

Int. Cl. C11D

13 DIC. 1976

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de  
BENCKISER-KNAPSACK GMBH, de nacionalidad  
alemana, domiciliada en 6802 Ladenburg/  
Neckar, Am Hafen 2, (Alemania); por :  
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN  
GRANULADO MIXTO A BASE DE TRIPOLIFOSFATO  
DE SODIO Y UN SILICATO DE METAL ALCALINO".

441642

Objeto del presente invento es un procedimiento para la preparación de un granulado mixto a base de tripolifosfato de sodio y un silicato de metal alcalino.

5 Se conocen diferentes procedimientos para la preparación de dichos granulados mixtos, todos los cuales parten de tripolifosfato de sodio molido. Así, de acuerdo con la DT-AS 2.046.658 se prepara uno de tales granulados mixtos, granulando una mezcla en forma de polvo a base de tripolifosfato de sodio y silicato de metal alcalino con agua o con una solución acuosa  
10 de silicato de metal alcalino y/o de tripolifosfato de sodio sobre una bandeja rotatoria. Los gránulos obtenidos son secados durante aproximadamente 30 a 60 minutos a alrededor de 80°C.

Después de ello se separa por tamizado la fracción de granos de 0,2 a 1,2 mm de diámetro y se devuelve el grano de tamaño inferior de retorno al proceso, mientras que el grano de tamaño excesivo es molido hasta el tamaño de grano deseado.

5 De acuerdo con otro procedimiento, tal como se describe en la DT-OS 2.039.584, para la preparación en una sola etapa de un granulado que no se aglomera a base de tripolifosfato de sodio y silicato de metal alcalino se rocía vidrio soluble sobre una mezcla de tripolifosfato de sodio y de disilicato de sodio,  
10 en forma de polvo, mantenida por medios neumáticos en suspensión en un reactor, siendo evacuado el calor de reacción mediante una corriente gaseosa conducida a través del reactor.

En este procedimiento se parte de un tripolifosfato de sodio prácticamente anhidro, molido, con un contenido de fase I  
15 de 50 a 80% y una densidad aparente de 800 a 1050 g/l.

En la DT-OS 2.205.831 se describe un procedimiento para la preparación de monofosfatos, difosfatos y trifosfatos de metales alcalinos en forma granulada, según el cual se puede preparar tripolifosfato por el procedimiento de atomización, partiendo de  
20 ácido fosfórico y de hidróxido de metal alcalino, conduciendo conjuntamente a una conducción de mezclado un ácido con 40 a 65% de  $P_2O_5$  junto con lejía de metal alcalino al 40 hasta 70% en la correspondiente proporción molar, y expandiendo en un tubo rotatorio directamente a través de una o varias boquillas la solución  
25 sobrecalentada por el calor de neutralización, que se encuentra bajo la presión de vapor de agua establecida. De este modo se obtiene un tripolifosfato de sodio en forma de esferas con un

tamaño medio de granos entre 0,2 y 2,0 mm así como con una densidad aparente de aproximadamente 900 a 1100 g/l.

5 El procedimiento se puede llevar a cabo además de un modo especialmente ventajoso, si una parte del producto terminado es devuelta al tubo rotatorio y se trabaja de acuerdo con el procedimiento llamado de material de reflujó.

10 Caso de que se desee, con el fin de mejorar la solubilidad el producto final obtenido, tras enfriar con 3 a 15% de agua, puede ser rociado dentro de un tubo rotatorio o de un mezclador usual y a continuación puede ser secado. De este modo se obtiene un tripolifosfato de sodio, que es especialmente bien apropiado para la incorporación en agentes para lavado de vajillas con el fin de efectuar la limpieza mecánica de vajillas.

15 A diferencia de los procedimientos hasta ahora conocidos, todos los cuales partían siempre de tripolifosfato de sodio pulverizado, y en los cuales se ha empleado en la mayor parte de los casos vidrio soluble como líquido de granulación, se ha encontrado ahora que se puede llegar de una manera sencilla a un granulado mixto extraordinariamente resistente a la abrasión,  
20 si se somete a inyección con agua a través de boquillas dentro de un tubo rotatorio tripolifosfato de sodio granulado juntamente con silicato de metal alcalino, y se enfrían con aire conducido en contracorriente.

25 De un modo especialmente ventajoso, el procedimiento se puede llevar a cabo con un granulado de tripolifosfato de sodio, que se había obtenido de acuerdo con el procedimiento de la DT-OS 2.205.831. Tal tripolifosfato de sodio es bien apropiado

en especial, a causa de su estructura de granos y de su densidad aparente, como componente de agentes de limpieza, especialmente de agentes para lavado de vajillas para la limpieza mecánica de vajillas.

