



NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **303218**

(13) B1

(51) Int Cl⁶ C 01 B 15/12

Patentstyret

(21) Søknadsnr	910969	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	12.03.91	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	12.03.91	(30) Prioritet	13.03.90, FR, 9003444
(41) Alm. tilgj.	16.09.91		
(45) Meddelt dato	15.06.98		

(73) Patenthaver	Atochem, 4 & 8, Cours Michelet, la Défense 10, F-92800 Puteaux, FR
(72) Oppfinner	Jacques Dugua, Charly, FR
(74) Fullmektig	Jan E. Helgerud, Bryns Patentkontor AS, 0106 Oslo

(54) **Benevnelse** **Natriumperborat.tetrahydrat, fremgangsmåte for fremstilling derav samt fremgangsmåte for fremstilling av natriumperborat.monohydrat**

(56) **Anførte publikasjoner** Ingen

(57) **Sammendrag** Natriumperborattetrahydrat av kvasisfæriske og kompakte agglomerater av enhetspartikler av natriumperborattetrahydrat med en maksimaldimensjon som ikke overskrider 30 µm.

Agglomeratene fremstilles fra en overmettet vandig natriumperborattetrahydratoppløsning.

Natriumperborattetrahydratagglomeratene finner anvendelse ved fremstilling av natriumperboratmonohydrat med forhøyet slitasjemotstandsevne.

Foreliggende oppfinnelse angår et nytt natriumperborat.tetrahydrat bestående av distinkte, kompakte og kvasi-sfæriske agglomerater av enhetspartikler av natrumperborat.tetrahydrat.

5

Oppfinnelsen angår videre en fremgangsmåte for fremstilling av dette natriumperborat.tetrahydrat og oppfinnelsen angår til slutt en fremgangsmåte for fremstilling av natriumperborat.monohydrat med forhøyet motstandsevne mot mekanisk slittasje ved dehydratisering av det ovenfor nevnte natriumperborat.tetrahydrat.

10

Det er kjent å fremstille natriumperborat.tetrahydrat i henhold til fremgangsmåter basert på dannelse og agglomerering av partikler av perboratet fra en overmettet vandig oppløsning av natriumperborat. Ved slike prosesser er oppnåelsen av natriumperborat.tetrahydrat med tilfredsstillende kvalitet og som spesielt oppviser en god mekanisk motstandsevne og en tilstrekkelig liten grad finfordelte stoffer, ikke mulig i henhold til den kjente teknikk annet enn ved å forhindre dannelsen av for små partikler slik at agglomeratet ikke kan danne seg annet enn utfra partikler med tilstrekkelig store dimensjoner.

15

20

Dette konsept, beskrevet for eksempel i FR 1187352 er ikke trukket tilbake med tiden det er imidlertid foreslått å fremstille ikke-kompakte agglomerater men hule agglomerater som for eksempel beskrevet i FR 1436629, eller å la hjelpestoffer innvirke, for eksempel anioniske overflateaktive midler som de som for eksempel er beskrevet i FR 2121428, 2228718, 2455564.

25

30

Det er derfor det kjente natriumperborat.tetrahydrat i dag foreligger i form av agglomererte enhetspartikler som har en dimensjon på over 40 til 50 μm og oftest godt over 50 μm .

35

Det er nå funnet et natriumperborat.tetrahydrat med meget høy kvalitet og bestående av agglomererte enhetspartikler med meget små dimensjoner og som ved dehydratisering fører til et natriumperborat.monohydrat som selv har meget høy kvalitet.

5

Natriumperborat.tetrahydratet ifølge oppfinnelsen består som nevnt av distingte, kompakte og kvasisfæriske agglomerater av enhetspartikler av natriumperborat.tetrahydrat og karakteriseres ved at partiklene har en maksimaldimensjon som ikke overskrider 30 μm .

10

Perboratet ifølge oppfinnelsen skiller seg fra de kjente perborater ikke bare ved dimensjonene for enhetspartiklene som utgjør agglomeratene men også selve konfigurasjonen til disse agglomerater hvis utseende ikke lenger er "blomkållignende" eller "efflorecerende" og med en mer eller mindre aksentuert mangel på orden, eller sågar "i kokong" men er i motsetning til dette mere regulær og glattere og med en bedre sfærisitet.

20

Oppfinnelsen skal illustreres under henvisning til tegningene der:

figur 1 er et bilde med en forstørrelse på 11,6 av natriumperborat.tetrahydrat-agglomerater ifølge oppfinnelsen;

25

figur 2 er et elektronmikrofotografi med forstørrelse 100 av natriumperborat.tetrahydrat.agglomerater ifølge oppfinnelsen;

figur 3 er et elektronmikrofotografi med forstørrelse 250 av natriumperborat.tetrahydrat.agglomerater ifølge oppfinnelsen; og

30

figurene 4, 5 og 6 tilsvarende figurene 1, 2 og 3 av et natriumperborat.tetrahydrofurat fremstilt ved i fremstillingsprosessen å utelate oppfinnelsens karakteristiske trekk; mens

35

figur 7 skjematisk viser en utførelsesform av oppfinnelsens fremgangsmåte.

Figurene 1, 2 og 3 tillater en sammenligning mellom perboratet ifølge oppfinnelsen og kjente perborater som beskrevet for eksempel i de ovenfor nevnte FR 2121428 og 2455564, representert ved figurene 4, 5 og 6 som som nevnt tilsvarer figurene 1, 2 og 3 men der fremgangsmåtenes karakteristiske trekk er utelatt.

Natriumperborat.tetrahydratet ifølge oppfinnelsen er dannet av agglomerater hvis midlere granulometri varierer med de valgte fremstillingsbetingelser.

Disse sistnevnte, beskrevet nærmere nedenfor, tillater å oppnå agglomerater hvis midlere granulometri ligger mellom så vide grenser som ca. 150 μm og ca. 800 μm og som således kan tilfredsstille meget forskjellige anvendelseskrav.

