



194807

PATENTE DE INVENCION

36 Ti. "Thin Layer".

194807

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA LA OBTENCION DE
BIOXIDO TITANICO DE ELEVADA PROPORCION DE RUTILO".

SOLICITANTES: SAUREFABRIK SCHWEIZERHALL, domiciliados
en: Schweizerhalle, Kanton Baselland,
SUIZA.

- En la patente suiza N° 265.192 se describe un procedimiento para la descomposición de cloruros metálicos volátiles, particularmente de tetracloruro titánico, por medio de gases que contienen oxígeno, con objeto de obtener
5. óxidos metálicos finamente repartidos, a elevada temperatura y formación de llama. En dicho procedimiento se emplea una mezcla (gas de reacción) de vapor de cloruro metálico y gas que contiene oxígeno, con una temperatura de 500° C. como máximo, mezcla que se deja salir
10. hacia la cámara de reacción encendiéndola para formar una

194807



llama, generando por lo menos el calor necesario para la formación de dicha llama mediante una fuente especial de calor, dentro de la cámara de reacción.

- En una forma especial de ejecución de dicha patente,
15. se utiliza el calor generado por una reacción auxiliar química, exotérmica, dentro de la cámara de reacción, para inflamar la mezcla cloruro metálico-oxígeno. En dicha patente se menciona como reacción auxiliar exotérmica, especialmente la combustión de gases combustibles, tales como óxido de carbono e hidrógeno,
20. por medio de gases que contienen oxígeno. En este caso se puede realizar la reacción auxiliar llevando el gas combustible y asimismo el gas que contiene oxígeno, necesario para la combustión de aquel gas combustible y conducido por lo menos en parte separado del gas de reacción, a la cámara de
25. reacción concéntricamente alrededor de la mezcla del gas de reacción. De esta manera, se forma alrededor de la corriente de gas de reacción una llama auxiliar que arde constantemente y con la que la mezcla de gas de reacción se inflama uniformemente, produciendo la llama.
30. Ahora bien, hemos descubierto ya que, descomponiendo tetracloruro titánico de acuerdo con dicho procedimiento, se obtiene un óxido titánico que muestra estructura anatásica o contiene en el mejor de los casos tan solo 5 - 20% de rutilo. Y la presente invención se refiere a un procedimiento y un
35. aparato para la obtención de un pigmento de bióxido titánico con una proporción de rutilo del 40 al 60% como mínimo.

Dicho procedimiento está caracterizado porque se deja salir hacia la cámara de reacción la mezcla de vapor de cloruro titánico y gas conteniendo oxígeno, por lo menos

40. en una capa única y delgada de gas que tenga como máximo el



194807

espesor de 1 cm. En dicha cámara de reacción se inflama la mezcla por su parte, formando llama, sirviéndose ventajosamente de una llama de gas combustible y gas conteniendo oxígeno, rodeando dicha llama la mezcla de gas.

45. La formación de rutilo partiendo de cloruro titánico, se efectúa, como se pudo observar, tan solo a temperaturas que excedan con mucho los 1000° C. es decir, de 1200-1400° C.

50. Si se enciende, por medio de una llama auxiliar, una mezcla de gas de reacción de demasiado grueso, produciendo llama, se presentarán en las superficies de contacto de la corriente de gas de reacción con los gases calientes de la llama auxiliar las elevadas temperaturas necesarias para la formación de rutilo; pero, el núcleo de la corriente de gas de reacción alcanza solamente la temperatura de 800-1000° C. precisa para la formación anatómica, pero no las temperaturas más elevadas precisas para la formación de rutilo. Por el contrario, empleando mezclas gaseosas de cloruro titánico-oxígeno en capas delgadas, toda la mezcla, o por lo menos la mayor parte de la misma, se calienta en breve tiempo a la elevada temperatura necesaria para la formación de rutilo.

55. Se puede introducir la mezcla de gas de reacción en la cámara de reacción, en forma de una capa anular delgada de estructura circular o elíptica, haciendo que arda alrededor de dicha capa, anular de la corriente de gas de reacción, una llama compuesta de gas combustible que contenga oxígeno, con objeto de inflamar dicha corriente. Dentro de la capa anular se hace fluir preferentemente un gas inerte con objeto de obtener una corriente regular; pero, también puede dejarse que arda una segunda llama compuesta de gas combustible y oxígeno dentro de la capa anular de la corriente de gas de reacción.

