

PATENTE ESPAÑOLA

■ 63288

MEMORIA

1928

descriptiva sobre "Procedimiento para la obtención de soluciones de sulfato titánico".

POR

TITANSELSCHAFT m. b. H.

DE

Leverkusen I. G. Werk

Alemania.

11 6 3288

PATENTE DE INVENCION

Titan. Le. 3583

11 6 3288



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de soluciones de
"sulfato titánico".

=====

Solicitantes: TITANSELLSCHAFT m.b.H. domiciliados
en Leverkusen I.G.Werk, Alemania.

=====

- Es conocido el método de hacer solubles materias primas que contienen titanio, como por ejemplo arenas y arcillas titánicas, ilmenita, residuos de fabricación, etc., mezclándolos con ácido sulfúrico fuertemente concentrado,
5. respectivamente con oleum e iniciando esta reacción mediante introducción de vapor. La concentración de ácido sulfúrico necesaria para realizar dicha reacción se obtiene, mezclando primero la materia prima titánica con un ácido sulfúrico más diluido, adicionando después ácido sulfúrico concentrado,
10. respectivamente oleum, e introduciendo vapor hasta dar comienzo la reacción. La concentración de ácido sulfúrico precisa para hacer soluble por ejemplo la ilmenita, es de **aproximadamente 86%** y se obtiene mezclando el mineral con ácido al 78% y adicionando durante el proceso de disolución
15. ácido al 96%.



Este procedimiento tiene las siguientes desventajas:

- 1): por la introducción de vapor se somete el aparato a grandes esfuerzos ,causantes de eventuales reparaciones costosas y perturbaciones en el servicio;
20. 2): los rendimientos del proceso de disolución están sometidos a grandes fluctuaciones, debido a la difícil dosificación de la cantidad de vapor introducido a las variables temperaturas exteriores, con lo cual se obtienen fácilmente soluciones de desintegración que tienden a enturbiarse y se clarifican mal,
25. y
- 3): el empleo de energía en forma de vapor representa un aumento de costo de la fabricación.

Ahora bien, forma objeto de la presente invención el eliminar estas dificultades mediante aprovechamiento del calor desarrollado en la dilución.

En principio parecía lógico obtener el aumento de temperatura necesaria para la desintegración, mediante aprovechamiento del calor desarrollado en la dilución, es decir mediante adición de agua al emplear ácidos de concentración más elevada. Pero, a la realización práctica se oponían considerables dificultades, pues la reacción se desarrollaba en forma de explosión y de un modo incompleto, debido a la insuficiente mezcla del agua con la mezcla mineral-ácido, específicamente pesada. Ahora bien, según hemos descubierto se obtienen masas desintegradas uniformes, de buena solubilidad y con elevado rendimiento ,formando después de su disolución soluciones estables que no se enturbian y se clarifican bien, si se trabaja de la siguiente manera:

Se amasa la primera materia con tanto ácido sulfúrico concentrado para que se forme una papilla fluida. Se realiza esta operación de amasar, agitando fuertemente; por medio de calentamiento o refrigeración se mantiene la temperatura de la mezcla constante. Antes de proceder a la mezcla, se puede también calentar o enfriar el ácido y/o la materia prima. El grado de la temperatura que ha de mantenerse



- durante la mezcla depende de la temperatura exterior, así como de la capacidad de reacción de la masa. Empleando la ilmenita como primera materia titánica y ácido sulfúrico al 96% como ácido de desintegración, se mantendrá convenientemente la
55. temperatura de la mezcla a 10 - 40° C., con preferencia a 30° C., para que no se produzca una reacción previa indeseable. Después se deja correr la mezcla terminada al recipiente de desintegración propiamente dicho, junto con el resto del ácido concentrado, respectivamente el oleum,
60. agitando la mezcla mediante soplado de aire o de gases. Después se añade agua para iniciar la reacción, elevándose la temperatura de la mezcla a causa del calor molecular librado entre ácido sulfúrico concentrado y agua, y la desintegración dá comienzo. Durante y después de la adición del agua se
- 6.5 agita intensamente con aire o con gases, con objeto de obtener una mezcla bien removida y homogénea. La cantidad del agua, que se adiciona convenientemente de un modo rápido, depende de la concentración del ácido que ha de estar presente durante la desintegración, y será por ejemplo con ilmenita de 44%
70. TiO_2 como materia prima y ácido sulfúrico al 96% como ácido de mezcla, aproximadamente 2.100 litros de agua sobre 10 toneladas de mineral y 8.900 litros de ácido sulfúrico, al 96%.