Den granulometriske fordeling er også relativt lite snever. Når det gjelder agglomerater med en midlere granulometri lik ca 300 μm er generelt minst 90 % av agglomeratene, som er kvasisfæriske, av dimensjoner mellom 50 og 400 μm ; 85 og opptil 90 % har en dimensjon mellom 200 og 400 μm mens ca. 95 % av disse har en dimensjon på over 150 μm .

Vektmengden av finfordelt materiale med dimensjoner under 50 μm i agglomerater slik de oppnås ved fremgangsmåten som passer for deres fremstilling, er under ca. 2 % og oftest sågar under 0,5 %.

Natriumperborat.tetrahydratet i form av agglomerater ifølge oppfinnelsen har en tilsynelatende densitet på over 500 g/l og generelt mellom ca. 700 og 850 g/l.

Fastheten i agglomeratene, uttrykt ved deres motstandsevne mot mekanisk forbruk, målt i henhold til en prøve som er beskrevet nedenfor og for sammenligningens skyld også anvendt

på kjente perborater, viser seg å være minst like høy som for de kjente perborater.

En identisk konstant er oppløsningshastigheten.

5

En andre gjenstand for oppfinnelsen er en fremgangsmåte for fremstilling av natriumperborat.tetrahydrat i form av agglomerater av enhetspartikler med en maksimaldimensjon som ikke overskrider omtrent 30 μm .

10

Denne fremgangsmåte der:

- agglomeratene av natriumperborat.tetrahydrat dannes fra partikler av perboratet oppnådd fra en vandig overmettet natriumperboratoppløsning hvis overmettingstilstand sikres ved tilførsel av natriumperborat i vandig oppløsning dannet fra hydrogenperoksyd og natriummetaborat, og som blir konsentrasjonsreduert under forskyvning i en stigende kontinuerlig bevegelse med en stige-hastighet slik at det sikres en granulometrisk klassifisering av partiklene og agglomeratene i væske-faststoff-suspensjonen som således dannes,
- de fremstilte agglomerater trekkes av fra suspensjonen ved begynnelsen av den stigende forflytning av væsken, og
- væsken i konsentrasjonsreduert tilstand trekkes av fra suspensjonen ved slutten av den stigende bevegelse, karakteriseres ved at:
- overmettingstilstanden for den vandige overmettede oppløsning av natriumperborat sikres ved nærværet av et anionisk overflateaktivt middel,
- dannelsen av det nødvendige natriumperborat for å sikre overmetningstilstanden realiseres med et molforhold natriummetaborat:hydrogenperoksyd på over 1,
- den konsentrasjonsreduerte væske som trekkes av fra væske-faststoff-suspensjonen ved slutten av stigebevegelsen pr. liter inneholder minst 30 g faststoff i form av natriumperborat.tetrahydrat med en midlere granulometri

35

under den midlere granulometri til de fremstilte agglomerater som trekkes av fra suspensjonen, og

- faststoffer resirkuleres til suspensjonen for der å presenteres til den overmettede natriumperboratopløsning.

5

Den definisjon som er gitt av oppfinnelsens fremgangsmåte går ut fra at natriumperborat i overmettet tilstand er dannet fra hydrogenperoksyd og, i stedet for natriummetaborat, borax, eventuelt i nærvær av natriumhydroksyd.

10

Det anioniske overflateaktive middel velges for eksempel blant de som allerede er benyttet for fremstilling av natriumperborat.tetrahydrat.

15

Slike overflateaktive midler er for eksempel beskrevet i FR 2121428, 2228718, 1455564. De to førstnevnte av disse patenter angår anioniske overflateaktive midler som inneholder minst en sulfat- eller sulfonatfunksjon bundet til en hydrokarbonkjede inneholdene på det bredeste 2 til 22 karbonatomer eller en eller flere ringer, produkter avledet fra disse basismidler og additiver med disse midler eller deriverte produkter. Det siste av disse patenter angår karboksylpolymerer.

20

25

Mengden anionisk overflateaktivt middel som benyttes avhenger i det vesentlige av arten. I det tilfellet der et anionisk overflateaktivt middel velges blant de som er beskrevet i FR 2121428 og 2228718 som angitt ovenfor, benyttes det, beregnet på 100 g fremstilt agglomerat i tørr tilstand, i en mengde mellom ca. 0,3 og 0,6 g, hyppigst mellom ca. 0,4 og 0,5 g, og kan som illustrasjon for eksempel ledsages av en liten, for eksempel 3 til 20 ganger så liten mengde av et additiv, valgt for eksempel blant oleinsyresulfat eller isobutylololat.

30

35

Det nivå i væske-faststoffssuspensjonen på hvilket det anioniske overflateaktive middel tilsettes til suspensjonen er relativt lite kritisk for oppfinnelsens resultat forutsatt

at nærværet av midlet sikres i den tilsiktede mengde i den overmettede vandige natriumperboratopløsning.

5 Molforholdet natriummetaborat:hydrogenperoksyd som benyttes for å danne perboratet som sikrer overmetningen velges generelt mellom ca. 1,05 og 1,20, oftest mellom 1,05 og 1,15.

10 Tilsetningen av natriumperborat i vandig oppløsning som sikrer tilstanden av overmetning av den overmettede vandige oppløsning av natriumperborat kan oppnås ved dannelsen av perboratet i den eller utenfor den.

15 Den første mulighet er den som vanligvis foretrekkes på grunn av enkel gjennomføring: den består i kontinuerlig til væskefaststoffsuspensjonen og innføre en vandig hydrogenperoksydopløsning, for eksempel en oppløsning på 35, 50 eller 70 vekt-% hydrogenperoksyd, og en vandig natriummetaboratopløsning inneholdene for eksempel 300 til 450 g/l metaborat. Innføringen av hydrogenperoksyd til væskefaststoffsuspensjonen, oppnådd for eksempel på samme måte som for den 20 vandige oppløsning av natriummetaborat, ved innsprøyting, kan skje på et eller flere nivåer i den synkende bevegelsesvei for væsken fra innføringssonen for natriummetaborat.

