

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 420 704**

51 Int. Cl.:

A23C 19/10 (2006.01)

A23L 1/304 (2006.01)

A23L 2/44 (2006.01)

A23L 3/358 (2006.01)

C01B 25/40 (2006.01)

C01B 25/41 (2006.01)

C01B 25/445 (2006.01)

C01B 25/45 (2006.01)

C03C 3/19 (2006.01)

C03C 4/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.05.2009 E 09767224 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.04.2013 EP 2288265**

54 Título: **Hexametáfosfato de sodio y potasio y metáfosfato de potasio con bajo contenido de materiales insolubles**

30 Prioridad:

21.05.2008 US 124641

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.08.2013

73 Titular/es:

**ICL PERFORMANCE PRODUCTS LP (100.0%)
622 Emerson Road, Suite 500
St. Louis, MO 63141, US**

72 Inventor/es:

GARD, DAVID RICHARD

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 420 704 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Hexametáfosfato de sodio y potasio y metáfosfato de potasio con bajo contenido de materiales insolubles

5 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0001] La invención se refiere a composiciones de vidrio de polifosfato con potasio con bajos niveles de compuestos insolubles en agua y a procedimientos para su preparación. La invención se dirige especialmente a polifosfatos que tienen una relación entre potasio y sodio relativamente alta y una cantidad relativamente baja de impurezas insolubles en agua y a procedimientos para su preparación

[0002] Las sales de sodio de los derivados del ácido fosfórico, especialmente el hexametáfosfato de sodio (SHMP) de calidad alimentaria, pueden usarse para reducir y controlar diversas clases de microorganismos, específicamente aquellos de importancia para la salubridad y el deterioro de alimentos y bebidas durante el procesamiento, el almacenamiento y la distribución. Dado que estas composiciones controlan a los patógenos en condiciones de pH cercanas a la neutralidad con el uso de preparaciones muy diluidas, se reducen los cambios físicoquímicos (sabor, textura, color, retención de nutrientes) que pueden tener lugar en condiciones muy alcalinas o muy ácidas. Por ejemplo, se han usado sales de sodio de derivados del ácido fosfórico con conservantes para aumentar la potencia de los conservantes, de modo que pueden usarse menores cantidades de los mismos, lo que mejora el sabor (véase, por ejemplo, Calderas (patente de los EE. UU. n° 5.431.940) y Pflaumer (patente de los EE. UU. n° 5.641.532), que desvelan el uso de polifosfatos con sodio en combinación con conservantes de sorbato en bebidas de zumos diluidos con una dureza del agua relativamente baja).

[0003] A pesar de los beneficios antimicrobianos, la adición de tales sales de sodio a los alimentos y bebidas aumenta su contenido de sodio y los hace inaceptables para los usuarios que requieren un bajo consumo de sodio. El metáfosfato de potasio (KMP), $[KPO_3]_n$ (también conocido como sal potásica de Kurrol) es un polifosfato cristalino que contiene potasio en lugar de sodio como catión metálico. Dado que las sales de polifosfato de potasio, incluido el KMP, contienen niveles insignificantes de sodio, su uso reduciría sustancialmente la cantidad de sodio añadido a los alimentos. Pero estas composiciones no han sido ampliamente usadas en aplicaciones alimentarias porque son difíciles de disolver en agua y contienen cantidades relativamente grandes de material insoluble. Técnicamente, el KMP es soluble en agua, pero se disuelven tan lentamente que para fines prácticos se considera insoluble en agua. Además, es extremadamente difícil producir KMP como un vidrio o como un material fácil de solubilizar.

[0004] Por estas razones, el hexametáfosfato de sodio y potasio (SKMP), que es un análogo del hexametáfosfato de sodio con un catión mixto y soluble en agua que presenta una sustitución significativa de sodio por potasio, tiene el potencial de ser una alternativa deseable a ambos, SHMP y KMP, en aplicaciones que impliquen el uso de polifosfatos (por ejemplo, aplicaciones en las que se desea la funcionalidad de un polifosfato soluble de cadena larga, pero sin introducir tan grandes niveles de sodio). Henson y col. (patentes de los EE. UU. n°s 6.509.050, 6.440.482 y 6.610.340) desvelan el uso de SKMP en productos alimentarios como una alternativa a SHMP. Típicamente, el SKMP comprende una distribución de longitudes de cadena de polifosfato y puede representarse por la fórmula $(K,Na)_{(n+2)}O(PO_3)_n$, en la que n designa la longitud media de la cadena de fosfatos. La fórmula anterior ignora componentes menores, incluidos aditivos formadores de vidrio, agua residual, impurezas insolubles en agua (por ejemplo, KPO_3), posibles fosfatos cíclicos y otras impurezas mínimas.

[0005] El SKMP sólido es un vidrio (o material amorfo o vítreo) soluble en agua, típicamente preparado por enfriamiento de una masa fundida que contiene fosfatos de sodio y potasio con una relación molar típica entre el catión y el fósforo (relación molar M/P, en que M = metales alcalinos, típicamente Na y K, pero es posible que se incluyan otros metales alcalinos, y P = fósforo) de entre aproximadamente 0,9 y aproximadamente 1,6. El vidrio de SKMP preparado por enfriamiento de una masa fundida contiene normalmente una cantidad de impurezas insolubles en agua que típicamente es, principalmente o en su totalidad, KMP. Además, la propensión a la formación de materiales insolubles en un SKMP vítreo aumenta al aumentar la sustitución de sodio por potasio. Por ejemplo, Henson y col. (documento WO 2001000527) desvelan que la formación de materiales insolubles aumenta sustancialmente a medida que la cantidad de potasio relativa a la cantidad total de cationes aumenta por encima del 70-80% molar de M como K (% molar de M como K = $100 \times \frac{\text{moles de K}}{\text{moles de M}}$) y puede depender de la velocidad de enfriamiento. Iler (patente de los EE. UU. n° 2.557.109) describe la preparación de disoluciones acuosas de polifosfatos mixtos por intercambio iónico. Aunque las disoluciones acuosas de polifosfatos mixtos pueden prepararse por intercambio iónico, puede preferirse o desearse la preparación de polifosfatos de potasio solubles en forma sólida mediante un proceso de fusión. Todavía es deseable minimizar adicionalmente la cantidad de sodio presente en el SKMP vítreo.

[0006] Dado el estado de la técnica, existe la necesidad de un vidrio de polifosfato soluble en agua con una relativamente alta relación molar entre K y Na que también contenga un nivel relativamente bajo de material insoluble. Un vidrio de polifosfato tal sería especialmente útil como agente antimicrobiano en aplicaciones para alimentos y bebidas. Además, existe la necesidad de un procedimiento para la producción de una composición tal,

en particular, para la disminución de la cantidad de contenido insoluble cuando se usa un relativamente alto grado de sustitución de sodio por potasio. Además, es deseable que cualquier procedimiento para la disminución de la cantidad de contenido insoluble sea compatible con las condiciones usadas en la actualidad para la preparación de polifosfatos. Adicionalmente, es preferible que los aditivos sean componentes menores en la composición resultante.

RESUMEN DE LA INVENCION

[0007] De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1. De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona una composición de vidrio de polifosfato con potasio, modificado con borato, de acuerdo con la reivindicación 5. De acuerdo con un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona una composición de polifosfato de sodio y potasio (SKMP) según se expone en la reivindicación 10. De acuerdo con un cuarto aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento según se expone en la reivindicación 13.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[0008] La figura 1 ilustra el porcentaje de materiales insolubles en un vidrio de SKMP en un intervalo del 66 al 86% molar de M como K cuando se prepara con un enfriamiento rápido de la masa fundida. Los materiales insolubles, como porcentaje del vidrio de SKMP, aumentan al aumentar el contenido de K, según se mide en % molar de M como K para relaciones molares M/P en el intervalo de 1,03 a 1,23.

[0009] Las figuras 2A-2B ilustran el porcentaje de materiales insolubles en un vidrio de SKMP en un intervalo de 1,03 a 1,23 para la relación molar M/P. El contenido insoluble como porcentaje del vidrio de SKMP disminuye con el aumento de la relación molar M/P. La disminución del contenido insoluble como función de la relación molar M/P es especialmente notable para un SKMP con el 86% molar de M como K o más preparado por enfriamiento rápido de la masa fundida. El enfriamiento rápido de una masa fundida para un SKMP con el 76% molar de M como K resulta en menos de aproximadamente el 1% de contenido insoluble para el intervalo de relación molar M/P de 1,03 a 1,23. El enfriamiento rápido de una masa fundida para un SKMP con el 66% molar de M como K resulta en menos de aproximadamente el 0,1% de contenido insoluble para el intervalo de relación molar M/P de 1,03 a 1,23. La disminución del contenido insoluble como función de la relación molar M/P también es especialmente notable para un SKMP con el 76% molar de M como K preparado por enfriamiento lento de una masa fundida.

[0010] La figura 3 ilustra el porcentaje de materiales insolubles en un vidrio de SKMP con el 86% molar de M como K preparado por enfriamiento rápido con o sin la adición del 1% en peso de tetraborato de sodio en un intervalo de relaciones molares M/P de 1,00 a 1,23. El vidrio de SKMP con el 86% molar de M como K preparado por enfriamiento rápido tiene menos contenido porcentual de materiales insolubles en peso cuando se añade el 1% en peso de tetraborato de sodio (equivalente al 0,69% en peso de B_2O_3) para diversas muestras preparadas con relaciones molares M/P de 1,00 a 1,23.

[0011] La figura 4 ilustra el porcentaje de materiales insolubles en un vidrio de SKMP con el 92% molar de M como K preparado por enfriamiento rápido con o sin la adición del 1% en peso de tetraborato de sodio en un intervalo de relaciones molares M/P de 1,03 a 1,13. El vidrio de SKMP con el 86% molar de M como K preparado por enfriamiento rápido tiene menos contenido porcentual de materiales insolubles en peso cuando se añade el 1% en peso de tetraborato de sodio (equivalente al 0,69% en peso de B_2O_3) para diversas muestras preparadas con relaciones molares M/P de 1,03 a 1,13.

[0012] La figura 5 ilustra el efecto de la adición del 0,5% en peso de tetraborato de sodio sobre la longitud media de la cadena de fosfatos en un vidrio de SKMP con el 76% molar de M como K preparado por enfriamiento rápido en un intervalo de relaciones molares M/P de 0,95 a 1,05. Según se muestra en la figura 5, la longitud media de la cadena de fosfatos disminuye para diversas relaciones molares M/P crecientes desde 0,95 a 1,05 en un vidrio de SKMP con el 76% molar de M como K y el 0,5% en peso de tetraborato de sodio (equivalente al 0,35% en peso de B_2O_3).

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[0013] Se ha descubierto que la adición de una cantidad relativamente pequeña de un aditivo formador de vidrio con boro a una masa fundida con una relación molar entre K y Na relativamente alta, puede resultar, al enfriar dicha masa fundida, en una composición de vidrio de polifosfato con potasio con menos compuestos insolubles en agua que si no se incluyera el aditivo en la masa fundida. Los términos "materiales insolubles", "materiales insolubles en agua", "compuesto(s) insoluble(s)" y "compuesto(s) insoluble(s) en agua" indican los sólidos residuales sin disolver que quedan después de disolver 10 g de la composición de vidrio de polifosfato con potasio (denominado generalmente SKMP o KMP) en 100 ml de agua a temperatura ambiente. Según se describe anteriormente, la formación de materiales insolubles aumenta sustancialmente en el SKMP de la técnica anterior cuando la cantidad total de cationes aumenta por encima del 70-80% molar de M como K, dependiendo de la velocidad de enfriamiento,

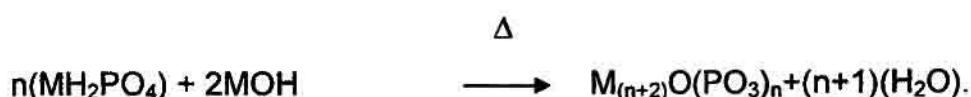
y el KMP de la técnica anterior es esencialmente cristalino e insoluble. Pero la presente invención puede usarse para producir un SKMP relativamente rico en potasio con una reducción sustancial de los materiales insolubles e incluso un KMP vítreo con bajos niveles de materiales insolubles.

[0014] A la vista de lo anterior y según se describirá más adelante, la adición anteriormente mencionada de boro a las composiciones de polifosfato con potasio resulta en polifosfatos con una o más propiedades deseables. Por ejemplo, la invención puede explotarse para permitir una mayor sustitución de Na por K mientras disminuye la cantidad del contenido insoluble en agua si no se hubiera incluido el aditivo con boro. Adicionalmente, el procedimiento de la invención es ventajoso porque es compatible con un procedimiento típico para la preparación de polifosfatos, que requiere pocos o ningún cambio en el equipamiento. Por lo tanto, entre otras cosas, la invención es útil para producir una composición de vidrio de polifosfato con potasio soluble en agua en la que se desean una reducción en el contenido de Na y una baja cantidad de impurezas insolubles en agua. Se cree que estos polifosfatos son especialmente útiles en aplicaciones alimentarias porque, además de las ventajas proporcionadas por la reducción del contenido de sodio y de materiales insolubles, no se piensa que la adición de boro en bajas cantidades sea dañina para humanos o animales.

Preparación de polifosfatos

[0015] Los procedimientos para la preparación de polifosfatos de metales alcalinos, generalmente, y composiciones que comprenden polifosfatos de metales alcalinos vítreos, especialmente, son conocidos por los expertos en la técnica. En general, los procedimientos implican la formación de una masa fundida (es decir, una mezcla fundida de los ingredientes de partida menos los componentes eliminados de la misma, como compuestos volátiles, agua, agua de hidratación, etc.) que comprende la cantidad deseada de los diversos constituyentes y después el enfriamiento de dicha masa fundida a una velocidad relativamente alta, de modo que la masa fundida se transforma en un sólido que, dependiendo de la composición concreta y los parámetros del proceso, es principalmente amorfa. El procedimiento de fusión y enfriamiento se ha usado para la preparación de vidrio de polifosfato de sodio, pero, dado que los polifosfatos de potasio casi siempre son cristalinos, el procedimiento de fusión y enfriamiento no se ha usado para la preparación de polifosfatos de potasio. Ventajosamente, sin embargo, la adición de compuestos con boro de acuerdo con los procedimientos de la invención permite el uso del procedimiento de fusión y enfriamiento para la preparación de vidrios de polifosfato con grandes cantidades de potasio. En ciertas realizaciones de la invención, la formulación y los parámetros del proceso se seleccionan de modo que la composición de polifosfato con potasio resultante contenga poco material cristalino, si acaso, o, dicho de otra manera, sea principalmente, si no enteramente, vítreo o amorfo.

