

226415

31 E



PATENTE DE INVENCION

Le. A 2877 - Span.

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de óxidos de  
"titanio bajos".

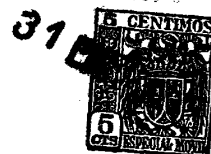
=====

SOLICITANTE: FARBENFABRIKEN BAYER Aktiengesellschaft, entidad alemana,  
domiciliada en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

=====

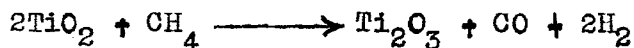
Ya es sabido que el dióxido de titanio se puede reducir con hidrógeno u óxido carbónico a  $TiO_{\frac{3}{5}}$ . También se ha afirmado que, por el mismo procedimiento, se puede obtener  $TiO_{\frac{2}{3}}$ .

5. Al comprobar este extremo se ha podido observar, sin embargo, que, partiendo del  $TiO_2$  y utilizando  $H_2$  ó  $CO$  como agente de reducción, a las temperaturas técnicamente aplicables hasta unos  $1.500^\circ$ , la velocidad de la formación de  $TiO_{\frac{2}{3}}$  es solamente pequeña.
10. Por el contrario, se ha descubierto que utilizando



- hidrocarburos, como metano o etano, se puede reducir el dióxido de titanio a velocidades considerablemente superiores y en escalas de oxidación más inferiores que con hidrógeno u óxido carbónico a la misma temperatura. Esto resulta más sorprendente cuando generalmente se consideran lentos los hidrocarburos saturados bajos.

Por ejemplo, se reduce dióxido de titanio con metano, a 1000° según



20. con igual rapidez que con hidrógeno, según



- Es decir, que no solamente se aumenta en algunos valores la velocidad de reacción a una temperatura dada, sino que al mismo tiempo se consigue el siguiente óxido inferior del titanio.

Los hidrocarburos más elevados se comportan en forma similar al metano, pero, sin embargo, con una separación de carbono que aumenta según la longitud de la cadena de carbono.

30. Siempre que un pequeño contenido de carbono moleste en la ulterior utilización de los óxidos de titanio bajos, se puede, de acuerdo con la presente invención, efectuar la reacción mezclando algo de hidrógeno para sofocar así la descomposición lenta del hidrocarburo acondicionada al equilibrio. La proporción necesaria entre hidrógeno e hidrocarburo depende, como es sabido, de la temperatura y de la presión total de la fase gaseosa y asciende, para el objeto mencionado, a 0 - 200 mol. de hidrógeno por 1 mol. de hidrocarburo. La adición del hidrógeno se puede efectuar tanto mezclándole anteriormente con el hidrocarburo

226415



- 3 -

como tambien añadiendo el hidrocarburo en forma dosificada en la cámara de reacción barrida por el hidrógeno. En lugar de hidrógeno puro se puede utilizar igualmente gas de reacción CO-H<sub>2</sub> ya que una concentración superior en CO no molesta en el gas de reacción. Las reacciones secundarias, tales como la formación de CO<sub>2</sub> ó H<sub>2</sub>O se originan, segun el valor de los equilibrios de gas conocidos, solamente en medida subordinada.

Técnicamente, esta reacción se puede efectuar limpiamente a presión atmosférica; sin embargo, se ha demostrado que el aumento de presión acorta considerablemente los tiempos de reacción a temperaturas iguales.

Para la obtención de óxidos de titanio bajos, según el procedimiento descrito, se pueden utilizar en lugar de dióxido de titanio, bajo condiciones de gran similitud, tambien titanatos, y tanto aquellos cuyo segundo componente metálico (por ejemplo, calcio o sodio) no sea reducido al mismo tiempo, como también aquellos cuyo segundo componente metálico (por ejemplo, hierro) sea reducido al mismo tiempo.

