

Tentamen Octrooigemachtigden

Tentamen "*Opstellen van octrooiaanvraag en verdedigen hiervan*"

Chemie

25 februari 2002

09.00 – 13.00 deel A

Tentamenopgave A

L.S.

Ons bedrijf is werkzaam op het gebied van NaCl (keukenzout, hierna zout genoemd). Zojuist hebben wij een omvangrijk onderzoeksproject afgesloten en de resultaten gaan hierbij.

De twee producten in ons onderzoek betroffen zout in de vorm van goed uitlopende (Eng: free flowing) kristallen en zout in de vorm van geperst product.

Vers gewonnen, watervrije tot nagenoeg watervrije zoutkristallen hebben de eigenschap om reeds onder geringe druk aan elkaar te koeken. Een dergelijke druk treedt bijvoorbeeld op bij het bewaren van zout in silo's en gedurende transport, waarbij het zout als een hoop of in big bags wordt vervoerd. Het verwerken van aangekoekt zout levert problemen op.

Om dit ongewenste aancoeken tijdens opslag en transport tegen te gaan wordt al sinds jaar en dag als anti-koekmiddel natriumcitraat aan zoutkristallen toegevoegd. Dit toevoegen geschiedt door een oplossing van het natriumcitraat in water over de vers gewonnen zoutkristallen te sproeien. Daarna wordt gedroogd tot een watergehalte van het eindproduct van bij voorkeur minder dan 0.1 gew.%. De hoeveelheid natriumcitraat in het eindproduct bedraagt tussen 20 en 30 ppm, berekend op droog NaCl.

De aldus verkregen producten behouden ook na langdurige opslag en/of transport goed uitlopend gedrag.

Wij hebben gezocht naar een nieuw anti-koekmiddel dat in geringere hoeveelheden kan worden toegepast.

Gevonden is dat met natriumferrocyanide [$\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$] zeer goede resultaten konden worden geboekt. Deze stof is goed in water oplosbaar en is derhalve zeer gemakkelijk te doseren als waterige oplossing aan zoutkristallen, in het bijzonder door middel van sproeien.

In plaats van natriumferrocyanide kan ook kaliumferrocyanide worden gebruikt. Hoeveelheden natrium- of kaliumferrocyanide van 5-15 ppm, berekend op droog NaCl, zijn reeds voldoende om goed uitlopende eigenschappen aan de zoutkristallen te verlenen.

Zoals gezegd betrof ons onderzoek ook zout in de vorm van geperste producten. Hierbij moet men denken aan pellets, blokken, etc. die worden vervaardigd in op zich bekende persinrichtingen, zoals pelletiseerpersen en blokpersen. Kort gezegd komt deze vervaardiging hierop neer, dat de zoutkristallen in de persruimte worden gebracht, daar afhankelijk van de gebruikte apparatuur onder drukken van 5000 tot 25000 N/cm² worden geperst, waarna de geperste producten worden gelost.

Geperste producten worden grootschalig toegepast in wateronthardingsinstallaties. In dergelijke installaties wordt hard water, d.w.z. water dat ongewenst grote hoeveelheden calcium- en magnesiumionen bevat, over een natriumionenwisselaar geleid. Nadat de ionenwisselaar is uitgeput dient deze te worden geregenereerd en dit gebeurt door er een verzadigde NaCl-oplossing doorheen te leiden. Deze oplossing wordt aangevoerd vanuit een voorraadtank die is gevuld met water en geperste zouttabletten. Een belangrijke eis hierbij is dat de zouttabletten in de resulterende verzadigde zoutoplossing niet mogen desintegreren onder vorming van kleinere deeltjes; dergelijke deeltjes zouden de automatische kleppen van het systeem kunnen verstoppelen en aan overmatige slijtage onderhevig doen zijn.

