

P. - 25.916

Nº 60315
U.S. Serial nº 163887
Case E 1052

14 FEB. 1963



283813

283813

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 31 de Diciembre de 1962, con el nº 285.813

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana,
establecida en 800 North Lindbergh Boulevard, St Louis 66, Mi-
ssouri, E. U. A., por:

«UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UN POLIFOSFATO DE LE-
TAL ALCALINO».

El presente invento se refiere a nuevos procedimientos
para la fabricación de productos inorgánicos de fosfato de ma-
tal alcalino que contienen trimetafosfato sódico. Más particu-
larmente, el presente invento se refiere a procedimientos me-
jorados de calcinación para la fabricación de trimetafosfato
sódico y productos mixtos de trimetafosfato de metal alcalino
que contienen una cantidad mínima de metafosfatos insolubles
en agua.

283813



Probablemente, el problema más grave con que se enfrentan los fabricantes de productos de fosfato inorgánico que quieren preparar y vender trimetafosfatos de metal alcalino (por ejemplo, trimetafosfato sódico) en escala comercial es el de producir tri-
5 metafosfato que contenga cantidades relativamente pequeñas de metafosfatos insolubles en agua (es decir, menores de, aproximadamente, 0,5 % en peso), a los que se denomina corrientemente "IMP", por un procedimiento práctico en escala comercial. Hasta ahora, la fabricación de trimetafosfatos de metal alcalino
10 que tuvieran pequeñas concentraciones de IMP era un problema muy difícil, y resultaba prohibitivo desde el punto de vista económico. Por ejemplo, se ha sugerido que puede prepararse trimetafosfato sódico calcinando ortofosfato monosódico a temperaturas por encima de unos 450° C. hasta que la concentración de
15 IMP del trimetafosfato sódico obtenido baje a un nivel aceptable. Sin embargo, este procedimiento ha exigido hasta ahora un período prolongado de "imbibición" para el material calcinado a temperaturas por encima de unos 450° C., y, por esta causa, carecía de interés en la práctica. Como, para muchos procedimientos comerciales y aplicaciones en las que pueden usarse trimeta-
20 fosfatos de metal alcalino, conviene (y algunas veces es imprescindible) que el trimetafosfato de metal alcalino sea prácticamente soluble en agua de modo total, se comprenderá fácilmente la importancia que tiene el resolver este problema.

25 Así, pues, un objeto principal del presente invento es proporcionar procedimientos de calcinación en los que puede fabricarse trimetafosfato sódico y trimetafosfatos de metal alcalino mixtos que estén esencialmente exentos de IMP, en un período considerablemente más corto que lo que hasta ahora era posible
30 normalmente.

283813



Otro objeto del presente invento es proporcionar procedimientos de calcinación para preparar trimetafosfato sódico relativamente puro a un costo considerablemente menor que lo que hasta ahora era posible.

5 Estos objetos, así como otros, pueden realizarse, de acuerdo con el presente invento, elevando la temperatura de los materiales fosfáticos "brutos" contenidos en la corriente de alimentación al calcinador a través de los límites de temperatura desde unos 250° C a unos 450° C a una velocidad
10 extraordinariamente rápida. Por ejemplo, en la fabricación de trimetafosfato sódico puro partiendo de ortofosfato monosódico, se ha encontrado ahora que, cuando se eleva la temperatura de dicho ortofosfato monosódico a unos 550° desde por debajo de unos 100° C, en un minuto, aproximadamente, el producto
15 resultante contiene menos de, aproximadamente 0,1 por ciento en peso de IMP. Esto es un mejoramiento sustancial para la fabricación de trimetafosfato sódico, en comparación con los procedimientos corrientes, en los que los productos que contienen hasta 5 - 6 % en peso de IMP (por un procedimiento de calcinador calentado en contracorriente ordinario) y 4 - 5 % en peso
20 de IMP (por un procedimiento de calcinador calentado en corriente del mismo sentido, ordinario), son típicos de los productos que pueden obtenerse corrientemente calentando ortofosfato monosódico a unos 550° C.

