

350558



46 FEB 1911
PATENTE DE INVENCION

=====
FMC No. 3146
=====

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la producción de trimetafosfato
sódico".

Solicitante: FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente
en 633 Third Avenue, New York, New York, EE. UU. -
de A.

Esta invención se relaciona con un
procedimiento de producción de trimetafosfato sódico
y más particularmente con un procedimiento de produc
ción de trimetafosfato sódico que contenga cantidades
5. mínimas de materiales insolubles en agua.



En esta descripción, todas las partes y porcentajes son en peso, salvo indicación en contrario.

- Para muchas aplicaciones del trimetafosfato sódico, como por ejemplo en el terreno de los detergentes, es deseable un producto sustancialmente libre, es decir, que contenga menos del 0,5% - aproximadamente en peso, de materiales insolubles en agua. También es deseable un producto que contenga
- 5.
10. bajos niveles de otros fosfatos, preferiblemente inferiores al 4%. Los procedimientos de calcinación - convencionales para convertir ortofosfato monosódico y/o pirofosfato ácido sódico en trimetafosfato sódico producen sin embargo un material que contiene cantidades indeseablemente grandes, por ejemplo superiores
15. al 1% aproximadamente, de materiales insolubles en agua. De acuerdo con tales técnicas, los productos de trimetafosfato sódico que contienen bajos niveles de materiales insolubles en agua se obtienen "impreg
20. nando" los materiales de reacción a temperaturas de 450 a 600°C aproximadamente, durante períodos de unas 48 horas o más. Tales tiempos de reacción prolongados son naturalmente inconvenientes para una práctica comercial.
25. Se han formulado propuestas para disminuir los tiempos de reacción de tales técnicas de calcinación, incluyendo el uso de "aceleradores" que comprenden polifosfatos minerales, y el uso de - elevadas velocidades de calentamiento, que implican
30. la elevación de la temperatura del material a calci-



nar a velocidades de 175°C por minuto o superiores. Tales procedimientos son relativamente costosos en su realización e inconvenientes bajo otros aspectos.

Otro procedimiento de producción

5. de trimetafosfato sódico, descrito en la patente francesa nº 1.343.989, del 14 de octubre de 1.963, implica la calcinación de una mezcla de sales de fosfato sódico que tienen una relación molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ comprendida entre los estrechos límites de 1,03 y 1,12.
10. Dicha patente indica que empleando tal mezcla de reacción puede producirse trimetafosfato que contenga tan solo el 0,04% de materiales insolubles, en una hora aproximadamente de calcinación a 500°C, en tanto que la calcinación del ortofosfato monosódico (con una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 1,00) a 500°C durante 1 hora -
15. tiene por resultado un producto que contiene más de 32 veces esta cantidad de materiales insolubles en agua. Esta patente francesa señala también que el producto contiene del 7 al 22% aproximadamente de tripolifosfato sódico contaminador.
- 20.

- De acuerdo con la presente invención, se produce trimetafosfato sódico sustancialmente puro pasando continuamente una solución acuosa de fosfato sódico o una mezcla de fosfatos sódicos, preferiblemente fosfato monosódico, de una relación molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 0,99 a 1,00, a una temperatura de 100 a 110°C aproximadamente y que contenga del 70 al 73% de fosfato sódico y productos gaseosos de combustión a una temperatura de 800 a 850°C, en general -
- 25.
 30. longitudinalmente a través de una zona de reacción -



- alargada, en contracorriente y en contacto íntimo entre sí, durante un tiempo de residencia de unas tres horas, de las que aproximadamente dos tercios representan el tiempo necesario para una completa separación del agua, representando el resto el período de residencia para la calcinación, y retirando continuamente el producto calcinado a una temperatura de 520 a 580°C aproximadamente, por el extremo de descarga de la zona de calcinación. El volúmen de gases de combustión así pasados en directo contacto íntimo, primero con el producto secado y luego con la solución acuosa, es tal que efectúa la completa separación del agua y comunica al producto de salida una temperatura de 520 a 580°C aproximadamente. Introduciendo los gases de combustión a una temperatura de 800 a 850°C aproximadamente y usando un volúmen proporcionado a la cantidad de la solución introducida en la zona de secado, el producto calcinado es descargado a una temperatura de 520 a 580°C aproximadamente. El producto trimetafosfato sódico así producido contiene menos del 0,5% aproximadamente de materiales insolubles en agua y menos del 4% aproximadamente de tripolifosfato sódico.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

