

20 MAR 1963 283814

P.- 23.919

Nº 60336 US Serial Nº
163442, Case M 1035



283814

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 283.814

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, Missouri, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR UN POLIFOSFATO
INORGANICO"

=====

El presente invento se refiere a nuevos procedimientos para la fabricación de productos de fosfato inorgánicos que contienen trimetafosfato sódico. Más particularmente, el presente invento se refiere a procedimientos de trimetafosfato sódico, que contienen una cantidad mínima de metafosfatos insolubles en agua.

Para muchos procedimientos comerciales y aplicaciones en que puede usarse, trimetafosfato sódico, es conveniente que el trimetafosfato sódico sea soluble práctica-

283814

20



mente por completo en agua. Así, pues, para que sus productos sean comercialmente aceptables, los fabricantes de trimetafosfato sódico han tenido que aplicar limitaciones rígidas sobre sus productos de trimetafosfato en cuanto a su contenido de "metafosfato insoluble" (llamado comúnmente "IMP"). Sin embargo, antes del presente invento, la fabricación de trimetafosfatos de sodio con concentraciones muy bajas de IMP constituía una tarea muy difícil y solía ser prohibitiva desde el punto de vista económico.

5

10 Por ejemplo, los fabricantes podían calcinar ortofosfato monosódico por procedimientos corrientes a temperaturas por encima de unos 450°C, hasta que la concentración de IMP del producto bajaba a un nivel aceptable. Sin embargo, este procedimiento generalmente exigía un periodo de

15 "imbibición" prolongado para el material calcinado a temperaturas superiores a unos 450°C., y por esta razón, no era practicable en escala comercial. El otro único procedimiento corriente disponible para fabricar productos de trimetafosfato sódico esencialmente libres de IMP se fundaba en la fusión real de las materias brutas a una temperatura por encima de unos 625°C., seguido de cristalización del trimetafosfato sódico partiendo del fundido, a temperaturas ligeramente menores. El principal inconveniente de este procedimiento de fusión se debe a la corrosividad de los materiales fundidos, y a la necesidad inherente

20 de emplear equipo para tales procedimientos hecho de materiales resistentes a la corrosión especiales, excesivamente costosos. Como resultado de la impracticabilidad comercial de estos procedimientos corrientes para la fabricación de

25 trimetafosfato sódico, no hay actualmente en este país nin-

30

283814

20 MAR



guno que lo consiga, excepto en escala de laboratorio o de planta piloto.

De estudio de estos dos procedimientos corrientes para la preparación de trimetafosfato sódico, puede verse que, desde el punto de vista comercial, el más conveniente es aquel en que los materiales brutos se calcinan a una temperatura menor que el punto de fusión del trimetafosfato sódico. Sin embargo, hasta ahora, no se disponía de una solución aceptable al problema de cómo preparar trimetafosfato sódico, prácticamente exento de IMP, por el procedimiento de calcinación en un tiempo práctico comercialmente. Una posible solución (al problema de rebajar la cantidad de tiempo necesaria para calcinar el trimetafosfato sódico) que se ha sugerido implica necesariamente producir un trimetafosfato que contiene una cantidad sustancial (es decir, por lo menos, 45-50, aproximadamente, en peso, por ciento) de una sal doble de trimetafosfato sódico trimetafosfato potásico. Pero dicho procedimiento no resuelve el problema para aquellos que prefieren no usar cantidades relativamente grandes de sales potásicas, caras, en sus procedimientos, o que no pueden utilizar un producto que contiene tan grandes cantidades de la sal doble de trimetafosfato sódico-potásico.

Como consecuencia, un objeto principal del presente invento es proporcionar procedimientos de calcinación por los que puede fabricarse trimetafosfato sódico que está prácticamente libre de IMP, en un periodo de tiempo considerablemente menor que lo que hasta ahora era posible.

Otro objeto del presente invento es proporcionar procedimientos para la preparación de trimetafosfato sódico

283814

20



razonablemente libre de IMP a un costo notablemente menor que lo que hasta ahora era posible.

Estos y otros objetos pueden realizarse de acuerdo con el presente invento utilizando (en los procesos de calcinación para la fabricación de trimetafosfato sódico) ciertos "aceleradores" inorgánicos de polifosfato además de los materiales corrientes de fosfato "bruto".

Los "aceleradores" de polifosfato que pueden utilizarse en la práctica del presente invento incluyen los polifosfatos de metal alcalino acuosolubles cristalinos que tienen por lo menos 2 átomos de fósforo (unidos en un enlace P-P) en sus moléculas, y que no contienen prácticamente agua de constitución. Ejemplos típicos de este grupo de aceleradores de polifosfato son: tripolifosfato sódico, trimetafosfato sódico, fosfato tetrasódico, tetrametafosfato sódico, tripolifosfato potásico, pirofosfato tetrapotásico, trimetafosfato potásico, y sus mezclas. También pueden utilizarse como aceleradores en la práctica del presente invento materiales no cristalinos, que pueden convertirse en trimetafosfato de metal alcalino y/o uno de los aceleradores de polifosfato cristalinos descritos arriba cuando se calientan por debajo de unos 450° C. Ejemplos típicamente de tales aceleradores de polifosfato no cristalinos son los llamados fosfatos "vitreos", que tienen cadenas polifosforadas que contienen más de 4 átomos de fósforo por cadena, tal como hexametafosfato sódico, hexametafosfato potásico, sal de Graham (un metafosfato sódico acuosoluble "vitreo" que tiene unos 50 minutos de fósforo en cada molécula), sal de Kurrol (un metafosfato en cadena de potasio acuosoluble), y fosfato

283814

20



5 SO (un polimetafosfato sódico que tiene una longitud de cadena fosforada promedia de 5, aproximadamente). La relación de M_2O/P_2O_5 (donde M es un catión de metal alcalino) en estos aceleradores de polifosfato está generalmente comprendida entre 1, aproximadamente, y 2, aproximadamente y preferiblemente entre 1, aproximadamente y 1,75, aproximadamente.

10 No se conoce el mecanismo real por el cual funcionan los aceleradores de polifosfato cristalinos en los procedimientos del presente invento. Se cree que actúan de uno de estos 2 modos (o acaso de los dos): o bien, como depresores, inhibiendo la formación de IMP (por ejemplo, de las materias brutas de ortofosfato sódico), cuya formación comienza casi invariablemente en la mayoría de
15 los procedimientos de calcinación a una temperatura ligeramente inferior que la de la formación inicial del trimetafosfato sódico, o bien, catalizando (acelerando) la conversión del IMP que se forma a trimetafosfato sódico. En todo caso, probablemente los efectos más notables de
20 la utilización de los aceleradores arriba descritos en los procedimientos de este invento son (1) la disminución sustancial no el tiempo necesario para fabricar trimetafosfato sódico que contiene una concentración aceptablemente baja de IMP, en comparación con los procedimientos
25 de calcinación corrientes, y (a) la disminución notable en los costos de tratamiento que pueden resultar de la práctica del presente invento. Por ejemplo, acortando el tiempo de tratamiento, pueden conseguirse economías en las exigencias térmicas totales para convertir ortofosfatos en
30 trimetafosfato, por ejemplo, así como economías en los cos-

283814

20M



tos iniciales del equipo de la instalación (p.ej. puede utilizarse un calcinador relativamente pequeño para la mayoría de los procedimientos de este invento) en comparación con procedimientos de calcinación corrientes.

