



1965

330701

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

por "METODO PARA PRODUCIR UN COMPLEJO DE FOSFATO SODICO/HIPO-  
CLORITO SODICO", a favor de la firma española DIVERSEY ESPA-  
ÑOLA, S.A., residente en BARCELONA (España), Aribau 169, 1º2º

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a composiciones sólidas y estables que contienen un hipoclorito, así como a métodos para la preparación de tales composiciones.

- Una de las más eficaces de las conocidas composiciones bactericidas de este tipo contiene fosfato sódico en adición al hipoclorito sódico. Para reforzar el efecto bactericida puede hallarse también presente un bromuro. El invento que aquí se expone atañe a métodos mejorados para la preparación de tales composiciones y a las propias composiciones mejoradas que resultan.
- 5.
  - 10.



Para componer estos hipocloritos estabilizados con fosfato se han propuesto diversos métodos.

5. Uno de los métodos implica la preparación de una solución de fosfato sódico en concentración elevada y la adición a ésta de hipoclorito sódico, ya sea directamente como solución, ya sea por adición sucesiva de hidróxido sódico y cloro gaseoso. El enfriamiento de la mezcla reaccional resultante conduce a la cristalización parcial de un material que contiene tanto fosfato como hipoclorito sódico. Los cristales se separan de las aguas madres y se secan, y las aguas madres pueden hasta cierto punto reutilizarse en la preparación de nuevas partidas, a fin de recuperar lo más completamente posible los fosfatos y el hipoclorito disueltos.
- 10.

15. Otro método implica preparar una solución de fosfato sódico tal como antes, pero a concentración mucho mayor y a temperaturas elevadas, de modo que cuando se agregue hipoclorito sódico y se enfríe el conjunto se obtenga una masa sólida, que luego se muele hasta el tamaño conveniente.

20. Un tercer método implica, como antes, la adición de hipoclorito sódico a una solución de fosfato sódico; pero el enfriamiento se realiza más despacio y con agitación constante de la masa. El material resultante es un sólido cristalino húmedo, que a continuación se seca pasándolo por un horno giratorio o de algún otro modo.

25. Un cuarto método implica mezclar fosfato sódico sólido, que puede estar hidratado en parte o por completo, en un recipiente adecuado, mientras se introduce en ese reci-



piente una corriente de cloro gaseoso o una solución de hipoclorito sódico. La mezcla se mantiene en esencia sólida durante todo el proceso.

- El fosfato trisódico clorado producido por el método que se revela en la patente norteamericana N° 1,965,304 se obtiene en forma de una masa cristalina ligeramente húmeda, que no fluye con facilidad. Se la puede convertir en un material seco, cristalino y de libre fluencia por una etapa separada de secado; pero esto constituye un paso adicional que sería deseable evitar. Se han realizado intentos para producir directamente un material seco al final de la etapa de cristalización, procediendo a aumentar la concentración de la solución inicial de fosfato sódico a fin de tener después de la cristalización: menos agua residual, que es causa de que el producto tenga aspecto húmedo. Estos intentos han resultado fallidos porque, aunque se obtuvo un producto seco, la estabilidad del hipoclorito era reducida.
- 5.
- 10.
- 15.

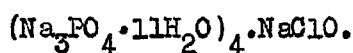
- Todos los métodos anteriores adolecen hasta cierto grado de desventajas en el aspecto económico o en las propiedades del producto resultante. Así, el hipoclorito sódico de la composición puede tener escasa estabilidad, lo que conduce a breve conservación en las estanterías, o la distribución de los tamaños de las partículas en el producto final puede ser inferior a la ideal, lo que es causa de polvo, o la solubilidad del producto en el uso puede ser lenta.
- 20.
- 25.

Un objeto de este invento es proporcionar un procedimiento económico que, si se prefiere, pueda llevarse a cabo continuamente más bien que por partidas y que conduzca a un



1965

producto de forma cristalina satisfactoria, de buena estabilidad cloral y de rápida solubilidad. Otro objeto más es proporcionar una composición sólida que contenga hipoclorito, constituida en gran parte por una especie cristalina compleja de hipoclorito sódico y fosfato sódico, de la composición



El invento, consiste, en términos generales, en hacer una composición sólida, que contenga hipoclorito sódico y fosfato sódico, partiendo de una mezcla acuosoalcalina provista de hipoclorito sódico y fosfato sódico, cuya composición está controlada para impedir en esencia que se deposite, como parte de la citada composición, un complejo de fosfato sódico con hidróxido sódico o cloruro sódico o que se depositen hidratos simples de fosfato sódico.

El invento consiste también en un procedimiento para cristalizar una composición sólida, que contiene hipoclorito sódico y fosfato sódico, a partir de una mezcla acuosoalcalina de partida que contiene hipoclorito sódico y fosfato sódico y que está enmarcada en la zona definida por las líneas JK, KL, LM y MJ de la Figura 4 que más adelante se describe.

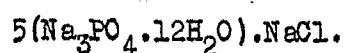
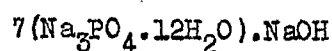
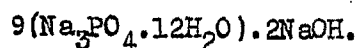
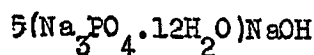
Según otra característica del invento, en el curso de la cristalización se incorpora a la mezcla material de menor contenido de agua que el material de partida, mientras se mantiene la composición de la fase acuosa dentro de la zona definida antes (por lo que atañe a los ingredientes citados) y/o tal que se impida en esencia la depositación de un complejo de fosfato sódico que contenga un componente distinto al hipoclorito sódico o un hidrato simple de fosfato sódico. De esta



manera se obtiene un producto seco sin ninguna etapa de secado separada.

- Los cristales de complejo de fosfato sódico/hidróxido sódico (esta expresión ha de entenderse que incluye las especies que contienen fosfato trisódico, hidróxido sódico y agua solamente) se forman por cristalización a partir de soluciones de fosfato sódico en las que la proporción molecular de  $\text{Na}_2\text{O}$  a  $\text{P}_2\text{O}_5$  es de 3,0 aproximadamente, lo que corresponde a  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ . Sin embargo, se forman también por cristalización a partir de soluciones de fosfato sódico en las que esta proporción molecular no es exactamente de 3,0, sino ligeramente inferior o ligeramente superior a esta cifra. Los cristales en sí tienen una proporción ligeramente superior a 3,0, de modo que si una solución tiene originariamente esta proporción a nivel de 3,0 y cristaliza complejo de fosfato sódico e hidróxido sódico, la solución restante debe tener una proporción inferior a 3,0. Cuanto más baja es la proporción de la solución restante, menos probabilidad hay de que pueda cristalizar más complejo de fosfato sódico e hidróxido sódico. En cierto nivel mínimo de esta proporción, el complejo de fosfato sódico e hidróxido sódico no cristaliza ya más, y la noción de este nivel de la proporción es útil para evitar la formación de complejo de fosfato sódico e hidróxido sódico cuando el propósito es causar la formación del complejo de fosfato sódico e hipoclorito sódico.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.

He aquí las composiciones supuestas de algunos de los complejos que, al separarse por cristalización, pueden "echar a perder" fosfato sódico:



5. En cualquier mezcla reaccional de la que se pretenda cristalizar el complejo de hipoclorito sódico y fosfato sódico pueden hallarse presentes otros materiales que permitan que cristalice uno de estos otros complejos. Si esto ocurre, puede consumirse fosfato sódico en la formación del complejo
10. alternativo y como resultado quedará demasiado poco fosfato sódico para cristalizar con el hipoclorito sódico en forma del complejo deseado. Esto es indeseable porque el complejo de hipoclorito sódico es sensiblemente más estable que el hipoclorito sódico presente como una especie cristalina simple.
15. Las condiciones del proceso, por consiguiente, deben ser tales que se evite la cristalización preferente de los complejos cristalinos alternativos indeseables. Particular importancia en este aspecto tienen los complejos cristalinos indeseables de hidróxido sódico y fosfato sódico.
20. El invento se considerará a continuación refiriéndose a los dibujos, en los cuales:
- las Figuras 1 a 3 son curvas de solubilidad a diferentes temperaturas, en el sistema ortofosfático  $\text{Na}_2\text{O}-\text{H}_2\text{O}-\text{P}_2\text{O}_5$ , con líneas delimitantes trazadas en él, desarrolladas para
25. definir las mezclas operables en la realización del invento;



la Figura 4 es una gráfica que utiliza las mismas coordenadas que las Figuras 1 a 3 y que define por medio de una zona delimitada la composición de las mezclas, sin contenido de hipoclorito, útiles en el invento;

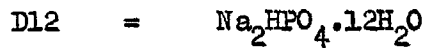
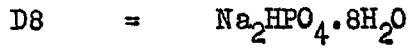
5. la Figura 5 es un diagrama de circulación que ilustra el procedimiento de este invento; y

la Figura 6 es otro diagrama de circulación que muestra una operación continua en planta piloto.

10. En las figuras 1 a 4 las ordenadas son porcentajes en peso de  $\text{Na}_2\text{O}$  y las abcisas porcentajes en peso de  $\text{P}_2\text{O}_5$ . En la figura 6/<sup>I</sup>significa etapa, II calentamiento rápido, III calentamiento moderado, IV ni calentamiento ni refrigeración, V refrigeración moderada.

