

P.- 45.479

MP.143/Spain

382252



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>Col</u>
WIBLASE <u>b</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de ALBRIGHT & WILSON LIMITED

entidad / ~~de nacionalidad~~ británica

con domicilio en Oldbury, cerca de Birmingham, Warwickshire,
Inglaterra,

por: "UN METODO PARA LA PREPARACION DE TRIPOLIFOSFATO DE
SODIO O POTASIO" (Clase Internacional Colb)

25.8.70

29



5 La presente invención se refiere a la fabricación de tripolifosfatos de sodio o potasio. Es conocida la fabricación de tripolifosfato sódico secando por pulverización una solución de ortofosfato que contiene aproximadamente 1,67 átomos de sodio por átomo de fósforo para formar una composición sólida conocida como "mezcla orto". La mezcla orto se calcina, por ejemplo en un horno rotativo a una temperatura comprendida entre 200 y 600°C para formar tripolifosfato sódico. El tripolifosfato potásico se puede producir por un método análogo.

10

Es deseable producir tripolifosfato sódico de diferentes densidades aparentes para usos diferentes. Por ejemplo, algunos consumidores demandan un producto de "baja densidad" que usualmente tiene una densidad relativa comprendida entre 0,4 y 0,5; otros consumidores requieren "densidad intermedia", con una densidad relativa de 0,6 a 0,8; mientras que otros consumidores exigen un producto de "densidad alta", con una densidad relativa mayor de 0,9.

15

El sistema de fabricación arriba descrito, aunque es en general el método mejor y más ampliamente adoptado para fabricar tripolifosfato, tiene dos graves desventajas: da lugar a un producto indeseablemente demorable y es inflexible con respecto a la densidad aparente del producto. Se ha encontrado que la densidad aparente depende fundamentalmente del diseño del secadero de pulverización. La mayoría de los fabricantes del Reino Unido han elegido trabajar con instalaciones adaptadas para fabricar tripolifosfato sódico de baja densidad y han buscado diversos medios de aumentar la densidad del produc-

20

25

30

26.8.70

382252

to para necesidades particulares.

Se ha descubierto un método para fabricar tripolifosfato sódico o potásico que da lugar a un producto menos desmenuzable que hasta ahora, y que es suficientemente flexible para producir un material de densidad que varía desde baja a intermedia o más alta. Una ventaja particular del procedimiento es que la instalación existente puede adaptarse para operar de acuerdo con el mismo. Otra ventaja es que puede utilizarse para ajustar la distribución de tamaños de partícula convirtiendo finos en material granular.

La presente invención, por tanto, proporciona un método para fabricar tripolifosfato sódico o potásico que comprende mezclar un tripolifosfato preformado que tiene una densidad aparente menor de 0,9 con una solución de ortofosfatos adaptada para formar triploifosfatos por deshidratación, y calentar luego la mezcla a una temperatura comprendida entre 200 y 600°C durante un tiempo suficiente para convertir el ortofosfato sustancialmente en tripolifosfato. Preferiblemente, los componentes se mantienen suficientemente fríos durante el mezclado a fin de permitir que se forme una mezcla de ortofosfato y tripolifosfato hidratado que fluya libremente.

Preferiblemente, el tripolifosfato preformado se prepara calcinando una mezcla adecuada de ortofosfato (p. ej. una "mezcla orto" preparada secando por pulverización una solución de ortofosfatos) en, por ejemplo, un horno rotativo. El tripolifosfato preformado se mezcla preferiblemente con una parte recirculada del producto de tripolifosfato final, o puede estar constituido por producto

29 AGO



5 final recirculado. Los sólidos preformados pueden mezclarse luego con la solución de ortofosfato (P. ej., en un mezclador de pulverización) y calcinarse en un aparato adecuado tal como un horno rotativo. El mezclado y la pulverización pueden llevarse a cabo en un solo recipiente o bien en un mezclador de tipo "mixer-blender" seguido por un mezclador de pulverización. Pueden utilizarse una diversidad de recipientes de mezclado provistos de pulverizadores o métodos similares de distribución de la solución.

10 Por ejemplo, se ha encontrado que son satisfactorios un mezclador de paleta en Z o un mezclador de tambor. Puede utilizarse también un lecho fluidificado.

15 Se ha encontrado que puede variarse la densidad aparente del producto alterando la porporción del producto final que se recircula. En general, cuanto mayor es la recirculación del producto final, tanto mayor es el grado en que se aumenta la densidad aparente del producto final sobre la del tripolifosfato preformado. Se prefiere preformar tripolifosfato de densidad aparente baja. Se encuentra, no obstante, que los materiales que contienen una gran cantidad de finos pueden sufrir una pérdida inicial de densidad. Esto es debido a la reducción de la fracción de estos finos.

20

25 El producto recirculado que sale del horno puede enfriarse antes de mezclarlo con la solución de ortofosfato, p. eje., por enfriamiento indirecto. No obstante, puede obtenerse una mayor eficiencia térmica pulverizando la solución de ortofosfato sobre el tripolifosfato caliente. La condición preferida es que el tripolifosfato -ortofosfato en el mezclador de pulverización se lleve a

30



una temperatura (menor de 120°C) a la que pueda tener lugar la hidratación del tripolifosfato. No obstante, incluso si la temperatura se reduce sólo a 200°C, temperatura a la cual no puede tener lugar la hidratación, el procedimiento todavía es efectivo.