5 Incluso la presencia de una cantidad muy pequeña (por ejemplo, menos de 1% en peso, aproximadamente) de uno de los aceleradores arriba descritos en la corriente de alimentación al calcinador de fosfato bruto puede rebajar la cantidad de IMP en el producto de trimetafosfato só-
10 dico que resulta de cualquier procedimiento de calcinación determinado, relativamente corto. Sin embargo, para conseguir un efecto fácilmente notable sobre la concentración de IMP en el producto de trimetafosfato, se ha encontrado que, generalmente, en la práctica de este invento,
15 tiene que estar bien mezclado por lo menos 3% en peso, aproximadamente, (basado en el peso total de sales fosfato que hay en la corriente de alimentación al calcinador) de uno de los aceleradores, con las materias primas de ortofosfato sódico (u otras materias primas moleculares hidratadas). Por otra parte, no hay proporción particular del
20 acelerador por encima de la cual no pueden alcanzarse las ventajas que pueden resultar de la práctica del invento. Sin embargo, por razones prácticas, en general, los aceleradores no deben representar más del 95% en peso, aproximadamente, de los fosfatos totales contenidos en la
25 corriente de alimentación al calcinador. Hay que advertir que, para algunas de las realizaciones específicas del presente invento, es preferible utilizar cantidades relativamente pequeñas de los aceleradores mezclados con las mate-
30 rias brutas para el calcinador, mientras que, para algunas



otras realizaciones específicas del invento, se prefiere y algunas veces es esencial para conseguir ciertos resultados apetecidos, utilizar cantidades relativamente grandes de aceleradores. Estas realizaciones específicas se describirán con más detalle posteriormente.

El acelerador de polifosfato puede estar mezclado con el material de alimentación de ortofosfato sódico "bruto" prácticamente en cualquier manera que se desee, siendo la única limitación aparente que el mezclado del acelerador con el ortofosfato sódico se realice antes de que la temperatura de la mezcla resultante haya subido notablemente por encima de unos 350-400°C. Por ejemplo, en un procedimiento en el que se carga en el calcinador una solución o una papilla de ortofosfato monosódico, el acelerador puede disolverse o dispersarse fácilmente la papilla o solución (o intermezclarse con ellas) en la proporción deseada (por cualquiera de varias técnicas fácilmente alcanzadas por los expertos en esta especialidad) antes de que esté expuesto a las elevadas temperaturas del interior del calcinador. O bien, cuando el ortofosfato monosódico se convierte en trimetafosfato por un procedimiento que utiliza una corriente de alimentación de ortofosfato cristalino seco, el acelerador, preferiblemente en estado finamente dividido, seco, puede mezclarse mecánicamente con las sales ortofosfato secas antes de que el ortofosfato se convierta en el producto trimetafosfato.

Otra ventaja adicional valiosa que puede obtenerse por los que ponen en práctica el presente invento es que, cuando hay presentes más de 1 o 2% en peso, aproximadamente de cualquiera de los aceleradores descritos arriba en la co-

283814



riente de alimentación al calcinador de material bruto.
la temperatura mínima a que puede hacerse la conversión
(de los materiales molecularmente hidratados a trimetafos-
fato sódico) es notablemente menor que lo que hasta ahora
era posible corrientemente. Por ejemplo, con anterioridad
a este invento, se necesitaban temperaturas de conversión
de por lo menos unos 450°, para fabricar trimetafosfato
sódico partiendo de ortofosfato monosódico. Sin embargo,
utilizando solamente 5% en peso de trimetafosfato sódico
(bien mezclado con el ortofosfato), se ha encontrado que
la conversión puede tener lugar a una temperatura tan baja
de unos 350°C. Pueden utilizarse temperaturas que sean
tan bajas como de unos 325°C, o incluso menores, cuando
hay presentes en la alimentación "bruta" al calcinador
proporciones notablemente mayores (de 5%) de los acelera-
dores. A pesar de las ventajas que pueden conseguirse de
la práctica del invento a temperaturas relativamente tan
bajas, conviene, no obstante, e incluso es preferible
frecuentemente (a causa de las velocidades de conversión
mayores que resultan del uso de temperaturas de calcina-
ción relativamente mayores) realizar la fase de conver-
sión de este invento a una temperatura comprendida entre
unos 450°C, y unos 620°C., temperatura esta última que
está justamente por debajo del punto de fusión de trimeta-
fosfato sódico puro. Un factor adicional que hay que con-
siderar cuando el invento se pone en práctica a las tempe-
raturas relativamente más elevadas, dentro de los límites
de temperatura arriba mencionados es que, en la mayoría
de los casos, cuando la relación de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de las sa-
les fosfato calcinadas es bastante mayor de 1.0, es esencia

283814



utilizar temperaturas por debajo de unos 550°C., si se
quiere evitar la fusión incipiente de parte del produc-
to trimetafosfato (y la pegajosidad y aglomeración con-
comitantes de las partículas de producto en el calcina-
dor).

5

Generalmente, pueden prepararse productos de trime-
tafosfato sódico que tienen menos de 1% en peso, aproxi-
madamente, de IMP, de acuerdo con los procedimientos del
presente invento, a condición de que la mezcla de materias
10 (brutas) molecularmente hidratadas más acelerador esté ex-
puesta a las temperaturas de conversión elevadas descritas
arriba durante un tiempo de solamente 10 minutos, parti-
cularmente cuando se utilizan temperaturas de conversión
por encima de unos 525°C. Cuando se utilizan temperaturas
15 de conversión relativamente menores, se necesita en gene-
ral un período de conversión algo mayor para producir un
trimetafosfato sódico comparable (a igualdad de las de-
más condiciones). Además, se necesitan periodos de conver-
sión más largos cuando hay que fabricar productos que
20 contienen cantidades todavía menores de IMP. Por ejemplo,
para obtener un producto que contenga menos de 0,5% en
peso de IMP a una temperatura de unos 550°C. partiendo
de una mezcla de 90% en peso de ortofosfato monosódico
finamente dividido con 10% en peso de tripolifosfato só-
25 dicot finamente dividido, se necesitan aproximadamente
30 minutos de exposición de la mezcla a esta temperatura,
mientras que, si se desea un producto que contenga aproxi-
madamente 1% en peso de IMP, se necesitan solamente unos
10 minutos de exposición de la mezcla a 550°C. Por razones
30 prácticas, los periodos de conversión (periodos de expo-

283814



sición de las mezclas de materia prima-acelerador antes mencionadas a temperaturas por encima de unos 350°C), deben limitarse a unas dos horas, ya que la conversión deseada se completa de modo casi invariable en un tiempo menor que éste. Sin embargo, los periodos de conversión mayores de unas dos horas no aminoran notablemente la mayoría de las ventajas que pueden derivar de la práctica del presente invento, y por tanto, pueden utilizarse, si desea.

