

41/424

PATENTE DE INVENCION

R 2045/2045 A1.

Int. Cl.:	C01B//C11D
-----------	------------

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA FABRICAR POLIFOSFATOS DE  
METALES ALCALINOS.

-----

*Solicitante:* RHONE-PROGIL, entidad francesa, residente en 25, quai  
Paul Doumer, 92408 - COURBEVOIE, Francia.

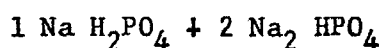
-----

La presente invención se refiere a la fabricación de polifosfatos de metales alcalinos y mas particularmente del tripolifosfato de sodio con cualidades determinadas, en especial cualidades de hidratación que se pueden determinar de antemano.

5.

El tripolifosfato de sodio es un producto corriente, que entra en una gran parte, que va del 10 al 50 %, en la formulación de las lejías y de los detergentes modernos.

5. Se fabrica generalmente el tripolifosfato de sodio por las operaciones siguientes; se prepara primeramente una mezcla de ortofosfatos mono y disódico que responde a la fórmula:



10. En esta mezcla la relación global Na/P es próxima a 5/3. Las sales se obtienen la mayoría de las veces a partir de soluciones acuosas que se secan, generalmente por atomización. Son más o menos secas y se las somete a una calcinación ya sea después de la atomización o bien al mismo tiempo que la atomización.

15. Por la calcinación los ortofosfatos experimentan una deshidratación intermolecular, esquematizada por la ecuación:



20. y que conduce a la formulación de tripolifosfato. Se sabe que la presencia de vapor de agua puesta en contacto con los ortofosfatos favorece el rendimiento de la reacción. La temperatura a la que es conducida la calcinación influye sobre la velocidad de la reacción, que es mas rápida a temperatura elevada, una temperatura demasiado elevada conduce sin embargo a la formación de polímeros superiores insolubles, generalmente indeseables.

25. Se sabe también que la elección de la tempera-

5. tura determina la forma cristalina del tripolifosfato que se obtiene: la forma o fase I denominada incluso fase "alta temperatura" se encuentra generalmente cuando se realiza la calcinación por encima de 500° C; la forma o fase II denominada incluso fase "baja temperatura" se encuentra cuando se realiza la calcinación por debajo de 500° C.
10. Se sabe que los tripolifosfatos pulverulentos tienen un comportamiento a la hidratación que difiere según la forma cristalina, aunque las dos formas conducen al mismo hidrato  $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10} \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ . La forma I se hidrata muy deprisa formando aglomerados duros y la forma II se hidrata mucho mas lentamente y no forma prácticamente bloques.
15. Los utilizadores tienen deseos precisos, sobre todo en lo que concierne a la facilidad de hidratación y se contentan la mayoría de las veces con un producto de forma II que se hidrata perfectamente sin masificado, pero cuya hidratación es lenta.
20. Ahora bien, en la práctica, los procedimientos actuales producen tripolifosfatos de los que solo una proporción predominante de la forma deseada puede ser garantizada. En efecto, en los procedimientos conocidos, y aunque se esfuerce en realizar la calcinación a la temperatura adecuada, no se obtiene mas que raramente la totalidad
25. de la producción bajo la forma cristalina que estaba prevista. Se atribuyen las irregularidades de los resultados a las dificultades que presenta la calcinación de grandes cantidades de ortofosfatos. En efecto, la mezcla de ortofosfatos pulverulenta es higroscópica, bajo la influencia
30. de la temperatura resulta pegajosa y se debe poner en prác-

tica importantes medios mecánicos para luchar contra su masificación. A pesar de estos medios, la masificación hace el tratamiento térmico difícil.

5. Se sabe también que la presencia de algunas sales minerales en el momento de la calcinación, puede modificar la forma cristalina obtenida para una misma regulación de temperatura. Estas sales extrañas, aunque añadidas a menudo en cantidad no despreciable, no permiten mas que corregir en una cierta medida los resultados de una fabricación.
- 10.

15. Por lo demás, se realiza la calcinación en presencia de vapor de agua, que es procurado, según los casos, en forma de agua, de vapor o incluso secando incompletamente las materias primas. En este último caso, el grado de humedad no es siempre homogéneo y de ello resultan todavía ciertas irregularidades.

20. Además, a menudo se está obligado a poner en circulación en especial en hornos giratorios de calcinación, cantidades importantes de productos incompletamente transformados, de modo que la duración de las operaciones es siempre elevada.