25 El presente invento puede utilizarse no solamente para la fabricación de trimetafosfato sódico puro (es decir, en el que la relación de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ en el producto final es esencialmente 1,0), sino también para la fabricación de varias mezclas de trimetafosfato sódico con algunas otras sales de fosfatos
30 de metal alcalino. Por ejemplo, el invento puede utilizarse



283813

para preparar mezclas de trimetafosfato sódico y tripolifosfato sódico que contengan una cantidad tan pequeña como 25 % en peso de trimetafosfato sódico (donde, por ejemplo, la relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ en el producto final puede llegar hasta, aproximadamente 1,4). El invento puede usarse también para la fabricación de productos de trimetafosfato de metal alcalino mixtos (siendo el 35 % en peso, aproximadamente, por lo menos, de cada uno trimetafosfato sódico), y para la fabricación de mezclas de trimetafosfatos mixtos de metal alcalino más tripolifosfatos mixtos de metal alcalino (siendo la relación de $\text{H}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ en dichas mezclas mayor de 1,0 pero menor de 1,4 aproximadamente, donde M es un catión de metal alcalino, y por lo menos 35 % en peso, aproximadamente, de M es sodio). Son ejemplos típicos de dichos trimetafosfatos mixtos de metal alcalino que pueden producirse ventajosamente de acuerdo con este invento:

- (a) mezclas de trimetafosfato sódico "puro" con la sal doble ($3\text{NaPO}_3 \cdot \text{KPO}_3$) de trimetafosfato sódico más trimetafosfato potásico;
- (b) la sal doble, $3\text{NaPO}_3 \cdot \text{KPO}_3$;
- (c) mezclas de la sal doble, $3\text{NaPO}_3 \cdot \text{KPO}_3$ con hasta 50, aproximadamente, % en peso de trimetafosfato potásico "puro";
- (d) mezclas de trimetafosfato sódico con trimetafosfato de litio, etc.

Productos de trimetafosfato de metal alcalino mixtos tales como éstos, resultan de la utilización de mezclas de varias sales de fosfatos de metal alcalino en los corrientes de alimentación de material "bruto" que han de calcinarse de acuerdo con el procedimiento de este invento, estando deter-

283813



minada la composición particular no solamente por la relación M_2O/P_2O_5 en la corriente de alimentación del calcinador, sino también por la relación de los diversos cationes de metal alcalino contenidos en estas corrientes de alimentación de material "bruto". Por ejemplo, la composición (b) citada arriba puede obtenerse por calcinación de una mezcla íntima de ortofosfato monosódico y ortofosfato monopotásico, en la relación molar en dicha mezcla de 3 : 1, respectivamente. Las composiciones de trimetafosfato tales como las descritas en (a), anteriormente, resultan cuando la relación iónica de Na a K en la corriente de alimentación al calcinador es mayor de 3 : 1, mientras que las composiciones que contienen trimetafosfato potásico "libre" (no combinado con trimetafosfato sódico en forma de sal doble), tales como las mencionadas en el apartado (c) anterior, resultan de la calcinación de sales de fosfato sódico y potásico que tienen una relación iónica general de Na a K de menos de 3 : 1, respectivamente. Hay que advertir que, para la fabricación de cualquiera de estas composiciones de trimetafosfato de metal alcalino mixtas (que están prácticamente exentas de tripolifosfato), así como para la obtención de trimetafosfato sódico puro, la relación general M_2O/P_2O_5 (donde M representa metal alcalino) en la corriente de alimentación al calcinador, debe ser prácticamente o esencialmente 1,0.