15. La Figura 1 es una serie de curvas de solubilidad para diversos hidratos de fosfato sódico. Esta adaptada de la gráfica en "Phosphorus and Its Compounds" de Van Wazer, volumen I, página 494, Interscience Publishers, 1958. En cada curva está indicada en grados centígrados una temperatura, y las letras con índices numéricos indican las diversas especies cristalinicas implicadas. Estas son:

- 20.
- |         |   |  |
|---------|---|--|
| T0      | = | $\text{Na}_3\text{PO}_4$   |
| T1/2    | = | $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$                               |
| T6      | = | $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$                                 |
| T8      | = | $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$                                 |
| 25. T12 | = | $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , aprox. $12\text{H}_2\text{O}$ . aprox. $1/4\text{NaOH}$ |
| DO      | = | $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  |
| D2      | = | $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$                                |
| D7      | = | $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$                                |



- Considerese una composición representada por el punto A de la Figura 1. El punto A representa un material de la composición: 16,8% de  $\text{Na}_2\text{O}$ , 12,8% de  $\text{P}_2\text{O}_5$  y 70,4% de agua. Los familiarizados con la materia apreciarán que a 40°C una composición así está compuesta de dos fases: una fase sólida, de composición T12, aproximadamente  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}, 1/4\text{NaOH}$  que corresponde al punto B de la
5. Figura 1, y una fase líquida, de la composición indicada por el punto C de la Figura 1. El punto B tiene la composición: 25,85% de  $\text{Na}_2\text{O}$ , 18,2% de  $\text{P}_2\text{O}_5$  y 55,95% de agua. Es la misma que T12. El punto C tiene la composición: 12,0% de  $\text{Na}_2\text{O}$ , 9,9% de  $\text{P}_2\text{O}_5$  y 78,1% de agua. Del mismo modo se
10. observará que, a 25°C, la composición A está compuesta asimismo de dos fases, una la fase sólida representada por el punto B, como antes, y la otra una fase líquida de la composición representada por el punto D en la Figura 1. La composición A es, por consiguiente, una composición que al enfriarse puede dar
15. origen a la formación de la composición sólida representada por el punto B, que es el complejo indeseable T12 de fosfato sódico/hidróxido sódico que se ha descrito antes. La composición A es, por lo tanto, una composición insatisfactoria.

- Para ilustrar los límites de las composiciones que son indeseables en este aspecto, en la Figura 2 de los dibujos
25. adjuntos se han repetido las mismas curvas de solubilidad. En



- esta Figura 2 se indica también la composición B. Se ha tirado una línea de trazos desde el punto B a través del punto E, que se halla en la unión de las curvas de solubilidad a 40°C para T12 y T8. Las composiciones representadas por puntos a la
5. izquierda de la línea B E depositan, al enfriarse, sólido de la composición T12, representado por el punto B, que es un complejo de fosfato sódico e hidróxido sódico; mientras que las composiciones representadas por puntos a la derecha de la línea B E nunca pueden depositar complejos sólidos T12 de
10. fosfato sódico/hidróxido sódico. Las composiciones a la izquierda de la línea B E se hallan por lo tanto fuera del ámbito de este invento. Aunque la línea de trazos podría haberse tirado desde B a la intersección de la curva T12/T8 en 60°C o 25°C, se utilizó el punto E, en la intersección
15. de la curva T12/T8 a 40°C, para asegurarse de tener a la izquierda de la línea todas las zonas indeseables de T12/B. El punto L se halla en la intersección de la línea de trazos y la curva T8 a 60°C. Asimismo el punto M se halla en la intersección de la línea de trazos y la línea Na:P = 2:1.
20. Considerese ahora una composición representada por el punto F, en la curva de solubilidad a 60°C para T8. A temperaturas superiores a 60°C, esta composición será líquida, mientras que a temperaturas inferiores a 60°C se separará sólido de la composición indeseable T8, es decir,  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$
25. representado por el punto G, que indica una composición de 30,2% de  $\text{Na}_2\text{O}$ , 23,0% de  $\text{P}_2\text{O}_5$  y 46,8% de agua. Cuando T8 ha empezado a cristalizar, la composición de la fase fluída resi-



dual estará representada por algún punto en la línea G F, debajo de F. Supóngase ahora que algo del agua de la composición F se reemplaza por hipoclorito sódico, el cual, si se añade como solución de hipoclorito sódico, irá necesariamente acompañado por algo de cloruro sódico.

5.

Para claridad, en la Figura 3 se han repetido las curvas de la Figura 2. Considérese la composición F, que contiene hipoclorito sódico. Se ha comprobado que a partir de tales composiciones el complejo de fosfato sódico/hipoclorito sódico, o sea  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4 \cdot \text{NaClO}$ , empieza a cristalizar por encima de 62°C.

10.

El complejo deseable de fosfato sódico/hipoclorito sódico,  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4 \cdot \text{NaClO}$ , aparece en la Figura 3 representado por el punto H, a  $\text{Na}_2\text{O} = 24,45\%$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5 = 18,65\%$ ,  $\text{NaClO} = 4,9\%$  y  $\text{H}_2\text{O} = 52,0\%$ . Como esta composición cristaliza a 62°C, la composición de la fase fluída residual progresa a lo largo de la línea H F, debajo de F. Cuando la temperatura ha descendido a 60°C, no cabría esperar más que empezara a cristalizar material de composición T8, a causa de que la composición de la fase fluída no tendría una composición favorable para la cristalización de T8. La cristalización de la composición en el punto H crea un desequilibrio frente a la cristalización de T8. De manera semejante, cuando la temperatura ha descendido a 40°C, no cabría esperar tampoco que cristalizara T8, ya que por entonces la composición de la fase fluída residual habría pasado a lo largo de la línea H F más allá de la curva de solubilidad a 40°C para T8. La curva de solubilidad a 60°C para T8, en un sistema  $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5/\text{agua}$ , repre-

15.

20.

25.



senta así una línea fronteriza que separa las composiciones iniciales que quedan por encima de la línea, y que se hallan fuera del ámbito del invento, de las que quedan por debajo de la línea y que pueden hallarse dentro del ámbito del invento.

5. Otra línea fronteriza así es la establecida por la línea trezada desde el punto H hasta la intersección del punto más extremo de la curva de solubilidad a 40°C para D7 y la línea Na:P = 2:1, representada en la Figura 3 como la línea H J. El punto K se halla en la intersección de la línea H J con
10. la curva #8 en 60°C. La línea H J se ha establecido para excluir la formación de cristales de sal sódica. Cuanto más a la izquierda está situada J, más baja es la temperatura a que se refiere esta exclusión. Así, si J estuviera en la intersección de la curva D2 a 60°C y la línea Na:P = 2:1,
15. la cristalización de sal disódica se habría excluido únicamente a temperaturas inferiores a 60°C. La protección solo por debajo de 60°C se consideró insuficiente. Situando J en la intersección de la curva D12 a 25°C y la línea Na:P = 2:1, la cristalización de sal disódica se excluiría por debajo de
20. 25°C. Pero establecer la protección por debajo de 25°C estrecharía demasiado la zona limitante de las composiciones de partida aceptables. La protección por debajo de 40°C representa por lo tanto una elección práctica.

- Las composiciones de fosfatos sódicos en las que la
25. proporción atómica de sodio a fósforo es de 2:1 tienen un pH alrededor de 9, según las concentraciones. Las soluciones concentradas de hipoclorito sódico son inestables a niveles de



- pH por debajo de 9 aproximadamente. Las composiciones que contienen hipoclorito sódico y fosfato sódico y en las que la proporción atómica de sodio a fósforo (dejando aparte todo sodio que esté asociado con el hipoclorito) es superior a 2:1 tienen probabilidad de ser estables respecto al hipoclorito presente; mientras que las composiciones correspondientes en las que la proporción atómica de sodio a fósforo es menor de 2:1 tienen probabilidad de ser inestables. La línea representada en la Figura 3 como Na:P = 2:1 y en la Figura 4 como la línea M a J constituye pues otra línea fronteriza.
- 5.
- 10.

- En la Figura 4 de los dibujos adjuntos, las líneas fronterizas que se han descrito antes aparecen para indicar la zona o el alcance de las composiciones de partida que pueden utilizarse conforme al invento. Estas composiciones de partida se hallan por lo tanto dentro de la zona limitada por las cuatro composiciones,  $\text{Na}_2\text{O} = 17,4$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5 = 13,4$  (punto L);  $\text{Na}_2\text{O} = 6,6$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5 = 7,6$  (punto M);  $\text{Na}_2\text{O} = 14,8$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5 = 16,8$  (punto J);  $\text{Na}_2\text{O} = 19,6$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5 = 17,7$  (punto K), en la gráfica de la Figura 4, la cual registra el porcentaje de  $\text{Na}_2\text{O}$  respecto al porcentaje de  $\text{P}_2\text{O}_5$  para las composiciones que contienen fosfato sódico, hipoclorito sódico, agua y otros materiales.
- 15.
- 20.

- También se representa en la Figura 4 el punto H, correspondiente a un complejo representativo de fosfato sódico/hipoclorito sódico que se pretende producir. Es inapropiado mezclar componentes para obtener en conjunto la composición H, que contiene hipoclorito, calentar esta mezcla hasta
- 25.



que se hayan disuelto todas las materias sólidas y luego enfriarla hasta que se produzca la cristalización. Dicha composición, al enfriarse, daría algunas especies cristalinas diferentes de la deseada.