25 Omrøringstilstanden for væskefaststoffsuspensjonen og i hvilken synkehastigheten deltar, modifiseres hvis det er behov for det og på i og for seg kjent måte ved hjelp av for eksempel en skrue- eller skovlerører. Denne omrøringstilstand må selvfølgelig være slik at både suspensjons- og granulometriklassifiseringskravene sikres men også slik at 30 partiklene av natriumperborat.tetrahydrat opprettholdes tilstrekkelig lenge i kontaktposisjon eller i tilstrekkelig nærhet til agglomerering som for eksempel antydnet i FR 1187352.

35

Synkehastigheten for væsken kan reguleres innen vide grenser, for eksempel mellom for eksempel 8 og 30 m/t, og fører til en

midlere granulometri for oppfinnelsens agglomerater som også ligger innefor de vide grenser som nevnt ovenfor.

5 Temperaturen i væske-faststoffsuspensjonen velges og reguleres slik tilfellet vanligvis er for fremgangsmåter av samme type som oppfinnelsens. Temperaturen kan for eksempel ligge mellom 20 og 25°C.

10 Mengden faststoff som trekkes av fra suspensjonen sammen med den konsentrasjonsreduerte væske under den synkende bevegelse ligger vanligvis mellom 30 og 150 g/l konsentrasjonsreduert væske.

15 Faststoffet separeres så effektivt som mulig fra den konsentrasjonsreduerte væske for resirkulering som allerede nevnt. Denne separering kan gjennomføres for eksempel ved dekantering, filtrering eller ennå bedre ved hjelp av en hydrocyklon. I praksis er det tilstrekkelig til å fraskille faststoffet den mengde vann man ikke vil benytte som bærer.

20 Den konsentrasjonsreduerte væske fra hvilken faststoffet er separert som nevnt ovenfor, moderluten fra separeringen av det fremstilte agglomerat og trukket av sammen med dette og, eventuelt vann, utgjør vanligvis den væskestrøm som ankommer til den del av apparaturen der oppfinnelsens agglomerater dannes.

30 Denne del kan være en hvilken som helst i og for seg kjent reaktor som kan benyttes for fremstilling av natriumperborat-tetrahydrat ved agglomereringer av partikler fra en overmettet natriumperboratopløsning, for eksempel en kolonne-reaktor eller en sylinderekonisk reaktor som for eksempel beskrevet i FR 1187352 og 2121428.

35 Figur 7 viser skjematisk et eksempel på en utførelsesform av oppfinnelsen.

I figur 7 er det med 1 angitt en sylinderkonisk reaktor, 2 angir et rørverk til reaktoren; 3 angir tilførsel til reaktoren 1 av en vandig hydrogenperoksydoppløsning, 4 av en vandig natriummetaboratoppløsning og 5 tilførsel av et anionisk overflateaktivt middel reaktoren; 6 angir rørlø-
5 ledningen via hvilken den konsentrasjonsreduerte væske inneholdene faststoff som angitt ovenfor, forlater reaksjonen ved slutten av den stigende bevegelsesvei; 7 angir utstyr som tillater separering av faststoff fra konsentrasjonsreduert væske, for eksempel en hydrocyklon; 8 viser væskestrømmen befridd for faststoff innefor separeringseffektivitets-
10 grensene og som innføres ved bunnen av reaktoren 1; 9 angir den sterkt faststoffanrikede strøm som resirkuleres til reaktoren 1 til den vandige overmettede natriumperboratoppløsning; 10 angir utløp for væske inneholdene natriumperborat.tetrahydratagglomerater ifølge oppfinnelsen og som isoleres på i og for seg kjent måte fra væsken eller moderlut. Denne kan resirkuleres til væske-faststoffsuspen-
15 sjonen i reaktoren 1 på samme måte som strømmen 8 resirkuleres. Ting som isolering av agglomerat, senere behandling av agglomeratet som tørking eller avhelling, resirkulering av moderlut, spyling for å tilfredsstille vannbalansen, varmeveksling som tillater opprettholdelse av temperaturen i væske-faststoffsuspen-
20 sjonen til den ønskede temperatur, materialoverføring spesielt ved pumping er ting som ikke er vist i figur 7. Disse ting skjer på i og for seg kjent måte.

Som nevnt innledningsvis angår oppfinnelsen også en fremgangsmåte for fremstilling av natriumperborat.monohydrat med
30 forhøyet motstandsevne mot mekanisk slittasje, ved dehydratisering av natriumperborat.tetrahydrat i gass-faststoffhvirvelsjikt ved hjelp av en varmluftstrøm eller ved dehydratisering av perboratet under redusert trykk, og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at natriumperborat.tetra-
35 hydratet som underkastes dehydratisering er det ovenfor beskrevne natriumperborat.tetrahydrat.

Dette natriumperborat.monohydrat som i forhold til natriumperborat.tetrahydrat spesielt har en mengde aktivt oksygen på over 50 % og en meget høyere oppløsningshastighet, er mer og mer foretrukket på området vaskemiddelblandinger.

5

Fjerning av krystallvannet fra perborat.tetrahydratet oppnås ved dehydratisering av perboratet i gass-faststoff-hvirvelsjikt ved hjelp av en varm luftstrøm i henhold til fremgangsmåter som beskrevet i FR 2013104, 2207859 samt FR-tillegg 2285339 og EP 0194952. Den kan videre gjennomføres ved anvendelse av et redusert trykk som for eksempel beskrevet i EP 0155894.

10

Natriumperborat.tetrahydratet ifølge oppfinnelsen egner seg spesielt som utgangsmateriale for slike prosesser.

