



410804

410804

M E M O R I A D E S C R I P T I V A
de un Certificado de 1ª Adición a nombre de:
BENCKISER-KNAPSACK GmbH, de nacionalidad
alemana, domiciliada en 6802 Ladenburg/
Neckar, Am Hafen 2, (Alemania); por : "MEJO-
RAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE
PRINCIPAL Nº 356.656 POR PROCEDIMIENTO Y DIS-
POSITIVO PARA LA FABRICACION DE MONOFOSFATO,
DIFOSFATO Y TRIFOSFATO ALCALINOS O MEZCLAS DE
LOS MISMOS".

Int. Cl.: <u>C01B//C05B</u>

En la patente 356.656 se describe un procedimiento para la preparación de monofosfatos, difosfatos o trifosfatos de metal alcalino o sus mezclas según el procedimiento de pulverización partiendo de ácido fosfórico y un hidróxido de metal alcalino, en el cual un ácido con 40 a 65% de P_2O_5 , preferiblemente alrededor de 55% de P_2O_5 , es reunido con una lejía alcalina al 40 hasta 70%, preferiblemente aproximadamente al 50% en la proporción de los productos finales deseados, de modo continuo en una corta conducción mezcladora que conduce a la torre de pulverización, a través de una zona de amortiguación que produce un ajuste de precisión de la mezcla, y la solución sobrecalentada

410804



por el calor de neutralización, que se encuentra bajo la presión de vapor de agua establecida, es expandida directamente a través de una o varias toberas dentro de una torre de pulverización.

5 De acuerdo con este procedimiento se obtienen productos de pulverización que tienen una densidad aparente de alrededor de 300 a 600 g/l, es decir son comparativamente ligeros.

10 Para diferentes fines de utilización, sin embargo, es necesario tener a disposición un producto más denso, que sea equivalente al producto ligero en cuanto a sus propiedades, tales como resistencia a la abrasión, capacidad de disolución y formación de pellas o terrones.

15 Así, se ha encontrado ahora, al desarrollar adicionalmente el procedimiento hasta ahora conocido, que se llega sin ninguna dificultad a productos de forma esférica con un tamaño medio de granos entre 0,2 y 2 mm con una densidad aparente de aproximadamente 900 a 1.100 g/l, si la expansión se efectúa en un tubo rotatorio en lugar de en una torre de pulverización.

20 Además el procedimiento puede realizarse de modo especialmente ventajoso cuando se utiliza en tal caso el llamado "procedimiento de reflujo de producto", y se devuelve al tubo rotatorio una parte del producto terminado. La ventaja de este modo de trabajo estriba en que la cantidad de producto de reflujo y de material a inyectar de nueva aportación puede ser mantenida en una proporción tal que se impide una adherencia de partículas en el tubo rotatorio y una aglutinación durante el proceso de calcinación. En este caso se ha mostrado especialmente
25 conveniente una proporción de material de nueva aportación a producto de reflujo de 1:5 a 5:1.

410804



Los procedimientos de reflujo de producto hasta ahora conocidos, que trabajan con utilización de suspensiones y soluciones, precisan de un consumo de energía relativamente elevado en lo esencial para expulsar el agua, y exigen un proceso separado de neutralización, lo cual no ocurre de acuerdo con el invento, dado que aprovechando el calor de neutralización y dilución en el proceso de pulverización juntamente con el procedimiento de reflujo de producto, además de obtenerse el ahorro de energía se puede aprovechar para la calcinación especialmente el mayor rendimiento de un tubo rotatorio.

Si se desea preparar un producto que se disuelva de modo especialmente homogéneo sin ninguna formación de terrones, cuando sea cubierto por rociado con agua, es conveniente rociar el producto final obtenido, después de enfriamiento, con 3 a 15% de agua, preferiblemente 7 a 13% de agua en un mezclador o tubo rotatorio usual, en caso de que sea necesario con enfriamiento, y a continuación dejar secar dicho producto.

Un dispositivo para la realización del procedimiento está representado en los dibujos en las figuras 1 y 2.

