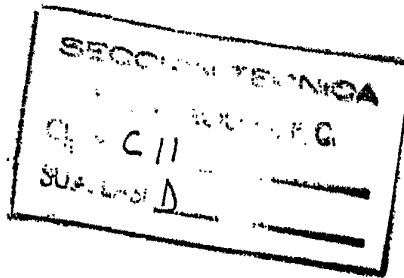


366406



PATENTE DE INVENCIÓN

FMC No. 3199.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS GRANULADAS DE
FOSFATO-SILICATO RESISTENTES

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

La invención se refiere a producir partículas granulares, pequeñas y fuertes, de fluir libre que contienen una mezcla de un fosfato hidratable y un silicato, y que se disuelven rápidamente por completo en agua.

5. En el procedimiento de manufacturar una formulación



detergente, de mezcla seca, estructurada, para uso en lavadoras de platos o para limpiar, es común usar un fosfato de sodio tal como tripolifosfato de sodio, como el estructurador, junto con otros ingredientes comunes. Estos otros ingredientes incluyen agentes sintéticos de superficie aniónicos o no-aniónicos, agentes contra redepósitos tal como carboximetilcelulosa de sodio, extensores, perfumes, agentes blanqueadores tal como cianuratos clorados, y limpiadores alcalinos tal como carbonato anhidro de sosa y sosa cáustica. El anterior detergente estructurado con fosfato, cuando se usa en lavadoras de platos o equipo limpiador convencional, es conocido por ser corrosivo tanto a metal como a los artículos esmaltados con que hace contacto. Para inhibir esta corrosión, es incorporado un silicato de metal alcalino, normalmente silicato de sodio, en la formulación del detergente. El silicato de metal alcalino de la formulación de detergente, mejorando por ello la detergencia y amortiguándolo contra mugre ácida removida durante la limpieza.

Se encuentran serios problemas en mezclar tripolifosfato de sodio y un silicato en una formulación de detergente de mezcla en seco. Estos ingredientes tienden a combinarse juntos en aglomerados que forman panes y evitan que la mezcla sea uniforme y de fluir libre. Asimismo, estos aglomerados se segregan en el paquete de detergente y no son dispersados de manera homogénea con los ingredientes restantes de la formulación de detergente. Otra sería dificultad es que las partículas altamente alcalinas del silicato de metal alcalino irritan la piel humana si estas partículas hacen contacto con las manos del consumidor durante la limpieza o mientras se surte la formulación de detergente en una lavadora de platos.

Una solución a estos problemas es indicada en la Paten-

24 ABR 1959

te de EE.UU. 2,909,490 expedida a Max Metzger el 20 de octubre de 1.959. La patente describe la manufactura de composiciones dobles de tripolifosfato de sodio y silicato de sodio acuoso en mezclas al poner en contacto a estos ingredientes a menos de 60°C. para que el tripolifosfato de sodio anhidro deshidrate a las mezclas acuosas de silicato de sodio para dar una mezcla con apariencia seca.

Esta mezcla doble patentada tiene ciertos inconvenientes. Inicialmente, puede formarse solamente con los silicatos menos alcalinos, v.g., $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ en proporciones por peso de 3.22:1 a 2.40:1. Además, cuando son deseadas altas proporciones de mol de sílice a fosfato, v.g., cuando menos 1:1, en la mezcla para óptima inhibición de corrosión, solo los silicatos menos alcalinos ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 3.22:1) pueden emplearse para obtener el producto doble del titular de la patente. Esto es una desventaja en virtud de que los ingredientes altamente alcalinos, de preferencia aquellos que rinden productos teniendo un pH de cuando menos 10.5 en una solución acuosa al 1 %, son deseados para obtener mejor detergencia y evitar precipitados en la formulación de detergente disuelta. Asimismo, al almacenarse, el alto contenido de humedad libre de la mezcla doble facilita el aterronado y la absorción indeseada de dióxido de carbono atmosférico que convierte a los silicatos en sílice insoluble y ocasiona obscurecimiento de la solución final de detergente.

De acuerdo con la presente invención, las partículas granulares fuerte de fluir libre que contienen una mezcla de un fosfato de metal alcalino hidratable y un silicato de metal alcalino en donde la proporción molar de SiO_2 a fosfato es cuando menos 1:1 y que dan un pH de cuando menos 10.5 en una



24 ABR 1963

- solución acuosa al 1 %, son producidas al calentar un fosfato de metal alcalino a una temperatura de 60 a 100°C. (de preferencia 60-75°C.), gradualmente agregando una solución acuosa de un silicato de metal alcalino (de preferencia un silicato de sodio teniendo una proporción de peso de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ inferior a 2.4:1) al fosfato de metal alcalino mientras el fosfato de metal alcalino está siendo agitado, mantener la mezcla resultante del fosfato y el silicato de metal alcalino a una temperatura de 60 a 100°C., evaporar continuamente agua de la mezcla, controlar la proporción de adición de la solución de silicato para que la mezcla resultante sea mantenida en una forma granular en partículas de apariencia seca, continuar agregando la solución de silicato hasta que las partículas granulares de apariencia seca tengan una proporción molar de SiO_2 a fosfato de cuando menos 1:1 y recuperar las partículas granulares.