Es de considerable importancia el que el presente invento puede utilizarse no solamente para la obtención de trimetafosfato sódico puro (es decir, donde la relación de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ en el producto de trimetafosfato sódico es esencialmente 1,0), sino también para la obtención de productos de trimetafosfato sódico que contienen una cantidad tan pequeña como 25% en peso, aproximadamente, de trimetafosfato sódico. Así, pues, la relación general $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de las sales fosfato contenidas en las corrientes de alimentación "brutas" al calcinador que están comprendidas dentro del alcance de este invento puede ser entre 0,9, aproximadamente y 1,4, aproximadamente. Sin embargo, como para la mayoría de las aplicaciones comerciales del trimetafosfato sódico, se prefiere que los productos de trimetafosfato sódico que se utilicen en ellas sean de trimetafosfato sódico bastante puro, este invento tiende preferiblemente a proporcionar procedimientos para fabricar productos de trimetafosfato sódico que contengan más de 50% en peso, aproximadamente, de trimetafosfato sódico (es decir, la relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de los productos de trimetafosfato sódico están comprendidas,

283814

20 MAR



preferiblemente entre 1.0, aproximadamente, y 1.3, aproximadamente).

En la discusión precedente, se ha aludido varias veces a corrientes de alimentación al calcinador y alimentaciones de materia bruta para los procedimientos de calcinación del presente invento. También se ha señalado, que generalmente, se prefiere que estas alimentaciones contengan agua suficiente para que puedan manejarse con facilidad en equipo corriente de mezclando y bombeado. Sin embargo se ha encontrado que, tanto si las corrientes de alimentación al calcinador contienen agua libre como si no la contienen, por lo menos una de las sales de fosfato inorgánico contenidas en aquellas tiene que contener algo de agua de constitución (distinta del agua de hidratación). Son ejemplos típicos de sales inorgánicas de fosfato sódico que contienen agua de constitución, ortofosfato monosódico, ortofosfato disódico, la sal doble $\text{Na}_3\text{H}_3(\text{PO}_2)_4$, y el pirofosfato ácido de sodio. Como, por las técnicas de calcinación abarcadas por el presente invento, las sales fosfato que tienen el catión se descomponen, en general, desprendiéndose la parte amonio del calcinador en los gases de salida (dejando así como residuos cationes en los que no figura prácticamente amonio del calcinador en los gases de salida), puede utilizarse algunas veces ventajosamente en los procedimientos de este invento sales de fosfato amónico conteniendo agua de constitución en las corrientes de alimentación de material bruto al calcinador. Por ejemplo, una mezcla íntima de un mol de ortofosfato monoamónico y un molde ortofosfato disódico que se calcine en presencia de aproximadamente 10% en peso

283814

20



de trimetafosfato sódico durante 2 horas a unos 500°C., da un producto de trimetafosfato sódico que es prácticamente idéntico al que resulta de la misma manera de la calcinación de 2 moles de ortofosfato monosódico con la misma cantidad de trimetafosfato sódico.

Además, como los procedimientos de este invento se utilizarán ordinariamente para la fabricación de productos de trimetafosfato sódico que tendrán que competir para muchos usos con otras sales de fosfato sódico, es necesario, en muchos casos, que la parte de catión metal alcalina de la fracción polifosfato de estos productos de trimetafosfato sea por lo menos 90% en peso y preferiblemente, por lo menos 95%, aproximadamente, en peso de sodio.

Para muchas de las aplicaciones finales de tales productos de trimetafosfato sódico como los descritos anteriormente, es conveniente que estén excluidos de los productos materiales que no sean sales fosfato. Por tanto, generalmente conviene que las corrientes de alimentación al calcinador que se utilizan en los procedimientos del presente invento estén sustancialmente libres de materiales distintos de sales fosfato y materiales que puedan volatilizarse a las temperaturas de conversión arriba descritas. Sin embargo, la inclusión de hasta 50% en peso (basado en el peso del producto de trimetafosfato sódico final) en su mayor parte de sustancias acuosolubles no fosfáticas (tales como sulfato sódico, cloruro sódico, sulfato férrico, borato sódico, y análogas) en estos procedimientos no ejerce prácticamente efectos perjudiciales sobre las ventajas descritas anteriormente que pueden resultar de la utilización



de adeleradores de polifosfato, excepto que algunos ma-
teriales básicos (es decir, los que tienen una solución
acuosa acuosa al 1% en peso de pH mayor de 8, aproxima-
damente) pueden aparentemente retardar la conversión de
5 otros fosfatos de sodio a trimetafosfato sódico en cierta
proporción.

Aunque pueden utilizarse ortofosfatos de sodio
sólidos en los procedimientos comprendidos dentro del
alcance del presente invento, es preferible, en general,
10 utilizar soluciones acuosas, a causa de que es por medio
del procedimiento general de neutralizar primero ácido
fosfórico con una base de sodio relativamente barata,
tal como carbonato sódico (en un sistema acuoso) para
formar el material de alimentación al calcinador de orto-
15 fosfato sódico bruto, seguido de la evaporación del agua
de una manera análoga a la descrita arriba, y calcinación
subsiguiente, como puede conseguirse actualmente el pro-
cedimiento de obtención de trimetafosfato sódico más bara-
to. Ahora bien, como la totalidad del agua introducida en
20 la alimentación de papilla o solución acuosa preferida tiene
que evaporarse antes de que los fosfatos de sodio molecu-
larmente hidratados puedan convertirse en los productos
de trimetafosfato sódico, una alimentación de materia bru-
ta acuosa preferida es la que contenga la mayor cantidad
25 de agua posible, al mismo tiempo que sigue manteniendo su-
ficiente fluidez para poder bombearse o someterse a otros
tratamientos como líquido. Por tanto, es preferible que la
concentración de las materias brutas (generalmente orto-
fosfato monosódico, y algunas veces también ortofosfato



disódico y/o pirofosfato ácido de sodio, con o sin uno de los aceleradores arriba descritos) en la alimentación de materia bruta conteniendo agua sea por lo menos 30% en peso, aproximadamente, y preferiblemente, por lo menos 50% en peso, aproximadamente, basado en el peso total de la composición de alimentación de material bruto que se utiliza en los procedimientos de este invento.

Hay que advertir también que, para conseguir resultados óptimos en la práctica del presente invento, el acelerador de polifosfato debe estar bien distribuido por la totalidad de los materiales de partida de ortofosfato sódico. Cuando se utilizan papillas o soluciones acuosas de ortofosfato, es relativamente sencillo, en general, conseguir una distribución excelente del acelerador mezclando una cantidad efectiva de dicho acelerador en la mezcla acuosa de ortofosfato. Así, pues, cuando el agua se evapora de la mezcla resultante, el acelerador está perfectamente dispersado por la totalidad de los cristalizados de ortofosfato sódico. Sin embargo, cuando se utiliza ortofosfato sódico sólido como materia prima para la producción de trimetafosfato sódico de acuerdo con los procedimientos del presente invento, es preferible que los ortofosfatos de sodio y el acelerador de polifosfato estén entre mezclados cuando estos dos materiales están en un estado de fina división, aunque las ventajas de esta técnica particular preferida disminuyen de importancia cuando la cantidad relativa del acelerador en la mezcla es relativamente alta, por ejemplo, para obtener, los resultados óptimos cuando se utilizan unos pocos por ciento en peso de trimetafosfato sódico seco, sólido (como

283814



aceleradores) para la conversión de ortofosfato anódico seco, sólido, a trimetafosfato sódico esencialmente libre de IMP, pueden conseguirse resultados óptimos únicamente si las partículas del trimetafosfato y del ortofosfato son tan pequeñas que, por lo menos 80 por ciento en peso de cada una de ellas pueda pasar a través de un tamiz de mallas 100, U.S. standard. Sin embargo, si únicamente están bien mezcladas unas 10 partes de ortofosfato monosódico finamente dividido con 90 partes de trimetafosfato de sodio, pueden conseguirse velocidades de desaparición óptima de IMP por calcinación, incluso aunque casi la totalidad de las partículas del acelerador de trimetafosfato sódico sean demasiado grandes para pasar a través de un tamiz de mallas 40, U.S. standard, por ejemplo.