15

For eksempel fører dehydratiseringen i gass-faststoff-hvirvelsjikt ved hjelp av en varmluftstrøm ved en temperatur mellom 100 og 180°C ved innføring i fluidiseringssonen der temperaturen ligger mellom smeltepunktet for natriumperborat.tetrahydrat og 80°C og den relative fuktighet er under 40 % og fortrinnsvis minst 10 %, til et natriumperborat.monohydrat som både oppviser en utmerket mekanisk motstandsevne og et høyt spesifikt overflateareal. Dette natriumperborat.monohydrat er i virkeligheten minst dobbelt så motstandsdyktig som de kjente natriumperborat.monohydrater og har en spesifikk overflate, målt ved B.E.T. metoden, som generelt ligger mellom 7 og 10 m²/g.

20

25

I motsetning til det som oppnås ifølge den kjente teknikk oppviser natriumperborat.tetrahydratet ifølge oppfinnelsen spesielt gode fysikalske karakteristika som heldigvis overføres til natriumperborat.monohydratet man oppnår og som er tilpasset til de stadig strengere krav brukerne setter.

30

35

De følgende eksempler skal illustrere oppfinnelsen, eller de tjener som sammenligning.

EKSEMPEL 1

Man arbeider i henhold til det prosess- og utstyrsskjema som
5 er vist i figur 7.

Den sylinderkoniske reaktor 1 har en totalhøyde lik 3,5 m, den sylindriske del har en høyde lik 2,5 m og en diameter lik 1 m; den er generelt utstyrt med rørverk 2, innførsels-
10 ledninger for vandig hydrogenperoksyd H_2O_2 og natriummeta-
borat $NaBO_2$ samt midler for varmekontroll og -veksling.

Til 1 innføres i en overmettet vandig natriumperboratopp-
løsning 101 kg/t av en 70 %-ig vandig H_2O_2 oppløsning via 4,
15 500 kg/t av en 31,3 vekt-%-ig $NaBO_3$ oppløsning og via 5 et
anionisk overflateaktivt middel som er et av de som er
beskrevet i FR-tillegg 2228718 til FR 2121428, idet et
anionisk overflateaktivt middel på basis av oleinsyresulfat-
ester settes til den overmettede oppløsning i en mengde av 6
20 g/kg natriumperborat.tetrahydrat-agglomerater som frem-
stilles, trukket av fra reaktoren 1 via rørledningen 10 og
beregnet som tørrstoff.

Temperaturen i reaktoren 1 holdes i praksis ved 20 til 21°C.
25

Samtidig trekker man via rørledningen 6 av, på grunn av
stigebevegelsen i 1 med en lineær stigehastighet på 13 m/sek
i den sylindriske del av reaktoren 1, 10 m³/t væske i
konsentrasjonsreduert tilstand og som pr. liter inneholder
30 30 til 35 g faststoff. Hovedandelen av væsken separeres fra
faststoffene i separator-dekantereren 7 og resirkuleres via
ledning 8 til reaktoren 1.

Faststoffet med konsentrasjonsreduert væske i en mengde
35 tilstrekkelig til å understøtte overføringen, resirkuleres
til reaktoren 1 via rørledningen 9 til den overmettede
natriumperboratoppløsning mens det fra 1 via rørledningen 10

føres en volummengde som ligger mellom 0,9 og 1,0 m³/t og som inneholder de fremstilte natriumperborat.tetrahydrat-agglomerater. Disse skilles på i og for seg kjent måte fra ledsagende væske ved avhelling og tørking.

5

Det opppnås kompakte og kvasisfæriske agglomerater bestående av natriumperborat.tetrahydrat-partikler med en maksimaldimensjon under 30 µm, i praksis sågar under 15 µm.

10

Den mekaniske fasthet i agglomeratet måles som følger: 50 g agglomerat underkastes i 6 min innvirkning av 8 kuler av rustfritt stål med diameter 20 mm i en horisontal sylinder av rustfritt stål med 100 mm indre diameter og 115 mm lengde og som dreies med en hastighet av 150 omdreininger/min. Den mekaniske slitasje bedømmes som den mengde natriumperborat-tetrahydrat med en granulometri på under 53 µm, uttrykt i vekt-%, som oppstår ved målingen.

15

Når det gjelder agglomeratet som oppnås ifølge eksemplet er den mekaniske slitasje lik 3 %.

20

Disse agglomerater har en tilsynelatende densitet lik 790 g/l.

25

Deres midlere granulometri er lik 310 µm og deres granulometriske fordeling er som følger:

30

Samlet tilbakeholding:	800 µm	:	0,44 %
	400 µm	:	14,30 %
	250 µm	:	79,50 %
	150 µm	:	99,20 %
	50 µm	:	100 %

EKSEMPEL 2

35

Man gjentar eksempel 1 men modifierer hydrodynamikken i systemet ved å endre typen rørverk 2.

Den konsentrasjonsreduerte væske som trekkes av via 6 inneholder i dette tilfellet pr. liter 150 g faststoff i gjennomsnitt.

5 Natrimperborat.tetrahydrat-agglomeratene som tilslutt oppnås er i overenstemmelse med oppfinnelsens formål. Spesielt består de av natriumperborat.tetrahydrat-partikler med en maksimaldimensjon godt under 30 μm .

10 Deres mekaniske slitasje, bedømt som i eksempel 1, er lik 8 % og den tilsynelatende densitet er lik 780 g/l.

Den midlere granulometri er 320 μm og den granulometriske fordeling er følger:

15	Samlet tilbakeholding:	800 μm	:	0	%
		400 μm	:	10,1	%
		250 μm	:	82	%
		150 μm	:	93,4	%
		50 μm	:	99,5	%

20

EKSEMPEL 3

Man arbeider i henhold til de foregående eksempler men mengden pr. time av den vandige 70 vekt-%-ig H_2O_2 oppløsning som bringes inn i reaktoren 1 til den overmettede vandige 25 natriumperboratoppløsning er 95 kg, mengden 31,3 vekt-%-ig NaBO_2 oppløsning er 431 kg, det anioniske overflateaktive middel, det samme som i de to foregående eksempler, bringes inn i natriumperboratoppløsningen i en mengde av 0,45 g pr. 30 100 g fremstilt natriumperborat.tetrahydrat-agglomerater, beregnet på tørrmasse, og mengden konsentrasjonsreduert væske som trekkes av fra 1 via rørledningen 6 er lik 10 m^3/t og mengden faststoff inneholdt pr. liter i væsken er lik 70 til 90 g i form av korn med en midlere granulometri i 35 størrelsesorden 80 μm hvorved separator-dekantereren 7 i eksemplene 1 og 2 er erstattet av en hydrocyklon. Den ovenfor nevnte væske med chargerte faststoffer returnerer via

rørledning 9 til 1 til den vandige overmettede natriumperboratopløsning i en mengde lik 2 m³/t. Den klare væske som inneholder ca 5 til 10 g/l faststoffer resirkuleres til bunnen av 1 via 8 i en mengde lik 8 m³/t. Temperaturen i 1 reguleres nok en gang til 20 til 21°C. Agglomeratene av natriumperborattetrahydrat som fremstilles trekkes av via 10 i en strøm i en volummengde lik 0,8 m³/t.

De er i overensstemmelse med oppfinnelsens formål og er, som i de foregående eksempler kompakte og kvasisfæriske og består av natriumperborat.tetrahydrat-partikler med en maksimaldimensjon under 30 µm.

Den mekaniske slitasje er lik 3,5 % og den tilsynelatende densitet er lik 840 g/l.

Den midlere granulometri er lik 315 µm og den granulometriske fordeling er som følger:

Samlet tilbakeholding:	800 µm	:	0 %
	400 µm	:	7 %
	250 µm	:	93 %
	150 µm	:	99,7 %
	50 µm	:	100 %

25 **EKSEMPEL 4 (sammenligning)**

I dette eksempel blir natriumperboratet som sikrer overmettingstilstanden i den overmettede vandige natriumperboratopløsning oppnådd ved å sprøyte inn 3,98 kg/t 70 vekt-%-ig H₂O₂ oppløsning og 4,445 kg 31,3 vekt-%-ig NaBO₂ oppløsning, det vil si å anvende H₂O₂ og NaBO₂ i de samme andeler som i eksempel 3. Temperaturen i reaktoren 1 holdes også til 20 til 21°C.

35 Foreliggende eksempel skiller seg fra eksempel 3 ved at mengden anionisk overflateaktivt middel, uttrykt som i eksempel 3, er lik 0,3 g og at den konsentrasjonsreduerte

væske som trer ut ved 6 i en mengde av 10 m³/t inneholder 10 til 20 g faststoff pr. liter og direkte resirkuleres til bunnen av 1 idet passasjen gjennom separatorutstyret 7 og resirkulering til 1 via 9 utelates.

5

Natriumperborat.tetrahydrat-agglomeratene som fremstilles og isoleres fra strømmen 10 tilsvarer ikke oppfinnelsen idet de har et lite organisert utseende og spesielt ved at de består av partikler hvis hovedandel har dimensjoner godt over 30 µm.

10

Den mekaniske slitasje for disse agglomerater, bedømt som i de foregående eksempler, er lik 7 % og derved to ganger større enn for agglomeratene som ble oppnådd i eksempel 3.

15

I forhold til de sistnevnte agglomerater er den midlere granulometri analog og lik 320 µm men tilbakeholding ved 400 µm er tre ganger større og lik 20 %.

20

Figurene 1, 2 og 3 viser et natriumperborat.tetrahydrat ifølge oppfinnelsen, oppnådd fra eksemplene 1, 2 og 3.

Figurene 4, 5 og 6 angår et natriumperborat.tetrahydrat som ikke er ifølge oppfinnelsen og som er oppnådd ved eksempel 4.

25

EKSEMPEL 5

30

For å fremstille natriumperborat.monohydrat fra natriumperborat.tetrahydrat består den benyttede apparatur av en fluidiseringsreaktor, her i det vesentlige et sylindrisk rør av rustfritt stål med 90 mm diameter, i bunnen utstyrt med et luftinntak og i den øvre del med inntak for natriumperborat som skal dehydratiseres samt et evakueringsrør for dehydratiseringsluft over den fluidiserte masse, en mulighet for å fjerne dehydratisert natriumperborat ved uthelling utenfor den fluidiserte masse og til slutt et system, generelt en eller flere cykloner som effektivt tillater å isolere korn

35

som er ført med fra fluidiseringssonen av dehydratiseringsluften.

5 Til denne fluidiseringsreaktor innføres 0,5 g/t natriumperborat.tetrahydrat iform av agglomerater ifølge oppfinnelsen.

Temperaturen i luften som kommer til fluidiseringssonen er lik 150°C. Stigehastigheten for gasstrømmen er lik 0,25 m/sek.

10

I fluidiseringssonen er temperaturen lik 70°C og den relative fuktighet er lik 16 %.

15

Det fremstilte natriumperborat, gjenvunnet ved utløpet fra reaktoren, har et innhold av aktivt oksygen lik 15,3 vekt-% og en utmerket mekanisk motstandsevne, vist ved en mekanisk slitasjegrad lik 2 %, definert her som reduksjonen av tilbakeholdt materiale ved 150 µm, uttrykt i %, fremtvunget ved energetisk gass-faststofffluidisering av perborat i tynt sjikt.

20

Den spesifikke overflate for det fremstilte natriumperboratmonohydrat ifølge oppfinnelsen er lik 9 m²/g, målt i henhold til B.E.T. metoden.

25

EKSEMPEL 6 (sammenligning)

Det skiller seg fra eksempel 5 kun ved at natriumperborat-tetrahydratet som underkastes dehydratisering, ikke er i overensstemmelse med oppfinnelsen og består i agglomerater fra eksempel 4.

30

Den mekaniske slitasjegrad for det således oppnådde natriumperborat.monohydrat, målt på samme måte, her og i eksempel 5, er lik 8, altså 4 ganger over slitasjegraden for natriumperborat.monohydratet som ble oppnådd ifølge eksempel 5 fra oppfinnelsens natriumperborat.tetrahydrat.

