

AÑO 1.959

Expediente núm.



247078.

247078

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INTRODUCCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** Introducción por 10 años, en España

a favor de

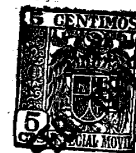
KNAPSACK-GRIESHEIM AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionalidad
alemana domiciliado en Knapsack bei Köln (Alemania)
calle de núm.

por:

Procedimiento para la elaboración de trifosfatos alcalinos
y mezclas de trifosfato alcalino-pirofosfato alcalino"

Nº 12564 :

Agente Sr. Fernández Candelas.



247078

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Introducción a nombre de:
KNAPSACK-GRIESHEIM Aktiengesellschaft, de
nacionalidad alemana, domiciliada en KNAP-
SACK BEI KÖLN (Alemania); por: "PROCEDI-
MIENTO PARA LA ELABORACION DE TRIFOSFATOS
ALCALINOS Y MEZCLAS DE TRIFOSFATOS ALCALI-
NOS Y PIROFOSFATOS ALCALINOS".

=====

El invento se refiere a trifosfatos alcalinos y
mezclas de trifosfatos alcalinos y pirofosfatos alcalinos,
así como el procedimiento para su elaboración por calenta-
miento de una mezcla acuosa de ortofosfatos alcalinos en
5 una sola fase del procedimiento.

La elaboración de trifosfatos alcalinos se ha ve-
nido haciendo hasta ahora según métodos ya conocidos exclusi-
vamente en el horno rotativo. Para ello se parte ahí de una
mezcla de ortofosfato primario y secundario con una relación
10 molar de P_2O_5 : Na_2O igual a 3 : 5, la cual mezcla se calienta
en el horno rotativo a temperaturas desde 300 a 400° C.



247078

En estos procedimientos ya conocidos se puede partir también de cualesquiera otros fosfatos, siempre que se guarde la relación molecular antes citada de $P_2O_5 : Na_2O$.

15 Con estos procedimientos ya conocidos se llega más ventajosamente a la finalidad perseguida si se parte del ácido ortofosfórico y se neutraliza éste con carbonatos alcalinos o hidróxidos alcalinos hasta que contenga aproximadamente el 67% de fosfato disódico, lo que equivale a una
20 relación de $P_2O_5 : Na_2O$ igual a 3 : 5, se calcina entonces la mezcla y se la lleva al horno rotativo.

Es también sabido que la transformación de ortofosfatos, o bien de pirofosfatos y metafosfatos en trifosfatos se lleva a cabo con notable rapidez cuando la mezcla destinada a la transformación es pulverizada en forma particularmente fina, o bien cuando existe en forma finamente distribuida. También se ha sugerido por lo mismo el inyectar con
25 tobera directamente en el horno rotativo el ácido ortofosfórico neutralizado hasta la necesaria relación molecular de
30 $P_2O_5 : Na_2O$, o bien el pulverizarlo en una torre de rociamiento y llevarlo después, finísimamente distribuido, al horno rotativo.

Sin embargo, los procedimientos ya conocidos adolecen de inconvenientes, por cuanto que los mismos se desarrollan en varias etapas y con tiempos de reacción relativamente largos que repercuten desfavorablemente sobre el rendimiento en espacio-tiempo.
35

Se ha encontrado ahora un nuevo procedimiento por el cual, la transformación desde la fase del ortofosfato a
40 la fase del trifosfato se lleva a cabo en poco tiempo, tal



247078

como en unos 2 a 15 segundos. Con este procedimiento sugerido por el invento es factible llevar a cabo transformaciones máximas en un espacio mínimo.

45 El nuevo procedimiento para la elaboración de trifosfatos alcalinos y mezclas de trifosfatos alcalinos y pirofosfatos alcalinos por calentamiento de una mezcla acuosa de ortofosfatos alcalinos, se caracteriza porque dicha mezcla se inyecta con tobera, en una sola fase del procedimiento, en una torre de rociamiento y se la calienta al mismo tiempo, 50 y porque para la elaboración de trifosfato alcalino se neutraliza el ácido ortofosfórico hasta la relación molar de P_2O_5 : Na_2O igual a 3 : 5, y para la elaboración de mezclas de trifosfato alcalino y pirofosfato alcalino se neutraliza el ácido ortofosfórico hasta la relación molar de P_2O_5 : Na_2O igual a 55 1 : 2 hasta 3 : 5.