Como regla general, las proporciones relativamente mayores de aceleradores (en las mezclas de sales de ortofosfato sódico más aceleradores) dan como resultado una desaparición relativamente más rápida del IMP del producto de trimetafosfato sódico (a igualdad de las demás condiciones) en los procedimientos de este invento. Así, por ejemplo, se necesita un tiempo de exposición algo más corto a temperaturas altas (de conversión) para la producción de un producto de trimetafosfato sódico (que está esencialmente libre de IMP) cuando se utiliza más de aproximadamente 50 por ciento en peso de un acelerador de polifosfato, que lo que es necesario cuando solamente se utiliza 5-10% en peso del acelerador.

En la práctica de este invento puede utilizarse cualquier procedimiento conveniente para la elevación de la temperatura de las corrientes de alimentación de

283814

21



materia prima hasta por encima de unos 350° C. en que se forma trimetafosfato sódico a partir de las mismas. Sin embargo, es interesante observar que, de acuerdo con las explicaciones de la solicitud española nº 283.873, pueden conseguirse resultados todavía mejores, si se desea, calentando los materiales brutos a través de la región de temperaturas desde unos 250° C a unos 450° C. a una velocidad extremadamente rápida.

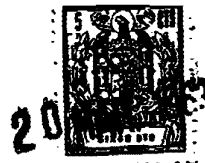
En los siguientes ejemplos específicos del presente invento, todas las partes son en peso, a menos que se especifique otra cosa.

EJEMPLO I

Con 100 partes de ortofosfato monosódico cristalino finamente dividido (mallas -200) se mezclan 10 partes de tripolifosfato sódico de la Forma II malla 200 (forma cristalina de baja temperatura). Se eleva la temperatura de la mezcla resultante a unos 525° C. a lo largo de un periodo de unos 15 minutos. Después de mantenido durante una hora a unos 575° C., se enfría el material a la temperatura ambiente. Es una mezcla cristalina que contiene 10,5 % en peso de tripolifosfato sódico y 89,5% en peso de trimetafosfato sódico, y únicamente unos indicios de IMP.

En ausencia del tripolifosfato sódico, se ha encontrado que, una muestra tratada por lo demás de manera idéntica que la mezcla del ejemplo anterior, contiene más de 5% en peso de IMP en el producto de trimetafosfato sódico.

283814



EJEMPLO II

5 Se hace una papilla de 100 partes de pirofosfato
ácido de sodio y 15 partes de trimetafosfato sódico en
40 partes de agua. La papilla resultante se seca luego
en tambor (sobre un tambor de acero inoxidable calentado
con vapor a unos 140°C), con el fin de eliminar la mayor
parte del agua libre de dicha papilla. Las escamas resul-
tantes de la operación de secado en tambor se calientan
10 luego durante un periodo de unos 10 minutos a una tempe-
ratura de 500°C., y se mantienen aproximadamente a esta
temperatura durante una hora. El producto de trimetafos-
fato sódico resultante es completamente soluble en agua
(lo cual indica la ausencia sustancial de IMP de dicho
15 producto), y muestra, por análisis de rayos X y cromato-
grafía, que el trimetafosfato sódico es el único consti-
tuyente químico presente en dicho producto en cantidad
significativa.

20

EJEMPLO III

Se bombean a un reactor de acero inoxidable corriente
provisto de un agitador corriente eficaz, 1000 partes de
agua y 830 partes de H_3PO_4 de 85%. Luego se agregan lenta-
25 mente 845 partes de carbonato sódico sobre la solución
resultante, mientras se agita despacio, lo cual da una
solución al 60% en peso de ortofosfato monosódico en agua.
Posteriormente se rocía esta solución sobre una capa agita-
da de 10.000 partes de trimetafosfato sódico en partículas,
30 sólido, de manera que la solución queda distribuida unifor-

283814

20



mamente sobre las superficies de las partículas sólidas.

Las partículas de trimetafosfato sódico inicialmente presentes en la capa son todas practicamente bastante pequeñas para pasar a través de un tamiz de mallas 4 U.S. standard, pero demasiado grandes para pasar a través de un tamiz de mallas 100 U.S. standard. Después de haber rociado la solución de ortofosfato monosódico sobre el trimetafosfato sódico sólido, se calienta la mezcla resultante en un calcinador rotatorio agitado durante un periodo de 5 minutos a una temperatura de 500°C, y se mantiene a unos 500°C. durante media hora. El producto resultante es sustancialmente trimetafosfato sódico puro, que contiene solamente 0.1% en peso de IMP.

EJEMPLO IV

En un reactor corriente, tal como se ha descrito en el Ejemplo II, se bombean 1000 partes de agua y 1395 partes de H_3PO_4 de 85%. Luego se añaden lentamente 720 partes de carbonato sódico, agitando, sobre la solución ácida resultante, lo que da una solución al 55% en peso que contiene ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico en una relación mutua tal que la relación Na_2O/P_2O_5 de dicha solución de 1,125. Esta solución se rocía sobre una capa agitada constituida por 10.000 partes de una mezcla en partículas sólidas de aproximadamente 78% en peso de trimetafosfato sódico y aproximadamente 22% en peso de tripolifosfato sódico. Las partículas de la capa se tamizan de manera que puedan pasar a través de un ta-

283814

20



miz de mallas 80 U.S. standard, pero que no pasen a través de un tamiz de malla 200 U.S. standard. A lo largo de un periodo de unos 10 minutos, se calienta la mezcla resultante a 525°C., y luego se mantiene a una temperatura por encima de unos 500°C, durante 1 hora, obteniéndose así un producto de trimetafosfato sódico, en partículas, sólido, que contiene aproximadamente 78% en peso de trimetafosfato sódico, aproximadamente 22% en peso de tripoli-fosfato sódico, y exento prácticamente IMP.

10 Cuando una solución de ortofosfato sódico, tal como la preparada de acuerdo con la primera operación del Ejemplo IV anterior, se calienta primero para evaporar el agua que contiene, y luego se calienta a 525°C. en 10 minutos, y se mantiene después a una temperatura por encima de unos 500°C. durante 1 hora, el producto resultante contiene más de 2,2% en peso de IMP.

