

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
	(21) 457343	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(39) PAIS
(31) NUMERO		
671.769	30 de marzo de 1976	EE.UU. de A.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO1B; A23L	

(64) TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN FOSFATO DE SODIO-ALUMINIO 1:3:8 MODIFICADO CON POTASIO.

(71) SOLICITANTE (S)
STAUFFER CHEMICAL COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Westport, Connecticut 06880, EE.UU. de A.

(72) INVENTOR (ES)
Robert Edward Benjamin, James Coleman Anglea, Thomas Eugene Edging, Jerry Dale Griffith, A.J.Patterson, Thelton Ashby Webster.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
GOMEZ ACEBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar fosfato de sodio-aluminio mejorado para aplicaciones de cocción y, mas particularmente, con un procedimiento para preparar fosfato de sodio-aluminio 1:3:8 modificado con potasio, con mejoradas características de flujo y propiedades de polvo, particularmente adecuado para aplicaciones de cocción refrigeradas.

El fosfato de sodio-aluminio cristalino fué descrito primeramente en la patente USA número 2.550.490 y una composición en polvo para cocción incorporando SALP se describió en la patente USA número 2.550.491. Desde aquel tiempo, se han desarrollado varias modificaciones de fosfato de sodio-aluminio que proporcionan diferentes reactividades y características de rendimiento.

El fosfato de sodio-aluminio, conocido también por SALP, es un agente fermentador bien conocido en la industria de cocción. Encuentra utilidad en polvos de cocción, mezclas de harina auto-expansionantes, harinas y mezclas para tortas prefermentadas, mezclas de bizcochos preparadas y mezclas preparadas de pasteles. También se utiliza como un aditivo controlador de la fusión en quesos y como un agente aglutinante de carnes.

El fosfato de sodio-aluminio se utiliza generalmente en aplicaciones de cocción en un estado finamente dividido debido a su insolubilidad sustancial. Adicionalmente, si se utilizan partículas relativamente grandes de fosfato de sodio-aluminio en aplicaciones de panadería, las mismas pueden impartir una propiedad arenosa indeseable. Sin embargo, el empleo de fosfato de sodio-aluminio finamente dividido tiene varios defectos inherentes, siendo el mas serio de los mismos la

formación de polvo. El polvo de fosfato de sodio-aluminio es muy ligero y penetra fácilmente en el aire de las plantas de procesamiento de alimentos, creando problemas de limpieza y sanitarios y condiciones de trabajo insatisfactorias para los empleados.

5 Un problema adicional en la manipulación del fosfato de sodio-aluminio reside en que las partículas finamente divididas no fluyen fácilmente.

En el pasado se han llevado a cabo varias propuestas para mejorar las propiedades físicas de manipulación del fosfato de sodio-aluminio, dirigidas particularmente a mejorar las características de flujo y las propiedades del polvo. Estas propuestas han sido dirigidas generalmente hacia la aglomeración o peletización del SALP como se describe, por ejemplo, en la patente USA número 3.620.972, en donde se utiliza agua como medio aglomerante. Otros métodos han implicado el empleo de otros aglutinantes tales como azúcares y jarabes cristalizantes. Otro método ha utilizado la adición de pequeñas cantidades de sílice coloidal o fosfato tricálcico al SALP como acondicionadores del flujo para mejorar las propiedades físicas de manipulación.

20 Según un método particularmente relevante, descrito en la patente USA número 3.205.073 de Blanch et al, se produce un fosfato ácido de sodio-aluminio modificado con potasio que tiene una higroscopicidad disminuida. Este resultado se lleva a cabo modificando la molécula original de fosfato de sodio-

25 -aluminio con la introducción de potasio. El potasio se considera como agente reemplazador de los átomos de hidrógeno de la red cristalina del fosfato de sodio-aluminio. La descripción de Blanch et al indica que "la adición de potasio se puede efectuar o bien durante la reacción del fosfato de sodio-aluminio, incluso

30 antes de la reacción formadora de fosfato de sodio-aluminio,

o bien como una etapa final después de la preparación". Este fosfato de sodio-aluminio, modificado con potasio, mejorado, se describe exhibiendo propiedades higroscópicas en donde no aumenta de peso en mas de un 20% aproximadamente, preferiblemente hasta en un 10% aproximadamente de su peso original, durante la exposición continuada a 35°C y una humedad relativa del 75% durante 140 horas.

En el ejemplo 8 de la patente USA número 3.205.073, Blanch et al. describela preparación de fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio haciendo reaccionar hidróxido potásico junto con ácido fosfórico y cenizas de sosa. Debe observarse que Blanch et al. utiliza un H_3PO_4 , al 80% y muestra un contenido en Na_2O de 3,53%. El tiempo de residencia de la reacción es de aproximadamente 7 horas y media, siendo enfriado el producto de reacción en un periodo de 4 horas.

Una mejora con respecto a la patente USA número 3.205.073 consiste en la patente USA número 3.411.872 de Post et al., la cual intenta mejorar las características de flujo del fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio de Blanch et al, incorporando los iones potasio en una suspensión disolvente de un alcohol.

La presente invención ha conseguido un producto SALP mejorado que se caracteriza por una mayor densidad y por unas propiedades reducidas de formación de polvo. Entre las ventajas así originadas, se encuentran la facilidad de empaquetado, empleo de bolsas mas pequeñas que se embandejan más fácilmente, higroscopicidad disminuida y características mejoradas de flujo. Todas estas propiedades permiten una mejor manipulación, en general, especialmente bajo condiciones de alta humedad.