Los componentes, ácido fosfórico y lejía de sosa, son añadidos dosificadamente al sistema cerrado 14 de modo correspondiente a la solicitud principal, mediante la bomba de pistones gemelos 11 a través de las conducciones de introducción 12, son neutralizados allí, liberándose, dependiendo de los ácidos concentrados y de las lejías concentradas utilizadas, grandes cantidades de calor de reacción. De este modo sube la presión en el sistema, sin que se produzca una evaporación del agua contenida en la solución de reacción, ya que se escoge la sección

410804



transversal de la tobera de pulverización 15 de manera tal que no aparezca en el sistema ninguna caída de presión. Por consiguiente no tiene lugar ninguna evaporación antes de la inyección por tobera. Por lo tanto es posible regular el proceso de pulverización mediante variación de la potencia de la bomba o de la sección transversal de las toberas, pudiéndose emplear ventajosamente toberas con una sección transversal de tobera entre 15 y 40 mm. El tubo rotatorio 16 puede estar provisto convenientemente con chapas de arrastre 20, que transporten desde abajo hacia arriba el producto a calcinar, de manera que se garantice un intenso intercambio de calor. El producto final así obtenido es extraído del tubo rotatorio y en una parte es retirado como producto terminado, y en otra parte es devuelto mediante un órgano transportador aislado 17 a través de un tubo 19 que se extiende dentro del tubo rotatorio 16 junto al puesto de entrada de producto de reflujo 18 en dicho tubo rotatorio. De este modo se puede pulverizar una solución directamente sobre una cortina de material que está cayendo continuamente.

Con ayuda de este sencillo dispositivo no puede evitarse totalmente que en la microdistribución resulte una proporción de Na_2HPO_4 : NaH_2PO_4 que oscile durante corto tiempo y de este modo provoque la formación de un trifosfato, que tenga por ejemplo un mayor contenido de trimetafosfato o también de fosfato Maddrell o también de difosfato.

Esta desventaja puede evitarse mediante la incorporación de un tubo de mezclado 13 de acuerdo con la figura 2, que puede ser intercalado entre las conducciones de entrada 12 y 14. En este tubo de mezclado se igualan y nivelan las diferencias

410804



momentáneas de concentración, extraordinariamente pequeñas, causadas por la bomba dosificadora que trabaja de modo pulsatorio. También puede utilizarse una bomba gemela de varios pistones que garantice una introducción que no sea pulsante de ambas sustancias de partida.

Ejemplo 1.

Preparación de trifosfato de sodio $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$.

A través de una bomba dosificadora doble se pulverizan 2.250 litros por hora de H_3PO_4 (55% de P_2O_5) y 2.450 litros por hora de NaOH (al 50%) correspondientes a un rendimiento de 3.400 kg. de trifosfato de sodio con intercalamiento del tubo de mezclado 13, que tiene un tramo de mezclado de alrededor de 8 metros de longitud, a través de una tobera 15 de 34 mm. dentro del tubo rotatorio 16 que se encuentra girando, que tiene una longitud de alrededor de 20 m. y posee un diámetro de alrededor de 2,90 m. y es alimentado con producto de reflujo. La solución está bajo una presión de 7 atmósferas manométricas y tiene una temperatura de alrededor de 160°C. La temperatura de entrada del gas en el tubo rotatorio se encuentra en 580°C, y la temperatura de salida del gas se encuentra en 120°C. La temperatura del material a la salida del producto es de alrededor de 450°C, y a la entrada de producto de reflujo es de alrededor de 400°C. La proporción de producto de nueva aportación a producto de reflujo es de 3,4 t: 10,5 t. Se obtiene un trifosfato de sodio granulado con 57,9% de P_2O_5 y una densidad aparente de 1.100 g/l.

El contenido de fase I se encuentra dentro del orden de magnitud de 0-16%. Si se quiere preparar un producto con un mayor contenido de fase I, se debe hacer variar el transcurso

410804



de la temperatura en el tubo rotatorio. Con una temperatura de entrada del gas, por ejemplo, de 650°C se obtiene un producto con un contenido de fase I de alrededor de 60%.

5 Con el fin de llevar a disolución de modo homogéneo sin formación de terrones a tal producto al cubrirlo con agua, tal como ocurre por ejemplo en las máquinas lavadoras de vajillas, se realiza a continuación el siguiente tratamiento ulterior.

10 A través de un tornillo sin fin dosificador regulable se incorporan 3 t por hora de trifosfato de sodio en un mezclador de doble árbol y se rocía con 300 l de agua. El rociado se efectúa a través de un tubo de toberas que se encuentra en el tercio delantero del mezclador. La cantidad de agua es ajustada mediante una bomba dosificadora de pistón de tal manera que se
15 compensan justamente con exactitud las pérdidas del evaporador que aparecen debido al efecto de hidratación. Con aproximadamente 300 l/hora se obtiene, en trabajo continuo, un producto con alrededor de 7% de agua. A continuación el producto pasa a un tornillo sin fin refrigerador de 12 m. de longitud y es enfriado
20 allí. El enfriamiento ulterior y la clarificación se efectúan mediante aire, que es succionado en contracorriente a través del tornillo sin fin refrigerador y del mezclador.