Con esto se obtiene sorprendentemente un trifosfato alcalino muy suelto de máxima pureza, el cual tiene un peso a granel muy reducido inferior a unos 600 g/litro, en donde por peso a granel hay que entender el peso de un litro 60 de sustancia suelta, llenada sin ninguna sacudida en un cilindro graduado. Se presenta en forma granulada fácilmente soluble y contiene únicamente cantidades muy pequeñas de polvo, lo cual hace que tampoco se apelmace cuando está almacenado. Cuando se emplean toberas, a las cuales se les hace funcionar 65 con una presión sensiblemente elevada, se consigue incluso reducir el peso a granel de los productos tratados con tobera hasta por debajo de unos 200 g/litro, y obtener las sales en forma de esferas huecas muy características.



247078

Hasta ahora se era siempre de la opinión de que
70 para la formación de trifosfato era necesario un cierto tiempo de tratamiento a temperatura moderada. Pero sorprendentemente se ha comprobado que este tiempo de tratamiento es totalmente innecesario y que en un tiempo brevísimo se puede llegar desde el ortofosfato al trifosfato.

75 Para la realización del nuevo procedimiento se mantienen en la torre de rociamiento, durante la inyección con tobera, tales condiciones que los gases de escape salgan de dicha torre con una temperatura de 200 a 500° C, de preferencia desde 250 a 380° C. El contenido de humedad de los
80 gases de escape oscila alrededor de 60 y 400 g H₂O/kg. Por medio de cambiadores térmicos se puede recuperar la mayor parte del calor arrastrado por los gases de escape, por lo cual sólo hay que aportar el calor de vaporización y de transformación. El rendimiento de la torre de rociamiento por tobera depende solamente de la cantidad de calor de que se dispone, la cual se puede suministrar cómodamente en cualquier cantidad deseada.
85

El procedimiento está particularmente indicado para la elaboración de un trifosfato alcalino puro, suelto, el
90 cual está exento de trimetafosfato. Pero igualmente se le puede emplear para la elaboración de pirofosfatos cuando se neutraliza el ácido ortofosfórico hasta una relación molar de P₂O₅ : Na₂O igual a 1 : 2. Exactamente igual se puede obtener toda mezcla de pirofosfato y trifosfato estableciendo
95 la relación molar P₂O₅ : Na₂O entre 1 : 2 y 3 : 5. Pero con este procedimiento no se consigue la obtención de metafosfatos.



247078

El nuevo procedimiento consiste, por consiguiente, en obtener trifosfato alcalino o mezclas de trifosfato alcalino con pirofosfato alcalino en una sola fase del procedimiento. Para ello se pulveriza con tobera en una torre de rociamiento el ácido ortofosfórico, el cual ha sido neutralizado hasta la relación molar de $P_2O_5 : Na_2O$ o bien K_2O igual a 3 : 5 en el caso del trifosfato alcalino, o bien igual a 1 : 2 hasta 3 : 5 en el caso de las mezclas.

Los gases de escape deben salir de la torre de rociamiento con una temperatura de 200 - 500° C, de preferencia 250 - 380° C, y tener un contenido de humedad de 60 a 200 g agua/Kg gas de escape.

Para explicar el procedimiento se citan los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1:

50 Kg de ácido ortofosfórico con 75% H_3PO_4 y 34,5 Kg de sosa anhidra (al 98%) se pasan a solución en 37,5 litros de agua y se pulverizan con toberas en una torre de rociamiento. La temperatura del gas de escape es de 380° C y el contenido de humedad, de 100 g H_2O /Kg gas de escape. Con un rendimiento del 98% se obtiene un trifosfato de sodio con un contenido de 57% de P_2O_5 total, el cual se determina como $Na_5P_3O_{10}$ al 99% aproximadamente.

