



443714

M E M O R I A D E S C R I P T I V A
de una Patente de Invención a nombre de:
BENCKISER-KNAPSACK GmbH., de nacionali -
dad alemana, domiciliada en 6802 Ladenburg/
Neckar, Am Hafen 2 (ALEMANIA); por: "PRO-
CEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA PREPARA-
CION DE FOSFATO TRISODICO".

Int. Cl. ColB -ooo000ooo-

Objeto del presente invento es un procedimiento pa
ra la preparación de fosfato trisódico por neutralización de
ácido fosfórico con lejía de sosa aprovechando el calor de -
neutralización para la evaporación del agua que se forma en
este caso, con devolución de las aguas madres y separación -
del producto final.

Los procedimientos conocidos para la preparación -
de fosfato trisódico parten de fosfato disódico, que es hecho
reaccionar con lejía de sosa para formar fosfato trisódico. En
tales casos se mezclan habitualmente en un mezclador Na_2HPO_4 .
2 H_2O y sosa cáustica, y a continuación se calcina la mezcla
en un horno rotatorio.

Además de ello puede partirse de fosfato disódico



anhidro y de lejía de sosa al 50%, hacer reaccionar a éstos en un mezclador y a continuación calcinar la mezcla de reacción.

Estos procedimientos tienen, no obstante, la desventaja de que durante el proceso de calcinación resultan considerables cantidades de pirofosfato tetrasódico y de carbonato sódico, además del deseado fosfato trisódico. Además de ello el proceso se puede llevar a cabo de un modo continuo sólo con equipos dosificadores y con instalaciones de mezclado previo de mucha precisión ya que una desviación de la mezcla desde la proporción estequiométrica tiene como consecuencia inmediatamente un aumento de la proporción de pirofosfato o de la proporción de carbonato de sodio. También aparecen problemas de almacenamiento en el caso de productos que son preparados de este modo, ya que estos productos, después de un necesario proceso de molienda, se aglomeran con facilidad en los silos ya que reaccionan posteriormente en un grado imprevisible de antemano.

Además de ello, el fosfato trisódico se separa por cristalización, con enfriamiento, en forma de dodecahidrato (12-hidrato) desde las lejías finales de la producción de ácido fosfórico de procedimiento en húmedo. A partir de esto se puede preparar en principio, por calcinación, un producto anhidro. Aparte del hecho de que, por causa de la masa fundida de hidrato resultante, aparecen problemas técnicos de procedimiento en lo que se refiere a la formación de incrustaciones, un producto obtenido de este modo no puede ser utilizado para muchas finalidades de utilización, por ejemplo en la industria de



los alimentos, a causa de sus impurezas que proceden del ácido de procedimiento en húmedo.

5 La calcinación de un fosfato trisódico dodecahidratado (12-hidrato) preparado a partir de un ácido de procedimiento térmico es difícil y además de ello antieconómica desde el punto de vista técnico de procedimiento, por causa de la formación de incrustaciones. Independientemente de ello, a partir del $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O} \cdot 1/4 \text{NaOH}$ no se puede preparar ningún Na_3PO_4 exactamente estequiométrico.

10 Es posible también, sin ninguna dificultad, preparar un fosfato trisódico anhidro según el procedimiento de atomización, pero se obtiene un producto ligero, de forma esférica, que después de la molienda, la cual es necesaria para la transformación ulterior, tiende con mucha facilidad al desprendimiento de polvo y conduce entonces a grandes molestias por razón del elevado valor de pH.

15 Se ha encontrado ahora que se pueden evitar las desventajas explicadas, y que se llega en un procedimiento rentable a un fosfato trisódico muy puro, si en un circuito continuo se hace afluir a las aguas madres una cantidad constante de ácido fosfórico por unidad de tiempo, siendo mantenida también constante la cantidad de reflujo de aguas madres, la mezcla retirada de ácido fosfórico y de aguas madres es mezclada con una cantidad estequiométrica, referida al ácido fosfórico, de lejía de sosa en un reactor, y la suspensión resultante es transferida a un recipiente de permanencia, que es regulado a una temperatura por encima del punto de conversión

20

25



de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ en $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$.

