

356500

PATENTE DE INVENCION

Ref: FMC No. 3186.

27 JUL 1968



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de tripolifosfato sódico hidratado".

=====

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

=====

Este invento se refiere a la producción de tripolifosfato sódico hidratado de tamaño de partícula y densidad controlados, de tal forma que se puede utilizar fácilmente en la preparación de formulaciones de mezclas que contienen tripolifosfato

5.



sódico y otros ingredientes tales como agentes tensoactivos materiales blanqueadores, abrillantadores ópticos, extensores, y similares, todos los cuales se utilizan normalmente en la manufactura de composiciones para lavado, detergentes, y blanqueadores.

5.

En la manufactura de tales composiciones, suele ser conveniente utilizar tripolifosfato sódico en forma hidratada, en lugar de hacerlo en forma deshidratada en la que se suele hacer a partir de ácido fosfórico y una fuente de óxi

10.

do sodio. El tripolifosfato sódico anhidro se prepara secando una solución acuosa que contiene óxido de sodio disuelto y óxido de fósforo en la proporción deseada, bien mediante

15.

deseccación por pulverización para producir esferas de densidad bastante baja ó empleando técnicas de desecación de tipo corriente para producir masas de densidad bastante elevada, que se muelen al tamaño de partículas deseado.

20.

El principal problema que surge al producir tripolifosfato sódico hidratado en la forma deseable a partir de un producto anhidro y agua es que resulta difícil obtener una hidratación uniforme, de forma que el producto hidratado contiene agua libre que se ha de eliminar y tiende a resultar grumoso. Aun más, la reacción de hidratación es isotérmica, de forma que si no se tiene cuidado, el tripolifosfato sódico hidratada puede calentarse localmente por encima de la temperatura en la que se convierte en otros fosfatos, con lo cual se obtiene un material de distinta calidad.

25.

30.

Se ha sugerido dos métodos para resolver estos problemas. Uno de ellos, sugerido en la patente estadounidense 3.046.092, trata de la hidratación con hielo, mientras se agita el producto, con lo que se mantiene la temperatura



5. baja y la hidratación resulta relativamente uniforme. En dicha patente se informa que el producto tiene la misma distribución de tamaño de partícula antes y después de la hidratación, a excepción de la erosión producida por la abrasión debida a la operación de mezcla. La densidad es igual antes y después de la hidratación.

10. En la patente francesa 1.437.965, concedida el 28 de marzo de 1966, se sugiere un segundo método. Este descubrimiento sugiere la hidratación con aproximadamente un 10 a un 25 % de peso de agua respecto a la cantidad teórica para formar el hexahidrato, agitando simultáneamente la mezcla y haciendo pasar una corriente de aire templado a través del material, utilizando la evaporación del agua para eliminar calor desarrollado por la hidratación. Generalmente se utiliza un segundo secado para finalizar la desecación. Al igual que ocurre con la primera técnica, la densidad es igual antes y después del tratamiento, No obstante, es necesario cribar un pequeño porcentaje de partículas de mayor tamaño formadas durante la operación.

15. En ambas técnicas citadas, la carga anhidra alimentada en el proceso de elaboración es un material que ya tiene la densidad y tamaño de partícula deseado; la disgregación de tamaño de partícula necesario por rozamiento ó el aumento producido por la hidratación, necesita un cribado y reelaboración adicionales.

20. La gama de densidad y tamaño de partícula mas conveniente del tripolifosfato sódico depende de la formulación que se haya de emplear; la forma física deberá aproximarse a la de la formulación acabada. Por consiguiente

25.
30.



- sería muy conveniente producir material hidratado de tamaño de partícula y densidad volumétrica controlados a partir de una sola materia prima, siendo más económicamente el realizarlo a partir de tripolifosfato sódico anhidro directamente de una secadora en la que se produjera. Según el presente invento se produce tripolifosfato sódico hidratado granular con una densidad del orden de aproximadamente 0,65 a 0,90 gm/cm³ hidratando tripolifosfato sódico granular anhidro que contiene al menos un 10 % en peso de tripolifosfato sódico con un tamaño de partícula inferior a 100 mallas (normas norteamericanas) sin exceder de un 105 % de la cantidad teórica de agua necesaria para producir el hexahidrato, y preferentemente con menos agua que la cantidad teórica, distribuyendo el agua de un modo uniforme sobre el tripolifosfato mientras se agita, añadiendo el agua a tal velocidad que la temperatura se mantenga por debajo de los 80°C, y recuperando un producto hidratado, aglomerado, con una densidad inferior a la de la materia original. De preferencia el producto hidratado se deseca a una temperatura inferior a unos 80°C para protegerlo contra la descomposición y se recupera un producto de la mezcla de tamaño de partícula deseada (generalmente comprendida entre -20 y + 60 mallas).