Quando se utilizan en los procedimientos de calcinación del presente invento, corrientes de alimentación al calcinador que tienen relaciones generales M_2O/P_2O_5 comprendidas entre poco más de 1,0 y, aproximadamente 1,4, los productos resultantes de su calcinación contienen tripolifosfatos además de trimetafosfatos, dando las relaciones relativamente mayores,

283813



productos que contienen concentraciones relativamente mayores de tripolisfosfato. Por ejemplo, pueden utilizarse corrientes de alimentación al calcinador que contengan fosfatos con una relación general M_2O/P_2O_5 de 1,05, para fabricar un producto que contenga 91 % de trimetafosfato sódico y aproximadamente, 9 por ciento de tripolisfosfato sódico, mientras que el uso de una relación general M_2O/P_2O_5 de 1,4 en la corriente de alimentación al calcinador conduce a un producto que contiene 25 % en peso de trimetafosfato sódico y, aproximadamente, 75 % en peso de tripolisfosfato sódico. La utilización de mezclas de varias sales de fosfato de metal alcalino (donde su unidad de metal alcalino es una mezcla de dos o más cationes metálicos alcalinos diferentes) da como resultado la producción de mezclas de trimetafosfatos y tripolisfosfatos (tal como las descritas arriba) que contienen cationes de metal alcalino mixtos. Por ejemplo, el uso de corrientes de alimentación al calcinador que contienen 80 % en peso de ortofosfato monosódico, 10 % en peso de ortofosfato monopotásico y 10 % en peso de ortofosfato disódico (donde la relación general M_2O/P_2O_5 es 1,104) de acuerdo con el presente invento, da como resultado la producción de una mezcla de:

- (1) trimetafosfato sódico, más
- (2) la sal doble $5NaPO_3 \cdot KPO_3$, más
- (3) tripolisfosfato sódico, así como
- (4) tripolisfosfatos mixtos de sodio-potasio.

La relación molar general de trimetafosfatos a tripolisfosfatos en este producto es, aproximadamente, 6,7 : 1, respectivamente.

Prácticamente puede utilizarse cualquier sal de fosfato

283813



de metal alcalino inorgánica en la preparación de las co-
rrientes de alimentación al calcinador que han de calcinar-
se de acuerdo con el presente invento, a condición de que
sean en esencia completamente solubles en agua en la propor-
ción de, por lo menos, 1 por ciento en peso aproximadamente,
pero, es preferible que, por lo menos, una de las sales fos-
fato "bruto" contenidas en las corrientes de alimentación
al calcinador contenga algo de agua de constitución (a dife-
rencia de agua de hidratación). Son ejemplos de la gran va-
riedad de sales fosfato que pueden utilizarse como materia-
les "brutos" en la práctica de este invento: ortofosfato mono-
sódico, ortofosfato disódico, ortofosfato monopotásico, orto-
fosfato dipotásico, ortofosfato monolítico, pirofosfato ácido
de sodio, tripolisfosfato ácido trisódico, tripolisfosfato po-
tásico, trimetafosfato sódico, hexametafosfato sódico y sal de
Graham. Estas corrientes de alimentación al calcinador pueden
ser acuosas (en forma de una solución o una papilla) o anhi-
dras, según sea el procedimiento particular de calcinación
que se quiera utilizar.

Para alcanzar las velocidades óptimas de calentamien-
to arriba descritas, sin embargo, es preferible que la corrien-
te de alimentación al calcinador no contenga prácticamente na-
da de agua libre. Si la corriente de alimentación al calcina-
dor está compuesta de sales "secas" únicamente, por ejemplo,
no hay necesidad de suministrar tanto calor al proceso de cal-
cinación como se necesitaría de otro modo, si la corriente de
alimentación al calcinador contuviera una gran cantidad de
agua libre.