La temperatura en el recipiente de permanencia es mantenida constante mediante evaporación en este caso mediante retirada de vapores y por intercambio térmico con los vapores que salen del reactor, sirviendo como índice de regulación para la evaporación la altura de llenado en el recipiente para aguas madres.

De este modo se obtienen todas las etapas de hidratación que se encuentran por debajo del $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$.

Evidentemente, se puede ajustar cualquier etapa de hidratación situada entre el $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ y el producto anhidro. Dependiendo del producto final deseado se puede mantener el recipiente de permanencia a una temperatura que se encuentre siempre entre el punto de conversión desde el hidrato superior al hidrato inmediatamente inferior y desde éste, finalmente, a la etapa anhidra. Por ejemplo, la deshidratación puede ser llevada a cabo también manteniendo el recipiente de permanencia a una temperatura situada entre el punto de conversión de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$ en $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en Na_3PO_4 semihidratado o anhidro. De este modo se obtiene el hexahidrato (6-hidrato), que a continuación puede ser transformado sin problemas en el producto anhidro, por ejemplo por calcinación en el tubo rotatorio.

Se llega también al semihidrato o al producto anhidro, si se mantiene el recipiente de permanencia a temperaturas que están por encima del punto de conversión de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en Na_3PO_4 con contenidos menores de agua de cristaliza-



ción.

Las temperaturas necesarias para el recipiente de permanencia con el fin de preparar los hidratos inferiores se encuentran por encima de aproximadamente 68°C. El hexahidrato (6-hidrato) se forma en un margen entre 68 y 90°C, encontrándose el margen preferido de temperatura entre 80-85°C.

La realización continua del procedimiento es hecha posible por medio del siguiente dispositivo (véase figura): el dispositivo consta de un recipiente de neutralización 1, un intercambiador de calor 2, un recipiente de permanencia 3, un separador 4 y un recipiente para aguas madres 5, en que

a) el recipiente de neutralización 1 está provisto con un agitador 6, una conducción de introducción de lejía de sosa 7, una conducción de introducción 8 procedente del recipiente de aguas madres 5, un rebosadero 9 hacia el recipiente de permanencia 3, y una conducción de retirada de vapores 10, que tiene dos válvulas 11, 12, una para la introducción de vapores en el intercambiador de calor 2 y otra para la evacuación de vapores;

b) el recipiente de permanencia 3 tiene un agitador 13, una conducción en circuito 14 a través del intercambiador de calor 2 y un rebosadero 15 hacia el separador 4;

c) el separador 4 tiene una conducción de retirada de producto 16 así como una conducción de devolución de aguas madres 17; y

d) el recipiente para aguas madres 5 tiene una conducción de introducción de ácido fosfórico 18, medidores del ni-



vel de llenado 19, 20, que regulan la introducción de vapores en el intercambiador de calor 2, así como una conducción de - retirada 21 para la mezcla de ácido fosfórico y aguas madres hacia el recipiente de neutralización 1.

5 En este dispositivo, las suspensiones o soluciones son bombeadas permanentemente en el circuito. El ácido fosfórico es añadido al recipiente para aguas madres mediante la - bomba dosificadora de pistón en una cantidad tal que resulta una solución transparente con una proporción de $\text{Na}_2\text{O}:\text{P}_2\text{O}_5$ de
10 aproximadamente 2:1. Esta solución es conducida al recipiente de neutralización, en el cual la lejía de sosa es introducida en una cantidad tal que queda garantizada la necesaria proporción de $\text{Na}_2\text{O} : \text{P}_2\text{O}_5$. La solución neutralizada es transferida al recipiente de permanencia y allí el producto cristalizado es retirado del proceso de circuito por ejemplo median
15 te una centrífuga.