- La función de estos finos en el proceso es producir un cemento con el agua utilizada para hidratar el producto, que fija las partículas entre sí de una forma más suelta que los gránulos de la materia anhidra original y por consiguiente se produce una materia de densidad inferior.

- El tripolifosfato sódico se prepara generalmente desecando una solución acuosa que contiene ácido fosfórico



y cenizas de sosa en la que la proporción molar de Na/P es de aproximadamente 1,67. Se deseca la solución, y se calcina el material seco para producir una materia anhidra que se halla generalmente presente en dos fases diferentes,

5. dependiendo de las condiciones de secado y calcinación y que se conocen como fase 1 y fase 2. El material resultante cuando se vende como materia anhidra se muele generalmente al tamaño de partícula deseado, tiene un pH de aproximadamente 9,9 en solución acuosa y una densidad de aproximadamente 0,90 a 0,95 gm/cm³.
- 10.

Según se ha indicado anteriormente, este material puede hidratarse para formar hexahidrato mediante la adición regulada de una cantidad de agua suficiente para dar un producto que contenga un 22,7 % de agua (teórica para el hexahidrato). Esto precisa aproximadamente un 30% de agua basado en el tripolifosfato sódico anhidro original.

- 15.
- Hemos averiguado que la densidad del hidrato puede controlarse variando la distribución de tamaño de partícula de la carga de alimentación, la cantidad de material de fase 1 en la carga, y la cantidad de agua que se añade al producto. La densidad disminuye aumentando la cantidad de material de -100 mallas que se alimenta en el hidratador (incluyendo los finos reciclados), aumentando el contenido de la fase 1 de la carga de alimentación, y aumentando el porcentaje de hidratación. La densidad aumenta incluyendo cantidades sustanciales de carga de alimentación con un tamaño de partícula mayor que el corriente. Al elaborar productos con una gama de tamaño de partícula preferido del orden de -20 a +60 mallas, normas norteamer
- 20.
- 25.
- 30.



canas, hemos podido producir densidades en toda la gama de 0,65 a 0,90, con una materia prima anhidra de 0,90 a 0,95 de densidad dentro de la misma gama de tamaño de partícula.

- En todas nuestras elaboraciones, el tripolifosfato sódico anhidro se preparó de un modo normal en fábrica a partir de una solución acuosa de ácido fosfórico, cenizas de sosa, agua, empleando una proporción molar de Na/P de 1,67. Se desecó la solución y se calcinó la materia seca al estadio anhidro. El producto grumoso resultante se molió para producir una mezcla de gránulos y polvo en el que al menos un 10 % de la mezcla era material pulvurulento (-100 mallas) y en general practicamente mas de dicho 10 %.
- 5.
- 10.

- Después se alimentó el material molido seco en un hidratador rotativo en el que se roció la cantidad necesaria de agua sobre el producto. En general, hemos hallado conveniente emplear menos agua de la cantidad teórica necesaria para producir hexahidrato, a pesar de que hemos empleado agua en cantidades que han llegado a superar en un pequeño porcentaje. La cantidad teórica de agua ó menos, no se produce un compuesto completamente hidratado, lo que hemos hallado mas conveniente por el hecho de que inesperadamente un producto que tiene aproximadamente de un 2 a un 20 % menos de agua combinada que la teórica para el hexahidrato resulta realmente mas estable contra la reversión a otros fosfatos cuando se halla almacenado que un material totalmente hidratado, cuando se utiliza en formulaciones. El empleo de estas cantidades menores de agua permite además que el proceso de elaboración se realice más rápidamente, puesto que queda menos agua libre en el producto antes del desecado.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



27 JUL. 1948

dad de agua libre no sea digna de objeción, se puede omitir la operación de desecación indicada a continuación, puesto que en tal caso se puede tolerar dicha pequeña cantidad de agua libre (generalmente comprendida entre un 1 y un 2 %).

5.

Durante la operación de hidratación en el hidratador rotativo, los finos absorben el agua mas rápidamente que la materia mas gruesa y producen aglomeración de las partículas a pesar de que la acción rotativa tiende a desmenuzarlas. El resultado es que el producto sale del hidratador con un tamaño de partícula mayor que cuando entra en el mismo.

10.