EJEMPLO V

20 Se mezcla lentamente un total de 100 partes de Na_2CO_3 sobre una mezcla agitada de 1020 partes de agua y 1830 partes de H_3PO_4 de 75% en un reactor corriente forrado de vidrio, para formar una solución que contenga 55% en peso de una mezcla de ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico que tiene una relación de $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de aproximadamente 1,35. Luego se elimina el agua secando en un tambor calentado con vapor de acero inoxidable. Las escamas secadas en tambor resultantes se mezclan después durante unos 5 minutos con un peso igual de una mezcla de acelerador finamente dividida (mallas -100), cuya mezcla

25

30



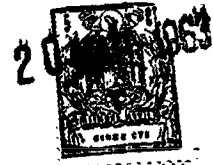
está constituida por trimetafosfato sódico y tripolifosfato sódico y tripolifosfato sódico en una relación ponderal de 57 a 43, respectivamente. La mezcla resultante de ortofosfato-acelerador se coloca en un calcinador de tambor rotatorio, calentado indirectamente con una llama de gas, y se calienta a lo largo de un periodo de unos 10 minutos a 500°C. Después de mantenida durante unos 15 minutos a 500°C., el producto tratado por el calor se retira y se enfría. Contiene únicamente 0,5% en pes de IMP.

Una mezcla análoga de ortofosfato monosódico y ortofosfato disódico que se trata de manera idéntica, a excepción de que no se añade la mezcla de acelerador de polifosfato, da un producto de trimetafosfato sodico que contiene hasta 22% en peso de IMP.

En la práctica del presente invento puede utilizarse practicamente cualquier equipo de calcinación corriente. Por ejemplo, puede utilizarse facilmente un calcinador rotatorio caliente de fase simple con una corriente de alimentación líquida, en papilla, o sólida, si el acelerador está entre mezclado con los fosfatos moleculares hidratados antes de que se carguen en el calcinador. Sin embargo, cuando se utiliza una corriente de alimentación acuosa, dicho procedimiento de calcinador de una pasada, de fase simple, no utiliza el calor aplicado al calcinador de un modo tan eficaz como otra realización específica del presente invento que se representa en la figura 1 de los dibujos.

En el procedimiento de devolución ilustrado por la figura 1, la sal o sales de ortofosfato sódico bruto, li (preferiblemente en forma de disolución o de papilla acuo-

283814



sa) se cargan en un calcinador rotativo 13 y se introducen en un lecho caliente constituido principalmente por producto de trimetafosfato sódico 17 a través de los diversos orificios 19 que hay en la línea de alimentación. El calor sensible del producto devuelto es, preferiblemente, por lo menos la fuente principal de calor para evaporar el agua de la alimentación bruta al calcinador. Así, pues, cuando la alimentación acuosa al calcinador entra en contacto con el lecho caliente de sólidos, se evaporan del mismo el agua contenida en la alimentación acuosa, dejando así los materiales de alimentación sólidos (principalmente ortofosfatos de sodio mas a veces algunos polifosfatos) intimamente mezclados sobre las superficies de las partículas sólidas del producto de trimetafosfato sódico. La rotación del calcinador hace que la mezcla sólida resultante de materiales de alimentación y producto de trimetafosfato pase desde la sección superior 21 (denominada sección de evaporación) del calcinador, a través del anillo de separación 23 y hasta la sección inferior 25 (denominada sección de conversión) del calcinador. Desde el quemador 28, fluyen continuamente gases calientes 27 a la sección de conversión 25 del calcinador, pasan a través del calcinador en contracorriente con relación al flujo de sólidos, y luego salen del calcinador por el extremo superior 31. En la sección inferior del calcinador, los gases calientes calientan a los sólidos hasta una temperatura relativamente elevada) de manera que puede efectuarse la conversión de los fosfatos de la alimentación en el trimetafosfato) y de este modo se enfrian hasta una temperatura relativamente baja. Por tanto, en general, hay una

283814



transferecia relativamente pequeña de calor desde los gases al líquido o a los sólidos en la sección superior (de evaporación) del calcinador.

El producto de trimetafosfato sólido, caliente, 33, fluye desde el extremo inferior del calcinador y hasta la tolva 35. Una parte de este producto de trimetafosfato se retira luego del proceso a través de la abertura 37. El resto se devuelve a través del conducto 39 y el transportador de hélice 41 (accionado por el motor 45) y se introduce de nuevo por el conducto 49 en la sección de evaporación 21 del calcinador. Como uno de los objetivos principales que se persiguen al devolver una tal proporción relativamente alta del producto del calcinador de trimetafosfato es utilizar el calor sensible contenido en el mismo será conveniente, en general, aislar el transportador de hélice 41 para reducir al mínimo las pérdidas caloríficas.

Las condiciones operatorias para una realización del presente invento tal como se ilustran en la figura I, son tales, en general, que la temperatura en la zona de conversión se mantiene entre unos 350°C y unos 620°C. (punto de fusión del trimetafosfato sódico). La zona de evaporación ha de mantenerse suficientemente caliente para evaporar el agua de la alimentación acuosa. Así, pues, la temperatura de esta zona debe estar, en general, comprendida entre unos 110°C y unos 350°C, y preferiblemente entre unos 125°C y unos 225°C. Sin embargo, hay que advertir que la temperatura en la zona de evaporación puede variar considerablemente más allá de estos valores sin perjudicar de modo sentido las ventajas que pueden derivar de la práctica

283814



del presente invento. Las temperaturas reales dentro
de la zona de evaporación son en gran parte función de
la temperatura del producto de trimetafosfato sódico de-
vuelto, y de la relación de devolución (es decir, la can-
tidad de producto de trimetafosfato sódico devuelto, en
5 comparación con la producción total de dicho producto por
el calcinador, expresada generalmente en peso por ciento),
y están controladas por estos factores. Cuando se utiliza
una alimentación acuosa para la práctica de este aspecto
del presente invento, la relación de devolución puede ser
10 generalmente tan baja como de 50%, aproximadamente (es
decir aproximadamente 0,453 kg de producto devuelto por
cada 0,453 de producto retirado), pero en general, es
preferible que esté comprendida entre 80%, aproximadamente,
15 y 95%, aproximadamente (es decir, entre, aproximadamente
1,81 kg. y, aproximadamente 8,61 kg de producto devuelto
por cada 0,453 kg. de producto retirado).

En la realización específica del invento descrita
con relación a la figura 1, las zonas de evaporación y
20 conversión del calcinador se mantienen separadamente y
simultáneamente para demostrar uno de los medios preferi-
dos por los que los procedimientos del invento presente
pueden ponerse en práctica de modo continuo. Sin embargo, se
deducirá fácilmente de lo expuesto que estos procedimientos
25 pueden ponerse en práctica en una zona simple, si las ope-
raciones de evaporación y conversión arriba descritas se
realizan sucesivamente. Por ejemplo, puede comenzarse el
ciclo con un lecho caliente de partículas de trimetafos-
fato sódico. Luego se introduce preferiblemente una corrien-
30 te de alimentación acuosa de ortofosfato sódico sobre el

283814



lecho con la consiguiente evaporación del agua para depositar ortofosfato sódico sólido en el lecho junto con el producto de trimetafosfato sódico. Después se eleva la temperatura del lecho para convertir el ortofosfato en una cantidad adicional de producto de trimetafosfato sódico. Una parte del producto resultante de alta temperatura se retira del proceso, al mismo tiempo que, generalmente y preferiblemente, se deja en el calcinador una cantidad suficiente para evaporar el agua de la alimentación acuosa en la primera fase del ciclo siguiente.

Otra realización de los procedimientos del presente invento se ilustra en la figura II, en la que se mantienen en estado fluidizado dos lechos separados de sólidos en partículas (análogos al lecho de evaporación y al lecho de conversión de los calcinadores arriba descritos). Con referencia a la figura 11, un lecho 110 de producto de trimetafosfato sódico en partículas sólido, se mantiene en estado fluidizado en un convertidor 112 introduciendo gases calientes en dicho lecho a través de la lumbrera de entrada 114. Una parte del producto de trimetafosfato sódico del lecho 110 se retira continuamente por la tubería 116 y se transporta neumáticamente por la tubería 118 por medio de aire o de un gas análogo inyectado por la tubería 120. Estos sólidos se depositan en un recipiente 122 y fluyen desde el mismo a un segundo lecho fluidizado 124 que está dentro del convertidor-evaporador 126. El lecho 124 se mantiene en estado fluidizado por medio de los gases que salen del primer convertidor 112 a través de la tubería 128 y ascienden a través del lecho fluidizado 124, saliendo del convertidor-evaporador por la tubería 130. Los materiales brutos (por ejemplo, ortofosfato monosódico) se cargan

283814

20



preferiblemente en forma de solución o de papilla acuosa a través de la tubería 132, y se dispersan íntimamente por la totalidad del lecho 124 de producto constituido principalmente por trimetafosfato sódico, gracias a la acción turbulenta de las partículas fluidizadas en su interior. Por tanto, los materiales brutos de ortofosfato sódico se ponen así en íntimo contacto con el acelerador (producto) de trimetafosfato sódico casi inmediatamente después de su introducción en el proceso. Las partículas calientes de producto de trimetafosfato sódico hacen que el agua contenida en la solución o la papilla de alimentación, y usualmente parte del agua de constitución de las sales fosfato, se evapore en muy poco tiempo. Luego, la mezcla resultante de partículas secas de trimetafosfato sódico y ortofosfato sódico se retira del lecho 124 por la tubería 140, pasa por el equipo de clasificación y molienda 142 para asegurar, si es necesario, que el material es del tamaño de partícula deseado, y luego pasa por la tubería 144 del primer lecho (convertidor) 110. Pueden retirarse del proceso porciones del producto de trimetafosfato sódico, de modo intermitente o continuo, por la tubería 146. Cuando se utilizan materiales sólidos de ortofosfato brutos en un procedimiento de fluidización de este tipo, pueden introducirse desde el recipiente 134 a través de la válvula de control 136 y la tubería 138 en un lecho 124, donde se mezclan íntimamente de modo rápido con el producto caliente de trimetafosfato sódico contenido en los mismos.

Al utilizar la realización de lecho fluidizado del presente invento, las condiciones de temperatura que hay

283814

20



que mantener serán análogas a las indicadas arriba al
tratar de la realización ilustrada en la figura I. Por
ejemplo, el lecho (convertidor) del cual se retira el
producto de trimetafosfato sódico se eleva a una tempera-
5 tura bastante alta entre unos 350°C. y unos 620°C., y
preferiblemente entre unos 450°C y unos 550°C, de manera
que todos los ortofosfatos de sodio (y/o el pirofosfato
ácido de sodio) introducidos en el mismo desde el lecho
de temperatura inferior ("evaporador-convertidor") se
10 convierten fácilmente en el producto trimetafosfato só-
dico. La temperatura más alta en este primer lecho (con-
vertidor) puede mantenerse preferiblemente usando un gas
de fluidización caliente, tal como puede producirse con-
venientemente por quemado gas natural o gas de gasógenos
15 o fuel-oil, por ejemplo, en aire. La temperatura de ta-
les gases de combustión puede controlarse fácilmente in-
termezclándolos con aire adicional (de manera que, para
evitar que fundan los sólidos en la proximidad de la lum-
brera de entrada de gas fluidizante, puede mantenerse la
20 temperatura del gas fluidizante que entra en el lecho de
temperatura superior, por debajo de unos 620°C, y prefe-
riblemente por debajo de unos 550°C). Otra función de es-
te aire adicional es asegurar un volumen suficiente de
gases en el sistema para mantener las partículas de los
25 lechos en estado fluidizado.

La temperatura del lecho fluidizado de temperatura
inferior debe mantenerse . por lo general, entre unos 140°C
y unos 300°C, y preferiblemente entre unos 180°C y unos
260°C., particularmente cuando los materiales brutos se
30 cargan en el lecho en forma de una solución o papilla. Por

283814

20 MAR



tanto, cualquier agua contenida en la corriente de alimentación de material bruto puede desprenderse de la misma, debido prácticamente por completo al calor sensible transportado desde el lecho de temperatura superior por el producto de trimetafosfato sódico caliente devuelto, si se desea.

Cuando la alimentación de material bruto se introduce en un proceso fluidizado tal como el que se ilustra en la figura II, en forma de una solución o de una papilla, es frecuente que se manifieste una tendencia al aumento del tamaño de las partículas de los sólidos recirculantes. Cuando se produce esto en una gran escala, algunas de las partículas se hacen muy difíciles de mantener en estado fluidizado. Como consecuencia, es necesario frecuentemente proporcionar un medio (por ejemplo, molienda, fusión y reclasificación) para disminuir el tamaño de estas partículas en alguna fase del ciclo. Aunque en la realización de lecho fluidizado ilustrada, la disminución de tamaño de partícula se demuestra que se consigue cuando se están trasladando los sólidos desde el lecho de temperatura inferior al lecho de temperatura superior, se comprenderá fácilmente que esta operación de reducción de tamaño puede verificarse también sobre las partículas de producto que se están llevando desde el lecho de temperatura superior al lecho de temperatura inferior (para servir como acelerador y fuente calorífica, según se describe anteriormente).

De lo expuesto, se comprende lógicamente que puedan hacerse modificaciones de la realización específica arriba descrita (lecho fluidizado) de este invento sin apartarse materialmente del concepto básico de los procedimientos del

233814

20 MAR



invento. Por ejemplo, el producto en partículas devuelto
y el gas fluidizante pueden retirarse juntos al lecho
de temperatura superior e introducirse luego en el le-
cho de temperatura inferior por la misma tubería. Igual-
5 mente, pueden utilizarse dos corrientes de gas fluidi-
zante separadas (una para cada uno de los lechos fluidi-
zados).

Mediante un control apropiado del diseño y de los
detalles operatorios del presente procedimiento, es de-
10 cir, velocidades y temperaturas de gas, tipo de alimenta-
ción y velocidad de introducción de la misma, velocidad
de retirada del producto trimetafosfato y velocidad de
devolución de sólidos, tamaños y temperaturas de la zona
de conversión y de evaporación y aislamiento para evitar
15 pérdidas caloríficas indebidas, el presente procedimiento
puede funcionar de modo muy sencillo y económico sin aña-
dir más calor que el contenido en los gases calientes in-
troducidos en el lecho de temperatura alta. Sin embargo,
puede suministrarse calor adicional, si se considera conveni-
20 ente o necesario, tanto al lecho de alta temperatura como
al de baja temperatura. Por ejemplo, si se quiere aumentar
la productividad del proceso en general aumentando la velo-
cidad de alimentación y la velocidad de retirada del pro-
ducto sin aumentar la velocidad de recirculación, será
25 necesario suministrar calor adicional para el lecho de
baja temperatura. Lo mismo puede decirse si se quiera cam-
biar a una mezcla de alimentación que contenga una mayor
proporción de agua. Si se quieren realizar los cambios arri-
ba mencionados y aumentar al mismo tiempo la velocidad de
30 recirculación, será necesario también añadir calor adicional

283814

20



al lecho de alta temperatura.