Omdat - zie boven - vers gewonnen zoutkristallen reeds onder geringe druk koekend gedrag vertonen is het niet verwonderlijk dat zoutkristallen onder hogere druk eenvoudig tot geperste producten kunnen worden verwerkt. Eveneens is het zo dat dergelijke geperste producten in een zoutoplossing hun vorm behouden, d.w.z. vormvast zijn en niet desintegreren.

Afnemers van geperste producten voor toepassing in wateronthardingsinstallaties evenals afnemers van goed uitlopende zoutkristallen bevinden zich echter overal ter wereld. Daarnaast zijn de afnemers die die geperste producten nodig hebben zelf in staat om deze, uitgaande van zoutkristallen, met behulp van standaardapparatuur te fabriceren. Een en ander brengt met zich mee dat goed uitlopend zout over de hele wereld getransporteerd en, eventueel na opslag, verder verwerkt moet kunnen worden, hetzij tot geperst product, hetzij voor toepassingen waarin de goede uitloopeigenschappen van belang zijn, zoals voor tafelsout.

Het probleem dat zich nu met natrium- en kaliumferrocyanide voordoet is dat deze stoffen weliswaar goede uitloopeigenschappen aan de zoutkristallen verlenen, maar dat zij, als het ware in het logische verlengde hiervan, de vervaardiging van vormvaste persproducten in de weg staan. Zo bleek bij proeven op een pelletiseerpers met zoutkristallen die 2.5 gew.% water bevatten en 10 ppm natriumferrocyanide, dat de verkregen pellets al na één week in een verzadigde zoutoplossing begonnen te desintegreren.

Derhalve hebben we gezocht naar een nieuw anti-koekmiddel dat én goed wateroplosbaar is én goede uitloopeigenschappen aan de zoutkristallen verleent én de vervaardiging van in een zoutoplossing vormvaste geperste producten niet in de weg staat.

Ook hiervoor hebben we een oplossing gevonden. De gevonden stof is ammoniumferricitraat. Ook deze kan in hoeveelheden van 5-15 ppm berekend op droog NaCl worden toegepast. Zie Bijlage 1 voor nadere details over deze stof.

Van ammoniumferricitraat is bekend dat de ferri-ionen onder invloed van licht ferro-ionen vormen. Daarom hebben we onderzocht wat de invloed van ferro-ionen op het anti-koekgedrag is. Het bleek essentieel te zijn dat tenminste 90% van de ijzerionen in de ferri-vorm zijn. Bij lagere percentages gaat de anti-koekwerking onmiddellijk verloren. Over het traject van 90 tot 100% konden wij geen verschillen in werking ontdekken.

Daar het in vakkringen gebruikelijk is om ammoniumferricitraat waarin meer dan 75% van de ijzerionen ferri-ionen zijn met de naam ammoniumferricitraat aan te duiden, zal hieronder over ammoniumferricitraat worden gesproken ongeacht de aanwezigheid van de ferro-ionen.

De exacte samenstelling van ammoniumferricitraat in termen van ijzer, NH_3 en citraat varieert al naar gelang de bron van herkomst. Zeer goede anti-koekresultaten worden verkregen met ammoniumferricitraat waarin de molaire verhouding van ijzer tot citraat 0.8 tot 1.2 bedraagt en de molaire verhouding van NH_3 tot citraat 0.5 tot 2. Veruit de beste resultaten worden verkregen wanneer de molaire verhouding van de drie genoemde componenten 1:1:1 bedraagt.

Voor ons doel bruikbare oplossingen van ammoniumferricitraat zijn altijd waterig en dienen een pH in het gebied van 5 en 7 te bezitten. Afhankelijk van de samenstelling van het ammoniumferricitraat echter varieert de pH van een oplossing sterk. Het kan derhalve nodig zijn om vóór gebruik de pH van de oplossing in dit gebied te brengen. Bij voorkeur gebruikt men hiervoor HCl of NaOH en de pH bedraagt bij voorkeur 6.0.