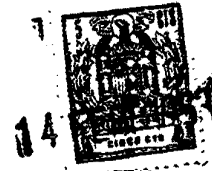
Aunque algunas de las ventajas del presente invento pue-
den conseguirse independientemente de cuales sean los materia-

283813



les fosfato brutos arriba descritos que se empleen en las
corrientes de alimentación al calcinador e independientemente
de como se preparen las corrientes de alimentación al cal-
cinador, se ha encontrado que, para conseguir resultados óp-
5 timos, las diversas sales fosfato de metal alcalino conteni-
das en las corrientes de alimentación al calcinador deben es-
tar muy íntimamente mezcladas de manera que la corriente de
alimentación sea una mezcla suficientemente uniforme de to-
das estas sales. Probablemente, el medio mejor para lograr
10 una corriente de alimentación al calcinador esencialmente
"seca", muy uniforme, consiste en disolver primero (o hacer
una papilla) los diversos materiales fosfato "brutos", en
agua, y eliminar luego la mayor parte del agua libre de la
mezcla resultante evaporandola por cualquiera de los proce-
15 dimientos corrientes (por ejemplo, en un secadero de tambor
calentado con vapor) antes de la fase de calcinación del pre-
sente invento. Como es natural, no se necesita ninguna mez-
cla de sales fosfato cuando se ha de fabricar el trimetafos-
fato sódico puro partiendo de ortofosfato monosódico. Otro
20 camino para conseguir una mezcla extraordinariamente íntima
de las sales fosfato que se utilizan como materias primas
para los procedimientos de calcinación de este invento es
mezclarlos mecánicamente después de que han sido molidos
hasta el estado de fina división (preferiblemente de modo
25 que por lo menos 80 % en peso aproximadamente de las parti-
culas de cada uno de los materiales fosfato brutos pueda pa-
sar a través de un tamiz de malla 200 U. S. Standard). Otros
procedimientos para la preparación de corrientes de alimenta-
ción al calcinador bastante uniformes serán claramente evi-
30 dentes para los expertos en esta técnica, y pueden utilizarse

283813



se sin apartarse sustancialmente de los beneficios que pueden resultar de la práctica de este invento. Excepto para algunos de los ejemplos específicos que se dan a continuación, la explicación que sigue se referirá directamente sólo al uso de ortofosfato monosódico en la corriente de alimentación al calcinador. Sin embargo, hay que advertir que lo que se dice respecto a este material particular, es válido también para las mezclas de materiales fosfato brutos descritas arriba, particularmente cuando las mezclas son del tipo preferido (extraordinariamente uniformes).

Se ha encontrado -cosa sorprendente-, que para conseguir los resultados óptimos en la práctica del presente invento, debe elevarse la temperatura del ortofosfato monosódico a través de la región de desde aproximadamente 250° C hasta aproximadamente 450° C., a una velocidad promedio lo más rápida posible, con el fin de conseguir una concentración aceptablemente baja de ILP en los productos de trimetafosfato resultantes en un tiempo de calcinación que sea lo más breve posible. El invento resulta sorprendente ya que, hasta ahora, se creía que un incremento en la velocidad promedio de calentamiento de ortofosfato monosódico, por ejemplo daba como resultado un incremento en la concentración de ILP del producto final en vez de la disminución o eliminación deseada del mismo. Evidentemente, esta idea antigua era debida al hecho de que, a velocidades de calentamiento corrientes, es cierto que el incremento de la velocidad de calentamiento promedio a través de los límites de temperatura críticos de desde 250°, aproximadamente hasta 450° C., aproximadamente, da como resultado efectivamente un incremento en la concentración de ILP en el producto de trimetafosfato sódico,