De acuerdo con la presente invención, se produce un fosfato de sodio-aluminio 1:3:8, modificado con potasio, mejorado, que demuestra una mejora considerable en las propiedades de polvo y características de flujo con un cambio mínimo en el comportamiento de cocción. Estas mejoras han sido conseguidas mediante la sustitución controlada de una porción del ión sodio, empleado en la producción del fosfato de sodio-aluminio, por ión potasio.

Parece ser que cuando se ponen en contacto cantidades controladas de ión potasio con una mezcla de ácido fosfórico de calidad alimenticia, tratado con sodio, que se hace reaccionar a continuación con trihidrato de alúmina, ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) denominado de aquí en adelante alúmina, para producir fosfato de sodio-aluminio, se presentan cambios en la estructura cristalina que parecen estabilizar el habitat cristalino del fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio. Esto permite unas mejores condiciones de procesado y molienda que producen un fosfato de sodio-aluminio, modificado con potasio, mejorado, que tiene una granulación más basta. El SALP modificado con potasio, mejorado, tiene mejores características de flujo y menos formación de polvo que las composiciones de la técnica anterior, al mismo tiempo que mantiene propiedades reducidas de higroscopicidad.

Se ha descubierto también que cuando se opera dentro de los parámetros de la presente invención, se presenta un cambio en la estructura cristalina que se manifiesta por sí mismo en forma de un modelo doblete tal y como se demuestra por los modelos de difracción de polvo con rayos X. Este doblete sugiere que puede existir una sustitución directa de parte del sódico por potasio dentro de la molécula de fosfato de sodio-aluminio.

De acuerdo con la presente invención, el fosfato de sodio-aluminio, modificado con potasio, mejorado, se produce poniendo en contacto ácido fosfórico de calidad alimenticia que tiene una concentración de 85 a 88% en peso aproximadamente, con preferencia de 86 a 87% en peso aproximadamente de ácido fosfórico, con una cantidad suficiente de hidróxido potásico para proporcionar un análisis de 0,5 a 1,2 aproximadamente, con preferencia de 0,6 a 1% en peso aproximadamente de óxido de potasio (K_2O) en el producto SALP modificado con potasio final. Se pueden utilizar también otros compuestos que contienen potasio, tales como K_2CO_3 , $KHCO_3$, K_3PO_4 y similares, con la condición de que el anión unido al potasio no contamine al medio o producto de reacción.

Parece ser que el análisis de K_2O constituye un factor crítico para conseguir aquellos cambios en la estructura cristalina del SALP modificado con potasio, que contribuyen a las mejoradas características de flujo y propiedades de polvo del producto.

El ácido fosfórico tratado con potasio se pone en contacto a continuación con una cantidad suficiente de carbonato sódico (Na_2CO_3) para proporcionar un análisis de 2,4 a 3,2 aproximadamente, con preferencia de 2,6 a 3% en peso aproximadamente de óxido de sodio (Na_2O) en el producto SALP modificado con potasio final. El Na_2CO_3 se añade generalmente en estado seco o anhidro.

La temperatura del ácido fosfórico deberá mantenerse por encima de 40°C aproximadamente, para evitar la cristalización de fosfato de sodio y/o potasio.

Igualmente, se pueden emplear otros compuestos que contienen sodio, tales como $NaOH$, $NaHCO_3$, Na_3PO_4 , y simila-

res, con la condición de que el anión unido al sodio no contamine al medio o producto de reacción.

El ácido fosfórico tratado con sodio-potasio se ajusta entonces a una temperatura de 80°C aproximadamente y se pone en contacto con una cantidad suficiente de alúmina para proporcionar una concentración de 15 a 17% en peso aproximadamente, más preferiblemente de 15,5 a 16,5% en peso aproximadamente y aún más preferiblemente de 15,8 a 16,2% en peso aproximadamente de Al_2O_3 en el producto final. La alúmina se pone en contacto generalmente con el ácido fosfórico tratado bajo condiciones de lenta agitación de modo que se distribuya uniformemente por todo el ácido tratado.

Según una operación típica que comprende la adición de alúmina finamente dividida, se ha encontrado que para una cantidad de 3326,4 litros aproximadamente de ácido fosfórico tratado con sodio-potasio, se pueden añadir mejor 1516,5 Kg aproximadamente de alúmina, en un periodo de 72 minutos, a una velocidad de 27 Kg/minuto aproximadamente durante los primeros 22 minutos. La temperatura se eleva entonces a 120-140°C aproximadamente. A continuación, se añade alúmina a una velocidad de 18,45 Kg/minuto aproximadamente durante los últimos 50 minutos. La temperatura desciende entonces a 110°C aproximadamente.

La reacción del ácido fosfórico, tratado con sodio-potasio, con alúmina, produce una lechada de fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio. La reacción tiene lugar generalmente en un periodo de 1 a 3 horas aproximadamente a una temperatura de 110°C aproximadamente.

El reactor se enfria entonces a una temperatura de 60-75°C aproximadamente durante unos 15-30 minutos y la lecha-

da del fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio se dirige a un mezclador Kneadermaster en donde el material se seca y granula. En esencia, los mezcladores Kneadermaster comprenden recipientes encamisados que tienen una presión de funcionamiento de 5,6-8,4 Kg/cm² relativos de vapor de agua paroximadamente. En la porción central del recipiente se alimenta aire caliente a una temperatura de unos 300°C. La lechada de SALP modificado con potasio atraviesa la longitud del mezclador Kneadermaster, moviéndose a lo largo del mismo mediante paletas rotativas. Una longitud particular del mezclador Kneadermaster se designa como la "zona húmeda" y es indicativa de la distancia que atraviesa la lechada en el mezclador Kneadermaster antes de alcanzar una apariencia sustancialmente particulada y seca. Algunos procesos utilizan una "zona húmeda corta" o una "zona húmeda regular". En general, la longitud de la zona húmeda puede variarse y se determina mediante la pérdida tras ignición (LOI) requerida en la alimentación a la etapa de molienda. El valor LOI es una medida del porcentaje de pérdida en peso de una muestra de 2 gramos del producto cuando se quema en un horno de mufla a una temperatura aproximada de 750-850°C, con preferencia 800°C, durante un periodo de unos 10 minutos. Las condiciones del mezclador Kneadmaster se mantienen de modo que el SALP modificado con potasio, seco, que sale del mezclador tenga una pérdida en ignición (LOI) de aproximadamente 21 a 23% en peso aproximadamente, con preferencia de 21,5 a 22,5 % en peso aproximadamente.