5

Típicamente, el procedimiento comprende fabricar una solución que contiene una mezcla de ortofosfatos, por ejemplo neutralizando ácido fosfórico con álcalí, tal como carbonato sódico. La solución de ortofosfato purificada

10

puede tener una composición correspondiente a la empleada normalmente en la fabricación de tripolifosfato, esto es, una proporción de sodio o potasio a fósforo de aproximadamente 1,67 y una concentración de P_2O_5 de aproximadamente 30%

15

en peso. Esta composición puede variarse muy ampliamente dentro de ciertas limitaciones económicas. Por ejemplo, a medida que la concentración de la solución se reduce por debajo de aproximadamente 25% de P_2O_5 , el coste de la evaporación del agua llega a ser antieconómico, y es inverosímil que ningún procedimiento comercialmente satisfactorio

20

podiese operar por debajo de aproximadamente 10% de P_2O_5 . Pueden emplearse soluciones mucho más concentradas que

30% de P_2O_5 , p. ej., hasta 60% ó más, pero el coste aumentado del ácido fosfórico concentrado y la mayor viscosidad

25

con las dificultades consiguientes de manipulación y pulverización hacen que la operación no sea atractiva comercialmente a una concentración inicial mayor de aproximadamente

30% de P_2O_5 . Es improbable que pudiesen hacerse intentos comerciales para secar por pulverización o mezclar por pulverización una solución que tuviese una concentra-

30

ción inicial mayor de aproximadamente 40% de P_2O_5 .

25.8.70

29 AGO. 1970



El tripolifosfato puro tiene una proporción teórica de metal alcalino a fósforo de 5:3, y las soluciones empleadas en la práctica se ajustan usualmente todo lo posible a esta proporción en la medida en que las circunstancias industriales lo permiten, a fin de maximizar el rendimiento de tripolifosfato. Para algunos fines, no obstante, son satisfactorias o preferibles mezclas de tripolifosfatos con otros fosfatos condensados, especialmente pirofosfatos. Por tanto, es posible de acuerdo con la presente invención emplear proporciones atómicas mayores o menores que la cifra estequiométrica para el tripolifosfato puro, con tal que la mezcla sea capaz de formar un producto que contenga una proporción sustancial (p. ej., mayor del 20% en peso) de tripolifosfato, y preferiblemente una proporción mayor después de una calcinación adecuada.

Preferiblemente se utiliza aproximadamente la mitad (p.ej., de 1/6 a 5/6) de la solución de ortofosfato para preparar el tripolifosfato preformado, y el resto se mezcla con los productos preformado y recirculado. La solución para preparar el tripolifosfato puede secarse por pulverización para formar mezcla orto y la mezcla orto puede calcinarse en un horno rotativo, o bien puede adaptarse el secadero de pulverización para producir directamente tripolifosfato preformado, o se puede emplear un horno alternativo, tal como un lecho fluidizado. El tripolifosfato preformado se puede enfriar antes de su empleo o enfriarse en el procedimiento por adición de la solución de ortofosfato en el mezclador de pulverización.

El tripolifosfato preformado tiene preferiblemente

30
25.8.70



una densidad aparente menor de 0,6, p. ej., de 0,4 a 0,5. Se puede mezclar con cualquier producto final recirculado, sea antes o después de la mezcla con el resto de la solución de ortofosfato. Preferiblemente, los materiales preformados y recirculados se mezclan y más tarde se mezclan por pulverización con la solución de ortofosfato. La solución de ortofosfato puede actuar como refriferante si se desea, además de suministrar agua de hidratación para los tripolifosfatos preformados y recirculados. En este caso se prefiere mezclar los tripolifosfatos calientes y pulverizarlos después del mezclado.

Cuando los ortofosfatos se pulverizan sobre los productos de tripolifosfatos previamente enfriados, se prefiere que la cantidad total de agua en la solución suministrada al mezclador de pulverización no sea mayor que seis moles por mol de tripolifosfato sólido de tal manera que los fosfatos mezclados no contengan nada de agua libre antes de la calcinación, sino que comprendan una mezcla sólida de ortofosfato, tripolifosfato y tripolifosfato hexahidratado.

Cuando los ortofosfatos se pulverizan sobre tripolifosfatos calientes, en cambio, puede añadirse algo de disolución adicional para compensar el agua perdida por evaporación.

Está dentro del alcance de la invención mezclar tripolifosfatos recirculado caliente con tripolifosfato o mezcla tripolifosfato/ortofosfato preformados previamente de manera directa o indirecta, y ésta puede ser en algunas circunstancias el método preferido de operación, p. ej., en la recuperación de finos residuales.

25.8.70

29 Agosto 1970

La mezcla final de ortofosfato y tripolifosfato se calcina preferiblemente en horno rotativo, pero se pueden emplear también otros calcinadores conocidos, tales como lechos fluizados.

5 El ortofosfato y el tripolifosfato se pueden mezclar por pulverización dentro de un campo amplio de temperaturas, pero preferiblemente el material debe dejar el mezclador de pulverización a menos de 120°C, p. ej., 70-90°C. A esta temperatura, la hidratación del tripolifosfato se
10 completará sustancialmente. No obstante, no se excluyen las temperaturas superiores a 120°C. Por ejemplo, será efectiva la pulverización de la solución de ortofosfato sobre la mezcla tripolifosfato recirculado/tripolifosfato preformado de tal manera que la temperatura se reduzca a
15 200°C. No obstante, en estas condiciones no se hidrata el tripolifosfato. El uso de la etapa de hidratación permite una adición de líquido mucho mayor, con un buen control del tamaño de partícula y de la densidad aparente.