EJEMPLO VI

5 A continuación figuran detalles operatorios para
la realización del presente invento por medio de un pro-
cedimiento del tipo descrito arriba al tratar del calci-
nador rotatorio ilustrado en la figura I. El procedi-
miento preferido abarca la producción del trimetafos-
10 fato sódico prácticamente puro partiendo de una solución
acuosa que contiene ortofosfato monosódico, utilizando
parte del producto trimetafosfato sódico como acelera-
dor.

15

EJEMPLOS

	Velocidad del líquido de alimentación (litros 0,453 kg. de producto retirado)	0,55
	concentración del líquido de alimentación (peso %)	60,0
	Temperatura del trimetafosfato sódico proce- dente de la zona de conversión	500°C
	Temperatura del trimetafosfato sódico proce- dente de la zona de evaporación	250°C
25	Relación de devolución (Kg. de devolución/Kg. de producto retirado)	14,0
	Temperatura del gas de entrada	800°C
	Temperatura del gas procedente de la zona de evaporación	260°C

30

283814

20

EJEMPLO VII

A continuación figuran los detalles de diseño y operatorios de un procedimiento del lecho fluidizado en tandem del tipo descrito arriba al tratar de la figura II.

	Diámetro del lecho de alta temperatura (centímetros)	25.40
	Profundidad del lecho de alta temperatura (centímetros)	50.80
	Diámetro del lecho de baja temperatura (centímetros)	30.48
10	Profundidad del lecho de baja temperatura (centímetros)	76.20
	Velocidad gaseosa lineal del gas fluidificante a través del lecho de alta temperatura (metros/segundo)	1.64
	Velocidad gaseosa lineal del gas fluidificante a través del lecho de baja temperatura (metros/segundo)	1.24
15	Velocidad del gas carburante (decímetros cúbicos normales/minuto)	79.-
	Velocidad de aire de combustión primario (dm ³ normales/minuto)	761.-
	Velocidad de aire secundario (endriamiento) (dm ³ normales/minuto)	1.713.-
20	Temperatura del gas fluidificante que entra en el lecho de alta temperatura	800°C
	Temperatura del lecho de alta temperatura	500°C
	Temperatura del lecho de baja temperatura	220°C
25	Relación Na ₂ O/ P ₂ O ₅ en el líquido de alimentación	1,0
	Concentración del líquido de alimentación (peso %)	60
	Velocidad del líquido de alimentación (kg/minuto)	1.133
	Velocidad de devolución de sólidos (Kg/hora)	108,862
	Velocidad de retirada del producto (Kg/hora)	34.4731
30	Tamaño de partícula de los sólidos fluidificados = 90% a	

283814



través de mallas 20.

El producto de trimetafosfato sódico que resulta de este procedimiento contiene solamente indicios de IMP (menos de 0,2% en peso).

5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 2 de Enero de 1.962, y bajo el número 163.442 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- N O T A -

15 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:

20 1ª. - Un procedimiento para la fabricación de un producto inorgánico de polifosfato que contiene por lo menos 25%, aproximadamente, en peso, de trimetafosfato sódico, cuyo procedimiento comprende calcinar, a una temperatura superior a unos 350°C., pero inferior al punto de fusión de dicho producto de polifosfato, un material
25 de alimentación de fosfato de metal alcalino molecularmente hidratado, siendo por lo menos 90%, aproximadamente, en peso, de dicho fosfato de metal alcalino fosfato sódico, estando presente durante dicha calcinación, en
30 contacto con dicho material de alimentación, por lo menos 1% en peso, aproximadamente, de un polifosfato sustancial-

283814

20 W



mente acuoso soluble por completo, deshidratado molecularmente totalmente.

2º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicho polifosfato es un polifosfato de metal alcalino y es cristalino.

3º. - Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 y la 2 que comprende calcinar a una temperatura comprendida entre unos 350°C y unos 620°C., una mezcla del fosfato de metal alcalino molecularmente hidratado y por lo menos 5%, aproximadamente, en peso, basado en el peso, de dicha mezcla, del polifosfato sustancialmente acuoso soluble por completo, deshidratado molecularmente totalmente.

4º. - Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 donde dicho fosfato de metal alcalino es ortofosfato monosódico, dicho polifosfato acuoso soluble es un polifosfato de sodio, y por lo menos 1% en peso, aproximadamente, de dicho polifosfato está íntimamente mezclado con dicho ortofosfato de sodio antes de dicha calcinación.

5º. - Un procedimiento para la fabricación de un producto inorgánico de polifosfato que contiene por lo menos 25% en peso, aproximadamente de trimetafosfato sódico, que comprende calentar una mezcla inicialmente acuosa que contiene una sal de fosfato sódico molecularmente hidratada, y un polifosfato sódico sustancialmente acuoso soluble por completo, deshidratado molecularmente de un modo total, a una temperatura comprendida entre unos 350°C, y unos 620°C, y mantener la temperatura de dicha mezcla por encima de unos 350°C, durante unos 15 minutos como mínimo.

283814

20



teniendo dicha mezcla una relación M_2O/P_2O_5 comprendida entre 0,9, aproximadamente y 1,4, aproximadamente, donde M es un catión de metal alcalino y por lo menos 90% en peso, aproximadamente, de M es Na.

5 6^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5 que comprende mezclar una mezcla de agua y 30% en peso, aproximadamente, por lo menos, basado en el peso de dicha mezcla, de sales de fosfato sódico molecularmente hidratadas con 1-19 veces aproximadamente, el peso de dicha mezcla de un polifosfato sódico sustancialmente acuosoluble, deshidratado molecularmente por completo, y calentar después la mezcla resultante 10 a una temperatura comprendida entre unos 350°C, y unos 550°C, durante unos 15 minutos, por lo menos.

15 7^a.- Un procedimiento para la fabricación de trimetafosfato sódico sustancialmente puro que comprende mezclar una mezcla de agua y ortofosfato monosódico con 1-19 veces, aproximadamente, el peso de dicha mezcla de trimetafosfato sódico sustancialmente puro, y calentar después la mezcla resultante a una temperatura comprendida entre unos 350°C y unos 625°C. 20 hasta que dicho ortofosfato monosódico se ha convertido en trimetafosfato sódico.

25 8^a.- Un procedimiento cíclico para la fabricación de un producto de trimetafosfato sódico que contiene por lo menos 25% en peso, aproximadamente, de trimetafosfato sódico, que comprende las operaciones de (a) mezclar una mezcla de sales fosfato sódico molecularmente hidratadas en un lecho de sólidos en partículas que contiene por lo menos 25% en peso, aproximadamente, de trimetafosfato sódico para formar una mezcla íntima de dichas sales de fosfato sódico y dichos sólidos, (b) elevar la temperatura de dicha 30

283814



mezcla hasta que esté comprendida entre unos 350°C y
unos 620°C., (c) separar el producto resultante en dos
porciones, por lo menos, y (d) utilizar una de dichas
porciones para formar dicho lecho en el que se mezcla
dicha mezcla.