- Pero, especialmente en la obtención de soluciones de sulfato titánico de elevada reacción básica resulta
75. recomendable no emplear la totalidad de la cantidad de agua para iniciar la reacción de desintegración. Según la naturaleza del material de partida bastarán menores cantidades, por ejemplo tratándose de ilmenita, 500 - 1000 litros de agua, pudiendo en este caso utilizar el ácido de
80. mezcla en forma más diluida, en un grado que corresponde a la cantidad de agua economizada.

- En general resulta adecuado que una reacción previa preceda a la reacción principal propiamente dicha, resultando de este modo una repetición más uniforme de la
85. temperatura en la masa desintegrada y desarrollándose



- la reacción principal menos violenta. Esto se consigue, variando las temperaturas de la mezcla de partida, la cantidad de agua adicionada, eventualmente también calentada o refrigerada previamente, y por la intensidad de la agitación mediante aire. De este modo se puede prefijar exactamente la duración de la reacción previa. Se determina adecuadamente de tal modo que quede entre 3 y 30 minutos, preferentemente en 15 minutos, y después se iniciará la reacción principal a causa de la energía librada durante la reacción previa.
90. Durante la reacción principal se introduce una cantidad suficiente de aire, para asegurar con la disgregación de la masa una fácil solubilidad. Una vez terminada la reacción principal se reduce a un mínimo, o de ser preciso se cierra del todo, la llegada del aire y se deja reposar la masa para la reacción ulterior. En general será suficiente una duración de 30 hasta 120 minutos para dicha reacción ulterior.

- En lugar de agua para la iniciación de la reacción, se puede emplear también ácido sulfúrico diluido, por ejemplo,
105. el llamado "ácido enrarecido" tal como resulta en la ulterior hidrólisis de las soluciones de sulfato titánico. La concentración de dicho "ácido enrarecido" puede ser cualquiera; también puede emplearse un "ácido enrarecido", previamente concentrado, pudiendo eliminarse antes las sales, por ejemplo,
110. sulfato férrico, que eventualmente se forman durante la concentración. El grado del "ácido enrarecido" concentrado que se emplea no excederá convenientemente del 60% y así el calor producido al entremezclar con la mezcla mineral-ácido resulte suficientemente grande para que pueda seguir, al cabo
115. de determinado tiempo, la reacción principal sin necesidad de aportar más energía. La cantidad del "ácido enrarecido" utilizado depende de su concentración, respectivamente de la cantidad de agua que contiene, pues, este agua determina el calor de mezcla y con ello el principio y la duración
120. de la reacción. Cuanto mayor sea el grado de concentración



del "ácido enrarecido", tanto mayor será la cantidad de agua que se debe emplear.

125. Sobre todo, tratándose de materias primas de difícil desintegración, resulta a veces conveniente para obtener elevados rendimientos empezar la desintegración con una pequeña cantidad de mezcla mineral-ácido adicionando agua, y después poner en reacción en el mismo recipiente, durante o inmediatamente antes o después de la reacción principal, otra cantidad de mezcla mineral-ácido en forma continua
130. o por cargas, eventualmente adicionando nuevamente agua.

N O T A

135. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no altere su principio fundamental. También se hace constar que dicho invento corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 12 de Octubre de 1942 nº T 58 111 IV b/12 i, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los
140. Convenios Internacionales en vigor 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 soluciones de sulfato titánico"; caracterizándose por lo siguiente:

145. 1º.= Procedimiento para la obtención de soluciones de sulfato titánico, preferentemente básicas, mediante desintegración de primeras materias titánicas con ácido sulfúrico y subsiguiente disolución, caracterizado porque se mezcla la materia prima primero con un ácido sulfúrico
150. de mayor concentración que la existente durante la desintegración, adicionando, para iniciar la desintegración, agua o ácido sulfúrico diluido que contenga eventualmente sales, agitando intensamente, por ejemplo mediante aire o gases.
155. 2º.= Procedimiento según reivindicación 1, caracterizado porque se realiza la desintegración escalona-



damente.

32.= Procedimiento segun reivindicacion 1, caracterizado porque durante la mezcla de las materias primas con ácido sulfúrico se mantiene la temperatura constante por medio de refrigeración o calentamiento.

160. 42.= Procedimiento segun reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque la mezcla de la primera materia con ácido sulfúrico se pone en reacción de un solo golpe o bien por fracciones, en el mismo recipiente de desintegración.

165. "Procedimiento para la obtención de soluciones de sulfato titánico"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de seis hojas escritas por una sola cara.

Madrid 5 de octubre de 1943.

TITANGESELLSCHAFT m.b.H.

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO