



3875

387875

SECCION "ECONICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <i>Co.1</i>
SUBCLASE <i>D</i>

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Invención a nombre de:
KNAPSACK AKTIENGESELLSCHAFT, de nacionali-
dad alemana, domiciliada en Knapsack bei
Köln (ALEMANIA); por: "PROCEDIMIENTO PA-
RA LA PREPARACION DE TRIPOLIFOSFATO DE ME-
TAL ALCALINO GRANULADO CON ELEVADA RESIS-
TENCIA A LA ABRASION Y CON ELEVADA DENSI-
DAD APARENTE".

-----ooo000ooo-----

El presente invento concierne a la preparación de
un tripolifosfato de metal alcalino granulado con elevada
resistencia a la abrasión y con una elevada densidad apa-
rente, especialmente uno con una densidad aparente mayor que
750 g/litro.

5

En grado creciente, para la preparación de agen-
tes de lavado y de enjuagado de vajillas, se necesita por
parte de la industria de agentes de lavado tripolifosfato
de metal alcalino granulado que no desprende polvo, el cual
debe tener una elevada resistencia a la abrasión tanto para

10



387875

el transporte como también para los procesos de mezclado en el tratamiento ulterior. La preparación de un tripolifosfato de metal alcalino granulado que no desprende polvo, obliga por lo tanto a separar por tamizado el grano de tamaño demasiado pequeño que resulta forzosamente. Si este grano de tamaño demasiado pequeño no puede ser empleado para productos especiales de agentes de lavado, según el procedimiento para su preparación debe ser disuelto y pulverizado de nuevo o debe ser empleado como producto de retorno.

De acuerdo con la memoria de publicación alemana 1.442.992 es sabido, para la preparación de tripolifosfatos de sodio de grano grueso con pequeña densidad aparente, granular ortofosfato de sodio en forma de grano fino, que en proporción mayor de 90% tiene un diámetro de grano menor de 0,3 mm y en proporción mayor de 50% tiene un diámetro de grano menor de 0,1 mm, mediante pulverización con una solución acuosa de ortofosfato de metal alcalino, y calentar el producto de pulverización a temperaturas entre 250 y 550°C. La cantidad del agua empleada en la pulverización debe ascender en este caso a 4 hasta 30% y el diámetro de las gotas de la solución pulverizada debe ascender como máximo a 0,3 mm.

Este producto de pulverización consistente en bolas huecas presupone un tratamiento extraordinariamente cuidadoso. Por un lado, el producto, al calentar entre 250 y 550°C, debe ser mantenido continuamente en movimiento, y por el otro lado se debe evitar cualquier fricción, compresión y aplastamiento. No obstante, tales condiciones se pueden realizar en

387875



un procedimiento de producción sólo con dificultad, Tal como es sabido, granulados con baja densidad aparente incluso después del atemperamiento tienen sólo una pequeña resistencia a la abrasión y, a causa de la forma de bola hueca, son sólo limitadamente estables en transporte, lo cual se muestra como desventajoso especialmente durante el tratamiento ulterior. Por lo tanto se pretenden en grado creciente productos con elevada resistencia a la abrasión. Además, para muchos fines de utilización deben emplearse forzosamente productos con elevada densidad aparente.

Otra desventaja más de este modo de trabajo consiste en que se debe partir de un ortofosfato de sodio calcinado.

Sorprendentemente, se ha encontrado ahora que se puede preparar tripolifosfato de metal alcalino granulado con elevada densidad aparente y con elevada resistencia a la abrasión a partir de tripolifosfato alcalino en forma de grano fino, de lo que resulta adicionalmente una utilización muy ventajosa para el grano de tamaño demasiado pequeño arriba citado, para el cual existían hasta ahora pocas posibilidades de utilización.

En particular, el invento consiste en que se granula tripolifosfato de metal alcalino con un tamaño de grano de 10 hasta 40% menor de 0,03 mm, el resto desde 0,03 hasta 0,4 mm, por pulverización sobre él de una solución de ortofosfato de metal alcalino, se seca el granulado, en el producto secado la deseada fracción de grano es separada del grano de tamaño demasiado pequeño y del grano de tamaño demasiado gran-

387875



de, y se atempera esta fracción por calentamiento a temperaturas entre 300 y 600°C, empleándose en calidad de producto de partida preferiblemente un tripolifosfato de metal alcalino con un tamaño de grano de 20 hasta 30% menor de 0,03 mm, el resto desde 0,03 hasta 0,4 mm.

