferenz richtet sich dabei nach der zuzuführenden Wärmemenge und der Größe des Umluftstromes. Bei zu kleinen Temperaturdifferenzen ist entweder ein gegenüber dem Warmluftstrom sehr großer Umluftstrom erforderlich oder die Warmluft muß bereits mit einer hohen Temperatur eingespeist werden. Zu große Temperaturdifferenzen bedeuten indes, daß im Rohrreaktor ein großes Temperaturgefälle entsteht, wobei die Umsetzungszone thermisch unnötig belastet wird. Als besonders vorteilhaft erwies sich deshalb eine Temperaturerhöhung der Umluft von 20 bis 50 K.

Für die Zuführung der Warmluft sind mehrere Möglichkeiten gegeben. Wird die Warmluft in die Zone E eingespeist, so ist diese auf 50 bis 150°C, vorzugsweise auf 70 bis 130°C, vorzuwärmen. In vorteilhafter Weise wird die Luft soweit erwärmt, daß der Trocknungsprozeß nicht zum Erliegen kommt, aber die Temperatur der Mischung aus Warmluft und Umluft 70°C nicht übersteigt.

In einer anderen Weise kann die Warmluft oder ein Teil derselben auch in den Umluftstrom außerhalb des Rohrreaktors eingeführt werden. Wird jedoch die Warmluft direkt in die Umsetzungszone D eingeführt, so kann diese ohne oder mit geringer Vorwärmung angewendet werden, da in der Umsetzungszone in der festen Phase Wärme freigesetzt wird. Bei dieser Ausführungsform wird der Luftstrom mit einer Temperatur von 20 bis 50°C direkt über die feste Phase geführt, wobei eine Wärmeabfuhr sowohl durch den Trocknungsprozeß als auch durch die Anwärmung der Luft selbst erfolgt. Da diese in der festen Phase freiwerdende Wärme nicht ausreicht, eine vollständige Trocknung herbeizuführen, wird im Anschluß daran mit der zunehmend mit Umluft vermengten Luft weitergetrocknet, wobei die fehlende Wärme mit der Umluft zugeführt wird. Auch eine gemischte Form der Warmluftzuführung kann angewendet werden.

In vorteilhafter Weise wird die Zufuhr von Wärme und Luft so geregelt, daß eine Abluft gebildet wird, die eine Temperatur von 55 bis 70°C, vorzugsweise von 58 bis 65°C, und eine relative Feuchtigkeit von 50 bis 80%, vorzugsweise von 55 bis 70%, aufweist. In einem solchen Fall kann mit einem Minimum an Luft ein Maximum an Wasser abgeführt werden, wobei noch gute Ausbeuten an Wasserstoffperoxid möglich sind.

Nach einem weiteren Merkmal der Erfindung soll die feste Phase die Umsetzungszone in weniger als einem Drittel der Gesamtverweilzeit passieren. Diese Zeit ist ausreichend dafür, daß ein großer Teil des Wassers in dieser Zone verdampft werden kann. Jedoch darf diese Verweilzeit nicht unter fünf Minuten betragen, da sonst die Anlagerung des Wasserstoffperoxids an die Soda in unzureichendem Maß abgeschlossen wird. In der Zone E verweilt das noch feuchte Gemisch dann bis zum Abschluß der Trocknung, wozu mehr als ein Drittel der Gesamtverweilzeit vorgesehen ist. In bekannter Weise ist es möglich, die Körnung des Produktes durch Granulieren zu verbessern, wozu im Bereich der Zone E Lösungen von Granulierhilfsmitteln eingespeist werden können. Auch eine zusätzliche Zuführung von Stabilisatoren ist möglich. Wird eine solche Ausführungsform des Verfahrens gewählt, so bestehen durch die verbesserte Trocknungsintensität günstige Bedingungen für die Abführung des mit solchen Lösungen zusätzlich eingespeisten Wassers.

In einer anderen Ausführungsform des Verfahrens kann in bekannter Weise eine Soda mit vorgebildeter Kornstruktur eingesetzt werden.

