



NORGE
[NO]

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 137319

(51) Int. Cl.² C 01 B 15/12

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

(21) Patensøknad nr. 50/72
(22) Inngitt 12.01.72
(23) Løpedag 12.01.72

(41) Alment tilgjengelig fra 14.07.72
(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 31.10.77

(30) Prioritet begjært 13.01.71, Frankrike, nr. 71/00900

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte for fremstilling av perboratpartikler med den totale kjemiske formel $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

(71)(73) Søker/Patenthaver PRODUITS CHIMIQUES UGINE KUHLMANN,
10 rue du Général Foy,
F- Paris,
Frankrike.

(72) Oppfinner PAUL MOLLARD,
Sainte Foy les Lyon,
Frankrike.

(74) Fullmektig Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk patent nr. 105918 (12i-15/12)
Britisk patent nr. 1211228 (C 01 D 11/00)
BRD patent nr. 901287 (12i-15/12)
BRD utl. skrift nr. 1240833 (12i-15/12)
BRD off. skrift nr. 1922645 (12i-15/12)

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av krystallisert natriumperborat med den totale formel $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, spesielt partikler av dette perborat med meget høy tilsynelatende tetthet, og som oppviser utmerket mekanisk styrke.

Man vet at de forskjellige fremgangsmåter som praktisk tillempes for fremstilling av natriumperborat, omfatter fremstilling av en oppløsning, som er overmettet med dette perborat, fra hvilken oppløsning man krystalliserer partikler med forskjellige former, fra hvilke man fraskiller morvæsken.

For å oppnå slike oppløsninger lar man et oksydasjonsmiddel, f.eks. hydrogenperoksyd og/eller natriumperoksyd, virke

137319

på et borderivat, f. eks. et borat eller boraks, eventuelt i nærvær av natriumhydroksyd. Man kan derunder oppnå en betydelig grad av overmettetthet, eventuelt i nærvær av en stabilisator, f. eks. magnesiumsilikat.

Idet man går ut fra slike overmettede oppløsninger kan man oppnå forskjellige former av partikler, og man har forsøkt å fremstille partikler, som egner seg for forskjellige anvendelser for perboratet, likesom for de ytterligere krav som kan stilles av brukeren.

Forskningen har i første rekke vært rettet mot å redusere støvmengden. Hvis man således ikke tar noen forsiktighetsregler, har de oppnådde partikler meget fin og dispers partikkelstørrelsesfordeling, hvilket etter at partiklene er tørket, fører til en vesentlig avgivelse av meget sjenerende støv under håndteringen av perboratet og anvendelsen av blandinger av husholdningspulver med sammensetninger hvor dette inngår. Varierende partikkelstørrelsesfordeling og vanskelighetene med på en reproducerbar måte å gjenta fremgangsmåten for fremstilling av partiklene, er dessuten faktorer som gjør det vanskelig å holde doseringen av disse pulverblandinger konstant.

I det franske patentskrift nr. 1.187.352 er beskrevet en kontinuerlig fremgangsmåte for fremstilling av perboratpartikler, hvilken fremgangsmåte resulterer i et produkt med ubetydelig dispers partikkelstørrelsesfordeling og fritt for støv. Denne fremgangsmåte muliggjør samtidig en isolering i samme apparat, uten ytre siktning, av fraksjoner med ubetydelig dispers partikkelstørrelsesfordeling, f. eks. mellom 100 og 300 μm eller mellom 200 og 500 μm og med relativt høy tilsynelatende densitet, som f. eks. kan gå opp til ca. 650 g/l.

Man har videre forsøkt å fremstille partikler med meget lavere tilsynelatende tetthet, dvs. en tetthet som nærmer seg den de andre pulverformede produkter har, med hvilke perboratet blandes for fremstilling av forskjellige husholdningspulver. Formålet har vært å unngå en oppdeling av blandingene under de forskjellige operasjoner som disse utsettes for. I det franske patentskrift nr. 1.436.629 beskrives f. eks. en fremgangsmåte, ved hjelp av hvilken man kan fremstille hule partikler, fri for støv, for hvilke partikler den tilsynelatende tetthet kan reguleres mellom 380 og 450 g/l.

Andre måter hvorved det oppnåes partikler med lav til-

137319

synelatende tetthet er beskrevet f.eks. i fransk patentskrift nr. 1.229.652, som omtaler tilsynelatende tettheter mellom 250 og 500 g/l, uten at det forekommer noen ytre sortering. Ved denne fremgangsmåte utfører man krystalliseringen med meget vesentlig overmettetet, mellom 4 og 12, relativt lav temperatur, av størrelsesordenen $0 - 15^{\circ}\text{C}$, og en omrøring som man kan betegne som normal.