Después de salir del mezclador Kneadmaster, el SALP, modificado con potasio, se somete a un sistema de molienda y clasificación con aire en donde el producto se muele y clasifica en un tamaño de partícula en un separador de aire, para obtener una distribución del tamaño de partículas tal que aproxi-

madamente 0,1 a 5% quede retenido en una malla 60, aproximadamente 3 a 20% pase a través de una malla 60 pero quede retenido en una malla 100, (-60+140) y aproximadamente 9 a 50% pase a través de malla 100 y quede retenido en una malla 140 (-100+140). El producto SALP modificado con potasio se encuentra entonces en una forma comercial lista para ser embalada y transportada. El valor LOI del producto SALP modificado con potasio, acabado, es de 19,5 a 21% en peso. En este punto es cuando sus características de flujo y propiedades de polvo llegan a ser de una importancia primordial, puesto que el producto se coloca en grandes barriles, se embala y a continuación se transporta.

La molienda reducida del material SALP modificado con potasio, granulado, se traduce en un producto relativamente basto que exhibe el comportamiento de cocción deseable. El producto SALP modificado con potasio, "basto", puede utilizarse para nuevas aplicaciones en masas y pastas refrigeradas y otros sistemas fermentadores acostumbrados, y como una mejora en las aplicaciones usuales de los productos de fosfato-ácido de sodio-aluminio. El procesado del fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio "basto", mejorado, se traduce en cargas de reactor que tiene una resistencia más uniforme y contienen una cantidad mayor a la usual de grandes cristales hexagonales bien formados. En adición, el material seca rápidamente y se granula fácilmente. Los tiempos de molienda para la limpieza han sido disminuidos en un porcentaje tan grande como del 100% debido a las mejoradas propiedades de molienda. La mayor densidad del producto SALP modificado con potasio mejora las operaciones de embalado. Las bolsas y bidones se llenan fácilmente permaneciendo espacio suficiente para producir cierres rápidos y positivos.

Como anteriormente se ha indicado, las buenas

características de polvo y flujo de ácidos fermentadores, tal como el producto SALP modificado con potasio, son extremadamente importantes en las plantas que mezclan y embalan mezclas secas para la preparación de productos cocidos y similares, utilizando alimentadoras automáticas para la dosificación de los ingredientes. El ácido fermentador se coloca generalmente en barriles de almacenamiento que tienen aberturas en el fondo del tipo embudo. Idealmente, es deseable que el ácido fermentador pueda extraerse de los bidones a una velocidad controlada y constante. Sin embargo, se ha encontrado durante el transcurso de la extracción del ácido fermentador de los barriles de almacenamiento, que se presentan a veces flujos intermitentes y en algunas ocasiones cesa totalmente el flujo. Este cese del flujo se denomina "puenteo" y está causado por una trayectoria abierta que se extiende desde el fondo del barril de almacenamiento a la parte superior del ácido fermentador. El problema del puenteo puede aminorarse a veces por la adición de agentes de flujo o acondicionadores del mismo, tal como Cab-O-SilTM (una forma de SiO₂ vendida por Cabot Chemical Company) o fosfato tricálcico, al ácido fermentador. Sin embargo, los inconvenientes de este método son que dichos agentes de flujo son costosos, teniendo a veces un efecto imprevisible sobre las características de flujo y, desafortunadamente, pueden crear también problemas de polvo por sí mismos.

El producto SALP modificado con potasio, mejorado, de la presente invención, tiene unas características de polvo y flujo significativamente mejoradas, en contraste con los materiales de la técnica anterior.

Uno de los problemas a la hora de evaluar las características de flujo de los candidatos de ácidos fermentado-

res, reside en que no parece existir una norma industrial para medir cuantitativamente esta propiedad. Un método para evaluar las características de flujo de los ácidos fermentadores, que ha sido encontrado satisfactorio y cuantitativamente reproducible, utiliza el procedimiento descrito en el ejemplo 1.

Ejemplo 1

Se colocan 2000 gramos de muestra en un embudo metálico, nivelado, que tiene un paso de control en el fondo. El embudo se une a un soporte de anillo a una altura de aproximadamente 52,5 cm por encima de la base, midiendo desde la parte superior del embudo. La altura total del embudo es de aproximadamente 17,5 cm, teniendo el embudo un diámetro de 215,9 mm en la abertura superior y un diámetro de 31,77 mm en el fondo. El paso de control en la abertura del fondo del embudo consiste en una placa plana, separable, para llevar a cabo la abertura y cierre. A una distancia de aproximadamente 15,24 cm por encima de la parte superior del embudo, se encuentra un vibrador unido al soporte de anillo. El vibrador puede ser de cualquier tipo, por ejemplo un vibrador de masaje Wahl número 4200, fabricado por Wahl Clipper Corporation of Sterling, Illinois. El vibrador se conecta a un reostato de modo que pueda regularse la tensión.