5. Hemos descubierto que cuando se calienta una composición dentro de la zona limitada J K L M de la Figura 4 hasta que todos los sólidos se han disuelto y luego se la enfría, aparecen a temperatura superior a 62°C cristales de la composición  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4 \cdot \text{NaClO}$  deseada y que, a medida que la cristalización prosigue, la masa se va volviendo cada vez más sólida. Cuando la masa llega a la temperatura ambiente, está más o menos húmeda según la composición efectiva dentro de la zona limitada.
- 10.

15. Para superar toda humedad en el producto final sin tener que recurrir a una etapa separada de secado, pueden efectuarse adiciones durante la cristalización. Para explicar nuestro método a este respecto, considérese la composición N, dentro de la zona limitada de la Figura 4. Esta composición, que contiene 17,9% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y 14,5% de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , puede hacerse
20. mezclando 28,95% de hidrofosfato disódico (anhidro), 13,35% de solución al 50% de hidróxido sódico, 31,2% de agua y 26,5% de solución de hipoclorito sódico. Cuando está caliente, esta composición es líquida y al enfriarse se separan cristales del complejo H de fosfato sódico/hipoclorito sódico.
25. La composición de la fase fluida residual progresa por lo tanto a lo largo de la línea H N, por ejemplo hasta cierto punto P.



- El punto R representa una composición de 28,74% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y 21,9% de  $\text{P}_2\text{O}_5$ , proporcionada por una mezcla de 50,5% de fosfato trisódico anhídrido y 49,5% de solución de hipoclorito sódico. En este caso la composición R tiene la misma proporción de  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  e hipoclorito que el complejo H deseado de fosfato sódico/hipoclorito sódico, pero contiene menor proporción de agua. Otros ejemplos de R en los que N se halla en distinta posición dentro del cuadrilátero J K L M de la Figura 4 podrían contener una proporción completamente distinta. Aquí, R puede añadirse a la masa cristalizada en parte N gradualmente y mientras esta masa se halla todavía a temperatura de 45° a 60°C. La adición mueve la composición de la fase fluída residual a lo largo de la línea P R, al paso que retiene todavía la composición de la fase fluída dentro de la zona limitada y, por lo tanto, dentro de la zona de cristalización preferente del complejo deseado de fosfato sódico/hipoclorito sódico. Así pues, a medida que se añade progresivamente R, cristaliza progresivamente más complejo deseable de fosfato sódico/hipoclorito sódico y decae la proporción de fase fluída residual respecto a la masa total. Por último, cuando se ha agregado la cantidad necesaria de R, se completa el proceso dejando que la masa se siga enfriando. Cuando la temperatura ha descendido a 30°C, resulta ventajoso mantener la masa a 27°-30°C por un período de una hora a lo sumo, con agitación suave, antes de enfriarla definitivamente hasta la temperatura ambiente y envasarla en recipientes.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.

La composición R no es restrictiva y se trata solo



- de una composición aditiva elegida para ilustración. El invento incluye también la adición de otras composiciones a una masa de material parcialmente cristalizada, a condición de que la composición añadida sea tal que retenga dentro de la zona requerida para suscitar la cristalización preferente de complejo de fosfato sódico/hipoclorito sódico la composición de la fase fluida. Así pues, la composición agregada a la masa parcialmente cristalizada debe ser un fosfato sódico con hipoclorito sódico o sin él, o puede ser una mezcla de estos materiales con algún otro material que logre la finalidad perseguida, o puede ser algún otro material sin presencia de fosfato sódico.
- 5.
- 10.

- Quando para realizar la adición durante la cristalización se utilizan composiciones tales como R, la composición conjunta final contiene mayor proporción del complejo de hipoclorito deseado que cuando el fosfato trisódico clorado se hace por otros métodos anteriores. Así, el cloro disponible en las composiciones estables de este tipo puede aproximarse al máximo teórico de 4,9% de cloro disponible, mientras los fosfatos trisódicos clorados convencionales tienen niveles de cloro disponible entre 3,0 y 4,0%.
- 15.
- 20.

- En tales composiciones es ventajoso incluir tripolifosfato sódico, y esto sirve también a la finalidad de mantener la composición de la fase fluida dentro de la zona limitada, por abstracción de algo del agua al formarse un hidrato de tripolifosfato sódico. De modo semejante, el silicato sódico puede ser ventajoso para reducir la corrosión metálica por la composición final y sirve igualmente para mantener la composi-
- 25.

29 AGO. 190



ción de la fase fluída dentro de los límites deseados. Asimismo puede añadirse un carbonato de metal alcalino, como el carbonato sódico.

5. Los agentes tensioactivos son componentes valiosos de los sistemas detergentes y pueden incorporarse con ventaja en la composición preparada según el invento.

10. Los permanganatos y otros colorantes, como el cromato sódico, forman cristales complejos con el fosfato trisódico. Los cristales complejos de permanganato son muy coloreados, y una proporción infima tiñe de un color púrpura a rosado toda la masa de cristales. Así pues, los permanganatos son componentes deseables de la mezcla.

15. Los bromuros inorgánicos y orgánicos, que proporcionan bromo libre en solución, tienen valor considerable para reforzar la acción bactericida del hipoclorito sódico y por lo tanto pueden incluirse con ventaja en la composición.

20. Las composiciones obtenidas por el procedimiento de este invento pueden usarse como detergentes, desinfectantes, bactericidas o agentes quitamanchas, así como en las composiciones para el lavado de la vajilla.

El procedimiento de este invento se presta tanto para la operación en partidas como para la operación continua.

25. En la preparación por partidas, la solución de fosfato sódico se prepara convenientemente a partir de hidróxido sódico y ácido fosfórico, o de uno de los fosfatos ácidos de sodio e hidróxido sódico, o de fosfato trisódico y un fosfato de sodio ácido, o de fosfato trisódico y ácido fosfórico o cualquier combinación de éstos, junto con agua. La solución



- de fosfato sódico se mantiene a temperatura elevada, de 60°C a 105°C y preferentemente de 85°C a 105°C. A esta solución de fosfato sódico se añade solución de hipoclorito sódico que contiene 10% a 20%, y preferentemente 14% a 20%, de hipoclorito sódico, y todo ello se mezcla bien mientras se mantiene la temperatura por encima de 60°C y, de preferencia, por encima de 65°C. Esta mezcla representa una composición de mezcla de partida que se halla dentro de los límites J K L M representados en la Figura 4. Esta mezcla de partida se agita continuamente mientras se la deja enfriar, o bien se la enfría haciendo pasar refrigerante por una camisa del recipiente que la contiene o recurriendo a algún otro medio energético. Durante el proceso de enfriamiento, se separan cristales y la masa se convierte en una lechada de estos cristales en el fluido residual. Cuando se ha llegado a este estadio y la temperatura ha descendido hasta 30°C - 60°C, y preferentemente 45°C a 60°C, se hace una adición gradual de una mezcla aditiva. La mezcla aditiva presenta una proporción de agua inferior a la de la mezcla de partida y puede contener fosfato sódico e hipoclorito sódico, de preferencia con la relación de sodio a fósforo e hipoclorito aproximadamente tal como la que se halla en el deseado complejo de fosfato sódico e hipoclorito sódico. Parte del fosfato sódico y el hipoclorito sódico, o todo el fosfato sódico y el hipoclorito sódico, pueden reemplazarse por tripolifosfato sódico, pirofosfato sódico o una mezcla de estos u otros polifosfatos, o silicato sódico, o una mezcla de silicato sódico y fosfato sódico. La mezcla aditiva puede
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.



- contener también ventajosamente un agente tensioactivo, como sulfonato sódico de alquilarilo con inclusión de sulfonato sódico de alquil-naftaleno, o sulfato sódico de éter alquílico, o sulfato sódico de alquilo. Otros agentes tensioactivos que pueden usarse con ventaja son los agentes no iónicos o catiónicos estables frente al hipoclorito, como los compuestos amónicos cuaternarios (por ejemplo, cloruro de alquil-dimetil-bencil-amonio o cloruro de alquil-trimetil-amonio). Se sabe que los agentes tensioactivos modifican el hábito de los cristales y pueden por lo tanto usarse para contribuir a la formación de un producto más aceptable físicamente.
- 5.
- 10.

- La mezcla aditiva puede contener también sales de permanganato, para que al formarse el complejo coloreado de fosfato sódico/hipoclorito sódico/permanganato toda la masa queda teñida de un rosa o púrpura atractivo y estable.
- 15.

- La mezcla aditiva (que puede o no mezclarse previamente en algún recipiente aparte) se agrega a la mezcla de partida, parcialmente cristalizada, a tal promedio y con tal control de la temperatura externa como se requiera para mantener la temperatura general en la escala de los 30°C a los 60°C, y de preferencia de los 45°C a los 60°C. Cuando se ha agregado a la partida principal toda la mezcla aditiva, se deja que la temperatura baje progresivamente, hasta que a unos 30°C el producto es en esencia una masa cristalina sólida, que fluye libremente y no está húmeda. En este punto resulta ventajoso dejar que la temperatura se mantenga estable a 27°C-30°C por una hora a lo sumo, mientras se prosigue la agitación de la
- 20.
- 25.



masa, y durante este período puede efectuarse ventajosamente la adición de un bromuro soluble de metal alcalino, tal como el bromuro potásico, aunque esta adición no es esencial. Por último, se envasa la masa en recipientes, después de enfriarla o no hasta la temperatura ambiente.