[0016] Un aspecto concreto de la presente invención es la formación del hexametáfosfato de sodio y potasio (SKMP) que se prepara típicamente por enfriamiento de una masa fundida que comprende fosfatos de sodio y de potasio procedentes de una o más fuentes. La reacción de formación de una masa fundida tal puede representarse de la manera siguiente:



Para preparar metafosfato de potasio (KPM), el proceso es en gran parte el mismo, excepto porque los materiales o compuestos que incluyen cantidades significativas de sodio (por ejemplo, el sodio que anteriormente se consideró como niveles mínimos o impurezas) no se incluyen en la masa fundida.

[0017] Ha de señalarse que las masas fundidas de fosfato y los sólidos enfriados a partir de las mismas se describen típicamente con respecto a una relación molar $\text{M}_2\text{O}/\text{P}_2\text{O}_5$ (o simplemente la relación molar M/P) pero, según se señala anteriormente, se cree que la estructura se basa en grupos (PO_3^-) repetidos. Se cree que la inclusión del aditivo formador de vidrio con boro en la masa fundida y el sólido resultante resulta en la sustitución directa de grupos (PO_3^-) por grupos (BO_2^-) .

[0018] Según se menciona anteriormente, los vidrios de polifosfato con porcentajes de potasio relativamente altos preparados de acuerdo con los procedimientos típicos contienen lo que se considera una porción significativa de materiales insolubles en agua, que se cree que son principalmente metafosfato de potasio (KMP) cristalino. Se ha descubierto que el nivel, la concentración o la cantidad de tales materiales insolubles en agua depende, en gran parte, de los cuatro factores siguientes: (1) el % de M como K; (2) la velocidad de enfriamiento del vidrio fundido para dar un sólido; (3) la relación M/P; y (4) el nivel, cantidad o concentración de boro o borato en la masa fundida/vidrio.

[0019] Con respecto al primer factor, se ha descubierto que, generalmente, el nivel de materiales insolubles en agua se hace significativo (por ejemplo, superior a una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 0,5%) cuando la sustitución de Na por K sobrepasa una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 60 a aproximadamente el 70% molar de M como K.

[0020] Con respecto a la velocidad de enfriamiento, se ha descubierto que puede conseguirse una reducción significativa de los materiales insolubles mediante el aumento de la velocidad de enfriamiento. Por ejemplo, se observó que el aumento la velocidad de enfriamiento disminuye el contenido de materiales insolubles en un SKMP (M/P de 1,07 y el 76% de M como K) desde aproximadamente el 8% hasta aproximadamente el 0,6%.

[0021] Con respecto a la relación M/P, se ha descubierto que, en general, el nivel de materiales insolubles tiende a aumentar cuando la relación molar M/P disminuye hacia 1,00, pero las relaciones por debajo de 1,00 tienen comparativamente pocos materiales insolubles. Adicionalmente, para relaciones inferiores a 1,00, se cree que tiene lugar algo de entrecruzamiento de las cadenas de polifosfato. También se ha descubierto que cuando aumenta la relación M/P, el pH del vidrio tiende a aumentar, la cantidad de agua en el vidrio tiende a disminuir y la longitud media de la cadena (n) tiende a disminuir. Por ejemplo, un vidrio con una relación M/P de 1,03 puede tener una longitud media de la cadena de entre aproximadamente 20 y aproximadamente 30, pero un vidrio similar con una relación M/P de 1,23 puede tener una longitud media de la cadena de aproximadamente 7 a aproximadamente 8. A la vista de lo anterior, las composiciones de vidrio de polifosfato de la presente invención se formulan de modo que la relación M/P sea de al menos aproximadamente 0,9 y no superior a aproximadamente 1,6. Y la relación puede ajustarse dentro del intervalo anterior dependiendo de la longitud media deseada para la cadena del polifosfato.

[0022] Con respecto a la adición de boro o borato, se ha descubierto que una pequeña concentración de borato (B_2O_3) (por ejemplo, de tan solo el 0,05% en peso en el vidrio) tiende a reducir significativamente la cantidad de materiales insolubles en agua en tales fosfatos vítreos. Dicho de otra manera, la inclusión de borato en una masa fundida de fosfato puede usarse para crear lo que para fines prácticos es un SKMP o KMP con cantidades significativamente reducidas de materiales insolubles. Por ejemplo, los resultados experimentales hasta la fecha han demostrado que la adición de borato a tales mezclas fundidas ha resultado en una reducción de aproximadamente dos hasta aproximadamente 60 veces en la formación de materiales insolubles en agua, dependiendo de los parámetros específicos (por ejemplo % molar de M como K, relación M/P y velocidad de enfriamiento). Sin limitarse a una teoría concreta, se cree que la adición de borato puede impedir o reducir la cristalización del KMP insoluble al enfriar la masa fundida mediante el bloqueo de la nucleación o el crecimiento de los cristales de KMP. En consecuencia, se ha descubierto que la adición de borato puede usarse para producir una composición de polifosfato de metal alcalino con un % molar de M como K relativamente alto y una baja cantidad de compuestos insolubles en agua. Sin embargo, la adición de borato puede aplicarse para valores mayores del % molar de M como K. Por ejemplo, la adición de borato puede ser eficaz para reducir la cantidad de impurezas insolubles en agua en los polifosfatos con potasio que tienen un % molar de M como K desde solamente el 33% hasta el 100% (KMP). Con el fin de preparar un polifosfato con un contenido relativamente alto de potasio y un contenido reducido de materiales insolubles en agua (especialmente aquellos con pocos o esencialmente sin materiales insolubles), típicamente, el % molar de M como K es al menos de aproximadamente el 50% y no superior a aproximadamente el 95%. De este modo, la composición de vidrio de polifosfato de la presente invención tiene un % molar de M como K de al menos el 50%.

[0023] Típicamente, la concentración del aditivo formador de vidrio con boro es tal que la masa fundida/el material sólido comprende una concentración de borato anhidro (B_2O_3) de al menos el 0,05% en peso de la masa fundida /el sólido. Típicamente, la concentración de B_2O_3 no sobrepasa aproximadamente el 5% en peso de la masa fundida/el sólido. Preferentemente, la masa fundida/el sólido tiene una concentración de B_2O_3 de al menos aproximadamente el 0,2% en peso y de no más de aproximadamente el 2% en peso de la masa fundida/el sólido. Con mayor preferencia, la concentración de B_2O_3 es de al menos aproximadamente el 0,5% en peso y de no más de aproximadamente el 1,5% en peso de la masa fundida/el sólido.

[0024] De manera interesante, se ha descubierto que la adición de borato tiene a producir un SKMP con algunas propiedades diferentes de las de un SKMP preparado con la misma relación M/P, pero sin la adición de borato. Específicamente, siendo todo lo demás igual, una disolución con un SKMP modificado con borato disuelto tiene menor pH, una mayor concentración de agua combinada residual y el SKMP disuelto tiene una menor longitud de la cadena. Se ha observado que el efecto es especialmente pronunciado con niveles de borato de aproximadamente el 1,0% en peso y superiores. De este modo, en algunas realizaciones, la composición de la masa fundida/el sólido se selecciona de manera que la concentración de borato sea no superior a aproximadamente el 1% y al menos del 0,05% en peso, el 0,2% en peso o el 0,5% en peso. Sin limitarse a una teoría concreta, se cree que al menos parte de los boratos se incorporan en las cadenas de polifosfato y los enlaces B-O-P resultantes son más inestables hidrolíticamente que los enlaces P-O-P y se hidrolizan esencialmente inmediatamente al disolver el SKMP que contiene borato, lo que resulta en un corte de la cadena de SKMP en dos partes, un aumento del H_2O combinada residual y un menor pH. Si se desea, se cree que es posible contrarrestar este fenómeno, al menos en cierta medida, mediante la reducción de la relación M/P del vidrio.

[0025] A la vista de lo anterior, el procedimiento para la preparación de una composición de vidrio de polifosfato con potasio de la presente invención comprende: el enfriamiento de una masa fundida que comprende los constituyentes estándar potasio, sodio (si se desea) y fosfato, más borato; y el enfriamiento de la masa fundida

hasta una temperatura inferior a la temperatura de transición vítrea de la composición concreta para solidificar la masa fundida; y de este modo formar un vidrio sólido de polifosfato con potasio con un contenido reducido de materiales insolubles en agua. Dicho de otro modo, la presente invención puede ponerse en práctica para reducir la formación de materiales insolubles en agua, de manera que puedan producirse composiciones de vidrio de polifosfato con potasio, con cantidades relativamente altas de potasio y cantidades relativamente bajas de materiales insolubles (por ejemplo, inferiores al 10% en peso, preferentemente inferiores al 5% en peso) y con mayor preferencia inferiores al 2% en peso).

[0026] La masa fundida se forma por mezclado de los diversos ingredientes y el calentamiento de la mezcla a una temperatura suficiente para la licuefacción de los ingredientes. Adicionalmente, los materiales pueden fundirse y mezclarse entre sí esencialmente en cualquier momento durante el proceso, pero preferentemente hay tiempo suficiente después de la adición de todos los materiales para asegurar que la masa fundida tenga una composición sustancialmente uniforme en el momento en el que se enfría. Por ejemplo, todos los materiales de partida pueden mezclarse entre sí y después añadirse a un horno para formar la masa fundida o uno o más de los materiales de partida pueden calentarse para formar una masa fundida, a la que se añade el aditivo con boro, permitiéndose su licuefacción y dispersión en toda la masa fundida. Típicamente, se prefiere mezclar uniformemente todos los ingredientes entre sí y después aplicar el calor simplemente para facilitar el manejo y el procesamiento. La mezcla de partida puede ser sólida, una disolución acuosa o un licor, una lechada o una combinación de estos. Ha de señalarse que la relación entre potasio y sodio y la relación M/P de los materiales de partida combinados, a menos que se lleve a cabo algún tipo de proceso de purificación o eliminación, es sustancialmente la misma en la masa fundida y en el material solidificado. Por lo tanto, para producir un vidrio de polifosfato con una relación M/P y un % molar de M como K nominales concretos, los materiales de partida y sus cantidades relativas se seleccionan típicamente de modo que la combinación de los materiales de partida tenga los valores nominales deseados.

[0027] Siempre que se alcancen la relación M/P y el % de M como K deseados, la selección de los materiales de partida no es demasiado crítica. Sin embargo, si los polifosfatos que se preparan han de usarse en aplicaciones alimentarias, se prefieren típicamente materiales de calidad alimentaria, si están disponibles. Sin embargo, no se requieren materias primas de calidad alimentaria para la preparación de los polifosfatos para aplicaciones alimentarias siempre que los polifosfatos satisfagan las especificaciones de la calidad alimentaria. Por lo tanto, los materiales de partida y sus cantidades se seleccionan de modo que el vidrio de polifosfato resultante comprenda las cantidades deseadas de potasio, sodio (si se desea), fosfato y borato.

[0028] Una mezcla capaz de proporcionar las cantidades apropiadas de potasio, sodio (si se desea), fosfato y borato puede formarse por la selección de combinaciones de los compuestos apropiados como aquellos típicamente usados para la preparación de vidrios de polifosfato. Los compuestos típicamente usados para la preparación de la mezcla pueden ser, por ejemplo, ácido fosfórico (H_3PO_4), hidrogenofosfato de dipotasio (K_2HPO_4), hidrogenofosfato de disodio (Na_2HPO_4), fosfato de tripotasio (K_3PO_4), fosfato de trisodio (Na_3PO_4), carbonato de sodio ($NaCO_3$), carbonato de potasio (KCO_3) y pirofosfato de disodio ($Na_2H_2P_2O_7$), etc. Pueden usarse sales de cloro (por ejemplo NaCl y KCl) con ácido fosfórico, pero normalmente se sopla vapor a través de la masa fundida para eliminar el cloro residual como HCl. También puede usarse ácido fosfórico en el que el fosfato está ya parcialmente polimerizado, es decir, ácido fosfórico al 115%, etc. Por ejemplo, podría prepararse una mezcla apropiada a partir de fosfato de monopotasio, fosfato de monosodio y fosfato de dipotasio; a partir de ácido fosfórico, hidróxido de sodio e hidróxido de potasio; etc. También pueden usarse como materiales de partida fosfatos parcialmente polimerizados, es decir, pirofosfatos y fosfatos superiores, pero no se prefieren.

[0029] Los aditivos formadores de vidrio con boro pueden ser cualquier compuesto apropiado que contenga boro, como boratos. Si se desea proporcionar las materias primas en forma líquida, ventajosamente, muchos aditivos formadores de vidrio con boro son generalmente solubles en agua. Pueden encontrarse datos sobre compuestos con boro en las publicaciones CRC Handbook of Chemistry and Physics, Lange's Handbook of Chemistry y otras fuentes de referencia comunes conocidas por los expertos en la técnica. Los formadores de vidrio con boro adecuados para uso como aditivos para la reducción del contenido de materiales insolubles pueden ser, por ejemplo, óxido bórico (B_2O_3), tetraboratos (por ejemplo, tetraborato de sodio ($Na_2B_4O_7$ o $Na_2O \cdot 2B_2O_3$) y tetraborato de potasio ($K_2B_4O_7$)), metaboratos (por ejemplo, $NaBO_2$), pentaboratos (por ejemplo pentaborato de potasio (KB_5O_8) y pentaborato de amonio ($NH_4B_5O_8$)), ácidos bóricos (por ejemplo H_3BO_3 , a veces escrito como $B(OH)_3$ o alternativamente como $0,5(B_2O_3 \cdot 3H_2O)$, ácido metabórico (HBO_2) y ácido tetrabórico o pirobórico ($H_2B_4O_7$)), etc. Otros aditivos con boro adecuados incluyen formas hidratadas de los compuestos con boro citados anteriormente. Las sales boratos pueden contener Na o K como catión, pero los cationes de tales sales boratos no se limitan solo a Na y/o K. Los resultados experimentales hasta la fecha indican que el óxido bórico, los ácidos bóricos y los tetraboratos son ligeramente más eficaces para la reducción de los materiales insolubles que los metaboratos o pentaboratos.

[0030] Adicionalmente, dependiendo de la aplicación deseada de los polifosfatos vítreos de la presente invención, puede ser deseable incluir otros compuestos en la masa fundida. Por ejemplo, puede ser deseable incluir compuestos que resulten en un vidrio de polifosfato que también contenga CaO, Fe_2O_3 , ZnO, etc.