El ensayo con respecto a las propiedades de flujo se efectúa activando el vibrador durante un minuto a 70 voltios, encontrándose cerrado el paso del embudo. Esto sirve para empaçar ligeramente el fosfato de sodio-aluminio al objeto de simular las condiciones de una planta. A continuación se abre el paso de control del embudo, permitiendo que fluya el fosfato de sodio-aluminio. Se aumenta la tensión del vibrador de modo que se alcance el valor necesario para iniciar el flujo. La operación se cronometra hasta que todo el material fluye del em-

budo. Cuando comienza a formarse un puente, se corta la energía y se detiene el cronometro. El puente se anota en la hoja de datos. Se conecta de nuevo la energía, se continua el cronometrado y la tensión se aumenta en el vibrador hasta que una vibración suficiente cause de nuevo el flujo de la muestra. Este proceso se repite hasta que todo el material fluye del embudo. Datos significativos son el número de puentes y tensión requerida durante el ensayo para iniciar el flujo, periodo de tiempo para vaciar la carga del embudo, humedad y temperatura.

Las siguientes muestras son ensayadas en el aparato de flujo. Se lleva a cabo una serie de cinco experimentos por cada muestra. Se calculan los valores medios para cada serie de experimentos. Las muestras son también ensayadas con una adición de 1% de acondicionador de flujo a base de fosfato tricálcico (TCP), para comparar sus efectos sobre las propiedades de flujo. Estos ensayos se efectúan en condiciones ambientales de 24°C aproximadamente y una humedad relativa del 40% aproximadamente.

20

25

30

TABLA I-CARACTERISTICAS DE FLUJO

	MUESTRAS NUMERO									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
% en peso P ₂ O ₅	60,00	60,10	59,60	59,50	59,60	59,50	59,70	60,35	60,25	60,40
% en peso Al ₂ O ₃	16,20	16,30	16,80	16,70	16,70	16,40	16,45	16,10	16,00	16,14
% en peso Na ₂ O	3,25	3,25	3,15	2,80	2,85	2,85	2,85	2,85	2,85	2,90
% en peso K ₂ O	0,48	0,46	0,60	0,71	1,00	1,20	0,80	0,80	0,63	0,80
LOI% (producto) (pérdida en Ignición)	20,49	20,48	19,98	20,73	20,38	20,57	20,27	20,29	20,57	20,28
NV (valor de neutralización)	102,2	102,0	100,6	101,6	102,2	102,0	102,0	102,2	102,4	102,2
<u>Tamizado (% en peso)</u>										
+60 malla	3,0	3,0	0,5	1,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,3	0,2
-60 +100 malla	10,1	9,2	6,8	11,5	6,5	7,5	11,3	6,0	5,3	3,3
-100+140 malla	9,5	9,0	13,1	17,0	14,0	15,5	18,0	11,8	14,2	9,7
<u>Datos de flujo</u>										
Puentes (valor medio)	0,5	1,5	3,75	1,5	1	1	0,5	3,2	*	*
Tensión (valor medio)	128,8	123,8	110	113,8	120	125	110	120	-	-
Tiempo (valor medio)	46,3	47,5	55	55	61,3	50	43,8	49	-	-
<u>Con 1% de fosfato tricálcico (TCP)</u>										
Puentes (valor medio)	2,4	4,8	5,8	0,2	3,6	5,2	0,4	0,8	-	-
Tensión (valor medio)	104	105	107	93	101	107	79	100	-	-
Tiempo (valor medio)	94	79	71	59	85	74	46	49	-	-

* El vibrador se rompió-sin resultados de ensayo

TABLA I-CARACTERISTICAS DE FLUJO

	1	2	3
% en peso P_2O_5	60,00	60,10	59,6
% en peso Al_2O_3	16,20	16,30	16,8
% en peso Na_2O	3,25	3,25	3,1
% en peso K_2O	0,48	0,46	0,6
LOI% (producto) (pérdida en Ignición)	20,49	20,48	19,9
NV (valor de neutralización)	102,2	102,0	100,6
<u>Tamizado</u> (% en peso)			
+60 malla	3,0	3,0	0,5
-60 +100 malla	10,1	9,2	6,8
-100+140 malla	9,5	9,0	13,1
<u>Datos de flujo</u>			
Puentes (valor medio)	0,5	1,5	3,7
Tensión (valor medio)	128,8	123,8	110
Tiempo (valor medio)	46,3	47,5	55
<u>Con 1% de fosfato tricálcico (TCP)</u>			
Puentes (valor medio)	2,4	4,8	5,
Tensión (valor medio)	104	105	107
Tiempo (valor medio)	94	79	71

* El vibrador se rompió-sin resultados de ensayo

<u>MUESTRAS NUMERO</u>							
<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>	<u>10</u>
59,60	59,50	59,60	59,50	59,70	60,35	60,25	60,40
16,80	16,70	16,70	16,40	16,45	16,10	16,00	16,14
3,15	2,80	2,85	2,85	2,85	2,85	2,85	2,90
0,60	0,71	1,00	1,20	0,80	0,80	0,63	0,80
19,98	20,73	20,38	20,57	20,27	20,29	20,57	20,28
100,6	101,6	102,2	102,0	102,0	102,2	102,4	102,2
0,5	1,9	0,9	0,8	0,9	0,9	0,3	0,2
6,8	11,5	6,5	7,5	11,3	6,0	5,3	3,3
13,1	17,0	14,0	15,5	18,0	11,8	14,2	9,7
3,75	1,5	1	1	0,5	3,2	*	*
110	113,8	120	125	110	120	-	-
55	55	61,3	50	43,8	49	-	-
5,8	0,2	3,6	5,2	0,4	0,8	-	-
107	93	101	107	79	100	-	-
71	59	85	74	46	49	-	-

Ejemplo 2

Otro criterio en la evaluación de un ácido fermentador, tal como SALP modificado con potasio, es su tendencia a formar polvo. Puesto que el SALP modificado con potasio es material ácido, cualquier tendencia a la formación de polvo puede conducir a estados irritantes a la hora de su manipulación. Naturalmente, el polvo ácido es también un peligro evidente para la salud.