Este material aglomerado puede después alimentarse a una secadora en la que se elimina por medio de aire caliente la pequeña cantidad de agua libre presente en la misma (generalmente inferior a un 2 %). Solamente es necesario en esta secadora mantener la temperatura del material lo suficientemente baja para que el tripolifosfato no se convierta en otra forma de fosfato. Esto puede conseguirse manteniendo la temperatura del producto por debajo de 80°C, lo que resulta fácil puesto que hay poca agua para eliminar. Hemos descubierto que esto puede conseguirse formando una lluvia del material a través de un chorro de aire templado en una secadora rotativa, utilizando una temperatura del aire en la entrada del orden del 80 a 85°C.

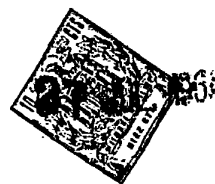
15.

20.

25.

Se puede utilizar cualquier otro medio para desecar el producto, en el supuesto que la temperatura no se eleve por encima de la temperatura en la que el tripolifosfato sódico hidratado se convierta en otros fosfatos, por ejemplo, aproximadamente 80°C. El producto descargado de la secado-

30.



ra contiene generalmente alguna materia superior al corriente, que se mueve y se criba recogiendo como producto la fracción de tamaño de partícula conveniente, reciriéndose los finos (-100 mallas) a la primera etapa ó etapa de alimentación.

5.

El resultado es un producto que esencialmente se halla comprendido dentro de la gama de tamaño de partícula preferente (-20 mallas +60 mallas) que tiene un pH (aproximadamente 9,9) en solución correspondiente al del material anhidro, que se halla esencialmente libre de agua sin combinar y contiene aproximadamente de un 80 a un 100 % del agua necesaria para completar la hidratación para formar el hexahidrato (22,7 %) y preferiblemente de un 80 a un 98 % de la cantidad teórica, y tiene una densidad controlada (de 0,65 a 0,90 gm/cm³) inferior a la de la materia prima anhidra.

10.

15.

Los ejemplos que siguen son típicos del invento según lo hemos llevado a la práctica, y se exponen no a título de limitación del alcance del invento si no simplemente a título descriptivo.

20.

Ejemplo 1

Producción piloto de material conteniendo una pequeña cantidad de agua libre.

25.

Se hicieron reaccionar ácido fosfórico, ceniza de soda y agua en cantidad suficiente para obtener una solución de fosfato sódico con una proporción molar de Na/P de 1,67 y una densidad de 55° Bé a 90°C. Se desecó la solución y se calcinó formando tripolifosfato sódico anhidro que tenía un contenido de fase 1 del 21,6 % en una secadora rotativa industrial. El material resultante se molió en un molino de rodillos y se tomaron muestras. El material contenía un 22%

30.



de +20 mallas y un 19 % de -100 mallas, normas norteamericanas, y un pH de 9,9 con una pérdida por calcinación de menos de un 0,1 % a 500°C.

5. Parte de la muestra se alimentó por medio de un husillo de velocidad variable a un tubo giratorio de 406,4 mm. de diámetro por 3,352 m. de longitud con un dique de entrada de 95,95 mm de profundidad, un dique de descarga de 69,85 mm. de profundidad, y una inclinación de 1,7832 cm. por metro. El aparato giraba a 26 revoluciones por minuto y no tenía aleta.
- 10.

- El material penetró en el aparato a una velocidad de 258,5 gm. por minuto y a una temperatura de 34°C. Se añadió agua a una velocidad de 750 gms. por minuto a través de un tubo de 1,219 m. de longitud, 12,6 mm de diámetro con 14 taladros de 1,59 mm. El tubo se colocó manteniendo los chorros en la parte más profunda del lecho.
- 15.

- El material aglomerado se descargó del aparato a 58°C y se recogió en pequeños recipientes. Se enfrió el material, se movió y se enfrió obteniendo gránulos con una distribución de tamaño de partícula de 1 % en +20 mallas, 35 % en +30 mallas, 85 % en +60 mallas, y 1,2 % en -100 mallas, normas norteamericanas. Este producto tenía una densidad Solvay de 0,72 gm./cm³, un pH de 9,9 y una pérdida en encineración a 500°C de 21,1 % (incluyendo un 1,5 % de humedad libre).
- 20.
- 25.

Ejemplo 2

Producción piloto de material sin contener agua libre.

- Un material similar al del ejemplo 1 a excepción de que contenía un 3,2 % de fase 1, 29 % de +20 mallas y 14 %
- 30.



