

446408

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11	NUMERO	10 A1
	21		
	22	FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
51 NUMERO		
P 25 15 370.2	9 Abril 1975	Alemania

47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO1B/A61K	

54 TITULO DE LA INVENCION
"Procedimiento para la preparación de sal de Maddrell"

71 SOLICITANTE (S)
BENCKISER-KNAPSACK GMBH.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Am Hafen 2, 6802 Ladenburg/Neckar (ALEMANIA)

72 INVENTOR (ES)
Dr. Klaus Sommer y Dr. Hermann Weber

73 TITULAR (ES)
BENCKISER-KNAPSACK GMBH.

74 REPRESENTANTE
Carlos Fernández Candelas

CONCEDIDA

-3 MAR. 1977



Es objeto del presente invento un procedimiento para la preparación de sal de Maddrell por calentamiento de ortofosfato monosódico o de pirofosfato disódico a temperaturas de 250-450°C.

5 Hasta ahora se dedicó poca atención a la preparación de la sal de Maddrell por causa de su insolubilidad en agua y su falta de posibilidades de utilización existente durante largo tiempo. Así, era también explicable que no hubiesen realizado investigaciones cuantitativas en lo que se refiere a la cantidad y al tipo de la porción soluble en agua, que siempre aparece en la preparación de sal de Maddrell. Para investigaciones científicas de la sal de Maddrell se eluía sencillamente con agua la porción soluble en agua.

15 Desde hace un par de años, la sal de Maddrell encuentra utilización en gran cantidad como cuerpo de limpieza en pastas dentífricas y debe tener entonces una porción soluble en agua lo más pequeña que sea posible. Si la deshidratación del ortofosfato monosódico para formar sal de Maddrell se efectúa según los modos hasta ahora conocidos, se forman siempre los compuestos solubles en agua, trimetafosfato sódico y/o pirofosfato disódico, a saber en una proporción cuantitativa que depende casi exclusivamente del desarrollo de las temperaturas durante la deshidratación y en general se encuentra por encima de 5%. Estos compuestos solubles en agua influyen de modo extremadamente negativo sobre la consistencia, la capacidad para actuar y la estabilidad en almacenamiento de las pastas dentífricas.

25 Se han conocido entretanto diferentes procedimientos



para la preparación de sal de Maddrell. Así, en la memoria de
patente de los Estados Unidos 2.356.799, se describe un proce
dimiento para la preparación de sal de Maddrell, que tiene una
porción soluble en agua hasta de 4%, según el cual el ortofos
fato monosódico debe ser transformado, en una primera etapa de
5 procedimiento, en gránulos, que luego son convertidos, por ca
lentamiento a temperaturas de 300-460°C, en sal de Maddrell. Es
te modo de trabajo es complicado y también de grandes costos,
ya que es necesaria la etapa de trabajo adicional de la granu
lación.
10

Además, en J. Am. Chem. Soc. 81 (1959) 79, se dice
que ni por granulación ni por finísima molienda del ortofosfa
to monosódico ni por tratamiento térmico especialmente largo
se puede disminuir por debajo de 5%, referido a la sustancia,
15 la porción soluble en agua existente en el producto final.

Además de ello, de J. R. Van Wazer, Phosphorus and
its Compounds, volumen I, página 668, se puede deducir que en
la condensación de ortofosfato monosódico para formar sal de
Maddrell a 400°C se produce vapor de agua por la separación del
20 agua de constitución, la cual puede influir en ciertos casos
negativamente sobre la formación de la sal de Maddrell.

La DAS 1.667.569 describe un procedimiento para la
preparación de sal de Maddrell a partir de ortofosfato monosó
dico por calentamiento de 450°C, en el cual el vapor de agua
que se forma como consecuencia de la reacción de condensación
25 es retirado por succión, manteniéndose la presión parcial de
vapor de agua entre 50 y 450 Torr.