20 Las condiciones de calcinación tanto de los productos preformados como de los productos finales pueden estar de acuerdo con la práctica comercial normal, esto es, entre 300 y 500 °C durante 15 a 30 minutos. La temperatura puede utilizarse para controlar la relación de la forma cristalina de fase I a la forma cristalina de fase II en
25 el producto. Pueden emplearse tiempos más cortos que 15 minutos si la temperatura es suficientemente alta para formar una proporción sustancial de tripolifosfato. Podrían emplearse tiempos de hasta aproximadamente 5 horas o aún más largos, teóricamente, pero en la práctica es improbable que se logre beneficio alguno por un calentamiento du-

30
25.8.70

29 AGO.



rante más de 1 hora. La reacción puede catalizarse manteniendo una atmósfera de vapor de agua.

5 Con el fin de obtener un producto final de densidad intermedia, cuando el material preformado es de densidad baja, se prefiere recircular 1 a 2 partes en peso del producto final por cada parte retirada del sistema. Pueden utilizarse proporciones de reciclo mayores o menores si se requiere una densidad aparente final más alta o más baja.

10 En la práctica se puede formar cierta cantidad de partículas de tamaño excesivo. Estas pueden separarse por tratamiento y triturarse en un molino de martillo. Esta operación puede llevarse a cabo sobre el tripolifosfato recirculado o sobre el producto de densidad intermedia. El producto de tamaño excesivo, una vez triturado, 15 puede utilizarse como tal o hacerse volver al mezclador de pulverización.

En este procedimiento se utiliza solución de ortofosfato en el mezclado por pulverización, ya que esto da una producción aumentada de tripolifosfato. La solución 20 puede, no obstante, contener también tripolifosfato o cualquier otra combinación de fosfatos que pueda dar la estequiometría del producto final, p. ej., mezclas de ortofosfato y pirofosfato.

25 Se ha descrito la preparación separada de tripolifosfato preformado. Está también dentro del alcance de esta invención utilizar una mezcla de "mezcla orto" sólida y de tripolifosfato recirculado directamente en el mezclador de pulverización una vez que se ha establecido la recirculación. En este caso solamente el tripolifosfato recirculado se hidratará a hexahidrato, y la mezcla orto se conver-

30
25.8.70

29 AGO



tirá en tripolifosfato de densidad relativamente baja al pasar, junto con el hexahidrato, al horno. La densidad aparente media del producto mezclado será una densidad intermedia. Este método es ventajoso, al requerir solamente un horno. El procedimiento se inicia haciendo pasar mezcla orto al horno único para su conversión en tripolifosfato. Este material se pasa luego al mezclador de pulverización y se establece la recirculación. La desventaja de la operación con un solo horno como se ha descrito es que no hay corriente alguna de producto de tripolifosfato de densidad baja.

Los procedimientos específicamente descritos hasta ahora son continuos, pero está dentro del alcance de esta invención llevar a cabo el procedimiento en forma de una reacción por cargas y para ello hacerlo en un solo reactor que puede operar como mezclador de pulverización y como horno. Por ejemplo, un tambor de acero rotativo puede calentarse directa o indirectamente para formar tripolifosfatos a partir de la mezcla orto secada por pulverizado. Se interrumpe entonces el calentamiento y el producto caliente (300-500°C) se pulverizan luego con solución de ortofosfato hasta que se enfría y se hidrata al hexahidrato (70-90°C). Se restablece entonces el calentamiento para convertir el material mezclado por pulverización en tripolifosfato. Se repite esta operación con o sin adición de mezcla orto o de tripolifosfato preformado secados por pulverización al material densificado en el tambor rotativo.

La invención se ilustra por los siguientes ejemplos:

30
25.8.70

29 AGO.



EJEMPLO 1

Con referencia al dibujo de la Fig. 1, que es una lámina de diagrama de proceso de fabricación: La solución de ortofosfato sódico, preparada como en los procedimientos normales, razonablemente libre de impurezas, se mantiene en condiciones de almacenamiento en caliente (1) con 30% de P O . Una tubería (2) lleva la solución a un secadero de pulverización (3), desde el cual un transportador (4) lleva la mezcla orto seca a un horno rotativo (5) El tripolifosfato sódico preformado se transporta y enfría por medio de transportadores (6) enfriados con agua a un mezclador de pulverización (7) enfriado con agua. Está provisto un vertedero (8) después de los refrigerantes del transportador para la separación del tripolifosfato sódico preformado de baja densidad que se requiera. Un pulverizador (9) es abastecido por la tubería (10) después de la dilución con agua (o con solución diluida de ortofosfato) desde la tubería (11). Esta pulverización lleva a cabo la hidratación en el mezclador de pulverización (7). Se utiliza enfriamiento con agua en el grado requerido para mantener una temperatura baja. Los fosfatos mezclados procedentes de la pulverización y el mezclado se hacen pasar por un transportador (12) a un horno rotativo (13). Un transportador enfriado con agua (14) enfría y transporta tripolifosfato sódico desde el horno (13) al mezclador de pulverización (7). Está provisto un vertedero (15) para la retirada como producto final de una parte del tripolifosfato sódico del transportador (14).

30

El ácido fosfórico se neutraliza con carbonato

25.8.70

382252



29 AGO 1970

sódico y las impurezas se separan por filtración como en los procedimientos normales. La solución de ortofosfato con su proporción Na/P correctamente ajustada a 1,67 se concentra a 30% de P_2O_5 y se mantiene en el almacenamiento 1 a 100°C para ser alimentada al procedimiento.