Man har likeledes forsøkt å forbedre oppløsningshastigheten hos partiklene i vann. De lette partikler som omtales i det franske patentskrift nr. 1.436.629 er lettløselige. Tilleggs-patentet 76.697 til det franske patent nr. 1.229.652 beskriver en annen fremgangsmåte for forbedring av oppløsningshastigheten for perboratpartikler. Ifølge denne fremgangsmåte tilveiebringer man krystalliseringen i nærvær av et fuktemiddel. Den tilsynelatende tetthet for de oppnådde partikler går opp til 340 g/l - 470 g/l, hvilket ligger innen det intervall som er angitt i det franske patentskrift nr. 1.229.652.

De beskrevne partikler, spesielt de lette partikler, er relativt sprø, hvilket medfører ulemper når de skal transporteres med moderne anordninger, som ved pneumatisk transport eller ved transport i fluidisert tilstand, og ved anvendelse av moderne doseringsmateriale, hvor deres oppdeling fører til at det dannes støv, samt til at den tilsynelatende tetthet varierer og modifiseres på en måte som ikke kan forutsies. Man gjenfinner således de ulemper man møtte tidligere og en ytterligere usikkerhet ved anvendelsen av moderne doseringsanordninger.

Foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av kompakte partikler av natriumperborat med den totale formel $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ og med hovedsakelig sfærisk form, hvis tilsynelatende tetthet kan reguleres mellom 700 og 850 g/l.

Forskjellen mellom den vanlige partikkelform og den som partiklene som fremstilles ifølge oppfinnelsen har, er åpenbar, slik som det fremgår av de vedlagte figurer. Figur 1, 2, 3 og 4 representerer partikler ifølge oppfinnelsen med en tilsynelatende tetthet på 790 g/l. Figurene 5, 6 og 7 representerer partikler fremstilt ifølge fremgangsmåten i det franske patentskrift nr. 1.187.352 med en tilsynelatende tetthet på 550 g/l. Som den angitte skala viser er hver figur et fotografi tatt med forstørrelse 29 ganger for figurene 1 og 5, 255 ganger for figurene 2 og 6, 510 ganger for figur 3 og 5000 ganger for figurene 4 og 7.

En sammenligning mellom figurene 1 og 5 viser allerede generelt en forskjell i partiklenes form. Denne forskjell fremgår enda tydeligere av figurene 2 og 6 samt 4 og 7 i tiltagende forstørrelse. Man kan av disse figurer se at partiklene som fremstilles ifølge oppfinnelsen er dannet ved forstørrelse av initialpartikler med avsetning av materiale på et lite antall forstørrelsessentra, mens de tidligere kjente partikler utgjøres av små individuelle krystaller, som er dannet i ikke ordnede retninger. Tomrommene mellom fraksjonene i en og samme partikkel viser seg ved disse kraftige forstørrelser å ha forskjellig form: ikke meget tallrike mellom relativt stort og meget tett materiale, hvilket gjelder for partiklene som fremstilles ifølge oppfinnelsen, meget tallrike mellom meget små enkelte krystaller, som gjelder for tidligere kjente partikler.

Den mekaniske styrke hos partiklene som fremstilles ifølge oppfinnelsen er blitt prøvet ved hjelp av to metoder, nemlig på den ene side ved hjelp av maling, og på den annen side som styrke mot slitasje.

For måling av motstandsstyrken mot maling anvendes en horisontal stålsylinder med indre dimensjoner på 110 mm diameter og 115 mm's dybde. Denne horisontale sylinder ble drevet av en anordning med variabel hastighet. I sylinderen ble den prøve som skulle testes plasert, og den hadde i alminnelighet en vekt på 50 g, samt åtte stålkuler med 20 mm diameter og en vekt på 33,5 g. Sylinderen ble helt lukket til, og ble rotert i 6 minutter. Den anvendte rotasjonshastighet var i alminnelighet 150 omdr./min. Innen prøven ble plasert i sylinderen, ble det foretatt en vurdering av partikkelstørrelsesfordelingen i prøven ved hjelp av sikter med siktåpninger på 417, 246, 147 og 53 μ m. Samme måling ble foretatt etter malingen.