- Al realizar la presente invención, se usa un fosfato de metal alcalino hidratable ya sea en forma granulada, v.g., malla-10 a 200, o en forma de polvo, v.g., malla -100 (Norma de los EE.UU.). La forma granulada es preferida, particularmente en un límite de tamaño predominante de malla 20 a +100. El fosfato hidratable puede ser tripolifosfato de sodio, $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$; pirofosfato tetrasódico, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$; ortofosfato trisódico, Na_3PO_4 ; o trimetafosfato de sodio, $(\text{NaPO}_3)_3$; o una sal de potasio correspondiente, v.g., tetrametafosfato de potasio, $(\text{KPO}_3)_4$, o pirofosfato de potasio, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$. El fosfato preferido es tripolifosfato de sodio que es usado comunmente en mezclas de detergente. El fosfato hidratable, v.g., tripolifosfato de sodio, es colocado en una cámara de reacción agitada tal como una mezcladora Hobart, un tambor rotatorio o distinto re-



recipiente agitado, calentado a una temperatura de 60 a 100°C. (de preferencia 60 a 75°C) y mantenido en un estado de agitación constante.

- A este lecho calentado y agitado de fosfato hidratable se agrega luego un silicato de metal alcalino, de preferencia una solución de silicato de potasio o de sodio teniendo una proporción de peso $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ inferior a 2.40:1, en donde M es sodio o potasio. Una solución de silicato de sodio especialmente útil es el producto de la Philadelphia Quartz Company, 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 es dispersada sobre el lecho calentado de fosfato hidratable, de preferencia por medio de boquillas de rocío o distintos medios de distribución fina a una proporción que no ocasiona que la mezcla resultante se haga excesivamente pegajosa. El agua es constantemente evaporada de la mezcla resultante para evitar que la solución de silicato de metal alcalino que entra ocasione que las partículas pequeñas de la mezcla se adhieran en agregados indeseablemente grandes.
5. Cuando la solución de silicato de metal alcalino se agrega de la manera apropiada, la mezcla resultante permanece de apariencia seca sin cambiar su forma de granulado sin perder su naturaleza de partículas pequeñas. Una parte principal del producto granulado es recuperado está en los límites de malla -10 a +80 si se parte del fosfato hidratable granulado preferido de malla -20 a +100. Si se usa una alimentación de fosfato hidratable más fino, v.g., un fosfato en polvo, el producto resultante contendrá algunas partículas de tamaño más pequeño, esto es, de menos de malla 80.
10. El procedimiento puede realizarse ya sea como un
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- procedimiento o tanda o sobre una base continua. En operación continua, cualesquiera partículas de tamaño inferior son recicladas de regreso al lecho agitado de fosfato hidratable para ser procesadas más hasta ser de tamaño de producto apropiado. Las partículas de tamaño mayor, si las hay, pueden triturarse y cualquiera fracción de tamaño inferior, una vez separado el tamaño de producto deseado, de malla -10 a +80, es reciclada al lecho de fosfato hidratable, agitado, para someterse más a procedimiento.
- 5.
10. Una solución de silicato de sodio tal como el silicato marca D que contiene aproximadamente 55 % de agua puede usarse como se recibe del fabricante y agregarse directamente al fosfato hidratable. Sin embargo, en casos en que la solución de silicato es tan viscosa que el bombeo, rociado y/o
15. dispersión de la solución sobre el lecho de fosfato es impedido, puede agregarse suficiente agua a la solución de silicato para reducir la viscosidad de la solución de silicato a un nivel apropiado para trabajarse. Además de reducir la viscosidad, el agua que se agrega permite a la solución de silicato dispersarse con mayor facilidad en todo el lecho de fosfato hidratable. Sin embargo, la adición de cantidades excesivas de agua es indeseable en virtud de que esta agua debe evaporarse de la mezola y aumenta el tiempo de reacción y la entrada de calor requeridos para preparar el producto final.
- 20.
25. En la manufactura del producto preferido, es deseado mantener la proporción molar de SiO_2 a tripolifosfato de sodio en un nivel de cuando menos 1:1 con el fin de proveer una buena inhibición de corrosión. Esta proporción molar y más altas de silicato a tripolifosfato de sodio son suficientes para reducir materialmente o eliminar la corrosión inde-
- 30.

