

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA

*ojo*  
descriptiva sobre "Obtención de hierro y compuestos titánicos"

POR

TITANGESSELLSCHAFT .m.b.H.

DE

LEVERKUSEN

Alemania.

PATENTE DE INVENCION

Titan 3193

159085 159085



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de hierro y compuestos  
"titánicos".

Solicitantes: TITANGESSELLSCHAFT m.b.H. domiciliados en  
Leverkusen, Alemania.

El único procedimiento técnico en gran escala  
empleado para la obtención de compuestos titánicos consiste  
en la desintegración de ilmenita mediante ácido sulfúrico.  
En este caso se obtiene, aparte de sulfato titánico, sulfato  
5. de hierro, es decir, un compuesto de relativamente escaso  
valor.

En la literatura se describen procedimientos  
para la desintegración de ilmenita en condiciones de  
reducción, con tales cantidades de álcali que se obtenga  
10. metatitanato alcalino a más de hierro metálico. En  
operación subsiguiente se disuelve el metatitanato en  
ácido sulfúrico y se obtiene, aparte de sulfato titánico,  
una solución de sulfato alcalino.

En la desintegración ácida, citada en primer  
15. lugar, se forma pues sulfato de hierro, y en la desintegración  
alcalina últimamente mencionada sulfato alcalino



como subproductos de escaso valor, para cuya obtención se utiliza ácido sulfúrico que así resulta desaprovechado para la desintegración titánica propiamente dicha.

20. Ahora bien, hemos descubierto que se obtienen hierro y compuestos titánicos ahorrando gran parte del ácido sulfúrico corrientemente empleado, si se desintegra ilmenita, u otras materias ferrosas y titánicas en forma de reducción con cantidades en defecto para la obtención de
25. metatitanato alcalino, de una materia alcalina, preferentemente  $1/4 - 1/5$  de óxido alcalino por mol. de dióxido titánico. Resulta en máximo grado sorprendente que se consiga también con cantidades en defecto de una materia alcalina, de transformar la totalidad del contenido de titanio de la materia
30. prima en una escoria fluida que se puede separar fácilmente del hierro igualmente existente en la fusión. En la elaboración ulterior de la escoria, por ejemplo mediante desintegración con ácido sulfúrico, se gastará naturalmente mucho menos ácido que en escorias formadas esencialmente por metatitanato
35. alcalino. A este fin, los minerales que contienen titanio y hierro se mezclan con carbón y óxido alcalino, lejía de sosa cáustica o carbonato sódico, o bien con otros compuestos alcalinos que se transforman con el calor en óxido alcalino, calentando después a temperaturas que exceden los  $1000^{\circ}$  C.
40. Calentando hasta el punto de fusión, se produce una reducción del hierro que, al formarse una mezcla eutéctica entre hierro metálico y carburo de hierro, está en estado fluido a temperaturas relativamente bajas, pudiendo ser separado en la fusión de la escoria igualmente líquida. La cantidad de
45. adiciones depende de las proporciones de las materias a fundir, por un lado en contenido de hierro y por otra parte en  $TiO_2$ . Ha de estar presente tanta cantidad de substancia reductora para que quede separado por lo menos el hierro en forma metálica, y convenientemente tanta cantidad para que
50. pueda formarse el eutéctico de hierro-carburo de hierro.



Ha de agregarse tanta cantidad de óxido alcalino que corresponden por ejemplo 4 - 5 mol. de  $TiO_2$  a 1 mol. de  $Na_2O$ . Si se emplea una mayor proporción de álcali que la correspondiente a esta mínima indicada, se podrá recuperar este exceso sobre el valor mínimo de álcali extrayéndolo de la escoria. De acuerdo con este procedimiento se obtiene una escoria que contiene prácticamente la totalidad de  $TiO_2$ , estando por otra parte libre de hierro. Con objeto de elaborar dicha escoria para conseguir  $TiO_2$ , se pueden utilizar los métodos usuales. Después de molerla en forma adecuada, se desintegra esta escoria por ejemplo con ácido sulfúrico, sometiendo la solución así obtenida al procedimiento usual de la hidrólisis.

Partiendo en los procedimientos de minerales fuertemente ferrosos, como por ejemplo, ilmenita, se consigue en la ulterior elaboración de la escoria una notable economía de ácido sulfúrico, pues el hierro de la ilmenita necesitaba, en el procedimiento hasta ahora empleado de desintegración, igualmente ácido sulfúrico para la solución; en cambio según el nuevo procedimiento solo la escasa adición de sodio consumirá aparte del  $TiO_2$ , ácido sulfúrico. La escoria titánica obtenida según el proceso de fusión puede asimismo elaborarse directamente, después de un tratamiento con ácido y subsiguiente calcinación, obteniendo un pigmento de segunda categoría. Dicha escoria resulta también adecuada como materia prima para la obtención de tetracloruro.