Voorts is gebleken dat de anti-koekwerking van ammoniumferricitraat afneemt indien ammoniumferricitraat opgelost in alleen maar water wordt bewaard. Zo bleek de werking van een oplossing in water die 20 gram ammoniumferricitraat per liter bevatte lineair met de tijd af te nemen en na 20 dagen was de oplossing onbruikbaar. Daarentegen bleek dat ammoniumferricitraat in een oplossing die voorts 15-25 gew.% NaCl bevatte na 3 maanden zijn effectiviteit behouden te hebben.

De anti-koekwerking van ammoniumferricitraat wordt bevorderd door het in combinatie met natriumhexametafosfaat te gebruiken. Gebleken is dat magnesiumionen, die in zout aanwezig kunnen zijn, de werking van ammoniumferricitraat nadelig beïnvloeden en het natriumhexametafosfaat dient er toe om deze magnesiumionen te complexeren. Natriumhexametafosfaat is goed oplosbaar in zowel water als in geconcentreerde NaCl-oplossingen en het is dan ook het meest praktisch om dit additief op de zoutkristallen aan te brengen vanuit een oplossing die zowel het ammoniumferricitraat als het hexametafosfaat bevat. De gewichtsverhouding ammoniumferricitraat/natriumhexametafosfaat bedraagt bij voorkeur 1/10-1/20.

Verrassenderwijs constateerden we dat we de voornoemde lichtgevoeligheid van ammoniumferricitraat beduidend konden verminderen door het te maken op een wijze die voorzover wij weten nog niet eerder is beschreven. Wij voegen ferricitraat en ammoniumcitraat in de gewenste verhouding toe aan water en brengen vervolgens met ammonia de pH in het gebied tussen 5 en 7. Deze oplossing is als zodanig te gebruiken, maar het is ook mogelijk om het ammoniumferricitraat als vaste stof te isoleren door de oplossing in te dampen. Hierbij is van belang temperaturen hoger dan 150°C te vermijden omdat anders het ammoniumferricitraat ontleedt.

Ook op het terrein van het vervaardigen van geperste producten hebben we een vondst gedaan.

Bij het persen van zout worden de wanden van de persruimte - die gewoonlijk van roestvast staal zijn - vooraf bedekt met een dun laagje losmiddel. Het doel hiervan is om enerzijds aantasting van de wanden tegen te gaan en anderzijds het verwijderen van het geperste product te vergemakkelijken.

Een algemeen bekend losmiddel voor het maken van geperste zoutproducten is calciumstearaat. Calciumstearaat is echter niet oplosbaar in water. Daar een deel van het losmiddel op de geperste producten achterblijft stuit de toepassing van calciumstearaat op het bezwaar dat tijdens het gebruik van het geperste product, bijvoorbeeld in genoemde voorraadtanks van wateronthardingsinstallaties, calciumstearaat achterblijft en aanleiding geeft tot de vorming van een schuim. Wij hebben daarom gezocht naar losmiddelen die beter geschikt zijn voor het vervaardigen van geperste zoutproducten in die zin dat zij niet alleen goede losmiddeleigenschappen hebben, maar ook wateroplosbaar zijn. Wij hebben vastgesteld dat alifatische dicarbonsuren met 6 tot 10 koolstofatomen aan deze voorwaarden voldoen. De voorkeur geniet adipinezuur.

De geperste producten zijn ook bijzonder geschikt voor toepassing als likstenen voor schapen en runderen. Door middel van likstenen wordt op eenvoudige doch doeltreffende wijze in de zoutbehoefte van deze dieren voorzien.

