

23 J



314565

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de:  
KNAPSACK AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionali-  
dad alemana, domiciliada en KNAPSACK BEI  
KÖLN (Alemania); por: "PROCEDIMIENTO PARA  
LA FABRICACION DE HEXAHIDRATO DE TRIPOLI-  
FOSFATO SODICO".

-----ooo000ooo-----

El presente invento se refiere a un procedimiento pa-  
ra la fabricación de hexahidrato de tripolifosfato sódico por  
pulverización a tobera de agua en exceso, con relación a la  
cantidad teórica para la formación del hexahidrato, sobre un  
5 tripolifosfato sódico anhidro mantenido en movimiento.

Dado que el tripolifosfato sódico se fabrica en esca-  
la técnica casi siempre por condensación de ortofosfato prima-  
rio y secundario con eliminación simultánea de agua, el método  
para obtener hexahidrato de tripolifosfato sódico también pasa



casi siempre por la sal anhidra. La fijación del agua se ha intentado en el pasado por varios procedimientos. Es conocido, por ejemplo, disolver el polvo anhidro en agua, y luego precipitar o separar por cristalización el hexahidrato por distintos métodos de reducción de la solubilidad, tales como la precipitación con NaCl, la adición de disolventes orgánicos miscibles con agua o la evaporación al vacío del exceso de agua. La evaporación de agua a presión normal no es posible, porque entonces el tripolifosfato se hidroliza ya de modo muy considerable. Pero en los otros métodos citados también se descompone una parte del tripolifosfato en pirofosfatos y ortofosfatos. Todos estos procedimientos son además costosos, puesto que el hexahidrato precipitado tiene que ser filtrado, secado y eventualmente molido, en tanto que el agua madre requiere una regeneración.

Por lo mismo se ha intentado fabricar el hexahidrato de tripolifosfato agregando al tripolifosfato anhidro justo la cantidad de agua estequiométricamente necesaria y llegando de este modo directamente al producto sólido cristalizado mediante una reacción heterogénea sólido-líquido. En este procedimiento, la cantidad de agua necesaria es pulverizada a tobera sobre el polvo suavemente movido del tripolifosfato anhidro. Frente a los métodos antes mencionados, este método tiene singulares ventajas energéticas y un número muy reducido de operaciones. Pero también tiene varios inconvenientes. Por un lado, el calor de hidratación origina en la masa reaccionante una subida de tempe-



ratura aproximadamente hasta 100°C, por lo que una parte del tripolifosfato se descompone hidrolíticamente en pirofosfato y ortofosfato. Por otro lado, en la formación de los cristales de hexahidrato el polvo se apelotona con facilidad, y por lo regular se tiene que añadir un proceso de molienda. Por lo ex-  
5 puesto, y por el intenso desarrollo de la reacción quedan en gran parte destruidas las perlas huecas (beads) que existen en las clases actualmente preferidas de tripolifosfato de bajo peso específico, por lo que de esta manera se obtiene sólo un  
10 polvo compacto y pesado, igual que el que se obtiene cuando el hexahidrato de tripolifosfato es separado por cristalización a partir de un exceso de agua por uno de los procedimientos antes mencionados.

Se ha intentado reducir la intensidad de la reacción de hidratación añadiendo el agua en estado sólido, o sea en  
15 forma de hielo, al tripolifosfato. La fusión del hielo originaba una especie de refrigeración interna, con lo que disminuía la temperatura de la reacción y se alargaba el tiempo de la misma. De esta manera se pudo reducir considerablemente la des-  
20 composición hidrolítica del tripolifosfato. Sin embargo este método adolece también de una serie de inconvenientes. Dejando aparte el hecho de que la producción y adición fija de hielo al tripolifosfato es más antieconómica que el uso de agua, la mezcla de los componentes, y por lo tanto la uniformidad del  
25 producto, es peor que con la pulverización a tobera de agua.



Si se mueve intensamente la masa reaccionante con miras a una mejor mezcla, las ligeras perlas huecas de paredes delgadas del tripolifosfato son entonces rotas en parte por los trozos de hielo más pesados, y por lo tanto el peso específico del producto aumenta de un modo indeseable.

Se ha descubierto ahora que pueden evitarse todos estos inconvenientes, y que al mismo tiempo se puede mejorar sensiblemente la rentabilidad del procedimiento si se procede de la siguiente manera.