- La solución acuosa de un fosfato sódico, de una relación molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 0,99 a 1,00, una temperatura de 100 a 110°C aproximadamente y una concentración del 70 al 73%, se introduce en el reactor; preferiblemente, el material diluido es ortofosfato monosódico, preparado por ejemplo mediante reacción de ceniza de soda con ácido fosfórico, preca-
- 25.
 - 30.



lentándose la solución a una temperatura de 100 a 110°C aproximadamente, para producir la concentración deseada.

- Los gases de combustión introducidos en el reactor, en el extremo de salida del producto del mismo, deben estar a una temperatura de 800 a 850°C aproximadamente. Los gases de combustión producidos por cualquier combustible, sólido, líquido o gaseoso, pueden usarse; tales gases están compuestos principalmente de dióxido de carbono, monóxido de carbono y nitrógeno. Pueden usarse gases de chimenea u otros gases industriales inertes de desecho, si se dispone de ellos, a la temperatura indicada. El volumen de gas pasado a través de la zona de reacción está correlacionado con la cantidad de solución que pasa a través de aquella en contracorriente. El gas establece primero íntimo contacto con el fosfato sódico seco para calcinarlo y producir el metafosfato sódico a una temperatura de 520 a 580°C aproximadamente, en el extremo de salida del calcinador, y seguidamente forma contacto con la alimentación líquida para separar el agua de ella, saliendo de la zona de reacción saturado de agua a una temperatura de 100°C aproximadamente. En general, la introducción de 11,4 a 13,8 metros cúbicos de gases de combustión, a la temperatura señalada, por kg de solución introducida en la zona de reacción, proporciona un producto de la elevada pureza deseada. El gas saturado que sale de la zona de reacción puede enfriarse y separarse de él los materiales condensables, antes de la ventilación
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



del gas residual.

- Es importante que el producto retirado del extremo de salida de la zona de reacción esté a temperatura de 520 a 580°C aproximadamente. Esta temperatura se refiere a la del trimetafosfato sódico y no a la existente en la zona de reacción, en el extremo de salida del producto de la misma. Como queda dicho, la temperatura de los gases de combustión que entran por el extremo de salida del producto es sustancialmente superior a aquella temperatura, concretamente de 800 a 850°C aproximadamente. Se obtienen fácilmente unos gases de combustión a una temperatura de 800 a 850°C controlando las cantidades relativas de combustible y aire necesarias para mantener la combustión del primero a fin de producir gases de combustión a la temperatura deseada. La regulación del flujo de (a) la solución fosfática y la sal seca producida con ella se efectúa deseablemente controlando la velocidad de rotación y la inclinación del horno giratorio que constituye la zona de reacción, para obtener la deseada velocidad de flujo de (a). La regulación de la velocidad de flujo de (b) los gases de combustión a través de la zona de reacción se efectúa principalmente mediante regulación de la presión a que se introducen los gases de combustión en la zona de reacción.
5.
10.
15.
20.
25.

Mediante (1) introducción de los gases de combustión a una temperatura de 800 a 850°C aproximadamente, (2) regulación del volumen de estos gases proporcionalmente al volumen de solución de -

30.