25. Por último no se obtiene en la mayoría de los casos mas que un producto tosco, de granulometría irregular, que debe todavía ser condicionado.

30. La Entidad solicitante ha hallado un procedimiento que permite producir polifosfatos alcalinos que tienen una forma cristalina determinada de antemano, por tratamiento térmico, en presencia de vapor de agua, de una mezcla de ortofosfatos sensiblemente secos, que tiene una relación molar óxido alcalino sobre anhídrido fosfórico

comprendida entre 1 y 2, siendo fabricados estos ortofosfatos por cualquier procedimiento conocido en sí, en especial a partir de ácido fosfórico por vía húmeda.

5. Según la invención, en una primera etapa, se realiza una granulación de la mezcla de ortofosfatos por medio de agua o de una solución acuosa, se secan los gránulos esféricos de ortofosfato obtenidos, y en una segunda etapa se someten los granulados esféricos de ortofosfatos secados al tratamiento térmico.

10. El procedimiento se aplica más particularmente a la fabricación de tripolifosfato de sodio a partir de una mezcla de fosfato mono y disódicos que tiene una relación molar  $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$  próxima de 5/3.

15. Se pone en práctica para la granulación un dispositivo cualquiera de granulación, provisto eventualmente de un dispositivo que permite seleccionar la granulometría. Se selecciona la mayoría de las veces gránulos de un diámetro comprendido entre 0,1 y 3,15 mm. Se reenvía eventualmente a la granulación el rechazo de la selección después de trituración eventual.

20. Después de la granulación, se secan los gránulos por debajo de 120° C por cualquier medio de secado conocido de por sí. Se utiliza generalmente una temperatura del orden de 100° C.

25. En una primera forma de realización de la segunda etapa del procedimiento se someten los gránulos secados al tratamiento térmico en un lecho fluidizado.

30. En una segunda forma de realización de la segunda etapa del procedimiento se somete los gránulos secados al tratamiento térmico introduciéndole por medio de

un transporte neumático a elevada temperatura, en un lecho fluidizado.

5. Se introduce vapor de agua en los gases de fluidización. Después de la segunda etapa los ortofosfatos son transformados de una manera prácticamente total en tripolifosfatos. Los gránulos obtenidos tienen la forma y la dimensión de los gránulos de ortofosfatos de la primera etapa.

10. El tiempo de estancia medio de los gránulos en la segunda etapa es generalmente inferior a 30 minutos.

15. En la primera forma de realización, el tiempo de estancia medio de los gránulos en el lecho fluidizado está comprendido generalmente entre 5 y 30 minutos según el tamaño de los gránulos. Cuando se mantiene la temperatura del lecho fluido entre 300 y 400° C aproximadamente, se obtienen, gránulos de tripolifosfatos constituidos en su totalidad de fase II. Cuando se mantiene la temperatura a un valor al menos igual a 480° C aproximadamente, se obtienen gránulos de tripolifosfatos constituidos en su totalidad de fase I. El mantenimiento de una temperatura intermedia permite obtener una mezcla de las dos fases, en proporción determinada. En la segunda forma de realización, se introducen los gránulos secados en un transporte neumático a elevada temperatura o "flash"; el tiempo de estancia de los gránulos es de algunos segundos, generalmente de 1 a 5 segundos. La temperatura es del orden de 550 a 660° C. En el lecho fluido que sigue, el tiempo de estancia de los gránulos es todavía menos elevado que en la primera forma de realización, está comprendido generalmente

20.

25.

30.

entre 1 y 10 minutos: los márgenes de temperatura entre los cuales se obtiene respectivamente la fase I y la fase II son menos elevados que en la primera forma de realización del tratamiento térmico.