10 Sobre el tripolifosfato sódico que se encuentra en la modificación a alta y/o a baja temperatura y en movimiento se rocía agua a una temperatura entre 0 y 60°C, de preferencia entre 5 y 15°C, en exceso, referido a la cantidad teóricamente necesaria para la formación de hexahidrato. Para ello, el agua  
15 es rociada ventajosamente en forma de niebla fina. Al mismo tiempo se hace pasar por el material reaccionante una corriente gaseosa, por ejemplo de aire, la cual evapora el exceso de agua. La cantidad de agua existente en exceso y la corriente gaseosa son ahí mutuamente armonizadas de manera, que el calor latente  
20 de evaporación del agua sea suficiente para mantener la temperatura del producto reaccionante en 50 a 80°C, de preferencia en 60 a 70°C. Para ello se emplea convenientemente un exceso de agua de hasta el 30 %. Sin embargo, en general basta un exceso del 10 al 25 %.

25 Como ya se ha dicho, la temperatura no debe pasar de



unos 80°C en el material reaccionante si se quiere evitar una hidrólisis. Pero si a esta temperatura y en un tiempo de permanencia dado en el aparato no ha terminado todavía la reacción, la velocidad de esta última puede aumentarse entonces en la medida correspondiente elevando la porción - contenida en el tripolifosfato anhidro - de la denominada forma cristalina I, a la que se llama también forma a alta temperatura y que tiene una velocidad de hidratación mayor que la forma II denominada asimismo modificación a baja temperatura. Sin embargo debe tenerse ahí presente que por la mayor velocidad de hidratación también puede subir localmente la temperatura, por lo que hay que adoptar medidas apropiadas, por ejemplo pulverización a tobera y evaporación de un mayor exceso de agua, para descartar esta circunstancia. Un producto obtenido de esta manera no se apelotona, ni siquiera después de un prolongado almacenamiento en atmósfera con cualquier grado de humedad, sino que conserva sus buenas propiedades fluyentes.

El material reaccionante es mantenido en movimiento llevando a cabo la reacción en un tubo rotatorio o por el principio del lecho de turbulencia.

Es conocido que, sobre todo en tripolifosfato anhidro de bajo peso específico, las partículas existen en forma de perlas huecas (beads).

Se ha descubierto sorprendentemente que por el procedimiento sugerido por el invento, las partículas en forma de perla



hueca conservan en gran modo su estructura pese a una intensiva  
mezcla del material reaccionante y a la consiguiente reacción  
uniforme de todo el material de partida. Esto no era en modo  
alguno previsible dado que la red cristalina del tripolifosfato,  
5 bajo incorporación simultánea de 6 moléculas  $H_2O$  por molécula  
de  $Na_5P_3O_{10}$ , se transforma en la red cristalina totalmente  
distinta del hexahidrato de tripolifosfato. Existe aquí, por lo  
tanto, una reacción topoquímica.

Por lo expuesto se tiene, como otra ventaja más del  
10 nuevo método, la posibilidad de fabricar hexahidrato de tripolifosfato  
sódico de un determinado peso específico si se parte  
de un tripolifosfato sódico anhidro, cuyo peso específico corres-  
ponda aproximadamente al peso específico deseado. De esta mane-  
ra pueden conseguirse pesos específicos del hexahidrato entre  
15 0,35 y 1,00 kg/l, según que el material de partida exista en forma  
maciza o de perla hueca. En caso necesario, el peso específico  
del hexahidrato que se obtiene en forma de perla hueca puede  
aumentarse destruyendo total o parcialmente la forma hueca en  
un proceso de molienda posterior. Pero en general deberá ten-  
20 derse a conservar la forma de perla hueca de las partículas de  
hexahidrato y a evitar una aglomeración de estas últimas con el  
fin de conseguir un producto que fluya libremente.

Hay que tener aquí en cuenta que la reacción de hidratación  
tiene que haber terminado antes de echar el producto  
25 en cualquier recipiente y de almacenarlo. De otro modo, la última



parte de la reacción se desarrolla en la masa en reposo, incluso eventualmente comprimida por su propio peso, en cuyo caso no hay forma de evitar una aglomeración de las partículas. En consecuencia, otra característica del procedimiento sugerido por el invento es el armonizar entre sí la velocidad de reacción, su temperatura y el tiempo de permanencia en el aparato de tal modo, que la masa reaccionante permanezca en continuo movimiento durante tanto tiempo hasta que haya acabado de reaccionar completamente al estado de hexahidrato, o sea que del reactor salga un producto que contenga únicamente agua de hidratación y nada de agua adherida.

En particular, el procedimiento sugerido por el invento para la fabricación de hexahidrato de tripolifosfato sódico por pulverización de agua a tobera sobre tripolifosfato sódico anhidro mantenido en movimiento consiste, pues, en que sobre el tripolifosfato sódico ventajosamente en forma de polvo, existente en la modificación a alta y/o a baja temperatura, se rocía el agua en forma de una niebla fina y se la emplea en exceso con relación a la cantidad teóricamente necesaria para la formación de hexahidrato, en donde el agua tiene una temperatura entre unos 0 y 60°C, de preferencia entre unos 5 y 15°C, mientras que al mismo tiempo se hace pasar por el material reaccionante una corriente de gas, por ejemplo de aire, para la evaporación del agua en exceso y la cantidad del agua en exceso y de la corriente de gas se armonizan de tal modo entre sí, que el calor la-



tente de la evaporación de agua sea suficiente para mantener la temperatura del material reaccionante en unos 50 a 80°C, de preferencia en unos 60 a 70°C:

5           Según el invento, el agua se utiliza aquí en un exceso de hasta aproximadamente un 30 %, de preferencia un 10 a 25 %. Se puede variar la velocidad de reacción cambiando la relación entre la modificación a alta y a baja temperatura en el producto de partida, en donde para aumentar la velocidad de reacción hay que elevar la porción en la modificación a alta temperatura. El

10           material reaccionante es mantenido ventajosamente en movimiento en un tubo rotatorio o por el principio del lecho de turbulencia. Se puede fabricar un producto final de determinado peso específico utilizando como producto de partida un tripolifosfato sódico, cuyo peso específico corresponda aproximadamente al peso específico

15           deseado. Las partículas del producto de partida pueden tener aquí forma de perla hueca. El material reaccionante es mantenido en movimiento hasta que termina la hidratación. El producto de la reacción es entonces envasado y almacenado, sólo después de acabar la hidratación.

20           Los ejemplos siguientes tienen la finalidad de aclarar más todavía el procedimiento sugerido por el invento:

EJEMPLO 1:

Con ayuda de un canal vibratorio y de una báscula de cinta se dosificaron uniformemente en un tubo rotatorio, 260 kg



de tripolifosfato sódico/h de un peso específico de 0,70 kg/l y una porción del 45 % de forma I, en el cual, con ayuda de una tobera pulverizadora, se rociaron al mismo tiempo 93 l de agua/h en forma de niebla fina. Por el calor de hidratación, la temperatura de la masa reaccionante intensamente movida subió hasta 70°C y se mantuvo constantemente en esta temperatura por la evaporación del exceso de agua. Después de un tiempo de permanencia de 15 minutos salió del tubo rotatorio el producto todavía algo húmedo al tacto y fue conducido a un segundo tubo rotatorio aislado térmicamente del que, al cabo de un tiempo de permanencia de 30 minutos, salió en forma de polvo totalmente seco por el exterior con una temperatura de 66°C. Inmediatamente después se le hizo pasar por un molino y se le ensacó. El producto terminado tenía un peso específico de 0,72 kg/l, un contenido de agua de 22,6 % H<sub>2</sub>O (teóricamente 22,7 %) y, conforme al análisis por cromatografía con papel, presentaba un valor invariable en comparación con el producto de partida del 98 % de tripolifosfato (referido siempre a todo el contenido P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). En un ensayo de catorce horas se ensacaron a la hora por término medio 332 kg de hexahidrato, lo que equivale a un rendimiento del 98,5 % del teórico. Después de catorce horas de almacenamiento el producto estaba todavía libre de grumos y tenía invariablemente buenas propiedades de fluidez.