5

9º.- Un procedimiento cíclico de acuerdo con la
reivindicación 8 en el que la mezcla acuosa que contiene
sales de fosfato sódico molecularmente hidratadas es una
mezcla acuosa, la temperatura de la mezcla se eleva hasta
que esté comprendida entre unos 350°C, y unos 550°C., y
dicha mezcla se calienta a una temperatura comprendida
entre unos 350°C y unos 550°C. durante unos 15 minutos,
por lo menos.

10 10º. - Un procedimiento cíclico de acuerdo con la
reivindicación 8 o la 9 en el que dicha mezcla acuosa
contiene sales de fosfato sódico molecularmente hidrata-
das que tienen una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ comprendida entre
0.9, aproximadamente, y 1.4, aproximadamente, dicha mez-
cla se introduce en un lecho agitado de sólidos calientes
en partículas que contienen por lo menos 25% en peso.
aproximadamente, de trimetafosfato sódico y estando a una
temperatura suficientemente alta para evaporar de dicha
mezcla acuosa agua suficiente para formar una mezcla sóli-
da en partículas de dichos polifosfatos de sodio sólidos
y dichas sales de fosfato sódico, la temperatura de dicha
mezcla sólida en partículas se eleva hasta que esté com-
prendida entre unos 350°C, y unos 550°C, y el producto de
trimetafosfato de alta temperatura resultante se separa en
dos porciones, por lo menos.

20
25
30

11º. - Un procedimiento cíclico para la producción

283814



de trimetafosfato sódico que comprende las operaciones de (a) introducir una solución acuosa de sales de ortofosfato sódico que tienen una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ comprendida entre 0,9, aproximadamente, y 1,4, aproximadamente, en un primer lecho de mezcla sólida en partículas calientes que contiene trimetafosfato sódico y ortofosfatos de sodio, teniendo también dicha mezcla sólida en partículas una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ comprendida entre 0,9, aproximadamente, y 1,4, aproximadamente, (b) hacer pasar la mezcla resultante a un segundo lecho, (c) calentar dicha mezcla mientras está en dicho segundo lecho a una temperatura comprendida entre unos 350°C y unos 620°C , (d) retirar el producto resultante de trimetafosfato sódico caliente de dicho segundo lecho y devolver una parte del mismo a dicho primer lecho, siendo la temperatura y la proporción de dicho producto de trimetafosfato sódico caliente que se está devolviendo, suficiente para suministrar una porción predominante del calor necesario para evaporar dicha agua en dicha mezcla acuosa durante su permanencia en dicho primer lecho.

12^a. - Un procedimiento cíclico continuo de acuerdo con la reivindicación 11 en el que una primera mezcla de agua y ortofosfato monosódico se introduce en un primer lecho de mezcla sólida caliente en partículas de trimetafosfato sódico y ortofosfato monosódico, se mantiene dicha mezcla sólida en partículas en el segundo lecho durante unos 15 minutos, por lo menos, y el trimetafosfato sódico caliente resultante se retira de dicho segundo lecho.

13^a. - Un procedimiento continuo de acuerdo con la



reivindicación 11 o la 12 en el que se hace pasar un gas fluidizante calentado a través de un primer lecho fluidizado de partículas de fosfato sódico sólidas que comprende una mezcla de dicho producto de trimetafosfato sódico y, por lo menos una sal de ortofosfato sódico y a través de un segundo lecho fluidizado de partículas de fosfato sódico sólidas que comprende principalmente dicho producto de trimetafosfato sódico (manteniéndose dicho segundo lecho a una temperatura por encima de unos 350°C, y manteniéndose dicho primer lecho a una temperatura menor que la de dicho segundo lecho pero suficientemente alta para evaporar su humedad), se retira dicho producto de trimetafosfato sódico de dicho segundo lecho, y se introduce una porción del producto retirado resultante en dicho primer lecho, se introduce una solución acuosa que contiene ortofosfato monosódico en dicho primer lecho, se retira la mezcla seca resultante de dicho ortofosfato monosódico y dicho producto retirado resultante, de dicho primer lecho, y se introduce dicha mezcla seca en dicho segundo lecho.

142. - Un procedimiento para fabricar un polifosfato inorgánico.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

283814



Esta Memoria consta de treinta y siete hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

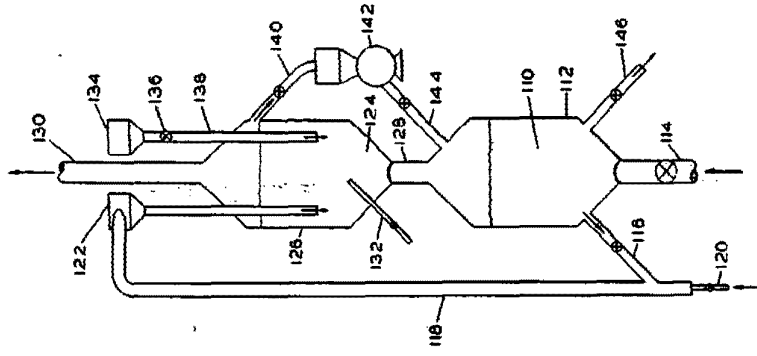
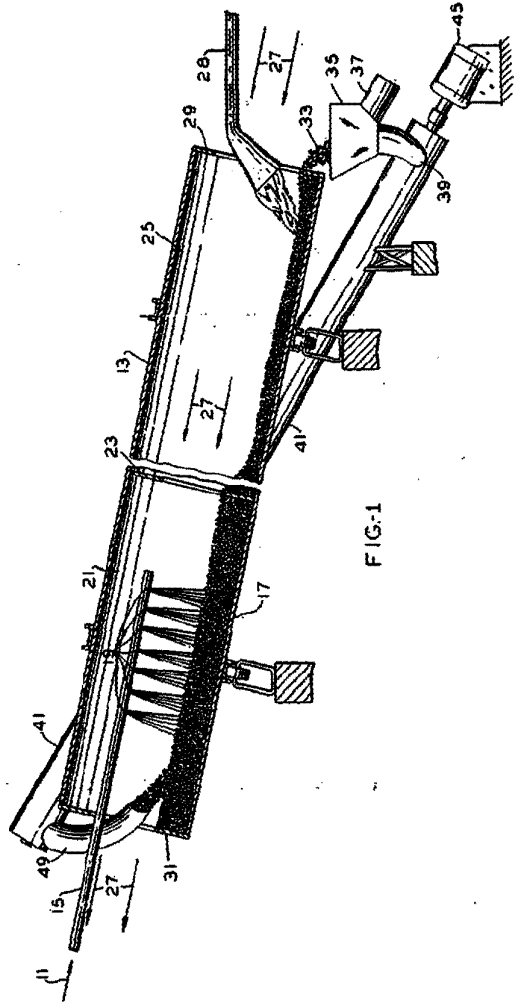
Madrid, 20 MAR. 1963

P.A.

Alberto de Ezpeleta
[Handwritten signature]

283814

283814



INVENTOR