Bijzonder de voorkeur verdienen likstenen die naast het ammoniumferricitraat en eventueel natriumhexametafosfaat sporenelementen bevatten. Daar deze de stabiliteit noch de anti-koekwerking van ammoniumferricitraat nadelig beïnvloeden, kunnen zij samen met het ammoniumferricitraat en eventueel natriumhexametafosfaat vanuit dezelfde oplossing over de zoutkristallen worden gesproeid. Hierdoor kan bij de bereiding van de goed uitlopende zoutkristallen met slechts één sproeingang worden volstaan, en bevinden de sporenelementen zich homogeen verdeeld in het uiteindelijke geperste product. Op zich bekende verbindingen die voor dit doel gebruikt kunnen worden zijn wateroplosbare verbindingen van zink, jodium en borium.

U vindt bij een vluchtig literatuuronderzoek GB-A 2 188 915 (Bijlage 2)

Stel conclusies en een bijbehorende beschrijvingsinleiding op.

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Bijlage 1

THE MERCCK INDEX

AN ENCYCLOPEDIA OF
CHEMICALS, DRUGS, AND BIOLOGICALS

TENTH EDITION

Martha Windholz, *Editor*
Susan Budavari, *Co-Editor*
Rosemary F. Blumetti, *Associate Editor*
Elizabeth S. Otterbein, *Assistant Editor*

Published by
MERCK & CO., INC.
RAHWAY, N. J., U. S. A.

1983

Ammonium Ferrous Sulfate

537

PO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, or H_3PO_4 and NH_3 : Grat-Cabanac. *Bull. Microscop. Appl.* 8, 97 (1953); Salutsky *et al.*; McCullough, Salutsky, U.S. pats. 3,126,254; 3,141,732 (both 1964 to W. R. Grace).

Hydrate, red to violet powder, or monoclinic rectangular lamellae. Practically insol in water; sol in acids.

USE: As pigment in ceramic glazes and vitreous enamels; as temp indicator in textile industry; in fertilizers for plant nutrition; in Co analysis.

527. Ammonium Cobaltous Sulfate. Ammonium disulfatocobaltate(II); cobaltous ammonium sulfate. $\text{CoH}_9\text{N}_7\text{O}_8\text{S}_2$; mol wt 287.14. Co 20.53%, H 2.81%, N 9.76%, O 44.58%, S 22.33%. $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2$. Prepd by mixing equimolar amounts of solns of $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ and CoSO_4 ; Malard, *Bull. Soc. Chim. France* 1961, 2296; *Gmelin's, Cobalt* (8th ed.) 58, part A, p 435 (1932); suppl, pp 811-815 (1961).

Hexahydrate, red monoclinic prismatic crystals. d 1.90. Sol in water; almost insol in alcohol.

528. Ammonium Cupric Chloride. Ammonium tetrachlorocuprate(II); ammonium chlorocuprate; cupric ammonium chloride. $\text{Cl}_2\text{CuH}_9\text{N}_3$; mol wt 241.45. Cl 58.75%, Cu 26.32%, H 3.34%, N 11.60%. $(\text{NH}_4)_2\text{CuCl}_4$. Prepd by evaporation of a 2:1 soln of NH_4Cl and CuCl_2 ; Chrobak, *Bull. Int. Acad. Polonaise* 1929A, 361; *C.A.* 24, 3688⁷ (1930); Willet, *J. Chem. Phys.* 41, 2243 (1964).

Yellow, hygroscopic, orthorhombic crystals. Sol in water. Keep well closed.

Dihydrate, ammonium tetrachlorodiaquocuprate(II). Blue to bluish-green tetragonal, rhombododecahedral crystals. d 2.0. Becomes anhyd at 110-120°; decomposes on stronger heating. Sol in water, alcohol, liquid NH_3 ; the aq soln is acid to litmus.

USE: Analytical reagent; formerly for determining carbon in iron and steel.

529. Ammonium Dichromate(VI). Ammonium bichromate. $\text{Cr}_2\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_7$; mol wt 252.10. Cr 41.26%, H 3.20%, N 11.11%, O 44.42%. $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Prepd from ammonium sulfate and sodium dichromate or by the interaction of ammonia gas and chromic acid in soln; Hartford, *Ind. Eng. Chem.* 41, 1993 (1949); *Chromium Chemicals*, Publication 52 (Mutual Chem. Div., Allied Chem.) pp 34-39. Review: M. J. Udy, *Chromium*, Vol. 1, ACS Monograph Series no. 132 (Reinhold, New York, 1956) passim.