[0031] La mezcla puede formarse o colocarse en un recipiente que pueda resistir las condiciones de calentamiento, como un recipiente de cerámica o de alúmina, y se calienta en un aparato apropiado, como un horno de mufla. A escala industrial, el proceso puede llevarse a cabo en un horno mayor, por ejemplo, de 5 aproximadamente 2,4 m de ancho por aproximadamente 4,6 m de largo, revestido con una mezcla apisonada de circón en el fondo, diseñada para resistir una temperatura de fusión de al menos 800°C. La mezcla se calienta a una temperatura suficiente para fundirla y se mantiene en estado fundido por un tiempo suficiente para eliminar las sustancias volátiles, agua, etc. y formar una masa fundida generalmente clara. Esto se consigue típicamente por calentamiento de la mezcla a una temperatura superior a aproximadamente 600°C durante un periodo de 10 aproximadamente dos horas. Sin embargo, existe una relación inversa general entre la temperatura y la duración, de modo que un aumento de la temperatura puede ir seguido de una disminución de la duración. No obstante, la temperatura de la masa fundida generalmente no sobrepasa aproximadamente los 1.100°C. Preferentemente, los materiales se calientan a una temperatura de al menos aproximadamente 750°C y no superior a aproximadamente 1.000°C. La duración del proceso de calentamiento es típicamente de al menos aproximadamente seis minutos y de 15 no más de aproximadamente 90 minutos.

[0032] No se cree que los detalles del proceso de calentamiento sean demasiado críticos. Se cree que esencialmente cualquier proceso concreto que produzca una composición de masa fundida sustancialmente uniforme sin sustancias volátiles, agua, etc. es suficiente. Por ejemplo, el proceso de calentamiento no tiene por qué consistir en el calentamiento a una temperatura determinada y el mantenimiento a la misma hasta que la masa fundida se enfríe, puede llevarse a cabo en etapas múltiples, cada una de las cuales implica un calentamiento o un enfriamiento del material a una temperatura concreta con una duración concreta. Alternativamente, el proceso de calentamiento puede implicar el aumento de la temperatura con una velocidad relativamente constante o con una velocidad variable. Además, el proceso de calentamiento puede llevarse a cabo de manera discontinua, continua o 25 semicontinua. Después del calentamiento, preferentemente, la mezcla de reacción que contiene el polifosfato se enfría rápidamente a la temperatura de transición vítrea o por debajo de la misma para evitar o reducir el crecimiento de cristales.

[0033] Ventajosamente, uno o más beneficios de la presente invención pueden realizarse cuando se lleva a cabo a escala comercial (en oposición a la escala de laboratorio). En particular, la presente invención puede implementarse a escala comercial porque el uso de los aditivos formadores de vidrio con boro es compatible con los procedimientos actuales para la preparación comercial de vidrios de polifosfato con el requerimiento de poco o ningún equipamiento o procedimientos adicionales. Esencialmente la única modificación necesaria del equipamiento o los procedimientos es lo que se necesite para la adición del aditivo con boro a la mezcla de materiales que se calientan para formar la masa fundida. 35

[0034] En una realización, las composiciones vítreas de polifosfato con potasio de la invención contienen menos del 10% en peso, preferentemente menos del 5% en peso y con mayor preferencia menos del 2% en peso de material insoluble en agua a temperatura ambiente. Adicionalmente, un análisis de difracción de rayos X del material soluble producido hasta ahora indica que es vítreo, amorfo, etc. Las disoluciones acuosas preparadas con de 40 aproximadamente el 1% a aproximadamente el 2% p/v de la composición de polifosfato con potasio sin modificar con borato tienen valores de pH entre aproximadamente 6,0 y aproximadamente 8,0. Según se menciona anteriormente, la adición de borato, mientras todo lo demás es igual, tiende a producir una disolución con un pH inferior. 45

[0035] La solubilidad de las composiciones de vidrio de polifosfato con potasio es también una propiedad útil para su adición a bebidas o para su aplicación mediante el uso de pulverizadores a alimentos, equipamiento para el procesamiento de alimentos y superficies de contacto con alimentos. Las composiciones de vidrio con potasio con un alto % molar de M como Na tiene menor contenido de materiales insolubles que las composiciones de vidrio con potasio con un alto % de M como K. La ausencia, o al menos el bajo contenido insoluble en materiales para la preparación y el procesamiento de alimentos es deseable, ya que su presencia puede afectar a las propiedades organolépticas como la textura o la calidad percibida del alimento; y puede afectar al procesamiento, como la filtración de la disolución del polifosfato. 50

55 APLICACIONES ALIMENTARIAS

[0036] Los polifosfatos antimicrobianos tienen numerosas aplicaciones en el procesamiento de alimentos en los que la contaminación bacteriana de los mismos es un problema importante, según se describe en las patentes de los EE. UU. n^{os} 6.440.482, 6.509.050 y 6.610.340. Las bacterias deben controlarse a lo largo de todo el proceso de procesamiento, por ejemplo: (1) en alimentos procesados, incluidas bebidas, para impedir el crecimiento de organismos que causan deterioro y patógenos durante la distribución y el almacenamiento; (2) en el tratamiento superficial de alimentos para desinfectar su superficie y destruir organismos causantes de deterioro y patógenos localizados en la superficie del alimento; y (3) en plantas de procesamiento de alimentos, como instalaciones de procesamiento láctico, cárnico y avícola, para destruir organismos causantes de deterioro y patógenos en el 60

equipamiento de procesamiento de los alimentos. Según se usa en este documento, "alimento" indica cualquier líquido, sólido, semisólido, dispersión, suspensión o emulsión, incluidos aquellos controlados por la Ley Federal de Alimentos, Medicamentos y Cosméticos, que son consumibles por mamíferos (incluidos animales y humanos), peces y otra vida marina y aves de corral, tengan o no valor nutritivo y que son propensos al crecimiento microbiano.

5 Algunos ejemplos específicos incluyen sustancias proteínicas y/o carbohidratos, bebidas, aceites comestibles y agua, incluidas agua directamente consumible, agua embotellada y agua usada para preparar, procesar o transportar otras formas de alimentos.

[0037] Las composiciones de polifosfato son ventajosas para aplicaciones relacionadas con alimentos porque son capaces de controlar el crecimiento de microorganismos sin propiedades rigurosas o corrosivas. Los polifosfatos son eficaces contra cepas bacterianas, por ejemplo, *E. coli* 0157:H7 y cepas de *Staphylococcus aureus*, *Salmonella typhimurium*, *Listeria monocytogenes*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Clostridium botulinum* y *Clostridium perfringens* (patente de los EE. UU. n° 6.509.050). Una característica ventajosa adicional de los polifosfatos antimicrobianos en aplicaciones relacionadas con alimentos es que pueden consumirse o ingerirse sin consecuencias dañinas cuando están autorizados para el uso alimentario y se usan de acuerdo con buenas prácticas de fabricación. Los polifosfatos como SKMP pueden añadirse directamente a los productos alimentarios, de modo que pasan a formar parte del producto final para su consumo sin necesidad de lavados adicionales. Los polifosfatos antimicrobianos pueden usarse también en composiciones de limpieza, bien para lavar frutas, hortalizas y cadáveres de animales o para limpiar e higienizar el equipamiento para el procesamiento de alimentos sin necesidad de lavados adicionales. Dado que estas composiciones controlan los patógenos en condiciones de pH cercanas a la neutralidad con preparaciones muy diluidas, estas composiciones son de uso más seguro y presentan menos problemas para su desecho que composiciones muy alcalinas o muy ácidas. Además, se reducen los cambios fisicoquímicos en el alimento (color, textura, sabor, retención de nutrientes) que pueden tener lugar en condiciones muy alcalinas o muy ácidas.

[0038] Las composiciones inhibidoras de microorganismos pueden estar presentes en una cantidad del 0,05% al 3% en volumen, preferentemente del 0,1% al 1% en volumen de polifosfatos de cadena larga (por ejemplo, $n \geq 3$) y con mayor preferencia del 0,1% al 0,5% en volumen de polifosfatos de cadena larga, con una longitud media de las cadena (n) superior a 6 en bebidas o disoluciones usadas para el tratamiento de alimentos como carne, marisco o aves de corral. El tratamiento de alimentos puede implicar la adición de la composición al alimento, de modo que la composición quede distribuida dentro del alimento (por ejemplo, inyección, volteo en tambor). Alternativamente, la composición puede añadirse solamente a la superficie del alimento o puede emplearse una combinación de ambos tratamientos.

[0039] Otras ventajas de los polifosfatos incluyen la conservación del color y el contenido vitamínico de las frutas y las hortalizas y los productos cárnicos, de aves de corral y de marisco crudos y sin cocinar. Los polifosfatos también proporcionan retención de humedad, protección del sabor y estabilidad de emulsión a los productos cárnicos y de aves de corral. En aplicaciones en bebidas y productos lácteos, el SKMP proporciona la quelación de cationes metálicos como calcio, magnesio, cobre y hierro y un perfil de sabor mejorado, estabilización del color, proteínas y minerales y un aumento de la caducidad.

Polifosfatos y ácidos orgánicos

[0040] Opcionalmente, los polifosfatos pueden combinarse con al menos un ácido orgánico y/o al menos una sal de un ácido orgánico para una acción antimicrobiana sinérgica en alimentos, según se describe en la patente de los EE. UU. n° 6.509.050. Existe una sinergia antimicrobiana entre fosfatos y ácidos orgánicos y/o sales de ácidos orgánicos, especialmente ácido láctico y/o sus sales, de modo que se reducen las concentraciones eficaces totales requeridas para obtener eficacia microbiana en productos cárnicos, de aves de corral y de marisco. En una aplicación tal, el polifosfato tiene preferentemente una longitud media de la cadena de al menos 3 y no superior a aproximadamente 100 y es una sal de sodio, una sal de potasio, una sal mixta de sodio y potasio, una mezcla de sales de sodio y de potasio o una mezcla de sales de sodio, de potasio y sales mixtas de sodio y potasio. Los ácidos orgánicos adecuados son ácidos orgánicos comestibles, como ácido láctico, ácido cítrico, ácido acético, ácido málico, ácido fumárico, etc. y las sales de los mismos son igualmente sales comestibles. Se prefieren sales de sodio y potasio de ácidos orgánicos comestibles. Se prefieren más las sales de ácido láctico. Estos ácidos y/o sales se añaden generalmente de modo que el producto cárnico, de ave de corral o de marisco comprenda de aproximadamente el 0,3% a aproximadamente el 7% en peso del peso total de la composición alimentaria, preferentemente de aproximadamente el 1% a aproximadamente el 3%, con mayor preferencia de aproximadamente el 0,3% a aproximadamente el 2,0% en peso del peso total de la composición alimentaria.

Bebidas

[0041] Según se desvela en Henson y col. (patente de los EE. UU. n° 6.440.482), los polifosfatos se añaden a bebidas para inhibir el crecimiento de microorganismos como levaduras, mohos y bacterias. Los polifosfatos en los que el % molar de M como K es del 33% al 100% y en los que la longitud media de la cadena es superior a 10 y

tienen suficiente solubilidad para ser útiles en bebidas se consideran especialmente eficaces para el control de microorganismos y tienen la suficiente solubilidad para ser útiles en aplicaciones para bebidas. Estos materiales pueden usarse además o en lugar de polifosfatos de sodio en bebidas para disminuir el contenido de sodio de las mismas, lo que las hace más aceptables para los consumidores que requieren bebidas de bajo contenido en sodio.

5 Ventajosamente, un SKMP con un mayor grado de sustitución de Na por K también proporciona una fuente añadida de potasio a la dieta. Otras propiedades y funciones ventajosas incluyen gran solubilidad en agua, dispersión, quelación de cationes polivalentes (por ejemplo, calcio) para reducir o impedir su precipitación, emulsión de proteínas, desfloculación, y estabilización de proteínas (especialmente en bebidas a base de leche y soja). Los polifosfatos en bebidas pueden servir a la vez como sustitutos parciales de benzoato y como quelantes de iones metálicos que pueden catalizar la formación de benceno a partir de la reacción de benzoato y ácido ascórbico. El SKMP también confiere un perfil de sabor mejorado en algunos refrescos a base de zumos en comparación con otro SHMP u otros conservantes.

15 **[0042]** La preparación de bebidas y los materiales usados en ello son bien conocidos por los expertos en la técnica y se han descrito en numerosas patentes y publicaciones como Nakel, patente de los EE. UU. n° 4.737.375, que resalta la preparación de bebidas carbonatadas; Calderas, patente de los EE. UU. n° 5.431.940 y Pflaumer, patente de los EE. UU. n° 5.641.532, ambas de las cuales resaltan la preparación de bebidas de zumos no carbonatadas. Por ejemplo, las bebidas pueden prepararse por preparación de un concentrado de la bebida, al que se añade un jarabe de azúcar que contiene el polifosfato de la invención, incluidos los acidulantes, conservantes y agua en cantidades suficientes para obtener la composición deseada de la bebida. El concentrado se prepara por mezcla de una dispersión del aceite aromatizante en goma de éster y una dispersión de un hidrocoloide como goma de acacia en agua y homogeneización posterior para formar una emulsión estable del aceite aromatizante. También pueden añadirse al concentrado conservantes, acidulantes y colorantes. El jarabe de azúcar puede prepararse por mezcla, por ejemplo, de una fuente de azúcar como un jarabe de maíz rico en fructosa con agua, al que después se añade cualquier vitamina soluble en agua opcional, el polifosfato, acidulantes y conservantes. El jarabe de azúcar y el concentrado se combinan para formar una bebida no carbonatada que, después, puede envasarse y almacenarse.

30 **[0043]** Los polifosfatos son eficaces para la inhibición del crecimiento de microorganismos en bebidas cuando están presentes en la bebida en una concentración de aproximadamente 100 ppm a aproximadamente 5.000 ppm, típicamente de aproximadamente 300 ppm a 3.000 ppm, preferentemente de aproximadamente 500 ppm a aproximadamente 1.500 ppm y con mayor preferencia de aproximadamente 1.000 ppm. Las bebidas no carbonatadas pueden comprender del 0,1 al 40%, preferentemente del 1 al 20%, con mayor preferencia del 2% al 10% y con la máxima preferencia del 3% al 6% de zumo de fruta (porcentaje en peso basado en el volumen de zumo de fruta de concentración natural de 1-16° Brix). El zumo puede ser cualquier zumo de cítricos, zumo que no es de cítricos o una mezcla de estos, de uso conocido en bebidas no carbonatadas. También pueden usarse en bebidas no carbonatadas zumos que no son de frutas, como zumos de hortalizas u otras plantas y sólidos de té. Cuando se usan sólidos de té, típicamente la bebida no carbonatada comprende preferentemente de aproximadamente el 0,02 a aproximadamente el 0,25%, con mayor preferencia de aproximadamente el 0,07% a aproximadamente el 0,15% en peso de sólidos de té. El término "sólidos de té", según se usa en este documento, indica sólidos extraídos de materiales de té, incluidos aquellos materiales obtenidos del género *Camelia*, incluidos *C. sinensis* y *C. assamica*.