5. Se pone en práctica el procedimiento de la invención, preferentemente en continuo, de la siguiente manera: se introduce la mezcla con la relación  $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5 = 5/3$  de ortofosfatos de sodio sensiblemente secos, pulverulentos, en un aparato de granulación por vía húmeda tal
10. como granulador, plato granulador, lecho fluido, u otro aparato conocido que permita regular fácilmente la granulación, se introduce allí al mismo tiempo agua o una solución acuosa, eligiendo preferentemente una solución al 50 % en peso, de ortofosfatos con la misma relación  $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5 = 5/3$ , que anteriormente; se obtienen gránulos esféricos, duros, con un rendimiento prácticamente cuantitativo: en efecto la proporción en finos es generalmente despreciable o muy pequeña; si llega el caso se reenvía los finos, eventualmente con los gruesos triturados, a la granulación.
15. Se selecciona la mayoría de las veces gránulos de un diámetro que se sitúa entre 0,1 mm y 3,15 mm según el material y la regulación elegidos. Estos gránulos contienen agua de hidratación; por ejemplo 15 % en peso cuando la solución de granulación es al 50 %. Es ventajoso secarlos en un lecho fluidizado. Se puede regular la densidad de los gránulos de ortofosfato, en especial por remojos y secados sucesivos. Se puede, de este modo, obtener gránulos cuya masa volúmica aparente se sitúa entre 0,5 y 1. Se han obtenido en especial gránulos cuya masa volúmica
20. aparente pasa de 0,65 a 0,9 después de tres pasadas suce-
- 25.
- 30.

sivas.

5. Se introducen a continuación los gránulos en un aparato de tratamiento térmico, que es ventajosamente un lecho fluidizado. Se elige la velocidad de fluidización según el tamaño de los gránulos, su densidad y las características del aparato. Se pueden elegir en especial velocidades que van de 0,2 m por segundo a 2 m por segundo y mas. A título indicativo se ha elegido una velocidad de 1 a 2 m/s con gránulos de 2 mm de diámetro y se ha obtenido un excelente rendimiento del aparato.
10. En la segunda forma de realización del tratamiento térmico, se introducen los gránulos en un lecho fluidizado precedido de un transporte neumático a elevada temperatura o "flash". El tiempo de estancia total de los gránulos es todavía mas corto que en el lecho fluido de tratamiento de tratamiento térmico. A título de ejemplo, gránulos que permanecen 10 segundos en un "flash" a 550° C salen, a 370 - 380° C aproximadamente y bastan 30 segundos en un lecho fluido a 350° C para obtener a la salida gránulos transformados totalmente el tripolifosfato.
15. Se ha encontrado en especial en la puesta en práctica de la segunda forma de realización de la invención, que se puede determinar de antemano la proporción en forma I del tripolifosfato mediante elección de la temperatura del lecho fluido entre 360 y 480° C.
20. Se sabe también que el resultado del tratamiento térmico depende, en una cierta medida, de la proporción en vapor de agua presente en los gases. Se ha encontrado en especial que para una misma temperatura se obtiene mas de forma I con una cantidad de vapor de agua in-
- 25.
- 30.

5. inferior al 14 % aproximadamente, o mas de forma II con una cantidad de vapor de agua superior al 14 % aproximadamente. En la práctica se encuentra ventajoso mantener constante la proporción de vapor de agua y determinar la proporción en forma I actuando sobre la temperatura del lecho fluido entre 360 y 480° C. Se elige con ventaja una proporción en vapor de agua comprendida entre el 14 y el 100 % en peso.
10. Según una mejora de la segunda forma de realización de la invención se realiza el tratamiento térmico introduciendo los gránulos esféricos de ortofosfatos por medio de un transporte neumático a elevada temperatura en un lecho fluidizado cuyos gases están a una temperatura comprendida entre 360 y 480° C y contienen de 14 a 100 %
15. en peso de vapor de agua y se recoge tripolifosfato de sodio granulado que tiene una proporción en forma I tanto mas elevada cuanto que la temperatura del lecho fluidizado es mas elevada y mas próxima a 480° C. Se fabrica tripolifosfato de sodio granulado constituido en su totalidad de
20. forma I cuando la temperatura de los gases del lecho fluidizado es al menos igual a 480° C y se fabrica tripolifosfato de sodio granulado constituido en su totalidad de forma II cuando la temperatura de los gases del lecho fluidizado es igual o inferior a 360° C.
25. En particular para una proporción en vapor de agua de los gases del lecho fluido del 20 % se obtiene tripolifosfato cuya proporción en forma I está en relación prácticamente lineal con la temperatura. Se tiene por tanto la ventaja de poder determinar de antemano la proporción
30. en forma I del tripolifosfato obtenido, con la sola regu-

lación de la temperatura.

5. Otra ventaja de la mejora de la segunda forma de realización de la invención es que se pueden elegir las condiciones operatorias del "flash" en una gama extensa de condiciones que concierne en especial a los tiempos de estancia, temperatura y composición de los gases a la entrada y a la salida, sin que estén afectadas las condiciones anteriores de regulación de la proporción en forma I.