60. El procedimiento que hemos citado en último lugar tiene la ventaja de que la capa de la corriente de
- 70.

1948073



- gas de reacción se inflama simultáneamente desde dos lados, produciendo una llama. La llama que arde en el centro del anillo puede ser una llama de hidrógeno, monóxido de carbono mezclas de los mismos, gases de hidrocarburos, etc. con gases
75. que contienen oxígeno. Los componentes que sirven para la combustión reactiva pueden introducirse por separado dentro de la capa de la corriente de gas de reacción, o bien se pueden introducir desde luego en estado mezclado, caso de elegirse así las velocidades de salida y las proporciones
80. de mezcla. Puesto que dicha llama central queda por completo rodeada de la corriente de gas de reacción relativamente fría, existe el peligro de apagarse en algún momento debido a causas cualesquiera y no habiendo superficies calientes de inflamación, ya no podrá inflamarse por sí sola. Por eso se eligen
85. las condiciones ventajosamente de tal modo que el arder constante de la llama quede garantizado. Esto podrá conseguirse empleando para la formación de la llama de encendido, dentro de la corriente de gas de reacción, aquellos gases iniciales cuya autoinflamación se produce a su encuentro, por ejemplo, gases
90. precalentados a su temperatura de inflamación. También pueden agregarse pequeñas cantidades de un catalizador gaseoso de encendido, tal como por ejemplo vapores de sulfuro de carbono que rebajan en algunos cientos de grados la temperatura de inflamación.
95. Pero, también resulta posible dejar salir la mezcla de gas de reacción en forma de varias capas anulares, circulares o elípticas, y concéntricas, separándose en este caso entre sí las diferentes capas anulares por medio de una llama también anular, compuesta de gas combustible y gas que contiene
100. oxígeno, envolviendo la capa exterior del gas de reacción con



13 00
194807

una llama anular de este tipo.

- En este caso, los gases para la reacción de combustión pueden también introducirse separados, o bien ya mezclados entre sí. Para las llamas anulares que arden entre las capas de gas de reacción, pueden preverse con ventaja las mismas medidas descritas para la llama central. Pero, también puede hacerse entrar la mezcla de gas de reacción en la cámara de reacción, en forma de una capa delgada y larga, inflamada por una llama igualmente larga y delgada de gas combustible y gas que contiene oxígeno.
- 105.
- 110.

- Asimismo se puede introducir la mezcla de gas de reacción en la cámara de reacción repartiéndola en capas radiales que forman en sección la figura de una estrella. En este caso, los gases para la reacción de combustión que sirve de encendido, pueden aportarse igualmente en capas radiales, envolviendo las capas radiales de la corriente de gas de reacción, o bien se puede introducir estos gases en capas anulares, envolviendo los extremos libres de las capas radiales de la corriente de gas de reacción. En este último caso, la llama del gas combustible queda aspirada dentro de los intersticios de las diferentes capas radiales antes de reunirse las diferentes capas de la corriente de gas de reacción, de modo que dicha corriente se inflama todavía en capas delgadas, formando llama.
- 115.
- 120.

- Finalmente, resulta posible subdividir aún más las diferentes capas de la corriente de gas de reacción, dejando por ejemplo salir el gas de reacción en forma de muchos chorros circulares con un diámetro de chorro de 1 cm. como máximo, mostrando dichos chorros circulares, mirados en conjunto, la forma de estrechos anillos o rendijas angostas. En este
- 125.
- 130.

194807



135. caso se puede envolver cada uno de los diferentes chorros circulares por medio de una llama de gas combustible y gas que contiene oxígeno, o bien solamente envolver con dicha llama la totalidad de dichos chorros, o también algunos anillos o capas del conjunto de chorros.

Ventajosamente puede emplearse uno u otro gas o todos los gases de la reacción principal y auxiliar en el estado de un movimiento de inclinación, como se ha descrito en la patente a que antes nos hemos referido.

140. El dispositivo para la realización del invento está caracterizado por al menos un orificio de salida para la mezcla de gas de reacción, cuya dimensión de sección transversal está calculada de modo que la corriente de gas de reacción posea como máximo un espesor de 1 c/m. Ventajosamente está rodeado el

145. orificio de salida de la mezcla de gas de reacción, al menos de un orificio de salida de gas para los gases de reacción de combustión. El orificio de salida para la mezcla de gas de reacción podrá tener una sección transversal de forma circular con un ancho de anillo como máximo de 1 c/m. Pero también puede mostrar la

150. forma de una ranura plana con un ancho de ranura máximo de 1 c/m, o constituir en sección transversal la figura de una entrella, cuyas ranuras radiales sean como máximo de 1 c/m. de ancho. La salida de los gases de reacción puede efectuarse también por una pluralidad de orificios de salida, en los que la medida

155. máxima de sección transversal de cada orificio de salida sea como máximo de 1 c/m. Las tuberías de acceso para los gases pueden estar dotadas de elementos productores de inclinación, tal como están descritos en la repetida patente, o constituidas o dispuestas de tal manera que provoque un movimiento de in-

160. clinación al menos de uno de los partícipes de la reacción principal o auxiliar.



