

18 ABR. 1964

P.- 26.390

Case T-597 B.



1964

298564

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de TITANGESELISCHAFT M.B.H., entidad alemana, establecida en Leverkusen, República Federal Alemana, por:

"UN DISPOSITIVO QUEMADOR PARA LA PRODUCCION DE DIOXIDO DE TITANIO DE PARTICULA FINA"



En la obtención de pigmentos de dióxido de titanio mediante combustión de tetracloruro de titanio gaseoso con oxígeno o gases que lo contengan en un reactor, con ayuda de una llama auxiliar que mantenga la combustión y empleando un quemador constituido por varios tubos coaxiales, resultan insatisfactorios el poder aclarador y el contenido de rutilo del producto obtenido, si no se adoptan medidas especiales.

5

Así, por ejemplo, ha sido propuesto, con el fin de aumentar el contenido de rutilo y el poder aclarador del pigmento, dar al grueso de capa de la corriente del gas emplea-

10



do para la combustión de una mezcla de tetracloruro de titanio y oxígeno, a lo sumo un espesor de 10 mm. Ello significa, no obstante, que trabajando a una gran escala técnica, es necesario dividir la corriente de $TiCl_4$, de lo que resultan quemadores complicados, muy propensos a estropearse. Se ha intentado asimismo conseguir este objetivo, confiriendo a la corriente de gas de al menos uno de los componentes de la reacción, un movimiento de torsión. Esta forma de trabajo requiere igualmente un quemador de estructura complicada. Tampoco mediante la aplicación de un exceso considerable de oxígeno durante la combustión, resulta posible conseguir un dióxido de titanio de un poder aclarador elevado. Este procedimiento es costoso y tiene inconvenientes para poder utilizar de nuevo los gases de salida de la combustión para la cloración.

Todos los procedimientos citados anteriormente adolecen aparte de los inconvenientes ya descritos, del punto flaco común de que, en un funcionamiento continuo, se forman al cabo de algún tiempo incrustaciones en el quemador que, por lo pronto, provocan perturbaciones de la llama y, con ello, un empeoramiento de la calidad del producto de la reacción, pero que pronto llegan a obstruir al quemador de tal modo, que cesa la combustión.

Si se analizan estas incrustaciones más detenidamente, entonces podremos distinguir dos clases a base de su formación:

1º.- El dióxido de titanio recién formado se deposita mediante la formación de torbellinos y distribuido en todo el reactor - sobre todas las paredes, así como también sobre el tubo del quemador. Debido al calor del chorro de la llama,



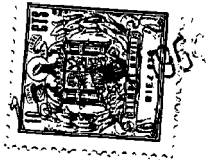
18

tiene lugar una cierta consolidación del sedimento de dióxido de titanio, que por lo pronto es esponjoso, sobre el tubo del quemador. Se producen entonces unos témpanos alargados que, en parte, penetran en la llama, o bien incluso un envolvimiento tubular de la llama con el óxido. Si tales témpanos
5 llegan finalmente a penetrar en la zona de descomposición del tetracloruro de titanio, entonces su crecimiento ulterior tiene lugar directamente a partir de la llama, lo que tiene como consecuencia la formación de incrustaciones especialmente du-
10 ras.

2º. Debido al retro-arremolinado de componentes reactivos calientes del gas hacia la boca del quemador, se producen en los filos calientes de éste incrustaciones debidas al crecimiento directo sobre ellos de productos de la reacción, lo
15 que conduce al estrechamiento de las aberturas de salida.

El objeto del invento es un quemador para la obtención de dióxido de titanio de partícula fina, mediante la combustión de tetracloruro de titanio gaseoso con oxígeno o con gases que lo contengan, todo ello en un reactor y empleando una
20 llama auxiliar mantenedora de la combustión, quemador que está constituido por varios tubos coaxiales y que se caracteriza porque el tubo exterior del quemador está prolongado hasta más allá de los extremos de los otros tubos, hallándose este tubo exterior estrechado por el extremo de tal modo, que la
25 sección transversal de la boca no sobrepasa la sección transversal libre en el quemador. Por "sección transversal libre en el quemador" debe entenderse la sección transversal del tubo exterior del quemador, previa deducción de la superficie de sección transversal ocupada por las paredes de los tubos.

30 El dióxido de titanio formado en la llama, que llena el



reactor, ya no llega así a los sensibles fillos del quemador. Unicamente se deposita sobre el borde exterior de la boca del quemador, donde no molesta sustancialmente y, en su mayor parte, se desprende sólo al cabo de algún crecimiento o bien
5 puede ser eliminado de manera segura y sin menoscabo de la hendidura del quemador, mediante una sacudida en tiempo oportuno o un ligero raspado.