EJEMPLO 2:

25

De forma análoga al ejemplo 1, 320 kg de un tripoli-



fosfato sódico particularmente ligero de un peso específico de  
0,43 kg/l y aproximadamente una porción del 30 % de forma I se  
dosificaron por hora en un tubo rotatorio, en el que con ayuda  
de dos toberas pulverizadoras se pulverizaron 10l 1 de agua/h  
5 en forma de niebla fina. La temperatura de la mezcla movida  
subió a 65°C y se mantuvo entonces en equilibrio a esta tempe-  
ratura por la evaporación del exceso de agua. Después de un  
tiempo de permanencia de 15 minutos, el producto exteriormente  
ya seco pasó a un segundo tubo rotatorio sin aislamiento térmico,  
10 del que salió con una temperatura de unos 40°C al cabo de otros  
30 minutos. Inmediatamente después se le hizo pasar por una cri-  
ba vibratoria de 1 mm de luz de malla, lo que permitió separar  
el 3 a 4 % aproximadamente de las partículas resultantes de la  
reacción con un diámetro de más de 1 mm y someterlo a un proce-  
15 so de molienda. El producto terminado de un diámetro de menos  
de 1 mm fué ensacado y tenía un peso específico de 0,42 kg/l,  
un contenido de agua del 22,7 % correspondiente al valor teó-  
rico y en el cromatograma con papel presentaba un contenido del  
98,5 % de tripolifosfato (referido a todo el contenido  $P_2O_5$ ).  
20 En un ensayo de seis horas se ensacaron a la hora por término  
medio 339 kg de hexahidrato de tripolifosfato de un tamaño de  
partícula  $< 1$  mm, mientras que 14 kg/h de un material de un tama-  
ño de partícula  $> 1$  mm se separaron con la criba, se juntaron y  
luego se molieron. Esto equivale a un rendimiento total del  
25 97,5 % del teórico. El producto ensacado tenía excelentes propie-



dades de fluidez, que no variaron ni siquiera después de cator-  
ce días de almacenamiento, y las respectivas partículas examina-  
das al microscopio con 30 aumentos presentaban un aspecto casi  
idéntico que el material de partida y sólo la envoltente de  
5 las perlas huecas se había vuelto algo más rugosa. Las radiogra-  
fías goniométricas revelaron la ausencia de tripolifosfato no  
hidratado de ambas modificaciones.

-----N O T A-----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

10 1.- Procedimiento para la fabricación de hexahidrato  
de tripolifosfato sódico por pulverización de agua a tobera sobre  
tripolifosfato sódico anhidro mantenido en movimiento, caracte-  
rizado porque sobre el tripolifosfato sódico ventajosamente en  
forma de polvo que se encuentra en la modificación a alta y/o a  
15 baja temperatura, se pulveriza el agua en forma de niebla fina  
y se la emplea en exceso con relación a la cantidad teóricamen-  
te necesaria para la formación de hexahidrato, en donde el agua  
tiene una temperatura entre unos 0 y 60°C, de preferencia entre  
unos 5 y 15°C, mientras que al mismo tiempo se hace pasar por  
20 el material reaccionante una corriente de gas, por ejemplo de  
aire, para la evaporación del agua en exceso y de paso se mantie-  
ne la temperatura del material reaccionante en unos 50 a 80°C,  
de preferencia en unos 60 a 70°C.

2.- Procedimiento según lo reivindicado en el punto 1,



caracterizado porque la cantidad de agua en exceso y la corriente de gas se armonizan una con otra de tal modo entre sí, que el calor latente de la evaporación del agua sea suficiente para mantener la temperatura del material reaccionante en el grado deseado.

5

3.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el agua se emplea en un exceso de hasta aproximadamente el 30 %, de preferencia del 10 al 25 %.

10

4.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque se modifica la velocidad de la reacción por variación de la relación entre la modificación a alta y a baja temperatura en el producto de partida, en cuyo caso para subir dicha velocidad se aumenta la porción de la modificación a alta temperatura.

15

5.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el material reaccionante es mantenido en movimiento en un tubo rotatorio.

20

6.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 4, caracterizado porque el material reaccionante es mantenido en movimiento por el principio del lecho de turbulencia.

25

7.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque se fabrica un producto acabado de determinado peso específico empleando como producto de partida un tripolifosfato sódico, cuyo peso específico corresponda aproximadamente al peso específico deseado.



8.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque las partículas del producto de Partida tienen forma de perla hueca.

5 9.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el material reaccionante es mantenido en movimiento durante tanto tiempo, hasta que termina la hidratación.

10 10.- Procedimiento según lo reivindicado en los puntos anteriores, caracterizado porque el producto de la reacción es envasado y almacenado sólo después de haber terminado la hidratación.

11.- PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE HEXAHIDRATO DE TRIPOLIFOSFATO SÓDICO.

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

Madrid, 23 JUN. 1965

*ca. J. J. J.*