 Si no se trabaja en las condiciones descritas en un proceso continuo en circuito cerrado o si no se introducen el ácido o la lejía en los lugares descritos, existe entonces el
20 peligro del enfriamiento local de la solución o de la suspensión o de la separación por cristalización repentina de fosfato trisódico dodecahidratado (12-hidrato).

 El aprovechamiento de una parte del calor de neutralización según el principio de la neutralización directa,
25 en sí conocida, se efectúa en el caso del nuevo procedimiento haciendo que la neutralización de lejía de sosa con ácido fosforico + aguas madres se realice en el recipiente de neutra-



lización a aproximadamente 115°C, y la suspensión o solución
obtenida de este modo sea introducida a presión en el reci -
piente de permanencia puesto en vacío, siendo disminuída la
temperatura a los valores precisados, lo cual tiene como con-
5 secuencia una evaporación por expansión. La concentración to-
tal de P_2O_5 necesaria para una cristalización óptima se ajus-
ta en este caso - tal como lo han demostrado cálculos calori-
ficos - en aproximadamente 25-27% de P_2O_5 , debiendo ser añ-
dido el vapor resultante en el recipiente de neutralización,
10 procedente de la reacción de neutralización, sólo en parte pa-
ra corregir la concentración, por ejemplo para evaporar agua
de rociado, en el intercambiador de calor. La regulación de
la introducción de vapor en el intercambiador de calor se efec-
túa en este caso por medio de los medidores de nivel de lleng-
15 do 19, 20, situados en el recipiente para aguas madres, a tre-
vés de las válvulas 11, 12 delante del intercambiador de calor.

Junto a la agitación en el recipiente de permanencia
es favorable una recirculación permanente, ya que de este modo
se ofrece la posibilidad de gobernar, mediante los intercam-
20 biadores de calor intercalados, la necesaria concentración de
 P_2O_5 en el recipiente de permanencia en función de la altura
de llenado en el recipiente para aguas madres, y dado que, -
además de ello, se reprime de este modo una cristalización pre-
matura,

25 Se ha manifestado como especialmente ventajoso el
mantenimiento de una proporción de $Na_2O:P_2O_5$ en la solución
o suspensión algo mayor de 3:1, para preparar un fosfato tri-



sódico exento de pirofosfato. Esto se logra añadiendo, previamente, al comienzo del proceso, un exceso de lejía de sosa, al que se añaden los componentes de reacción en la proporción de $\text{NaOH} \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$ de 3:1. Con estas condiciones previas se forma ya a aproximadamente 90°C , de modo gradual, fosfato trisódico - anhidro o semihidratado en fina división. No obstante, este tipo de cristales no puede ser centrifugado tan bien como lo es el hexahidrato (6-hidrato).

EJEMPLO

10 Para la preparación de fosfato trisódico $\cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ se añaden dosificadamente, mediante una bomba dosificadora de - pistón dentro del dispositivo descrito, en trabajo continuo, con una cantidad circulante de aguas madres de $4 \text{ m}^3/\text{horas}$ (densidad = $1,5 \text{ g/cm}^3$) al recipiente para aguas madres $1,57 \text{ t} =$
15 $1,00 \text{ m}^3$ de ácido fosfórico (con 55% de P_2O_5) por hora, y la solución resultante se neutraliza en el recipiente de neutralización agitado con $2,93 \text{ t} = 1,95 \text{ m}^3$ de NaOH al 50%. Por el calor de neutralización resultante se forma vapor con una - presión de aproximadamente $1,3$ atmósferas absolutas a una -
20 temperatura de 115°C . A través del rebosadero 9 la solución neutralizadora circula en el circuito de recirculación del recipiente de permanencia agitado 3, en donde se enfría con expansión a 83°C . La temperatura es regulada mediante retirada de vapores en el recipiente de permanencia y junto al intercambiador de calor; en este caso se ajusta en el recipiente de
25 permanencia una presión de $0,5$ atmósferas absolutas. A través



del rebosadero 15 se retira la suspensión de cristales obtenida por medio de una bomba, y en una centrífuga con tornillo sin fin y tamíz en calidad de aparato separador es separada de las aguas madres.