Bright orange-red crystals. Flammable. Odorless and non-hygroscopic. Crystal system: monoclinic. Crystal habit: prismatic. d_4^{25} 2.155. Bulk density: 82 lbs/cu ft. Dec at about 180°. Decomposition becomes self-sustaining at about 225° with spectacular swelling and evolution of heat and nitrogen, leaving Cr_2O_3 . Heat of soln -23.0 cal/g. Very sol in water. Soly in water (w/w): 15.16% (0°); 26.67% (20°); 36.99% (40°); 46.14% (60°); 54.20% (80°); 60.89% (100°). Acid reaction. A 1% soln has a pH of 3.95 and a 10% soln has a pH of 3.45.

USE: Source of pure nitrogen (esp in the laboratory); in pyrotechnics (Vesuvius fire); in lithography and photo engraving; in special mordant, catalysts, and porcelain finishes. Caution: Causes skin irritation, ulceration, "chrome sores", perforation of nasal septum, pulmonary irritation.

530. Ammonium Dithiocarbamate. Dithiocarbamic acid monoammonium salt; ammonium sulfocarbamate. $\text{CH}_7\text{N}_2\text{S}_2$; mol wt 110.19. C 10.90%, H 5.48%, N 25.42%, S 58.20%. $\text{NH}_4\text{CSSNH}_2$. Prepd from CS_2 and NH_3 ; Mathes, *Inorg. Syn.* 3, 48 (1950); Redemann *et al.*, *Org. Syn. coll. vol. III*, 763 (1955); Gatlow, Hahnkamm, *Z. Anorg. Allgem. Chem.* 364, 161 (1969). Crystal structure: Cappuchi *et al.*, *Chem. Commun.* 1966, 441.

Yellow, lustrous almost odorless, orthorhombic crystals when fresh. Undergoes a reversible, exothermic transition at 63°; mp 99° (dec). d_4^{25} 1.451. Sol in water. Decomposes in air, and is then no longer clearly sol; acquires an odor of H_2S ; the decomposition products contain ammonium thiocyanate, ammonium sulfide, etc. Keep in tightly closed bottles.

USE: Instead of H_2S or $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ for pptg metals in chemical analysis; synthesis of heterocyclic compounds.

531. Ammonium Ferric Chromate. Ferric ammonium chromate. $\text{Cr}_2\text{FeH}_9\text{NO}_8$; mol wt 305.91. Cr 34.00%, Fe

18.26%, H 1.32%, N 4.58%, O 41.84%. $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{CrO}_4)_2$. Prepd by addn of NH_3 to an aq soln of $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ and CrO_3 ; Weinland, Mergenthaler, *Ber.* 57B, 776 (1924).

Carmine-red, microcryst powder. Practically insol in water.

532. Ammonium Ferric Citrate. Ferric ammonium citrate. Compounds of NH_3 , iron, and citric acid of undetermined structure. Prepd by addn of $\text{Fe}(\text{OH})_3$ to an aq soln of citric acid and NH_3 ; Krusc, Mounce, U.S. pat. 2,644,828 (1953 to Mallinckrodt); prepn of isotonic solns: Hammarlund *et al.*, *Pharm. Acta Helv.* 35, 593 (1960).

Ammonium ferric citrate, brown, soluble ferric citrate. Contains about 9% NH_3 , 16.5-18.3% Fe, and about 65% hydrated citric acid. Reddish-brown granules, garnet-red transparent scales, or brownish-yellow powder. Odorless or slight NH_3 odor; saline, ferruginous taste. Very deliquescent. Reduced to ferrous salt by light. Extremely sol in water; practically insol in alcohol. Keep well closed and protected from light.