Eine Ausführungsform des Verfahrens ist, bei gleichzeitiger Darstellung verschiedener Möglichkeiten der Warmlufteinspeisung, in Figur 1 dargestellt. Die Soda a wird in die Zone A des Rohrreaktors eingespeist. Die darauf aufbauende feste Phase durchläuft den Rohrreaktor und verläßt diesen als trockenes Produkt b. Aus der Zone A wird von der Abluft h Soda bzw. Sodastaub i ausgelesen. Die im Filter J aus der Abluft zurückgewonnene Soda wird dann in die Zone C eingespeist. In der Zone D wird die Wasserstoffperoxidlösung c auf die feste Phase aufgesprüht, während in der Zone E das Aufsprühen von Lösungen d, die Granulierhilfsmittel und/oder Stabilisatoren enthalten, vorgesehen ist. Die Warmluft e kann in die Zone E und/oder in den Umluftstrom f eingespeist werden. Der Umluftstrom selbst wird dem Rohrreaktor am produktseitigen Ende entnommen, wobei die mitgeführten Produktteilchen g in einem Aerozyklon F abgeschieden werden. Diese werden dem Produkt einverleibt bzw. im Fall einer Granulierung in die Zone E zurückgeführt. Der entstauete Umluftstrom wird vom Gebläse C angesaugt und einem Wärmetauscher H zugeführt, der mit Dampf k betrieben wird. Der erwärmte Umluftstrom wird in die Zone B geleitet, wo er sich in einen Zweigstrom, der die Abluft i bildet, und einen anderen Zweigstrom, der erneut umläuft, aufteilt. Eine weitere Möglichkeit zur Warmlufteinspeisung besteht darin, daß ein nicht oder nur gering vorgewärmter Luftstrom j in die Zone D eingeführt wird. Das erfindungsgemäße Verfahren soll anhand des folgenden Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

### Ausführungsbeispiel

Zur Herstellung von Natriumkarbonat-Perhydrat wurde ein als isoliertes Drehrohr ausgebildeter Rohrreaktor mit folgenden technischen Daten verwendet:

Gesamtlänge 5000 mm

Durchmesser 1200 mm

Drehzahl  $8 \text{ min}^{-1}$

Das Drehrohr enthielt im mittleren Teil 2 Druckluftzerstäuberdüsen, die in die Zone D einmündeten, zum Versprühen von Wasserstoffperoxidlösungen c. Die Drehrohrinnenwand war in axialer Richtung mit Mitnehmerblechen von 80 mm Breite und 120 mm Abstand versehen. Dieser Rohrreaktor wurde in einer der Fig. 1 gemäßen Weise mit den Bestandteilen der Umluftführung F, G und H und einer Vorrichtung zur Abluftentstäubung, dem Filter I, verbunden. Dabei wurde die Rohrleitung zur Einspeisung des Umluftstromes f in die Zone B von der Abluftseite her 800 mm in axialer Richtung in das Drehrohr hineingeführt.

Der Filter I war mit der Zone C des Drehrohres mit einer Förderschnecke zur Rückführung des aus der Abluft h abgeschiedenen Sodastaubes i verbunden, die in gleicher Weise 1400 mm in das Drehrohr hineinführte. Zur Einspeisung der Warmluft e in die Zone E wurde eine Rohrleitung mit 2 Austrittsöffnungen von der Produktseite her eingeführt. Die Austrittsöffnungen waren 1800 mm bzw. 1400 mm vom Ende des Drehrohres entfernt.

Der für die Anwärmung des Umluftstromes f verwendete Wärmetauscher H enthielt in einem Rechteckkanal ein von Dampf k durchströmtes Heizregister aus glatten Rohren.