35

P a t e n t k r a v

1.

5 Natriumperborat.tetrahydrat bestående av distinkte, kompakte og kvasisfæriske agglomerater av enhetspartikler av natriumperborat.tetrahydrat, k a r a k t e r i s e r t v e d at partiklene har en maksimaldimensjon som ikke overskrider 30 μm .

10 2.

Perborat ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den granulometriske fordeling for agglomeratet er slik at 85 til 90 % har dimensjoner mellom 200 og 400 μm , minst 95 % har dimensjoner over 150 μm og at vektmengden finfordelt materiale med dimensjoner under 50 μm som er tilstede i 15 agglomeratet er under 2 % av vekten.

3.

20 Perborat ifølge krav 1 og 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at den tilsynelatende densitet er minst lik 500 g/l.

4.

25 Perborat ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at den tilsynelatende densitet ligger mellom 700 og 850 g/l.

5.

Fremgangsmåte for fremstilling av et natriumperborat.tetrahydrat ifølge kravene 1 til 4, der:

30 • agglomeratene av natriumperborat.tetrahydrat dannes fra partikler av perboratet oppnådd fra en vandig overmettet natriumperboratoppløsning hvis overmettingstilstand sikres ved tilførsel av natriumperborat i vandig oppløsning dannet fra hydrogenperoksyd og natriummetaborat, og som blir konsentrasjonsreduert under forskyvning i en 35 stigende kontinuerlig bevegelse med en stigehastighet slik at det sikres en granulometrisk klassifisering av

partiklene og agglomeratene i væske-faststoffsuspensjonen som således dannes,

- de fremstilte agglomerater trekkes av fra suspensjonen ved begynnelsen av den stigende forflytning av væsken, og
- 5 • væsken i konsentrasjonsreduert tilstand trekkes av fra suspensjonen ved slutten av den stigende bevegelse, k a r a k t e r i s e r t v e d a t:
- overmettingstilstanden for den vandige overmettede oppløsning av natriumperborat sikres ved nærværet av et
- 10 anionisk overflateaktivt middel,
- dannelsen av det nødvendige natriumperborat for å sikre overmetningstilstanden realiseres med et molforhold natriummetaborat:hydrogenperoksyd på over 1,
- den konsentrasjonsreduerte væske som trekkes av fra
- 15 væske-faststoffsuspensjonen ved slutten av stigebevegelsen pr. liter inneholder minst 30 g faststoff i form av natriumperborat.tetrahydrat med en midlere granulometri under den midlere granulometri til de fremstilte agglomerater som trekkes av fra suspensjonen, og
- 20 • faststoffer resirkuleres til suspensjonen for der å presenteres til den overmettede natriumperboratoppløsning.

6.

Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t
25 v e d a t det anioniske overflateaktive middel inneholder minst en sulfat- og/eller sulfonatfunksjon bundet til en hydrokarbonrest med 2 til 22 karbonatomer eller til en eller flere ringer.

30 7.

Fremgangsmåte ifølge krav 6, k a r a k t e r i s e r t
v e d a t det overflateaktive middel er tilstede i en mengde mellom 0,3 og 0,6 g pr. 100 g fremstilt natriumperborat.-tetrahydrat, regnet på tørrmasse.

35

8.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 6 og 7, k a r a k t e r i s e r t v e d at et additiv valgt blant oleinsyresulfat eller isobutyloleat er tilstede med det
5 anioniske overflateaktive middel.

9.

Fremgangsmåte ifølge krav 5, k a r a k t e r i s e r t v e d at det anioniske overflateaktive middel er en
10 vannoppløselig eller alkaliskoppløselig polykarboksylpolymer.

10.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 5 til 9, k a r a k t e r i s e r t v e d at molforholdet natriummetaborat:hydrogenperoksyd som velges for å danne natriumperboratet som sikrer overmettingstilstanden i den overmettede
15 natriumperboratoppløsning er mellom 1,05 og 1,20.

11.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 5 til
20 10, k a r a k t e r i s e r t v e d at væsken i konsentrasjonsreduert tilstand som trekkes av fra væske-faststoff-suspensjonen ved slutten av dennes stigende bevegelse pr. liter inneholder 30 til 150 g faststoffer i form av natriumperborat.tetrahydrat.
25

12.

Fremgangsmåte for fremstilling av natriumperborat.monohydrat med forhøyet motstandsevne mot mekanisk slitasje ved
30 dehydratisering av natriumperborat.tetrahydrat i gassfaststoffhvirvelsjikt ved hjelp av en varmluftstrøm eller ved dehydratisering av perboratet under redusert trykk, k a r a k t e r i s e r t v e d at natriumperborat.tetrahydratet som underkastes dehydratisering er det ifølge
35 kravene 1 til 4.

13.

Fremgangsmåte ifølge krav 12, k a r a k t e r i s e r t
v e d at natriumperborat.tetrahydratet ifølge kravene 1 til
4 dehydratiseres i et gass-faststoffhvirvelsjikt ved hjelp av
5 en varmluftstrøm med en temperatur mellom 100 og 180°C når
den kommer inn i fluidiseringssonen der temperaturen ligger
mellom natriumperborat.tetrahydratets smeltetemperatur og
80°C og der den relative fuktighet er under 40 %.

10 14.

Fremgangsmåte ifølge krav 13, k a r a k t e r i s e r t
v e d at den relative fuktighet i fluidiseringssonen er lik
eller over 10 %.