5. EJEMPLO 1

Un ejemplo del método continuo del invento se ilustra diagramáticamente en la Figura 5 de los dibujos adjuntos. En la Figura 5, A,B,C y D representan recipientes de mezcla apropiados a los que se aporta el contenido gradualmente de derecha a izquierda. En A se prepara la mezcla de partida constituida por  $H_2O$ , NaOH acuoso, NaClO acuoso y  $Na_2HPO_4$  según las respectivas flechas 1,2,3,4 y se la mantiene en una composición correcta por el control minucioso del promedio de afluencia de los ingredientes. La mezcla de partida pasa continuamente a B, y mientras progresa a lo largo de B es refrigerada y cristaliza en parte. Al salir de B y entrar en C, encuentra una corriente de la mezcla aditiva, ya sea preparada previamente o, como aparece en la Figura 5, añadida por separado formada por NaCl acuoso, NaOH y  $Na_2HPO_4$  según las respectivas flechas 5, 6 y 7. La masa se enfría todavía en C hasta unos  $30^{\circ}C$  antes de que pase a D. En D, los cristales se mantienen a temperatura de  $27^{\circ}C$  a  $30^{\circ}C$  durante parte del recorrido y en este período de tiempo se añade bromuro potásico según la flecha 8. Por último se enfrían los cristales hasta  $25^{\circ}C$  antes de envasarlos según flecha 9. El enfriamiento se efectúa en los diversos recipientes de mezcla mediante una serie de camisas de refrigeración por zonas.

Así cualquiera de los recipien-



tes puede tener hasta 5 camisas refrigeradoras separadas, que sirven a diversas partes del recipiente y pueden ser controlables independientemente.

- La Figura 6 da una representación gráfica del trazado utilizado en una producción en planta piloto del complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico de la fórmula  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$ . Aquí se incorporó permanganato potásico para que actuara de colorante para el producto final. La parte inferior de la Figura indica el grado de calentamiento o refrigeración actuante en cada etapa.

Las etapas numeradas en la Figura 6 se refieren a las operaciones siguientes:

1. Preparación del licor  $\text{Na}_2\text{HPO}_4/\text{Na}_3\text{PO}_4$ .
2. Primera adición de solución de hipoclorito sódico.
15. 3A. Refrigeración y cristalización de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4/\text{Na}_3\text{PO}_4/\text{N OCl}$  listo para ulteriores adiciones.
- 3B. Adición de fosfato trisódico (sólido) y de la segunda solución de hipoclorito sódico. Esta segunda solución de hipoclorito sódico contenía también 0,08% en peso de permanganato potásico.
20. 4A. Cristalización del complejo principal de fosfato trisódico/hipoclorito sódico.
- 4B. Enfriamiento hacia la temperatura de transición.
- 5A. Completación del enfriamiento a la temperatura de transición.
25. 5B. Cristalización de transición y envejecimiento del complejo.



50. Enfriamiento por debajo de la temperatura de transición.

Los recipientes del trazado de planta piloto de la Figura 6 se identifican así:

Letra	Tipo de recipiente
5. A	Tanque de preparación de la partida de di-tri
B	Tanque de bombeo de di-tri
C	Primer tanque de bombeo de hipoclorito
D	Segundo tanque de bombeo de hipoclorito-KMnO <sub>4</sub>
E	Tanque mezclador de di-tri/hipoclorito
10. F	Alimentador pesador de fosfato trisódico
G	Mezclador primario
H	Primer mezclador Universal
J	Segundo mezclador Universal
K	Mezclador Simplex.

15. Asimismo, la letra S significa un agitador y P una bomba. Además, para cada recipiente se indican las temperaturas teóricas máximas, óptima y mínima, en °C, para la solución en cada recipiente o cuando es alimentada desde él. Así, para el recipiente E 69°C es la temperatura máxima, 66°C es la temperatura óptima y 62°C es la temperatura mínima para la solución en ese recipiente.

20. La composición más apropiada del licor de partida de Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>/Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (licor di-tri) fue la siguiente:

	Licor di-tri	% en peso
25.	Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	35,2
	Licor de sosa cáustica, 100°Tw	8,0
	Agua	56,8
		<hr/> 100, 0



La composición total del complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico es la siguiente:

	<u>Composición total</u>	<u>% en peso</u>
	Licor di-tri	31,94
5.	Primera solución de hipoclorito sódico (11,5% en peso de cloro disponible)	8,06
	$\text{Na}_3\text{PO}_4$	30,35
	Segunda solución de hipoclorito sódico (que contiene 11,5% en peso disponible y 0,08% en peso de $\text{KMnO}_4$ )	<u>29,65</u>
		100,00

10. Los promedios de alimentación necesarios para producir un rendimiento de 100 libras por hora de un producto de la composición total anterior son:

	Licor di-tri	8,50 onzas por minuto
	Primera solución de hipoclorito	48,70 cc por minuto
15.	Alimentación de $\text{Na}_3\text{PO}_4$	8,12 onzas por minuto
	Segunda solución de hipoclorito	179,50 cc por minuto.
	Se obtuvo producto satisfactorio cuando las temperaturas fueron las siguientes:	

	Tanque de bombeo del licor de di-tri (recipientes B)	96,5°C
20.	Salida del recipiente de reacción (recipiente B)	64,0°C
	Salida del mezclador primario (G)	53,0°C
	Salida del mezclador Universal (J)	26,0°C
	Salida del mezclador Simplex (K)	18,0°C
25.	Temperatura ambiente	14-15°C



Estas temperaturas se registraron cuando la humedad relativa en el local era de 65%.

EJEMPLO 2

5. Producción del deseado complejo de  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{NaClO}$  por un proceso en partidas

- Se depositaron en una mezcladora horizontal setecientos veinte (720) kilogramos de una solución de fosfato disódico y fosfato trisódico con una fórmula empírica de  $\text{Na}_2,73\text{H}_2\text{O},27\text{PO}_4$  y una gravedad específica de 1,54 a 100°C y
10. se inició la agitación. Cuando la temperatura hubo descendido hasta 90°C, se añadieron a la mezcladora, en un período de 8 minutos, 289 kg de solución de hipoclorito sódico que contenía 15,3% en peso de cloro disponible. Se aplico agua refrigerante a la camisa de la mezcladora y, cuando la temperatura
15. hubo descendido hasta 60°C aproximadamente, se añadieron despacio y mientras se proseguía la agitación 59 kg de fosfato trisódico anhidro. En este punto la masa en la mezcladora era una pasta espesa, que se adhería fuertemente a las palas de la mezcladora. En los 25 minutos siguientes se fue volviendo
20. progresivamente más seca y al final de este período caía de las palas de la mezcladora en grandes terrones. Durante los 25 minutos siguientes, estos terrones se fragmentaron con la agitación, hasta que toda la masa se volvió un polvo ligeramente húmedo. En este momento, con una temperatura de 42°C aproximadamente, se realizó otra adición de 50 kg de fosfato
- 25.



trisódico anhidro y se prosiguió la mixturación durante 20 minutos más. Toda la masa quedó convertida entonces en un polvo cristalino seco, fácil de cerner.

### EJEMPLO 3

5. Producción del deseado complejo que contiene la sal sódica de un sulfonato de alquilarilo (es decir, un agente tensioactivo aniónico)

10. A 794 cc de agua a temperatura de 36°C, en un tazón mezclador de acero inoxidable, se agregaron 230 cc de solución al 50% en peso de hidróxido sódico, a la misma temperatura. Luego se añadieron a esta solución, mezclando, 740 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro, con lo que se produjo una solución en la que la proporción de 540 cc de solución de hipoclorito sódico al 15,2% en peso. El calor de reacción de estos ingredientes hizo
15. subir la temperatura hasta 67°C. Se dejó enfriar la solución hasta 55°C mientras se proseguía la mixturación y a esta temperatura se añadió el aditivo abstractor de agua, constituido por 949 g de ortofosfato trisódico anhidro. Luego se agregaron despacio 735 cc de solución de hipoclorito sódico al 15,2%
20. en peso y a esto siguió inmediatamente la adición de 113,5 g de sulfonato sódico de dodecibenceno. Se agito continuamente toda la mezcla y se la enfrió despacio hasta 30°C. Este procedimiento dió un producto con un contenido estable de 2,50% en peso de cloro disponible y de un agente tensioactivo.



EJEMPLO 4

Producción del deseado completo que contiene un condensado aminopoliglicólico

5. En una: tazón mezclador de acero inoxidable se añadie-  
ron 230 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a 816 cc de  
agua a 36°C. Luego se mezclaron de manera continua 750 g de  
 $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro. A esta mezcla se agregaron 553 cc de solu-  
ción al 15,2% en peso de hipoclorito sódico. La temperatura  
en este punto era de 67°C. Se prosiguió la agitación y se  
10. dejó enfriar el conjunto hasta 55°C. A esta temperatura se  
añadieron despacio 979 g de ortofosfato trisódico anhidro y  
755 cc de solución al 15,2% en peso de hipoclorito sódico. Ter-  
minada esta adición, se agregaron inmediatamente, mezclándolos  
por agitación, 11,35 g de un condensado aminopoliglicólico  
15. no iónico (nombre comercial: Triton CF-32, de la Rohm & Haas).  
Luego se sometió toda la mezcla a agitación y refrigeración  
hasta que la temperatura hubo descendido hasta 30°C. Este pro-  
cedimiento proporcionó el complejo de fosfato trisódico/hipoclo-  
rito sódico, que contenía 0,25% en peso de condensado aminoli-  
20. glicólico (un agente tensioactivo no iónico).