5

Para la granulación del producto de partida son apropiadas especialmente las soluciones de ortofosfato de metal alcalino que tienen una proporción de óxido de metal alcalino: P_2O_5 de aproximadamente 1,66 y que también se utilizan para la preparación de tripolifosfatos de metal alcalino.

10

Estas soluciones contienen aproximadamente 50% en peso de fosfato disuelto y tienen una temperatura de aproximadamente 90°C.

Después que el grano de tamaño demasiado pequeño y el grano de tamaño demasiado grande han sido separados de la fracción de grano deseada, se desmenuza ventajosamente el grano de tamaño demasiado grande, se separa de esto nuevamente la fracción de grano deseada, y se hacen retornar ambas fracciones de tamaño demasiado pequeño al producto de partida.

15

Por regulación del período de tiempo y de la temperatura durante el atemperamiento se puede ajustar en el producto final un determinado contenido de fase I o de fase II. Así, por ejemplo, se obtiene un producto con un contenido de fase I de 50 hasta 100%, si se lleva a cabo el atemperamiento durante un período de tiempo de aproximadamente 15 hasta 30 minutos a temperaturas entre aproximadamente 520 y 550°C, y se obtiene un producto con un contenido de fase I de 0 hasta 50%, si se lleva a cabo el atemperamiento durante aproximada-

20

25

387875



mente 10 hasta 30 minutos a temperaturas entre aproximadamen
te 300 y 500°C.

5 Para la estabilización del contenido de fases, se aconseja enfriar rápidamente el granulado caliente, y refrigerarlo hasta la temperatura ambiente.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con el invento consiste en que con un grado de finura de grano de 10 hasta 40% menor de 0,03 mm se ha destruído casi totalmente en este margen la forma de bola hueca, de modo que resultan
10 granulados con mayor densidad.

Además, es ventajoso el hecho de que el producto de pulverización, que tiene sólo un pequeño tiempo de permanencia sobre el plato granulador, y por lo tanto todavía no tiene la compactación más densa, es densificado adicionalmente
15 por la intensa rodadura en el tubo rotatorio en estado inicialmente todavía deformable, y de este modo recibe una elevada resistencia a la abrasión, que se encuentra muy por encima de la de las bolas huecas.

Es además ventajoso el hecho de que el atemperamiento del producto tiene lugar, después del secado y de la separación por tamizado del grano deseado, en un tubo de atemperamiento separado, cuyo número de vueltas por minuto, cuyo grado de inclinación, y cuyo grado de llenado pueden ser modificados independientemente del tubo secador, de tal manera que en
20 la preparación final resulta un producto con la máxima resistencia a la abrasión posible.

25 Se ha mostrado que es necesario emplear el tripoli-

387875



5 fosfato con un grado de finura de grano de 10% hasta 40% menor de 0,03 mm. En el caso de proporciones más pequeñas que 10% menor de 0,03 mm, a causa de la falta de porciones finísimas, que son necesarias para el relleno de los espacios intermedios entre los granos finos, se forman sólo aglomerados poco coherentes, que en calidad de aglutinante poseen sólo la solución de fosfato alcalino pulverizada por encima de ellos. Dado que el grano fino, en comparación con el grano finísimo por debajo de 0,03 mm, tiene una superficie humedecible menor, hasta la formación de granulados se puede incorporar también sólo una cantidad esencialmente más pequeña de solución aglutinante de fosfato de metal alcalino, lo cual conduce, a igualdad de tamaño de toberas, en efecto, a un aumento del caudal en el plato rotatorio, pero los aglomerados formados ya no pueden ser densificados prácticamente en el tubo rotatorio subsiguiente. Estos poseen sólo una muy pequeña resistencia a la abrasión, dado que son demasiado pequeños los puentes a través de los cristales a base de la solución de fosfato incorporada entre los granos finos individuales.