283813



cuando alcanza una temperatura de unos 300° C. Por ejemplo, cuando se use una velocidad promedio de calentamiento de unos 20° C. por minuto, el producto contiene aproximadamente 10 por ciento en peso de H₂P, mientras que, cuando se usa una velocidad de calentamiento de unos 30° C. por minuto, la concentración de H₂P llega a subir hasta 30 % en peso del producto final. Sin embargo, de acuerdo con este invento, cuando se emplean velocidades promedio de calentamiento (a través de la región de temperatura crítica y hasta llegar a unos 300° C.), la concentración de H₂P en el producto resultante es casi invariablemente inferior a 5 % en peso aproximadamente en el tiempo en que la temperatura de los materiales que se están calcinando alcanza 300° C. La velocidad promedio de calentamiento real que debe usarse en la práctica del invento depende de varios factores, entre otros la concentración última de H₂P que se desee en el producto particular de trimetafosfato que se está fabricando, así como los materiales de partida particulares que se emplean. Si se usan ciertos materiales brutos que tienen tendencia a dar productos con concentraciones relativamente bajas de H₂P (tal como, por ejemplo, pequeñas cantidades de ortofosfatos de potasio), pueden usarse velocidades de calentamiento relativamente menores, descendiendo hasta unos 100° C, en la práctica de este invento. Sin embargo, en la mayoría de los casos, se prefieren velocidades promedio de calentamiento mayores de unos 175° C. por minuto a través de los límites de temperatura críticos. Cuando se utilice, por ejemplo una velocidad de calentamiento que alcance hasta unos 350° C. por minuto, la concentración de H₂P del producto de trimetafosfato resultante (cuando su temperatura alcanza unos 300° C.) es menor

283813



de 0,25 %), aproximadamente, en peso. Las velocidades de calentamiento todavía mayores conducen a concentraciones menores de H_2P en los productos de trimetafosfato resultantes. Así, pues, para conseguir resultados óptimos en la práctica del presente invento, las velocidades de calentamiento de las alimentaciones al calcinador de fosfatos "brutos" (a través de la región de temperaturas desde unos 250° a unos 450° C) deben ser mayores de unos 225° C. por minuto. Hay que advertir también que, incluso cuando se usan materiales tales como ortofosfatos de potasio (que tienen tendencia a rebajar la concentración de H_2P en los productos calcinados) como parte de las materias primas para los procesos de este invento, la utilización de las velocidades de calentamiento elevadas de este invento da como resultado concentraciones todavía menores de H_2P en los productos de trimetafosfato así obtenidos que lo que hasta ahora era posible en un tiempo tan corto de calcinación.

Como, excepto bajo condiciones extraordinarias queda siempre algo de H_2P en los productos de trimetafosfato de metal alcalino después de que su temperatura se ha elevado por encima de unos 450° C. (incluso con la utilización de las velocidades de calentamiento extremadamente altas del presente invento), si se quiere rebajar todavía más la concentración de H_2P , estos productos tienen que someterse generalmente a una "inhibición" a una temperatura por encima de unos 450° C., (pero por debajo del punto de fusión del producto particular de trimetafosfato de metal alcalino que se está tratando), durante un periodo de tiempo adicional. Este periodo de "inhibición" puede variar desde solamente unos pocos minutos para productos que han sido tratados en procedimien-

283813

14



tos que utilizan velocidades de calentamiento extremadamente altas (es decir $> 225^{\circ} \text{C}/\text{minuto}$) a más de 15 - 20 minutos para productos que han sido calentados a las velocidades relativamente más bajas del presente invento. En comparación con esto, el trinitafofosfato sódico que se ha preparado calentando ortofosfato monosódico a velocidades todavía más lentas (por ejemplo, por debajo de unos $20^{\circ} \text{C}/\text{minuto}$) a través de los límites de temperatura críticos ($250^{\circ} \text{C} - 450^{\circ} \text{C}$) requieren más de 10 horas de "imbibición" a unos 500°C , para rebajar sus contenidos de IMP a una concentración aceptable (es decir, por debajo de 0,5 % en peso, aproximadamente).

Los procedimientos de este invento pueden llevarse a cabo en cualquier equipo de calcinación capaz de aumentar la temperatura de cualquiera de las corrientes de alimentación al calcinador descritas arriba a través de los límites de temperatura que van desde unos 250°C . a unos 450°C ., a una velocidad que excede de unos 175°C . por minuto. Como, frecuentemente, conviene que las sales fosfato se mantengan a una temperatura por encima de unos 450°C . durante algunos minutos, por lo menos, después de que han alcanzado una temperatura de calcinación conveniente (por encima de la región de temperatura que favorece la formación de IMP), generalmente el equipo particular que se utiliza tiene que tener, además de medios para elevar rápidamente la temperatura de la corriente de alimentación, medios para mantener su temperatura dentro de los límites de conversión deseados (para pasar a trinitafofosfato) descritos arriba. En los ejemplos específicos que se dan a continuación se describen algunos casos del tipo de equipo que puede usarse en la práctica del presente invento. Estos ejemplos no tienen en modo alguno