24 ABR. 1969

bida del equipo de metal que entra en contacto con el actual producto de silicato-fosfato cuando es incorporado en una formulación final de detergente. Los ejemplos de algunas soluciones de silicato de sodio que han sido encontrado ser efectivas en la presente invención se lista a continuación:

5.

Nombre del producto	Peso % Na ₂ O	Peso % SiO ₂	Peso % H ₂ O	Proporción Peso SiO ₂ /Na ₂ O
D	14.7	29.4	55.9	2.00:1
C	18.0	36.0	46.0	2.00:1
BW	19.5	31.2	49.3	1.60:1

10.

¹ Los anteriores nombres de producto son marcas registradas de Philadelphia Quartz Co., Philadelphia, Pennsylvania.

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar la presente invención y no se consideran como limitación de la misma.

15.

Ejemplo 1

Una muestra de 500 gramos de un fosfato de sodio, como se indica en la Tabla 1, fué colocada en una mezcladora Hobart Modelo N-50 equipada con un batidor plano. Un capuchón de calentamiento operado eléctricamente y cintas de calentamiento fueron colocadas alrededor de la mezcladora para calentar el contenido de la mezcladora. El batidor plano fué activado y la mezcla fué continuada durante toda la corrida. El capuchón y las cintas de calentamiento fueron activados, y el contenido de la mezcladora fué mantenido entre 60-72°C. durante toda la corrida. Una mezcla de silicato de sodio acuoso, como se indica en la Tabla 1, fué luego agregada a gotas a una proporción de 0.2 gramos/minuto aproximadamente. El agua fué continuamente evaporada de la mezcla durante la corrida. La proporción de adición de la solución de silicato fué controlada al observar la mezcla; si las partículas pequeñas de la

20.

25.

30.



- mezcla comenzaron a adherirse en agregados indeseablemente grandes, la adición de la solución de silicato fué suspendida hasta que suficiente agua fué evaporada de la mezcla para restaurar su forma de apariencia seca. Los productos finales
5. fueron de apariencia seca, de fluir libre, en partículas fuertes completamente solubles y de disolución rápida, conteniendo silicato de sodio y fosfato de sodio; las partículas fueron analizadas y los resultados son indicados en la Tabla 11. Las propiedades físicas de las partículas son asimismo reportadas en la Tabla 11.
- 10.

- La anterior técnica fué repetida en otras corridas usando diversas mezclas de fosfatos de sodio y silicato de sodio en diferentes proporciones molares de SiO_2 a fosfato. Los materiales de alimentación y sus propiedades son reportados
15. en la Tabla 1, mientras que las propiedades y análisis de los productos son indicados en la Tabla 11.

Ejemplo 2

- El procedimiento del Ejemplo 1, Corrida 1, fué repetido, con excepción de que "Kasil 88", un producto patentado conteniendo 9.1 por ciento por peso de K_2O , 19.9 por ciento por peso de SiO_2 y 71 por ciento por peso de H_2O fué usado en
20. lugar de la solución de silicato de sodio. El producto granulado obtenido fué encontrado tener las mismas características deseables de resistencia, capacidad de fluir libre y disolución rápida que el producto de la Corrida 1.
- 25.



T A B L A 1

Co- rri- da No.	Propiedades del Fosfato de Sodio			Solución de Silicato de Sodio					Relación Molar SiO ₂ / Fosfato en mezcla
	Método de Manu- factura	Densidad Volumen g/oc.	Tama- ño - Malla	Con- bre	Peso % Na ₂ O	Peso % SiO ₂	Peso % H ₂ O	Relación SiO ₂ /Na ₂ O	
1	Secado al rocío STPP ¹ granulado densidad ligera	0.48	todos -20 +100	D	14.7	29.4	55.9	2.00:1	2.20:1
2	Densidad pesada horno rotatorio STPP granu- lado	0.90	"	"	"	"	"	"	"
3	STPP granu- lado secado al rocío densidad ligera	0.47	"	"	"	"	"	"	"
4	STPP en polvo	0.76	sustan- cialmente todo -100	"	"	"	"	"	"
5	STPP granu- lado secado al rocío	0.48	todo -20 +100	BW ²	19.5	31.2	49.3	1.60:1	2.35:1
6	STPP gra- nulado se- cado al rocío den- sidad ligera	0.48	todos -20 +100	D	14.7	29.4	55.9	2.00:1	3.65:1
7	"	"	"	"	"	"	"	"	5.40:1
8	TSPP ³	---	todos -20 +100	"	"	"	"	"	1.41:1
9	TSP ⁴	---	todos -20 +100	"	"	"	"	"	1.1:1