Al objeto de obtener una evaluación objetiva y cuantitativamente reproducibles de las propiedades de polvo, se construyó un aparato que, por simplicidad, se denominó "caja de polvo". La caja de polvo fué construida a partir de madera contrachapada de 19,05 mm, teniendo unas dimensiones interiores de 45 cm x 30 cm. La altura total de la caja de polvo puede variar y en el aparato particular utilizado era de aproximadamente 130 cm. Por conveniencia en la manipulación y almacenamiento, la caja se puede producir en secciones con apilamiento, pero es necesario que las secciones, al conectarse, sean herméticas a la luz y al polvo. Las superficies internas de la caja de polvo estaban pintadas de negro. En la parte superior de la caja de polvo se encuentra montado un cilindro de suministro a base de cristal o plexi glas cuyo diámetro interno es de 6,25 cm, en comunicación con la caja, y cuya finalidad es retener y dirigir la muestra de ácido fermentador al interior de la caja de polvo. Se monta una placa metálica de cubierta de modo que aflore contra el extremo de fondo del cilindro, proyectándose para que pueda separarse fácilmente y permitir la entrada de la muestra en la caja de polvo tan rápidamente como sea posible. La placa de cubierta se reemplaza entonces inmediatamente. En la sección inferior de la caja de polvo se monta una fuente de luz

y una foto-celúla, cada una de ellas sobre paredes opuestas, para proporcionar una trayectoria de luz. Tanto la fuente de luz como la foto-celúla se instalan de tal modo que no penetren en la caja de polvo montándose de modo que afloren con la superficie interior de las paredes seccionales de la caja. Tanto la

5 fuente de luz como la foto-celúla se montan de forma acostumbrada a unos 20 cm aproximadamente por encima de la superficie del fondo, localizándose en el punto medio aproximadamente de sus secciones opuestas respectivas de la caja de polvo.

10 La fuente de luz puede ser una bombilla portátil convencional montada en su reflector y cubierta con una carcasa transparente de aproximadamente 3,75 cm de diámetro. La foto-célula es una foto-célula voltaica cuadrada de 25,4 mm, convencional, vendida en tiendas de productos electrónicos y que

15 tiene una superficie activa de cristal esmerilado. La salida de la foto-célula está apareada a un registrador de carta adecuado. En aquellos casos en donde la salida de la foto-célula excede de la entrada requerida en el registrador, puede llevarse a cabo el ajuste y reducción adecuados de la tensión instalando un

20 resistor o reostato apropiado a través de los hilos de entrada. Antes de comenzar el ensayo, se ajusta la entrada de tensión a la fuente de luz sobre el registrador de carta, para indicar una transmisión de luz del 100%.

25 El ensayo de polvo se inicia llenando el cilindro de suministro con aproximadamente 500 gramos de muestra de ácido fermentador. Se registran la temperatura y humedad. Se retira la placa de cubierta del registro de suministro y se reemplaza inmediatamente después de permitir que la muestra entre en la caja de polvo y caiga hasta el fondo, tras lo cual se produce una niebla de polvo que ondula y disminuye el porcentaje

30

de transmisión de luz. Estos cambios son registrados automáticamente en la carta, la cual puede ser adecuadamente calibrada para registrar a una velocidad de 25,4 mm por minuto aproximadamente. El registro resultante estima la opacidad de la niebla inicial como un porcentaje de transmisión de luz. También indica la velocidad en la cual sedimenta o decae la niebla de polvo y, después de un periodo de tiempo, el grado de cualquier revestimiento residual de polvo sobre la foto-célula y fuente de luz. La duración del ensayo puede variar pero generalmente se detiene después de que el porcentaje de transmisión de luz alcanza un valor de equilibrio, generalmente después de 10 a 20 minutos aproximadamente. Cuanto más pronto se alcance el valor de equilibrio, mejor se juzgará al producto en término de sus propiedades de polvo. Incluso después de haber alcanzado el equilibrio, un residuo de polvo puede revestir la superficie de la fuente de luz y/o fotocélula, de modo que generalmente no se presenta un equilibrio final que proporcione una lectura de 100% de transmisión de luz. Por lo tanto, el residuo indica el grado en el cual el ácido fermentador particular revestirá y se adherirá a una superficie durante el ensayo de polvo.

Las siguientes mezclas se ensayan en el aparato de la caja de polvo, en condiciones ambiente de aproximadamente 23°C y una humedad relativa de 32%. Igualmente, se han registrado datos sobre muestras en donde se añadió 1% de fosfato tricálcico (TCP) como un acondicionador del polvo, al objeto de comparar los resultados.

En la siguiente tabla, se han registrado datos para tres valores de medición de polvo. Se presentan también el valor máximo, el valor de decaimiento y el valor de equilibrio. Estos valores han sido medidos en términos del porcen-

tage de transmisión de luz (% L.T.).

El valor máximo proporciona una indicación del efecto máximo de formación de polvo como un resultado de la caída de la muestra al fondo de la caja de polvo y ulterior ondulación en una niebla similar a polvo. Este valor máximo se presenta casi instantáneamente. A continuación, y en función de las características físicas de la muestra, el efecto de ondulación desciende al valor de decaimiento o continua la ondulación alcanzando entonces un valor de equilibrio. En general, y puesto que los valores máximos y de decaimiento se presentan casi instantáneamente, no se han registrado tiempos, excepto para la duración del ensayo el cual termina generalmente cuando se alcanza el valor de equilibrio.