5 Las aguas madres, en las que la proporción de $\text{Na}_2\text{O} : \text{P}_2\text{O}_5$ se encuentra en aproximadamente 3,5 : 1, es devuelta al proceso en circuito, el producto cristalizado resultante con un rendimiento de aproximadamente 2,0 t, es calcinado en un tubo rotatorio conectado seguidamente para formar Na_3PO_4 puro, exento de pirofosfato y pobre en carbonato de sodio.

10

El producto terminado tiene un valor de pH de 12,1; el pirofosfato no puede ser detectado por cromatografía, y el contenido de carbonato de sodio es de aproximadamente 1,5%.

15

N O T , A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

1.- Procedimiento para la preparación de fosfato trisódico por neutralización de ácido fosfórico con lejía de sosa, aprovechando el calor de neutralización para la evaporación del agua formada de este modo, con devolución de las aguas madres y separación del producto final, caracterizado porque en un circuito continuo se añade a las aguas madres una cantidad constante de ácido fosfórico por unidad de tiempo, siendo también mantenida constante la cantidad de reflujo de aguas madres, la mezcla retirada de ácido fosfórico y aguas madres es mezclada en un reactor con una cantidad de

20

25



lejía de sosa estequiométrica referido al ácido fosfórico, y la suspensión resultante es transferida a un recipiente de permanencia, el cual es regulado a una temperatura por encima del punto de conversión de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ en $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura en el recipiente de permanencia es mantenida constante mediante evaporación por retirada de vapores e intercambio de calor con los vapores que salen del reactor.

10 3.- Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como índice de regulación para la evaporación sirve la altura de llenado en el recipiente para aguas madres.

15 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el recipiente de permanencia es mantenido a una temperatura entre el punto de conversión de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ en $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en Na_3PO_4 anhidro, y eventualmente el producto final es calcinado a continuación.

20 5.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el recipiente de permanencia es mantenido a una temperatura por encima del punto de conversión de $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ o en Na_3PO_4 anhidro.

25 6.- Procedimiento según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se ajusta en el recipiente de permanencia una proporción de $\text{Na}_2\text{O} : \text{P}_2\text{O}_5$ mayor de 3 : 1.



7.- Dispositivo para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque consta de un recipiente de neutralización, intercambiador de calor, recipiente de permanencia, separador y recipiente para aguas madres, estando provisto el recipiente de neutralización con un agitador, una conducción de introducción de lejía de sosa, una conducción de introducción procedente del recipiente para aguas madres, rebosadero hacia el recipiente de permanencia, y una conducción de evacuación de vapores, que tiene dos válvulas, una para la introducción de vapores en el intercambiador de calor y otra para la retirada de vapores, habiéndose provisto el recipiente de permanencia de un agitador así como de una conducción en circuito a través del intercambiador de calor y un rebosadero hacia el separador, teniendo el separador una conducción de retirada de producto así como una conducción de reflujó de aguas madres, y poseyendo el recipiente para aguas madres una conducción de introducción de ácido fosfórico, medidores de nivel de llenado los cuales regulan la introducción de vapores en el intercambiador de calor, una conducción de introducción hacia el recipiente de neutralización o una conducción de retirada para la mezcla de ácido fosfórico y aguas madres hacia el recipiente de neutralización, y eventualmente un agitador.

8.- "PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA PREPARACION DE FOSFATO TRISODICO".