Ejemplo 2:

75 Kg de ácido ortofosfórico al 75% se diluyen en 57 litros de agua, y con 53,4 Kg de sosa al 98% se neutralizan a unos 60 hasta 90° C. La solución se pulveriza en la torre de rociamiento a una temperatura de 400° C. Se obtiene un trifosfato suelto con una pureza del 99% aproximadamente. El rendimiento en material es prácticamente del 100%.



Ejemplo 3:

247078

17,5 Kg de ácido ortofosfórico con 32,5% P_2O_5 se neutralizan con 8,13 Kg de sosa al 98% a 60 hasta 100° C.

130 La mezcla se pulveriza a unos 300° C y el contenido de humedad del gas de escape se ajusta en 200 g H_2O/l . Se Obtiene una mezcla suelta con 53,7% P_2O_5 , a la que se identifica en un 75% como pirofosfato de sodio y en un 24% como trifosfato de sodio. El rendimiento es del 98% aproximadamente.

135 Ejemplo 4:

10 Kg de ácido ortofosfórico con 57% P_2O_5 se neutralizan en presencia de 7,5 litros de agua, con 8,44 Kg de sosa al 98% a 60 hasta 100° C. La mezcla se pulveriza a 320° C. Se obtiene un producto con el 53% de P_2O_5 total, que se compone en un 88,6% de pirofosfato de sodio. El resto hasta el 100% existe como trifosfato de sodio. El rendimiento es de un 98%.

145 Ha resultado, empero, que los productos obtenidos según el invento están particularmente indicados para la elaboración de productos fosfatados para lavado y limpieza, sobre todo cuando esta elaboración se realiza por mezcla mecánica de los componentes para lavado con el fosfato. El invento se refiere también a estos productos detergentes. Los productos detergentes de esta clase pueden servir ventajosamente, en particular para el tratamiento de textiles de toda clase, y por ejemplo también para lavar la ropa doméstica. 150 Después, también son aplicables como producto para lavar vajilla y lo mismo para el desengrasado en los procesos textiles, en particular para eliminar las sustancias grasientas



247078

155 que se introducen durante los procesos de apresto de textiles, tales como, por ejemplo, aceite para engrasar lana, colas a base de aceites grasos.

De paso se obtiene un producto detergente granulado, no apelmazable, con reducido peso a granel mezclando en
160 seco dos componentes, uno de los cuales contiene la sustancia activa para el lavado y que se elabora mediante un secado por pulverización, mientras que el segundo componente contiene trifosfato o mezclas de trifosfato-pirofosfato, y que consiste en el empleo de fosfato en forma fácilmente soluble,
165 exenta de polvo, eventualmente también en forma de esferas huecas, y con un peso a granel inferior a 600 g por litro, y en que el peso a granel y la granulación del fosfato corresponden a los valores del detergente acabado.

Pueden interesar también detergentes en cuya elaboración
170 ración se agregan otros constituyentes corrientes de detergentes así como adiciones de detergentes, bien a la preparación de la pulverización de los componentes activos, o bien mezclándoles en seco al mismo tiempo con el fosfato.

Para la elaboración de detergentes granulados y
175 fosfatados, dado el actual nivel de la técnica se aplica el procedimiento de pulverización en caliente, La preparación que se toma para ello contiene las materias primas orgánicas de lavado, los fosfatos, eventualmente otras sales inorgánicas, tales como sosa, sulfato sódico y silicato sódico, y otras adiciones
180 detergentes en solución acuosa o en suspensión. El inconveniente aquí estriba en que no se puede evitar una modificación de los fosfatos. Principalmente durante la aplicación del procedimiento de pulverización en caliente se descompone



247078

185 siempre una parte del trifosfato en forma de pirofosfato y de ortofosfato, lo cual significa una disminución de valor.