EJEMPLO 5

Producción del deseado complejo que contiene la sal sódica de un disulfonato de éter dodecil-difenílico

5. En un tazón mezclador de acero inoxidable se añadieron 235 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a 816 cc de agua a 36°C. Luego se agregaron, con mixturación continua, 756 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro. A esto se añadieron 553 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. En este punto la temperatura era de 67°C. Luego se dejó enfriar toda la masa, con mixtu-
10. ración continua, hasta 55°C. A esta temperatura se agregaron despacio 970 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 755 cc de solución al 15,2% en peso de hipoclorito sódico. A esto siguió inmediatamente la adición de 11,35 g de la sal sódica de disulfonato de éter dodecil-difenílico (nombre comercial: Dowfax 2A1, de la Dow
15. Chemical Co.). El conjunto se agitó y se refrigeró hasta 30°C. Este procedimiento dio complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía 0,25% en peso de un disulfonato de éter dodecil-difenílico, un agente tensioactivo aniónico.

EJEMPLO 6

20. Producción del deseado complejo que contiene la sal sódica del sulfonato de dodecilnaftaleno

En un tazón mezclador de acero inoxidable se mezcla con 235 cc de hidróxido sódico al 50% con 816 cc de agua a



36°C. Mientras se mezclaba continuamente, se añadieron 756 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro. Luego se agregaron 553 cc de hipoclorito sódico al 15,2%, lo que llevó la temperatura final hasta 67°C. Se dejó enfriar el conjunto hasta 55°C y

5. mientras se prosiguió la mixturación.

A 55°C, se agregaron despacio 970 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 775 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Terminada esta adición, se procedió inmediatamente a añadir todavía 11,35 g de sulfonato sódico de dodecilnaftaleno y,

10. prosiguiendo la agitación del conjunto, se lo refrigeró hasta 30°C. Este procedimiento dio el complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía 0,25% en peso de sulfonato de dodecilnaftaleno, un agente tensioactivo aniónico.

EJEMPLO 7

15. Producción del deseado complejo que contiene bromuro de miristil-trimetil-amonio, un compuesto amónico cuaternario

En un recipiente mezclador de acero inoxidable se mezclaron 235 cc de solución al 50% de hidróxido sódico con 816 cc de agua a 36°C. Luego se mezclaron continuamente 756 g

20. de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro y a continuación se agregaron 553 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Esto llevó la temperatura final hasta 67°C. Se prosiguió entonces la mixturación del conjunto mientras se le dejaba enfriar hasta llegar a una temperatura de 55°C. A esta temperatura se añadieron despacio

25. 970 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 755 cc de solución al 15,2% de



- hipoclorito sódico. Se agregaron inmediatamente 11,35 g de bromuro de miristil-trimetil-amonio y se prosiguieron la agitación y la refrigeración de toda la masa hasta alcanzar la temperatura de 30°C. Este procedimiento dio el complejo
5. de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía 0,25% en peso de bromuro de miristil-trimetil-amonio, un compuesto amónico cuaternario.

#### EJEMPLO 8

10. Producción del deseado complejo que contiene tripolifosfato sódico

- En un recipiente mezclador de acero inoxidable se mezclaron 233 cc de solución al 50% de hidróxido sódico con 758 cc de agua a 36°C. Luego se añadieron, con mezcla continua, 703 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro y a continuación 526 cc de
15. solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Se prosiguió la mezcla y se dejó enfriar el conjunto hasta 55°C. A esta temperatura se añadieron 2,107 g de tripolifosfato sódico granular y se enfrió y agitó la mezcla hasta que estuvo a la temperatura de 30°C. Este procedimiento dio el complejo de fosfato
20. trisódico/hipoclorito sódico que contenía 46,46% de tripolifosfato sódico.



EJEMPLO 9

Producción del deseado complejo que contiene metasilicato sódico

- En un recipiente mezclador de acero inoxidable se
5. mezclaron 128 cc de hidróxido sódico al 50% con 788 cc de agua a 36°C. A esto se añadieron, con agitación continua, 731 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro, a lo que siguió la adición de 547 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. La temperatura final producida por esta mezcla fue de 67°C. Se dejó enfriar el
10. conjunto hasta 55°C mientras se proseguía la agitación y a 55°C se agregaron despacio 485 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro, 387 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico y 1,52 g de metasilicato sódico anhidro. A continuación se agitó toda la masa y se la dejó enfriar hasta 30°C. Este procedimiento dio el comple-
15. jo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía 23% en peso de metasilicato sódico.

EJEMPLO 10

Producción del deseado complejo que contiene pirofosfato sódico

- En un recipiente mezclador de acero inoxidable se
20. añadieron 235 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a 816 cc de agua a 36°C. A esta solución se mezclaron en forma continua 756 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro y luego se añadieron 553 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Se sometió la



- masa a mixturación continua y se dejó que la temperatura descendiera de 67°C a 55°C. Una vez a 55°C, se agregaron 485 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro, 378 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico y 976 g de pirofosfato sódico anhidro. Se agitó toda la masa y se la enfrió todavía hasta 30°C. Este procedimiento dio el complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía 21,55% en peso de pirofosfato sódico.
- 5.

#### EJEMPLO 11

- Producción del deseado complejo que contiene un bromuro de metal alcalino
10. metal alcalino

- En un recipiente mezclador de acero inoxidable se añadieron 230 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a 794 cc de agua a 36°C. Luego se agregaron 740 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro, a lo que siguió la adición de 540 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. La temperatura final fue de 67°C. Se prosiguió la mezcla hasta que la temperatura hubo descendido a 55°C y, una vez a 55°C, se añadieron despacio 949 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 735 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Se mezcló la masa continuamente y se la enfrió hasta 30°C. A esta temperatura, se añadieron 113,5 g de bromuro potásico y se prosiguió la mixturación por 5 minutos más. Este procedimiento dio el complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía 2,50% en peso de bromuro.
- 15.
- 20.



EJEMPLO 12

Producción del deseado complejo que contiene carbonato sódico

- En un recipiente mezclador de acero inoxidable se añadieron 223 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a
5. 734 cc de agua a 36°C. Luego se mezclaron continuamente con esta solución 680 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro y 498 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. La temperatura final resultó ser de 67°C. Se prosiguió la mixturación mientras se dejaba enfriar la masa hasta 55°C y, a esta temperatura, se añadieron
10. despacio 873 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 679 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Esta adición fue seguida inmediatamente por otra adición de 66 cc de agua y 387 g de carbonato sódico anhidro. Luego se agitó <sup>toda</sup> la masa y se la enfrió hasta 30°C. Este procedimiento dio el complejo de fosfato
15. trisódico/hipoclorito sódico que contenía 10% en peso de monohidrato de carbonato sódico.

EJEMPLO 13

Producción del deseado complejo que contiene otro colorante apropiado (cromato sódico)

20. En un recipiente mezclador de acero inoxidable se añadieron 235 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a 816 cc de agua a 36°C. Luego se mezclaron 756 g de

29 AGO. 1961 

5.  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro y 553 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. La temperatura final fue de 68°C. Se prosiguió la mixturación y se dejó enfriar el conjunto hasta 55°C. A esta temperatura, se mezclaron despacio 970 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 755 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Terminada esta adición, se agregaron inmediatamente 45 g de cromato sódico disueltos en 100 cc de agua. Luego se agitó toda la masa y se la enfrió hasta 30°C. Este procedimiento dio el complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico que contenía
10. 0,1% en peso de un colorante apropiado (cromato sódico).

#### EJEMPLO 14

15. Producción del deseado complejo que contiene una mezcla de tripolifosfato de metal alcalino, silicato de metal alcalino y sulfonato sódico de dodecibenceno, un agente tensioactivo aniónico

20. En un recipiente mezclador de acero inoxidable se añadieron 235 cc de solución al 50% de hidróxido sódico a 816 cc de agua a 36°C. Luego se mezclaron de manera continua 756 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  anhidro y 553 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Esto llevó la temperatura final hasta 67°C. Se prosiguió la mixturación mientras se dejaba enfriar toda la masa hasta 55°C. A esta temperatura, se añadieron despacio 395 g de  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  anhidro y 306 cc de solución al 15,2% de hipoclorito sódico. Terminada esta adición, se añadió y



1965

disolvió rápidamente por agitación lo que sigue: 679 g de tripolifosfato sódico, 453 g de metasilicato sódico anhidro y 11,35 g de sulfonato sódico de dodecibenceno. Este procedimiento dio el complejo de fosfato trisódico/hipoclorito sódico

5. que contenía 15% en peso de tripolifosfato sódico, 10% en peso de metasilicato sódico anhidro y 10% en peso de un agente tensioactivo aniónico, es decir, un complejo único de varios ingredientes deseables.

Caben diversos cambios y modificaciones del invento

10. y, en la extensión en que tales variaciones incorporan el espíritu del invento, se entiende que quedan incluidas dentro del alcance de las reivindicaciones anexas.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente británica 37.412/65 del 1º de Septiembre de 1965.