- fosfato sódico de una concentración del 70 al 73% aproximadamente, introducido por el extremo opuesto de la zona de reacción a una temperatura de 100 a 110°C aproximadamente (a cuya temperatura la solución acuosa contiene la elevada concentración indicada de fosfato sódico) y (3) regulación del flujo en contracorriente de (a) la solución de fosfato y la sal seca producida con ella y (b) el gas de combustión a través de la zona de reacción, de manera que el tiempo total de permanencia de (a) sea de unas 3 horas, se descarga el producto de trimetafosfato sódico por el extremo de salida a una temperatura de 520 a 580°C aproximadamente y contiene menos del 0,5% aproximadamente de materiales insolubles en agua y menos del 4% aproximadamente de tripolifosfato sódico. Cuando el producto se descarga a temperaturas inferiores a unos 520°C ó superiores a 580°C aproximadamente, no se obtiene la elevada pureza deseada, con particular referencia al contenido bajo en materiales insolubles en agua y al bajo contenido en tripolifosfato sódico.
- En la práctica del procedimiento en el aparato esquemáticamente ilustrado en el adjunto dibujo, se introduce una solución concentrada de ortofosfato monosódico a una temperatura de 100 a 110°C aproximadamente, que contiene del 70 al 73% aproximadamente de esta sal, a través del conducto 11 por un extremo de un horno giratorio 12, fluyendo a través de él en contracorriente con los gases calientes de combustión. Estos gases, por ejemplo, pueden generarse en una cámara de combustión 13 provista de
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



un conducto 14 para combustible, que puede ser petróleo o gas combustible, y un conducto 15 para aire a suministrar para mantener la combustión de aquél. El suministro de combustible a la cámara de combustión

5. 13 se regula mediante controles convencionales para producir una corriente de gases de combustión a una temperatura de 800 a 850°C aproximadamente. Estos gases fluyen a través del conducto 16 al horno giratorio 12 provisto de adecuados deflectores 18 para -
10. favorecer el íntimo mezclado de las dos corrientes - introducidas a través de aquél. El secado de la sal fosfática se efectúa en la zona 19 que constituye - sustancialmente los dos tercios de la longitud del - horno o zona de reacción, mientras que la calcinación
15. del material secado se efectúa en la zona 21 extendida aproximadamente en un tercio de la longitud del - horno o zona de reacción.

- El producto trimetafosfato sódico se descarga continuamente por el extremo de descarga de producto 221. La corriente de gas saturado se descarga continuamente por el extremo opuesto 23 del -
20. horno a través de un conducto 24, fluye a través de un refrigerador 25, donde se condensan los materiales condensables y se expulsa el gas residual a través del conducto 26.
- 25.

- El siguiente ejemplo se ofrece - para ilustrar una práctica preferida del procedimiento de esta invención, sin limitar ésta a dicho ejemplo, el cual se realizó en equipo del tipo mostrado
30. en el dibujo.



Se introdujo en el horno 12 por el conducto 11, licor de ortofosfato monosódico de 59º Baumé de concentración, que contenía un 72% de sal y presentaba una relación $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 1,00, a una temperatura de 110ºC, a razón de 836 litros por hora. Se introdujeron gases de combustión a una temperatura de 800 a 850ºC por el extremo 22 del horno 12 y pasaron a razón de 0,4 m³ por hora. El gas caliente fluyó primeramente en íntimo contacto y en contracorriente con la sal secada en la zona 21 y el gas así enfriado de la citada zona fluyó a través de la zona 19 en íntimo contacto y en contracorriente con la solución introducida por el extremo 23 y la sal resultante de la separación del agua de la solución. El tiempo total de residencia dentro del horno 12 fué de 3 horas; se necesitaron unas 2 horas para el flujo a través de la zona de secado 19 y una hora para el flujo a través de la zona de calcinación 21.

Un análisis de fracciones del producto mostró que éste contenía del 0,05 al 0,45% de materiales insolubles en agua, del 0,0 al 0,1% de ortofosfato monosódico, del 0,5 al 0,8% de pirofosfato sódico, del 1,2 al 2,7% de tripolifosfato sódico y, en contraste, del 96,5 al 98,7% de trimetafosfato sódico. Estos análisis se efectuaron mediante técnicas convencionales; el análisis de los materiales insolubles en agua se efectuó a temperatura ambiente (20ºC).