También se ha intentado oportunamente pulverizar el detergente sin fosfato y mezclar el fosfato posteriormente. Sin embargo, con las calidades de fosfato disponibles hasta ahora no se ha podido realizar semejante procedimiento. Para 190 ello se necesita desde luego que el fosfato y el detergente tengan aproximadamente la misma granulación, el mismo peso a granel e idéntica solubilidad. Por consiguiente no se puede emplear un fosfato molido en forma de polvo; con esto el detergente tendría mal aspecto, se espolvorearía al ser empleado y se apelmazaría durante su almacenamiento. Después, tampoco 195 es posible mezclar un fosfato de elevado peso a granel de 600 a 1000 g/litro con un detergente ligero de un peso a granel de 300 a 600 g/litro. Una mezcla de esta clase se vuelve a separar cuando se la mueve, transporta, etc. Finalmente, los 200 fosfatos granulados se conocen hasta ahora únicamente con elevado peso a granel, mayor de 600 g/litro.

Según el presente procedimiento se ha conseguido al fin por primera vez obtener un fosfato que asocia las propiedades: buena solubilidad, ausencia de polvo prácticamente 205 total, granulación y bajo peso a granel, y que por lo mismo está particularmente indicado para la elaboración sugerida por el invento de detergentes fosfatados.

Los detergentes obtenidos de esta manera tienen, además la ventaja de no formar grumos, incluso después de un 210 largo almacenamiento. El aspecto, además, es uniforme, pues el granulado del fosfato se puede ajustar al del detergente. El detergente no se espolvorea ni se desmezcla.



247078

Con el nuevo procedimiento es factible por primera vez incorporar en un detergente un trifosfato realmente libre de pirofosfato.

Estos detergentes no existían hasta ahora. El análisis cromatográfico de los detergentes usuales hasta ahora ha revelado por primera vez con toda claridad que en los detergentes pulverizados en caliente existe siempre como un 10 - 30% de productos de descomposición del trifosfato de sodio, aún cuando se haya introducido trifosfato de sodio puro.

Si interesa obtener una mezcla de pirofosfato y de trifosfato, la relación de mezcla se puede hacer más exactamente mediante la elección del correspondiente fosfato que lo que es posible con el procedimiento de pulverización en caliente usual, en el que el trifosfato se descompone en parte.

En comparación con la fabricación de detergentes por pulverización en caliente, el procedimiento sugerido por el invento representa un ahorro de energía, puesto que se puede economizar la cantidad de agua que se necesita en el proceso de pulverización para la disolución o suspensión del fosfato y que a continuación hay que volver a evaporar en la torre de rociamiento. Como quiera que los modernos detergentes contienen una elevada proporción de hasta el 50% de trifosfato, el ahorro de energía térmica es considerable.

Con el método de trabajo sugerido por el invento, las demás sustancias constituyentes del detergente, tales como sosa, sulfato, silicato, etc. así como las adiciones de detergentes corrientes, se agregan, bien a la preparación líquida



247078

para la pulverización, o mecánica y simultáneamente con el fosfato. Esto último sólo es posible en el caso de que estos restantes constituyentes tengan poco peso a granel y la adecuada granulación.

245 Como sustancias activas para el lavado o componentes se pueden tomar en consideración todas las sustancias corrientes hasta ahora anionactivas, cationactivas o no ionizables, sin que su campo se limite únicamente a los productos indicados seguidamente tan sólo a título de ejemplo.
250

Ejemplo 5:

Una preparación compuesta de
15% sustancia activa, al 100%, por
ejemplo alkilarilsulfonato, sulfato de laurilo, o similares.

255 15% sulfato sódico,
9% silicato sódico,
1% carboximetilcelulosa y
60% agua,

se seca por pulverización en caliente. El producto seco sale
260 granulado con un peso a granel de 400 g/litro. A continuación se mezclan mecánicamente 55 partes del mismo con 45 partes de un trifosfato sódico puro, anhidro, de idéntica granulación y peso a granel. De ahí resulta un detergente doméstico universal con la siguiente composición:

265 17% sustancia activa,
17% sulfato sódico,
10% silicato sódico,
1% aprox. carboximetilcelulosa,
10% agua y
270 45% trifosfato sódico.



