

PATENTE DE INVENCION



Ref: Le A 8495-Sp.

307803

Memoria Descriptiva
sobre

"Procedimiento y dispositivo para efectuar reacciones con fases gaseosas".

Solicitante: **FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT**, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

La invención se refiere a un procedimiento continuo para efectuar reacciones exotérmicas y ligeramente endotérmicas entre componentes de reacción gaseosos y/o vaporesos y/o cuerpos sólidos para la obtención de materiales sólidos inorgánicos de dis-

5.



tribución finísima. Mediante la reacción, preferentemente de halogenuros de metal o de semi-metal evaporables, por ej. con aire, oxígeno, agua o amoniaco, se pueden obtener por ejemplo, los óxidos, nitruros o boruros en forma finísimamente distribuida.

5.

Hasta ahora se han dado a conocer entre otros, numerosos procedimientos para la combustión del tetracloruro de titanio. Un principio consiste en la introducción de los componentes de reacción en la cámara de combustión a través de toberas o tubos introducidos

10.

uno dentro del otro en forma concéntrica. Una disposición así permite, sin embargo, solo una alimentación limitada, ya que estos mecheros no se pueden hacer arbitrariamente grandes. Una producción de cantidades mayores exige, por lo tanto, un número mayor de mecheros

15.

de complicada construcción dispuestos uno al lado del otro. Una segunda desventaja en esta técnica de trabajo consiste en que por la reacción parcial de los gases, ya en las bocas de los mecheros, se forman incrustaciones sólidas de los productos de reacción, por lo

20.

que resulta necesario interrumpir la reacción y desmontar el juego de mecheros. Para evitar estas incrustaciones en los mecheros se ha propuesto arrastrar arena con los componentes de reacción o introducir en

25.

los conductos de gas unos tubos concéntricos que contengan una suspensión de arena en el gas y que terminen poco antes de la tobera, de manera que el gas impulsor arroje la arena contra la pared de la tobera, manteniéndola libre de incrustaciones o atascos.

30.

En otro procedimiento se modifica el mechero,



- para evitar estas dificultades, de manera que las toberas con el gas oxidante rodeen la tubería de alimentación del vapor de cloruro en forma regular, las toberas sin embargo varían en un pequeño ángulo de la posición paralela en relación con el tubo de introducción del $TiCl_4$, tanto en dirección axial como también radial, en forma tal, que el gas oxidante se mueva con un cierto movimiento de torsión alrededor del vapor tetracloruro de titanio y después se efectue la mezcla.
5. De esta manera se puede retrasar la formación de incrustaciones en las tuberías de alimentación.
- 10.

El problema de las incrustaciones resulta más crítico cuando simultáneamente se quema monóxido de carbono. Como aquí se precisa en la mezcla de gas, de un cierto contenido de agua, se ha propuesto cuidar, mediante un velo de gas protector, que el componente de gas húmedo no entre en contacto con el tetracloruro de titanio ya antes de la zona de combustión. Aquí se presentan sin embargo las incrustaciones en los tubos, pues la reacción de hidrólisis transcurre más rápidamente que la oxidación con oxígeno.

15.

20.

Para evitar incrustaciones en las paredes del reactor se emplean asimismo materiales inertes, que se introducen con los gases en la cámara de combustión, o bien se emplea material de pared poroso a través del cual se impulsan los gases inertes o el CO.

25.

Las medidas arriba descritas, propuestas para vencer el peligro de las incrustaciones, implican una complicada construcción del mechero o del apéndice de tobera; además, el empleo de cantidades grandes de gas

30.



inerte como gas impulsor para la arena, como gas protector en la combustión adicional de monóxido de carbono o como gas protector al montarse tubos porosos resulta antieconómico.

5. Según un segundo principio de procedimiento la reacción se efectúa en una bancada o cama de material inerte. Este principio tiene, sin embargo, la considerable desventaja de que el producto de reacción se incrusta muy fuertemente en los cuerpos inertes y la
10. bancada o cama se ha de renovar continuamente. Las pérdidas en dióxido de titanio son considerables; para recuperar el TiO_2 , como tetracloruro, se ha de someter el material de bancada extraído a una clorización o como material inerte se emplea TiO_2 ^{el} basto y/material extraído se usa para fines de cerámica. Además, también
15. en este procedimiento se presentan incrustaciones en las aberturas de entrada de los gases de reacción, que se encuentran en o debajo de la bancada.