Las incrustaciones del tipo descrito en el apartado 2º, ya prácticamente no pueden presentarse, puesto que la prolon-
10 gación del tubo exterior asegura una distancia suficiente entre la zona de la reacción y los extremos de los tubos interiores. Al mismo tiempo se reduce la acción del cloro y del calor sobre los fillos del quemador, con lo que disminuye de manera decisiva la corrosión de dichos fillos.

15 El estrechamiento en el extremo del tubo exterior prolongado, influye también en la calidad del pigmento: El tamaño de partícula del dióxido de titanio se hace tanto menor para un quemador dado, mientras más pequeña sea la sección de la abertura en el extremo del tubo. El tamaño conveniente de la
20 abertura, depende del paso de tetracloruro de titanio. Un paso mayor exige, en un quemador dado, una abertura mayor, y viceversa. El estrechamiento tiene su límite, bien sea cuando se ha conseguido el grano óptimo y un mayor estrechamiento, por lo tanto, proporcionaría un grano demasiado fino, o bien
25 cuando la llama se hace inestable y se rompe. Mediante la elección de las dimensiones de la sección transversal de la boca, resulta posible así, dentro de ciertos límites, regular el poder aclarador. Un elevado poder aclarador se consigue, cuando la sección transversal de la boca no sobrepasa aproximadamente
30 0,85 veces la sección transversal libre en el quemador. Deci-

298564



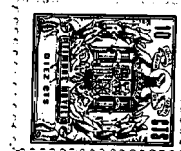
sivo a este respecto, es el estrechamiento del tubo exterior en su extremo. Una prolongación del tubo únicamente sin estrechamiento, no produce un efecto favorable.

La prolongación del tubo exterior del quemador sobre el extremo de los filos interiores de los tubos, depende de la capacidad del quemador. Si la prolongación es demasiado pequeña, la llama se hace inestable y se rompe fácilmente. Si es demasiado grande, entonces la reacción se inicia ya antes del extremo del tubo prolongado, y el quemador se obstruye rápidamente. Al aumentar el tamaño del quemador, debe también, por lo general, ser mayor la prolongación. En términos generales, debe oscilar esta prolongación entre 5 y 100 mm, sin que ello represente una limitación hacia arriba o hacia abajo.

La prolongación y el estrechamiento del tubo exterior del quemador pueden estar constituidos por un capuchón en forma de caperuza, montado sobre un quemador redondo conocido, consistente en varios tubos coaxiales, lo que tiene la gran ventaja de que, mediante el simple intercambio de dicho capuchón, se puede variar la capacidad del quemador.

La configuración del capuchón, por ejemplo, con estrechamiento en ángulo recto (fig. 1) o bien estrechamiento paulatino (fig. 2), no tiene ninguna importancia. Si el capuchón se hace con dobles paredes, entonces puede ser refrigerado con aire, agua u otros agentes refrigerantes, con lo que se puede reducir aún más la acción de la radiación térmica sobre la boca del quemador. La superficie frontal de uno de estos capuchones de dobles paredes, puede estar confeccionada también de materiales porosos. Mediante una corriente de un gas inerte que escape a través de los poros, se impide con seguridad la formación de deposiciones sueltas de óxido, que pueden presen-

298564

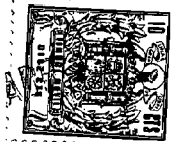


tarse ocasionalmente en este lugar.

El quemador de acuerdo con el invento es de construcción sencilla. No es siquiera necesario conseguir una igualdad de las velocidades del oxígeno y del óxido de carbono en la periferia, mediante un centraje exacto de los tubos coaxiales del quemador. Apenas se producen deposiciones de dióxido de titanio que, eventualmente, pueden ser eliminadas fácilmente. Debido a la distancia existente entre la llama y los fillos del quemador, no se sobrecalientan éstos, por lo que son poco atacados. El quemador garantiza con ello un funcionamiento seguro y un pigmento de un poder aclarador excelente y con un contenido elevado de rutilo, incluso en cargas de 500 kg de tetracloruro de titanio por hora y superiores, sin necesidad del empleo de un exceso sustancial de oxígeno, de una limitación del grueso de la capa de la corriente de gas de tetracloruro de titanio, ni de un movimiento de torsión de las corrientes de gas.

En el quemador descrito se emplea el tetracloruro de titanio preferentemente sin mezcla de oxígeno, eventualmente con adiciones para el ennoblecimiento del pigmento, tales como, por ejemplo, tetracloruro de silicio y/o tricloruro de aluminio. Ahora bien, es posible asimismo añadir parte del oxígeno preciso para la combustión. Como gases para la llama auxiliar, son apropiados todos los gases combustibles, tales como, por ejemplo, el óxido de carbono, el hidrógeno, gases con contenido de hidrógeno, hidrocarburos o mezclas de estos gases.