Esta solución de ortofosfato del almacenamiento 1 se alimenta por la tubería 2 al secadero de pulverización 3 y se seca para formar mezcla orto, la cual se calcina en el horno rotativo 5 para formar tripolifosfato sódico de densidad aparente 0,48. El tripolifosfato sódico se enfría y se envía por transportadores 6 al mezclador de pulverización 7, o bien se puede retirar como producto después de su enfriamiento, por el vertedero 8. El material recirculado del horno 13 se enfría y se lleva por un transportador 14 al mezclador de pulverización 7 donde se mezcla con material procedente del transportador 6 y es pulverizado con solución de ortofosfato procedente del pulverizador 9, la cual es suministrada por la tubería 10. La concentración de la solución se ha ajustado a 25% de P_2O_5 por adición de agua desde la tubería 11 antes de pulverizarla en el pulverizador 9. Los sólidos mezclados procedentes del mezclador de pulverización 7 se hacen pasar a lo largo del transportador 12 al horno 13 y se convierten en el tripolifosfato sódico, parte del cual se retira por el vertedero 15 y el resto se recircula por el transportador 14 al mezclador de pulverización 7.

La instalación anterior se hizo trabajar pasando una parte de solución de ortofosfato por la tubería 2 al secadero de pulverización 3 y 1,18 partes por la tubería 10 con dilución desde la tubería 11 al mezclador de

25.8.70



pulverización 7. No se retiró nada de producto de densidad baja por el vertedero 8. La proporción del tripolifosfato recirculado al mezclador de pulverización por la tubería 14 al retirado por el vertedero 15 estaba en la proporción de 1,78:1. Esto dió un producto granular de densidad intermedia con una densidad aparente de 0,7 que era bastante más resistente al rozamiento (menos desmenuzable) que los materiales granulares clásicos obtenidos por separación desde el producto de densidad baja sobre aquél en el tripolifosfato sódico perforado, como se muestra por el siguiente análisis de tamizado:

Tripolifosfato sódico preformado:

	Retenido por el tamiz de 599 micras	2,1%
	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	10,8%
15	" " " 422 " " " 251 "	24,0%
	" " " 251 " " " 152 "	26,2%
	Pasado por el tamiz de 152 "	37,0%

Tripolifosfato sódico densificado:

	Retenido por el tamiz de 599 micras	20,3%
20	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	27,3%
	" " " 422 " " " 251 "	31,0%
	" " " 251 " " " 152 "	15,3%
	Pasado por el tamiz de 152 "	6,1%

Ejemplo 2

25 Con referencia a la Fig. 2, que es un corte transversal esquemático de un aparato sencillo adecuado para la operación por cargas de acuerdo con la invención. El aparato comprende un tambor de acero 101 que puede girar, de 61 cm de diámetro y 61 cm de profundidad, el cual está situado dentro de un horno (102). El tambor está montado sobre un eje

29 AGO.



giratorio (103) que puede ser accionado por engranajes (104) y por un motor (105). El total está montado sobre una plataforma (106) que está encoznada por el extremo adyacente a la base del tambor y es susceptible de ser subida o bajada por medio de una cremallera y un piñón (107) por el otro extremo, con lo cual el tambor puede levantarse para retener o vaciar su contenido.

El tambor puede calentarse por medio de un quemador de gas (108), el cual puede encenderse y apagarse a voluntad. Las pérdidas de calor están reducidas al mínimo por el aislamiento (109). El líquido de ortofosfato se almacena en un recipiente de pulverización que se encuentra sometido a presión (110) el cual puede utilizarse a voluntad para pulverizar solución de ortofosfato sobre el tripolifosfato contenido en el tambor rotativo (101) por vía de la boquilla de pulverización (111).

Se introdujeron en el tambor 101, 4000 g de tripolifosfato sódico preformado procedente de secado por pulverización y tratamiento en horno como en el Ejemplo 1, con una densidad aparente de 0,46, y se calentaron por medio del quemador de gas 108. Cuando la temperatura del tripolifosfato fué 300°C, se pulverizó solución de ortofosfato sódico con una proporción Na:P = 1,67 y una concentración equivalente a 24% de P₂O₅ contenida en el recipiente de pulverización 110 sobre el tripolifosfato hasta que la temperatura se redujo a 100°C aproximadamente. Por pesada del recipiente de pulverización 110 se dedujo que se habían transferido 2080 g de solución al tripolifosfato contenido en el horno 101. Se dejó girar el horno 101 durante otros 10 minutos, con lo cual la temperatura descendió por enfriamiento

25.8.70



natural a 70°C. Mientras se encontraba todavía girando el horno 101, se calentó de nuevo por medio del quemador de gas 108 hasta que se alcanzó una temperatura de 470°C. Se apagó entonces el quemador y se continuó la rotación del horno 101 hasta que se redujo la temperatura a 100°C. Se tomó entonces una muestra del producto y se examinó después de un enfriamiento natural adicional.

La muestra tenía una densidad aparente de 0,55 y era menos desmenuzable que el tripolifosfato sódico preformado original. El producto era más granular que el original, como se muestra por los siguientes análisis de tamizado:

Tripolifosfato sódico preformado:

Densidad aparente = 0,46

15	Retenido por el tamiz de 599 micras	2,1%
	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	10,8%
	" " " 422 " " " 251 "	24,0%
	" " " 251 " " " 152 "	26,2%
	" " " Pasado por el tamiz de 152 micras	37,0%

20 Tripolifosfato sódico densificado

Densidad aparente = 0,55

	Retenido por el tamiz de 599 micras	17,0%
	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	17,3%
	" " " 422 " " " 251 "	31,0%
25	" " " 251 " " " 152 "	24,7%
	" " " Pasado por el tamiz de 152 micras	10,0%

Se obtuvo un total de 4880 g de este producto de densidad 0,55 al volcar el horno 101 fuera del mecanismo de cremallera y piñón 107. Partiendo de 2800 g de este producto en el horno 101 y añadiendo 1200 g del tripolifosfato