For måling av partiklenes motstand mot slitasje, anvendes et glassrør, som var 1.460 mm langt og hadde en indre diameter på 27 mm. Ved den nedre ende av dette rør var det et munnstykke med 0,5 mm diameter, gjennom hvilket man kunne føre inn en nitrogenstrøm. Ved hjelp av måleanordninger ble nitrogentrykket mellom røret og munnstykket liksom også mengden av nitrogengass målt. Et trykk på 2 kg ble påtrykket, mens nitrogenmengden av 500 l/time, og forsøks tiden var 5 minutter. Man anbragte perboratprøven i glassrøret, lukket den øvre ende av røret med en meget fin sikt og innførte nitrogengassen under de ovenfor angitte betingelser. Likesom for testen for bestemmelse av

motstandskraften mot maling, utførte man en partikkelstørrelsesanalyse av prøven før og etter, hvorunder det ble anvendt etter hverandre plaserte sikter med siktåpninger 589, 417, 246, 149, 74 og 53 μm .

Bakgrunnen for fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen er følgende: mens det er kjent at tilsetning av visse fuktemidler til den overmettede oppløsning, fra hvilken perboratpartiklene krystalliserer, har den effekt at de øker oppløsningshastigheten for disse partikler uten å påvirke deres form og tilsynelatende tetthet, har det nå overraskende vist seg at visse fuktemidler har den effekt at de samtidig øker den mekaniske styrke og den tilsynelatende tetthet for perboratpartikler, som har krystallisert fra en oppløsning overmettet på perborat.

Det nye og karakteristiske for oppfinnelsen sammenliknet med tidligere kjente fremgangsmåter for fremstilling av perboratpartikler med den kjemiske formel $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot 2.3\text{H}_2\text{O}$ ved krystallisering av disse partikler ut fra en oppløsning overmettet på perborat, består i at man i nevnte oppløsning innarbeider minst ett overflateaktivt anionisk stoff som inneholder minst én sulfat- og/eller sulfonatgruppe som er bundet til minst én alkyl- hydrokarbonkjede med 8-22 karbonatomer og som dessuten omfatter minst én umettet binding og minst ett heteroatom i form av oksygen.

Ifølge en foretrukket utførelsesform for oppfinnelsen innfører man dessuten i nevnte oppløsning alkoholgrupper, enten i form av minst én alkohol eller i form av alkoholgrupper som er tilstede på den ovenfor definerte alkylkjede.

Ifølge en annen foretrukket utførelsesform innfører man i nevnte overmettede oppløsning minst én ester, som ikke er en svovelsyreester, av en mettet eller umettet syre med 8-18 karbonatomer forestret med en alkohol med 2-4 karbonatomer.

En innføring av disse forskjellige tilsetningsmidler i store mengder medfører herunder ingen ytterligere fordeler.

Hva angår det ovenfor definerte overflateaktive stoff har man konstatert at dets aktivitet passerer et maksimum og at en konsentrasjon mellom 0,3 og 0,7 g/liter morvæske er passende. For de forbindelser som inneholder alkoholgrupper, gjelder at en konsentrasjon mellom 0,003 og 0,020 g/l morvæske er passende. For ikke-sulfatsyreesteren gjelder endelig at en konsentrasjon mellom 0,01 og 0,06 g/l morvæske foretrekkes.

137319

Som tidligere kjent utkrystalliseres ved de vanlige fremgangsmåter for krystallisering av perboratet ut fra en overmettet oppløsning ikke helt og holdent det perborat som er tilstede i denne oppløsning. Hvis man således utfører krystalliseringen ved 20 eller 25°C, utgjør det perborat som blir igjen i morvæsken ca. 7% av det anvendte perborat. Hvis man utsetter denne morvæske for en kompletterende avkjøling ved 0°C, hvilket medfører økte omkostninger og en mere komplisert apparatur, kan innholdet bringes ned til ca. 1%, hvilke sifre ut fra et økonomisk synspunkt fremdeles representerer et vesentlig tap. Den således utarmede oppløsning anvendes vanligvis på nytt og får derunder virke på en ny fraksjon av den borforbindelse som anvendes som utgangsmateriale f. eks. boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) eller kalsiumborater, hvorunder det dannes en ny fraksjon av overmettet oppløsning. Denne resirkulering er spesielt interessant i det tilfelle hvor man gjennomfører en cyklus omfattende kontinuerlig eller diskontinuerlig fremstilling av en overmettet oppløsning, samt kontinuerlig krystallisering av denne oppløsning, uansett om denne oppløsning oppnåes utenfor krystalliseringskaret eller dannes i dette ved at man innfører en oppløsning av metaboratet og det valgte oksydasjonsmiddel, hvorunder nevnte innvirkning på mineralet fortrinnsvis utføres ved relativt høy temperatur, f. eks. i nærheten av 100°C.