27 JUL. 1968

- de -100 mallas, normas norteamericanas tenía un pH de 9,9 y un 0,2 % en peso de pérdida de encineración a 500°C se alimentó por medio de un transportador de husillo vibratorio al tubo giratorio descrito en el ejemplo 1, funcionando con la misma inclinación y velocidad que en el ejemplo 1. El material penetró en el aparato a una velocidad de 4.801,8 gramos por minuto y a una temperatura de 26°C. Se añadió agua a través del mismo tubo a una velocidad de 1.210 gramos por minuto.
- 5.
10. El material aglomerado salió del tubo a una temperatura de 65°C y se dejó que se enfriara. Después se desecó con un chorro de aire caliente a una temperatura de 65°C. Se enfrió el producto, se molió y se tamizó para obtener un material granular que tenía un 0,5 % de +20 malla, un 42 % de +30 mallas, un 96 % de +60 mallas, y un 0,4 % de -100 mallas, normas norteamericanas. Este producto tenía una densidad de 0,81 gms/cm³, un pH de 9,9, y una pérdida en encineración a 500°C de 19,2 %.
- 15.

Ejemplo 3

20. El material de alimentación fué virtualmente igual al de los ejemplos 1 y 2, y consistió en partículas bastante gruesas de materia anhidra. Primeramente se granuló de un modo parcial en un molino de martillos y después se alimentó a un molino de rodillos utilizando el ajuste de la separación de rodillos para controlar el tamaño de partícula.
25. El material molido resultante del tamaño de partícula indicado en la tabla 1 se alimentó a un hidratador rotativo, en el que se añadió agua rociándola sobre el lecho en rotación de material. El material hidratado se descargó
30. directamente en una secadora rotativa en la que se eliminó



JUL. 1968

la pequeña cantidad de agua libre formando una lluvia de material a través de un chorro de aire caliente. El material se trasladó directamente a una criba en la que se separó el producto granular de la gama de tamaños de partículas deseada del material de tamaño superior al corriente y de los finos. El material con un tamaño mayor al corriente se recicló al molino de martillo y después a la criba y el material con un tamaño inferior al corriente se recicló al hidratador.

T A B L A I

Condiciones de operación

Velocidad de alimentación	816,4 kg/hr.
Material de tamaño inferior reciclado al hidratador	498,9 kg/hr.
Velocidad del flujo de agua al hidratador	0,006048 lts/sg.

Temperaturas

A la entrada del material en el hidratador	48°C.
A la salida del material del hidratador	59°C.
A la salida del material en la secadora	45°C.
Entrada de aire en la secadora	81°C.
Producto	39°C.

Análisis de cribado de material de carga de alimentación

(Normas norteamericanas).

+ 10 mallas	4,7
+ 20 mallas	32,2
+ 30 mallas	43,8
+ 60 mallas	61,6
-100 mallas	30,8
-140 mallas	27,1



Análisis del producto

Humedad sin combinar	0,56
Humedad total	18,3
Densidad	0,72 gm/cm ³
Análisis de cribado (normas norteamericanas)	
+ 10 mallas	0,0
+ 20 mallas	2,0
+ 30 mallas	34,4
+ 60 mallas	97,9
-100 mallas	0,4
-140 mallas	0,3

- N O T A -

- Descrita suficientemente la naturaleza 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. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Norteamérica, con fecha 28 de julio de 1967, bajo el número 656.707; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, 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 OBTENCION DE TRIPOLIFOSFATO SODICO HIDRATADO"; caracterizándose por lo siguiente:

1º.- "Procedimiento para la obtención de tripolifosfato sódico hidratado", de densidad controlada de aproxima-

27 JUL 1968



- damente 0,65 a 0,90 gm/cm³, caracterizado porque comprende hidratar tripolifosfato sódico anhidro que contiene al menos un 10 % en peso de un producto con un tamaño de partícula inferior a 100 mallas sin exceder del 105 % de la cantidad teórica de agua necesaria para producir el hexahidrato, distribuyendo el agua de un modo uniforme sobre el tripolifosfato mientras se agita, añadiendo el agua a tal velocidad que se mantenga la temperatura por debajo de 80°C, produciendo un material hidratado aglomerado por la acción del agua añadida, y separando un producto hidratado que tiene una densidad inferior que el tripolifosfato sódico anhidro.
- 5.
- 10.

- 2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se elabora un producto libre de humedad sin combinar desecando la materia hidratada antes de separar una fracción de producto, mientras se la mantiene a una temperatura elevada que no exceda de 80°C.
- 15.

- 3^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el producto se hidrata hasta un punto comprendido entre el 80 y el 98 % de la cantidad teórica para formar hexahidrato.
- 20.

- 4^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el producto hidratado se separa de los finos y del material grueso, volviéndose a moler el material grueso para formar producto y devolviéndose los finos al proceso de elaboración.
- 25.

27 JUL 1968



5ª.- "Procedimiento para la obtención de tripolifosfato sódico hidratado", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 14 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid

27 JUL 1968

EMC CORPORATION

J. GONZÁLEZ LEO Y MODEI
a. o. Firmado: F. Hernández Rala