N O T A

Descrita suficientemente la natu-



16 FEB

raleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE TRIMETAFOSFATO SODICO"; caracterizándose por lo siguiente:

10. 1ª.- Procedimiento para la producción de trimetafosfato sódico, que contiene menos del 0,5% en peso, aproximadamente, de materiales insolubles en agua, caracterizado porque en una primera etapa, se introduce, en forma continua, una solución acuosa de fosfato sódico de una relación molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ de 0,99 a 1,00 y que contiene del 70 al 73% en peso de fosfato sódico, a través de una zona de reacción alargada, a una velocidad tal que el tiempo total de residencia del fosfato sódico en dicha zona -
15. de reacción sea de tres horas aproximadamente, a la vez que se introduce, también en forma continua, gases de combustión a una temperatura de 800 a 850°C, a través de la citada zona, en íntimo contacto y en contracorriente con la referida solución y, en una -
20. segunda etapa, se retira de la zona de reacción, en forma continua, el producto trimetafosfato sódico -
25. calcinado, a una temperatura de 520 a 580°C.

30. 2ª.- Procedimiento para la producción de trimetafosfato sódico; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria y en el



16

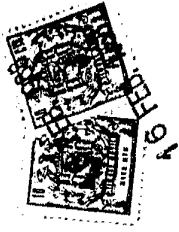
adjunto dibujo.