283813



caracter limitativo y unicamente ilustran los procedimientos de manipulaci3n por los que puede ponerse en practica el presente invento. En los ejemplos que siguen todas las partes son en peso, a menos que se especifique otra cosa.

5

EJEMPLO I

Fabricaci3n de trimetafosfatos mixtos de metal alcalino

Se disuelven en 500 partes de agua 450 partes de ortofosfato monos3dico y 50 partes de ortofosfato monopot3sico. Se elimina casi la totalidad del agua de la soluci3n resultante sec3ndola en un secadero de tambor calentado con vapor, de acero inoxidable, corriente. Las escamas secadas en tambor resultantes se pasan a continuaci3n a trav3s de un molino de martillos corriente de manera que las particulas (que contienen una mezcla intima de ortofosfato monos3dico y ortofosfato monopot3sico) disminuyen suficientemente de tama1o para poder pasar a trav3s de un tamiz de malla 80 U.S. standard. Estas particulas finamente divididas se distribuyen luego sobre una paila de acero inoxidable delgada de manera que se deposita en la paila una capa bastante uniforme de las sales mixtas de ortofosfato de metal alcalino de un espesor de unos 0,2 cm. La paila con las sales ortofosfato se pasa luego lentamente por debajo de una serie de chorros de llama que se dirigen sobre la superficie de las sales contenidas en la paila. Los chorros de llama se dirigen sobre la capa de sales en movimiento de tal manera que estas sales no funden de modo importante durante el proceso. Sin embargo, la temperatura de las sales se aumenta hasta por encima de unos 450°C. de esta manera en menos de 30 segundos. La capa caliente (paila) de sales se mueve luego hasta un recipiente aislado cuya temperatura interna se mantiene a unos 500°C.,

50

283813



5 manteniéndose así durante unos 10 minutos. Después de que se ha enfriado, se observa que el producto resultante es completamente soluble en agua a la concentración de 10% en peso, y está constituido esencialmente por una mezcla de 65,2% en peso de trimetafosfato sódico y 36,8% en peso de la sal sobre $3 \text{ NaPO}_3 \cdot \text{KPO}_3$.

EJEMPLO II

Fabricación de trimetafosfato sódico puro

10 En un reactor forrado de vidrio, corriente, provisto de un agitador bastante eficiente, se vierten 65,5 partes de agua y 96,1 partes de ácido fosfórico de 85%. A lo largo de un periodo de unos 10 minutos, se añaden 44,2 partes de carbonato sódico sobre la solución ácida, mientras se agita ésta lentamente. Después de que se ha desprendido la totalidad del gas dióxido de carbono, queda en la vasija de reacción una solución acuosa que contiene 50% en peso de ortofosfato monosódico. Esta solución se rocía bajo presión elevada (unos 35,15 Kg/cm²) directamente sobre una corriente de aire caliente que está y entrando en una torre de rociado. La temperatura y el volumen de aire caliente, y la velocidad a la cual se rocía la solución sobre los gases calientes son tales que en menos de un minuto la porción acuosa de la solución que se introdujo en la torre de rociado se ha evaporado por completo y la temperatura de los "sólidos" resultantes se eleva hasta por encima de unos 450°C. La temperatura y el volumen del aire caliente se controlan también de manera que la temperatura máxima de estos "sólidos" se mantiene por debajo de unos 625°C. (el punto de fusión del trimetafosfato sódico). El producto resultante, al cabo de 25 solamente unos 2 minutos de exposición a temperaturas por encima de unos 450°C, es esencialmente trimetafosfato sódico.