45 **[0044]** Las bebidas no carbonatadas tienen un pH de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 4,5, preferentemente de aproximadamente 2,7 a aproximadamente 4,0. Este intervalo de pH es típico para productos de bebidas de zumos diluidos no carbonatadas. La acidez de las bebidas puede ajustarse y mantenerse dentro del intervalo requerido por procedimientos conocidos y convencionales, por ejemplo, el uso de tampones ácidos de calidad alimentaria. Típicamente, la acidez de las bebidas es un equilibrio entre la máxima acidez para la inhibición microbiana y la acidez óptima para el sabor y la impresión de acidez deseados en la bebida. Típicamente, las bebidas no carbonatadas contienen un edulcorante artificial o natural, calórico o no calórico. Se prefieren los edulcorantes de carbohidratos, con mayor preferencia azúcares mono y/o disacáridos, como maltosa, sacarosa, glucosa, fructosa, azúcares invertidos y mezclas de los mismos. Típicamente, los productos de bebidas no carbonatadas comprenden de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 20%, más preferentemente de aproximadamente el 6% a aproximadamente el 14% de sólidos azúcares con respecto al peso de los productos de bebidas. Los edulcorantes artificiales o no calóricos incluyen, por ejemplo, sacarina, ciclamatos, acetosulfamo, L-aspartil-L-fenilalanina, edulcorantes de ésteres de alquilo inferior (por ejemplo, aspartamo) y similares. El edulcorante puede ser proporcionado en cierta medida por los otros componentes, como el zumo de fruta.

60 **[0045]** Las bebidas no carbonatadas pueden comprender también cualquier otro ingrediente o ingredientes típicamente usados como ingredientes opcionales de bebidas como aromatizantes, conservantes (por ejemplo, ácidos orgánicos), colorantes y demás. Los conservantes comúnmente usados en productos de bebidas incluyen, por ejemplo, sorbatos, benzoatos, ácidos orgánicos y combinaciones de los mismos. Los conservantes preferidos son ácido sórbico, ácido benzoico, sales de metales alcalinos de los mismos y mezclas de los mismos. Típicamente, se añaden de aproximadamente 400 ppm a aproximadamente 1.000 ppm, más típicamente de aproximadamente

650 ppm a aproximadamente 750 ppm de conservante a la bebida, pero el uso del polifosfato antimicrobiano de cadena larga de esta invención en la bebida permitirá reducir esta cantidad. El resto de la bebida es agua añadida. El agua añadida no incluye el agua incluida incidentalmente en la bebida por otros materiales añadidos, como el zumo de fruta o el jarabe de azúcar. Aunque el polifosfato rico en potasio de esta invención puede usarse con agua añadida de cualquier dureza usada típicamente para la preparación de bebidas, el agua añadida comprende típicamente de 0 a 180 ppm de dureza.

[0046] Las bebidas no carbonatadas pueden contener hasta el 110% de la cantidad diaria recomendada (RDA) de vitaminas y minerales, siempre que tales vitaminas y minerales sean química y físicamente compatibles con los elementos esenciales de los productos de bebidas no carbonatadas y no causen el crecimiento de microorganismos. Se prefieren la vitamina A, provitaminas de la misma (por ejemplo, β -caroteno) y ácido ascórbico. Los cationes polivalentes preferidos para uso en el enriquecimiento de las bebidas incluyen calcio, hierro, magnesio y combinaciones de los mismos. Aunque estos cationes polivalentes pueden unirse a los polifosfatos e inactivarlos con respecto a su efecto conservante, la inactivación por cationes polivalentes puede superarse por la adición de más polifosfato. También pueden incluirse gomas, emulsionantes y aceites, como goma guar, xantano, alginatos, mono y diglicéridos, lecitina, pectina, pulpa, aceite de semillas de algodón, aceite vegetal, almidones alimentarios y aceites/agentes densificantes, así como ésteres y otros aceites aromatizantes y esenciales.

Carne, aves de corral y marisco

[0047] Según se desvela en Henson y col. (patentes de los EE. UU. n^{os} 6.610.340, 6.440.482 y 6.509.050), se añaden polifosfatos a productos cárnicos, de aves de corral y marisco para mejorar las propiedades del alimento, especialmente su retención de humedad. Además, esto impide una disminución del valor nutritivo por la retención de proteínas, minerales y vitaminas solubles. Los polifosfatos vítreos se usan comúnmente para la preparación de diversos alimentos musculares como jamón, bacón y fiambres en conserva. Los alimentos musculares se refieren a productos cárnicos derivados principalmente del músculo de un animal (bovino, porcino o marisco). Los polifosfatos pueden ser eficaces en concentraciones de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 2% en peso, preferentemente de aproximadamente el 0,1% en peso a aproximadamente el 0,5% en peso en el producto cárnico, de aves de corral o marisco final. Dado que la cantidad total de polifosfato y ácido y/o sal añadidos se reduce, es menos probable que estos materiales causen cambios en las propiedades estéticas de los productos cárnicos, de aves de corral o marisco.

[0048] El procedimiento común para la preparación de estos alimentos musculares es preparar una salmuera o adobo que comprende agua, sal (por ejemplo, cloruro de sodio), hasta el 10% en peso de polifosfato y, opcionalmente, ingredientes como sales de curado (nitritos o nitratos), edulcorantes o agentes de volumen (azúcar, dextrosa, sólidos de jarabe de maíz, jarabe de maíz, maltodextrinas, etc.), aromatizantes, incluidos humo líquido y especias y conservantes. La disolución puede comprender también una sal de un ácido comestible como ácido cítrico, ácido láctico, ácido acético, ácido málico, ácido ascórbico, ácido glucónico, etc., especialmente una sal de sodio y potasio. Típicamente, se añade de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 20% en peso de la disolución de salmuera al alimento muscular, con respecto al peso del alimento muscular antes de la adición de la disolución de salmuera.

[0049] Se recomienda disolver primero el polifosfato en el agua. La sal se añade normalmente una vez que el polifosfato se ha disuelto completamente y a continuación se añade el resto de los ingredientes. Después de preparar la salmuera o el adobo, se enfrían generalmente a aproximadamente 4°C o menos antes de su introducción en el músculo. Típicamente, la concentración de la composición de polifosfato en la salmuera se ajusta de modo que la concentración de la composición de polifosfato sea de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 0,5% en peso en el producto alimentario muscular final. Típicamente, la concentración de sal en la salmuera se ajusta de modo que la concentración de sal en el producto alimentario muscular final sea de aproximadamente el 0,8% a aproximadamente el 2,5% en peso.

[0050] En el proceso de enfriamiento de la salmuera o el adobo, la sal y los polifosfatos pueden precipitar si la salmuera o el adobo están especialmente concentrados y si el agua usada tiene un alto grado de dureza. De manera similar, el almacenamiento de la salmuera o el adobo a temperatura ambiente durante un periodo de tiempo prolongado puede provocar una precipitación prematura de la sal o el polifosfato. La adición del polifosfato a la salmuera o el adobo, bien por sí mismo o como uno de los componentes de una mezcla de fosfatos, reduce o elimina la precipitación de la salmuera o el adobo antes de su adición al músculo. La composición de polifosfato con potasio de la invención puede usarse además o en lugar de polifosfatos de sodio en alimentos musculares para reducir la cantidad de sodio añadido.

[0051] La disolución que comprende el polifosfato puede añadirse al alimento muscular mediante procedimientos y dispositivos bien conocidos por los expertos en la técnica del procesamiento de carnes. La adición de la disolución que comprende polifosfato al alimento muscular puede llevarse a cabo mediante máquinas inyectoras, por mezcla directa con el músculo en un tambor de volteo o una mezcladora o mediante combinaciones

de los procedimientos anteriores. La disolución que comprende polifosfato puede inyectarse en un cadáver mediante cualquier tipo de dispositivos de inyección disponibles comercialmente. La inyección de la disolución en un cadáver debe realizarse antes de que se produzca el *rigor mortis*. La temperatura de la disolución puede estar en el intervalo de aproximadamente -2°C a aproximadamente 40°C, preferentemente por debajo de 10°C y con mayor preferencia por debajo de 4,4°C. Preferentemente, se inyecta en el cadáver de aproximadamente el 10 a aproximadamente el 20% de su peso de la disolución de polifosfato, con mayor preferencia, de aproximadamente el 10% a aproximadamente el 12% de la disolución. Alternativamente, la disolución que comprende el polifosfato puede añadirse al alimento muscular por perfusión en el cadáver. En el caso de cerdos, aves de corral, vacas o corderos, la perfusión puede tener lugar a través de cualquier vaso sanguíneo principal que proporcione la perfusión en la mayor parte de la carne del cadáver. El cadáver puede voltearse después del tratamiento para mezclar y proporcionar una distribución más uniforme de la disolución de fosfato. Los tambores de volteo se usan en toda la industria de procesamiento de carnes y son bien conocidos por los expertos en la técnica.

[0052] La adición de una disolución acuosa, por inyección o perfusión, de una composición que comprende un polifosfato en un cadáver de un animal en el periodo postmórtem temprano mejora el aspecto, la capacidad de retención de agua y la calidad organoléptica del producto muscular resultante. En los productos cárnicos musculares, especialmente de cerdo, el tratamiento inhibe en gran medida el estado pálido, blando y exudativo (PSE), un estado en el que el producto muscular se vuelve muy pálido, rígido y acuoso y pierde su capacidad de retención de agua. Para cualquier cadáver tratado, la disolución acuosa tiene una concentración de hasta el 10% en peso de polifosfato o sales totales, preferentemente de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 10% en peso, dependiendo de la cantidad deseada de disolución y polifosfato perfundidos o inyectados en el cadáver. Se prefiere que el cadáver contenga de aproximadamente el 0,1% a aproximadamente el 0,5% en peso de fosfato añadido, preferentemente de aproximadamente el 0,3% a aproximadamente el 0,4% en peso de fosfato añadido. La adición de un exceso de polifosfato no mejora adicionalmente el estado del cadáver y puede producir efectos adversos, como un estado oscuro, firme y seco en el músculo (DFD) o conferir un sabor jabonoso. Preferentemente, la disolución acuosa tiene un pH mayor o igual a aproximadamente 6, con mayor preferencia mayor o igual a aproximadamente 7 y con la máxima preferencia mayor o igual a aproximadamente 8.

[0053] La adición de sales de cloro aumenta la solubilidad de las proteínas, por lo que estas actúan de manera sinérgica con los fosfatos añadidos para mejorar las propiedades de retención de agua de las fibras musculares en el cadáver. Opcionalmente, puede añadirse cloruro de sodio al cadáver disolviéndolo en la disolución acuosa e inyectando esta disolución al cadáver. Se prefiere que el cadáver contenga menos del 0,5% de cloruro de sodio añadido, preferentemente menos o igual al 0,3% de cloruro de sodio. En lugar de cloruro de sodio puede usarse cloruro de potasio.

Productos lácteos y otros productos alimenticios

[0054] El polifosfato rico en potasio puede usarse para producir un alimento con reducido contenido de sodio en cualquier otra aplicación alimentaria en la que se usen normalmente fosfatos de sodio. Estas aplicaciones incluyen, por ejemplo: sucedáneos de productos lácteos como cremas no lácteas, cubiertas batidas y postres helados; productos lácteos como leche, nata, queso, suero y helados; claras de huevo; frutas secas y enlatadas; jaleas y mermeladas; y gomas como carragenano. Las aplicaciones alimentarias de los polifosfatos se describen en el documento US 6.440.482 y las referencias incorporadas en el mismo.

Composiciones de limpieza

[0055] Según se desvela en Henson y col. (patentes de los EE. UU. n^{os} 6.440.482 y 6.509.050), pueden usarse polifosfatos antimicrobianos en composiciones de limpieza para alimentos, equipamiento para el procesamiento de alimentos y superficies de contacto con alimentos. Estos materiales son una alternativa no corrosiva a agentes antimicrobianos más rigurosos que tienen un uso limitado para el control de bacterias en la superficie de alimentos y en plantas de procesamiento de alimentos y que pueden incorporarse en los alimentos para protegerlos de la contaminación y el crecimiento bacterianos durante el almacenamiento y la distribución. Estas composiciones son de uso y manejo más seguros y presentan menos problemas para su desecho que las composiciones muy alcalinas o muy ácidas. Estas composiciones pueden usarse, por ejemplo, para lavar la superficie de frutas, hortalizas, cadáveres de animales, equipamiento para cortar alimentos, mesas de preparación de alimentos, material de envasado, entre otros. Dado que estas composiciones controlan a los patógenos en condiciones de pH cercanas a la neutralidad con preparaciones muy diluidas, se reducen los cambios fisicoquímicos que pueden tener lugar en condiciones muy alcalinas o muy ácidas. El lavado de la superficie de los productos de frutas y hortalizas con composiciones de limpieza que comprenden preparaciones diluidas de polifosfatos antimicrobianos contribuye a evitar el marchitamiento y a conservar el color y el contenido vitamínico. De manera similar, se minimizan los cambios del color, sabor y textura de la superficie de cadáveres animales. Los tratamientos superficiales pueden llevarse a cabo tanto en productos crudos como cocinados. Los productos crudos pueden venderse como tales o usarse posteriormente como materia prima para productos cocinados. Los productos cocinados con un tratamiento superficial pueden envasarse para su distribución.

[0056] Las composiciones de limpieza comprenden una mezcla de polifosfatos de sodio y/o potasio y, opcionalmente, ortofosfatos de sodio y/o potasio, uno o más tensioactivos como un alquilbencenosulfonato lineal (LAS), una sal de ácido graso, un alcohol etoxilado, etc. Los tensioactivos se desvelan en la publicación Industrial Applications of Surfactants, D. R. Karsea, ed., The Royal Society of Chemistry, Londres, Reino Unido, 1987, y en libros de texto similares. Las composiciones de limpieza tienen un pH de aproximadamente 4 a aproximadamente 11 y son eficaces contra numerosas clases de microorganismos, incluidas bacterias grampositivas y gramnegativas, especialmente aquellas responsables de enfermedades producidas por alimentos y del deterioro de carnes y productos frescos.

[0057] Los polifosfatos tienen una longitud media de la cadena de dos o mayor. Preferentemente, la composición contiene una mezcla de ortofosfatos de mono, di y/o trisodio y/o fosfato, un polifosfato de sodio y/o potasio lineal de cadena larga (longitud de la cadena 6-50) y un tensioactivo o una combinación de tensioactivos estables en un intervalo de pH de aproximadamente 4 a aproximadamente 11. Las composiciones pueden comprender también ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) y/o sus sales y otros agentes quelantes como ácido cítrico, ácido láctico, ácido ascórbico y otros ácidos policarboxílicos y/o sus sales de sodio, potasio y/o calcio. Las composiciones pueden comprender también bajas concentraciones de aproximadamente 50 a aproximadamente 200 ppm de peroxi-compuestos, como ácido peracético y peróxido de hidrógeno.