¹STPP - tripolifosfato de sodio
²Diluido en agua 16% adicional para reducir su viscosidad
³TSPP - pirofosfato tetrasódico
⁴TSP - ortofosfato trisódico

24 ABR 1969

T A B L A 2

Co- rri- da No.	Análisis Tamiz	%	Capa- cidad Fluir	pH de solu- ción acuosa al 1%	Propor- ción de disolu- ción (sol. 0.5% H ₂ O)	Densi- dad volu- men g./cc.	%		% Sili- cato de Sodio	% H ₂ O ³
							STPP, 6H ₂ O ¹	STPP anhid. ²		
1	mallas +10 -10 +20 -20 +80 -80	10.5 83.0 6.5 0	fluir libre	10.5	21°C-90 seg. 60°C-30 seg.	0.67	7.2	50.0	31.8	11.0
2	"	23.0 47.9 20.1 9.0	"	"	60°C-60 seg.	1.10	5.3	53.3	29.9	11.5
3	"	31.0 58.1 9.4 1.5	"	"	21°C-120 seg. 60°C-45 seg.	0.98	8.7	53	27.8	10.5
4	"	38.0 14.1 27.9 20.0	"	"	21°C-180 seg. 60°C-45 seg.	1.24	3.3	54.9	32.4	9.4
5	"	5.0 39.0 56.0 0	"	11.4	21°C-100 seg. 60°C-30 seg.	0.60	2.0	58.3	27.8	13.6
6	"	22.0 68.5 8.5 1.0	"	10.5	21°C-120 seg. 60°C-45 seg.	0.90	---	40	36.3	---
7	"	73.2 26.7 0.1 0	"	10.7	21°C-240 seg.	1.06	---	35	45.6	---
8	"	18.2 72.7 7.9 1.2	"	10.5	21°C-240 seg.	0.92	---	59.5% TSP ⁴	28.5	
9	"	31.6 66.8 1.5 0.1	"	11.3	21°C-165 seg. 60°C-50 seg.	0.96	---	52.3% TSP ⁵	25.95	

¹STPP - 6H₂O - tripolifosfato de sodio hexahidratado
²STPP Anhid. - tripolifosfato de sodio anhidro
³Humedad no ligada molecularmente
⁴TSP - tetrasódico anhidro
⁵TSP - trisódico anhidro



24 ABR. 1968

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 sus-

5. ceptibles 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 Ser. No. 723.907 de fecha 24 de abril de 1.968, accogiéndose 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 PRODUCIR PARTICULAS GRANULADAS DE FOSFATO-SILICATO RESISTENTES, caracterizándose por lo siguiente:
15. 1º.- Procedimiento para producir partículas granuladas de fosfato-silicato resistentes, de fluir libre, completamente solubles y de apariencia seca que contienen como ingredientes esenciales una mezcla de un fosfato de metal alcalino hidratable y un silicato de metal alcalino hidratable y un silicato de metal alcalino, en donde la proporción molar de SiO_2 con respecto al fosfato es de cuando menos 1:1 y que da un pH de cuando menos 10.5 en una solución acuosa al 1 %, caracterizado porque comprende calentar un fosfato de metal alcalino en forma de partículas a una temperatura de 60 a 100°C. aproximadamente, agregar gradualmente una solución acuosa de silicato de metal alcalino teniendo una proporción por peso de $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ inferior a 2.40:1 aproximadamente con respecto al fosfato, en donde M es seleccionada del grupo formado por sodio y potasio, mantener la mezcla resultante del fosfato y la solución de silicato a una temperatura de 60 a 100°C aproximadamente, evaporar
- 20.
- 25.
- 30.

24 ABR 1969



5. agua continuamente de la mezcla, controlar la proporción de adición de la solución de silicato para que la mezcla sea mantenida en una forma granulada de partículas de apariencia seca, continuar agregando la solución de silicato hasta que las partículas granuladas de apariencia seca tengan una proporción molar de SiO_2 con respecto al fosfato de cuando menos 1:1 y recuperar las partículas granuladas de apariencia seca.

10. 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la temperatura de la mezcla resultante es mantenida entre 60º a 70ºC. aproximadamente.

3º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el fosfato de tripolifosfato de sodio, pirofosfato tetrasódico u ortofosfato trisódico.

15. 4º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la viscosidad de la solución de silicato de metal alcalino es reducida al agregar agua a esa solución.

5º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque las partículas granuladas de apariencia seca recuperadas tienen un tamaño de malla -10 a +80 aproximadamente.

20. 6º.- Procedimiento para producir partículas granuladas de fosfato-silicato resistentes, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

25.

Madrid,

24 ABR. 1969

FMC CORPORATION.

L. GÓMEZ ACEBO Y MODEY
Firmado: F. Hernández Rull