20. La modificación del procedimiento propuesta, en la cual los gases se calientan en la bancada, pero que se soplan con una velocidad tal por la bancada de manera que la reacción, por lo menos en parte, se efectue por encima de la bancada, no evitan en escala digna de mención la incrustación de los productos finales sobre
25. el material inerte.

30. La presente invención se refiere a un procedimiento para efectuar reacciones químicas exotérmicas, o ligeramente endotérmicas, entre gases y/o vapores o gases y/o vapores y cuerpos sólidos bajo calentamiento previo de los participantes en la reacción, y/o realización de



- una reacción auxiliar química exotérmica en el recinto de reacción, caracterizado, porque uno o varios componentes de la reacción se introducen, por lo menos parcialmente, a través de un depósito perpendicular de almacenamiento de materiales inertes resistentes al desgaste por roce, conectado a la parte inferior del reactor, que se abre cónicamente hacia arriba y el otro o los demás componentes de reacción se soplan en sentido transversal por encima del depósito de almacenamiento en la parte de reacción de los otros componentes que fluyen hacia arriba hacia la parte de forma de embudo, efectuándose la reacción por encima del depósito de almacenamiento para el material inerte.

- En el presente procedimiento se evitan las dificultades y desventajas arriba mencionadas; la reacción se puede efectuar en forma continua sin que se presenten incrustaciones en las aberturas de entrada del gas y sin que se formen sedimentaciones esenciales de los productos de reacción en el material de bancada inerte, especialmente cuando se mantienen las siguientes medidas:

- a) La velocidad de los componentes de reacción introducidos a través del depósito de almacenamiento se mantiene por debajo de la velocidad de suspensión de los cuerpos inertes, preferentemente entre 0,5 - hasta 6 veces la velocidad de ahuecamiento.
- b) Los componentes de reacción sopladados lateralmente en dirección transversal a la corriente se introducen a través de toberas que, con relación a la tangente, están graduados entre 10 - 80° y contra el plano



están inclinados hacia arriba o hacia abajo entre 0 y 25°, ascendiendo la velocidad de soplado de introducción por lo menos al quintuple de la velocidad de sus pensión del material inerte empleado.

5. c) El calentamiento previo de los componentes de reacción, que fluyen a través de la bancada inerte, se gradúa a una temperatura más elevada que la de los componentes de la reacción que se introducen lateralmente.

10. El procedimiento es especialmente adecuado para la obtención de óxidos de metal de TiO_2 y SiO_2 , finamente dispersados, mediante combustión de los correspondientes halogenuros de metal vaporosos, preferentemente de los cloruros, en corriente de aire o de oxígeno, o bien con aire enriquecido con oxígeno. Las temperaturas superiores a 800°C son, por lo general, necesarias para efectuar la combustión de los halogenuros de metal a los óxidos correspondientes. La zona de temperatura óptima depende en cada caso del halogenuro de metal correspondiente, siendo para la combustión de $TiCl_4$ a TiO_2 necesaria una temperatura de unos 800-1300°C, preferentemente de 950-1150°C. En la misma zona se encuentra también aproximadamente la temperatura para la combustión del $SiCl_4$ con un margen preferente de la magnitud entre 1000 - 1200°C.

25. A continuación se explica con más detalle el nuevo procedimiento a base de la descomposición térmica de $TiCl_4$ con aire u oxígeno.

30. El reactor, fabricado de material cerámico (Véase Fig. 1, 2 y 3), se compone de un depósito de almacenamiento cilíndrico 3, con una parrilla 2, una zona de



- reacción o de combustión 4 situada encima y ampliado cónicamente hacia arriba, y de un cilindro 6 vertical a continuación, que es la zona de estancia o de reacción ulterior. A través del material inerte se alimenta un componente de la reacción, o una parte de los componentes de la reacción, gaseosos o vaporosos, pero preferentemente con una velocidad que se encuentre por debajo de la velocidad de suspensión del material inerte. Preferentemente se encuentra la velocidad entre
5. 0,5 a 6 veces la velocidad de ahucamiento del material sólido empleado, por lo menos por encima de 10 m/seg.
- 10.