30
25.8.70

382252



sódico preformado de densidad aparente 0,46, se puso en movimiento el horno 101 y se calentó por medio del quemador de gas 108 a una temperatura de 470°C. Se pulverizaron 2600 g de solución de ortofosfato sódico (de 24% de P_2O_5 , como en el caso anterior) desde el recipiente de pulverización 110 sobre el tripolifosfato contenido en el horno 101 hasta que la temperatura se redujo a 100°C aproximadamente. Se dejó que girase el horno 101 durante otros 10 minutos, con lo cual la temperatura descendió por enfriamiento natural a 80°C. Mientras se encontraba todavía girando el horno 101 se calentó de nuevo por medio del quemador de gas 108 hasta que se alcanzó una temperatura de 470°C, que se mantuvo durante 15 minutos. Se cortó entonces el paso de gas y se prolongó la rotación del horno 101 hasta que la temperatura descendió a 100°C. El contenido total del horno 101 se vació entonces inclinándolo el horno por medio de la cremallera y piñón 107. Se obtuvo un total de 5070 g de producto tripolifosfato, con una densidad aparente de 0,65 y el siguiente análisis de tamizado:

20	Retenido por el tamiz de 599 micras	13,0%
	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	13,7%
	" " " 422 " " " 251 "	37,9%
	" " " 251 " " " 152 "	23,8%
	Pasado por el tamiz de 152 micras	6,7%

25 Este producto era también resistente al rozamiento.

Ejemplo 3

Con referencia al dibujo, Fig. 3, que es una lámina de diagrama de proceso de fabricación: la solución de ortofosfato se prepara y se mantiene en almacenamiento (201) con 30% de P_2O_5 . Una tubería (202) lleva la solución



a un secadero de pulverización (203) desde el cual un transportador (204) lleva la mezcla orto seca al mezclador de pulverización (207) por la tubería (205) o al horno rotativo (208) por la tubería (206). Una pulverización (209) es suministrada por la tubería (209) después de dilución con agua (o con solución diluida de ortofosfato) desde la tubería (211). Esta pulverización (209) lleva a cabo la hidratación en el mezclador de pulverización (207). Los fosfatos mezclados resultantes de la pulverización y mezcla se hacen pasar por el transportador (212) al horno rotativo (208). Un transportador (213) lleva el tripolifosfato caliente desde el horno (208) al mezclador de pulverización (207). Un transportador y vertedero (214) enfriado por agua está provisto para enfriar y retirar como producto final una parte del tripolifosfato recirculado desde el transportador (213).

La solución de ortofosfato con su proporción ajustada a 1,67 y con una concentración del 30% de P_2O_5 se tiene en almacenamiento a 100°C como en el ejemplo 1 para su alimentación al procedimiento. Esta solución de ortofosfato procedente del almacenamiento 201 se alimenta a través de la tubería 202 al secadero de pulverización 203 y se seca a mezcla orto. La mezcla orto se transporta luego al horno 208 por vía de los transportadores 204 y 206. En el horno 208 se produce tripolifosfato calcinado, que se recircula en caliente por medio del transportador 213 al mezclador de pulverización 207. La solución de ortofosfato procedente de la tubería 210 se diluye con agua de la tubería 211 a 25% de P_2O_5 y se lleva al pulverizador 209 del mezclador de pulverización 207. La solución de ortofosfato pulverizada enfría el tripolifosfato caliente hasta 70-90°C

25.8.70



con una evaporación considerable de agua, y proporciona el agua para la hidratación del tripolifosfato. El material hidratado pasa después por vía del transportador 212 al horno 208, donde se mezcla con la corriente de entrada de mezcla orto secada por pulverización y la mezcla se convierte en tripolifosfato granular anhidro. 2 partes en peso del tripolifosfato procedente del transportador 213 se enfrían y se retiran como producto por medio del transportador y vertedero enfriado con agua 214, por cada parte de tripolifosfato procedente del secadero de pulverización y 2,4 partes se recirculan al mezclador de pulverización 207.

En una pequeña modificación de este procedimiento la mezcla orto secada por pulverización se lleva a través del mezclador de pulverización 207 al horno 208 por medio de los transportadores 204 y 205.

En el ejemplo en que el material secado por pulverización se llevó al horno 208 pasando por los transportadores 204 y 206, se encontró que por cada parte de ortofosfato que pasaba por el secadero de pulverización 203 podía pasar una parte igual de solución de ortofosfato por la tubería 210 al mezclador de pulverización 207. Por cada parte de tripolifosfato procedente del secadero de pulverización pasan 2,4 partes por el transportador 213. La temperatura en el horno 208 se mantuvo en 470°C, y la temperatura en el mezclador de pulverización 207 fué de 83°C. El producto retirado del enfriador y vertedero 214 tenía una densidad aparente de 0,73 y era resistente al rozamiento. Era un material granular, con el siguiente análisis de tamizado:

30
25.8.70

29 AGO



	Retenido por el tamiz de 599 micras	24,7%
	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	21,4%
	" " " 422 " " " 251 " "	24,4%
	" " " 251 " " " 152 " "	17,7%
5	Pasado por el tamiz de 152 "	11,8%

es decir, que estaba relativamente exento de finos.

Ejemplo 4

Este procedimiento utiliza un diagrama de proceso de fabricación idéntico al de la Fig.1, pero no se enfriaba el transportador (6). No se enfriaba tampoco el mezclador de pulverización (7). El vertedero (8) está provisto con medios de enfriamiento del producto para obtener el tripolifosfato de densidad baja. El transportador (14) no se enfriaba, y el vertedero (15) está precedido de un transportador enfriado por agua para enfriar el producto final.