En las adjuntas figuras, hay resumidas algunas formas de realización para la ejecución del procedimiento. Todos los grabados muestran los orificios de salida de los accesos para gases vistos de frente.

165.

En la figura 1 están representados los orificios de salida de un dispositivo de acceso, que consta de cuatro tubos concéntricos. Dentro del tubo 1 es conducido un gas inerte, dentro del tubo 2, que muestra una distancia máxima de 1 c/m. del tubo 1, la mezcla de gas de reacción de vapor de cloruro titánico y gas conteniendo oxígeno, dentro del tubo 3, un compuesto para la reacción de combustión y dentro del tubo 4, los otros componentes.

170.

En la figura 2 está representado un dispositivo abastecedor de cinco partes, mientras que dentro de cada uno de los tubos 5 y 6 se abastece un componente para una reacción de combustión, dentro del tubo 7, el gas de reacción y dentro de los tubos 8 y 9, los gases para la reacción de combustión, que rodean la mezcla de gas de reacción.

175.

La figura 3 muestra un dispositivo en forma de ranura. En este caso es conducida la mezcla de gas de reacción en la ranura central 10 de un ancho máximo de 1 c/m. y los gases para la reacción de combustión dentro de las ranuras 11 y 12.

180.

La figura 4 muestra de frente un dispositivo, mediante el cual puede ser abastecida la mezcla de gas de reacción en forma de capas radiales de gas. En la pieza nuclear del dispositivo están rebajadas las ranuras radiales 13 que sirven para el abastecimiento de la mezcla $TiCl_4 - O_2$. Dentro de los conductos de abastecimiento 14 y 15 se efectúa el abastecimiento de los gases para la reacción de combustión.

185.

La figura 5 muestra un dispositivo con ranuras dispuestas en forma de estrella 16 para la mezcla de gas de reacción, que están rodeadas de ranuras 17 y 18, dispuestas en torno

190.

194807



suyo para el abastecimiento de los gases de la reacción de combustión.

195. En la figura 6 están dispuestos en un círculo los orificios circulares de realización 19 de un diámetro máximo de 1 c/m. para la mezcla de gas de reacción, mientras que los orificios de realización 20 y 21 para los gases de la reacción de combustión están dispuestos en forma circular en torno a la totalidad de orificios de realización para la mezcla de gas de reacción.

205. La figura 7 muestra un dispositivo en el que los orificios circulares de realización 22 para la mezcla de gas de reacción están rodeados cada uno de orificios circulares de realización 23 y 24 para los gases de las reacciones de combustión. Los orificios de realización 22 están dispuestos para ello en una línea circular.

210. Pero la ejecución del procedimiento no se limita a los dispositivos aquí representados, pues son posibles también otras disposiciones, mientras que sobre el ancho máximo de los orificios de realización para la mezcla de gas de reacción muestra un ancho de 1 c/m y éstos están rodeados de orificios de realización para los gases de reacción de combustión, así por ejemplo, pueden representar las secciones transversales de los orificios de salida para los gases que lleguen a la reacción, también espirales encajadas entre sí.

215. EJEMPLO 1.

220. Se emplea un dispositivo de quemadores según fig.1, acusando en este caso los diámetros interior y exterior de los cuatro tubos concéntricos las siguientes dimensiones:
Tubo 1: 20/22 m/m, Tubo 2: 26/29 m/m, Tubo 3: 33/36 m/m.
Tubo 4: 39/42 m/m. Al espacio de reacción, cuya temperatura es mantenida a unos 1.200°, son llevados por la tubería de

194807



225. acceso los siguientes gases: Por el tubo 1 con una velocidad de salida de 50 c/m. por segundo, nitrógeno intensamente seco, por el espacio anular entre tubo 1 y 2 con una velocidad de salida de 500 c/m por segundo, una mezcla de 26% (volúmenes) vapor de $TiCl_4$, 37% de O_2 y 37% de N_2 , la mezcla tiene una temperatura de unos 150° ; a través del espacio anular
230. entre tubo 2 y 3, gas puro de monóxido de carbono con una velocidad de 150 c/m. por segundo y por el espacio anular entre tubo 3 y 4, oxígeno puro con 85 c/m. de velocidad por segundo. La mezcla de reacción se enciende a una distancia de 3-5 m/m del orificio de salida en la llama constantemente
235. ardiendo de CO y O_2 . Se obtiene un pigmento de TiO_2 de aproximadamente $0,5 \mu$ tamaño de partículas con un contenido de rutilo justamente del 40%.