Ejemplo 2.

Preparación de difosfato tetrasódico.

25 A través de una bomba dosificadora doble se conducen dentro de un tubo de mezclado 1.520 litros por hora de H_3PO_4 (55% de P_2O_5) y 1.940 litros por hora de NaOH (al 50%) correspondientes a un rendimiento de 2.500 kg de difosfato tetrasódico

410804



y la solución resultante, después de circular a través de un tramo de mezclado de aproximadamente 8 m. de longitud, es pulverizada a través de una tobera de 34 mm. dentro del tubo rotatorio que se encuentra girando. Esta solución está bajo una presión de 12 a 15 atmósferas manométricas y tiene una temperatura de aproximadamente 190°C. La temperatura de entrada del gas en el tubo rotatorio es de aproximadamente 450°C, y la temperatura de salida del gas es de 90°C. La temperatura de material a la salida del producto se encuentra en alrededor de 330°C, y a la entrada del producto de reflujo se encuentra en alrededor de 250°C. La proporción de producto de nueva aportación a producto de reflujo es de 2,5 t : 1,5 t. Se obtiene un difosfato tetrasódico granulado con 53,3% de P_2O_5 y una densidad aparente de 900 g/l.

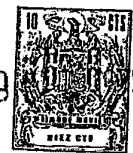
15

Ejemplo 3.

Preparación de difosfato tetrapotásico.

A través de una bomba dosificadora doble se pulverizan dentro del tubo rotatorio, que se encuentra girando, 1.400 litros por hora de H_3PO_4 (55% de P_2O_5) y 2.080 litros por hora de KOH (al 50%) correspondientes a un rendimiento de 2080 kg de difosfato tetrapotásico, mediante una tobera con una sección transversal de 20 mm. La temperatura de entrada del gas en el tubo rotatorio es de 610°C, la temperatura de salida del gas en el tubo rotatorio es de 160°C, la temperatura del material a la salida del producto se encuentra en alrededor de 450°C, y a la entrada de producto de reflujo se encuentra en alrededor de 400°C. La proporción de producto de nueva aportación a producto de reflujo es de 2,8 t : 12,5 t. Se obtiene un difosfato

410804¹⁹



tetrapotásico de estructura esférica, cuya densidad aparente es de 950 g/l.

--- N O T A ---

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

- 5 1. Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 356.656 por procedimiento y dispositivo para la fabricación de monofosfato, difosfato y trifosfato alcalinos o mezclas de los mismos, según el procedimiento de pulverización partiendo de ácido fosfórico y lejía de sosa, caracterizadas porque, en
10 el procedimiento, en lugar de expandirse en una torre de pulverización se expande en un tubo rotatorio.
2. Mejoras, caracterizadas porque, en el procedimiento una parte del producto terminado es devuelta al tubo rotatorio, siendo la proporción de material devuelto a material inyectado de nueva
15 aportación de aproximadamente 5 : 1 hasta 1 : 5.
3. Mejoras según las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque en el procedimiento, el producto terminado es rociado con 3 a 15%, preferiblemente 7 a 13% de agua y a continuación es secado.
- 20 4. Mejoras según las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque el dispositivo consta de bomba dosificadora, toberas, tubo rotatorio susceptible de ser calentado así como eventualmente tubo de mezclado, órgano transportador y tubo.

By

410804 1 73



5. MEJORAS INTRODUCIDAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL
Nº 356.656 POR PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA FABRICACION
DE MONOFOSFATO, DIFOSFATO Y TRIFOSFATO ALCALINOS O MEZCLAS DE
LOS MISMOS.

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

Madrid, 19 ENE 1973

CARLOS FERNANDEZ GARCIA
P. P.