TABLA II - PROPIEDADES DE POLVO

Muestra*	Máximo (%L.T.)	Decaimiento (% L.T.)	Equilibrio (% L.T.)	Duración del ensayo (minutos)
1	16	6	6	5
2	36	19	4	4
3	51	21	15	5
4	33	12	9	5
5	41	15	12	5
6	58	30	17	7
7	50	17	6	10
8	56	26	11	10

* Vease tabla I para el análisis.

5

10

15

20

25

30

Muestra *	Con 1% TCP			Duración del ensayo (minutos)
	Máximo (% L.T.)	Decaimiento (% L.T.)	Equilibrio (% L.T.)	
1	69	47	26	11
2	79	60	47	10,5
3	82	69	9	11
4	82	52	25	12
5	78	43	23	11
6	77	54	40	11
7	73	48	16	12
8	69	36	21	8

* Vease tabla I para el análisis.

El producto SALP modificado con potasio, mejorado, de la presente invención, puede caracterizarse fácilmente por los modelos de difracción de polvo con rayos X, en virtud de sus cristales y redes diferentes. El modelo de difracción de polvo con rayos X del producto SALP modificado con potasio de la presente invención, muestra una cresta principal en los espaciamientos de 8,61 a 8,46 unidades Angstrom. La cresta de doblete comienza a aparecer sobre muestras del producto SALP modificado con potasio de la presente invención, cuando el contenido en K_2O varía de 0,6 a 1,2% aproximadamente y cuando el contenido en Na_2O varía de 2,6 a 3% en peso aproximadamente. Es posible que ésta cresta de doblete pueda aparecer también en un producto SALP modificado con potasio en donde el porcentaje de K_2O y Na_2O se encuentre fuera de los parámetros anteriores. Sin embargo, los experimentos de producción en planta han indicado que por encima de 1,2% en peso de K_2O , el producto llega a ser insatisfactorio en términos de su densidad reducida, higroscopiedad aumentada, una apariencia física que disminuye su atrac-

tivo comercial y pobres propiedades de polvo y flujo. A continuación se indican los modelos de difracción de polvo con rayos X, típicos, para el fosfato de sodio-aluminio, un fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio en donde los contenidos en potasio y sodio se encuentran fuera de las especificaciones de la presente invención, y un fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio en donde las concentraciones de potasio y sodio caen dentro de la gama recomendada por esta invención. Deberá tenerse en cuenta que las intensidades relativas pueden variar de una muestra a otra, pero que los espaciamientos indicados a continuación vienen dentro del nivel de confianza del 95% para cada muestra. Las intensidades relativas son estimadas a partir de modelos de película de rayos X asignando valores que oscilan desde 0 para ninguna línea hasta 100 para las líneas de mayor intensidad. Se llevaron a cabo ligeras correcciones en los valores para compensar las diferencias globales de intensidad del modelo de polvo.