[0058] Las composiciones pueden prepararse como disolución, concentrado o en forma seca para su reconstitución con agua en el momento de uso. Para la preparación de las composiciones de limpieza deberán usarse materiales de calidad alimentaria. Las composiciones de limpieza pueden usarse como pulverización superficial o como tratamiento de inmersión. Las composiciones de limpieza mantienen su eficacia antimicrobiana a un pH de aproximadamente 4 a aproximadamente 11. Los productos disponibles comercialmente requieren típicamente un pH de 10,5 a 12. Por su menor pH, es menos probable que la composición sea cáustica para la piel, los ojos y las vías respiratorias por contacto o inhalación. Adicionalmente, el bajo pH reduce la textura mucosa/viscosa aparente de la composición. Las composiciones son eficaces incluso cuando se preparan con agua dura.

OTRAS APLICACIONES

[0059] Además de aplicaciones alimentarias, los polifosfatos con potasio solubles en agua (por ejemplo SKMP y KMP) producidos de acuerdo con la presente invención pueden ser también útiles en diversas aplicaciones técnicas e industriales como, por ejemplo, quelación, inhibición del límite de solubilidad, desfloculación, dispersión, etc.

[0060] En la quelación, los iones causantes de dureza como Ca, Mg, Fe, Cu, etc. se combinan con polifosfatos para formar complejos estables solubles en agua. La quelación impide la precipitación o reacciones secundarias no deseadas del ión metálico. Los polifosfatos solubles en agua de sodio y potasio o de potasio quelan especialmente bien a pH cercano a la neutralidad. De manera similar, pueden usarse polifosfatos solubles en agua para el tratamiento o "ablandamiento" de aguas potables e industriales (por ejemplo, en sistemas de enfriamiento, impresión, teñido), para evitar aguas "rojas" y "negras" (causadas respectivamente por Fe y Mn), para impedir o reducir la formación de incrustaciones en condensadores, intercambiadores de calor, tuberías y calentadores y para inhibir la corrosión (por ejemplo, impedir la lixiviación de Pb y Cu de tuberías).

[0061] La inclusión de polifosfatos solubles en agua para aplicaciones de limpieza puede proporcionar beneficios adicionales, como la fijación de iones de calcio, magnesio y hierro que interferirían con la acción del detergente y la dispersión de partículas de suciedad en el agua de lavado y la prevención de su deposición. Para aplicaciones de limpieza relacionadas con productos textiles, los polifosfatos solubles en agua pueden usarse para reforzantes para lavado de la ropa, acondicionadores de agua y como agentes contra la redeposición para evitar que la suciedad vuelva a depositarse en la tela. Para aplicaciones en el cuidado personal, los polifosfatos solubles en agua pueden incluirse, por ejemplo, en perlas de baño y cosméticos.

[0062] En la inhibición del límite de solubilidad, se cree que los polifosfatos impiden la formación de incrustaciones al interferir con la nucleación y/o el crecimiento de cristales. Para conseguir la inhibición del límite de solubilidad, la(s) concentración(es) del(los) ácido(s) polifosfórico(s) soluble(s) en agua es típicamente muy inferior a la requerida para la quelación (por ejemplo, típicamente solo se necesitan 2-4 ppm de polifosfato soluble en agua para inhibir la formación de incrustaciones de carbonato de calcio).

[0063] Los polifosfatos solubles en agua pueden contribuir también a la desfloculación de partículas coloidales. Por ejemplo, ciertas partículas de arcilla fina se atraen entre sí por la distribución de su carga electrostática. Los polifosfatos afectan a la distribución de la carga electrostática al adherirse a la superficie de las partículas, lo que causa que dichas partículas se repelan entre sí. Las partículas desfloculadas tienden a permanecer en suspensión en agua y muestran poca tendencia a sedimentar o a agruparse entre sí.

[0064] Además, tales polifosfatos pueden usarse como dispersantes para la extracción y el procesamiento de arcillas, lodos de perforación de pozos petrolíferos, colorantes y pigmentos. Específicamente, los polifosfatos tienden a desflocular y dispersar los sólidos de la arcilla, con lo que los transforman a partir de una masa sólida en una lechada bombeable. De manera similar, la desfloculación de los lodos de perforación de pozos petrolíferos mediante polifosfatos puede usarse para generar un material de alta gravedad específica (alto % de sólidos) y baja viscosidad más fácil de bombear. Otras aplicaciones en la minería incluyen su uso como desfloculantes en operaciones de molienda, clasificación y separación, como flotación. En aplicaciones para cerámica y materiales refractarios, los polifosfatos proporcionan unión a alta temperatura en el producto acabado y actúan como dispersantes eficaces en las lechadas precursoras. Tales polifosfatos pueden usarse para la dispersión de pigmentos para recubrimientos para papel y pinturas a base de agua y para el tratamiento y la preparación con agua de pieles para el curtido del cuero. Tales polifosfatos pueden usarse también para mejorar la eficacia del desarrollo de películas fotográficas por quelación de iones metálicos exógenos.

[0065] El contenido relativamente alto de potasio del SKMP y el KMP puede ser especialmente útil en la formulación de productos en forma líquida. Por ejemplo, los productos de limpieza para el hogar, la industria y las instituciones se formulan frecuentemente en forma líquida y una alta relación entre potasio y sodio se traduce normalmente en productos relativamente más estables.

[0066] El contenido relativamente alto de potasio del SKMP y el KMP de la presente invención puede ser especialmente útil en la formulación de productos en forma líquida. Por ejemplo, los productos de limpieza para el hogar, la industria y las instituciones se formulan frecuentemente en forma líquida y una alta relación entre potasio y sodio se traduce normalmente en productos relativamente más estables.

EJEMPLOS

[0067] Los siguientes ejemplos ilustran los procedimientos para la preparación de polifosfatos con altas relaciones entre sodio y potasio, así como polifosfatos con altas relaciones entre potasio y sodio y bajas cantidades de materiales insolubles. Además, los ejemplos ilustran la capacidad del procedimiento de la presente invención para disminuir la cantidad de materiales insolubles en polifosfatos con una relativamente alta relación entre potasio y sodio.

Ejemplo 1

[0068] El ejemplo siguiente ilustra la preparación de un SKMP con una relativamente alta relación entre potasio y sodio sin la adición de aditivos formadores de vidrio y la cantidad de materiales insolubles presentes en el vidrio resultante cuando se usa una velocidad de enfriamiento rápida o lenta para solidificar la masa fundida.

[0069] Los fosfatos de sodio y potasio en las cantidades y proporciones indicadas en la tabla 1 se mezclaron entre sí en un plato metálico inerte descubierto y se calentaron a 900°C durante 10-20 minutos en un horno de mufla. El peso final total de la masa fundida en cada caso fue de 50,0 g. En este ejemplo, las masas fundidas se sometieron a un "enfriamiento rápido" que se consiguió por vertido de aproximadamente la mitad de la masa fundida resultante entre dos grandes placas de enfriamiento de cobre y el enfriamiento después de la segunda mitad de la misma manera. Cada una de las placas de enfriamiento está a temperatura ambiente, pesa aproximadamente 19 kg y tiene unas dimensiones de 2,2 cm x 30,5 cm x 30,5 cm. Los expertos en la técnica apreciarán fácilmente que las diferencias en el peso de la masa fundida, la temperatura de la placa de enfriamiento, el peso de la placa de enfriamiento y/o las dimensiones de la placa de enfriamiento introducirán variaciones en las velocidades de enfriamiento.

Tabla 1

Muestra	% molar de M como K	M/P deseada	MKPA* (g)	DKPA** (g)	MSPM*** (g)
088-3	66	1,03	37,05	2,30	21,22
088-4	66	1,04	36,11	3,05	21,35
088-7	66	1,07	33,35	5,28	21,73
088-10	66	1,10	30,65	7,46	22,10
088-13	66	1,13	28,01	9,59	22,46
088-18	66	1,18	23,73	13,05	23,05
088-23	66	1,23	19,59	16,40	23,62
031-02	76	1,00	45,28	0,00	14,50
089-3	76	1,03	42,58	2,26	14,77
089-4	76	1,04	41,69	3,00	14,85
089-7	76	1,07	39,07	5,20	15,11
089-10	76	1,10	36,51	7,35	15,37
089-13	76	1,13	34,00	9,45	15,62
089-18	76	1,18	29,94	12,85	16,02
089-23	76	1,23	26,02	16,13	16,41
023-2	86	1,00	50,53	0,00	8,34
090-3	86	1,03	47,96	2,23	8,49
090-4	86	1,04	47,12	2,96	8,54
090-7	86	1,07	44,63	5,12	8,69
090-10	86	1,10	42,19	7,24	8,83
090-13	86	1,13	39,81	9,31	8,97
090-18	86	1,18	35,96	12,65	9,20
090-23	86	1,23	32,25	15,88	9,42
* MKPA es fosfato de monopotasio anhidro					
** DKPA es fosfato de dipotasio anhidro					
*** MSPM es fosfato de monosodio monohidratado					

- 5 **[0070]** La cantidad de material insoluble en agua (% en peso de materiales insolubles) se determinó gravimétricamente de la manera siguiente, según se muestra en la tabla 2. Aproximadamente 10 g de SKMP se muelen con un mortero y se disuelven en agua (100 ml). Sin embargo, en caso de un nivel alto de materiales insolubles (generalmente por encima de aproximadamente el 5-6%), su determinación se hace con SKMP molido (aproximadamente 2 g) en agua (50 ml). La disolución se filtra al vacío mediante un crisol Gooch y papel de filtro (secado previamente a 105°C durante al menos 2 h). Los sólidos filtrados se lavan con una pequeña cantidad de agua adicional. El filtro Gooch se seca a 105°C durante 2 h. La diferencia de peso antes y después del filtrado representa los materiales insolubles en agua.
- 10

Tabla 2

66% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO										
Muestra	ninguna	0176-088-3	0176-088-4	0176-088-7	0176-088-10	0176-088-13	0176-088-18	0176-088-23		
M/P deseada	1,00	1,03	1,04	1,07	1,10	1,13	1,18	1,23		
% en peso materiales insolubles	---	0,08	0,07	0,04	0,04	0,05	0,02	0,02		
76% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO										
Muestra	0359-031-02	0176-089-3	0176-089-4	0176-089-7	0176-089-10	0176-089-13	0176-089-18	0176-089-23		
M/P deseada	1,00	1,03	1,04	1,07	1,10	1,13	1,18	1,23		
% en peso materiales insolubles	0,72	0,64	0,42	0,78	0,36	0,51	0,28	0,14		
86% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO										
Muestra	0359-023-02	0176-090-3	0176-090-4	0176-090-7	0176-090-10	0176-090-13	0176-090-18	0176-090-23		
M/P deseada	1,00	1,03	1,04	1,07	1,10	1,13	1,18	1,23		
% en peso materiales insolubles	15,26	9,40	6,76	4,44	4,92	2,18	0,92	0,23		

[0071] La figura 1 es una gráfica del porcentaje de contenido insoluble presente en un vidrio de SKMP en el intervalo del 66 al 86% molar de M como K cuando se prepara por enfriamiento rápido de la masa fundida. Los materiales insolubles como porcentaje del vidrio de SKMP aumentaron al aumentar el contenido de K, medido en % molar de M como K, para relaciones molares M/P en el intervalo de 1,03 a 1,23.

[0072] Los productos también se analizaron según se muestra en las tablas 3 a 5, con el uso de los procedimientos empleados generalmente por los expertos en la técnica. El porcentaje en peso de potasio (% en peso de K) y el porcentaje en peso de sodio (% en peso de Na) se determinaron por cromatografía iónica. Además, el porcentaje en peso de potasio (% en peso de K) y el porcentaje en peso de sodio (% en peso de Na) se usaron para determinar el % molar de M como K. También se determinaron los valores del pH de disoluciones acuosas al 2% p/v de muestras individuales (pH). La longitud media de la cadena de fosfatos (longitud media de la cadena), la relación molar M/P (M/P medida) y el porcentaje en peso de P_2O_5 (% en peso de P_2O_5) se determinaron por valoración después de la disolución. Los grupos ácidos (-P-OH) asociados con el polifosfato disuelto también se determinan por valoración y se expresan como el porcentaje en peso de H_2O (% en peso de H_2O). Se cree que se generan grupos ácidos a partir del agua que no se elimina completamente durante la fusión. Además, se cree que se generan grupos ácidos por hidrólisis de enlaces débiles en el momento de la disolución. Los enlaces en los polifosfatos o metafosfatos con una relación molar M/P superior a aproximadamente 1,00 se consideran estables para los fines del procedimiento de valoración. Como resultado, se cree que el porcentaje en peso de H_2O refleja esencialmente solo los grupos ácidos originalmente presentes en el vidrio. Para los fosfatos con una relación molar M/P inferior a aproximadamente 1,00, también hay presentes enlaces de fosfato débilmente entrecruzados que se hidrolizan casi inmediatamente en el momento de la disolución. Los enlaces borato-fosfato también se hidrolizan en el momento de la disolución. En estos últimos casos, el porcentaje en peso de H_2O no solo refleja los grupos ácidos presentes originalmente en el vidrio, sino también grupos ácidos adquiridos en el momento de la disolución. En estos casos se espera que la longitud media de la cadena, el pH y el porcentaje en peso de P_2O_5 sean mayores en el vidrio no disuelto que los medidos por valoración del vidrio disuelto. La valoración es un procedimiento de análisis aceptado ya que los vidrios se usan principalmente en disolución acuosa. Estos mismos procedimientos se usaron también para el análisis de los productos en todos los ejemplos subsiguientes.

Tabla 3

66% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Longitud media de la cadena	% en peso de P_2O_5	M/P medida	pH	% en peso de H_2O	% en peso de K	% en peso de Na	% molar de M como K*
0176-088-3	1,03	27,50	62,20	1,030	6,6	0,34	23,39	7,6	0,644
0176-088-4	1,04	21,02	62,11	1,040	6,7	0,43	23,14	7,32	0,650
0176-088-7	1,07	17,64	61,30	1,067	7,1	0,36	23,47	7,36	0,652
0176-088-10	1,10	13,11	60,52	1,106	7,2	0,36	24,56	7,74	0,651
0176-088-13	1,13	12,46	59,95	1,127	7,7	0,26	24,39	7,68	0,651
0176-088-18	1,18	9,65	58,88	1,172	7,5	0,26			
0176-088-23	1,23	7,48	58,10	1,235	7,9	0,24			

* Determinado a partir del % en peso de K y el % en peso de Na.