- En la zona de reacción desembocan lateralmente un número de toberas 5 a través de las cuales se soplan los restantes componentes de la reacción en forma de gas o de vapor, o una suspensión de materiales sólidos en gas, se mezcla homogéneamente con la corriente de gas o de vapor que entra a través de la bancada y simultáneamente se ponen en reacción. Se considera como
15. componente esencial del procedimiento el que la reacción se realice totalmente por encima de la bancada. El TiO_2 sólido, de granulación fina, es extraído hacia arriba por la corriente de gas igualada a través de otro tubo, cuyas paredes pueden estar enfriadas a temperaturas por debajo de $1000^{\circ}C$. A la salida del reactor se pueda seguir enfriando con gas de reacción frío retornado o con otros gases inertes y/o un enfriador de arena y separar del gas de reacción según métodos convencionales, por ejemplo ciclones y polvo.
- 20.
- 25.

- En dirección transversal al sentido de la corriente del gas que viene de la bancada se sopla prefe-
- 30.



5. rentemente el gas oxidante o la mezcla de gas a través de toberas dispuestas en forma anular al interior de la cámara de reacción cónica. Las toberas están dirigidas radialmente entre sí y graduadas con un ángulo entre 10 y 80° con relación a la tangente para producir una rotación del gas que forma una aspiración. Además, se han dirigido las toberas en relación con la horizontal eventualmente con un pequeño ángulo de 0 hasta 25° hacia arriba o hacia abajo.

10. Los gases, o al emplear componentes de reacción sólidos, preferentemente también las suspensiones de material sólido, se deberán soplar con una velocidad que sea un múltiplo de la velocidad de suspensión del material inerte empleado. La velocidad puede ser por lo menos cinco veces la velocidad de suspensión, preferentemente asciende la velocidad a diez veces este valor; pero también puede encontrarse más alta aún.

20. Se ha hecho la sorprendente observación que, manteniendo las medidas descritas, desde una bancada movida tranquilamente de pequeños cuerpos, se impulsa, según la graduación de la velocidad de los gases que penetran lateralmente en proporción con las secciones y según la distancia del dispositivo de soplado desde la bancada de los cuerpos inertes, una cantidad más o menos grande

25. continuadamente a través del cono hasta el tubo de reacción perpendicular en la pared y hacia arriba en movimiento rotativo y, además, se presenta una mezcla de los componentes gaseosos en fracciones de segundos en magnitudes de 1/1000 segundos y menos. La mezcla instantánea

30. de los componentes de reacción se logra además debido a



- que por el cono, ensanchándose cada vez más, en el recinto de mezcla se forma un remolino trasero dependiente de la velocidad de entrada tangencial. Como las paredes de reacción se mantienen frías, y además el material
5. inerte se mantiene en las paredes de reacción en movimiento rotativo, no se forman incrustaciones de ninguna clase en las paredes del reactor. Como ya se ha mencionado los productos de reacción no se recrecen sobre el material inerte como se observó en la bancada en los
10. procedimientos usados hasta ahora. Por esta razón los cuerpos inertes no se han de extraer del reactor para su limpieza. Tan solo es necesario sustituir de vez en cuando las pérdidas que se presentan por el roce.

- En el procedimiento arriba descrito se mantienen
15. tiempos de estancia de los productos de reacción en la cámara de reacción inferiores a 5 segundos, preferentemente de 0,1 - 1 segundos.

- En una forma de ejecución especial se pasan los cuerpos de fricción continuadamente con la finalidad
20. de introducir así en el sistema de reacción, en forma sencilla y económica, medios de germinación o modificación,

A los gases se les puede mezclar gas de reacción de retorno o un gas inerte.

25. Una parte de las toberas se pueden emplear también para introducir una corriente parcial del vapor de $TiCl_4$ necesario.

- El $TiCl_4$ precalentado, eventualmente mezclado con partes de aire o de oxígeno, con gases inertes,
30. gas de reacción de retorno o gas de combustión adicional,



se introduce preferentemente a través del material inerte.

- Preferentemente se trabaja con una proporción de oxígeno-tetracloruro de titanio de aprox. 1,1 hasta 1,3. Los cuerpos de fricción inertes de la bancada, con un peso específico entre 2 y 5, un diámetro de grano de 0,1 - aprox. 4 mm y preferentemente forma esférica, se componen de materiales compactamente sinterizados o de fusiones, de alta resistencia a la fricción por ejemplo de óxidos, tal como Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 , mezclas correspondientes o $ZrSiO_4$. La velocidad de suspensión de estos materiales depende de su peso específico y del tamaño parcial medio. Puede determinarse con facilidad bien mediante un ensayo previo o bien calcularse mediante ensayos en modelos.
- 5.
- 10.
- 15.