Rey

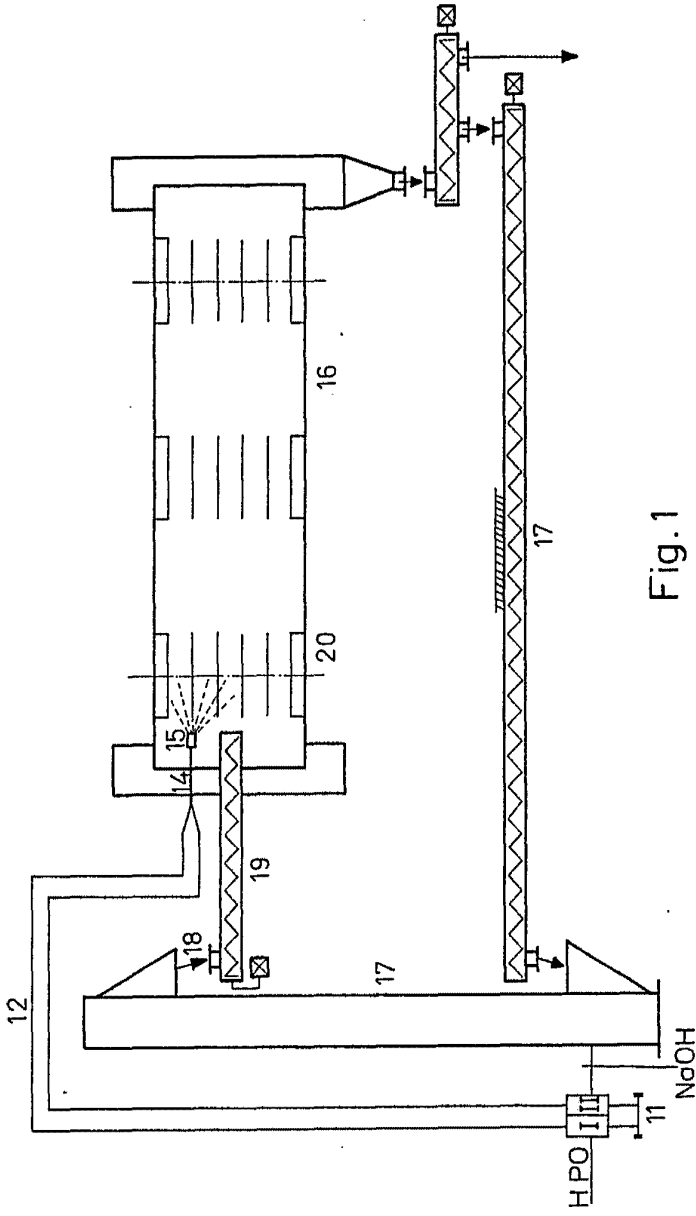


Fig. 1

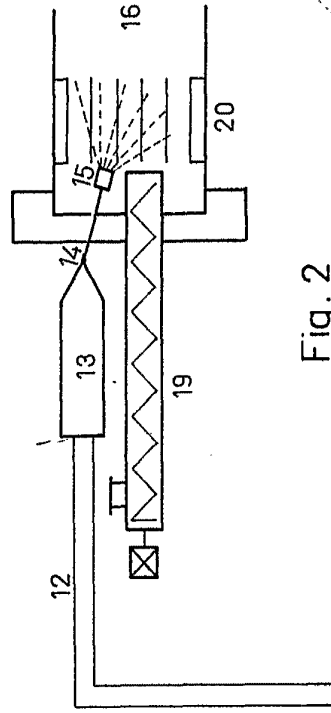


Fig. 2

Escala variable

Madrid, 19 Enero 1973

CARLOS FERRER
P.P.