283813



co puro, conteniendo menos de 0,1% en peso de HMP.

EJEMPLO III

Fabricación de productos de trimetafosfato sódico que
contienen tripolifosfato sódico

5 -

10

15

20

25

30

En un reactor forrado de vidrio, corriente, provisto de un agitador bastante eficiente se ponen 75,6 partes de agua y 103,8 partes de ácido fosfórico de 75%. Se añaden sobre esta mezcla a lo largo de un periodo de unos 15 minutos durante cuyo tiempo se agita dicha mezcla acida lentamente, 51,6 partes de carbonato sódico. La solución resultante contiene aproximadamente 50% en peso de una mezcla de ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico que tiene una relación general $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 1,20. Esta solución se rocía sobre una torre de rociado de una manera idéntica casi a la indicada en el Ejemplo I anterior. El producto de fosfato caliente resultante se retira de la torre de rociado mientras está su temperatura todavía por encima de unos 450°C, y se calcina en un calcinador rotatorio corriente a una temperatura de unos 500° durante 10 minutos. El producto de trimetafosfato sódico resultante contiene aproximadamente 36% en peso de tripolifosfato sódico y menos de 0,2% en peso de HMP. Comparado con esto, una mezcla analoga de ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico que se calcina en un calcinador rotatorio ordinario calentado en contracorriente (donde la velocidad de aumento de temperatura de las sales ortofosfato a través de los límites críticos de temperatura es de aproximadamente 20° C. por minuto) durante 12 - 13 minutos, da una mezcla analoga de trimetafosfato sódico y tripoli-

283813



fosfato sódico que contiene también una concentración dema-
siado elevada de IMP (aproximadamente 9 por ciento en peso).
Las velocidades de calentamiento más lentas que 20° C. por
minuto dan como resultado concentraciones ligeramente meno-
res de IMP en el producto resultante (a igualdad de los de-
más factores).

La Tabla I, que se da a continuación, ilustra el efec-
to de la velocidad de calentamiento de ortofosfato monosódico
sobre la concentración de IMP en el producto de trimetafosfa-
to sódico resultante. Los datos de la Tabla I se obtuvieron
calentando ortofosfato monosódico puro desde unos 30° C. a
500° C, a las velocidades que figuran en la primera columna.
Después de enfriados los productos a la temperatura ambiente
(en 1 - 2 minutos, aproximadamente del tiempo que habían al-
canzado una temperatura de 500° C), se analizaron para deter-
minar el contenido de IMP por análisis de rayos X y por la so-
lubilidad en agua.

TABLA I

Velocidades de calentamiento de ortofosfato monosó-
dico en relación con el contenido de IMP del produc-
to de trimetafosfato sódico resultante.

<u>Velocidad de calentamiento(°)</u>	<u>Peso % IMP (%%)</u>
20	10
51	55
175	1,5
340	0,20

(°) Grados centígrados por minuto.

(%%) Basado en el peso total de producto trimetafosfato sódico.

283813



La presente solicitud que corresponde a la presentada en E. U. A. el 2 de Enero de 1.962 con el número 263.687 se acoge a los beneficios del artículo 81 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

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:

12.- Un procedimiento para fabricación de un producto de polifosfato de metal alcalino que contiene por lo menos 25 %, aproximadamente, en peso de trimetafosfato de metal alcalino, que comprende elevar la temperatura de una composición inorgánica de fosfato de metal alcalino a una velocidad promedio que es mayor de unos 100° C. por minuto a través de los límites de temperatura en que se favorece la formación de metafosfato de metal alcalino insoluble a partir de dicha composición de fosfato de metal alcalino a una temperatura que es superior a unos 450° C., pero inferior al punto de fusión de dicho producto de polifosfato de metal alcalino.

22.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicha composición de fosfato de metal alcalino contiene por lo menos una sal de fosfato de metal alcalino que contiene agua de constitución.

22.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 en el que la composición inorgánica de fosfato de metal alcalino tiene una relación H_2O/P_2O_5 entre aproximadamente

283813



1,0 y aproximadamente 1,4 (donde M es un catión de metal alcalino).