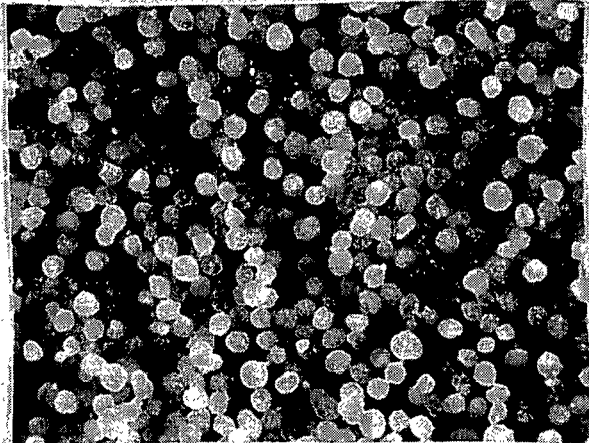
15

20

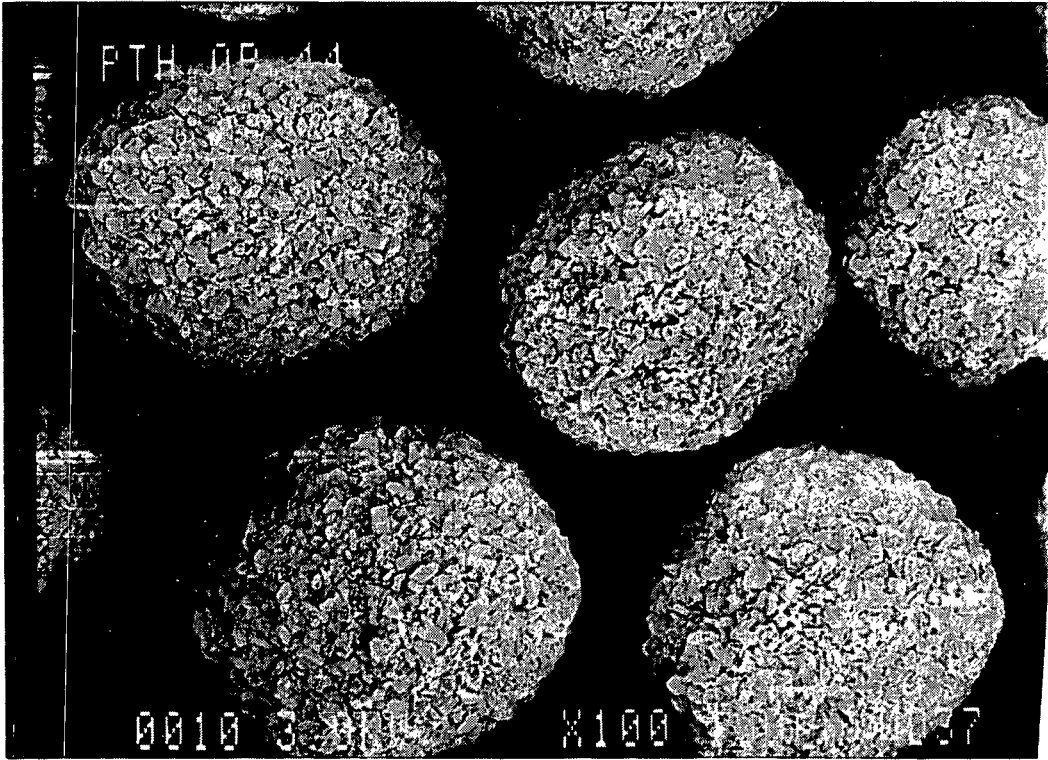
25

30

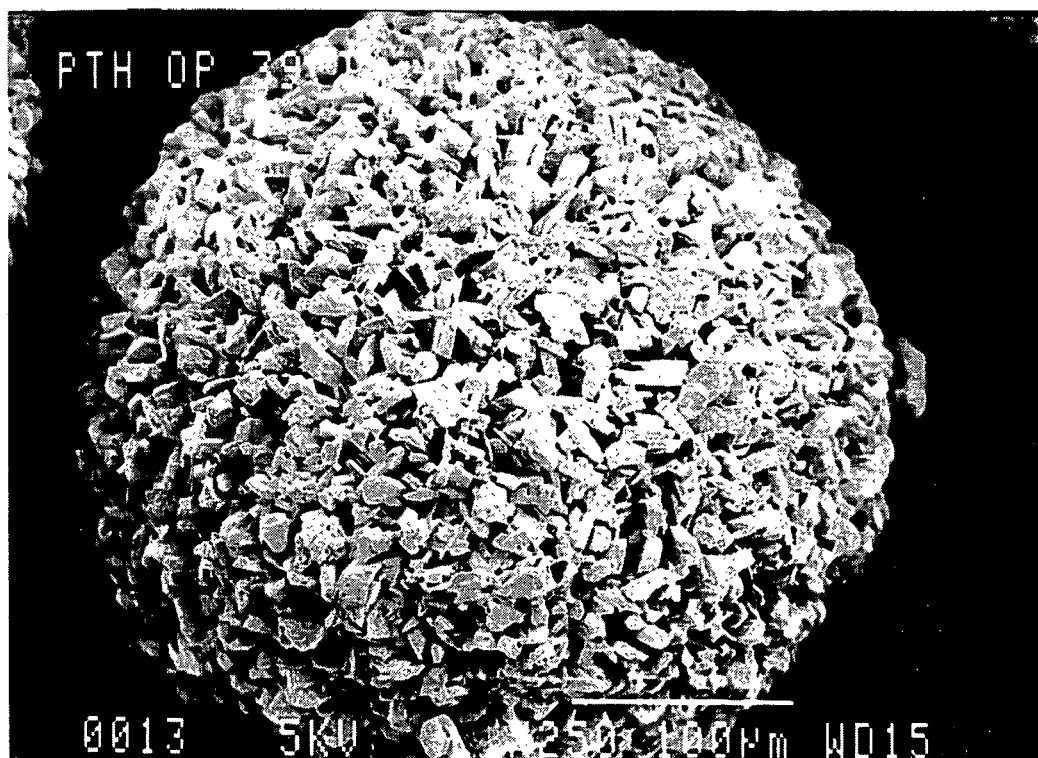
35



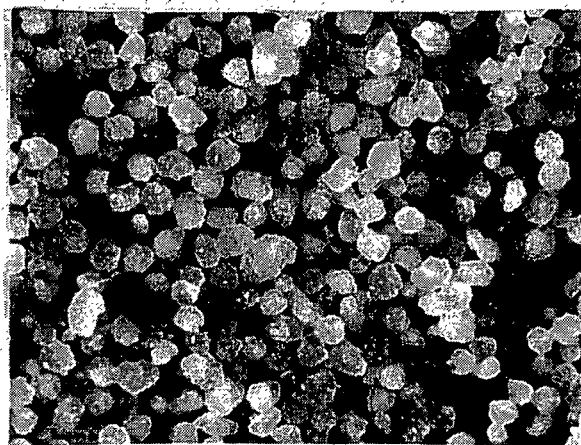
