

03 MAR 1963

P. 23.917
No. 60341
US Serial 163.886
Case M 1078



283812

283812

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 31 de diciembre de 1962, con el No.283.812

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteameri-
cana, establecida en 800 North Lindbergh Boulevard, St.

Louis, Missouri, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN
TRIMETAFOSFATO DE METAL ALCALINO"

El presente invento se refiere a nuevos procedi-
mientos para fabricar productos inorgánicos de fosfato só-
dico que contienen, como constituyente principal, trimeta-
fosfato sódico. Más particularmente, el presente invento
se refiere a procedimientos de calcinación mejorados para
fabricar productos de trimetafosfato sódico que contienen
una cantidad mínima de metafosfatos insolubles en agua.

5

283812 -7M



Cuando se calientan ortofosfato monosódico y/o pirofosfato ácido de sodio, (de acuerdo con una técnica de calcinación corriente para preparar trimetafosfato sódico) a una temperatura por encima de unos 450°C. durante varias horas, el producto de trimetafosfato sódico resultante contiene siempre una cantidad demasiado grande (es decir, más de 1%, aproximadamente, en peso) de una variedad de metafosfato sódico que es insoluble en agua. Este "metafosfato insoluble" se suele llamar corrientemente "IMP". La cantidad real de IMP contenida en los productos de trimetafosfato sódico fabricados de este modo depende hasta cierto punto del tiempo que los materiales reaccionados se mantienen a temperaturas por encima de unos 450°C. (cuanto mayor es el tiempo, menor es el contenido de IMP del producto trimetafosfato). Sin embargo, para obtener trimetafosfato sódico que no tenga prácticamente nada de IMP (es decir, menos de, aproximadamente, 0,2% en peso) por procedimientos corrientes, es preciso mantener los materiales de reacción a una temperatura de unos 450°C. durante unas 48 horas, como mínimo. En escala comercial, no resulta práctico emplear estos tiempos de reacción tan prolongados para la fabricación de trimetafosfato sódico. Desde luego, el trimetafosfato sódico no se encuentra disponible actualmente más que en cantidades de laboratorio o de planta piloto y sólo a precios bastante altos. Ahora bien, actualmente existen varios sectores de aplicación (por ejemplo, como sustituto para tripolifosfato sódico en la fabricación de detergentes secados por el calor) donde puede utilizarse ventajosamente trimetafosfato sódico que esté esencialmente libre

283812



de IMP, a condición de que pueda fabricarse a un costo razonable (es decir, por un procedimiento práctico en escala comercial).

De acuerdo con el invento descrito en la solicitud española 283.814, se pueden obtener composiciones de trimetafosfato sódico que tienen concentraciones suficientemente bajas de IMP dentro de un período de tiempo razonable, a condición de que haya presente en las corrientes de alimentación del calcinador por lo menos un polifosfato molecularmente deshidratado por completo, por ejemplo tripolifosfato sódico, pirofosfato tetrasódico, fosfato sódico "vítreo" y trimetafosfato sódico como "acelerador". De acuerdo con el presente invento sin embargo se ha encontrado que puede utilizarse cualquier fosfato sódico inorgánico acuosoluble para preparar productos de trimetafosfato sódico que tienen concentraciones suficientemente bajas (es decir, menos de 0,5%, aproximadamente en peso) de IMP dentro de un tiempo de residencia razonable en el calcinador, a condición de que la relación de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ en la corriente térmica de material "bruto" para el calcinador esté comprendida dentro de los límites bastante estrechos (es decir entre 1,03, aproximadamente, y 1,12, aproximadamente, y preferiblemente dentro de los límites de 1,05, aproximadamente, y 1,10, aproximadamente). Dicho con otras palabras, los aceleradores mencionados arriba no son necesarios en la práctica del presente invento. De hecho, este invento, puede ponerse en práctica ventajosamente cuando los materiales de fosfato brutos que están presentes en las corrientes de alimentación del calcinador están constituidos de modo

283812 -7M



prácticamente total por fosfatos de sodio molecularmen
te hidratados.

Para alcanzar relaciones de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ dentro de cualquiera de estos límites deseados, hay que utilizar una mezcla de sales de fosfato sódico en las corrientes de alimentación al calcinador. En la mayoría de los casos, estas mezclas estarán constituidas prácticamente en su totalidad por sales inorgánicas de fosfato sódico que contienen agua de constitución (a diferencia de agua de hidratación), tal como, por ejemplo, ortofosfato monosódico, ortofosfato disódico, pirofosfato ácido de sodio y tripolifosfato ácido trisódico. Estos materiales de fosfato pueden ser hidratados o anhidros, y tienen que ser solubles prácticamente por completo en agua hasta el grado de por lo menos 1% en peso, aproximadamente. Aunque, generalmente, lo más conveniente es utilizar una mezcla de solamente 2 sales fosfato diferentes (y de estas se prefiere utilizar una mezcla de ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico), pueden usarse mezclas de más de 2. Para obtener resultados óptimos, es preciso mezclar íntimamente estos materiales fosfato "brutos" antes de su calcinación. Además, algunas veces conviene utilizar, en lugar de una de estas sales fosfato molecularmente hidratadas, uno o más de los "aceleradores" descritos en la solicitud copendiente anteriormente mencionada.

