

362229



8 ENERO 1963

PATENTE DE INVENCION

FMC No. 3194.

=====

Memoria Descriptiva

sobre:

SECCION TECNICA	
* REVISION I. P. G.	
C	11
D	

"PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION DETERGENTE GRANULADA".

Solicitante

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

La presente invención se refiere a la producción de partículas fuertes y estables que contienen una mezcla de un polifosfato y un silicato.

5.

En el procedimiento para manufacturer



- una formulación detergente mezclada en seco y formada para usarse en lavadoras de platos y para la limpieza, es común usar tripolifosfato de sodio como componente, junto con otros ingredientes comunes.
5. Estos otros ingredientes pueden incluir agentes tensio-activos sintéticos, aniónicos o noiónicos; agentes de anti-redeposición tal como carboximetil celulosa sódica; diluyentes; perfumes; agentes blanqueadores tal como cianuratos clorados; limpiadores alcalinos tal como carbonato sódico anhidro y sosa cáustica. El anterior detergente alcalino formado con polifosfato, cuando se use en lavadoras de platos y equipo de limpieza convencionales, se sabe que corroe tanto a los artículos metálicos como los esmaltados con los que entra en contacto. Para inhibir esta corrosión, se incorpora en la formulación de detergente un silicato de metal alcalino, normalmente silicato de sodio.
- 10.
- 15.
20. Se han encontrado serios problemas en el uso de una mezcla de tripolifosfato de sodio y un silicato en una formulación detergente mezclada en seco. Estos ingredientes se aglomeran juntos en aglomerados duros que son difíciles de hacer fluir y manejar y que ocasiona la segregación indeseada de algunos componentes de la formulación. Una solución al problema de formación de terrones se indica en la Patente de los Estados Unidos de Norteamérica 2.909,490 expedida a Max Metzger el 20 de octubre de 1.959, en donde el titular describe la
- 25.
30. manufactura de composiciones dobles de tripolifos



fato de sodio y silicato de sodio al poner en contacto a estos ingredientes a menos de 60° C. para que el tripolifosfato de sodio anhidro deshidrate a las formas líquidas acuosas del silicato de sodio para dar una mezcla seca.

5.

Esta mezcla doble, patentada, tiene ciertas desventajas. Inicialmente, puede formarse solamente con los silicatos menos alcalinos, v.g., aquellos tienen proporciones en peso de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$

10.

de 3.22:1 a 2.40:1. Además, cuando se desean en la mezcla, para óptima inhibición de corrosión, elevadas proporciones molares de silicio a polifosfato, v.g., de por lo menos 1:1, solamente el silicato

15.

menos alcalino (proporción en peso de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 3.22:1) puede emplearse para obtener el producto

doble del inventor de la patente, Esto es una desventaja en virtud de que se desean ingredientes altamente alcalinos en la formación de estas formulaciones de detergente, de preferencia aquellas que producen un pH de por lo menos 10.5 en una solución acuosa al 1% para obtener mejor tendencia y evitar precipitados en la solución de detergente disuelta.

20.

De acuerdo con la presente invención, se

25.

producen particular fuertes y estables que contienen una mezcla de un silicato y tripolifosfato de sodio en la proporción molar de por lo menos 1:1 y que dan un pH de por lo menos 10,5 en una solución acuosa al 1%, al agregar una solución acuosa de un silicato de sodio teniendo una proporción en peso de

30.

$\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de menos de 2,40:1 (de preferencia de



- 2,0:1) a un lecho de tripolifosfato de sodio en polvo hasta que la proporción molar del SiO_2 con respecto al tripolifosfato es por lo menos de 1:1 y resulta una mezcla pegajosa de esta adición, agitar a la mezcla pegajosa para formar gránulos plásticos deformables, calentar los gránulos plásticos en una zona de calentamiento mantenida a una temperatura de 60° a 80° C. aproximadamente hasta que los gránulos se secan y recuperar partículas granulares secas.
- 5.
- 10.

- Al realizar la presente invención, se usa tripolifosfato de sodio, en polvo. Si el tripolifosfato de sodio no se encuentra en forma de polvo, debe molerse por medios convencionales para que substancialmente todo el polifosfato pase a través de un tamiz de malla 40 (Standard de E.E.UU.) siendo por lo menos un 50% aproximadamente de malla -80. El tripolifosfato de sodio se coloca luego en una cámara de reacción agitada tal como una mezcladora de cinta o un tambor rotatorio y mantenido en un estado de agitación constante.
- 15.
- 20.