410804

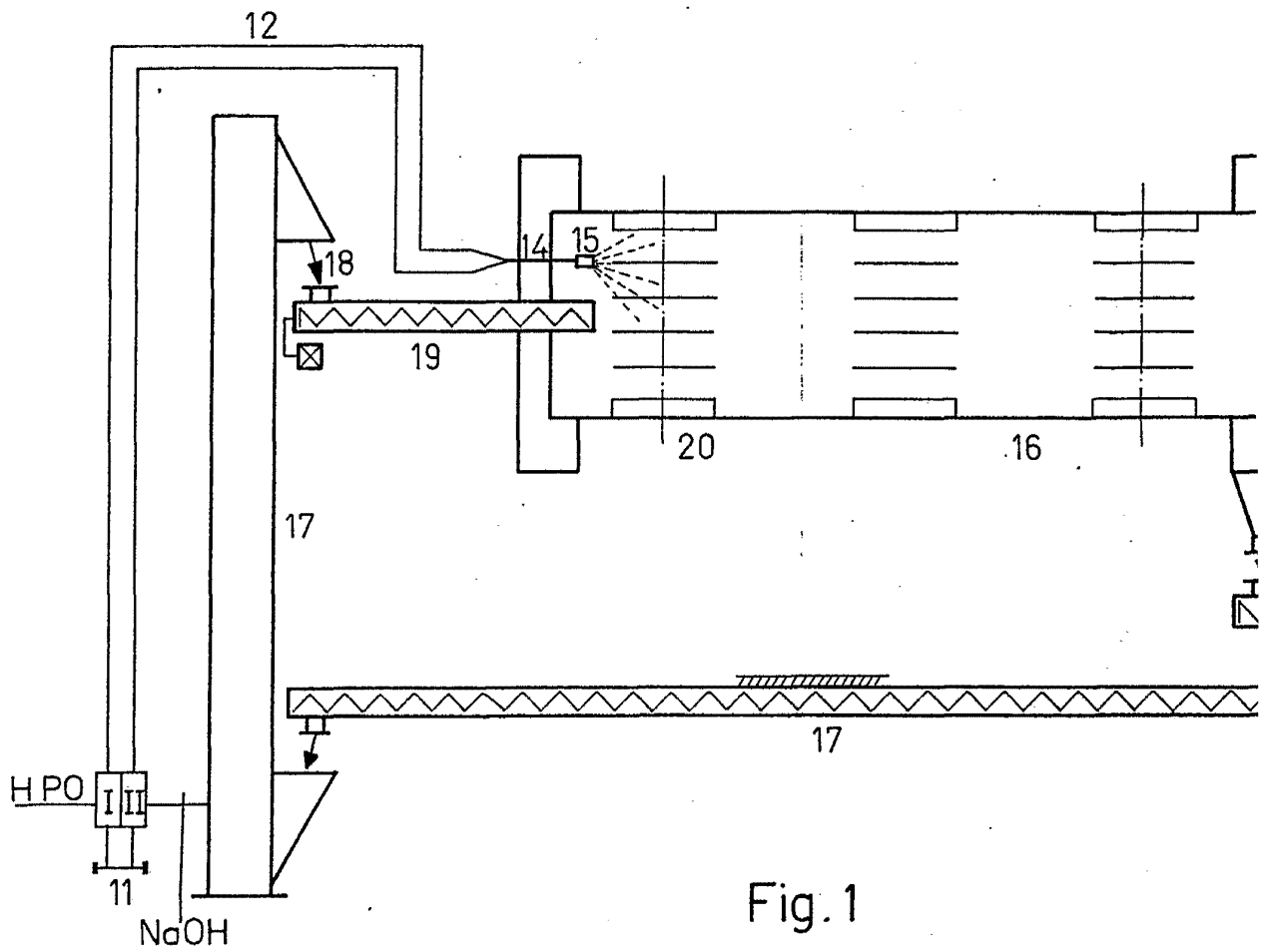


Fig. 1

Escala variable





410804

410804

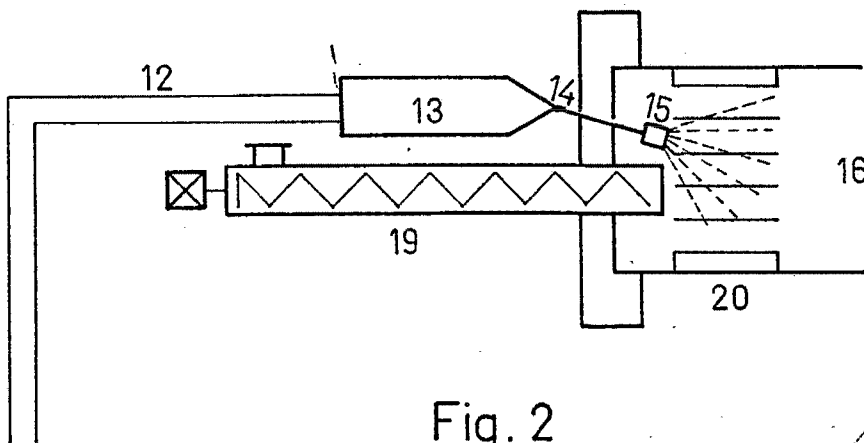
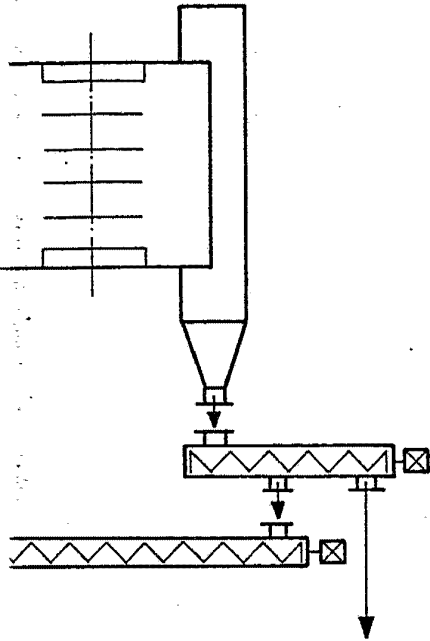


Fig. 2

Madrid, 19 Enero 1973

CARLOS FERNANDEZ CASPARIAN
P.P.