FIGUR 1



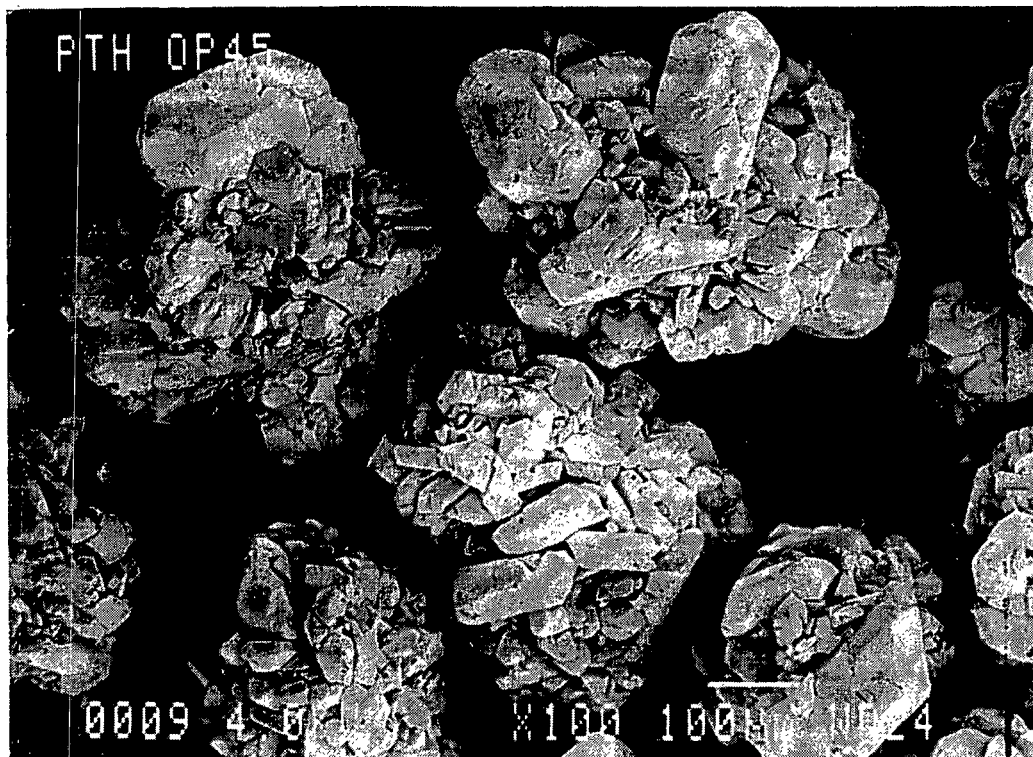
FIGUR 2



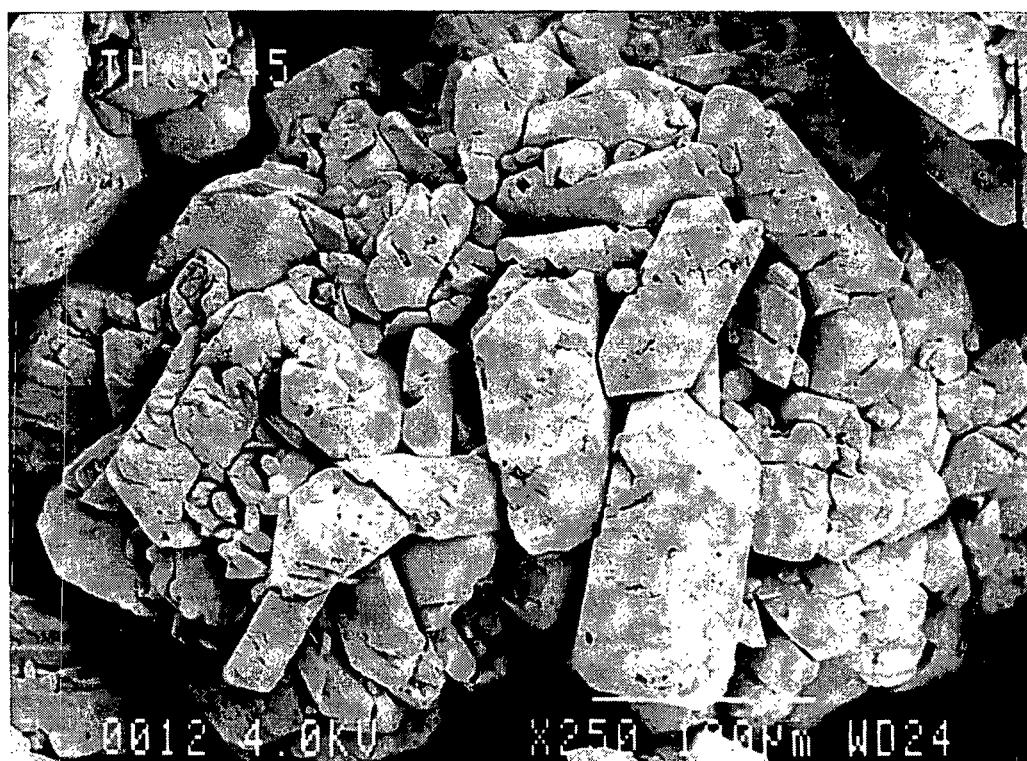
FIGUR 3



FIGUR 4



FIGUR 5



FIGUR 6

Fig. 7