Det turde bemerkes at ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen blir en del av det overflateaktive stoff og andre tilsetningsstoffer tilbake i den morvæske som kan resirkulere. Disse produkter kan enten i seg selv eller i form av dehydrolyse- og/eller nedbrytningsprodukter som dannes under krystalliseringen eller under pånyanvendelsen av morvæsken, forstyrre utviklingen av de suksessive operasjonscykler hvor man påny-anvender morvæsken. Spesielt virker opphopningen av hydrolyse- og/eller nedbrytningsproduktene uheldig på krystalliseringen og kan til og med forandre de oppnådde partikler, som derunder kan ta form av ytterst skjøre, taggete partikler.

Ifølge en utførelsesform for oppfinnelsen kan man lede den morvæske som skal resirkuleres, over adsorberende harpikser av typen polystyren med kraftig makromolekylær porøsitet, som ikke har utpreget ionebytte-evne. Å bringe morvæsken i kontakt med harpikser av denne type på en eller annen kjent måte, f. eks. ved gjennomstrømning i en kolonne eller ved omrøring i en beholder, er en effektiv måte til å eliminere overskudd av tilsetningsmid-

137319

del på, spesielt overflateaktivt middel og eventuelt tilsatte estere.

Det turde bemerkes at de harpikser som er kjent for å ha notorisk anion- eller kationbytte-evne ikke er effektive når det gjelder å eliminere dette overskudd under de her angitte betingelser. Som eksempler på egnede harpikser kan nevnes det harpiks som markedsføres under varebetegnelsen "XAD 2" eller "XAD 4" av Rohm & Haas, eller de harpikser som markedsføres av I.M.A.C.T.I. under varebetegnelsen "ASMIT" f. eks. "ASMIT nr. 173" eller "ASMIT nr. 261".

Man kan videre bringe morvæsken i kontakt med aktivt kull direkte etter fraskillelsen av krystallene eller etter at væsken er bragt i kontakt med harpiksene, slik som det vil fremgå av det følgende. Foruten en innvirkning på det overflateaktive stoff er det aktive kull effektivt når det gjelder å eliminere eventuelt tilsatte alkoholer eller gjenværende molekyler omfattende alkoholgrupper.

Den forbedrede fremgangsmåte ifølge oppfinnelsen kan anvendes ved diskontinuerlig eller kontinuerlig krystallisering. De tilsetningsmidler som anvendes ved fremgangsmåten kan inforlives i den overmettede oppløsning i et eneste trinn eller etterhånden, innen oppløsningen innføres i krystalliseringskaret eller i selve krystalliseringskaret.

Nedenstående eksempler illustrerer den forbedrede fremgangsmåte ifølge oppfinnelsen sammenlignet med samme fremgangsmåte uten tilsetning av tilsetningsmidlene ifølge oppfinnelsen. Disse forsøk viser at selv om det ovenfor definerte overflateaktive stoff alene gir meget gunstige resultater, dels ved at den tilsynelatende tetthet økes, dels ved at partiklenes styrke forbedres, kan disse resultater forbedres ved at det overflateaktive stoff anvendes sammen med de ytterligere tilsetningsmidler som er beskrevet i det foregående.

I disse eksempler er resultatene av forsøkene for bestemmelse av slitasjemotstanden og motstanden mot maling, dvs. partikkelstørrelsesfordelingen, beregnet under anvendelse av et diagram med Log/sannsynlighet avsatt på abscissen, hvorunder det på sannsynlighetsskalaen er avsatt den totale mengde kassert materiale uttrykt i vektprosent av det testede produkt, samt på ordinaten med logaritmisk skala gradert i μm , partikkelstørrelsen. Resultatene er uttrykt ved hjelp av kurver, og sifrene svarende til de

forskjellige forsøk uttrykker forskjellene for de siktstørrelser som er valgt.

Eksempel 1.

Dette eksempel er et sammenlignende eksempel og går ut på diskontinuerlig krystallisering uten tilsetning av tilsetningsmidler ifølge oppfinnelsen.

Ved forsøket ble anvendt en beholder med et volum på 1 m^3 , som inneholdt en suspensjon av 20 kg. perborat med en partikkelstørrelse mellom 53 og 105 μm som danner initieringspartikler for krystalliseringen i 200 l morvæske, som var resirkulert fra en foregående operasjon. I denne suspensjon ble i løpet av 2 timer kontinuerlig innført 115 liter 35 %'s hydrogenperoksyd og 405 liter av en oppløsning av natriummetaborat på 240 g/l.