- Para ello se pueden emplear, en lugar de los materiales inertes, minerales, con objeto de introducir los medios de modificación y de germinación, por ejemplo, óxidos mixtos altamente calcinados, o minerales tal y como se presentan en la naturaleza, tal como silicato de circonio y feldespato, en las granulaciones deseadas entre 0,4 y 3 mm, especialmente cuando el tetracloruro de titanio, previamente calentado, se conduce a través del material de fricción inerte. Naturalmente se puede emplear también una mezcla de material inerte con un material que reaccione con el tetracloruro de titanio previamente calentado.
- 20.
- 25.

- En otra forma de ejecución especial se le mezclan de 0,5 hasta 3,0 % de óxido de aluminio como cloruro de aluminio y/o unos 0,5 % en peso de SiO_2 como
- 30.



- SiCl_4 al tetracloruro de titanio antes del calentamiento o al depósito de almacenamiento con el granulado o también al gas oxigenoso, agregándose el vapor de agua, de efecto formador de gérmenes, sólo a los gases oxidantes, Aquí se puede introducir el vapor de agua en el aire precalentado mediante combustión de sustancias que contengan hidrógeno en una cantidad de 0,05 - 5 % de moléculas, preferentemente 1 - 3 % de moléculas, calculado sobre el dióxido de titanio.
- 5.
10. Además es posible mezclar hidrógeno en pequeñas cantidades al TiCl_4 precalentado y emplear como gérmenes los subhalogenuros formados. Para ello se introduce a través de una tubuladura en el depósito de almacenamiento del material inerte, el hidrógeno - eventualmente con nitrógeno como gas diluidor - en tales cantidades que se reduzca 0,1 hasta 10 % preferentemente 0,5 - 5 % del TiCl_4 a sub-cloruro. El subcloruro es arrastrado por la corriente de TiCl_4 caliente a la zona de reacción.
- 15.
20. En una forma de ejecución preferente se calienta el tetrahalogenuro de titanio previamente en una calefacción de resistencias o de irradiación, o por un arco voltaico soplado, según el principio de Schönherr, o mediante alta frecuencia, y se introduce a través del material de fricción inerte, o no inerte o una mezcla de ambos, desde abajo al interior del horno, graduándose la temperatura del tetrahalogenuro de titanio de forma que se alcance la temperatura de reacción deseada y graduándose el calentamiento previo del gas oxigenoso por debajo de los 800° , preferentemente por debajo de
- 25.
- 30.



los 500°. La temperatura de reacción se encuentra preferentemente entre 950 y 1100°C. Para ello es suficiente un calentamiento previo del tetrahalogenuro de titanio a 800 - 1000°, cuando la temperatura del gas oxigenoso sea de 500°C.

5.

Una variante en la forma de ejecución de la invención consiste en que el tetrahalogenuro de titanio no se calienta previamente, pero se agrega una cantidad tal de un gas combustible, por ejemplo CO, que sea suficiente para alcanzar la temperatura de reacción.

10.

En esta forma de ejecución especial se puede introducir también el tetrahalogenuro de titanio a través de las entradas laterales del reactor. También aquí se produce la reacción en el centro del horno y no en el material de fricción inerte.

15.

Ejemplo 1

Por hora se evaporan 26 kg de tetracloruro de titanio - en que se disolvieron 0,9 % en peso de $AlCl_3$ - se calentaron a 450°C, y se hicieron reaccionar en un dispositivo según la Fig. 1. El vapor de $TiCl_4$ entró por 1 en una caja de entrada, pasó por la placa perforada 2, fluyó por el depósito de almacenamiento 3 con cuerpos de fricción inertes -arena- que tenía una temperatura de unos 600°, y penetró entonces en la cámara de reacción cónica 4. 13,5 m³ en condiciones normales de aire se calentaron por hora primero a 1150°C y después se sopló a través de las toberas 5 a la zona de oxidación. Se emplearon 6 toberas con un diámetro interior de 10 mm. La velocidad de salida de los gases a través de las toberas ascendió a 40 m/seg. La propor-

20.

25.