10. Se ha encontrado en especial que la temperatura del flash puede variar entre por ejemplo 400 y 600° C, pudiendo ser elegida la proporción en vapor de agua en los gases a un valor cualquiera entre por ejemplo 20 g/m<sup>3</sup> y el vapor sobrecalentado puro. Condiciones económicas son realizadas por admisión de aire que contiene un 2 % en peso aproximadamente de vapor de agua en el flash.

15. En las diferentes formas de realización, los gránulos que salen de la segunda etapa del procedimiento constituyen el producto final. La transformación de ortofosfato en polifosfato es allí prácticamente completa, superior al 95 % y a menudo próximo al 100 %.

20. No se observa prácticamente la presencia de polímeros superiores insolubles.

25. Se determina además la repartición en fase I y en fase II por medio del análisis radiocristalográfico. Se mide la velocidad de hidratación por medio del ensayo siguiente: se mide la elevación de la temperatura de una cantidad de 150 g. de tripolifosfato que se vierte en 200 g. de agua a 80° C, que contiene en solución 50 g. de sulfato de sodio Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Se anota la temperatura de minuto en minuto. La velocidad de hidratación es tanto más ele-

30.

vada cuanto que la elevación de temperatura comprobada es mas rápida y mas importante.

5. También se observa el fraguado en masa eventual a la hidratación. Se ha comprobado de forma inesperada que los gránulos de la invención no se masifican en la hidratación, incluso cuando están constituidos de fase I. En este caso presentan la doble ventaja de una hidratación rápida y la ausencia de masificación. Los gránulos acabados son prácticamente secos y tienen la forma y la granulometría de los gránulos de ortofosfatos preparados en la primera etapa del procedimiento.

10. Su masa volúmica aparente es ligeramente disminuida, correspondiendo la disminución a la deshidratación intermolecular, es del orden del 8 al 9 %.

15. Los gránulos de ortofosfatos son producidos fácilmente en aparatos corrientes de granulación por vía húmeda con toda solución acuosa; son fácilmente manipulados en los diversos aparatos, en especial de clasificación y de secado; además soportan el tratamiento térmico sin atrición y sin dar lugar a los fenómenos de pegaduras de las técnicas conocidas.

20. En la regulación del tratamiento térmico, se ha hallado a veces ventajoso aprovecharse de algunas propiedades ya conocidas de sales minerales como el sulfato de sodio o el cloruro de potasio. Se sabe en especial que se puede obtener el polifosfato de forma "baja temperatura", para una regulación de temperatura que procura normalmente una mezcla de las dos formas, merced a la adición de sulfato de sodio; o incluso, para la misma regulación, la forma "elevada temperatura" merced a la adición de clo-
- 25.
- 30.

ruro de potasio. Así pues se tiene la posibilidad de responder a una demanda en forma I o forma II conservando a la vez la regulación de temperatura del aparato.

5. En el procedimiento de la invención se introducen las sales minerales, bajo forma de una solución acuosa en tanto como solución de granulación. Se tiene la ventaja, con respecto a los procedimientos conocidos, de no introducir mas que una cantidad mínima de sales extrañas, correspondiendo la cantidad introducida, generalmente del orden de algunos por cientos en peso con respecto a los ortofosfatos alcalinos, a la cantidad necesaria para el funcionamiento del aparato granulador.

10. Es evidente que a pesar de su relativa dureza, los gránulos de tripolifosfato de la invención pueden ser triturados por cualquier técnica conocida, y proporcionar un polvo que presenta la misma composición química que los gránulos.

15. El procedimiento de la invención puede, bien entendido, ser aplicado a la fabricación de todos los polifosfatos de metales alcalinos, cuya relación atómica metálica alcalino sobre fósforo esté comprendida entre 1 y 2.

20. El procedimiento es ventajosamente puesto en práctica en continuo.

25. Los ejemplos siguientes están dados a título ilustrativo y en modo alguno limitativo del procedimiento de la invención.

EJEMPLO 1

30. En un plato granulador, de un tipo corriente, se hace llegar en continuo ortofosfato de sodio atomizado a la relación Na/P = 5/3 a razón de 88 kg por hora. Se pul-

5. veriza sobre el producto en movimiento en el granulador una solución acuosa que contiene 50 % en peso de ortofosfato a la relación Na/P = 5/3, a razón de 44 kg por hora. Se extraen en continuo del granulador gránulos cuya granulometría está definida por tamizado entre 3,15 y 1 mm; los gruesos previamente triturados son reciclados a la alimentación del granulador.