Temperaturen ble holdt ved 20°C . Etter avsluttet tilsetning ble suspensjonen lufttørket, hvorefter de utkrystalliserte partikler ble tørket med varmluft. Man fikk herunder 220 kg av partikler med formelen $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ og med følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	250 μm
hvorav 80% mellom 230 og 420 μm .	
Tilsynelatende tetthet	600 g/l
Slitasjeprøve:	

Forskjell	Angående kassert materiale på vekt	417 μm : 0%
"	"	149 μm : 14%
"	"	53 μm : 8%

Malingsprøve:

Forskjell	Angående kassert materiale på vekt	417 μm : 0%
"	"	149 μm : 27%
"	"	53 μm : 8,5%

Eksempel 2.

Dette eksempel går ut på krystallisering utført som i eksempel 1 men med tilsetning av et overflateaktivt stoff, svarende til definisjonen av de overflateaktive stoffer ifølge oppfinnelsen, nemlig butylester av sulfatert ricinolsyre.

Forsøket ble utført som i eksempel 1 med med kontinuerlig tilsetning, samtidig med hydrogenperoksydet og metaboratet, av 7 liter av en vandig oppløsning inneholdende 26 g/l av butylesteren og sulfatert ricinolsyre og 0,3 g/l etanol.

Etter ekstraksjon og tørking som i eksempel 1 fikk man 220 kg perboratpartikler med følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse:	400 μm
hvorav 80% av partiklene mellom 300-600 μm	
Tilsynelatende tetthet	740 g/l
Slitasjeprøve	
Δ angående kassert materiale	417 μm :13%
	149 μm :10%
	53 μm :4,6%
Malingsprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm :29%
	149 μm : 8%
	53 μm :6,5%

Agglomeratene hadde sfærisk form av den type som er vist på figurene 1, 2, 3 og 4.

Av ovennevnte forsøk fremgår at tilsetningen av overflateaktivt stoff har øket den tilsynelatende tetthet fra 600 g/l til 740 g/l.

Eksempel 3.

Forsøket ble utført som i eksempel 2 med den unntagelse at man i stedet for 7 liter av tilsetningsoppløsningen anvendte 13 liter av en oppløsning som inneholdt 25 g/l av isopropy-lesteren av sulfatert ricinolsyre, 0,4 g/l av butylesteren av sulfatert ricinolsyre og 0,5 g/l isopropanol.

De oppnådde partikler hadde følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	380 μm
hvorav 80% av partiklene mellom 290 og 600 μm .	
Tilsynelatende tetthet	810 g/l
Slitasjeprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm :2%
	149 μm :8%
	53 μm :4%
Malingsprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm :7%
	149 μm :11%
	53 μm :6%

Partiklene hadde den form som er vist på figurene 1, 2, 3 og 4.

Eksempel 4.

Dette eksempel angår suksessive operasjoner under anvendelse av morvæske fra en foregående operasjon uten at denne

137319

morvæske først var rensset, slik som angitt i beskrivelsen, men under anvendelse av samme tilsetningsmiddel som i eksempel 3.

Etter en første krystalliseringsoperasjon ble 2/3 av suspensjonen tatt ut, den ble lufttørket, hvorefter den således oppnådde morvæske ble anvendt for fremstilling av en ny metaborat-oppløsning, derved at en sats boraks ble behandlet med en oppløsning av kaustisk soda i passende konsentrasjon for oppnåelse av en oppløsning med 240 g/l metaborat.

I krystalliseringskaret, som fremdeles inneholdt 1/3 av den opprinnelige suspensjon, ble tilsatt en ny oppløsning inneholdende 200 kg perborat. Ny krystallisering ble utført. Påny ble 2/3 av suspensjonen tatt ut og lufttørket. Herunder fikk man 182 kg natriumperborat med følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	300 μm
Tilsynelatende tetthet	680 g/l
Slitasjeprøve:	
△ angående kassert materiale	417 μm : 2%
	149 μm : 24,5%
	53 μm : 7,6%

Den nye morvæske anvendes som den foregående for fremstilling av en ny overmettet suspensjon i krystalliseringskaret. Det produkt som fåes ved denne tredje operasjon hadde følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	310 μm
Tilsynelatende tetthet	610 g/l
Slitasjeprøve:	
△ angående kassert materiale	417 μm : 2%
	149 μm : 24%
	53 μm : 8,2%

Malingsprøve

△ angående kassert materiale	417 μm : 30%
	149 μm : 16%
	53 μm : 6%

Eksempel 5.