30.



ción molecular del $TiCl_4:O_2$ era de 1:1,15. Se introdujeron continuamente cuerpos inertes fríos por 7 a la zona de estancia 6 cilíndrica y los cuerpos de fricción correspondientemente calientes se extrajeron a través del tubo 8.

5.

Los productos de la reacción se extrajeron a través de la abertura 9, se enfriaron en un enfriador de arena conectado a continuación, el dióxido de titanio se separó en un ciclón y filtró de polvo. El gas de salida tenía la composición siguiente: $N_2 = 63\%$;

10.

$Cl_2 = 33,6\%$ y $O_2 = 2,7\%$, así como huellas de $TiCl_4$.

El rendimiento fué de 96 %. 87 % en peso eran partículas cuyo diámetro se encontraba entre 0,2 y 0,3 μ . La capacidad de aclarado era de 790, medido según DIN 53 192.

15.

Ejemplo 2

30 litros de $TiCl_4$ - en que se habían disuelto 0,9 % en peso de $AlCl_3$ - por hora se evaporan, se calentaron previamente a 450°C, y se introdujeron a través del depósito de almacenamiento al recinto de reacción. Con el cloruro de titanio fluyeron además 2 m³ en condiciones normales de CO por hora a través del material inerte. A través de 4 toberas con un diámetro de 7 mm se soplaron por hora 12 m³ en condiciones normales de oxígeno que se habían calentado previamente a 300°C. La velocidad de salida a la cámara era, en forma correspondiente, de unos 45 m/seg. La proporción molecular $TiCl_4:O_2:CO$ era de 1:1,97:0,33. La temperatura de reacción se ajustó alrededor de 1050°C.

25.

30.

Se obtuvo un producto de buena calidad de pigmento con



un rendimiento del 94 %. La capacidad de aclarado según DIN 53 192 se encontró en 805. La composición del gas de salida era de 74 % Cl_2 , 17,1 % O_2 y 7,5 % CO_2 , además de huellas de TiCl_4 , CO y algo de HCl.

5. Ejemplo 3

A través del depósito de almacenamiento con material inerte se soplaron por hora 29,7 kg de SiCl_4 que se había calentado previamente a 350°C. 22 m³ en condiciones normales de aire húmedo se calentaron a 1200 °C y se soplaron a través de 6 toberas (diámetro interior 10 mm) con una velocidad de 70 m/seg. La temperatura de reacción ascendió a unos 1020°C.

El enfriamiento y la separación del producto de reacción sólido de los gases de salida se efectúa en la forma descrita en el Ejemplo 1. Después de una hora se obtuvieron 9,8 kg de SiO_2 , lo que corresponde a un rendimiento del 93 %. El producto era de partícula muy fina, el tamaño de partícula se encontraba en su mayor parte por debajo de 50 μ .

20. Ejemplo 4

En un reactor, tal y como está representado en el dibujo adjunto 3, se introducen por 10,52 kg/h de TiCl_4 evaporado con una temperatura de 180 - 200°C y calentado con una calefacción de irradiación a unos 1000°C, pasando a través de un emparrillado de distribución 2 de grafito, y de una cámara de almacenamiento 3 que está llena de cuerpos de fricción inertes (bico-rita) de un tamaño de granulación de 0,2-0,5 mm, al horno de reacción 4 propiamente dicho. La velocidad en el depósito de cuerpos de almacenamiento, referido al re-

307803



- 15 -

cinto vacío, es a 1000° de 0,9 m/seg.; esto corresponde al sextuplo de la velocidad de ahuecamiento. La velocidad de suspensión, referida a las condiciones presentes, se encuentra en 2 m/seg. A través de la tubería anular

5. 5 se sopla tangencialmente a través de 6 toberas con una superficie de sección total de 1,2 cm², aire enriquecido con oxígeno (40 % de oxígeno) con una temperatura de 400 °. El ángulo de las toberas, en relación con la tangente es de 65° y la inclinación de las toberas, con relación

10. a la horizontal, hacia arriba es de 10°. La velocidad de salida del gas por las toberas asciende a 80 m/seg. a 400°. Con esta velocidad pasa el chorro de gas por la sección.