10. Se obtienen gránulos ligeramente húmedos de densidad aparente 0,63. Tienen una pérdida a 100° C del 18 %. Se les seca a continuación en un lecho fluidizado alimentado de gases calientes de modo que la temperatura del lecho fluidizado sea mantenida a 100° C. A la salida del lecho fluido secador, los gránulos prácticamente secos son duros, y no experimentan atrición (frotamiento) durante tratamientos ulteriores.

15. Se les introduce a razón de 110 kg por hora, en un lecho de gránulos mantenidos en estado fluidizado por gases calientes que contienen 10 % en peso de vapor de agua; los efluyentes están a 350° C; el tiempo de estancia medio es de 15 minutos. Se producen 100 kg por hora de gránulos que son evacuados en continuo por un dispositivo de sobrevertido.

20. El tripolifosfato de sodio así obtenido conserva la granulometría de los gránulos ortofosfatos de partida; no contienen prácticamente finos; su masa volúmica aparente es de 0,50; el análisis cromatográfico cuantitativo muestra que contiene 3 % de los aniones bajo forma difosfórica, el resto bajo forma trifosfórica es tripolifosfato de forma II pura, lo que se revela por análisis radiocristalográfico. La velocidad de hidratación es eva-

25.

30.

luada por la elevación de temperatura; la temperatura es de 80° C en un minuto y de 86° C en 5 minutos.

EJEMPLO 2

5. Todas las operaciones son conducidas como en el ejemplo 1 pero la temperatura del lecho fluidizado de tratamiento térmico es llevada a 450° C y la proporción en vapor de agua de los gases es igual al 7 % en peso.

Se obtiene tripolifosfato que contiene 70 % de forma I y 30 % de forma II.

10. EJEMPLO 3

Todas las operaciones son conducidas como en el ejemplo 2 anterior, pero la temperatura del lecho fluidizado de tratamiento térmico es fijada a 480° C. Se obtiene tripolifosfato granulado de forma I prácticamente pura.

15. Se someten los gránulos a la hidratación y se comprueba que los gránulos se solubilizan sin fraguar en masa.

EJEMPLO 4

20. En un granulador, se hace llegar en continuo ortofosfato de sodio atomizado a la relación Na/P = 5/3 a razón de 132 kg/h. Una solución acuosa que contiene 50 % en peso de ortofosfato a la relación Na/P = 5/3 es pulverizada sobre el producto en movimiento en el granulador a razón de 66 kg/h.

25. Se extrae en continuo del granulador gránulos cuya granulometría es definida por tamizado entre 3,15 y 1 mm. Se reenvía a la alimentación del granulador los finos y las gruesas partículas previamente trituradas. Los gránulos retenidos tienen una densidad aparente de 0,63 y  
30. una pérdida del 18 % a 100° C.

Se les seca en un lecho fluidizado a 100° C.

5. Se introducen los gránulos que salen del secador a razón de 165 kg/h en un transporte neumático alimentado por gases a 600° C. El tiempo de estancia de un gránulo en el transporte neumático es de 2 segundos. A la salida del transporte neumático los gránulos, que están a una temperatura de 380° C aproximadamente, entran en un lecho fluidizado y son mantenidos allí durante 5 minutos. La temperatura del lecho fluidizado es de 350° C, siendo
10. la proporción en vapor de agua de los gases del 7 % en peso.

Se obtienen así 150 kg por hora de tripolifosfato de sodio que contiene 70 % de forma I y 30 % de forma II.

15. EJEMPLO 5

- Los ensayos siguientes muestran la influencia sobre la forma cristalina del tripolifosfato obtenido, de diversas sales extrañas introducidas en forma de solución empleadas para la granulación. Se opera en todos los ensayos siguientes como en el ejemplo 4 anterior.
- 20.

- a) A título comparativo, se granulan los ortofosfatos atomizados con agua pura. Los gránulos obtenidos, no secados, tienen una pérdida a 100° C del orden del 18 %. Se les trata como anteriormente. El tripolifosfato
25. obtenido contiene aproximadamente 60 % de forma I y 40 % de forma II.