El empleo del quemador descrito, será explicado más detalladamente a base de los ejemplos siguientes. A este particular se determinó el poder aclarador de los pigmentos obteni-



dos, de acuerdo con el siguiente método de laboratorio normalizado:

5 A partir del pigmento se confeccionó, con ayuda de una mezcla de negro de humo (negro de humo y carbonato cálcico) y de aceite de linaza, una pasta que se comparó visualmente con una pasta patrón. La pasta patrón se preparó con una cantidad fijada de un pigmento patrón. La cantidad del pigmento a analizar se siguió variando, hasta que la claridad de esta pasta fué igual a la de la pasta patrón. A partir de la cantidad del pigmento a analizar al ser iguales las claridades de ambas pastas, se calculó el poder aclarador. Cuanto más elevado es el poder aclarador, tanto mejor es el pigmento, correspondiendo a un buen pigmento un valor numérico de por lo menos 1650.

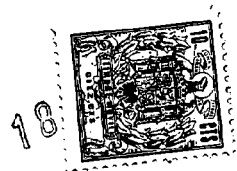
15 En todos los ejemplos se precalentó el tetracloruro de titanio a 350° y el oxígeno, a 250°C. El óxido de carbono estaba a temperatura ambiente.

20 La duración del ensayo ascendió a aproximadamente 8 horas, a excepción de los ejemplos 5 y 7. Al cabo de esta duración del ensayo, los quemadores estaban en condiciones de seguir trabajando con toda normalidad, de modo que la combustión hubiera podido ser proseguida, sin más ni más.

25 En los ejemplos 1 a 4 se varió el diámetro de la abertura del capuchón mientras que las dimensiones de los quemadores fueron las mismas y se mantuvieron constantes las distancias entre la abertura del capuchón y los extremos de los tubos interiores.

30 Fué empleado un quemador circular constituido por tres tubos coaxiales (según la fig. 1), con las dimensiones siguientes:

298574



	Tubo interior	Tubo cen- tral	Tubo ex- terior
Diámetro exterior del tubo	30 mm	45 mm	57 mm
Grueso de pared	3 mm	2,5 mm	2,5 mm

5 La distancia entre la abertura del capuchón y los extremos de los tubos interiores, ascendió a 20 mm. Los datos del ensayo pueden verse en la Tabla 1. No fué posible aumentar la cantidad de paso del tetracloruro de titanio hasta por encima de 50 kg/hora en el ejemplo 1, o hasta por encima de 75 kg/

10 hora en el ejemplo 2, ya que debido a la elevada velocidad del gas, se rompió la llama. El poder aclarador del pigmento obtenido según el ejemplo 4, es insatisfactorio, debido a ser demasiado grande la abertura del capuchón.

15 En los ejemplos 5 a 7 se utilizó el mismo quemador que en los ejemplos 1 a 4 y, empleando el capuchón con un diámetro de abertura de 32 mm, se varió la distancia entre la abertura del capuchón y los extremos de los tubos interiores.

Los datos de los ensayos, pueden verse en la Tabla 2.

20 Reduciendo la distancia a menos de 5 mm, se rompió la llama. En los ejemplos 5 y 7 se comprobó una considerable formación de deposiciones sobre la parte exterior del quemador, y en el ejemplo 7, incluso en el interior del capuchón, por lo que los ensayos tuvieron que ser interrumpidos al cabo de una o dos horas de duración.

25 En los ejemplos 8 a 10 se empleó nuevamente el mismo quemador que en los ejemplos precedentes. Con un paso creciente de tetracloruro de titanio, se aumentó, tanto la abertura del capuchón, como también la distancia entre la abertura del capuchón y los extremos de los tubos interiores. Los datos de los ensayos pueden verse en la Tabla 3.

30

298510



En los ejemplos 11 y 12 se utilizaron quemadores como los de la fig. 2, cuyos tubos tenían otras dimensiones. Los datos de estos ensayos pueden verse asimismo en la Tabla 3.

Ejemplo 11

5

Fué empleado un quemador circular constituido por tres tubos coaxiales con las dimensiones siguientes:

	Tubo interior	tubo central	Tubo exterior
10 Diámetro exterior del tubo	18 mm	30 mm	45 mm
Grueso de pared	2 mm	2 mm	2,5 mm

Ejemplo 12

15

Fué empleado un quemador circular constituido por tres tubos coaxiales con las dimensiones siguientes:

	Tubo interior	Tubo central	Tubo exterior
Diámetro exterior del tubo	45 mm	76 mm	95 mm
Grueso de pared	2,5 mm	3 mm	3,5 mm

20

El ejemplo 3 ha sido citado varias veces en honor a la claridad, a saber, también bajo el número (6) ó (9).