EJEMPLO 2.

240. Se emplea un dispositivo de quemadores según fig.2, cuyos 5 tubos concéntricos muestran las siguientes dimensiones: Tubo 1: 20/22 m/m, Tubo 2: 26/29 m/m. Tubo 3: 32/42 m/m, Tubo 4: 52/55 m/m, Tubo 5: 60/64 m/m. Al espacio de reacción mantenido a una temperatura de 12000° se hacen llegar: (cantidad de gas calculada a 0° y 760 m/m de presión) en el
245. tubo interior: 18 litros por minuto de H_2 de 400° , que contiene 1% de vapor de CS_2 ; en el espacio anular entre 1º y 2º tubo: 9 litros por minuto de O_2 de 400° ; en el espacio anular entre 2º y 3º tubo con una temperatura de $200^\circ C$. una mezcla de 40 litros por minuto de vapor de $TiCl_4$, 60 litros por minuto de
250. O_2 y 60 litros por minuto de N_2 ; en el espacio anular entre el 3º y 4º tubo; 40 litros por minuto de gas CO y en el espacio anular exterior: 20 litros por minuto de oxígeno. Se obtiene TiO_2 de aproximadamente $0,5 \mu$ medida de partículas con 60% de contenido de rutilo.

194807



255. EJEMPLO 3.

Se emplea un dispositivo de quemadores según fig.4. En la pieza nuclear hay rebajadas 6 ranuras radiales 13 de 3 m/m. de ancho y 15 m/m de longitud. La propia pieza nuclear tiene un diámetro exterior de 40 m/m. La tubería de acceso 14 tiene un diámetro interior de 43 m/m y un diámetro exterior de 45 m/m, la tubería 15 los de 52 m/m y 55 m/m respectivamente. Entre la tubería de acceso 14 y la pieza nuclear y entre las tuberías de acceso 14 y 15 hay fijadas unas paletas guías oblicuas, que dan a los gases que salen a través de los espacios intermedios un movimiento de inclinación. A través de las ranuras radiales centrales 13 se abastece a una cámara de reacción mantenida a 1300° una mezcla de 30 litros por minuto de $TiCl_4$, 50 litros por minuto de O_2 y 20 litros por minuto de N_2 con una temperatura de 1200°. Entre la pieza nuclear y la tubería de acceso 14 se abastecen 20 litros por minuto de CH_4 y entre las tuberías de acceso 15 y 14, 100 litros de mezcla de oxígeno-nitrógeno 1 : 1. Se obtiene un óxido titánico de 0,3 - 0,5 μ medida de partículas y 60% de contenido de rutilo.

- N O T A -

275. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Suiza con fecha 4 de Octubre de 1949, nº 49287, acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento y dispositivo para la obtención de bióxido titánico de elevada proporción de rutilo"; caracterizán-



194807

dose por lo siguiente:

290. 1^o.- Procedimiento para la obtención de óxido titánico con elevada proporción de rutilo por descomposición de tetracloruro con gases conteniendo oxígeno, para lo que se deja salir a una cámara de reacción una mezcla de vapor de cloruro titánico y gas conteniendo oxígeno con una temperatura máxima de 500° C. y encendiéndola allí en llama mediante una reacción auxiliar exotérmica, caracterizado por el hecho de
295. que deja salirse al recinto de reacción la mezcla de vapor de cloruro titánico y gas conteniendo oxígeno al menos en una delgada capa de un espesor máximo de 1. c/m.
300. 2^o.- Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de gas que sale al recinto de reacción se enciende en llama mediante una llama de gas combustible y conteniendo oxígeno que rodea la mezcla de gas.
305. 3^o.- Procedimiento, según reivindicación 2^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de gas de reacción se introduce en el recinto de reacción en forma al menos de una delgada capa circular y encendiéndola allí mediante una llama de forma circular que arde en torno a la mezcla de gas de reacción.
310. 4^o.- Procedimiento, según reivindicación 3^a, caracterizado por el hecho de que dentro de la capa de forma circular de gas de reacción se deja fluir un gas inerte.
315. 5^o.- Procedimiento, según reivindicación 4^a, caracterizado por el hecho de que dentro de la capa de forma circular compuesta de gas de reacción se hace pasar una segunda reacción que produce una llama de encendido.
- 6^o.- Procedimiento, según reivindicación 5^a, caracterizado por el hecho de que para producir la llama de encendido dentro de la mezcla de gases de reacción se emplean gases,