Hay que advertir que el presente invento puede utilizarse únicamente para la producción de productos de trimetafosfato sódico que contengan desde 7% en peso, aproximadamente, hasta 22% en peso, aproximadamente, de



tripolifosfato sódico. Sin embargo, para la mayoría de los usos finales importantes para los que se fabrica tri-
metafosfato sódico, se ha encontrado que la presencia
de estas cantidades tan pequeñas de tripolifosfato só-
5 dico, aparentemente, "contaminantes", en los productos
de trimetafosfato sódico, no origina ninguna perturba-
ción.

Los procedimientos de este invento pueden rea-
lizarse prácticamente en cualquier equipo de calcinación
10 corriente en el que puedan alcanzarse temperaturas de
conversión por encima de unos 350°C. Para conseguir la
conversión deseada (de las mezclas de sales fosfato des-
critas anteriormente a una mezcla de trimetafosfato sódi-
co más cantidades secundarias de tripolifosfato sódico),
15 hay que calentar las mezclas de fosfato a una temperatu-
ra por encima de unos 350°C. y, preferiblemente, hasta
por encima de unos 425°C., pero, por debajo de unos
600°C (que es el punto de fusión máximo de estos produc-
tos de trimetafosfato sódico). Cuando puede suponer un
20 inconveniente la presencia de una pequeña cantidad inci-
piente de fusión en el calcinador, se prefiere mantener
la temperatura de la mezcla de fosfato durante la calci-
nación por debajo de unos 550°C.

Generalmente, pueden observarse niveles nota-
25 blemente rebajados de IMP en los productos de trimeta-
fosfato sódico (en comparación con materiales fosfato
"brutos" análogamente tratados que tienen la relación
corriente de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 1,0), al cabo de un período
de reacción (conversión) de sólo unos pocos minu-
30 tos a temperaturas por encima de unos 350°C. Sin embargo,

283812

-7W



para que la mayoría de las sales fosfato de cualquiera
de las mezclas de fosfato que se utilicen en los pro-
cedimientos de este invento se conviertan en trimetafos-
fato sódico, se necesitan generalmente, por lo menos,
5 15 minutos, aproximadamente, incluso a las temperaturas
de conversión relativamente mayores de más de 500°C.
Como regla general, hay que utilizar períodos de conser-
sión algo más prolongados para fabricar un producto de
trimetafosfato sódico que tenga un nivel bajo determi-
10 nado de IMP, cuando se usan temperaturas de conversión
relativamente más bajas, que cuando se emplean tempera-
turas de conversión relativamente mayores en estos pro-
cedimientos. Además, para una temperatura dada y rela-
ción de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ también dada, dentro de los límites
15 prescritos, los tiempos de conversión más largos darán
como resultado generalmente niveles de IMP menores en
el producto de trimetafosfato final.

Los procedimientos del presente invento pue-
den incluirse también dentro de los procedimientos de
20 devolución, con tal que la cantidad de alimentación al
calcinador y la cantidad del producto trimetafosfato só-
dico que se devuelve se ajusten y/o se controlen de for-
ma que la relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de la masa total de sales
fosfato que se hace pasar por el calcinador en cualquier
25 tiempo determinado, estén dentro de los límites prescri-
tos anteriormente. En tales procedimientos de devolu-
ción, el tripolifosfato sódico, así como el trimetafos-
fato sódico, realizarán la función de los "aceleradores"
en la solicitud copendiente arriba mencionada.

30 En los ejemplos siguientes, todas las partes

283812



son en peso, a menos que se indique otra cosa.

EJEMPLO I

5 Sobre una mezcla de 1000 partes de H_3PO_4 de
: 85% y 800 partes de agua se agitan lentamente 494 par-
: tes de carbonato sódico. El producto de reacción resul-
: tante, que es una mezcla de ortofosfato monosódico y or-
10 tofosfato disódico, se disuelve en agua. La relación
 Na_2O/P_2O_5 en esta solución es 1,075. La solución se
 seca en tambor en rodillo de acero inoxidable calentado
 por vapor, corriente, para eliminar la mayor parte del
 agua libre. Luego, durante un período de 10 minutos,
 se calientan las escamas secadas en tambor resultantes,
15 en un calcinador rotatorio calentado indirectamente, co-
 rriente, a $500^{\circ}C$. y se mantienen a esta temperatura,
 aproximadamente, durante 1 hora. El producto de trime-
 tafosfato sódico resultante contiene aproximadamente 13
 por ciento en peso de tripolifosfato sódico y sólo 0,04
20 por ciento en peso, aproximadamente, de IMP. En compa-
 ración con ésto, un producto de reacción corriente de
 H_3PO_4 y Na_2CO_3 (ortofosfato monosódico, que tiene una
 relación de Na_2O/P_2O_5 de 1,00) calcinado durante 1 hora
 a unos $500^{\circ}C$., contiene más de 32 veces la cantidad de
25 IMP.