Según los datos en Z. anorg. allg. Chem., 258, pági



na 52, 1949 y en Analytical Chemistry, 30, páginas 1101 hasta 1110, 1958, se obtenía sal de Maddrell por calentamiento de ortofosfato monosódico a temperaturas de 350 a 380°C durante un espacio de tiempo de 50 hasta 168 horas, obteniéndose un producto grandemente impurificado, que debía ser purificado mediante separación por lavado de los subproductos.

En la memoria de patente alemana 2.161.600 se describe un procedimiento para la preparación de sal de Maddrell por deshidratación de ortofosfato monosódico a temperaturas entre aproximadamente 300 y 380°C en presencia de vapor de agua, realizándose la deshidratación en una atmósfera saturada de vapor de agua.

A diferencia de estos procedimientos hasta ahora conocidos se ha encontrado ahora con sorpresa que es posible, de manera sencilla y sin mantener una determinada presión parcial de vapor de agua, preparar sal de Maddrell a partir de ortofosfato monosódico o pirofosfato disódico, si se añaden sales de ácidos fosfóricos de bases nitrogenadas en cantidades catalíticas de 0,25 a 5% en peso al material de partida antes de efectuar el calentamiento, y a continuación se calcina. De esta manera se obtiene una sal de Maddrell cuya porción soluble en agua es en el caso máximo de 2%, y que tampoco después de la molienda aumenta más, de modo que no se necesita un atemperamiento posterior.

Como sales de ácidos fosfóricos de bases nitrogenadas son apropiados especialmente dihidrógenoortofosfato amónico o hidrógenoortofosfato diamónico, fosfato de urea, fosfato de guanidina, fosfato de melamina, fosfato de hidroxilamonio,



fosfato de hidrazina o polifosfato de amonio. Estas sustancias pueden ser empleadas por sí solas o en mezclas, preferiblemente en cantidades de 0,5 a 2%.

5 En el procedimiento de acuerdo con el invento no desempeña tampoco ningún papel esencial la constitución del material de partida. Así, de modo igualmente bueno, puede em-
10 plearse un material de partida que se había obtenido según el procedimiento de atomización o de cristalización. Si, por ejemplo, se parte de un ortofosfato monosódico obtenido por
15 atomización, la cantidad de catalizador puede ser añadida ya antes de efectuar la atomización, siempre que las sales de ácidos fosfóricos de bases nitrogenadas utilizadas no sean sensibles a la temperatura. Si se ha obtenido el material de
20 partida según el procedimiento de cristalización, las sales de ácidos fosfóricos de las bases nitrogenadas pueden ser -
25 bien añadidas a la mezcla en un sencillo dispositivo mezclador o pueden ser aplicadas por atomización posteriormente en forma de una solución acuosa o alcohólica o de una mezcla de agua y alcohol.

20 El procedimiento se puede llevar a cabo en un amasador susceptible de ser calentado, en un tubo rotatorio calentado indirectamente o en un tambor rotatorio. En el caso de utilizarse un tambor rotatorio, el procedimiento se puede
25 llevar a cabo de modo especialmente ventajoso, si se utiliza en tal caso el denominado procedimiento de material de reflujo y se devuelve una parte del producto terminado al tubo -
rotatorio. La ventaja de este modo de trabajo consiste en que se puede mantener la cantidad de material de reflujo y de ma-



5 terial a introducir como nueva aportación en una proporción tal que se pueda evitar una aglomeración junto al tubo rotatorio y una aglomeración conjunta durante el proceso de calcinación. En el caso de utilizarse un amasador o un tubo rotatorio el modo de funcionamiento es continuo. Del modo más ventajoso, la calcinación se lleva a cabo a temperaturas entre 300° y 420°C.

10 Evidentemente, el procedimiento se puede llevar a cabo también de modo discontinuo, si la calcinación se efectúa en un horno de mufla.