194807



que al encontrarse se encienden por sí mismos.

320. 7^a.- Procedimiento, según reivindicación 6^a, caracterizado por el hecho de que al encontrarse gases auto-inflamables pueden utilizarse tales gases que por lo menos están calentados al punto de inflamación.

325. 8^a.- Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de gas de reacción, repartida en las llamadas capas radiales en su sección transversal de forma de estrella, se introduce en el recinto de reacción.

330. 9^a.- Procedimiento según reivindicación 8^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de gas de reacción que en capas radiales sale al recinto de reacción se enciende mediante una llama circular que abarca los extremos exteriores de la capa radial.

335. 10^a.- Procedimiento, según reivindicación 8^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de gas de reacción que en capas radiales sale al recinto de reacción se enciende mediante una llama adaptada a la forma de estrella del gas de reacción saliente.

340. 11^a.- Procedimiento, según reivindicación 2^a, caracterizado por el hecho de que la mezcla de gas de reacción deja salirse en forma de una capa estrecha y larga de gas al recinto de reacción, que mediante una llama adaptada a esta forma es encendida.

345. 12^a.- Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que la capa de gas de reacción, repartida en una serie de chorros parciales delgados deja afluirse al interior del recinto de reacción.

13^a.- Procedimiento, según reivindicación 12,



350. caracterizado por el hecho de que cada uno de los chorros parciales de la capa de gas de reacción es encendido mediante una llama que rodea a este chorro parcial.

14^a.- Procedimiento, según reivindicación 13, caracterizado por el hecho de que los chorros parciales son encendidos por una llama que en conjunto los envuelve.

355. 15^a.- Dispositivo para realizar el procedimiento según reivindicación 1^a, caracterizado al menos por un orificio de entrada para la mezcla de gas de reacción, cuyas medidas de sección transversal están calculadas de manera que la corriente de gas de reacción tenga como máximo 1 c/m. de espesor.

360. 16^a.- Dispositivo, según reivindicación 15; caracterizado por el hecho de que el orificio de salida de la mezcla de gas de reacción está rodeado al menos de un orificio de salida para los gases de la reacción de combustión.

365. 17^a.- Dispositivo, según reivindicación 15^a, caracterizado por un orificio de salida de forma circular para la mezcla de gas de reacción, cuyo ancho anular sea como máximo de 1 c/m.

370. 18^a.- Dispositivo, según reivindicación 15^a, caracterizado por un orificio de salida en forma de ranura para la mezcla de gas de reacción, cuyo ancho sea como máximo de 1 c/m.

375. 19^a.- Dispositivo, según reivindicación 15^a, caracterizado por una pluralidad de orificios de salida que en sección transversal constituyen una figura de estrella, para los gases de reacción, cuyas ranuras radiales son como máximo de 1 c/m. de ancho.

20^a.- Dispositivo, según reivindicación 15^a, caracterizado por una pluralidad de orificios de salida en los que la mayor medida de sección transversal sea en cada uno como máximo de 1 c/m.



194807

380.

21^o.- Procedimiento y dispositivo para la obtención de bióxido titánico de elevada proporción de rutilo; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, e ilustrado en los dibujos que se acompañan.

385.