Por la introducción tangencial y el cono 4, que

15. se ensancha hacia arriba, se produce además un remolino de retroceso que va desde arriba hacia el centro, que contribuye a una mezcla más rápida. Con esta graduación de las toberas y de la velocidad se ruedan los cuerpos de fricción, a través de todo el cono y aprox. 10 - 20

20. cm en la cuba perpendicular, en forma de espiral hacia arriba. Por esta razón, y debido a la capa de gas más fría, que se asienta contra la pared, se evitan incrustaciones en las paredes.

La proporción molecular entre el oxígeno y el TiCl₄

25. es de 1,2. La temperatura de reacción se encuentra entre 1050 y 1100° y el tiempo de estancia es de 1,5 seg. Simultáneamente se introduce el cloruro de aluminio necesario por debajo del depósito de almacenamiento para los cuerpos de fricción inertes, de manera que el dióxido de

30. titanio que se forma contenga 1 % en óxido de aluminio.



A los gases oxigenosos se agrega vapor de agua en una cantidad de 2 % por molécula, calculado sobre el dióxido de titanio que de ello se forma. Los productos de reacción se evacúan a través de la abertura 9 y se enfrían, con el gas de retorno, rápidamente a una temperatura por debajo de 600 °.

Las ulteriores operaciones, tales como enfriamiento, separación del polvo, etc. se efectúan con métodos convencionales, refrigerador de agua, ciclones y filtro del polvo. El gas de salida tiene la composición siguiente: $\text{Cl}_2=50\%$; $\text{O}_2=5\%$; $\text{N}_2=45\%$.

El dióxido de titanio formado tiene una capacidad de aclaración máxima de 770-790, medido según DIN 53 192, y un estrecho margen de distribución del tamaño de las partículas.

Ejemplo 5

La disposición de los aparatos y las cantidades de los participantes en la reacción son los mismos como descritos en el ejemplo 4, pero a través de la abertura 7 se introduce continuamente arena a la que se ha mezclado tanto cloruro potásico de manera que el pigmento que se forma contenga 20 partes por millón de potasio. La arena sale continuamente del depósito de reacción a través de la abertura 8.

Ejemplo 6

La disposición de los aparatos y las cantidades son, a excepción del gas oxigenosos, las mismas como en el ejemplo 1; sólo que en lugar del calentamiento previo del TiCl_4 con corriente eléctrica se sopla el CO necesario a través de la abertura 1, de manera que se



- presente la temperatura de reacción de 1050 - 1100°. La cantidad de CO asciende a 3 m³/h. en condiciones normales. A través de las 6 toberas se sopla una mezcla de oxígeno-nitrógeno de 400° con una velocidad de 90 m/seg. La proporción molecular TiCl₄ : O₂ : N₂ = 1,45 : 0,5 : 1,05. La temperatura de reacción, el tiempo de estancia y los valores de propiedades del producto son las mismas como en el ejemplo 1. La composición del gas de salida era 53,3 % Cl₂; 5,3 % O₂; 28 % N₂; 13,4 % CO₂.

Ejemplo 7

- La disposición de los aparatos, así como las cantidades empleadas y las condiciones de reacción, corresponden a lo indicado en el ejemplo 4. Aquí sin embargo se suprime la adición de agua. Mas bien se sopla hidrógeno a través de una tubuladura adicional (con nitrógeno como gas diluyente) al material inerte que entonces reacciona en este recinto con el TiCl₄ recalentado a subcloruro de titanio de actuación germinadora. El hidrógeno se introduce en tales cantidades de manera que se reduzcan 1,5 % del TiCl₄.

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, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a unas Solicitudes de Patentes presentadas en Alemania, con fechas 4 de enero de 1964 Nº. F 41672 IVa/12g y



4 de noviembre de 1964 Nº. F 44366 IVa/12g; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA EFECTUAR REACCIONES CON FASES GASEOSAS"; caracterizándose por lo siguiente:

- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.
- 1ª.- "Procedimiento para efectuar reacciones con fases gaseosas", concretamente para efectuar reacciones químicas exotérmicas o ligeramente endotérmicas entre gases y/o vapores o gases y/o vapores y cuerpos sólidos, bajo calentamiento previo de los participantes en la reacción, y/o realización de una reacción auxiliar química exotérmica en el recinto de reacción, caracterizado, porque uno o varios componentes de la reacción se introducen, por lo menos parcialmente, a través de un depósito de almacenamiento de materiales inertes resistentes al desgaste por roce que está perpendicularmente conectado a la parte inferior del reactor y que se abre cónicamente hacia arriba, y el otro, o los demás componentes de la reacción, se soplan en sentido transversal por encima del depósito de almacenamiento en la parte de reacción de los otros componentes que fluyen hacia arriba ensanchándose en forma de embudo, efectuándose la reacción por encima del depósito de almacenamiento para el material inerte.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la velocidad de los componentes de la reacción, introducidos a través del depósito de