5. 1. Método para producir un complejo de fosfato sódico/hipoclorito sódico que tiene aproximadamente la composición  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$ , método que comprende: preparar una solución acuosa de partida que contiene fosfato sódico e hipoclorito sódico en la proporción de  $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$  que se halla dentro de la zona de la Figura 4 limitada por las líneas trazadas a través de los puntos JK, KL, LM y MJ, siendo la composición de los puntos la siguiente:

	<u>Punto</u>	<u>% de <math>\text{Na}_2\text{O}</math></u>	<u>% de <math>\text{P}_2\text{O}_5</math></u>
	J	14.8	16.8
15.	K	19.6	17.7
	L	17.4	13.4
	M	6.6	7.6

20. y siendo el contenido de hipoclorito sódico no menor que en el citado complejo, a temperatura superior a 65°C, y enfriar la solución hasta una temperatura desde unos 30°C hasta 60°C, para hacer que cristalice el deseado complejo de  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$  y se forme también una fase fluida residual.



2. Método según la reivindicación 1, en el que una composición aditiva que contiene  $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$  y menos agua que la solución de partida se añade a la fase fluida residual, para mantener su composición de  $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$  dentro de la zona limitada de la Figura 4, para formar una mezcla a temperatura de 30°C a 50°C con el fin de precipitar  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$  adicional.

3. Método de la reivindicación 2, en el que la proporción de  $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$  del aditivo es aproximadamente la misma que en el complejo de  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$ .

10. 4. Método de la reivindicación 1, en el que un material abstractor de agua, constituido por un fosfato de metal alcalino, un tripolifosfato de metal alcalino, un pirofosfato de metal alcalino, un silicato de metal alcalino, un metasilicato de metal alcalino, un disilicato de metal alcalino, un tetrasilicato de metal alcalino, un sesquisilicato de metal alcalino, un carbonato de metal alcalino o cualquier mezcla de estos materiales y que contiene menos agua que la solución de partida, se añade a la fase fluida residual en cantidad tal que se mantenga la fase fluida dentro de la zona limitada de la

15. Figura 4, para precipitar  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$  adicional y formar una composición de hipoclorito seca, estable y que fluya libremente.

5. Método de la reivindicación 1, en el que una composición aditiva que contiene  $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ , hipoclorito sódico y menos

25. agua que la solución de partida se añade a la fase residual a



temperatura de 45°C a 60°C, para mantener su composición de  $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$  dentro de la zona limitada de la figura 4, se enfría la mezcla para precipitar complejo de  $(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 11\text{H}_2\text{O})_4\text{NaClO}$  adicional y se obtiene un producto seco que fluye libremente.

5. 6. Método de la reivindicación 1, en el que la solución que contiene fosfato sódico se forma combinado fosfato disódico y fosfato trisódico en agua.

10. 7. Método de la reivindicación 1, en el que la solución que contiene fosfato sódico está formada combinado hidróxido sódico y fosfato disódico.

8. Método de la reivindicación 1, en el que se añade al producto un colorante, un surfactante o un compuesto suministrador de bromo.

15. 9. Método, para producir una composición de hipoclorito seca, estable y de libre fluencia que comprende un complejo cristalino de fosfato sódico/hipoclorito sódico, en el cual una mezcla caliente que contiene fosfatos sódicos e hipoclorito sódico se enfría mientras se la mixtura y, cuando han aparecido cristales pero la temperatura está todavía por encima de 30°C, se le añade una mezcla que incluye menos agua que la mezcla original y que contiene fosfatos sódicos y/o hipoclorito sódico y, después de enfriar hasta 30°C, se mantiene la temperatura entre 25°C y 30°C por un período de una hora a lo sumo, antes de envasar el producto.

20.



10. Método para producir un complejo de fosfato sódico/  
hipoclorito sódico.

Según se describe y reivindica en la presente memoria  
descriptiva que consta de 37 hojas foliadas escritas a máquina  
5. por una sola cara, acompañadas de los dibujos reglamentarios.

Madrid, a 29 AGO. 1966

p. a. JAIME ISERN  
e. p.

Firmado: LUIS REY PADILLA

Fig. 1

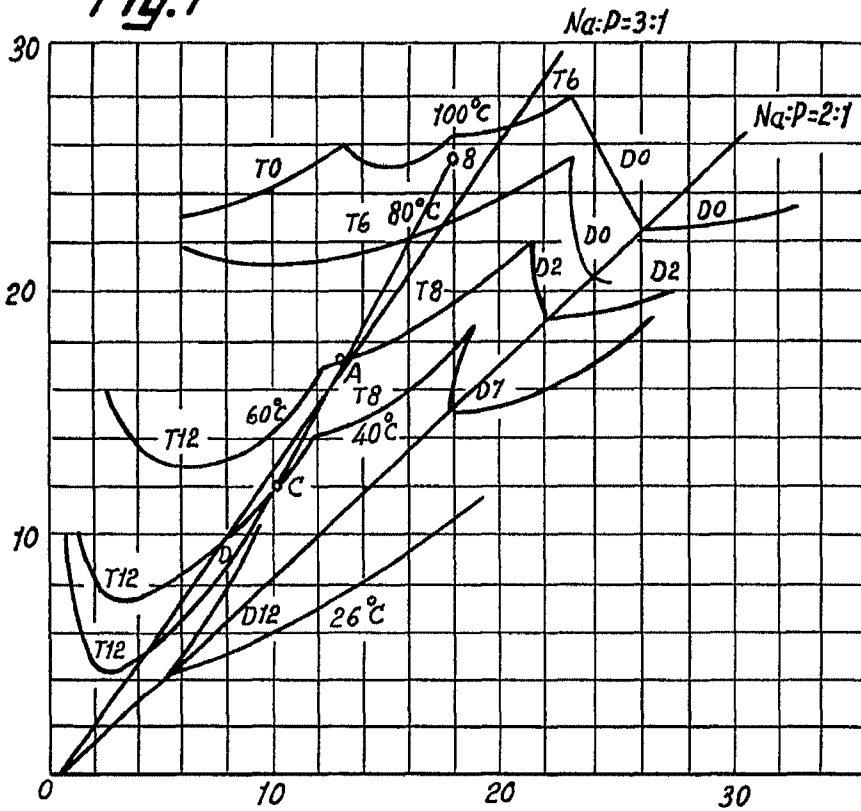
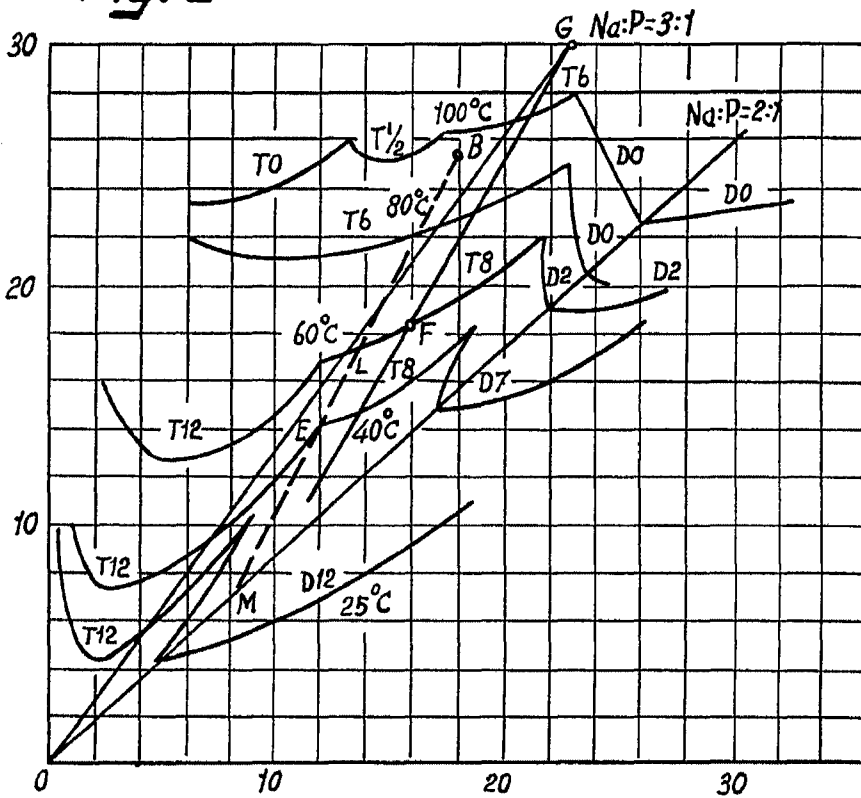


Fig. 2



Madrid, 29 AGO. 1966

Jaime Isern  
p.p.