Dette eksempel angår diskontinuerlige, suksessive operasjoner under anvendelse av tilsetningsmidler ifølge oppfinnelsen og med rensing av morvæsken. Tilsetningsmidlene var de samme som i eksempel 3, såvel hva angår kvalitet som kvantitet.

Morvæsken ble rensset ved at den fikk passere gjennom en kolonne av typen "XAD2" fra Rohm & Haas, og den ble deretter anvendt for fremstilling av en ny metaboratoppløsning. Dette pro-

dukt man fikk ved denne nye operasjon hadde følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	410 μm
hvorav 80% av partiklene mellom 340- 600 μm	
Tilsynelatende tetthet	810 g/l
Slitasjeprøve:	
△ angående kassert materiale	417 μm : 4,4%
	149 μm : 2,9%
	53 μm : 2,2%

Malingsprøve:

△ angående kassert materiale	417 μm : 27%
	149 μm : 13%
	53 μm : 4,7%

En annen operasjon, som ble utført som de tidligere, ga et produkt med følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	380-440 μm
Tilsynelatende tetthet	770 og 830 g/l
Slitasjeprøve:	
△ angående kassert materiale	417 μm : 1-4%
	149 μm : 3-8%
	53 μm : 2,4-4%

Malingsprøve:

△ angående kassert materiale	417 μm : 15-22%
	149 μm : 10-12%
	53 μm : 3-5,5%

Eksempel 6.

Dette eksempel beskriver en kontinuerlig krystallisering uten tilsetning av tilsetningsmidler ifølge oppfinnelsen.

Krystalliseringskaret besto av et sylindrisk-konisk apparat med 3 m diameter og 35 m³ anvendbart volum.

Væsken som ble innført ved den nedre del, steg langsomt i apparatet og ble tatt ut ved den øvre del.

Det faste materiale ble ført langsomt i motstrøm mot væsken. Partiklene som ble større og større ble tatt ut ved den nedre ende av apparatet.

De mengder som ble innmatet ved den nedre del av apparatet var 1,190 t/tim. metaborat i form av en oppløsning med densitet 350 g/l og 0,590 t/tim. hydrogenperoksyd i form av en 70%'s (vekt) oppløsning. Den mengde perborat som ble fremstilt og tatt ut ved den nedre del av apparatet var 2,6 t/tim.

De således oppnådde partikler hadde følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	390 μm
hvorav 80% av partiklene mellom 315-600 μm	
Tilsynelatende tetthet	620 g/l
Slitasjeprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm : 21,8%
	149 μm : 11%
	53 μm : 8,6%
Malingsprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm : 36%
	149 μm : 12%
	53 μm : 6,7%

Eksempel 7.

Forsøket ble utført som i eksempel 6 med unntagelse av at man kontinuerlig innførte 20 l/time av en vandig oppløsning inneholdende:

butylester av sulfatert ricinolsyre	75 g/l
isopropylester av sulfatert ricinolsyre	65 g/l
etylester av stearinsyre	5 g/l
butanol	1 g/l

Under driften ble morvæsken som kom fra den øvre del av apparatet og den lufttørkede morvæske ledet over en harpiks av typen "ASMIT 261" fra Societe I.M.A.C.T.I., og etter denne rensing anvendes morvæsken påny for oppløsning av boraks i nærvær av kaustisk soda i hensikt å fremstille en metaboratoppløsning.

Etterat konstante betingelser var oppnådd ble partiklene befridd for morvæske, hvorunder man fikk partikler med følgende egenskaper:

Middelpartikkelstørrelse	400 μm
hvorav 80% av partiklene mellom 320-600 μm	
Tilsynelatende tetthet	810 g/l
Slitasjeprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm : 6%
	149 μm : 2,6%
	53 μm : 2%
Slitasjeprøve:	
Δ angående kassert materiale	417 μm : 14,5%
	149 μm : 10%
	53 μm : 4,5%