20 Por el contrario, si la porción menor de 0,03 mm sube a más de 40%, entonces está presente un exceso de grano finísimo. Forzosamente se forman granulados mayores con elevada densidad y gran resistencia a la abrasión. La proporción de 40% y más de grano finísimo menor de 0,03 mm, a causa de la mayor superficie, exige para la formación de granulados proporciones correspondientemente más elevadas de solución aglutinante de fosfato de metal alcalino, lo cual, a igualdad

25

387875



de tamaño de toberas, conduce a una disminución del caudal en el plato y hace necesario un desmenuzamiento del granulado de tamaño demasiado grande. Por el desmenuzamiento resulta no obstante una porción de producto de retorno, por ejemplo menor de 0,4 mm, de 50% y más. A pesar de la elevada resistencia a la abrasión del grano desmenuzado ya no es soportable económicamente en la gran proporción de grano de tamaño demasiado pequeño que ha de ser hecho retornar. Con una proporción de grano fino de 20 hasta 30% por debajo de 0,03 se puede lograr en la granulación el máximo rendimiento de "grano primario" deseado, por ejemplo con un tamaño de grano de 0,4 hasta 1,5 mm. Este rendimiento se encuentra entre 55 y 65%, y en parte incluso por encima de estos valores. Después del secado del producto granulado y del desmenuzamiento del grano de tamaño demasiado grande (10 hasta 30% por encima de 1,5 mm), después de separación de la fracción de grano fino deseada, el llamado "grano secundario", resulta un rendimiento de grano total de 70 hasta 80%. El grano de tamaño demasiado pequeño resultante es agregado como producto de retorno directamente al producto de partida, lo cual durante la granulación da lugar a un mejor humedecimiento y conduce a una formación uniforme de granulado.

Como órgano granulador se emplea preferiblemente un plato rotatorio, el cual en comparación con otros aparatos, por ejemplo mezcladores de doble árbol y tambores rotatorios, tiene la ventaja de que se puede mantener en observación continuamente el proceso de granulación, de modo que se pueden reali-

387875



5 zar inmediatamente las correcciones necesarias. Con el mezclador de doble árbol se puede influir sólo de manera insatisfactoria, por ejemplo por variación del número de revoluciones o de la posición de las paletas, sobre el tamaño de los granu-
10 lados que se forman. Además, las aglomeraciones sobre las paletas, que se desprenden de tiempo en tiempo, conducen a mayores terrones o pellas, que son secadas sólo superficialmente en el tubo rotatorio, y que luego se adhieren al aparato desmenizador. Igualmente, en un tambor rotatorio se puede observar y gobernar sólo de mala manera el proceso de granulación, especialmente cuando el producto debe ser secado al mismo tiempo allí dentro.

15 En la granulación del grano fino por pulverización de agua con una tobera para un único material, tiene lugar, según el contenido de fases del producto empleado, simultáneamente una hidratación más o menos rápida, de modo que en parte se disgregan de nuevo los granulados formados. Para la total granulación se necesitaría por lo tanto, según la porción de grano fino por debajo de 0,03 mm, 33 hasta 38% de agua, referido a la cantidad incorporada de sustancia seca, que a continuación debería ser eliminada de nuevo.

20 Se ha encontrado ahora que constituye una ventaja esencial emplear en calidad de aglutinante, en lugar de agua, una solución de fosfato de metal alcalino con una temperatura de alrededor de 90°C, tal como se utiliza para la preparación de tripolifosfato en el procedimiento de la torre de pulverización. Estas soluciones de fosfato de metal alcalino, con una

387875



densidad de aproximadamente 1,590 a 90°C, tienen un contenido de sustancia disuelta de aproximadamente 50% en peso, calculado como tripolifosfato, y están ajustadas a una proporción de monofosfato a difosfato de metal alcalino de 34,4: 66,6, correspondientemente a una proporción de óxido de metal alcalino: P_2O_5 de 1,66 : 1.