15 La ventaja del procedimiento según el invento en comparación con los procedimientos conocidos puede ser resumida en el hecho de que se llega a una sal de Maddrell, cuya porción soluble en agua se encuentra por debajo de 2%, incluso después de la molienda, no siendo necesario ni un atemperamiento posterior ni el mantenimiento de una presión parcial de vapor de agua determinada. Además de ello, el procedimiento se puede llevar a cabo de modo continuo dependiendo de los aparatos utilizados.

20

EJEMPLO 1:

25 200 g de ortofosfato monosódico de atomización con un valor de pH de 4,5 son bien mezclados en 2 g de dihidrogeno ortofosfato amónico finamente pulverizado. En un horno calentado por medios eléctricos esta mezcla es calentada durante un tiempo de 1 1/2 horas a una temperatura del horno de 400°C. Después de enfriamiento y molienda se obtiene un producto que consiste en 99,2% en sal de Maddrell.



EJEMPLO 2:

200 g de ortofosfato monosódico de atomización con un valor de pH de 4,5 son mezclados íntimamente con 2 g de fosfato de hidroxilamonio finamente pulverizado. La mezcla es atemperada durante un tiempo de 2 horas a 400°C tal como se describe en el Ejemplo 1. La porción soluble en agua del producto molido enfriado es de 1,1%.

EJEMPLO 3:

A 200 g de ortofosfato monosódico de atomización se añaden 4 g de fosfato de urea finamente pulverizado. La mezcla es calentada durante un tiempo de 2 horas a una temperatura del horno de 400°C, en un horno calentado por medios eléctricos. Después de enfriar y moler se determinó un contenido de sal de Maddrell de 98,1%.

EJEMPLO 4:

Una mezcla de 500 kg de ortofosfato de monosódico de atomización con un valor de pH de 4,5 y 5 kg de dihidrógeno ortofosfato amónico finamente pulverizado fue desplazada en un modo de funcionamiento continuo a través de un amasador calentado indirectamente con aceite. La temperatura del vehículo de calor fue de 330°C., el tiempo de permanencia del producto de reacción se encontraba en aproximadamente 4,5 horas. El producto molido enfriado tenía un contenido de sal de Maddrell de 98,8%.



EJEMPLO 5:

A través de un canal dosificador y un tornillo sin fin de introducción se alimenta un tubo rotatorio con 70-100 kg/hora de una mezcla de 500 kg de NaH_2PO_4 de atomización, -
5 cuyo valor de pH es 4,5 y con 10 kg de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ finamente -
pulverizado. La temperatura de entrada de gases en el tubo ro-
tatorio es de 430-480°C y la temperatura de salida de gases
se encuentre entre 100 y 130°C. El tiempo de permanencia en
el tubo rotatorio es de aproximadamente 45 minutos.

10 Se obtiene un producto, cuya porción soluble en
agua es sólo de 1,8% después del enfriamiento y la molienda.

N O T A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

15 1.- Procedimiento para la preparación de sal de -
Maddrell, por calentamiento de ortofosfato monosódico o de
pirofosfato disódico a temperaturas de 250-450°C, caracteri-
zado porque se añaden al material de partida sales de ácidos
fosfóricos de bases nitrogenadas en cantidades catiónicas de
0,25 a 5% en peso antes del calentamiento, y a continuación
20 se efectúa una calcinación.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque se añaden al material de partida dihidró-
genoortofosfato amónico o hidrógenoortofosfato diamónico, fos-
fato de urea, fosfato de guanidina, fosfato de melamina, fos-
fato de hidroxilamonio, fosfato de hidrazina o polifosfato -
25 amónico por sí solos o en mezclas de ellos, en cantidades de



0,5 a 2% y se efectúa una calcinación a temperaturas entre 300 y 420°C.

3.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SAL DE MADDRELL".

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

Madrid, 26 MAR. 1976

CARLOS ESPINOSA OUBELAS