Ammonium ferric citrate, green. Contains about 7.5% NH_3 , 14.5-16% Fe, and about 75% hydrated citric acid. Green transparent, deliquescent scales, pearls, granules, or powder. Odorless; mild ferruginous taste. More readily reduced to the ferrous salt by light than the brown form. Very sol in water; practically insol in alc. Keep well closed and protected from light.

USE: For blueprints; in photography.

THERAP CAT: Hematinic.

THERAP CAT (VET): In iron deficiency anemia.

533. Ammonium Ferric Oxalate. Triammonium tris-fethanedioato(2-)-O,O'-ferrate(3-); ammonium trioxalatoferrate(III); ferric ammonium oxalate. $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{FeN}_3\text{O}_{11}$; mol wt 374.04. C 19.27%, H 3.23%, Fe 14.93%, N 11.24%, O 51.33%. $(\text{NH}_4)_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3$. Prepn: *Gmelin's, Iron* (8th ed.) 59, part B, pp 1020-1021 (1932).

Hydrate, bright-green, monoclinic, prismatic crystals. d_4^{25} 1.78. Affected by light. Loses 3 H_2O by 100°, decomp at 160-170°. Very sol in water; practically insol in alcohol. Protect from light.

USE: In photography, blueprints; in coloring of Al and Al alloys.

534. Ammonium Ferric Sulfate. Ferric ammonium sulfate. $\text{FeH}_4\text{NO}_8\text{S}_2$; mol wt 266.01. Fe 21.00%, H 1.52%, N 5.27%, O 48.12%, S 24.10%. $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_3$. Prepn: *Gmelin's, Iron* (8th ed.) 59, part B, pp 1010-1018 (1932).

Dodecahydrate, ferric alum, iron alum. Colorless to pale-violet, transparent, efflorescent, octahedral crystals. Odorless; acid styptic taste. mp about 37°; d 1.71. Very sol in water; practically insol in alcohol; pH of 0.1M aq soln 2.5.

USE: As analytical reagent; mordant in dyeing and printing textiles.

THERAP CAT: Astringent, styptic.

535. Ammonium Ferricyanide. Triammonium hexakis-(cyano-C)ferrate(3-); ammonium hexacyanoferrate(III). $\text{C}_6\text{H}_9\text{FeN}_9$; mol wt 266.08. C 27.08%, H 4.55%, Fe 20.99%, N 47.38%. $(\text{NH}_4)_3\text{Fe}(\text{CN})_6$. Prepn: *Gmelin's, Iron* (8th ed.) 59, part B, p 1027 (1932).

Trihydrate, red crystals. Freely sol in water; practically insol in alcohol. Protect from light.

536. Ammonium Ferrocyanide. Triammonium hexakis-(cyano-C)ferrate(4-); ammonium hexacyanoferrate(II). $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{FeN}_6$; mol wt 284.12. C 25.36%, H 5.68%, Fe 19.66%, N 49.30%. $(\text{NH}_4)_4\text{Fe}(\text{CN})_6$. Prepn: *Gmelin's, Iron* (8th ed.) 59, part B, p 1024 (1932); Lux in *Handbook of Preparative Inorganic Chemistry*, Vol. 2, G. Brauer, Ed. (Academic Press, New York, 2nd ed., 1965) pp 1509-1510.

Trihydrate, yellow cryst powder. Loses NH_3 on exposure to air and light. Decomposes on heating. Freely sol in water; practically insol in alcohol. Protect from light.

537. Ammonium Ferrous Sulfate. Ferrous ammonium sulfate; Mohr's salt. $\text{FeH}_9\text{N}_2\text{O}_8\text{S}_2$; mol wt 284.05. Fe 19.66%, H 2.84%, N 9.86%, O 45.06%, S 22.57%. $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$. Manuf from Fe, H_2SO_4 and NH_3 ; Demmerle *et al.*, *Ind. Eng. Chem.* 42, 9 (1950); from pickling waste: Brundin, U.S. pat. 2,694,657 (1954 to Ekstrand and Tholand).

Hexahydrate, pale blue-green crystals or cryst powder.

Bijlage 2

(12) **UK Patent Application** (19) **GB** (11) **2 188 915** (13) **A**

(43) Application published 14 Oct 1987

<p>(21) Application No 8608602</p> <p>(22) Date of filing 9 Apr 1986</p>	<p>(51) INT CL⁴ C01D 3/22</p>
<p>(71) Applicant British Salt Limited, (Incorporated in United Kingdom), Cledford Lane, Middlewich, Cheshire CW10 0JP</p> <p>(72) Inventor Alan John Shipman</p> <p>(74) Agent and/or Address for Service Marks & Clerk, Alpha Tower, Suffolk Street Queensway, Birmingham B1 1TT</p>	<p>(52) Domestic classification (Edition I) C1A 421 D10 G50 G50D10 PF5 U1S 1310 1317 1339 1353 C1A</p> <p>(56) Documents cited GB A 2104882 GB 0911130 GB 1384384 The Theory and Practice of Industrial Pharmacy Lackman Lieberman & Kanig 2nd Edition pages 321-358</p> <p>(58) Field of search C1A Selected US specifications from IPC sub-class C01D</p>

(54) Tablets

(57) Tablets, pellets, blocks formed of particles of common salt or other crystallisable material can be produced without a tendency to disintegrate, even when an anti-caking agent is included in the material being tableted, by moistening the tablet and then drying it, or by moistening the particles either just before or during the tableting and then drying.

The claims were filed later than the filing date within the period prescribed by Rule 25(1) of the Patents Rules 1982.

GB 2 188 915 A

SPECIFICATION

Tablets

5 This invention relates to tablets, pellets, blocks and the like (hereinafter referred to as "tablets") of salt or other crystalline material which may be of organic or inorganic nature. More particularly, though not exclusively, the present invention relates to tablets consisting of or comprising common salt (sodium chloride).

Common salt tablets are currently used for medicinal and culinary purposes. They are also used in water softening and, in the form of blocks, are used for animal licks. The function of such tablets is to enable controlled release or dissolving of the salt without premature disintegration of the tablet. For example, in the water softening field, it is undesirable for the salt tablet to disintegrate because the fine salt particles resulting from disintegration of the tablet can cause undue wear and sticking of automatic valves in the water softening system and does not lead to effective utilization of the salt.

It is common practice to include an anti-caking agent in salt in order to maintain it in a free-running condition. In this way, handling, storage and transport of salt is facilitated. Without the provision of an anti-caking agent, the salt forms into solid lumps, which is highly undesirable. However, it has heretofore been impossible to form tablets having the required coherence (i.e. lack of a tendency to disintegrate) using salt containing an anti-caking agent. Thus, it has been the practice to form tablets from salt which does not contain an anti-caking agent, with all the attendant difficulties in handling, transport and storage.

Most surprisingly, we have now found that tablets having the required coherence can be produced from salt containing anti-caking agent if, after the tablet has been formed, it is moistened and then dried.

Thus, according to one aspect of the present invention, there is provided a method of manufacturing tablets (as herein defined) of particles of salt or other crystallisable material, comprising the steps of compacting such particles to form tablets, moistening the tablets, and then removing the moisture therefrom.

In an alternative embodiment, the salt is moistened slightly either just before or during the tableting operation and is then dried. The moistened salt may be in the form of commercially available undried salt typically having a water content of about 2.5%

Although the mechanism is not yet fully understood, it is believed that moistening of the tablet serves to dissolve a small proportion of the material at the surface of the particles and that, after removal of the moisture, bridges of salt or other crystalline material are established which extend between the particles in order to hold such particles in a coherent state, thus overcoming the effect of the anti-caking agent.

Thus, according to another aspect of the present invention, there is provided a tablet (as herein

defined) of particles of salt or other crystallisable material, wherein the particles are held together in a coherent state within the tablet by bridges of said material which extend between the particles.

Whilst the present invention is particularly concerned with tablets formed of salt or other crystallisable material which also contain an anti-caking agent, it will be appreciated that the concept of the present invention can also be applied to tablets formed of salt or other crystallisable material which do not contain an anti-caking agent if it is desired to improve further the coherence of a tablet containing no anti-caking agent.

Typical anti-caking agents for common salt are aluminosilicates of sodium or potassium, magnesium carbonate and sodium or potassium salts of carboxylic acid such as citric acid, oleic acid, stearic acid and palmitic acid, and the present invention is applicable to tablets containing such caking agents. In particular, however, the present invention is applicable to tablets formed of salt containing the hexacyanoferrate II salt of sodium or potassium, which is the most common anti-caking agent for common salt. The anti-caking agent is usually provided in the salt at a concentration in the range of 5 to 15 ppm by weight to provide the necessary anti-caking properties.

During the moistening step, the tablets can be moistened with water, either in the form of fine spray or droplets, or by briefly immersing the tablets in water. Alternatively, the tablets may be moistened with a solution of salt or other crystallisable material, e.g. brine. Any concentration of solution up to a saturated solution may be used. The amount of liquid required is not critical, but we have found that quite a light moistening of the surface of the tablet appears to be sufficient. If it is desired to introduce other materials, such as trace elements, into the tablet, then these can be introduced conveniently by incorporating them into the solution used to moisten the tablets. For example, trace elements may be advantageously incorporated into the tablets when such are in the form of animal licks.

After moistening, the tablets are dried essentially to remove the added moisture. Drying can be effected by raising the temperature in an oven to a temperature typically between 100°C and 200°C for a period of time to effect drying. Alternatively, the moistened tablets can be dried in a microwave oven.

In a particular example of the present invention, tablets are formed in a tableting machine, (e.g. a COLTON 31 STATION DOUBLE ROTATORY TABLET PRESS) using salt having a particle size distribution such that 2.5% of the particles are retained on an 850 micron sieve, 70% are retained on a 300 micron sieve and 99.9% are retained on a 75 micron sieve. The salt contains 5 to 5 ppm by weight of sodium hexacyanoferrate II as an anti-caking agent and is better than 99.9% by weight pure sodium chloride.

The tableting machine produces tablets having a diameter of 5 to 30 millimetres (in this example 25 mm) and a thickness of 5 to 20 mm (in this example 12 mm) but the tablet dimensions are not critical to the invention. After moistening the tablets with a fine water spray, the tablets are then dried in an oven at

170°C for 2 minutes. The resultant tablets are found to be coherent in use in that they do not disintegrate when immersed in water and this is believed to be due to bridges of salt which are formed between the
5 salt particles within the tablet.

CLAIMS

1. A method of manufacturing tablets (as herein
10 defined) of particles of salt or other crystallisable material, comprising the steps of compacting such particles to form tablets, moistening the tablets, and then removing the moisture therefrom.
2. A modification of the method as claimed in
15 claim 1, wherein the salt is moistened slightly either just before or during the tableting operation and is then dried.
3. A method as claimed in claim 2, wherein the moistened salt is in the form of undried salt typically
20 having a water content of about 2.5%.
4. A method as claimed in any preceding claim, wherein said tablets also contain an anti-caking agent.
5. A tablet (as herein defined) of particles of salt
25 or other crystallisable material, wherein the particles are held together in a coherent state within the tablet by bridges of said material which extend between the particles.
6. A tablet as claimed in claim 5, which also
30 contains an anti-caking agent.
7. A method as claimed in claim 1, substantially as hereinbefore described.
8. A tablet when produced by a method as claimed in any one of claims 1 to 4 or claim 7.