- almacenamiento, se mantiene por debajo de la velocidad de suspensión de los cuerpos inertes, preferentemente entre 0,5 hasta 6 veces la velocidad de ahuecamiento, los componentes de reacción sopladados lateralmente en dirección transversal se introducen a través de toberas, que con relación a la tangente están graduadas entre $10 - 80^\circ$ y contra el plano están inclinadas hacia arriba o hacia abajo entre 0 y 25° , ascendiendo la velocidad de soplado de introducción a un múltiplo de la velocidad de suspensión del material inerte empleado, por lo menos sin embargo a 5 veces, y el calentamiento previo de los componentes de reacción, que fluyen a través de la bancada inerte, se gradua a una temperatura más elevada que la de los componentes de reacción que se introducen lateralmente.
5. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, hasta 2, caracterizado porque se obtienen materiales sólidos inorgánicos en forma finamente distribuida.
10. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 3, caracterizado porque se obtienen los óxidos de metal o semimetal en distribución fina como pigmentos.
15. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 4, caracterizado porque los compuestos de metal o semimetal se emplean en forma de sus halogenuros evaporables.
20. 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 5, caracterizado porque los halogenuros de metal o los halogenuros de semimetal, o las mezclas de los
- 25.
- 30.



halogenuros, se eliminan a la zona de reacción a través de la bancada.

5. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 6, caracterizado, porque el tetracloruro de titanio se calcina a TiO_2 con oxígeno y/o aire a temperaturas de 800 hasta 1300°C.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 7, caracterizado porque la proporción oxígeno-tetracloro de titanio se gradúa entre 1,1 y 1,3.

10. 9ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 8, caracterizado porque el calentamiento previo de los componentes de reacción se efectúa con ayuda de corriente eléctrica.

15. 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el calentamiento previo de los componentes de reacción se efectúa por calefacción de resistencias.

20. 11ª.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el calentamiento previo de los componentes de reacción se efectúa por calefacción de irradiación.

25. 12ª.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado, porque el calentamiento previo se efectúa mediante un arco voltaico de tensión más elevada e intensidades de corriente más bajas.

30. 13ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 12, caracterizado porque como medio de modificación o formador de gérmenes se emplean cloruro de aluminio, cloruro de circonio, cloruro de silicio, vapor de agua e iones de alcali o alcali térreo así como



hidrógeno para la formación de sub-cloruros.

5. 14ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 13, caracterizado, porque como material de fricción se emplean materiales que, siempre que se emplee tetrahalogenuro de titanio previamente calentado como componente de reacción, contienen óxidos mixtos o minerales como medio de modificación o de germinación.

10. 15ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 14, caracterizado, porque los materiales modificantes o de germinación se introducen continuamente en el horno de reacción junto con los cuerpos inertes.

15. 16ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 15, caracterizado, porque la temperatura deseada en la zona de reacción se logra mediante calentamiento previo de los componentes de reacción y porque preferentemente el tetrahalogenuro de titanio se introduce a través del material inerte y el gas oxidante desde un lado.

20. 17ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 16, caracterizado porque el tiempo de estancia en el recinto de reacción, al emplear tetrahalogenuro de titanio, se gradua a menos de 5 segundos, preferentemente entre 0,1 - 1 segundo.

25. 18ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 hasta 17, caracterizado, porque la adición del óxido de aluminio se efectúa entre los límites de 0,5 hasta 3 % en peso, del dióxido de silicio, alrededor del 0,5 % en peso, referido al TiO_2 producido, y el hidrógeno en tales cantidades que 0,1 hasta 10 % del $TiCl_4$ se reduzcan a subcloruro.

30.