- b) Los mismos productos de partida son granulados con agua adicionada de sulfato de sodio, de tal manera que los gránulos secos contengan 3 % en peso de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .
30. con respecto a los productos de partida. La calcinación

es realizada como en a).

El tripolifosfato obtenido es de la forma II prácticamente pura. La velocidad de hidratación es muy lenta. La elevación de temperatura no tiene lugar mas que 30 minutos después del vertido del producto en agua.

5.

c) Se incorpora a la granulación 5 % de tripolifosfato de forma I ó II. Se obtiene entonces tripolifosfato de forma II pura.

10.

d) Se incorpora a la granulación una cantidad de cloruro de potasio tal que haya de 0,10 % a 0,20 % en peso de iones potasio con respecto a los productos de partida.

Se obtiene tripolifosfato de forma I pura. Los gránulos se hidratan sin masificación.

15.

e) Se incorpora a la granulación 5 % en peso de tripolifosfato y 1,5 % en peso de cloruro de potasio.

Se obtiene tripolifosfato que contiene 40 % de forma I y 60 % de forma II.

20.

Los ejemplos 1, 2 y 3 ponen a la luz la brevedad del tiempo de estancia necesario para la reacción de transformación prácticamente total de los ortofosfatos en polifosfatos, cuando se opera en lecho fluidizado. El ejemplo 4 muestra que el tiempo de estancia es todavía reducido, cuando se opera en un transporte neumático seguido de un lecho fluidizado.

25.

Además, el lecho fluidizado del ejemplo 4 está a 350° C y proporciona un producto idéntico al del ejemplo 2, conteniendo un 70 % de fase I y un 30 % de fase II. En el ejemplo 2, el lecho fluidizado está a 450° C.

30.

El producto granulado del ejemplo 3 no se masi-

fica en la hidratación, aunque totalmente de forma I.

EJEMPLO 6

5. Se preparan gránulos de ortofosfatos como en el ejemplo 1, a partir de ortofosfato de sodio atomizado a la relación molar Na/P = 5/3.

10. Se eligen gránulos de un diámetro comprendido entre 3,15 y 1 mm, se les seca; su masa volúmica aparente es de 0,61 g/cm<sup>3</sup>. Se introducen los gránulos de ortofosfato en continuo a la entrada del "flash" al mismo tiempo que gases a una temperatura de 580° C y que contienen 20 % en peso de agua. El tiempo de estancia de los gránulos en el flash es de 3,5 segundos: a la salida del flash se separan los gránulos de los gases y se introducen los gránulos en un lecho fluido a 480° C, en el cual los gases contienen 20 % en peso de agua. El tiempo de estancia de los gránulos en el lecho fluido es de 10 minutos.

15. Se obtienen gránulos constituidos prácticamente en su totalidad de tripolifosfato de sodio de forma I, de masa volúmica aparente de 0,55 g/cm<sup>3</sup> y de granulometría idéntica a la de los gránulos de ortofosfatos introducidos. Aunque constituidos de forma I y anhidros, estos gránulos no se masifican durante una puesta en solución.

20. En los dos ejemplos que siguen se reproducen las condiciones operatorias idénticas a las del ejemplo 6, a excepción de la temperatura de los gases del flash.

EJEMPLO 7

25. Los gases del flash están a 540° C a la salida, en lugar de 420° C. El tripolifosfato obtenido a la salida del lecho fluido es idéntico al del ejemplo 1.

30. EJEMPLO 8

Los gases del flash están a 460° C a la entrada, en lugar de 680° C. El tripolifosfato obtenido a la salida del lecho fluido es idéntico al del ejemplo 1.

EJEMPLO 9

5. Las condiciones de marcha son idénticas a las del ejemplo 1 a excepción de la proporción en agua de los gases a la entrada del flash que es 2,3 % en lugar de 20 %.

El TPP granulado obtenido es idéntico al del ejemplo 1,

10. Se mide su velocidad de hidratación en las condiciones descritas en la solicitud de patente principal, y se encuentran una temperatura de 97,6° C al cabo de 1 minuto.

EJEMPLOS 10, 11, 12, 13 y 14

15. Las condiciones de marcha son idénticas a las del ejemplo 9 a excepción de la temperatura del lecho fluido. Para diferentes temperaturas se consiguen gránulos de TPP de los que se determina la composición en forma I y II como anteriormente.

20. Se recogen en el cuadro siguiente las temperaturas del lecho fluido y las características del TPP granulado obtenido en cada caso.