EJEMPLO 1 -

En un tubo de acero refinado horizontal de 50 mm. de ancho se calientan 100 g. de dióxido de titanio en polvo, colocado en capa suelta, hasta una temperatura de 1000° y durante 5 horas se hace pasar a través del tubo una corriente de 50 litros por hora de gas de metano puro. La formación de monóxido de carbono e hidrógeno, que al principio es muy fuerte, cesa mucho hacia finales del plazo. Se obtiene así un Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bien cristalizado con un contenido de carbono de aproximadamente 1%.

EJEMPLO 2 -

100 g. de dióxido de titanio se calientan como



75; se ha descrito en el ejemplo 1 a 980 hasta 1000°. A través de la masa de reacción se conduce una mezcla de 2 Vol-% de metano y 98. vol-% de hidrógeno en una corriente de 200 litros por hora. Después del plazo de 4 horas se habrán retirado de 23 a 24% del oxígeno contenido en el dióxido de titanio (para  $Ti_2O_3$  ; 25 %). Después de otras 16 horas la cantidad de óxido retirado será en total de 26 a 27%.

EJEMPLO 3 -

80. 100 g. de un titanato de sodio de la composición aproximada  $Na_2O \cdot 5TiO_2$  se reaccionan, en forma análoga a la descrita en el ejemplo 2, a 1000°, en el tubo con una mezcla de  $CH_4-H_2$  (2% + 98 %). Se obtiene un producto negro en el que se ha mantenido la proporción  $Na_2O-Ti$  original y cuyo contenido en Ti se ha reducido al tercer valor.

85.

EJEMPLO 4 -

100. 100 g. de ilmenita se reaccionan, en forma análoga a la descrita en los ejemplos 2 y 3, a 1000° en el tubo con mezcla de  $CH_4-H_2$ . Se obtiene una mezcla de polvo de hierro finamente distribuido y  $Ti O_{\frac{2}{3}}$ .

EJEMPLO 5 -

95. 400 g. de polvo de dióxido de titanio se calientan en un tubo de cuarzo vertical de 60 mm. de ancho sobre una base de cuarzo en un horno eléctrico a 1100° C. El aire contenido en el tubo es expulsado por el argón y a continuación se conduce desde abajo, a través de la capa de polvo, durante 5 horas, a 1100° C., una corriente de 70 litros normales por hora de un gas que se compone de 7 litros de etano y 63 litros de hidrógeno, A continuación se deja enfriar en una atmósfera de argón y finalmente, este

100. producto, cuya composición corresponde aproximadamente a

226415



- 5 -

105.  $TiO_{1,53}$ , se retira convenientemente manteniendo por separado la capa de polvo inferior, en un peso de unos 30 g. que, como promedio contiene 1,5 partes en peso de carbono, de la mayor parte en peso superior de unos 330 g. cuyo contenido en carbono solamente asciende a 0,2 partes en peso.

N O T A

110. 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 solicitud de patente presentada en Alemania, nº P.16.748 IVª/121

115. con fecha 4 de Febrero de 1955, 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 para la obtención de óxidos de titanio bajos"; caracterizándose por lo siguiente:

120.

1ª.- Procedimiento para la obtención de óxidos de titanio bajos, por reducción de dióxido de titanio o titanatos, caracterizándose porque como agente de reducción se utilizan hidrocarburos bajos, especialmente metano o etano, a temperaturas entre 500 y 1500°.

125.

2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizándose porque a los hidrocarburos reductores se agrega hidrógeno en una proporción cuantitativa entre 0 y 200 litros por cada litro de hidrocarburo.

130.

3ª.- Procedimiento, según lo especificado en la

226415

31 ENE



- 6 -

reivindicación 2ª, caracterizándose porque el hidrógeno se aplica en forma de los gases mezclados que se obtienen de la propia reacción del proceso.

135.

4ª.- Procedimiento, según lo especificado en las reivindicaciones 1ª a 3ª, caracterizándose porque la presión en la cámara de reacción se aumenta con relación a la presión atmosférica.

140.

5ª.- Procedimiento para la obtención de óxidos de titanio bajos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31 de enero de 1956.

FABRIL FABRICAN BAYER  
Aktiengesellschaft.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
P. F.