#### Ejemplo 1.

100 kgs. de ilmenita se mezclan íntimamente con 20 kgs. de carbón y 10 kgs. de sosa cáustica, se prensan y se calientan en un horno giratorio a una temperatura de  $1300^{\circ}C$ . Después de presentarse la fusión, se separa de la escoria, mediante colada, el hierro que se acumula debajo de la escoria líquida. La escoria, libre de hierro, que así se obtiene, se elabora, después de desintegrarla



con ácido sulfúrico, para obtener  $TiO_2$ .

Ejemplo 2.

100 kgs. de ilmenita, 20 kgs. de carbón y 10 kgs. de sosa cáustica se mezclan íntimamente, se prensan y se calientan en un horno giratorio a una temperatura de 1300° C. Una vez efectuada la fusión, se separa el hierro en forma líquida de la escoria fluida. La escoria así obtenida se calienta, después de enfriarla, con ácido clorhídrico diluido y se filtra. Se calcina ahora el residuo a 800-900° C. El ácido titánico es prácticamente libre de hierro y puede emplearse como pigmento. Contiene el 90% de  $TiO_2$ .

Ejemplo 3.

100 kgs. de ilmenita, 20 kgs. de carbón y 10 kgs. de sosa cáustica se mezclan íntimamente, se prensan y se calientan en un horno giratorio a una temperatura de 1300° C. Después de producirse la fusión, se separa el hierro líquido de la escoria fluida. Se calienta la escoria obtenida después de enfriarla, con ácido sulfúrico diluido y se filtra. Se calcina el residuo a 900° C. en una corriente de cloro, eliminando así los últimos indicios de hierro. El ácido titánico así obtenido es de un color blanco puro y puede emplearse como pigmento.

Ejemplo 4.

110. 100 kgs. de ilmenita se mezclan íntimamente con 20 kgs. de carbón y 10 kgs. de sosa cáustica, se prensan y se calientan en un horno giratorio a una temperatura de 1300° C. Después de haberse producido la fusión, se separa de la escoria mediante colada el hierro acumulado debajo de la escoria líquida. La escoria así obtenida se extrae, después de enfriarla, con tanta cantidad de ácido que el líquido extraído contenga un exceso de ácido. Después de filtrar el residuo se le seca y después se mezcla con carbón finamente triturado en una proporción de 74 partes de  $TiO_2$  por 26 partes de carbón. Con 81 partes de dicha



mezcla y 19 partes de lejía residuaria de la obtención de la celulosa por el procedimiento al sulfito, de tipo comercial corriente, diluida con agua en proporción de 1 : 1, se forman briquetas. Estas se someten a una calcinación previa a unos  
125. 300 - 400° C. y después a una clorinación a 600 - 700° C. Con objeto de purificarlo se destila nuevamente el tetracloruro bruto así obtenido, agregando 2 - 3% de carbón finamente repartido. El tetracloruro obtenido tiene prácticamente el 100%.

130. EJEMPLO 5.

100 partes de ilmenita se mezclan íntimamente con 25 partes de sosa cáustica y 20 partes de carbón y se calientan a la temperatura de fusión. En esta operación se produce una separación de la totalidad del dióxido titánico y el  
135. hierro metálico. Se tritura la escoria titánica y se extrae con agua por lixiviación. Por medio de esta lixiviación de la escoria se recupera en forma de lejía de sosa cáustica una parte importante del óxido alcalino agregado. La lixiviación del óxido alcalino produce en el producto residuario la proporción  
140. del óxido titánico a lejía de sosa cáustica, como aproximadamente 4 : 1. Este producto residuario dá en el tratamiento con ácido diluido un  $TiO_2$  del 90%.

Pero, también puede desintegrarse el producto residuario directamente con ácido sulfúrico en  
145. forma usual, para obtener  $TiO_2$ .

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas  
150. son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 30 de julio de 1941, bajo el número T 55.996 IV b/1, acogiéndose, por lo tanto, a los bene-  
155. ficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor

109085

- 6 -



y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España: "Procedimiento para la obtención de hierro y compuestos titánicos"; caracterizándose por lo siguiente:

160. 1º.= Procedimiento para la obtención de hierro y compuestos titánicos partiendo de materias titánicas y ferrosas, por medio de desintegración alcalina en condiciones de reducción a temperaturas de fusión, caracterizándose porque se emplean cantidades insuficientes de álcali para la formación de metatitanato alcalino, preferentemente  $1/4 - 1/5$  de óxido alcalino por mol. de dióxido titánico.
165. 2º.= Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se separa el hierro reducido de la escoria titánica, extrayendo la escoria con ácido y sometiendo la escoria extraída a una calcinación ulterior.
170. 3º.= Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se separa la escoria del hierro reducido, extrayendo con ácido la escoria que contiene titanato alcalino y sometiendo después a la clorinación.
175. 4º.= Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se separa el hierro metálico de la escoria titánica, extrayendo por lixiviación el óxido alcalino de la escoria y elaborando el residuo mediante tratamiento con ácido para obtener  $TiO_2$ .
180. "Procedimiento para la obtención de hierro y compuestos titánicos"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 28 de octubre de 1942.

TITANGESELLSCHAFT m.b.H.

Por Poder de J. GOMEZ ACEBO