298564

TABLA 1

Ejemplo n°	1	2	3	4
Distancia entre la abertura del capuchón y los extremos de los tubos interiores (mm)	20	20	20	20
Díámetro de la abertura del capuchón (mm)	20	25	32	40

TABLA 2

	5	(6)	7
Relación entre la sección transversal de la abertura del capuchón y la sección transversal libre	0,205	0,32	0,525
Carga en el tubo interior (Kg de CO_2 /hora)	50	50	100
Carga en el tubo central (Nm ³ de O_2 /hora)	11	14	20
Carga en el tubo exterior (Nm ³ de CO_2 /hora)	9,5	15	15
Exceso de oxígeno, %	3	4	4
Contenido de rutilo, %	85	85	90
Poder aclarador	1775	1700	1700

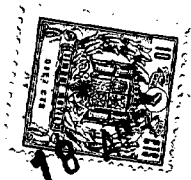
	32	32	32
	0,525	0,525	0,525
	100	100	100
	20	20	20
	15	15	15
	4	4	4
	85	90	85
	1600	1700	1425





TABLA 3

Ejemplo n°	8	(9)	10	11	12
Distancia entre la abertura del capuchón y los extremos de los tubos interiores (mm)	15	20	25	5	30
Díámetro de la abertura del capuchón (mm)	25	32	40	19	51,5
Relación entre la sección transversal de la abertura del capuchón y la sección transversal libre	0,32	0,525	0,822	0,29	0,41
Carga en el tubo interior (kg de TiCl_4 /hora)	50	100	300	25	450
Carga en el tubo central (mm ³ de O_3 /hora)	14	20	52	5,4	73
Carga en el tubo exterior (mm ³ de O_2 /hora)	15	15	30	4,5	35
Exceso de oxígeno, %	4	4	3	4	3
Contenido de rutilo, %	85	90	95	85	85
Poder aclarador	1700	1700	1700	1675	1675



Esta solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 13 de Abril de 1963, bajo el Número T 23.838 IVa/121, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1º.- Un dispositivo quemador para la producción de dióxido de titanio de partícula fina mediante la combustión de tetracloruro de titanio gaseoso con oxígeno o gases que lo contengan, todo ello en un reactor y utilizando una llama auxiliar mantenedora de la combustión, quemador que está constituido por varios tubos coaxiales y caracterizado porque el tubo exterior del quemador está prolongado hasta más allá de los extremos de los otros tubos y porque este tubo exterior está estrechado de tal modo en su extremo, que la sección transversal de la boca no sobrepasa la sección transversal libre en el quemador.

20

25

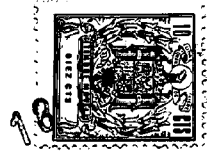
2º.- Un dispositivo quemador de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la sección transversal de salida asciende a lo sumo a 0,85 veces la sección transversal libre en el quemador.

30

3º.- Un dispositivo quemador para la producción de dióxido de titanio de partícula fina.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,

2 98564



representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

18 ABR. 1964
Alberto de Eizola
Presidente

298564

298564

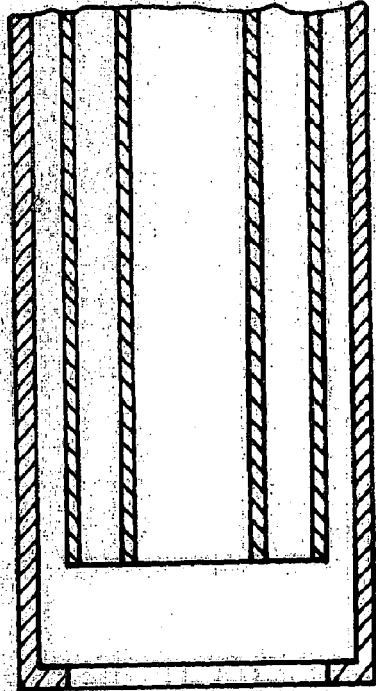


Fig.1

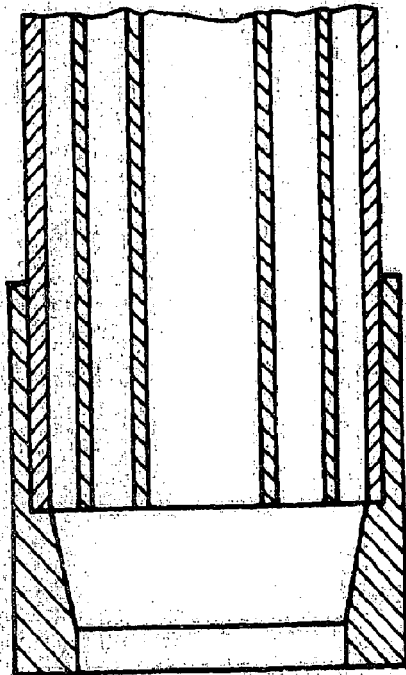


Fig.2

Erfindung von
Eisenstein
für Patent