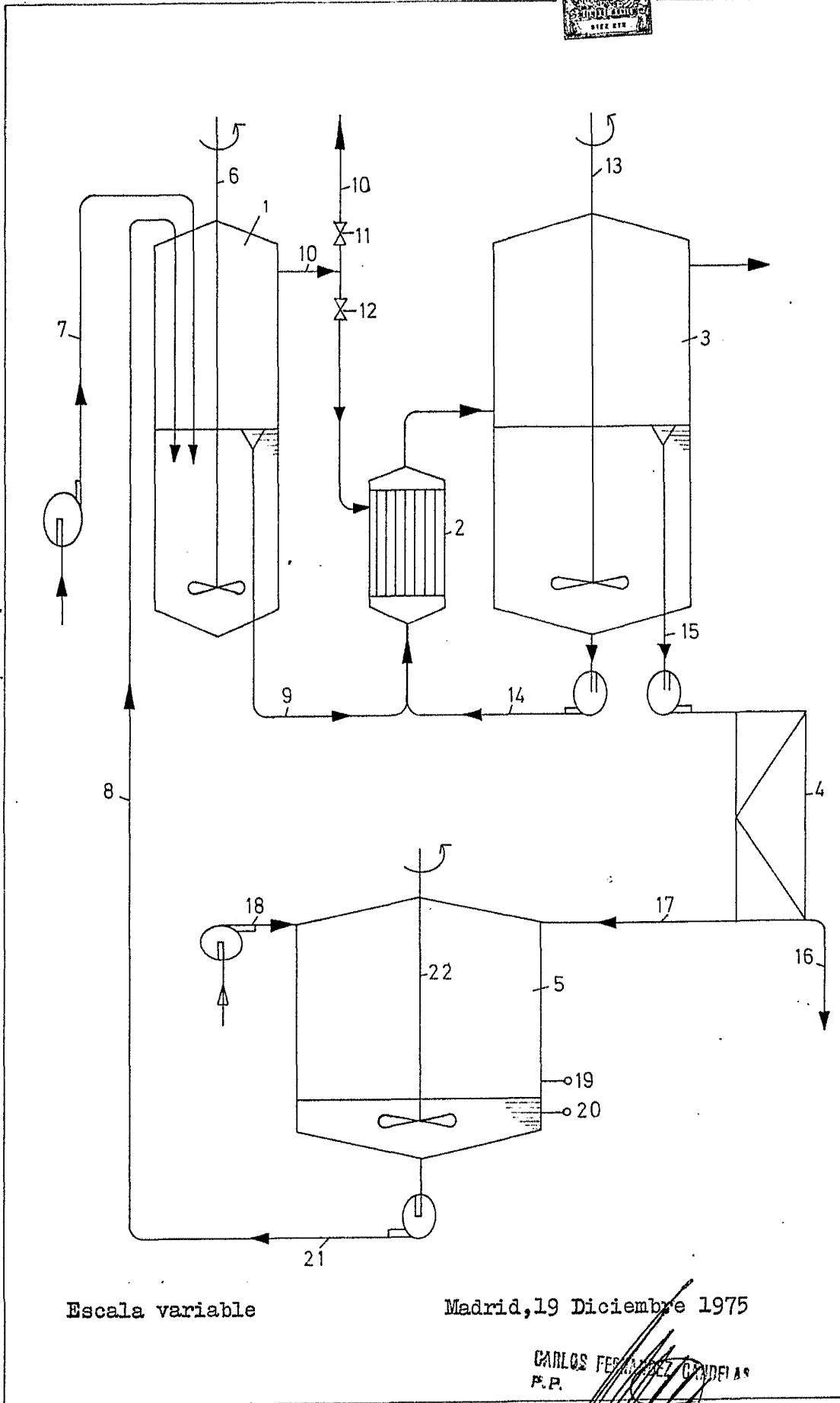
Tal como se describe y reivindica en la presente -



Memoria Descriptiva, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 19 DIC. 1975

CARLOS FERNÁNDEZ CANDELA
F P



Escala variable

Madrid, 19 Diciembre 1975

CARLOS FERNANDEZ GRANDEIAS
P.P.