Al pulverizar una de tales soluciones de fosfato, las gotitas individuales al incidir sobre la corriente de polvo que circula dentro del plato, forman inmediatamente pequeños granulados, los cuales, debido a la simultánea cristalización del ortofosfato de metal alcalino contenido en cada gotita, tienen una estructura firme, que es densificada adicionalmente hasta la evacuación por rodadura desde el plato, sin que el tripolifosfato se deba disolver como aglutinante propiamente dicho superficialmente en los granulados húmedos, tal como ocurre en la granulación con agua. En la granulación de acuerdo con el procedimiento, según el grado de la molienda, se necesita entre 30 y 40% en peso de solución de fosfato de metal alcalino, referido al tripolifosfato molido, es decir con aproximadamente 50% en peso de contenido de sustancia disuelta en la solución se incorpora, en comparación con el caso de utilizar agua en calidad de agente de granulación, sólo aproximadamente la mitad de agua, de manera que también aparece sólo una hidratación parcial del tripolifosfato. Además es ventajoso el hecho de que mediante la rápida cristalización de ortofosfato en las gotitas al aglutinar el material sólido molido, se forma, a diferencia de la granula

387875



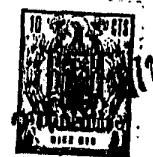
5 ción con agua, de modo acrecentado "grano primario" por ejemplo de 0,4 hasta 1,5 mm, y que el grano de tamaño demasiado grande, a pesar de todo inevitable, sólo alcanza un tamaño de grano de 2,0 hasta como máximo 2,5 mm, a diferencia de un diámetro que en caso contrario era de 4 mm.

10 Además, mediante el empleo de la solución de fosfato de metal alcalino en calidad de aglutinante, en comparación con la granulación de agua resulta además adicionalmente un aumento de la producción de 10 hasta 20%, referido a la cantidad empleada de grano fino de tripolifosfato. Además es ventajoso el hecho de que se puede emplear la misma solución de fosfato de metal alcalino sin tratamiento adicional tanto para la preparación de tripolifosfato, por ejemplo en el procedimiento de la torre de pulverización, como también en calidad de aglutinante en la granulación.

15 Las soluciones de ortofosfato de metal alcalino con la misma composición, pero con mayores contenidos de sustancias disueltas y densidades correspondientemente más elevadas, por ejemplo de 1,645, pueden ser en efecto todavía bien pulverizadas, y elevan incluso todavía más la resistencia a la abrasión, pero a causa del mayor contenido de ortofosfato en los granulados exigen un tiempo de permanencia más largo en el tubo rotatorio. Además, estas soluciones de carga ya no pueden ser empleadas en el procedimiento de la torre de pulverización.

20 El secado y el atemperamiento del granulado húmedo con simultáneo ajuste de fases en un único tubo rotatorio se

387875



ha mostrado como no conveniente, dado que a causa de la diversa granulaci3n no es posible un ajuste de fases uniforme en todas las fracciones de grano.

5 Por lo tanto, el granulado, despu3s de abandonar el plato rotatorio, es secado en un tubo rotatorio y se atempera s3lo la fracci3n de grano deseada, por ejemplo la que se encuentra entre 0,4 y 1,5 mm, despu3s del tamizado y desmenuzamiento del grano de tama1o demasiado grande, en un segundo tubo rotatorio. De este modo es posible variar independientemente
10 entre s3 el n3mero de revoluciones y la inclinaci3n de los tubos as3 como las temperaturas y los tiempos de permanencia en las dos etapas.

La determinaci3n de la resistencia a la abracci3n es posible seg3n dos m3todos diferentes. Seg3n el m3todo del
15 tambor, se voltean o hacen rodar durante 5 minutos, a 100 rpm., 50 g de granulado con granulaci3n de 0,4 hasta 0,8 mm, en un peque1o tambor cil3ndrico, \varnothing 114 mm y 100 mm de profundidad con 8 bolas de acero, \varnothing 20 mm. El residuo que queda despu3s del tamizado sobre un tamiz de ensayo de 0,4 mm, expresado en
20 porcentaje ponderal, es entonces una medida de la resistencia a la abracci3n.