5                    Dichos agentes para lavado de vajillas contienen además del tripolifosfato de sodio como otro componente importante, también silicato de sodio, y asimismo agentes tensioactivos y portadores de cloro activo.

10                   Para lograr un agente para lavado de vajillas que pueda ser bien eliminado por enjuagado y con el fin de evitar la separación de la mezcla en sus componentes durante el almacenamiento y el transporte, es necesario que también el silicato de sodio utilizado se presente en forma granulada, de modo que para la preparación de la mezcla a partir de estos dos componentes eran  
15                   necesarias hasta ahora 3 etapas de trabajo, a saber la granulación del tripolifosfato de sodio, la granulación de silicato de sodio y el mezclado de estos componentes, a los cuales se añaden o aplican por rociado los restantes componentes.

20                   De acuerdo con el presente invento, es posible preparar en una sola etapa de trabajo un granulado mixto dispuesto para el empleo, que corresponde plenamente a los requisitos y a las exigencias deseadas, ya que los granulados obtenidos tienen una estructura uniforme de granos y la deseada densidad aparente para la colocación de la cantidad necesaria en el dispositivo de dosificación de la máquina lavadora de vajillas; además  
25                   de ello la buena posibilidad de eliminar por enjuagado un agente para lavado de vajillas producido con este granulado mixto es

de importancia decisiva para la utilización en la práctica.

De los silicatos de metales alcalinos son apropiados en especial silicatos de sodio, cuya proporción molar de  $\text{SiO}_2$ :  $\text{Na}_2\text{O}$  es de 1:1 hasta 2:1.

5 Otra ventaja más se establece de acuerdo con el procedimiento del invento por el hecho de que el aire conducido en contracorriente con respecto al producto a granular evacúa inmediatamente el calor de reacción que se libera y seca al granulado simultáneamente junto a la superficie. De este modo no tiene lugar ninguna descomposición hidrolítica del tripolifosfato de sodio, a diferencia de los procedimientos de granulación, en los cuales para el secado del producto granulado se ha de introducir calor.

10

Si se utiliza un tripolifosfato de sodio, que es preparado según el procedimiento de la DT-OS 2.205.831, la producción técnica es simplificada aún más por el hecho de que a la obtención del tripolifosfato de sodio se hace seguir directamente la preparación del granulado mixto, y de este modo se pueden reunir ambos procesos en una sola etapa de trabajo.

15

20 Ejemplo 1

En un pequeño tubo rotatorio dispuesto a continuación de la instalación de producción para la preparación de tripolifosfato de sodio granulado, se introducen mediante un tornillo sin fin dosificador desde un depósito intermedio aproximadamente

25 2,1 toneladas por hora de granulado de tripolifosfato de sodio con una estructura de granos de 0,2 a 2 mm, preferiblemente con 70% de 0,8 a 1,6 mm, y un contenido de fase I menor de 10%, y

por medio de un segundo tornillo sin fin dosificador se introducen desde un depósito de reserva aproximadamente 2,8 toneladas por hora de metasilicato de sodio-dihidratado molido usual en el comercio, a través de un tornillo sin fin mezclador.

5 El tubo rotatorio con una longitud de aproximadamente 10 metros y un diámetro de aproximadamente 1 metro está equipado con un tubo para inyección de agua, a través de boquillas con ayuda del cual se aplican por goteo sobre la mezcla de productos aproximadamente 300 litros de agua por hora. El número de vuel-  
10 tas del tubo es en este caso de 7 rpm. En sentido contrario a la corriente del material se hace pasar una corriente de aire de 4.000 m<sup>3</sup>/hora mediante un ventilador, bajo la presión atmosférica, la cual corriente seca al granulado mixto resultante junto a la superficie. El producto obtenido de este modo tiene un tamaño uniforme de granos y posee una composición de 41,5% de  
15 Na<sub>5</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub> y de 42,5% de Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> y aproximadamente 16% de agua; la densidad aparente tiene un valor de 1050 g/l.

#### Ejemplo 2

En el dispositivo, tal como se describe en el Ejemplo 1,  
20 se introducen a través de tornillos sin fin mezcladores 2,2 toneladas por hora de granulado de tripolifosfato de sodio y 2,3 toneladas por hora de metasilicato de sodio pentahidratado molido, usual en el comercio. La mezcla de productos es sometida a inyección con aproximadamente 300 litros de agua por hora a través  
25 de boquillas. El número de vueltas del tubo es de 7 rpm.