Tabla 4

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO						
Muestra	M/P deseada	Longitud media de la cadena	% en peso de P_2O_5	M/P medida	pH	% en peso de H_2O
0359-031-02	1,00					
0176-089-3	1,03	26,34	61,30	1,029	6,7	0,37
0176-089-4	1,04					
0176-089-7	1,07	18,30	60,40	1,069	7,16	0,31
0176-089-10	1,10					
0176-089-13	1,13	11,70	59,10	1,126	7,42	0,34
0176-089-18	1,18					
0176-089-23	1,23	7,74	57,20	1,224	7,9	0,25

Tabla 5

86% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO						
Muestra	M/P deseada	Longitud media de la cadena	% en peso de P_2O_5	M/P medida	pH	% en peso de H_2O
0359-023-02	1,00					
0176-090-3	1,03	30,86	60,40	1,029	6,9	0,27
0176-090-4	1,04					
0176-090-7	1,07	18,35	59,50	1,068	7,21	0,31
0176-090-10	1,10					
0176-090-13	1,13	12,06	58,30	1,126	7,52	0,3
0176-090-18	1,18					
0176-090-23	1,23	7,66	56,30	1,221	7,8	0,29

[0073] La preparación de un SKMP con una alta relación entre potasio y sodio con una velocidad de enfriamiento lenta, es decir, en condiciones de enfriamiento lento, se usó para generar mayores niveles de materiales insolubles. Para un ejemplo de "enfriamiento lento", la totalidad de los 50 g de la masa fundida se enfrió sobre una sola placa de enfriamiento y como resultado, la velocidad fue significativamente más lenta que en los polifosfatos de las tablas 2 a 5. Los fosfatos de sodio y potasio en las cantidades y proporciones para muestras que comprendían el 76% molar de M como K, según se indican en la tabla 1, se mezclaron entre sí en un plato metálico inerte descubierto a 900°C durante 10-20 min en un horno de mufla. Los resultados del análisis para "enfriamiento lento" se exponen en las tablas 6 y 7, a continuación.

Tabla 6

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO LENTO									
Muestra	0359-024-02	0176-091-3	0176-091-4	0176-091-7	0176-091-10	0176-091-13	0176-091-18	0176-091-23	
M/P deseada	1,00	1,03	1,04	1,07	1,10	1,13	1,18	1,23	
% en peso materiales insolubles	18,37	12,04	12,70	8,06	8,53	1,77	1,19	0,99	

Tabla 7

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO LENTO						
Muestra	M/P deseada	Longitud media de la cadena	% en peso de P_2O_5	M/P medida	pH	% en peso de H_2O
0359-024-02	1,00					
0176-091-3	1,03	21,63	61,20	1,030	6,5	0,48
0176-091-4	1,04					
0176-091-7	1,07	17,31	60,40	1,068	7,13	0,37
0176-091-10	1,10					
0176-091-13	1,13	11,13	59,10	1,126	7,37	0,4
0176-091-18	1,18					
0176-091-23	1,23	8,0	57,20	1,224	8,2	0,2

[0074] Las figuras 2A y 2B son gráficas del porcentaje en peso de contenido insoluble presente en un vidrio de SKMP en un intervalo de relaciones molares M/P de 1,03 a 1,23, que resumen los datos de las tablas 2 y 6. El contenido insoluble como porcentaje del vidrio de SKMP disminuyó al aumentar la relación molar M/P. La disminución del contenido insoluble fue especialmente notable para un SKMP con el 86% molar de M como K o superior preparado por enfriamiento rápido de la masa fundida. El enfriamiento rápido de una masa fundida de SKMP con el 76% molar de M como K resultó en menos de aproximadamente el 1% de contenido insoluble para el intervalo de relaciones molares M/P de 1,03 a 1,23. El enfriamiento rápido de una masa fundida de SKMP con el 66% molar de M como K resultó en menos de aproximadamente el 0,1% de contenido insoluble para el intervalo de relaciones molares M/P de 1,03 a 1,23. La disminución del contenido insoluble fue también especialmente notable para un SKMP con el 76% molar de M como K preparado por enfriamiento lento de una masa fundida.

Ejemplo 2

[0075] Se hicieron preparaciones de muestras con una relación molar M/P de 1,07, el 76% molar de M como K y enfriamiento lento y se usaron para evaluar el efecto de aditivos sobre la formación de materiales insolubles. Los aditivos elegidos incluyeron tetraborato de sodio y Kasil 6. Este último contiene sílice y se probó para analizar si materiales que contienen sílice serían apropiados como aditivos formadores de vidrio. Las cantidades de los aditivos se muestran en la tabla 8. Según se indica en la tabla 1, los ingredientes para un SKMP con una relación molar M/P de 1,07 y el 76% molar de M como K son 39,07 g de fosfato de monopotasio anhidro (MKPA), 5,20 g de fosfato de dipotasio anhidro (DKPA) y 15,11 g de fosfato de monosodio monohidratado, que son equivalentes a 13,14 g de fosfato de monosodio anhidro (MSPA). Los ingredientes, incluidos los aditivos, se mezclaron y calentaron a 900°C durante 10-20 min. La totalidad de la masa fundida se vertió sobre una única placa de enfriamiento de cobre y se dejó enfriar, es decir, con enfriamiento lento. El peso total final de la masa fundida (peso anhidro, antes de los aditivos) fue de 50 g.

Tabla 8

MUESTRA	0176-091-7	0176-098-B1	0176-098-B2	0176-098-S1	0176-098-S2
Aditivo	ninguno	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$		Kasil 6***	
Peso (g) de aditivo	ninguno	1,00	0,30	1,32	2,91 (45,4%)
peso (g) de AO**	---	0,528	0,158	0,517	0,517
peso (g) de BO**	---	0,365	0,110	0,350	0,350
% en peso de aditivo	ninguno	1,04	0,31	1,02	1,02
% en peso de AO**	---	1,04	0,31	1,02	1,02
% en peso de BO**	---	0,72	0,22	0,69	0,69
* Sal anhidra en la masa fundida final					
** AO = óxidos anhidros; BO = óxido básico, por ejemplo B_2O_3 , SiO_2					
*** 12,65% de K_2O , 26,5% de SiO_2					

[0076] Todas las masas fundidas fueron homogéneas, con la excepción de 0176-098-S1. Para la muestra 0176-098-S1 se colocaron aproximadamente seis piezas de Kasil 6 (1,32 g) en la parte superior de la mezcla de sales de ortofosfato. Al fundirse la mezcla, el Kasil 6 permaneció algo segregado, incluso después de mezclar la masa fundida a 900°C. Mientras que todas las demás muestras del ejemplo 2 se prepararon directamente como una masa fundida de sólidos, la muestra 0176-098-S2 se preparó como licor antes de la fusión. En la muestra 0176-098-

S2, las sales de ortofosfato se disolvieron en agua a temperatura de ebullición para preparar un licor de fosfato concentrado y con dicho licor se mezcló una disolución de Kasil 6 (2,91 g de una disolución al 45,4%). Al calentar el licor, la disolución fue homogénea y clara a aproximadamente 325-350°C y a 900°C (al igual que los otros licores anteriores). Sin embargo, al enfriarse, la masa fundida 098-S2 se volvió extremadamente turbia en su totalidad, a diferencia de las otras masas fundidas enfriadas. Las muestras 098-S1, 098-B2 y 091-7 enfriadas tenían algunas regiones opacas, pero en general, fueron claras. La muestra 098-B1 enfriada fue clara en su totalidad. Los productos se analizaron mediante el procedimiento descrito anteriormente y los resultados se exponen en la tabla 9 a continuación.

Tabla 9

76% molar de M como K; relación molar M/P de 1,07 ENFRIAMIENTO LENTO					
MUESTRA	091-7	098-B1	098-B2	098-S1	098-S2
Aditivo	ninguno	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O		Kasil 6	
% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	ninguno	0,72	0,22	1,02	1,02
% en peso de materiales insolubles	8,06	0,26	1,53	5,6	10,45

Los datos en la tabla 9 muestran el efecto del tetraborato de sodio en la reducción del contenido de materiales insolubles y la ausencia de todo efecto reductor del contenido de materiales insolubles del silicato añadido (Kasil 6). El tetraborato de sodio al 1,04% en peso (equivalente al 0,72% en peso de B₂O₃) resultó en una reducción de 30 veces en la formación de materiales insolubles en agua. Incluso con una concentración de tetraborato de sodio del 0,31% en peso (0,22% en peso de B₂O₃), la formación de materiales insolubles se redujo todavía significativamente, aproximadamente cinco veces, en comparación con la ausencia de aditivo. En las condiciones probadas, Kasil 6 tuvo, si acaso, un efecto mucho menor sobre la formación de materiales insolubles.

Ejemplo 3

[0077] Para evaluar el efecto de diversos formadores de vidrio con boro sobre la formación de materiales insolubles en el SKMP, se llevaron a cabo preparaciones de muestras con una relación molar M/P de 1,07, el 76% molar de M como K y enfriamiento lento y se usaron para evaluar el efecto de aditivos en la formación de materiales insolubles. Los aditivos elegidos incluyeron K₂B₄O₇, B₂O₃, Na₂B₄O₇, H₃BO₃, KB₅O₈ y NaBO₂, que se añadieron en cantidades correspondientes a las cantidades de B₂O₃ añadidas a la masa fundida/el vidrio listadas en la tabla 10. Los ingredientes, incluidos los aditivos, se mezclaron y calentaron a aproximadamente 900°C y se mantuvieron a aproximadamente esta temperatura durante entre aproximadamente 10 y aproximadamente 20 minutos. Los resultados de los análisis se muestran en la tabla 10.

Tabla 10

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO LENTO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0176-091-7	1,07	ninguno	---	8,06	17,31	60,4	1,068	7,13	0,37
0359-016-01	1,07	K ₂ B ₄ O ₇ ·4H ₂ O	0,60	0,296					
0359-016-02	1,07	B ₃ O ₃	1,00	0,143	8,14	59,78	1,067	6,4	1,35
0359-016-03	1,07	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	0,134	8,74	59,64	1,08	6,72	1,13
0359-016-04	1,07	H ₃ BO ₃	0,56	0,192					
0359-016-05	1,07	KB ₅ O ₈ ·4H ₂ O	0,79	0,851					
0359-016-06	1,07	NaBO ₂ ·4H ₂ O	0,53	0,682					

- 5 En la tabla 10 se observan algunos resultados significativos. La adición de aditivos con boro al SKMP con el 76% molar de M como K resultó en una reducción del contenido de materiales insolubles en el intervalo de una reducción de aproximadamente 10 veces a una reducción de aproximadamente 60 veces. Además, los resultados demuestran que Na₂B₄O₇, B₂O₃, H₃BO₃ y K₂B₄O₇ proporcionaron una mayor reducción del contenido de materiales insolubles que NaBO₂ o KB₅O₈. Las muestras preparadas con los aditivos Na₂B₄O₇ y B₂O₃ se caracterizaron adicionalmente para determinar las propiedades del vidrio de SKMP. La longitud media de la cadena de los polifosfatos producidos, la relación molar M/P y el porcentaje en peso del contenido de P₂O₅ se determinaron por valoración. La adición del 1% del formador de vidrio con boro redujo la longitud media de la cadena de los polifosfatos de SKMP aproximadamente a la mitad. Esta reducción de la longitud de la cadena es consistente con el mayor porcentaje en peso de contenido de H₂O. Los enlaces borato-fosfato se hidrolizan en el momento de la disolución, lo que genera más grupos ácidos que se detectan en la valoración y se indican como porcentaje en peso de H₂O.

Ejemplo 4

- 20 **[0078]** Se hicieron preparaciones de muestras de SKMP con una relación molar M/P de 0,924-1,07, el 76% molar de M como K y enfriamiento lento y se usaron para evaluar el efecto de la adición del 1,00% en peso de tetraborato de sodio (base anhidra) sobre la formación de materiales insolubles para distintas relaciones molares M/P. Los ingredientes, incluidos los aditivos se mezclaron y calentaron a 900°C durante 10-20 min. Los resultados del análisis de las muestras de SKMP se muestran en la tabla 11.

Tabla 11

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO LENTO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0359-025-02	0,924	ninguno	---	0,451	36,75	63,52	0,919	---	0,437
0359-025-01	0,924	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	0,213	17,38	63,30	0,932	---	0,915
0359-024-02	1,00	ninguno	---	18,371					
0359-024-01	1,00	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	0,374	11,63	61,07	1,013	5,57	1,23
0176-091-7	1,07	ninguno	---	8,06	17,31	60,4	1,068	7,13	0,37
0359-016-03	1,07	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	0,134	8,74	59,64	1,08	6,72	1,13

- 5 Según se muestra en la tabla 11, el tetraborato de sodio a un nivel del 1,00% (0,69% de B₂O₃) mostró una reducción similar del contenido de materiales insolubles para una relación molar M/P de 1,00 que para una relación molar M/P de 1,07 (aproximadamente una reducción de 50 veces y aproximadamente una reducción de 60 veces, respectivamente). Aunque el porcentaje en peso de materiales insolubles fue bajo para una relación molar M/P de 0,924, la adición de tetraborato de sodio redujo aún más el contenido de materiales insolubles (una reducción a aproximadamente la mitad). Adicionalmente, la relación molar M/P del polifosfato se aproximó a la anticipada a partir de los materiales de partida (es decir, no hay una volatilización significativa de P₂O₅). Además, la adición del formador de vidrio con boro resultó en una reducción significativa de la longitud media de la cadena de los polifosfatos.

15 **Ejemplo 5**

- [0079] Para determinar si la adición de aditivos formadores de vidrio con boro era compatible con una velocidad de enfriamiento rápida, se llevaron a cabo experimentos con muestras preparadas con el 76% molar de M como K. Se hicieron preparaciones de muestras de SKMP con una relación molar M/P de 1,00 y el 76% molar de M como K y se usaron para evaluar el efecto de tetraborato de sodio en la formación de materiales insolubles. Además, era de interés determinar si la combinación de un enfriamiento rápido y un aditivo con boro tendría un efecto acumulativo sobre el contenido insoluble. De este modo, las masas fundidas de polifosfato se enfriaron de manera rápida y lenta. Los resultados del análisis de las muestras de SKMP se muestran en la tabla 12.

Tabla 12

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO LENTO Y RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B_2O_3 del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P_2O_5	M/P medida	pH	% en peso de H_2O
0359-024-02 ^L	1,00	ninguno	---	18,371					
0359-024-01 ^L	1,00	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	0,374	11,63	61,07	1,013	5,57	1,23
0359-031-02 ^R	1,00	ninguno	---	0,725	51,24	61,96	1,000	4,72	0,31
0359-033-01 ^R	1,00	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,35	0,309	16,57	61,36	1,011	5,54	0,857
0359-033-02 ^R	1,00	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,55	0,231	13,4	61,16	1,015	5,62	1,044
0359-031-01 ^R	1,00	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	0,207	14,69	61,24	1,014	5,78	0,951
^R Enfriamiento rápido ^L Enfriamiento lento									

Según se muestra en la tabla 12, el tetraborato de sodio se analizó tanto en condiciones de enfriamiento lento como de enfriamiento rápido y con distintas cantidades de tetraborato de sodio. Una velocidad de enfriamiento rápida tuvo un efecto adicional sobre la disminución de la formación de materiales insolubles al usarla junto con tetraboratos de sodio.