330901

Fig. 3

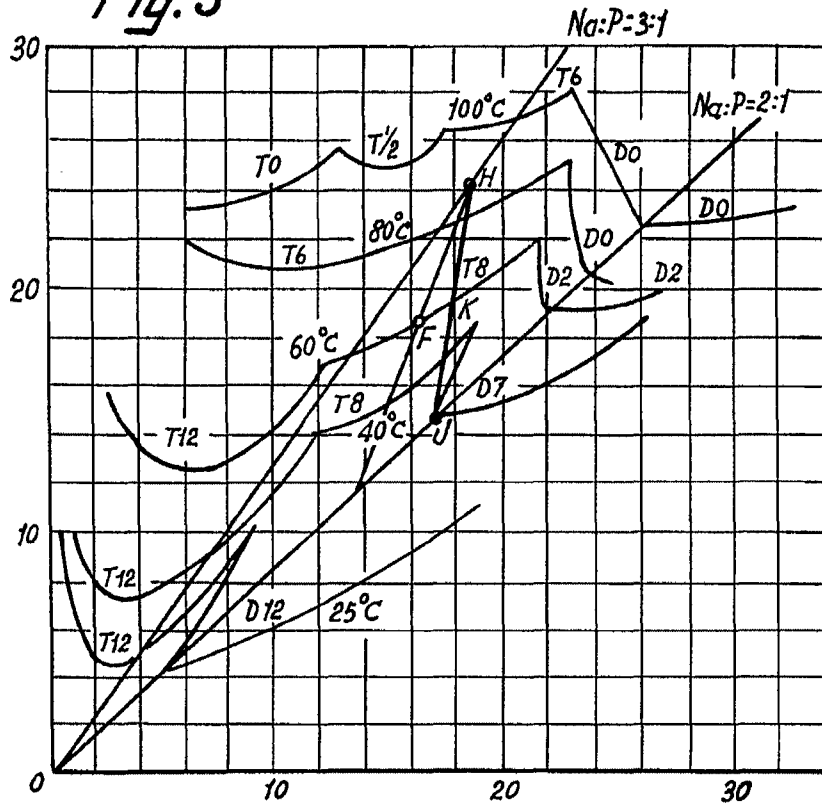
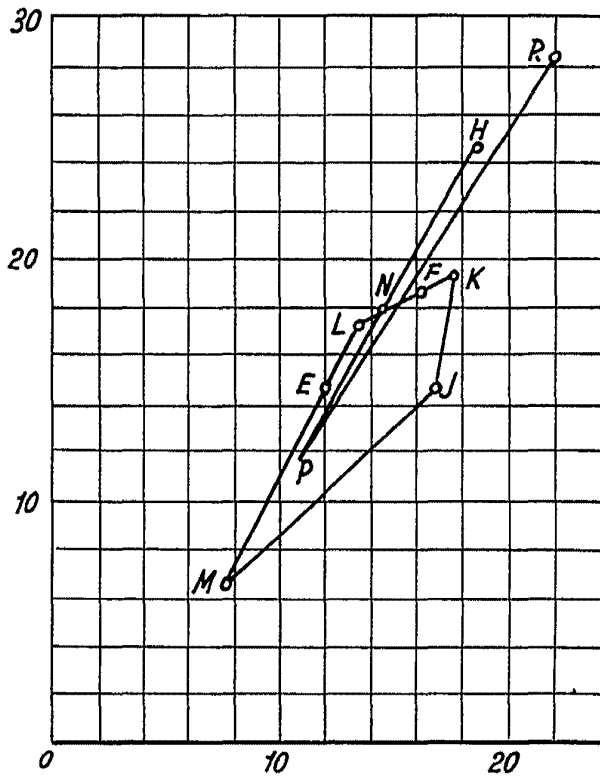


Fig. 4



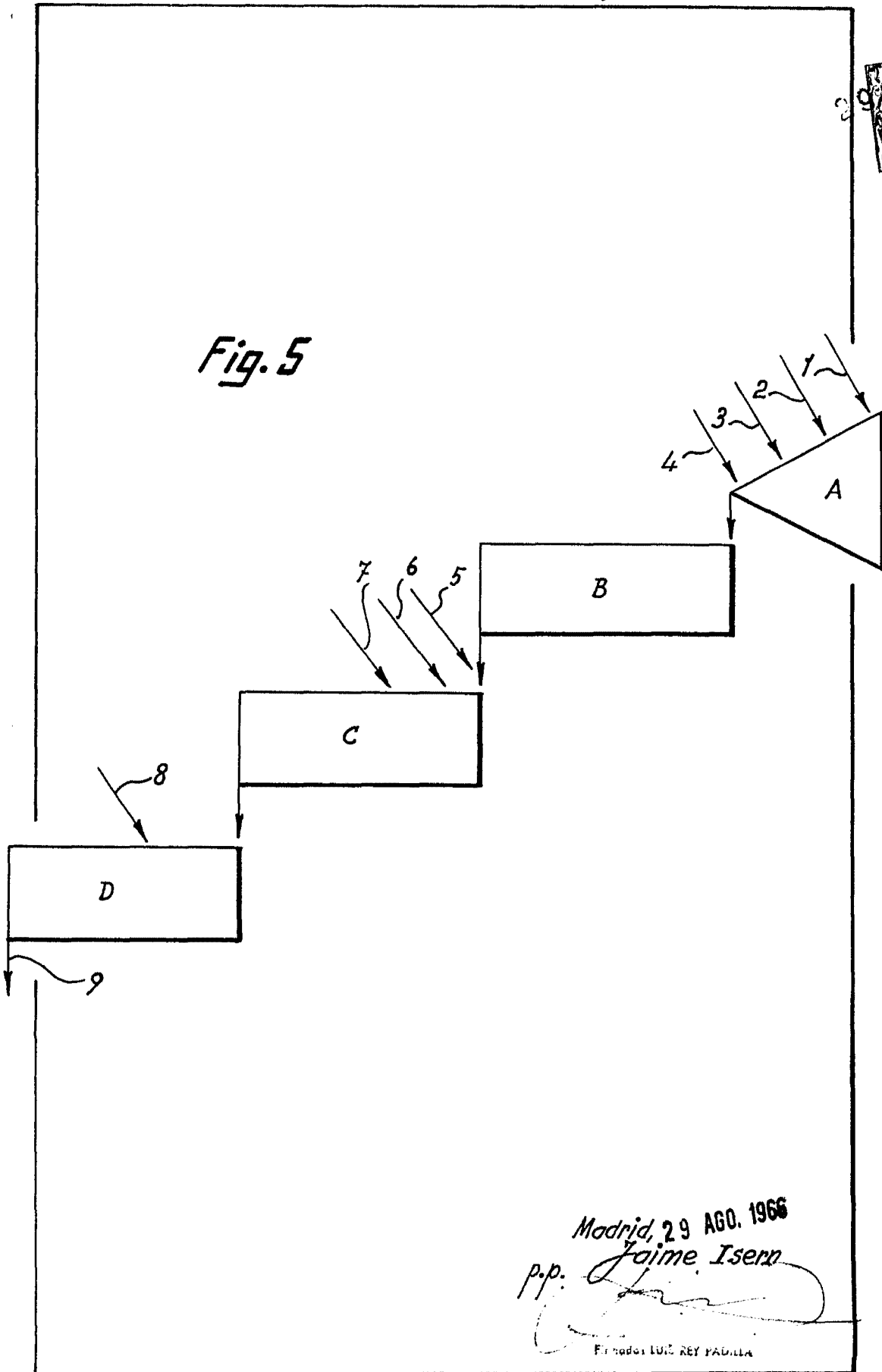
Madrid, 29 AGO. 1966

p.p. Jaime Isern

Firmado: LUIS REY PADILLA



Fig. 5



Madrid, 29 AGO. 1966  
p.p. Jaime Isern  
F. REY PADILLA

35071

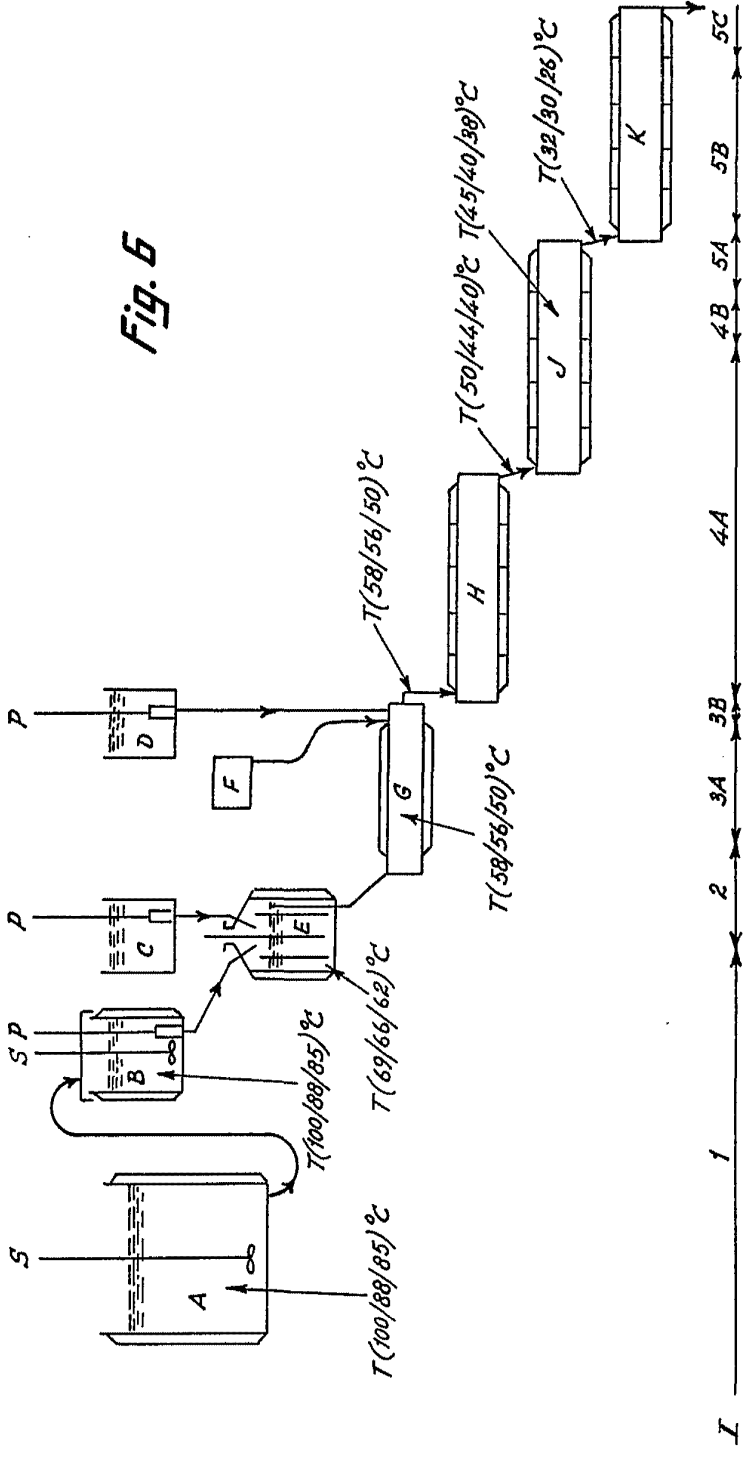
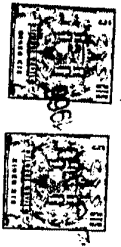
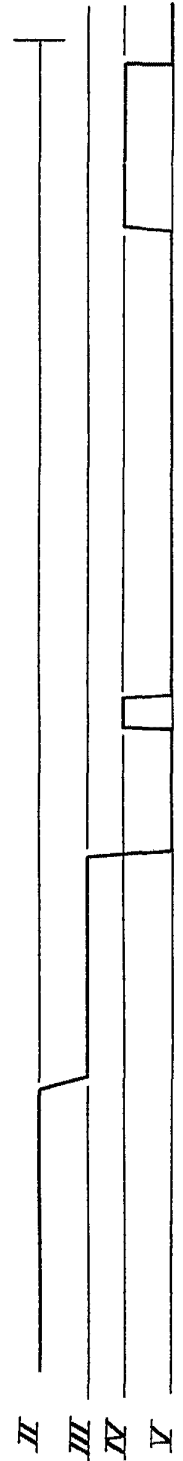