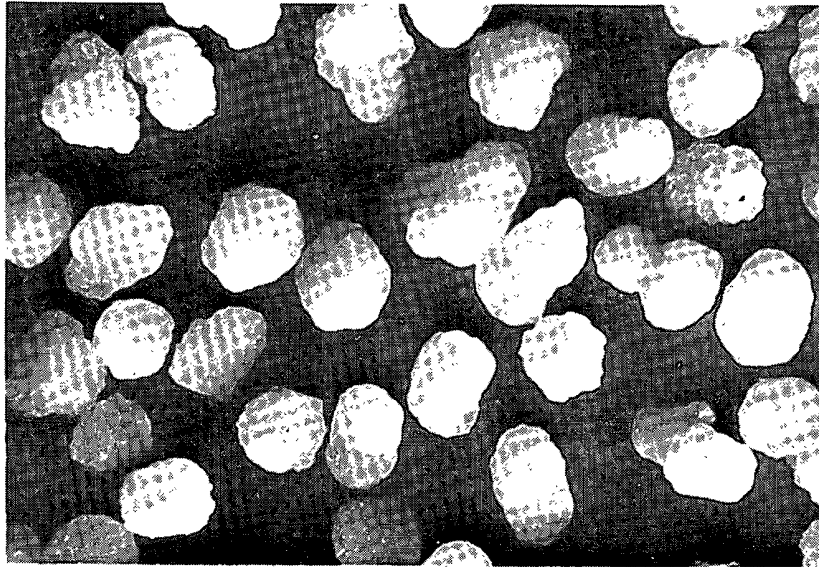
Partiklene hadde den form som er vist på figurene

1, 2, 3 og 4.

P A T E N T K R A V

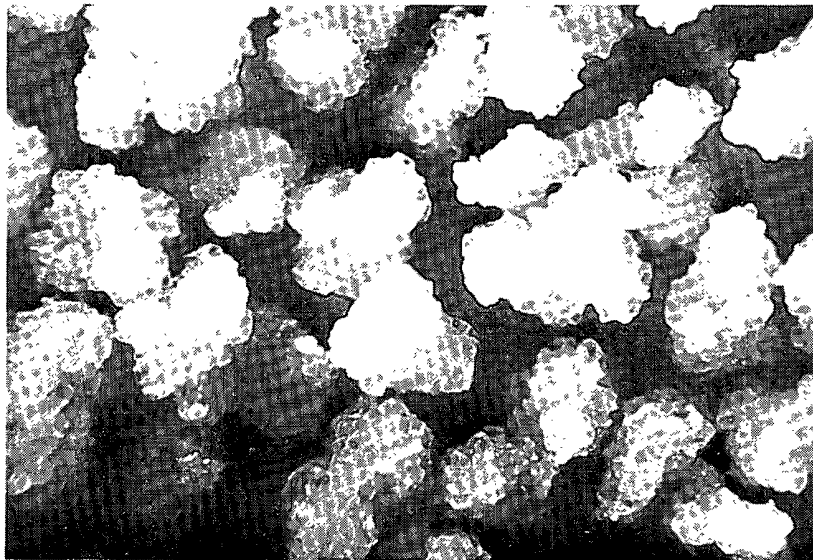
1. Fremgangsmåte for fremstilling av perboratpartikler med den totale kjemiske formel $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, som har sfærisk form og en tilsynelatende tetthet mellom 750 og 850 g/l for en partikkelstørrelse mellom 250 og 450 μm , og oppviser forbedret motstandsevne mot støt og slitasje, ved utkrystallisering av disse partikler fra en løsning som er overmettet med perborat, k a r a k t e r i s e r t ved at man i den overmettede oppløsning innblander minst ett anionisk overflateaktivt stoff som inneholder minst én sulfat- og/eller sulfonatgruppe bundet til minst én alkylhydrokarbonkjede med 8-22 karbonatomer og dessuten minst én umettet binding og minst ett heteroatom i form av oksygen.
2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at man i den overmettede oppløsning innblander en alkohol.
3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at man anvender et overflatekativt stoff hvor alkylkjeden inneholder én fri alkoholgruppe.
4. Fremgangsmåte som angitt i kravene 1-3, k a r a k t e r i s e r t ved at man i nevnte overmettede oppløsning innblander minst én ikke- svovelsyreester valgt blant de estere som fås ved forestring av en syre som inneholder 8-22 karbonatomer med en alkohol som inneholder 2-4 karbonatomer.
5. Fremgangsmåte som angitt i et av kravene 1-4, k a r a k t e r i s e r t ved at man på nytt anvender den oppløsning som ble anvendt under krystalliseringen, for fremstilling av en ny overmettet oppløsning, etter at den er bragt i kontakt med en adsorberende harpiks av typen polystyren med kraftig makromolekylær porøsitet, hvilken harpiks ikke har utpreget ionebytteevne.
6. Fremgangsmåte som angitt i et av kravene 1-5, k a r a k t e r i s e r t ved at man på nytt anvender den oppløsning som ble anvendt ved krystalliseringen, for fremstilling av en ny overmettet oppløsning, etter at den er brakt i kontakt med aktivt karbon.