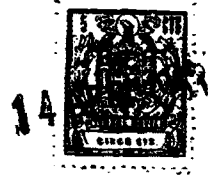
4^a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que la temperatura de la composición inorgánica de fosfato de metal alcalino se eleva a través de los límites de temperatura desde aproximadamente 250 a aproximadamente 450° C. en menos de 1,15 minutos, aproximadamente, hasta una temperatura comprendida entre, aproximadamente 450° C. y, aproximadamente, 620° C.

5^a.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que comprende calcinar a una temperatura de conversión entre unos 450° C y el punto de fusión del producto de polifosfato, de metal alcalino, una composición inorgánica de fosfato de metal alcalino que tiene una relación general M_2O/P_2O_5 entre, aproximadamente 1,0 y, aproximadamente, 1,4 (donde M es una mezcla de cationes de metal alcalino y por lo menos 35 %, aproximadamente, en peso de M es sodio), alcanzándose dicha temperatura de conversión mediante elevación de la temperatura de dicha composición de fosfato de metal alcalino a través de los límites de temperatura comprendidas entre, aproximadamente, 250° C y, aproximadamente, 450°, en menos de 1 minuto, aproximadamente.

6^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5 en el que dicha composición de fosfato de metal alcalino contiene por lo menos una sal ortofosfato de metal monoalcalino o sal ortofosfato de metal dialcalino.

7^a.- Un procedimiento para la fabricación de un producto de trimetafosfato sódico que contiene por lo menos 25 % en peso, aproximadamente, de trimetafosfato sódico, que comprende calcinar a una temperatura de conversión entre unos

283813



450° C. y unos 620° C., una composición de fosfato sódico que tiene una relación general $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ comprendida entre, aproximadamente, 1,0 y, aproximadamente 1,4, alcanzándose dicha temperatura de conversión mediante elevación de la temperatura de dicha composición de fosfato sódico a través de los límites de temperatura comprendidos entre, aproximadamente, 250° C. y, aproximadamente, 450° C., en menos de unos 2 minutos.

82.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 en el que dicha composición de fosfato sódico es una mezcla de ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico.

92.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 o la 8, en el que la temperatura de dicha composición de fosfato sódico se eleva a través de dichos límites de temperatura en menos de un minuto, aproximadamente.

102.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, que comprende calcinar ortofosfato monosódico a una temperatura de conversión entre unos 450° C. y unos 620° C., con el mejoramiento de elevar inicialmente la temperatura de dicho ortofosfato monosódico a través de los límites de temperatura de unos 250° C. a unos 450° C. a una velocidad promedio de por lo menos unos 175° C. por minutos.

112.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10 en el que dicha velocidad promedio es, por lo menos, de unos 225° C por minuto.

122.- Un procedimiento de calcinación para la fabricación de la sal doble $3\text{NaPO}_3 \cdot \text{KPO}_3$, que comprende elevar la temperatura de una mezcla de ortofosfato monosódico y ortofosfato monopotásico que tiene una relación general de Na a K, respectivamente, de 3 : 1, aproximadamente, a través de los límites

283813



de temperatura comprendidos entre unos 250° C. y unos 450° C a una velocidad promedio de, por lo menos, 175° C. aproximadamente, por minuto, hasta una temperatura de conversión por encima de unos 450° C.

5 13ª.- Un procedimiento para la fabricación de un producto de polifosfato de metal alcalino sustancialmente como aquí se ha descrito con referencia particular a los ejemplos.

10 14ª.- Un procedimiento de calcinación para fabricar la sal doble $3\text{KNaPO}_3 \cdot \text{KPO}_3$ sustancialmente, como aquí se ha descrito con referencia particular a los ejemplos.

15 15ª.- Un procedimiento para la fabricación de un polifosfato 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 veinte hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 FEB. 1963

R. A.
Alcalde de Madrid
Por Poder