Fig. 6



Madrid, 23 JUN 1966  
Jaime Isenz

330,701

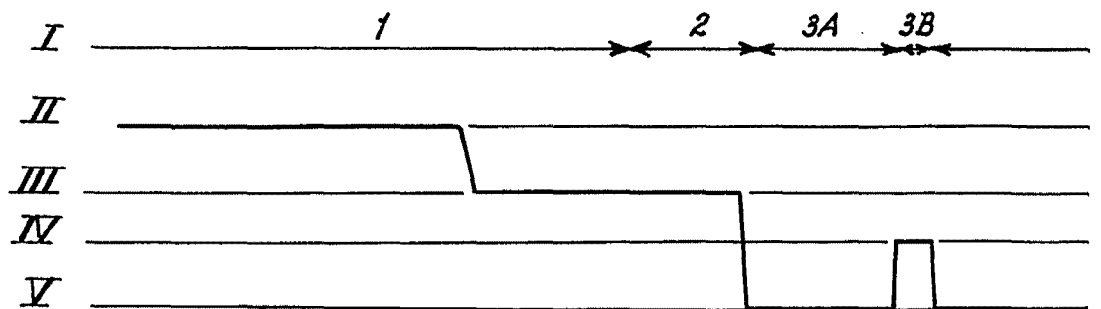
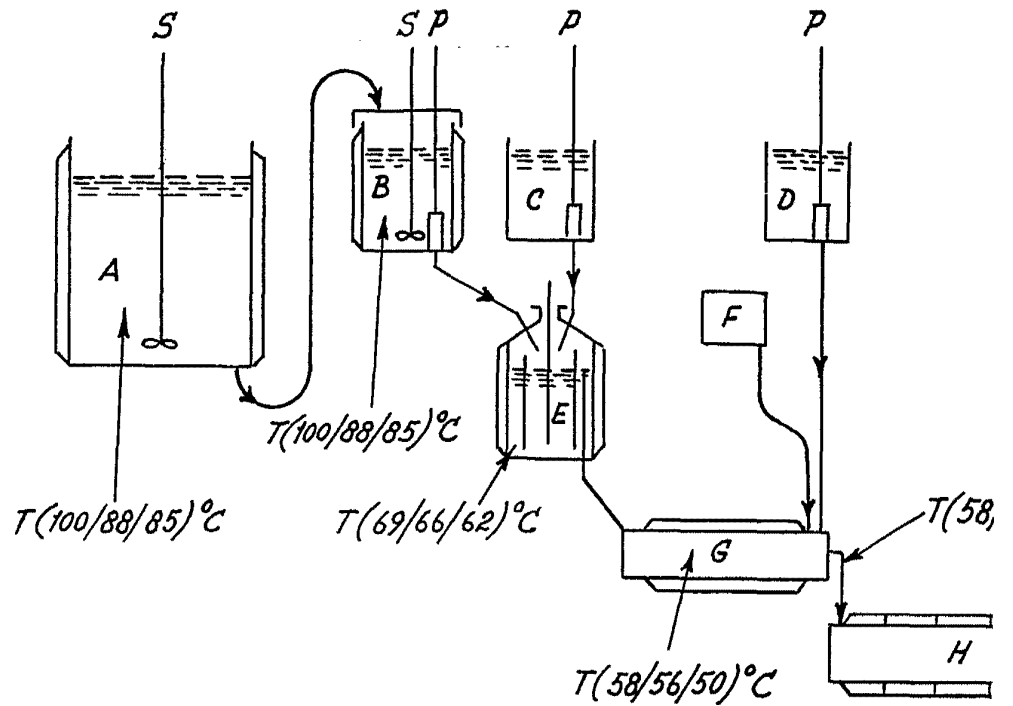
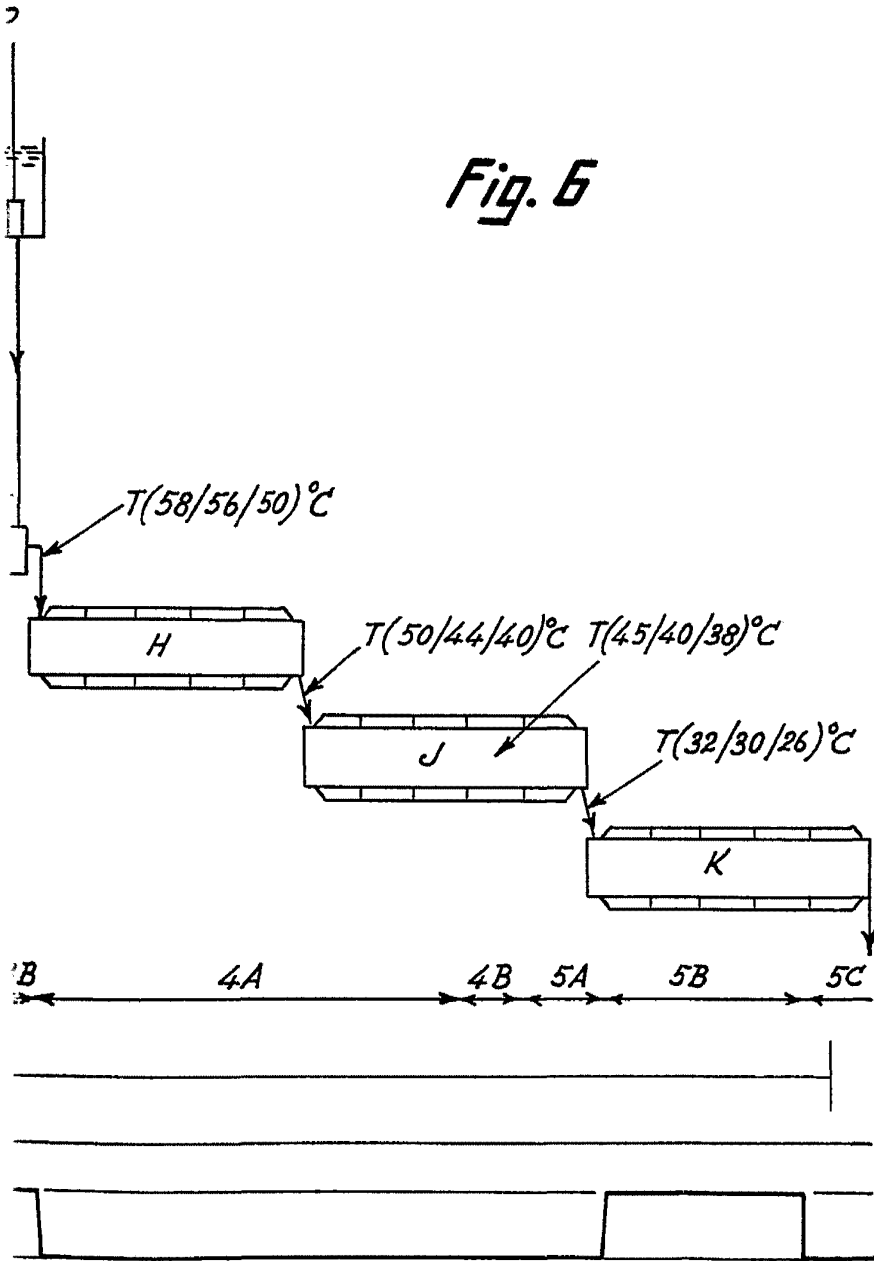




Fig. 6



Madrid, 25 JUN. 1966  
p.p. Jaime Isern