En el m3todo del tamiz se hacen mover durante 10 minutos 100 g de granulado con una granulaci3n de 0,4 hasta 0,8 mm, sobre un tamiz de ensayo de 0,4 mm, \varnothing 200 mm, con
25 35 bolas de acero, \varnothing 15 mm y 495 g de peso total de modo h3rizontal pero exc3ntricamente con 160 rpm y una anchura de oscilaci3n de 30 mm. Tambi3n en este caso el residuo que ha que

387875



dado, expresado en porcentaje ponderal, es una medida de la resistencia a la abrasión.

La velocidad de hidratación es determinada de acuerdo con el llamado ensayo "ROH" (velocidad de hidratación). En un recipiente de Dewar se calientan hasta por encima de 80°C 200 ml de agua, y se mezclan con 50 g de Na_2SO_4 . Después de la disolución de la sal, se deja enfriar. Si la curva de enfriamiento atraviesa la línea de 80°C, se añaden 150 g de tripolifosfato y se mide el aumento de temperatura. Se designa como bueno un producto cuando después de 1 minuto se llega a 89 hasta 90°C.

EJEMPLO 1

Como sustancia de partida sirvió tripolifosfato de sodio de grano fino con 30% de material de retorno, y en cantidad de aglutinante se utilizó una solución de fosfato de sodio con una densidad de 1,595 a 90°C y una proporción molar de $\text{Na}_2\text{O} : \text{P}_2\text{O}_5$ de 1,66.

Constitución del grano: a) del tripolifosfato de sodio sin producto de retorno
b) del tripolifosfato de sodio con 30% en peso de producto de retorno

Residuo sobre el tamiz de:		a)	b)
0,3 mm		1,2 % en peso	6,3 % en peso
0,2 mm		7,6 % en peso	20,6 % en peso
0,1 mm		37,7 % en peso	43,6 % en peso
0,06 mm		50,5 % en peso	60,2 % en peso
0,03 mm		68,8 % en peso	82,0 % en peso
<0,03 mm		31,2 % en peso	18,0 % en peso

387875



La granulación tuvo lugar sobre un plato rotatorio de 1000 mm de diámetro con una inclinación con relación a la horizontal de 62° y un número de revoluciones de 22 rpm.

5 La solución de fosfato fué pulverizada mediante una tobera para un solo material, que poseía una perforación de 1,6 mm, bajo una presión de 3 atmósferas manométricas.

El caudal era de 1,306 kg/minuto = 0,815 litros/minuto.

10 Durante un tiempo de trabajo de 6 horas y 49 minutos se hicieron pasar : 1416 kg de tripolifosfato con 30% de producto de retorno y 534 g de solución de fosfato de sodio, igual a 1950 kg de granulado húmedo, correspondientemente a 286 kg/hora..

15 Referido al tripolifosfato de sodio empleado se necesitaron 37,7% en peso de solución de fosfato de sodio, correspondientemente a 18,35% en peso de sustancia sólida disuelta, en forma de tripolifosfato de sodio desde la solución.

20 Los granulados húmedos, después de abandonar el plato rotatorio fueron secados en un tubo rotatorio calentado, que poseía un diámetro de 500 mm, una longitud de 2000 mm, no tenía ninguna inclinación y poseía además un número de revoluciones de 12 rpm. La temperatura del granulado se encontraba en el producto extraído entre 180 y 200°C.

25 Para la calcinación se separó por tamizado la granulación de 0,4 hasta 1,5 mm (gránulo primario). El gránulo de tamaño demasiado grande fué desmenuzado con un molino de martillos, y después también fué separada por tamizado la fracción de grano de 0,4 hasta 1,5 mm (grano secundario). La

387875



granulación <0,4 mm resultante en los dos casos fue añadi-
da como producto de retorno al producto de partida.

El rendimiento de grano primario fue de 57% en pe-
so, y el rendimiento total, con grano secundario, fue de 68%
5 en peso, referido al producto de partida.

La calcinación y el ajuste de fases tuvieron lu-
gar en otro tubo rotatorio con 8 rpm., que tenía las mismas
dimensiones que el tubo secador y estaba provisto con suple-
mentos insertados para el mezclado a fondo y para la distri-
bución uniforme de temperatura en el granulado circulante.
10 Con un tiempo de permanencia de alrededor de 20 minutos la
temperatura del material fue de 540°C.