137319



1mm

Fig. 1



1mm

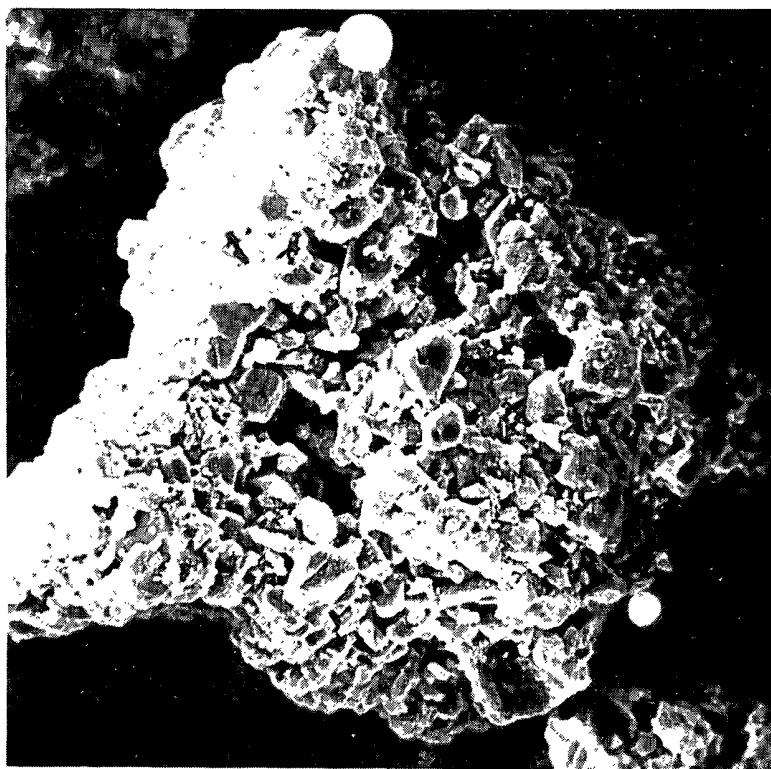
Fig. 5

137319



0,1mm

Fig. 2



0.1mm

Fig. 6

137319



0,1 mm

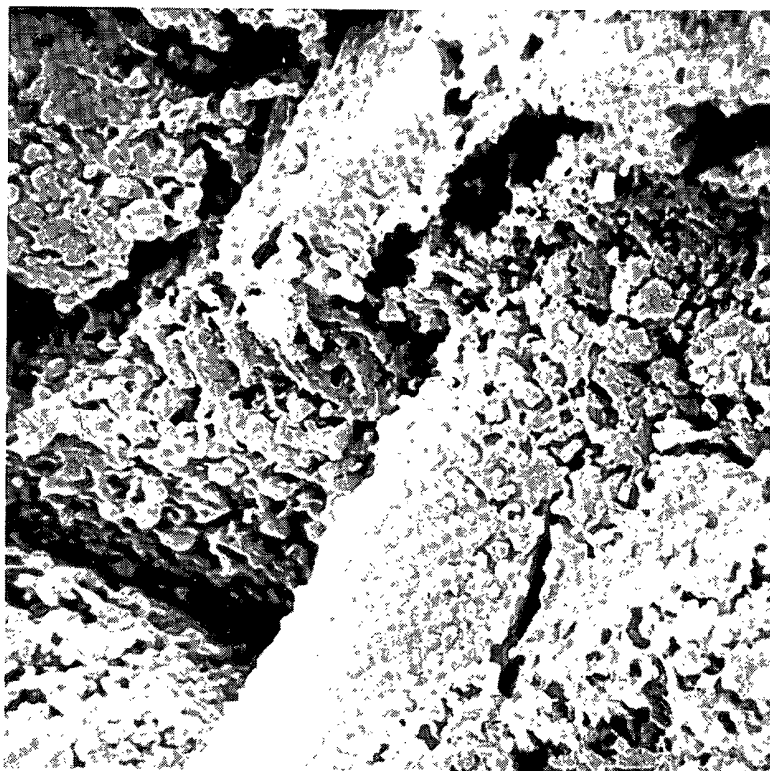
Fig. 3

137319



0.01 mm

Fig. 6



0.01 mm

Fig. 7