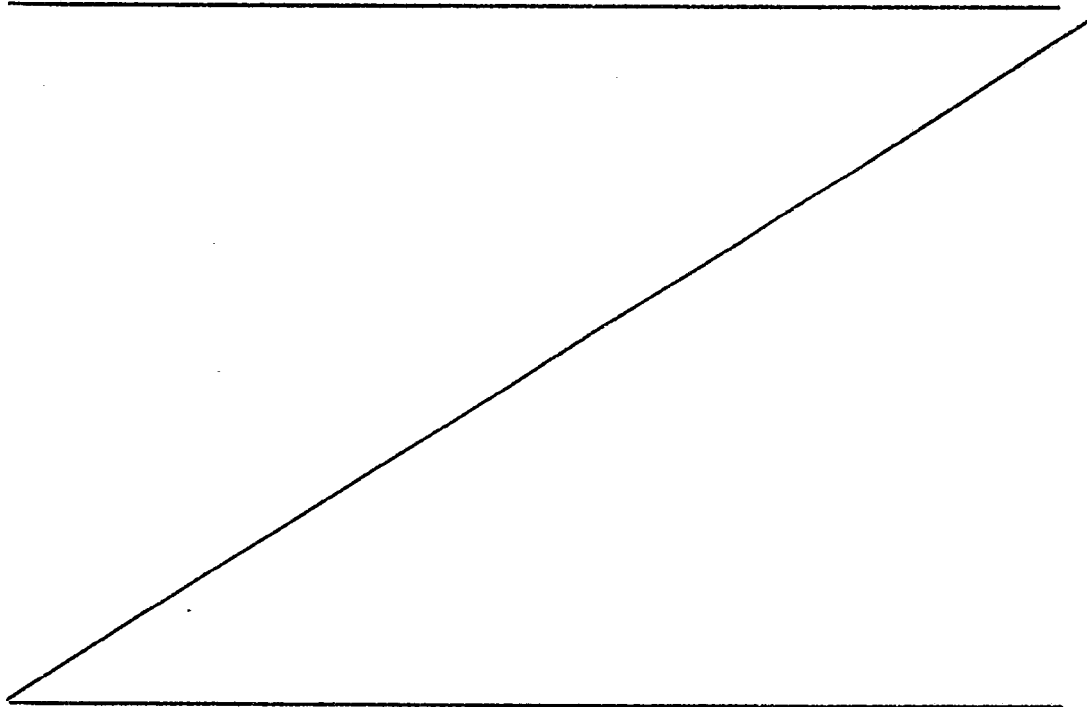


TABLA III

MODELOS DE DIFRACCION DE POLVO CON RAYOS X

		Compuesto de la presente invención (2,8± 0,2% Na ₂ O ; 0,8± 0,2% K ₂ O)		SALP modificado con potasio (3,25% Na ₂ O, 0,46 K ₂ O)		SALP	
	d.A°	Intensidad relativa	d.A°	Intensidad relativa	d.A°	Intensidad relativa	
5	8,61	93	9,38	4	8,70	100	
	8,46	100			7,50	10	
10	7,33	2	7,33	2	4,74	5	
	4,77	1	6,75	2	4,25	5	
	4,60	3	5,34	4	3,67	100	
	4,35	2	4,77	4	3,21	40	
	4,25	4	4,60	4	3,08	15	
	4,13	2	4,32	1	2,99	75	
	4,05	2	4,30	2	2,82	30	
	3,75	10	4,25	4	2,77	20	
	3,69	35	4,10	4	2,73	20	
	3,63	4	3,74	3	2,43	25	
15	3,31	2	3,68	14	2,38	5	
	3,20	10	3,61	2	2,22	5	
	3,15	6	3,20	4	2,14	15	
	3,08	5	3,15	2	2,02	30	
	3,06	4	3,08	2	1,91	30	
	3,00	10	3,06	2	1,83	5	
	2,96	3	2,99	4			
	2,94	9	2,95	3			
	2,90	8	2,94	10			
	2,84	10	2,84	8			
20	2,76	5	2,76	2			
	2,70	3	2,70	2			
	2,39	4	2,39	2			
	2,36	4	2,36	2			
	2,13	2	2,33	1			
	2,04	2	2,12	4			
	2,00	4	2,04	4			
	1,90	3	2,00	2			
30	*hombro	** doblete	1,90	2			

Un método convencional para evaluar el comportamiento de cocción consiste en la velocidad del ensayo de reacción del polvo de cocción (BPRR). Según este ensayo, se formula un polvo de cocción que comprende un ácido fermentador, bicarbonato sódico, almidón y agua. La finalidad del ensayo BPRR consiste en observar y medir la velocidad de descarga de dióxido de carbono a partir del polvo de cocción como un medio para evaluar la adecuabilidad y calidad del candidato de ácido fermentador como ácido de cocción.

Idealmente, deberá existir una liberación inicial suficiente de dióxido de carbono en la mezcla de cocción para facilitar el mezclado de los constituyentes. La mezcla deberá ser capaz también de suprimir la liberación de dióxido de carbono hasta el momento en el cual la mezcla se coloque en un horno y se caliente, tras lo cual se liberará mas dióxido de carbono durante la cocción. El ensayo BPRR se efectúa a una temperatura de $27^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$. El fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio y el bicarbonato sódico utilizan en proporciones que son teóricamente capaces de liberar 200 cm^3 de dióxido de carbono.

En general, la respuesta a la cocción del fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio demuestra que es especialmente adecuado para tortas y pastas y masas congeladas. Detalles adicionales con respecto al ensayo de la velocidad de reacción, así como al aparato necesario, pueden encontrarse en Cereal Chemistry, Volumen 8, páginas 423-433 (1933). La tabla 4 ofrece una tabulación de la velocidad de reacción del polvo de cocción para diversas muestras.

TABLA IV

VELOCIDAD DE REACCION DEL POLVO DE COCCION

	<u>Muestra *</u>	<u>Liberación CO₂ (cm³)</u>		
		<u>2 Minutos</u>	<u>4 Minutos</u>	<u>10 Minutos</u>
5	1	54	78	118
	2	61	84	122
	3	52	71	103
	4	58	93	126
	5	57	77	107
10	6	67	90	122
	7	62	80	108
	8	64	83	112
	9	64	87	123
	10	60	79	106

15 * Vease tabla I para análisis

Se llevaron a cabo ensayos de humidificación sobre un número de muestras para determinar la cantidad de absorción de humedad en un periodo prolongado de tiempo, al objeto de proporcionar una indicación de la higroscopicidad de cada muestra.

20 En la siguiente tabla se ofrecen datos para un número de muestras expuestas durante un periodo de 140 horas a una temperatura de 35°C y una humedad relativa del 75%.

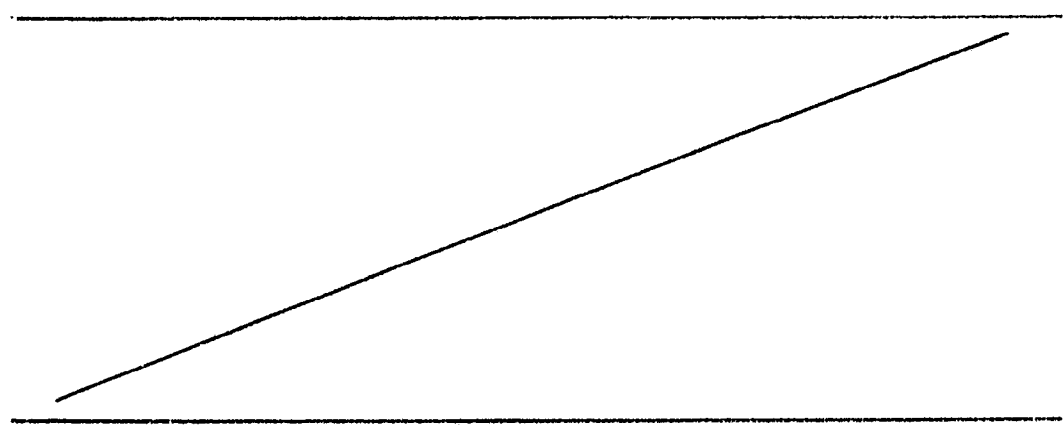


TABLA V

<u>Muestra *</u>	<u>% incremento de peso</u>
1	17,5
2	17,5
5 3	17,8
4	20,2
5	20,4
6	21,8
7	15,9
10 8	15,4

*Vease tabla I para análisis.