Después del atemperamiento, el granulado caliente
fue refrigerado en un tubo de enfriamiento hasta la tempera-
tura ambiente.
15

El granulado terminado poseía las siguientes pro-
piedades:

Contenido de fases: 56% en peso de Fase I

Pérdida por abra-
sión:

Ensayo en Residuo sobre tamiz de 0,4 mm
tambor 50% en peso

Ensayo en Residuo sobre tamiz de 0,4 mm
tamiz 90,5% en peso

Velocidad de hidra-
tación determinada
de acuerdo con el
25 ensayo ROH:

después de 1 minuto 89,1°C

después de 5 minutos 91,9°C (temperatu-
ra máxima)

Densidad aparente: 890 g/l

387875



EJEMPLO 2.

Como sustancia de partida sirvió tripolifosfato de sodio de grano fino con 30% en peso de producto de retorno así como en calidad de aglutinante una solución de ortofosfato de sodio con una densidad de 1,620 a 90°C y una proporción molar de $Na_2O : P_2O_5$ de 1,66.

Constitución

- del grano: a) del tripolifosfato de sodio
- b) del tripolifosfato de sodio, pero con 30% en peso de producto de retorno

Residuo sobre el tamiz de:

	a)	b)
0,3 mm	0,5 % en peso	12,4 % en peso
0,2 mm	3,9 % en peso	26,3 % en peso
0,1 mm	25,2 % en peso	45,1 % en peso
0,06 mm	36,0 % en peso	55,0 % en peso
0,03 mm	63,0 % en peso	74,7 % en peso
<0,03 mm	37,0 % en peso	25,3 % en peso

El plato granulador y la tobera eran los mismos que en el Ejemplo 1.

El caudal fue de 1,215 kg/minuto = 0,750 litros/minuto, y el tiempo de funcionamiento fue de 6 horas y 42 minutos.

En este tiempo la cantidad que había pasado ascendió a 1276 kg de tripolifosfato de sodio con 30% de producto de retorno y 488 g de solución de fosfato de sodio, igual a 1764 kg de granulado húmedo, correspondientemente a 263 kg/hora.

Referido al producto del granulador se necesitó

387875



Residuo sobre el tamiz de:

	a)	b)
0,3 mm	0,7 % en peso	10,1 % en peso
0,2 mm	5,3 % en peso	22,9 % en peso
5 0,1 mm	22,1 % en peso	39,9 % en peso
0,06 mm	34,5 % en peso	48,9 % en peso
0,03 mm	55,2 % en peso	69,1 % en peso
<0,03 mm	44,8 % en peso	30,9 % en peso

10 Se utilizó el mismo plato granulador que en el Ejemplo 1.

15 La tobera poseía una perforación de 1,6 mm. El caudal fué de 1,288 kg/minuto = 0,795 litros/minuto en el transcurso de 6 horas y 48 minutos. Según esto la cantidad que pasó ascendió a 1.533 kg de tripolifosfato de sodio con 25% en peso de producto de retorno y 526 kg de solución de fosfato de sodio, igual a 2059 kg de granulado húmedo correspondientemente a 303 kg/hora.

20 Referido al producto de granulador empleado, se necesitaron 34,3% en peso de solución de fosfato de sodio, correspondientemente a 17,7% en peso de tripolifosfato en forma de sustancia sólida.

Después de secado y de tamizado se obtuvieron:

Grano primario = 70 % en peso

Grano total = 85 % en peso

25 La fracción de grano separada por tamizado de 0,4 hasta 1,5 mm fué atemperada con 3 diferentes tiempos de permanencia en el tubo rotatorio con una temperatura de granulado de 540 hasta 560°C.

387875



Resultado:

a) Caudal 84 kg/hora. Con una carga del tubo rotatorio de 40 kg resultó un tiempo de permanencia de 28 minutos y 30 segundos.

5	Fase I:		100 % en peso
	Residuo por abrasión:	Ensayo en tambor	75,2% en peso de residuo sobre tamiz de 0,4 mm
10		Ensayo en tamiz	96,5% en peso de residuo sobre tamiz de 0,4 mm
	Velocidad de hidratación (Ensayo ROH):		Después de 1 minuto 95,5°C
			Después de 2 1/2 minutos 95,9°C (temperatura máxima)
15	Densidad aparente:		949 g/litro

b) Caudal 108 kg/hora; tiempo de permanencia 22 minutos y 18 segundos.