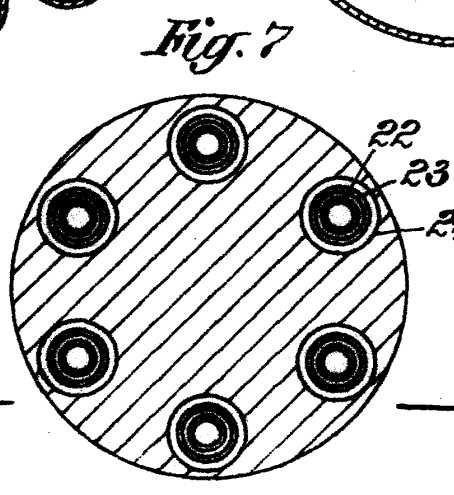
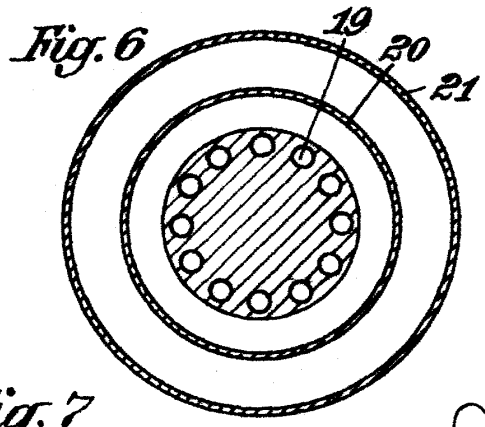
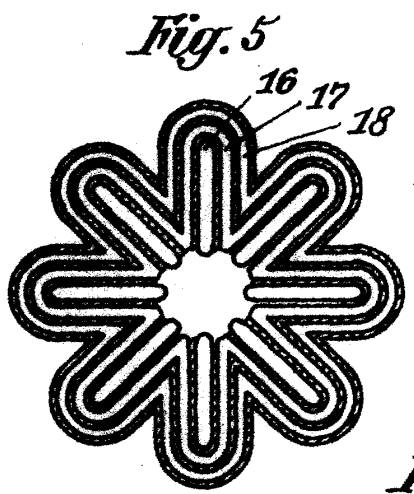
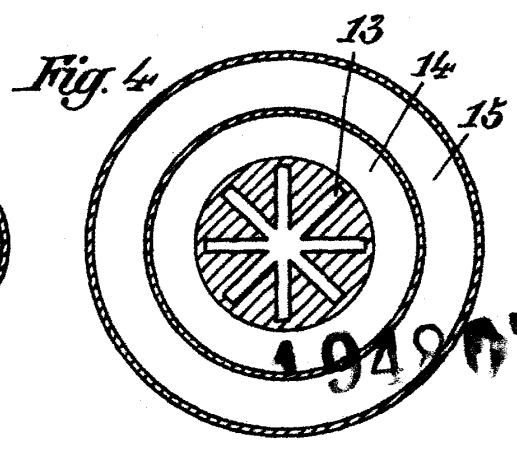
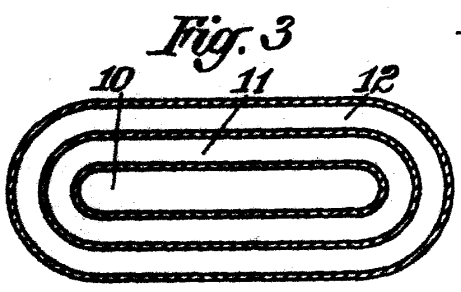
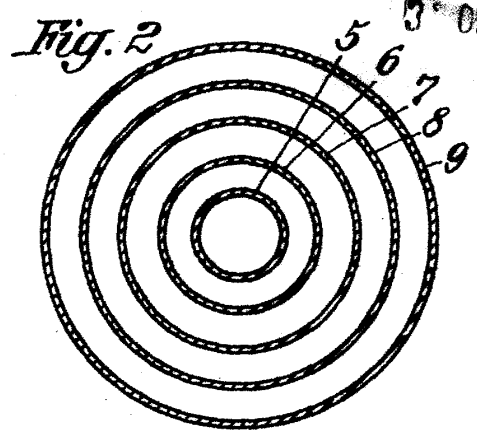
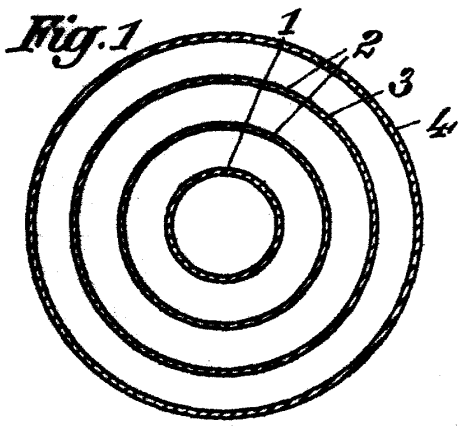
Esta memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 3^o OCT. 1950

SAUREFABRIK SCHWEIZERHALL.

Per Poder de J. GOMEZ GONZALEZ

194807 194807



Madrid, 13° OCT 1950
Poder de J. G. ACERO