El procedimiento es como el Ejemplo 1, excepto que los transportadores ahora no retiran calor de los tripolifosfatos de densidad media y baja procedentes de los hornos 5 y 15.

En este Ejemplo se encontró que por cada parte de ortofosfato que pasaba por el secadero de pulverización 3 podía pasarse una parte igual de solución de ortofosfato por la tubería 10 al mezclador de pulverización 7. Por cada parte de tripolifosfato procedente del secadero de pulverización pasaban 4,3 partes por el transportador 14. De éstas, 2 partes se retiraban como producto, y 2,3 partes se recirculaban al mezclador de pulverización. La temperatura en el mezclador de pulverización 7 era de 79°C. El producto retirado del enfriador y vertedero 15 tenía una densidad aparente de 0,72 y era resistente al rozamiento.

25.8.70

382252



Era un material granular con el siguiente análisis de tamizado:

	Retenido por el tamiz de 599 micras	36,6%
	Pasado por el de 599 y retenido por el de 422 micras	36,2%
15	" " " 422 " " " 251 "	20,8%
	" " " 251 " " " 152 "	4,6%
	Pasado por el tamiz de 152 "	1,8%

es decir, que estaba prácticamente exento de finos.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, con fecha 30 de Julio de 1969, bajo el número 38159/69, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

REIVINDICACIONES

20

Los puntos de invención, propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

25

1.- Un método para la preparación de tripolifosfato de sodio o potasio caracterizado porque comprende mezclar un tripolifosfato previamente formado que tiene una densidad aparente menor de 0,9 con una solución de ortofosfato adaptada para formar tripolifosfato por deshidratación, y

30
25.8.70

29 AGO.



después calentar la mezcla a una temperatura entre 200 y 600°C durante un tiempo suficiente para convertir el ortofosfato sustancialmente en tripolifosfato.

5 2.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el tripolifosfato previamente formado es mezclado con la solución de ortofosfatos a una temperatura suficientemente baja para permitir la formación de una mezcla de tripolifosfato hidratado y ortofosfato.

10 3.- Un método de acuerdo con la reivindicación 2, caracterizado porque el tripolifosfato previamente formado y la solución de ortofosfatos son mezclados a una temperatura por debajo de 120°C.

15 4.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones caracterizado porque comprende secar por pulverización una solución de ortofosfatos adaptada para formar tripolifosfato para formar de este modo una mezcla orto, calentar la mezcla orto a una temperatura entre 200 y 600°C durante tiempo suficiente para preparar tripolifosfato previamente formado, mezclar el tripolifosfato previamente formado con una solución acuosa de ortofosfatos adaptados para formar tripolifosfato, y calentar la mezcla entre 200 y 600°C durante un tiempo suficiente para convertir el ortofosfato sustancialmente en tripolifosfato.

25 5.- Un método de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque el tripolifosfato previamente formado es mezclado con una parte recirculada del producto de tripolifosfato final.

6.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la

30
25.3.70

29

mezcla del tripolifosfato previamente formado y de la solución de ortofosfato se lleva a cabo en un mezclador por pulverización y la mezcla es calcinada en un horno rotatorio.

5 7.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque el tripolifosfato previamente formado tiene una densidad aparente menor de 0,6 y una proporción suficiente del producto final es recirculada para proporcionar un producto de
10 densidad media que tiene una densidad aparente de 0,6 a 0,8.

 8.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el tripolifosfato previamente formado consiste en una parte recirculada
15 del producto de tripolifosfato de sodio.

 9.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la solución de ortofosfato es preparada neutralizando ácido fosfórico acuoso con carbonato de sodio.

20 10.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la solución acuosa de ortofosfato tiene una proporción de metal alcalino a fósforo sustancialmente de 1,67.

25 11.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la concentración de P_2O_5 se encuentra entre 25% en peso y 40% en peso.

 12.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la temperatura de tripolifosfato y la proporción de agua añ-

30
25.8.70

29 AGO.



aida a este en la solución de ortofosfato son tales que se forman una mezcla seca libremente fluyente de ortofosfato, tripolifosfato y tripolifosfato hexahidratado.

5 13.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las precedentes reivindicaciones caracterizado porque la solución de ortofosfato contiene no más de 6 moles de agua por mol del tripolifosfato sólido previamente formado y la solución y el tripolifosfato previamente formado son mezclados a una temperatura por debajo de 120°C.

10 14.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque la mezcla de tripolifosfato previamente formado y de solución de orto fosfato es calentada a una temperatura entre 300 y 500°C durante un tiempo entre 15 y 30 minutos.

15 15.- Un método para la preparación de tripolifosfato de sodio o potasio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

20 La presente Memoria consta de veintitres hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 29 AGO. 1970

P.A.