247078

Ejemplo 6:

59 partes de una mezcla pulverizada, compuesta aproximadamente de:

- 275 34% alkilarilsulfonato,
- 34% sulfato sódico,
- 16% sosa,
- 14% agua y
- 2% aproximadamente carboximetilcelulosa

280 se mezclan en seco con 30 partes de una mezcla de fosfato, compuesta por partes iguales de pirofosfato sódico y trifosfato sódico, y con 5 partes de perborato y 6 partes de silicato magnésico. Los dos componentes principales así como el producto ya mezclado tienen un peso a granel de unos 450 g/litro y están granulados uniformemente. El detergente acabado está compuesto como sigue:

- 285 20% alcalarilsulfonato,
- 20% sulfato sódico,
- 15% pirofosfato sódico,
- 15% trifosfato sódico,
- 290 10% sosa,
- 8% agua,
- 6% silicato magnésico,
- 5% perborato y
- 1% aproximadamente carboximetilcelulosa.

- . N O T A . -

295 1.- Procedimiento para la elaboración de trifosfatos alcalinos y mezclas de trifosfatos alcalinos y pirofosfatos alcalinos por calentamiento de una solución acuosa de ortofosfatos alcalinos, caracterizado porque dicha mezcla



247078

300 se pulveriza por toberas en una sola etapa del procedimiento en una torre de rociamiento y se calienta al mismo tiempo, en donde para la elaboración de trifosfato alcalino existe en la mezcla una relación molar de P_2O_5 : Na_2O igual a 3 : 5, y para la elaboración de mezclas de trifosfato alcalino y pirofosfato alcalino, existe en la mezcla una relación
305 molar de P_2O_5 : Na_2O igual a 1 : 2 hasta 3 : 5.

2.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque los gases de escape salen de la torre de rociamiento con una temperatura de 200 a 500° C.

3.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque los gases de escape salen de la torre de rociamiento con una temperatura de 250 a 380° C.
310

4.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque los productos secos, pulverulentos, obtenidos en el tratamiento por pulverización, los cuales tienen un
315 peso a granel inferior a 600 g/litro, se mezclan juntamente con el polvo seco no apelmazable de una sustancia activa de lavado que tiene un peso a granel parecido.

5.- Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque los productos secos obtenidos en el tratamiento por pulverización, que mediante el empleo de toberas con
320 alta presión dan por resultado una típica forma esférica hueca de las sales, cuyo peso a granel se reduce hasta unos 200 g/litro, se mezclan juntamente con el polvo seco no apelmazable de una sustancia activa de lavado, la cual tiene un
325 peso a granel parecido.

6.- Procedimiento según reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque a la preparación para la pulverización de



247078

los componentes activos se agregan más sustancias consti-
tuyentes corrientes del detergente, así como adiciones de
330 detergentes.

7.- Procedimiento según reivindicaciones 1 y 4,
caracterizado porque a la preparación para la pulverización
de los componentes activos se agregan más sustancias cons-
tituyentes corrientes del detergente, así como adiciones de
335 detergentes.

8.- Procedimiento según reivindicaciones 1 y 3,
caracterizado porque con el fosfato se mezclan en seco al
mismo tiempo más sustancias constituyentes corrientes del
detergente, así como adiciones de detergentes.

340 9.- Procedimiento según reivindicaciones 1 y 4,
caracterizado porque con el fosfato se mezclan en seco al
mismo tiempo más sustancias constituyentes corrientes del
detergente, así como adiciones de detergentes.

345 10.- PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE TRIFOS-
FATOS ALCALINOS Y MEZCLAS DE TRIFOSFATOS ALCALINOS Y PIRO-
FOSFATOS ALCALINOS.

Tal como se describe y reivindica en la presente
Memoria Descriptiva que consta de trece hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 6 de Febrero de 1.959

Carb. Juanda