Se ha teorizado que las mediciones de la densidad aparente pueden proporcionar una indicación del grado de aglomeración que se presenta en el fosfato de sodio-aluminio.

15 La base de esta teoría es que las partículas aglomeradas manifestarían mayores valores de densidad que las partículas no aglomeradas. Teniendo en cuenta ésto, se midieron las densidades aparentes de diversas muestras. Los resultados indicados en la siguiente tabla VI parecen indicar que el producto SALP modificado con potasio, mejorado, de la presente invención, tiene un
20 mayor grado de aglomeración tal y como se manifiesta por los valores de la densidad aparente.

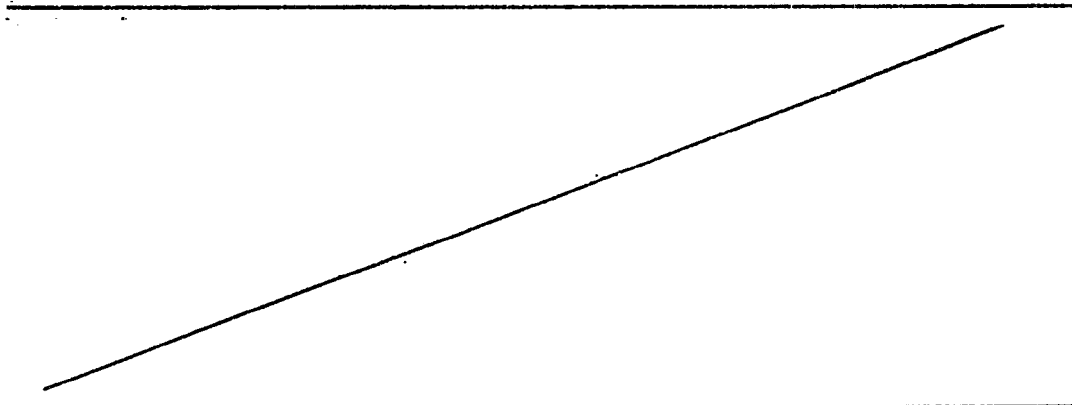


TABLA VI
DENSIDADES APARENTES

	<u>Muestra *</u>	<u>Densidad aparente, g/l</u>	
		<u>Suelto</u>	<u>Envasado</u>
5	1	672	960
	2	672	1.040
	3	880	1.280
	4	880	1.248
	5	880	1.248
10	6	736	1.152
	7	828	1.296
	8	880	1.264
	9	816	1.184

* Vease tabla I para análisis.

15 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.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar un fosfato de sodio-aluminio 1:3:8 modificado con potasio, caracterizado porque comprende las etapas de:

5 (a) poner en contacto un ácido fosfórico de calidad alimenticia, que tiene una concentración de 85 a 88% en peso aproximadamente de H_3PO_4 , con una cantidad suficiente de ión potasio para proporcionar un análisis de 0,5 a 1,2% en peso aproximadamente de K_2O en el producto final, y con una cantidad suficiente de ión sodio para proporcionar un análisis de 2,4 a 3,2% en peso aproximadamente de Na_2O en el producto final;

10 (b) poner en contacto el ácido fosfórico tratado con sodio-potasio, con una cantidad suficiente de alumina para proporcionar una concentración de 15 a 17% en peso aproximadamente de Al_2O_3 en el producto final;

15 (c) enfriar la lechada de fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio así formada, a una temperatura que oscila entre 60 y 75°C aproximadamente;

20 (d) secar y granular el fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio; y

(e) molturar y clasificar el fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio, para obtener la siguiente distribución del tamaño de partículas:

25 de 0,1 a 5% aprox. retenido en malla 60;

de 3 a 20% aprox. pasa a través malla 60 y se retiene en malla 100;

de 9 a 50% aprox. pasa a través malla 100 y se retiene en malla 140.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ión potasio se proporciona mediante un

30


compuesto seleccionado del grupo consistente en hidróxido de potasio, carbonato de potasio y fosfato de potasio.

5 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dicho compuesto de potasio es hidróxido de potasio.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ión sodio se proporciona por un compuesto seleccionado del grupo consistente en carbonato de sodio, hidróxido de sodio, bicarbonato de sodio y fosfato de sodio.

10 5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque dicho compuesto de sodio es carbonato de sodio.

15 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa (a) se mantiene a una temperatura superior a 400°C aproximadamente.

7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de la etapa (b) dura de 1 a 3 horas aproximadamente.

20 8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la etapa (d) el fosfato de sodio-aluminio modificado con potasio tiene una pérdida en ignición de aproximadamente 21 a 23.

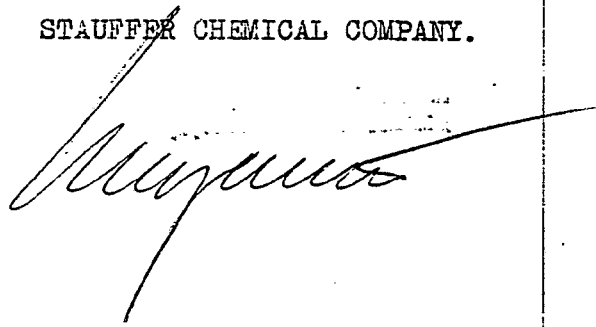
25 9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en la etapa (a) el análisis de K_2O varía de 0,6 a 1% en peso aproximadamente.

10. Procedimiento para preparar un fosfato de sodio-aluminio 1:3:8 modificado con potasio, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintisiete hojas, escritas a máquina por una sola cara.

20 MAR 1977
Madrid,

STAUFFER CHEMICAL COMPANY.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name of the company.

5

10

15

20

25

30
pa