Ejemplos	9	10	11	12	13	14
Temperatura	480	470	455	410	370	360
% forma I	100	90	80	40	10	0
% forma II	0	10	20	60	90	100

Se mide la hidratación del TPP granulado obtenido a la salida del lecho fluido en el ejemplo 9. Se observan 79º C al cabo de 1 minutos y 82,1º C al cabo de 5 minutos.

5.

EJEMPLO 15

Las condiciones de marcha son idénticas a las del ejemplo 12, a excepción de la proporción en agua de los gases del lecho fluido que es de 5 % en lugar de 20 % en peso. El tripolifosfato de sodio obtenido contiene 60 % de forma I y 40 % de forma II.

10.

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 susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a dos Solicitudes de Patente, presentadas en Francia, con fechas 31 de julio de 1972 y 14 de junio de 1973, bajo los números 72.27486 y 73.21589, respectivamente; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA FABRICAR POLIFOSFATOS DE METALES ALCALINOS; caracterizándose por lo siguiente:

15.

20.

25.

1.- Procedimiento y aparato para fabricar polifosfatos de metales alcalinos, que tienen una forma cristalina determinada de antemano, según el cual se somete a un tratamiento térmico en presencia de vapor de agua, una

30.

- mezcla de ortofosfatos de metal alcalino sensiblemente secos, que tiene una proporción molar óxido de metal alcalino sobre anhídrido fosfórico comprendida entre 1 y 2; caracterizándose el procedimiento porque, en una primera etapa, se realiza una granulación de la mezcla de ortofosfatos por medio de agua o de una solución acuosa, se secan los gránulos esféricos de ortofosfatos obtenidos y, en una segunda etapa, se someten los gránulos esféricos de ortofosfatos secados al tratamiento térmico.
5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se fabrica tripolifosfato de sodio a partir de una mezcla de ortofosfatos mono y disódicos que tiene una proporción molar  $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$  próxima de 5/3.
10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se realiza la granulación por medio de una solución acuosa de una mezcla de ortofosfatos mono y disódicos, que tiene una proporción molar  $\text{Na}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$  próxima de 5/3.
15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se seleccionan gránulos esféricos de ortofosfatos de un diámetro comprendido entre 0,1 y 3,15 mm, y se reenvía eventualmente a la granulación el rechazo de la selección tras trituración eventual.
20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se secan los gránulos esféricos de ortofosfatos a una temperatura inferior a 120° C.
25. 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se realiza el tratamiento térmico de los gránulos esféricos de ortofosfatos en un lecho fluidizado.
- 30.

5. 7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se realiza el tratamiento térmico introduciendo los gránulos esféricos de ortofosfatos por medio de un transporte neumático a elevada temperatura en un lecho fluidizado.

10. 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 7, caracterizado porque se realiza el tratamiento térmico introduciendo los gránulos esféricos de ortofosfatos por medio de un transporte neumático a elevada temperatura en un lecho fluidizado cuyos gases están a una temperatura comprendida entre 360 y 480° C y contienen en peso de 14 % a 100 % de vapor de agua y se recoge tripolifosfato granulado que tiene una proporción en forma I tanto mas elevada cuanto que la temperatura del lecho fluidizado es mas elevada y mas próxima de 480° C.

15. 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque para fabricar tripolifosfato de sodio granulado constituido en su totalidad de forma I se regula la temperatura de los gases del lecho fluidizado a 480° C al menos.

20. 10.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque para fabricar tripolifosfato de sodio granulado constituido en su totalidad de forma II se regula la temperatura de los gases del lecho fluidizado a 360° C a lo sumo.

25. 11.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque para fabricar tripolifosfato de sodio granulado cuya proporción en forma I está en relación prácticamente lineal con la temperatura, se regula la proporción en vapor de agua de los gases del lecho fluido al

30.

20 % y su temperatura entre 360 y 480° C.

12.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque se realiza el transporte neumático a una temperatura del orden de 400 a 600° C.

5. 13.- Aparato para la realización del procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende esencialmente un granulador, un secador y un lecho fluidizado de tratamiento térmico.

10. 14.- Aparato según la reivindicación 13, caracterizado porque comprende además un transporte neumático a elevada temperatura.

15.- Procedimiento y aparato para fabricar polifosfatos de metales alcalinos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31 JUL 1973

RHONE-PROGIL.

A. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
Ingenieros de Minas y Geología