EJEMPLO II

 Los datos de la tabla siguiente ilustran la
30 amplitud de aplicación con respecto a algunos de los

283812

-7M



materiales fosfato "brutos" que pueden utilizarse en los procedimientos de este invento, así como el mejora miento sustancial en los niveles de IMP (en comparación con los procedimientos corrientes de calcinación para la fabricación de trimetafosfato sódico) que puede conseguirse con la práctica del invento.

5

283812



Mezcla de sal fosfato	Relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$	% IMP en el producto (&)	Tiempo de con- versión (a 500°C .)
Ortofosfato monosódico (control convencional)	1.00	1.29	1 hora
Ortofosfato monosódico + ortofosfato disódico	1.05	0.95	1 hora
Ortofosfato monosódico + ortofosfato disódico	1.075	0.04	1 hora
Ortofosfato monosódico + ortofosfato disódico	1.10	0.39	1 hora
Ortofosfato monosódico + ortofosfato disódico	1.12	1.20	1 hora
Ortofosfato monosódico + tripolifosfato sódico	1.12	0.25	1 hora
Ortofosfato monosódico (control convencional)	1.00	1.00	10 horas
ortofosfato monosódico + ortofosfato disódico	1.05	0.20	10 horas
Ortofosfato monosódico + ortofosfato disódico	1.075	nada	10 horas
Pirofosfato ácido de sodio + ortofosfato disódico	1.10	0.10	10 horas

(&) Calcinado a 500°C .

283812



Estos ensayos se hacen disolviendo primero los materiales fosfato "brutos" en agua y luego secando en tambor y calcinando de la misma manera descrita en el Ejemplo I.

5 Por los datos de la tabla anterior, puede ver se que, utilizando la relación corriente $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 1,0, se necesitan, aproximadamente, 10 horas a 500°C . para la fabricación (calcinación) de un producto de tri metafosfato sódico que contenga aproximadamente 1% de
10 IMP, es posible, poniendo en práctica el presente inven to, fabricar productos de trimetafosfato sódico que con tengan menos de 1 por ciento en peso de IMP en menos de 1 hora. Puede observarse también que, cuando se utiliza una relación de 1,075, el producto de trimetafosfato sódico así obtenido en sólo una hora a 500°C ., con tiene mucho menos de 0,1 por ciento en peso de IMP.

En comparación con esto, se necesitan más de 20 horas de calcinación a 500°C . para obtener de la ma nera corriente un producto de trimetafosfato sódico que
20 contenga una cantidad tan pequeña como 0,1 por ciento en peso de IMP. Como, por regla general, los períodos de calcinación relativamente cortos requieren menos ca lor por unidad de producto fabricado (a igualdad de los demás factores) que los períodos de calcinación más lar gos, puede apreciarse fácilmente la ventaja de utilizar
25 el presente invento ya desde el punto de vista de costos de elaboración solamente.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 2 de enero
30 de 1962, bajo el número 163.886, se acoge a los beneficios

283812

del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

5

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10

1.- Un procedimiento para la fabricación de un producto de trimetafosfato de metal alcalino, que comprenden de calcinar una mezcla de sales de fosfato sódico acuoso soluble a una temperatura que está por encima de unos 350°C., pero por debajo del punto de fusión de dicho producto de trimetafosfato de metal alcalino, teniendo dicha mezcla una relación general $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ entre, aproximadamente, 1,03 y, aproximadamente, 1,12.

15

20

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dichas sales de fosfato sódico están molecularmente hidratadas.

25

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende calcinar una mezcla de sales ortofosfato seleccionadas del grupo constituido por ortofosfato sódico dibásico, ortofosfato sódico monobásico, y la sal doble de ortofosfato sódico monobásico y bibásico (teniendo dicha mezcla una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ entre, aproximadamente, 1,05 y, aproximadamente, 1,10) a una temperatura entre unos 450 y unos 550°C.

30

4.- Un procedimiento para fabricar un producto de trimetafosfato de metal alcalino, que comprende calci

283812



nar una composición de ortofosfato de metal alcalino que tiene una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ entre, aproximadamente, 1,05 y, aproximadamente, 1,10 a una temperatura entre, aproximadamente, 450 y, aproximadamente, 550°C.

5

5.- Un procedimiento para la fabricación de un trimetafosfato de metal alcalino.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

03 MAR. 1963

P.A.

Alberto de Ezabari
Portuñal

MMP