Alberto de Eizaburu
Por Poder

382252

- 23 -

25.8.70
A.A.B.

Albert
Pat. No. 2,454,789

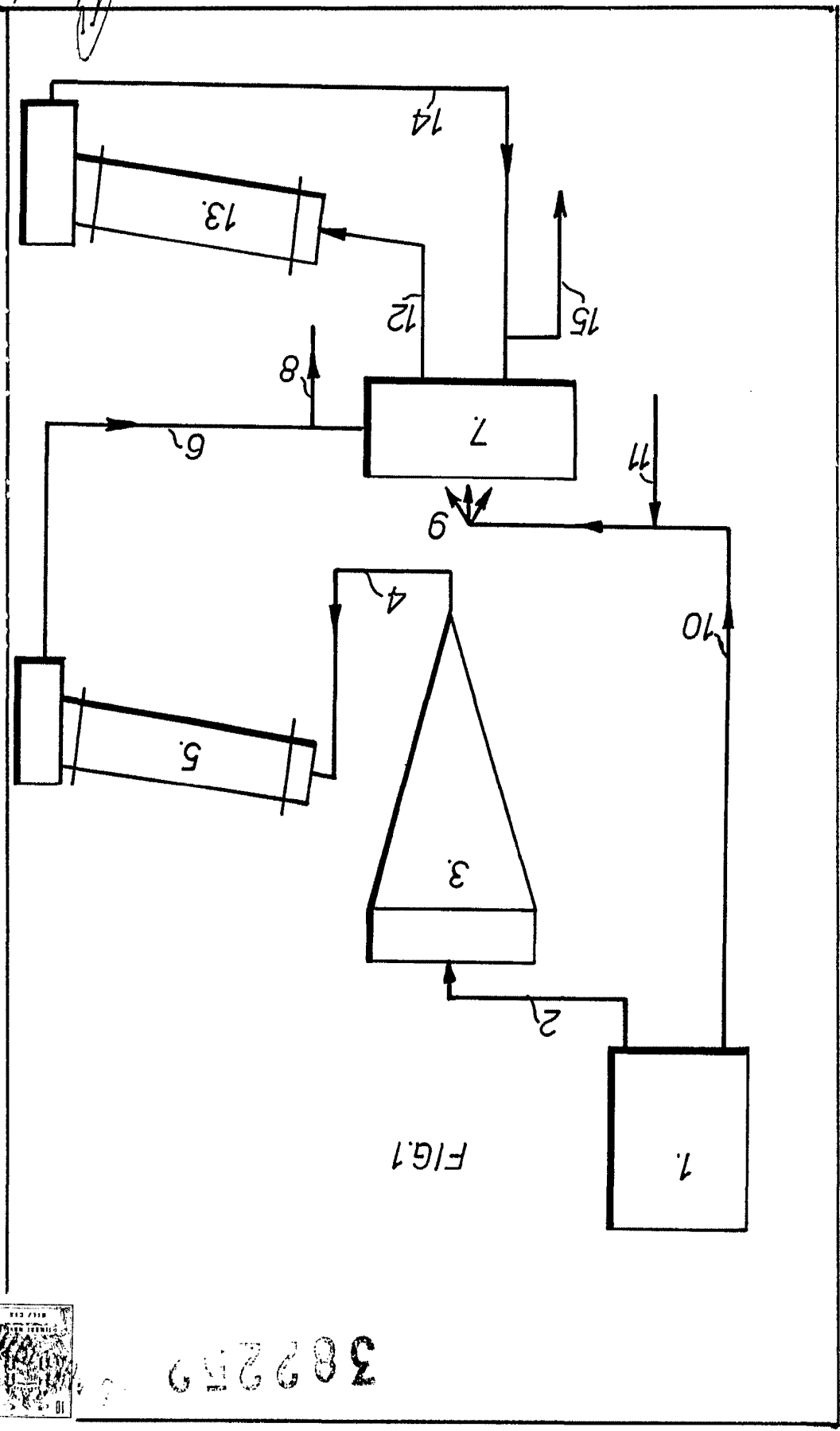


FIG. 1



382259

45478

ALBRIGHT & WILSON LIMITED

E/III

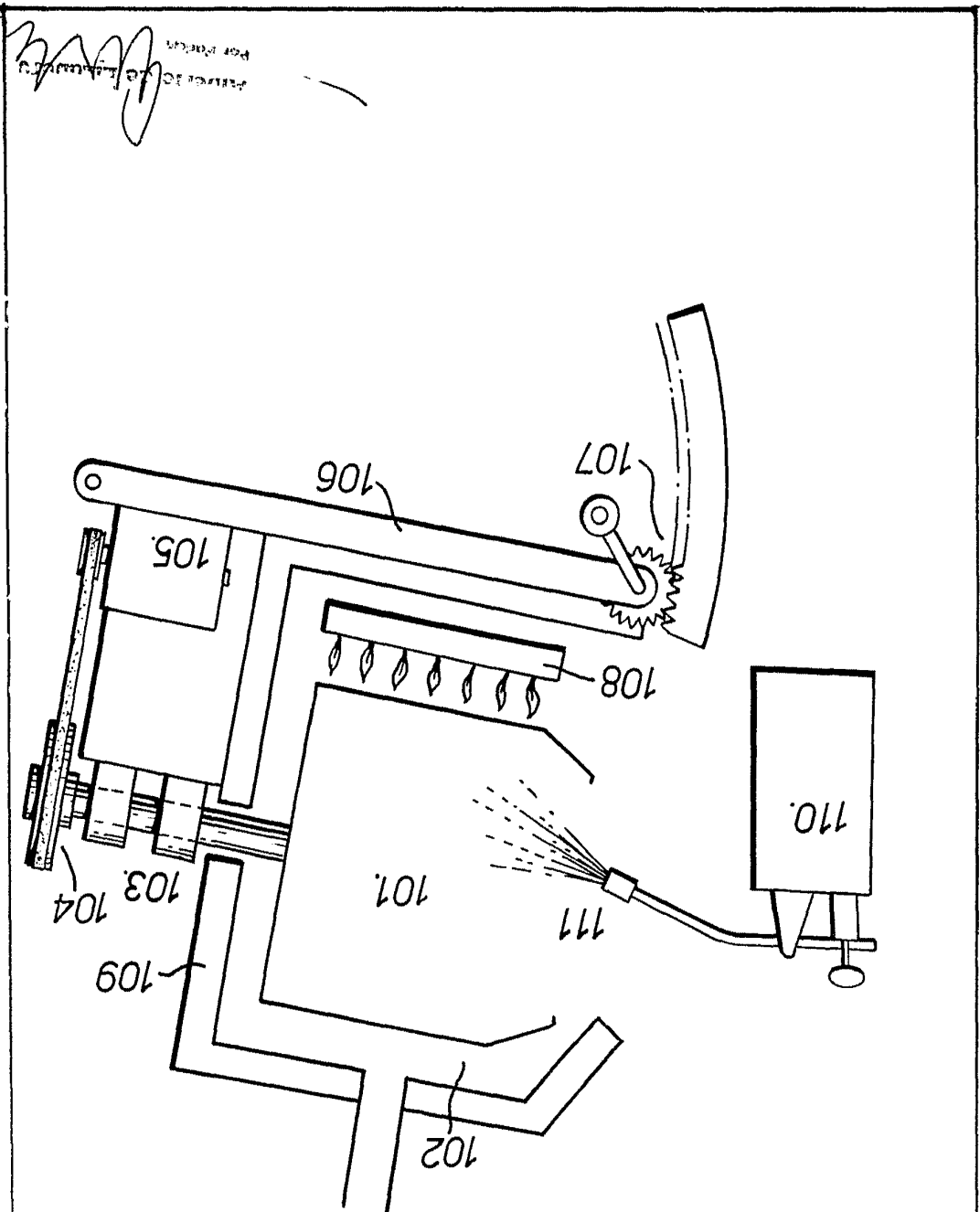
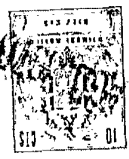