	Fase I:		85 % en peso
20	Residuo por abrasión:	Ensayo en tambor	71% en peso de residuo sobre tamiz de 0,4 mm
		Ensayo en tamiz	96,5% en peso de residuo sobre tamiz de 0,4 mm.
25	Velocidad de hidratación (Ensayo ROH):		Después de 1 minuto 95,5°C
			Después de 2 1/2 minutos 95,9°C (temperatura máxima)
	Densidad aparente:		940 g/litro

387875



c) Caudal 144 kg/hora; tiempo de permanencia 16 minutos y 42 segundos.

	Fase I:	75% en peso
5	Pérdida por abrasión:	Ensayo en tambor 65,2% de residuo sobre tamiz de 0,4 mm
		Ensayo en tamiz 94,6% en peso de residuo sobre tamiz de 0,4 mm
10	Velocidad de hidratación (Ensayo ROH):	Después de 1 minuto 91,6°C
		Después de 2 1/2 minutos 92,1°C (temperatura máxima)
	Densidad aparente:	942 g/litro

N O T A

15 Se reivindica como nuevo y de propia invención.

1.- Procedimiento para la preparación de tripolifosfato de metal alcalino granulado con elevada resistencia a la abrasión y con elevada densidad aparente, caracterizado porque se granula tripolifosfato de metal alcalino con un tamaño de grano de 10 hasta 40% menor de 0,03 mm y el resto de 0,03 hasta 0,4 mm, con pulverización de una solución de ortofosfato de metal alcalino, se seca el granulado, en el producto secado la fracción de grano deseada es separada del grano de tamaño demasiado pequeño y del grano de tamaño demasiado grande, y se atempera esta fracción por calentamiento a temperaturas entre 300 y 600°C.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de producto de partida se emplea un

387875



tripolifosfato de metal alcalino con un tamaño de grano de 20 hasta 30% menor de 0,03 mm, y el resto 0,03 hasta 0,4 mm.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque para la granulación se utiliza una solución de ortofosfato de metal alcalino, que tiene una proporción de óxido de metal alcalino: P_2O_5 de aproximadamente 1,66.

4.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque para la granulación se emplea una solución de ortofosfato de metal alcalino, que contiene aproximadamente 50% en peso de fosfato disuelto.

5.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque para la granulación se emplea una solución de ortofosfato de metal alcalino, que tiene una temperatura de aproximadamente 90°C.

6.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque se separan el grano de tamaño demasiado pequeño y el grano de tamaño demasiado grande desde la fracción de grano deseada, se desmenuza el grano de tamaño demasiado grande, desde el cual se separa nuevamente la fracción de grano deseada, y ambas fracciones de grano demasiado pequeño son hechas retornar al producto de partida.

7.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque en la preparación de tripolifosfato de sodio granulado, por regulación del período de tiempo y de la temperatura durante el atemperamien

M.

387875



to, se ajusta en el producto final un determinado contenido de fase I o de fase II .

5 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque para lograr un contenido de fase I de 50 hasta 100% se lleva a cabo el atemperamiento durante un período de tiempo de aproximadamente 15 hasta 30 minutos a temperaturas entre aproximadamente 520 y 550°C.

10 9.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque para lograr un contenido de fase I de 0 hasta 50% se lleva a cabo el atemperamiento durante un período de tiempo de aproximadamente 10 hasta 30 minutos a temperaturas entre aproximadamente 300 y 500°C.

15 10.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 7 hasta 9, caracterizado porque para la estabilización del contenido de fases se enfría rápidamente el granulado caliente y luego se refrigera hasta la temperatura ambiente.

20 11.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE TRIPOLI-FOSFATO DE METAL ALCALINO GRANULADO CON ELEVADA RESISTENCIA A LA ABRASION Y CON ELEVADA DENSIDAD APARENTE".

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 2 FEB 1971

CARLOS FERNANDEZ BARRILAS
P.P.