In erfindungsgemäßer Weise wurde dem Rohrreaktor bei einem ersten Versuch 187 kg/h Soda a in der Zone A zugeführt. Die verwendete Soda a bestand zu 82 % aus Teilchen mit einer Korngröße von 0,05 bis 0,15 mm. Nach dem Durchlaufen der Zonen B und C wurde die Soda a einschließlich des abgeschiedenen Sodastaubes i in der Zone D mit 56,7 kg/h 100%igem Wasserstoffperoxid in Form einer 70 Ma.-%igen wäßrigen Lösung c behandelt. Die Lösung c enthielt kolloidal gelöstes Magnesiumsilikat und EDTA. Gleichzeitig wurde über das Warmluftleitrohr Warmluft e in einer Menge von 345 kg/h bei einer Temperatur von 85°C in die Zone E eingespeist. Der Umluftstrom f wurde auf 1040 kg/h eingestellt. Das aus der Zone E austretende trockene Produkt b wurde mit dem aus dem Umluftstrom f im Aerozyklon F zurückgewonnenen Produktstaub g vereinigt. In der gleichen Apparatur wurde in einem weiteren Versuch in gleicher Weise Soda a in einer Menge von 244 kg/h mit 73,5 kg/h 100%igem Wasserstoffperoxid in Form der o. g. wäßrigen Lösung c umgesetzt. Die Menge der Warmluft e wurde bei unveränderter Temperatur auf 390 kg/h erhöht. Der Umluftstrom f hatte eine Größe von 1170 kg/h.

In einem ebenfalls auf gleiche Weise durchgeführten dritten Versuch wurde Soda a in einer Menge von 151 kg/h mit 72,9 kg/h 100%igem Wasserstoffperoxid in Form der o. g. wäßrigen Lösung c umgesetzt. Dabei wurde die Menge der Warmluft e nicht weiter verändert. Die Größe des Umluftstromes f wurde gegenüber dem 2. Versuch ebenfalls nicht verändert.

Bei diesen 3 Versuchen wurde die Wärmezufuhr an den Umluftstrom f durch Regelung des Dampfes k so eingestellt, daß ein gut getrockneter Produktstrom erhalten wurde.

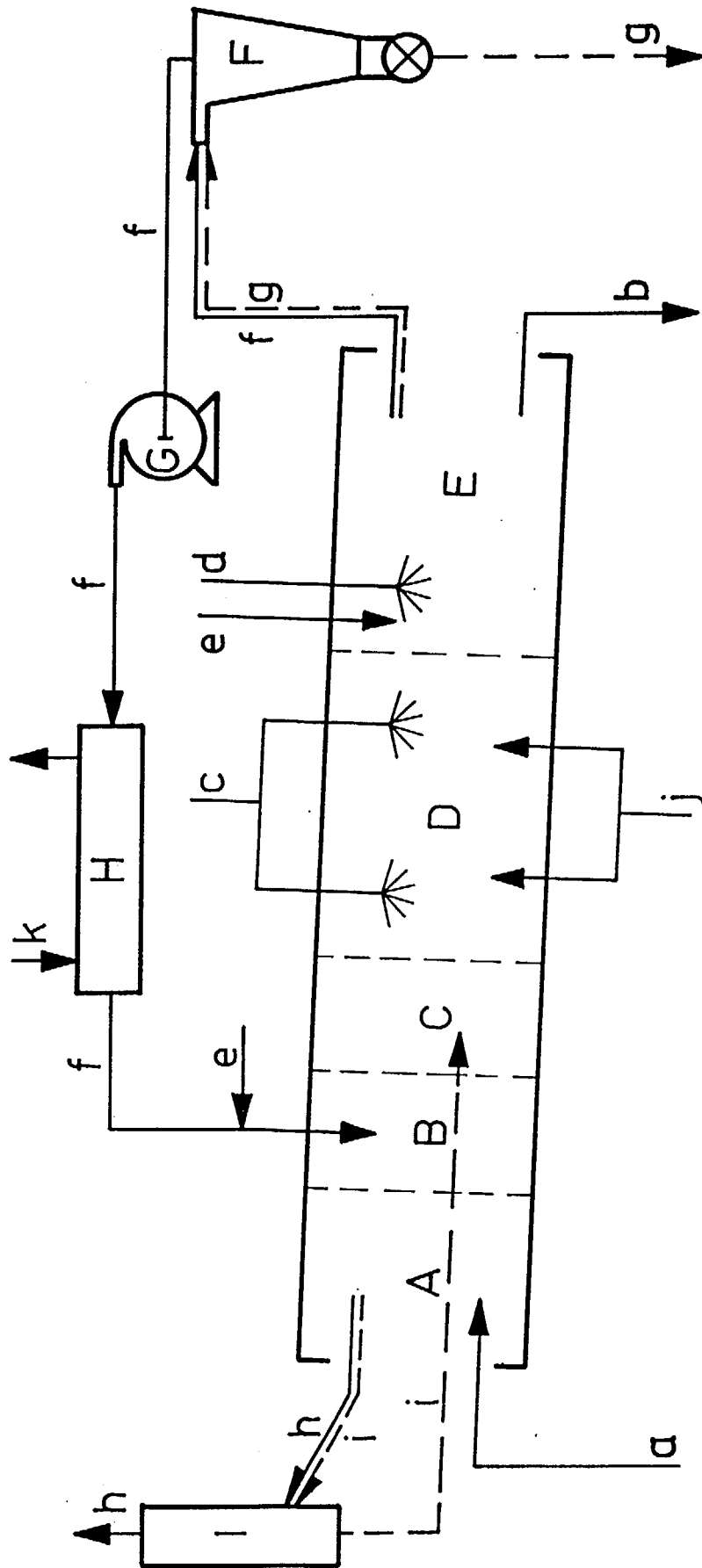
Die im stationären Zustand ermittelten Ergebnisse der Versuche sowie einige erreichte spezifische Werte sind in nachfolgender Tabelle zusammengestellt:

Versuch	1	2	3
Produktstrom, gebildet vom Produkt b und dem Produktstaub g, in kg/h	245	320	220
Gehalt an Wasserstoffperoxid im Produktstrom in Ma.-%	22,3	21,9	31,0
Ausbeute an Wasserstoffperoxid in %	96,2	95,4	93,5
Restfeuchte im Produktstrom in Ma.-%	1,1	1,5	0,5
Temperatur der Abluft h in °C	58	62	62
Menge der Warmluft e in kg pro kg Produkt	ca. 1,4	ca. 1,2	ca. 1,8
Temperaturdifferenz der Umluft f im Wärmetauscher H in K	24	22	27
Gehalt an Wasserstoffperoxid in Ma.-% für Produktteilchen			
> 0,2 mm	22,0	21,3	30,4
< 0,05 mm	22,4	22,1	31,2

Vergleichsweise wurde in einem gleichartigen Rohrreaktor, der nach dem Gegenstromverfahren arbeitet, ein maximaler Produktstrom von 250 kg/h eines ca. 22 Ma.-%igen Produktes erhalten, wobei die Ausbeute 91 bis 93% betrug. Für die Trocknung wurden in diesem Fall 400 kg/h Luft mit Temperaturen von 100 bis 130°C eingespeist. Der Wasserstoffperoxidgehalt unterschiedlicher Kornfraktionen unterschied sich dabei um 4 bis 8 Ma.-%, wobei feine Anteile den höchsten Wasserstoffperoxidgehalt aufwiesen. Bei der Herstellung von Produkten mit einem Wasserstoffperoxidgehalt von 30 Ma.-% ging die Ausbeute generell auf Werte unter 90% zurück, wobei die Ausbeute bei weiter steigender Wasserstoffperoxidzuführung mit wachsender Schnelligkeit absank.

#### Aufstellung der Bezugszeichen

- A Zone A
- B Zone B
- C Zone C
- D Zone D
- E Zone E
- F Aerozyklon
- G Gebläse
- H Wärmetauscher
- I Filter
- a Soda
- b Produkt
- c Wasserstoffperoxidlösung
- d Lösungen von Granulierhilfsmitteln und/oder Stabilisatoren
- e Warmluft
- f Umluftstrom
- g Produktstaub
- h Abluft
- i Sodastaub
- j Luftstrom ohne oder mit geringer Vorwärmung
- k Dampf



Figur 1