- A este lecho agitado de material de polifosfato, se agrega luego una solución de silicato de sodio. La solución de silicato debe tener una proporción en peso de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de menos de 2,40:1 y de preferencia de 2,0:1. Una solución de silicato de sodio especialmente útil es el producto de Philadelphia Quartz Company de silicato marca D que contiene 14,7% de Na_2O ; 29,4% de SiO_2 ; y 55,9% de H_2O . La solución de silicato se dispersa dentro del
- 25.
- 30.



8 ENCL

- lecho de tripolifosfato de sodio, de preferencia por medios de toberas rociadoras o distintos medios de distribución. En muchos casos, es preferido agregar aproximadamente 10% de agua, en peso, a la solución de silicato marca D como se recibe con el fin de disminuir su viscosidad y permitir una distribución más fácil de la solución de silicato de sodio sobre el lecho de polifosfato. Por razones de conveniencia, se prefiere operar a la temperatura ambiente durante este procedimiento de mezcla, aún cuando pueden emplearse temperaturas más altas, siempre que no se evaporen cantidades materiales de agua en la solución de silicato.
- 5.
- 10.

- La solución de silicato se rocía sobre el tripolifosfato hasta que la proporción molar del SiO_2 con respecto al tripolifosfato es por lo menos de 1:1. La mezcla se vuelve pegajosa y se aglomera en gránulos deformables suaves y plásticos. La temperatura de los gránulos se eleva luego en una cámara calentada para que los gránulos alcancen una temperatura de 60 a 80° C. para climizar humedad. Los gránulos se mantienen a esta temperatura hasta que toman apariencia seca. Posteriormente, son molidos, si es necesario, para que se encuentren principalmente en el tamaño de malla -8 a +50 y se recuperen como producto. Cualquier producto en polvo de malla menor de -50 puede reciclarse a la cámara de reacción para mezclarse con polifosfato en polvo adicional antes de agregarse más solución de silicato.
- 15.
- 20.
- 25.

30. En muchos casos, es deseable agregar



- una pequeña cantidad de agente humectante, v.g., un agente tensio-activo, a la solución de silicato de sodio para ayudar a humedecer el tripolifosfato de sodio anhidro y obtener una mezcla más uniforme con menos mezclado. Los agentes humectantes apropiados incluyen éteres de alquilo inferior de polioxietil octil fenoles, tal como aquellos vendidos bajo la marca Triton CF, por ejemplo triton Cf-54 que es el éter butílico de fenil octil polioxietilado; y Triton X-100 que es isooctil fenil polietoxietanol.
- 5.
- 10.

- Una solución de silicato de sodio tal como el silicato marca D que contiene 55% aproximadamente de agua puede usarse como se recibe del fabricante y agregarse directamente al tripolifosfato de sodio. Sin embargo, en muchos casos es conveniente agregar agua a la solución de silicato hasta que el contenido de H_2O de la solución llegue al 60% aproximadamente en peso. El agua que se agrega disminuye la viscosidad de la solución de silicato y permite que sea dispersada mas fácilmente en todo el polifosfato. Debe tenerse en cuenta, sin embargo, que la adición de cantidades mayores de agua es indeseable en virtud de que la mezcla resultante de tripolifosfato de sodio y silicato acuoso no da el grado apropiado de pegajosidad necesario para obtener los gránulos deformables plásticos y suaves que se trata de obtener. La producción de estos gránulos deformables y plásticos es necesaria en la práctica de la presente invención para obtener, después de
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



5. secado, gránulos fuertes que tengan una densidad deseablemente baja, v.g., de 0,7 a 0,8 g./cc. aproximadamente y que no se desmoronen al ser mezclados en seco con otros ingredientes en una mezcladora.

10. En la manufactura del presente producto, es conveniente mantener la proporción molar de SiO_2 con respecto al tripolifosfato de sodio por lo menos en 1:1 con el fin de proveer buena inhibición a la corrosión. Esta proporción de silicato con respecto al tripolifosfato de sodio es suficiente para reducir materialmente o eliminar la corrosión indebida del equipo de metal por el producto detergente final. Proporciones menores de silicatos no son tan efectivas. Las soluciones de silicato de sodio que han demostrado ser efectivas en la presente invención se indican a continuación.