FIG 2

Patented 10/10/1951
 J. W. WILSON



45478

Handwritten signature

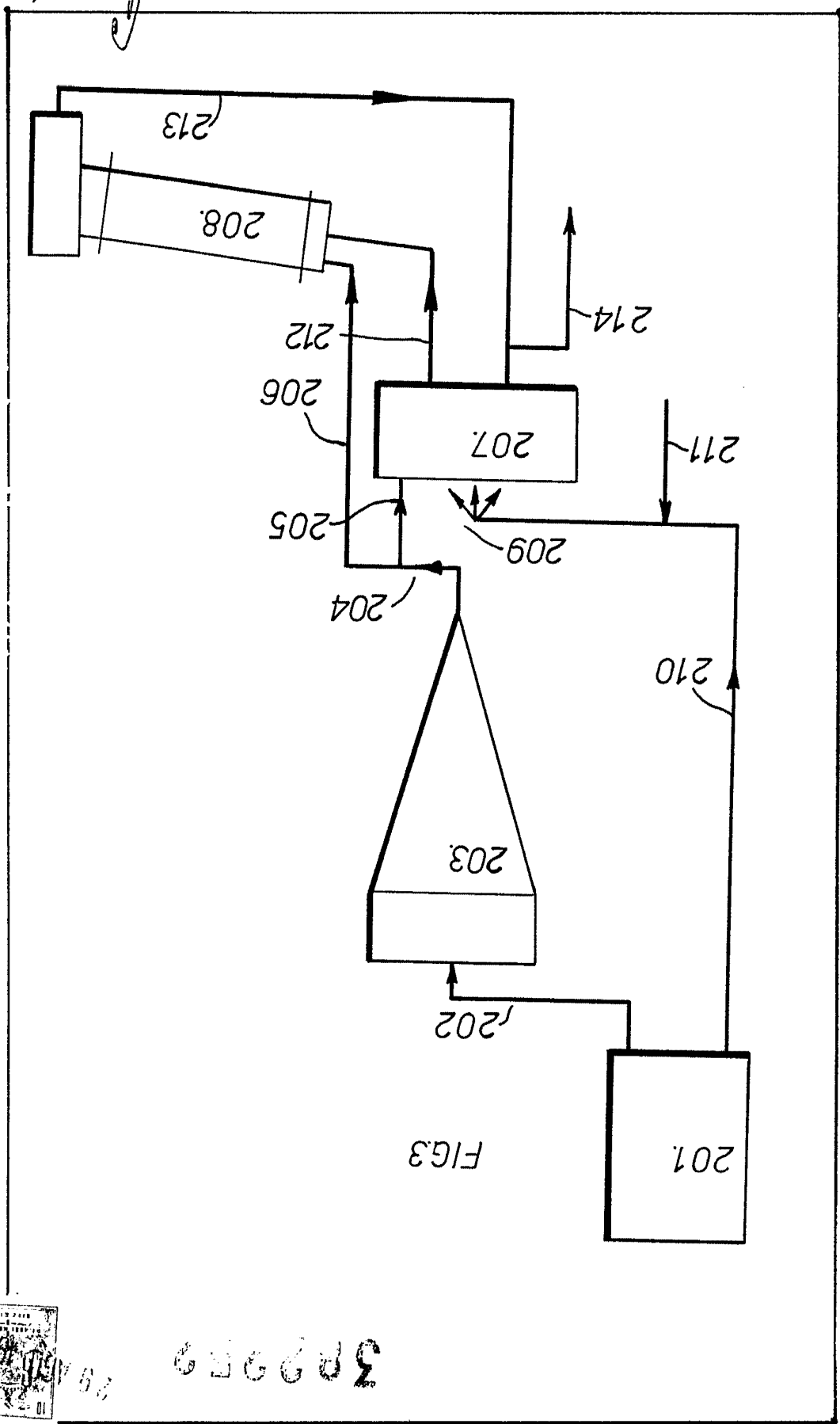
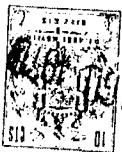


FIG 3



382259