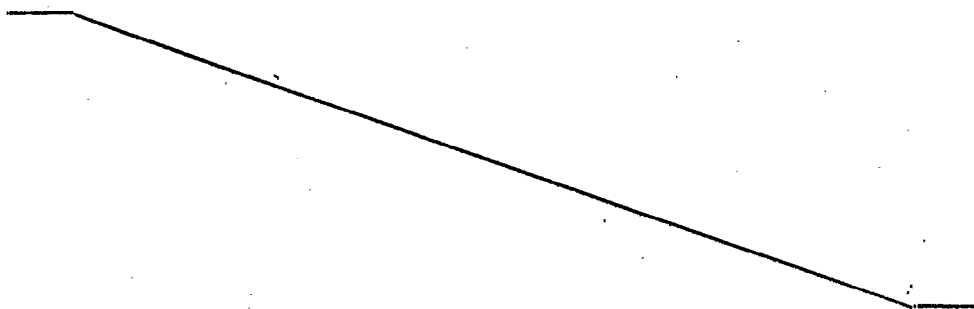
En dirección contraria a la de esta corriente de material se conduce una corriente de aire de aproximadamente 4.000 m<sup>3</sup>

/hora a la presión atmosférica. Se obtiene de este modo un granulado mixto homogéneo de tamaño de granos uniforme, con una composición de aproximadamente 48% de  $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ , aproximadamente 27% de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  y aproximadamente 25% de agua. La densidad aparente se encuentra en 1050 g/l.

Ejemplo 3

Dado que para el empleo del granulado mixto en agentes para lavado de vajillas es especialmente importante el hecho de que el producto al ser retirado por enjuagado desde la cámara de reserva de una máquina lavadora de vajillas no se endurezca sino que pueda ser retirado con facilidad por enjuagado, se utilizó, para experimentar esta propiedad, el siguiente ensayo:

50 g de material son cubiertos con 100 ml de agua a 20°C en un vaso de vidrio de boca ancha de 250 ml y primero se deja reposar durante 5 minutos. Después de ello se agita con una varilla de vidrio y se evalúa la consistencia de la pasta. Una evaluación adicional tiene lugar después de una hora. Los resultados obtenidos en tal caso están recopilados en la siguiente tabla, comparándose los productos individuales y una mezcla convencional con el granulado mixto de acuerdo con el presente invento.



I A B L A

Productos	Ensayo de retirada por enjuagado después de 5 minutos	Ensayo de retirada por enjuagado después de 1 hora
NTPP, <sup>x</sup> pulverizado, 5% de fase I	Sedimento totalmente endurecido	Sedimento totalmente endurecido
NTPP, pulverizado, 40% de fase I	Sedimento ligeramente endurecido	Sedimento endurecido
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	Pegajoso, difícilmente agitable	Sedimento casi duro
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> · 2H <sub>2</sub> O	Pegajoso, difícilmente agitable	Sedimento casi duro
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> · 5H <sub>2</sub> O	Lodoso, difícilmente agitable	Sedimento casi duro
Mezcla de NTPP y Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> · 2H <sub>2</sub> O	Sedimento casi duro	Sedimento duro
Granulado mixto según el presente invento	Incoherente, fácilmente agitable	Fácilmente agitable, incoherente

x NTPP = tripolifosfato de sodio

Tal como se puede deducir de la tabla precedente, el producto de acuerdo con el procedimiento según el invento manifiesta un índice muy bueno en el ensayo de retirada por enjuagado mientras que mezclas preparadas de modo convencional proporcionan resultados esencialmente peores.

-- N O T A --

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

1. Procedimiento para la preparación de un granulado mixto a base de tripolifosfato de sodio y un silicato de metal alcalino, caracterizado porque se somete a inyección con agua a través de boquillas a tripolifosfato de sodio granulado juntamente con silicato de metal alcalino en un tubo rotatorio, y se enfría con aire conducido en contracorriente.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza un tripolifosfato de sodio cuya densidad aparente se encuentra entre 900 y 1100 g/l.
3. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se utiliza un tripolifosfato de sodio que tiene un tamaño de granos de 0,2 a 2 mm, especialmente de 0,8 a 1,6 mm.
4. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se utiliza un tripolifosfato de sodio que posee un contenido de fase I de como máximo 10%.
5. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracte-

rizado porque se utiliza un tripolifosfato de sodio que se había  
obtenido conduciendo conjuntamente dentro de una conducción de  
mezclado en la proporción molar apropiada  $H_3PO_4$  con 40 a 65% de  
 $P_2O_5$  juntamente con NaOH al 40 hasta 70%, y expandiendo la solu-  
5 ción sobrecalentada por el calor de neutralización, que se encuen-  
tra bajo la presión de vapor de agua establecida, directamente a  
través de una o varias boquillas dentro de un tubo rotatorio.

6. PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN GRANULADO MIXTO A BASE  
DE TRIPOLIFOSFATO DE SODIO Y UN SILICATO DE METAL ALCALINO.

10 Tal como se describe y reivindica en la presente Memo-  
ria Descriptiva, que consta de diez hojas escritas a máquina por  
una sola cara.

Madrid, - 9 OCT 1975

CARLOS FERNANDEZ BANDELA  
P P