Nombre del Producto	Feso % Na_2O	Peso % SiO_2	Peso % H_2O	Proporción Feso $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$
20. D	14,7	29,4	55,9	2,00:1
C	18,0	36,0	46,0	2,00:1
B-W	19,5	31,2	49,3	1,80:1

25. Los productos anteriores son marcas registradas de Philadelphia Quartz Company, Philadelphia, Pennsylvania.

Los siguientes ejemplo se dan para ilustrar la presente invención y no han de considerarse como una limitación de la misma.

Ejemplo 1

30. 11,340 Kilogramos de tripolifosfato



de solido en polvo, que presenta una distribución de tamaño de malla como sigue:

	4,9%	malla -40 a +50
	9,1%	malla -50 a +70
5.	12,0%	malla -70 a +100
	74%	malla -100

- y con una densidad de 0,93 g./cc. fueron colocados en una mezcladora rotatoria. La mezcladora era de 45,72 cms. de diámetro por 45,72 de largo y contenia siete paletas de 5,08 cms. de alto para alzar y volcar al producto en la misma. La mezcladora fue luego activada y permitido girar a una velocidad de 15 rpm. Mientras la mezcladora estaba girando, una mezcla de 7,931 Kilogramos de solución de silicato marca D (Philadelphia Quartz Co.) conteniendo 14,7% Na₂O, 29,4% SiO₂ y 55,9% H₂O, y 0,231 Kilogramo de agua (equivalente a 3% por peso de agua para reducir la viscosidad de la solución de silicato) fue alimentada por gravedad a través de un tubo de 12,7 mm. dentro de la mezcladora. La base del tubo que se extendió dentro de la mezcladora contenia ocho pequeños agujeros separados aproximadamente 5,08 cms. a través de los que la solución de silicato podia ser finamente distribuida sobre el lecho volcado de tripolifosfato de sodio. Toda la solución de silicato fue agregada sobre un periodo de veinte minutos. La tanda se volvió pegajosa, y todo el material en polvo fue aglomerado en terrones irregulares que eran pegajosos y plásticos. Estos terrones plásticos fueron secados a 652 C.



- hasta endurecer y fueron luego triturados y tamizados. Aproximadamente 80% de las partículas trituradas fueron recuperadas como un producto granulado de malla -8 a +50, teniendo una densidad de
5. 0,85 g./cc. con aproximadamente 20% siendo separado como fines de -50 de malla. Una muestra del producto granulado fue usada para preparar una solución acuosa al 1% y se encontró que estaba completamente libre de insolubles, y además se encontró que
10. tenía un pH de 10,7. El producto granulado contenía 19,5% de humedad total (al encenderse) y tenía una proporción molar de SiO_2 con respecto al tripolifosfato de sodio de 1,23:1. Para determinar la resistencia del producto granulado se mezcló por completo una muestra con otros ingredientes convencionales de detergente en una mezcladora mecánica y el producto granulado no se desmoronó ni aumentó la densidad de volumen.
- 15.

Ejemplo 2

20. El procedimiento del Ejemplo 1 fue repetido con excepción de que solamente 9,072 Kilogramos de tripolifosfato de sodio en polvo fueron agregados a la mezcladora junto con 2.268 Kilogramos del producto granulado de malla -50 del Ejemplo 1. Además, la cantidad de solución de silicato
25. agregada fue reducida por 20%. La solución de silicato fue agregada a una velocidad más lenta y se necesitaron 36 minutos para añadir toda la solución de silicato. Los terrones pegajosos resultantes
30. se secaron de nuevo a 65° C. hasta endurecer, tri-



5. turados y tamizados. Aproximadamente 80% de la tan-
da total fue recuperado como producto granulado de
malla -8 a +50 teniendo una densidad de volumen de
0,76 g./cc. Se usa una muestra del producto resul-
tante para hacer una solución acuosa al 1% y se en-
contro que no contenia insolubles y tenia un pH de
10,7. El producto contenia 20,5% de humedad total (al
encenderse) y tenia una proporción molar de SiO_2
con respecto al tripolifosfato de sodio de 1,23:1.
10. El producto resultante se conformo en particulas
duras que no fueron desmoronadas al mezclarse me-
cánicamente con otros ingredientes del detergen-
te.