Ejemplo 6

[0080] Se hicieron preparaciones de muestras de SKMP con una relación molar M/P de 0,924-1,23, el 86% molar de M como K y enfriamiento rápido y se usaron para evaluar el efecto de tetraborato de sodio en la formación de materiales insolubles. Los resultados del análisis de las muestras de SKMP se muestran en la tabla 13.

Tabla 13

86% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B_2O_3 del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P_2O_5	M/P medida	pH	% en peso de H_2O
0359-026-02	0,924	ninguno	---	1,165	32,72	62,72	0,927	---	0,483
0359-026-01	0,924	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	1,101	18,34	62,58	0,918	---	0,858
0359-023-02	1,00	ninguno	---	15,255					
0359-023-01	1,00	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	3,814					
0176-090-3	1,03	ninguno	---	9,40	30,86	60,4	1,029	6,9	0,27
0359-020-01	1,03	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	1,393	10,67	59,62	1,042	6,22	1,1
0176-090-7	1,07	ninguno	---	4,44	18,35	59,5	1,068	7,21	0,31
0359-029-01	1,07	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,35	4,008					
0359-019-02	1,07	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	1,210	8,83	58,78	1,080	6,66	1,09
0359-029-02	1,07	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	1,38	0,101					
0176-090-13	1,13	ninguno	---	2,18	12,06	58,3	1,126	7,52	0,30
0359-020-02	1,13	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	0,266	6,03	57,38	1,136	6,68	1,42
0176-090-23	1,23	ninguno	---	0,23					
0359-020-03	1,23	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	0,69	0,059					

Los resultados de los análisis de los materiales insolubles en la tabla 13 se representan gráficamente en la figura 3. La adición de tetraborato de sodio a un nivel del 1,00% (0,69% de B_2O_3) mostró una reducción del contenido de materiales insolubles de aproximadamente cuatro veces a aproximadamente ocho veces para relaciones molares M/P entre 1,00 y 1,23. Para la relación molar M/P de 1,00, el aumento de los niveles de tetraborato de sodio resultó en la disminución del contenido de materiales insolubles. De nuevo, la adición de un formador de vidrio con boro resultó en un mayor porcentaje en peso de H_2O , menor pH y una menor longitud media de la cadena de fosfatos.

Ejemplo 7

[0081] En este ejemplo se evalúan los efectos de diversos aditivos formadores de vidrio con boro, usados en combinación con un enfriamiento rápido, sobre la formación de materiales insolubles. Se hicieron preparaciones de las muestras con una relación molar M/P de 1,07, el 86% molar de M como K y enfriamiento rápido. Los resultados de las muestras de SKMP se muestran en la tabla 14.

Tabla 14

86% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0176-090-7	1,07	ninguno	---	4,44	18,35	59,5	1,068	7,21	0,31
0359-019-01	1,07	H ₃ BO ₃	0,56	1,052					
0359-019-02	1,07	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	1,210	8,83	58,78	1,080	6,66	1,09
0359-019-03	1,07	K ₂ B ₄ O ₇ ·4H ₂ O	0,60	2,166					

- 5 La adición de un formador de vidrio con boro para un alto % molar de M como K y una velocidad de enfriamiento rápida también resultó en una reducción del contenido de materiales insolubles (tabla 14), pero con un factor menor en comparación con los resultados de la tabla 10 (aproximadamente de dos a cuatro veces frente a aproximadamente de 40 a 60 veces). De nuevo, la adición del formador de vidrio con boro resultó en un mayor porcentaje en peso de H₂O, menor pH y menor longitud media de la cadena de fosfatos. La reducción de la relación molar M/P de 1,07 a 1,03 permitió recuperar parte de la longitud de la cadena de fosfatos en presencia del 1% de tetraborato de sodio (0,69% de B₂O₃); la longitud media de la cadena de fosfatos aumentó de aproximadamente 8,8 a aproximadamente 10,7, respectivamente. Sin la presencia del aditivo con boro, la longitud media de la cadena de los polifosfatos fue de 18,4.

15 Ejemplo 8

- 20 **[0082]** Se examinó el efecto de aditivos formadores de vidrio con boro en la formación de materiales insolubles para un SKMP con el 92% molar de M como K con el uso de una velocidad de enfriamiento rápida para determinar si una velocidad de enfriamiento rápida y la adición de un aditivo formador de vidrio con boro eran capaces de reducir el contenido de materiales insolubles para este alto % molar de M como K. Se hicieron preparaciones de muestras de SKMP con una relación molar M/P de 1,03-1,13 y el 92% molar de M como K. Los resultados se exponen en la tabla 15.

Tabla 15

92% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0359-021-02	1,03	ninguno	---	31,38					
0359-021-01	1,03	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	2,141	10,27	59,13	1,040	6,25	1,16
0359-021-04	1,07	ninguno	---	9,368					
0359-021-03	1,07	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	2,238					
0359-021-06	1,13	ninguno	---	3,108					
0359-021-05	1,13	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	0,522					

- 25 Según se muestra en la tabla 15, la adición de un formador de vidrio con boro todavía mostró un efecto en la formación de materiales insolubles, incluso para un contenido muy alto de potasio y una velocidad de enfriamiento rápida; la reducción estuvo en el intervalo de aproximadamente 4 veces a aproximadamente 15 veces. Los resultados de los análisis de los materiales insolubles de la tabla 15 se representan en la figura 4.

Ejemplo 9

[0083] Se examinó el efecto de los aditivos formadores de vidrio con boro en la formación de materiales insolubles para monofosfato de potasio, KMP, en el que el % molar de M como K es del 100%. Se hicieron preparaciones de muestras de KMP con una relación molar M/P de 1,00 a 1,07 y se usaron para evaluar el efecto de los aditivos en la formación de materiales insolubles. Los resultados del análisis de las muestras de KMP se muestran en la tabla 16.

Tabla 16

100% molar de M como K ENFRIAMIENTO LENTO Y RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0359-028-02 ^R	1,00	ninguno	---	96,74					
0359-028-01 ^R	1,00	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	88,41					
0359-014-01 ^L	1,07	ninguno	---	83,36					
0359-017-01 ^L	1,07	H ₃ BO ₃	0,28	78,55					
0359-017-02 ^L	1,07	H ₃ BO ₃	0,56	65,46					
0359-015-02 ^R	1,07	ninguno	---	60,04					
0359-018-01 ^R	1,07	H ₃ BO ₃	0,56	3,36	8,31	57,82	1,066	6,55	1,279
^R Enfriamiento rápido									
^L Enfriamiento lento									

El porcentaje de materiales insolubles en el KMP resultante se redujo significativamente por la adición de boratos. El efecto del ácido bórico sobre el KMP fuera de relación, enfriado rápidamente y con una relación molar M/P de 1,07, fue especialmente notable; el contenido de materiales insolubles se redujo desde aproximadamente el 60% hasta aproximadamente el 3%.

Ejemplo 10

[0084] Las composiciones de vidrio de polifosfato pueden prepararse directamente como una mezcla de sólidos o como un licor. Para determinar si la adición de aditivos formadores de vidrio con boro era compatible con la preparación de un vidrio de SKMP a partir de un licor, se llevaron a cabo experimentos con muestras preparadas con una relación molar M/P de 0,995, el 70% molar de M como K y enfriamiento rápido. Los ingredientes MSPA (63,37 g), MKPA (167,72 g) y ácido fosfórico (1,03 g de una disolución de H₃PO₄ al 85% p/p) se disolvieron en agua desionizada y se calentaron a 105°C. El peso total del licor resultante fue de 412,85 g. La relación molar M/P deseada fue de 0,995, el % molar de M como K fue de 70 y el porcentaje en peso de los sólidos disueltos fue del 56,14% del peso total del licor. Se preparó un licor idéntico, excepto por que se añadió también tetraborato de sodio decahidratado (1,90 g) (peso total del licor = 414,75 g). Se fundieron porciones de los dos licores (con o sin la adición de tetraborato de sodio decahidratado) a 900°C y se mantuvieron a esta temperatura durante 10-20 min. Las dos preparaciones produjeron 50 g de masa fundida a partir de 103,29 g de licor. Las masas fundidas se sometieron a un enfriamiento rápido y los productos se analizaron con los resultados proporcionados en la tabla 17.

Tabla 17

70% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0360-023-01	0,995	ninguno	---	0,440	37,19	62,49	0,997	4,35	0,453
0360-023-02	0,995	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,096	21,97	62,21	1,003	5,38	0,696

La adición del 1,00% en peso de tetraborato de sodio (0,35% de B₂O₃) mostró una reducción en el contenido de materiales insolubles para una relación molar M/P de 0,995. Aunque el porcentaje en peso de materiales insolubles fue bajo para una relación molar M/P de 0,995, la adición de tetraborato de sodio redujo aún más el contenido de materiales insolubles (una reducción de aproximadamente cuatro veces).

Ejemplo 11

[0085] Dado que se observó que la longitud media de la cadena de fosfatos se reducía al añadir el formador de vidrio con boro, se probaron relaciones molares M/P significativamente variables en cuanto a su capacidad para evitar el acortamiento de la longitud media de la cadena de fosfatos. Se hicieron preparaciones de muestras de SKMP con relaciones molares M/P de 0,95 a 1,07, el 76% molar de M como K y enfriamiento rápido y se usaron para evaluar el efecto de cantidades variables de tetraborato de sodio en la formación de materiales insolubles y en la longitud media de la cadena de fosfatos. los ingredientes, incluidos los aditivos, se mezclaron y se calentaron a 900°C durante 10-20 min. La masa fundida se enfrió rápidamente entre dos grandes placas de enfriamiento de cobre, la mitad de la masa fundida cada vez, es decir, por enfriamiento rápido. El peso final total de la masa fundida (peso anhidro, antes de los aditivos) fue de 50 g. Los resultados de los análisis de las muestras de SKMP se muestran en la tabla 18.

Tabla 18

76% molar de M como K ENFRIAMIENTO RÁPIDO									
Muestra	M/P deseada	Aditivo	% en peso de B ₂ O ₃ del aditivo	% en peso de materiales insolubles	Longitud media de la cadena	% en peso de P ₂ O ₅	M/P medida	pH	% en peso de H ₂ O
0359-032-01	0,95	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,112	24,6	62,55	0,958	3,03	0,976
0359-032-02	0,95	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,55	0,098	21,9	62,43	0,962	3,1	1,024
0359-036-01	0,98	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,335	17,92	61,83	0,989	3,66	0,961
0359-036-02	0,99	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,183	23,51	61,8	0,998	4,49	0,686
0359-031-02	1,00	ninguno	---	0,725	51,24	61,96	1,000	4,72	0,31
0359-033-01	1,00	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,309	16,57	61,36	1,011	5,54	0,857
0359-033-02	1,00	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,55	0,231	13,4	61,16	1,015	5,62	1,044
0359-031-01	1,00	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,69	0,207	14,69	61,24	1,014	5,78	0,951
0359-035-02	1,02	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,487	13,48	60,94	1,027	6,11	0,939
0359-034-01	1,05	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,35	0,286	12,91	60,43	1,054	6,65	0,773
0359-034-02	1,05	Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O	0,55	0,088	11,17	60,23	1,059	6,58	0,914
0359-035-01	1,07	ninguno	---	0,299	18,16	60,35	1,071	7,18	0,303

[0086] Según se muestra en la tabla 18 y se representa en la figura 5, para una relación molar M/P de 1,07, la longitud media de la cadena de fosfatos sin el aditivo formador de vidrio con boro fue de aproximadamente 18 y esta longitud media de la cadena pudo conseguirse en un polifosfato con boro mediante el ajuste descendente de la relación M/P.

[0087] Dado que pudieron llevarse a cabo diversas modificaciones en las construcciones y procedimientos descritos e ilustrados en este documento sin salirse del alcance de la invención, se pretende que todo asunto contenido en la descripción anterior se interprete como ilustrativo más que como limitante. Por ejemplo, la invención puede usarse en otros sistemas de vidrio con potasio en los que no se desea la cristalización o la formación de materiales insolubles, incluidos sistemas de vidrio a base de fosfatos de potasio y cinc, fosfatos de potasio y hierro, fosfatos de potasio, sodio y calcio, etc. Por lo tanto, la amplitud y el alcance de la presente invención no deberán ser limitados por ninguna de las realizaciones ejemplares descritas anteriormente sino que deberán definirse solamente de acuerdo con las reivindicaciones siguientes adjuntas a este documento.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para reducir la cantidad de material insoluble en una composición de vidrio de polifosfato con potasio, en que el procedimiento comprende la inclusión de un aditivo formador de vidrio con boro como materia prima usada para formar una masa fundida que se enfría para formar dicha composición de vidrio de polifosfato con potasio, en que dicho aditivo formador de vidrio con boro se encuentra en una concentración eficaz para reducir la cantidad de material insoluble en agua formado en la masa fundida enfriada de la composición de vidrio de polifosfato con potasio:
5 en que la composición de vidrio de polifosfato con potasio se representa como que comprende M_2O , B_2O_3 y P_2O_5 ;
10 en que M es al menos K y tiene una concentración de B_2O_3 de al menos el 0,05% y no superior al 2,00% en peso;
15 en que la composición de vidrio de polifosfato con potasio tiene una relación molar M/P de al menos 0,90 y no superior a 1,60; y
en que la composición de vidrio de polifosfato con potasio tiene un % molar de M como K de al menos el 50%.
20 2. El procedimiento de la reivindicación 1, en que la composición de vidrio de polifosfato con potasio se representa como compuesta esencialmente de K_2O , B_2O_3 y P_2O_5 .
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en que la composición de vidrio de polifosfato con potasio se representa como compuesta esencialmente de $(Na,K)_2O$, B_2O_3 y P_2O_5 .
25 4. El procedimiento de la reivindicación 1, en que la composición de vidrio de polifosfato con potasio tiene un % molar de M como K no superior al 90%.
5. Una composición de vidrio de polifosfato con potasio modificada con borato, en que dicha composición de vidrio de polifosfato se representa como que comprende M_2O , B_2O_3 y P_2O_5 , en que M es al menos K y tiene un % molar de M como K de al menos el 50%, una concentración de B_2O_3 de al menos el 0,05% y no superior al 2,00% en peso y una relación molar M/P de al menos 0,90 y no superior a 1,60.
30 6. La composición de vidrio de polifosfato con potasio modificada con borato de la reivindicación 5, en que M es al menos K y Na y el % molar de M como K no es superior al 90%.
35 7. La composición de vidrio de polifosfato con potasio modificada con borato de la reivindicación 5, en que no más del 10% en peso de dicha composición de vidrio de polifosfato es insoluble en agua a temperatura ambiente.
40 8. La composición de vidrio de polifosfato con potasio modificada con borato de la reivindicación 5, en que M es K y Na.
9. La composición de vidrio de polifosfato con potasio modificada con borato de la reivindicación 5, en que M es K.
45 10. Una composición de polifosfato de sodio y potasio (SKMP), en que la composición de SKMP se representa como que comprende M_2O , B_2O_3 y P_2O_5 , en que M es al menos K y Na y en que la composición de SKMP tiene:
50 a) una concentración de B_2O_3 de al menos el 0,05% y no superior al 5,00% en peso;
b) una relación molar M/P de al menos 0,90 y no superior a 1,60;
c) un % molar de M como K de al menos el 50%; y
55 d) una concentración de materiales insolubles en agua inferior al 10% en peso.
11. La composición de SKMP de la reivindicación 10, en que el % molar de M como K no es superior al 90%.
60 12. La composición de SKMP de la reivindicación 10, en que se representa como compuesta esencialmente de $(Na,K)_2O$, B_2O_3 y P_2O_5 .
13. Un procedimiento para la formación de una disolución acuosa de polifosfato de sodio y potasio (SKMP), sustancialmente sin materiales insolubles en agua, en que el procedimiento comprende la disolución de la

composición de SKMP en agua, en que la composición de SKMP se representa como que comprende M_2O , B_2O_3 y P_2O_5 , en que M es al menos K y Na y en que la composición de SKMP tiene:

- 5 a) una concentración de B_2O_3 de al menos el 0,05% y no superior al 5,00% en peso;
- b) una relación molar M/P de al menos 0,90 y no superior a 1,60;
- c) un % molar de M como K de al menos el 50%.
- 10 14. El procedimiento de la reivindicación 13, en que el % molar de M como K no es superior al 90%.
15. El procedimiento de la reivindicación 13, en que la composición de SKMP se representa como compuesta esencialmente de $(Na,K)_2O$, B_2O_3 y P_2O_5 .
- 15 16. Una composición alimentaria que comprende una composición de polifosfato de sodio y potasio (SKMP) de acuerdo con la reivindicación 10.
17. La composición alimentaria de la reivindicación 16, en que el % molar de M como K no es superior al 90%.
- 20 18. La composición alimentaria de la reivindicación 16, en que el alimento es una carne, un queso procesado o una bebida.
19. Una composición de limpieza que comprende agua y una composición de polifosfato de sodio y potasio (SKMP) de acuerdo con la reivindicación 10.
- 25

Figura 1

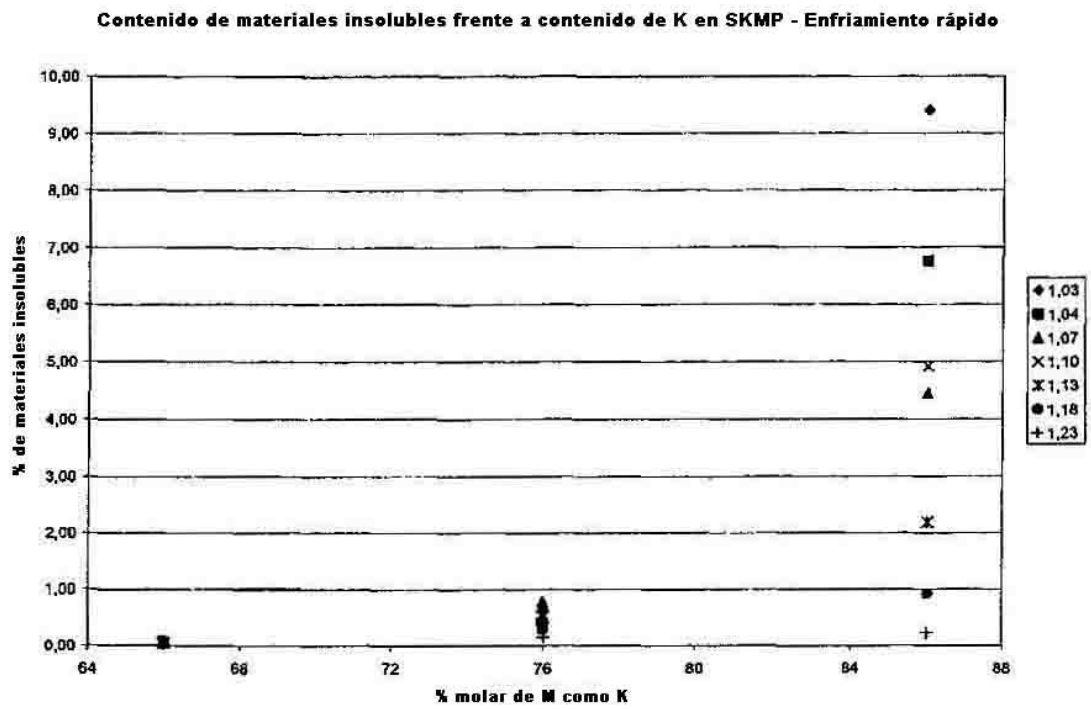


Figura 2A

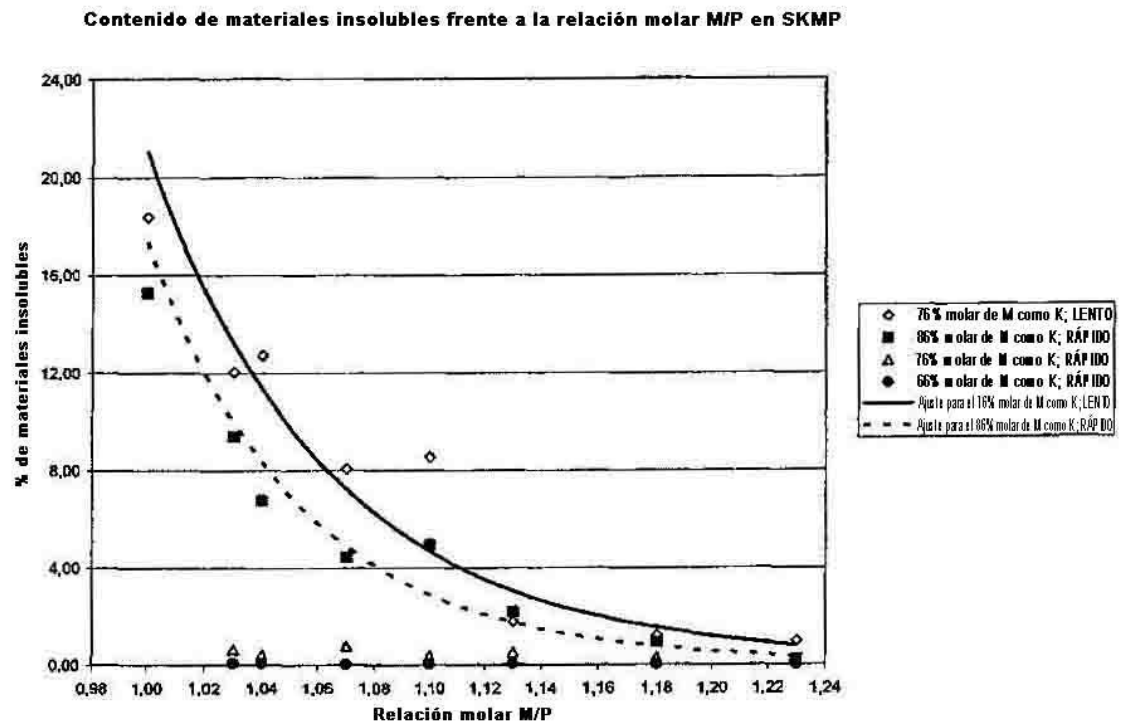


Figura 2B

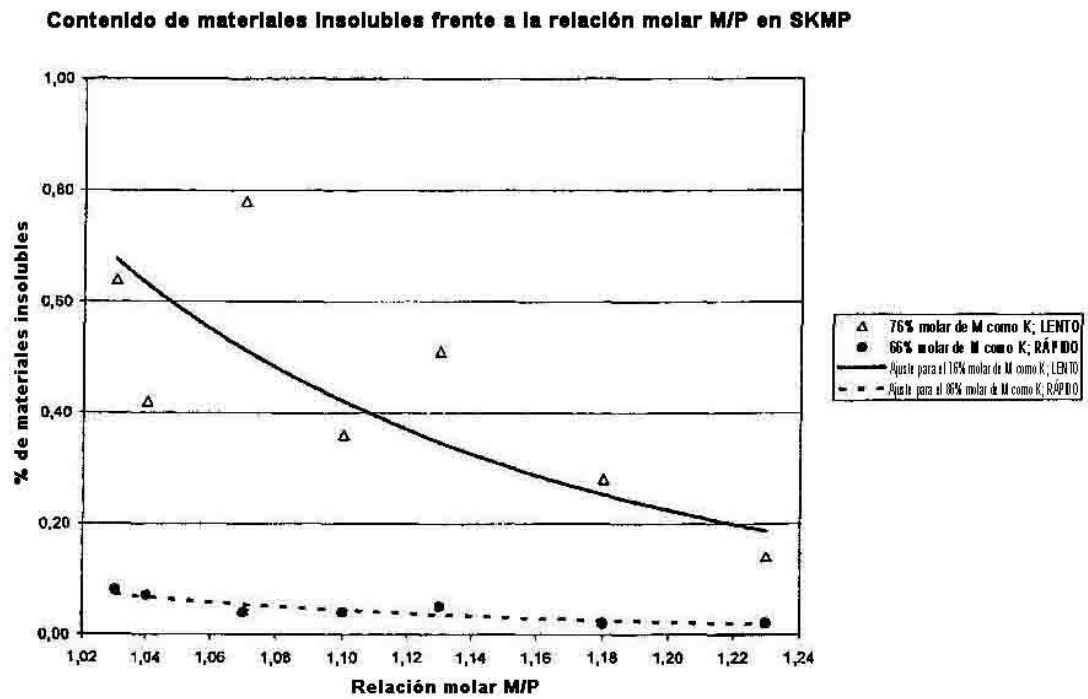


Figura 3

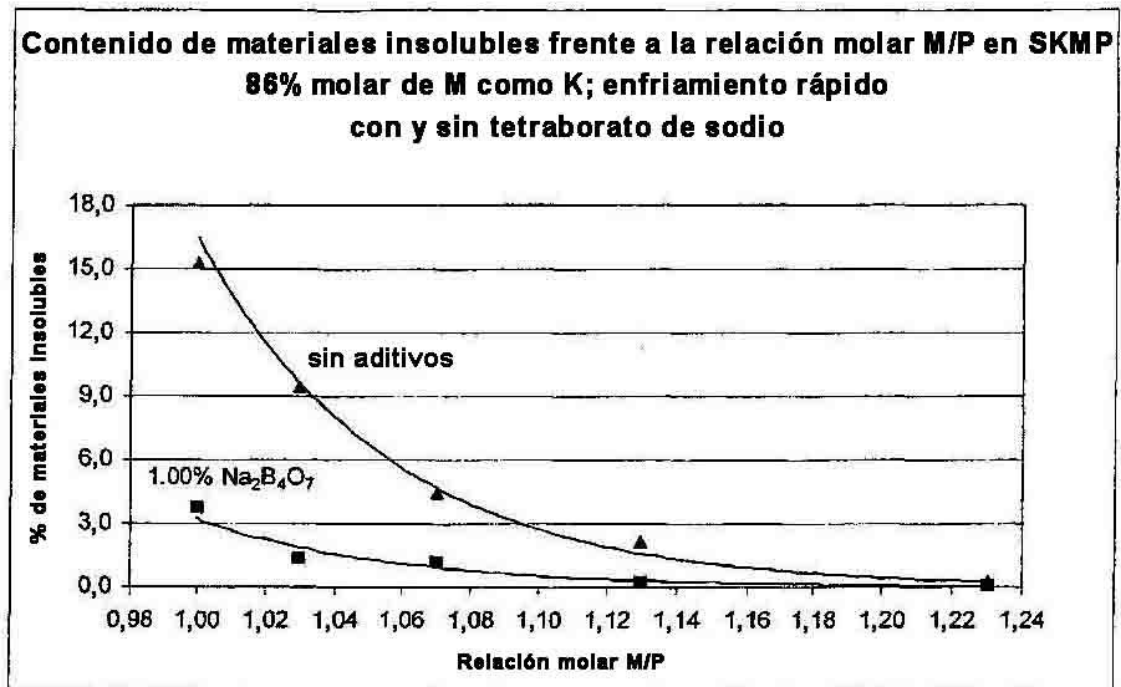


Figura 4

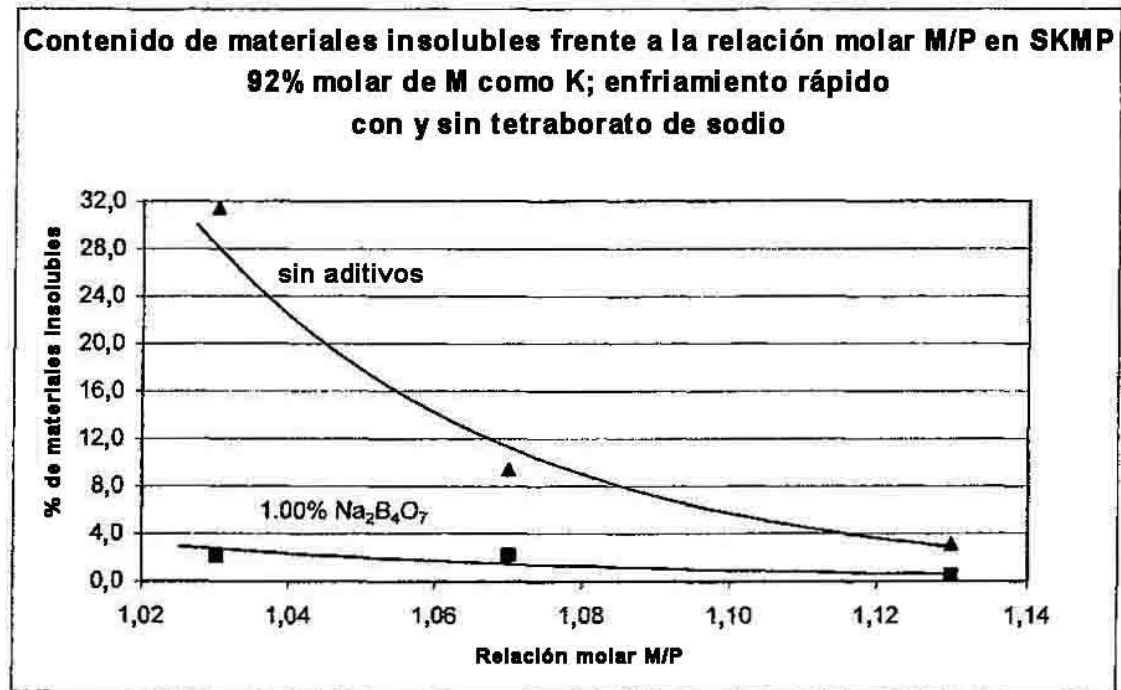


Figura 5