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

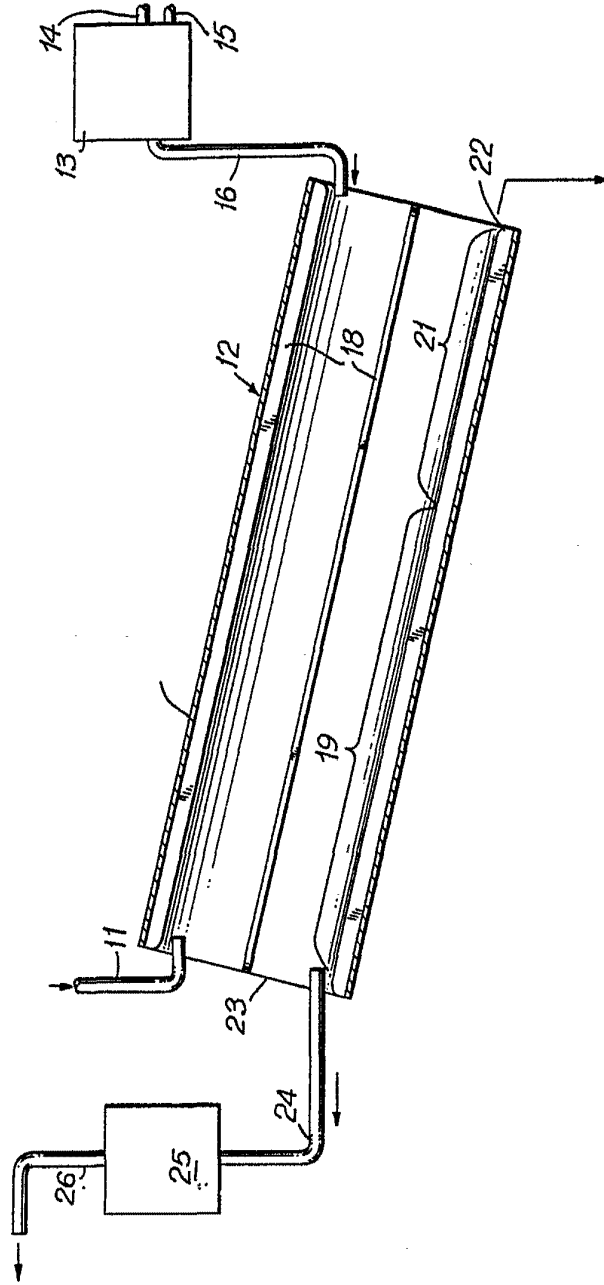
Madrid, 16 FEB. 1968

EMC CORPORATION,

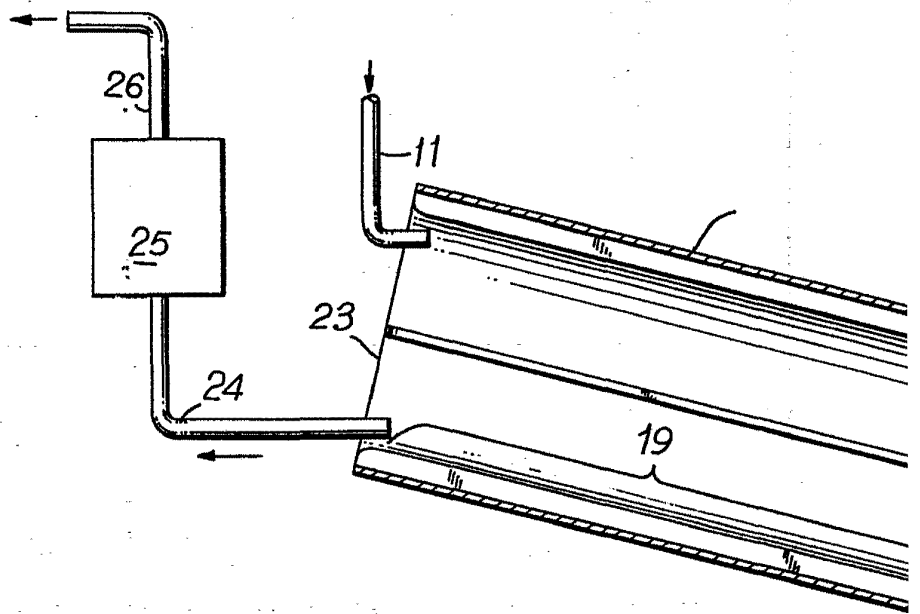
J. GOMEZ VIERO Y MODEY
Ingeniero de Electricidad

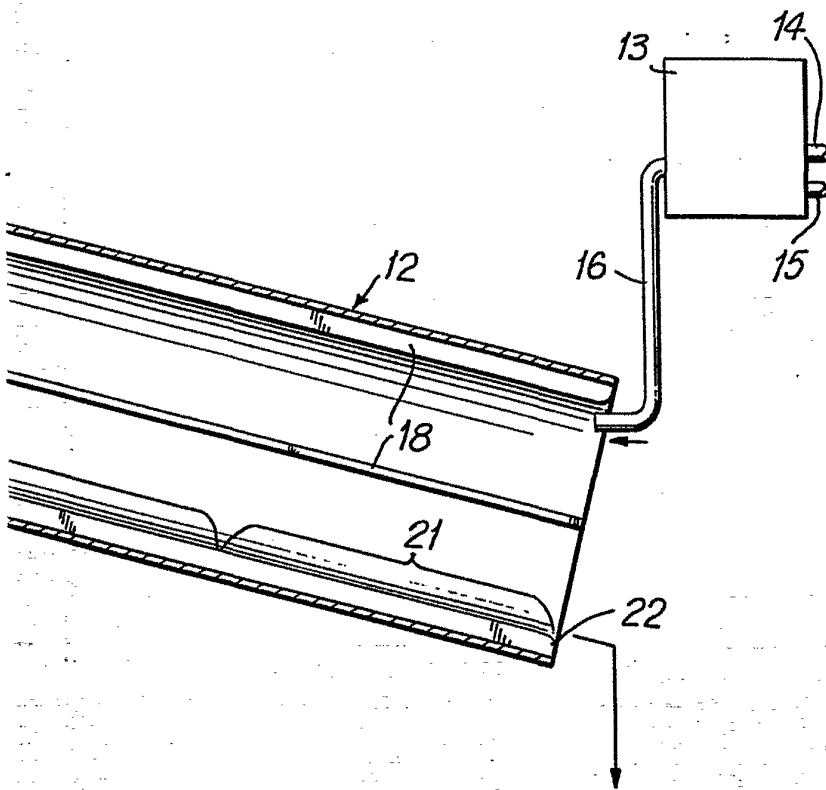
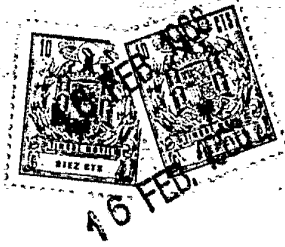


ESCALA
VARIABLE



16 FEB. 1968
 MARSHALL UNIVERSITY
 LIBRARY
 1000 UNIVERSITY BLVD.
 MOOREHEAD, MISSISSIPPI 39071





ESCALA
VARIABLE

16 FEB. 1968
Madrid
GÓMEZ ABERO Y MODER
C. E. Fernández Rula