Ejemplo 3

15. Se repitio el procedimiento del E-
jemplo 1 con la excepción de que se usaron 13.608
Kilogramos de tripolifosfato de sodio en polvo te-
niendo una distribución de tamaño de malla como si-
gue:

20.	0,9%	malla -50 a +60
	2,1%	malla -60 a +70
	8,8%	malla -70 a +100
	88,2%	malla -100

25. y teniendo una densidad de 0,91 g./cc. Una mezcla
de 8.618 Kilogramos de silicato de sodio marca D
y 0,353 Kilogramos de Triton X-100 (agente humec-
tante de Rohm and Haas Company, iscoctil fenil po-
lietoxi etanol) fueron agregados al lecho agitado
de tripolifosfato de sodio en un periodo de una
30. hora. No se agrego agua a la solución de silicato



- de sodio. Los terrones pegajosos y plásticos resultantes se secaron luego a 65° C. y se trituraron y tamizaron. Aproximadamente 80% de la tanda resultante fue recuperada como un producto granulado de malla -8 a +50. Tenia una densidad de 0,68 g./cc., una proporción molar de SiO₂ con respecto al tripolifosfato de sodio de 1,22:1 y un contenido total de humedad (al encenderse) de 19,9%. Una muestra del producto granulado al formarse en una solución acuosa al 1% dió un pH de 10,6 y se encontraba libre de insolubles. En el ejemplo anterior la adición lenta del silicato y el uso de un agente humectante parecen contribuir a disminuir la densidad del producto resultante.

15.

Ejemplo 4

- Se agregaron 9.072 Kilogramos de tripolifosfato de sodio en polvo, teniendo un tamaño de partícula como se indica en el Ejemplo 3, a una temperatura de 75° C. a la mezcla rotatoria (descrita en el Ejemplo 1) y se agregaron 2.268 Kilogramos de finos de malla -50 del producto del Ejemplo 3. Una mezcla de 5.715 Kilogramos de solución de silicato marca D, 0,177 Kilogramo de agua y 0,255 Kilogramo de agente humectante Tergitol Min-Foam (Union Carbide Company), etoxilato de alcohol lineal modificado, se agregó al lecho volcado de tripolifosfato de sodio sobre un periodo de 27 minutos. La mezcla resultante estaba casi totalmente en la forma de un aglomerado pegajoso y plástico de malla -4 a +8. El producto se seco a 65° C. hasta en

20.

25.

30.



- 8 ENE. 1968

5. durecer y luego fue triturado y tamizado. La parte mayor del producto fue separado como un producto granulado de malla -8 a +50 que tenía una densidad de 0,79 g./cc., un contenido total de humedad de 16,6 % (al encenderse) y una proporción molar de SiO_2 con respecto a tripolifosfato de sodio de 1,10:1. Una muestra del producto resultante al formarse en una solución acuosa al 1% dió un pH de 10,6. El producto seco presentaba la forma de gránulos duros que no se desmoronaron al mezclarse con otros ingredientes del detergente en una mezcladora mecánica.

N O T A

15. 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
20. Norteamérica con el nº Ser 696.114, y fecha 8 de enero de 1.968, 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 una Patente de In-
25. vención por 20 años, en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION DETERGENTE GRANULADA"; caracterizándose por lo siguiente:

30. 1a.- Procedimiento para producir una composición detergente granulada, en partículas fuertes y estables, conteniendo una mezcla de un silicato



y tripolifosfato de sodio en la proporción molar de por lo menos 1 : 1 y que dan un pH de por lo menos 10.5 en una solución acuosa al 1%, caracterizado porque

5.

comprende agregar una solución acuosa de un silicato de sodio que tiene una proporción en peso de SiO_2/Na_2O inferior a 2,40:1 con respecto a una base de tripolifosfato de sodio en polvo hasta que la proporción molar de SiO_2 con respecto al tripolifosfato de sodio es por lo menos de 1 : 1, con lo que una

10.

mezcla pegajosa de dicha edición, agitar la mezcla pegajosa para formar gránulos plásticos y deformables, calentar y secar los gránulos plásticos en una zona de calentamiento mantenida a una temperatura desde 60° a 80° C. aproximadamente, y recuperar partículas granuladas secas.

15.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la solución acuosa del silicato de sodio tiene una proporción en peso de SiO_2/Na_2O de 2,0:1.

20.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque las partículas secas recuperadas como producto tienen un tamaño de malla +8 a +50.

25.

4ª.- Procedimiento para producir una composición detergente granulada; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta que 13 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 8 ENE 1957

EMC. COREGOATION
A. GONZALEZ RODRIGUEZ