4 ENE 1955

19ª.- Dispositivo para la realización del procedimiento según la reivindicación 1, hasta 18, compuesto de un reactor fabricado de material inerte refractario, caracterizado porque se compone de un depósito de almacenamiento cilíndrico para el material inerte y de una zona de reacción que se encuentra encima y que se ensancha en forma de embudo, así como a continuación de un cilindro perpendicular, la zona de reacción ulterior, estando provista la zona de reacción, por encima del depósito de almacenamiento, de toberas dispuestas en forma anular que están colocadas en posición radial o en un ángulo con relación al radio y en relación con la horizontal dirigidas en un pequeño ángulo hacia arriba o hacia abajo.

5.

10.

15.

20ª.-"Procedimiento y dispositivo para efectuar reacciones con fases gaseosas", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria; e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina por una sola cara.

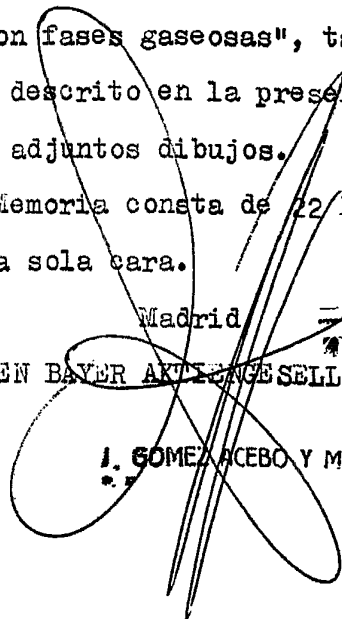
20.

Madrid

4 ENE 1955

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODER



284



1905

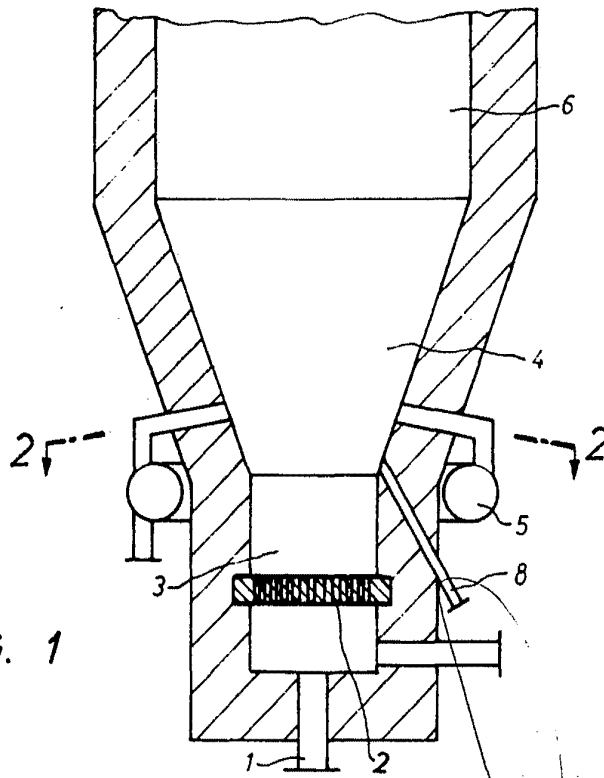
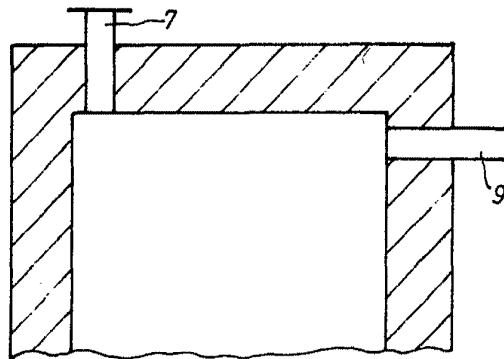


FIG. 1

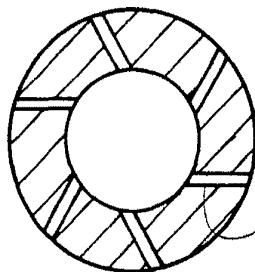
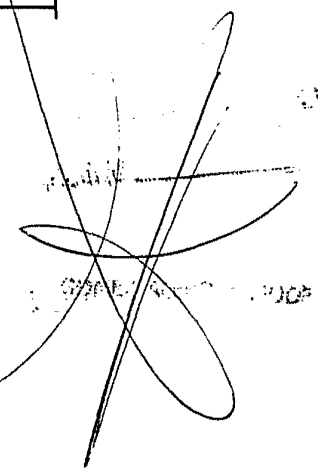


FIG. 2



507803



ESCALA VARIABLE

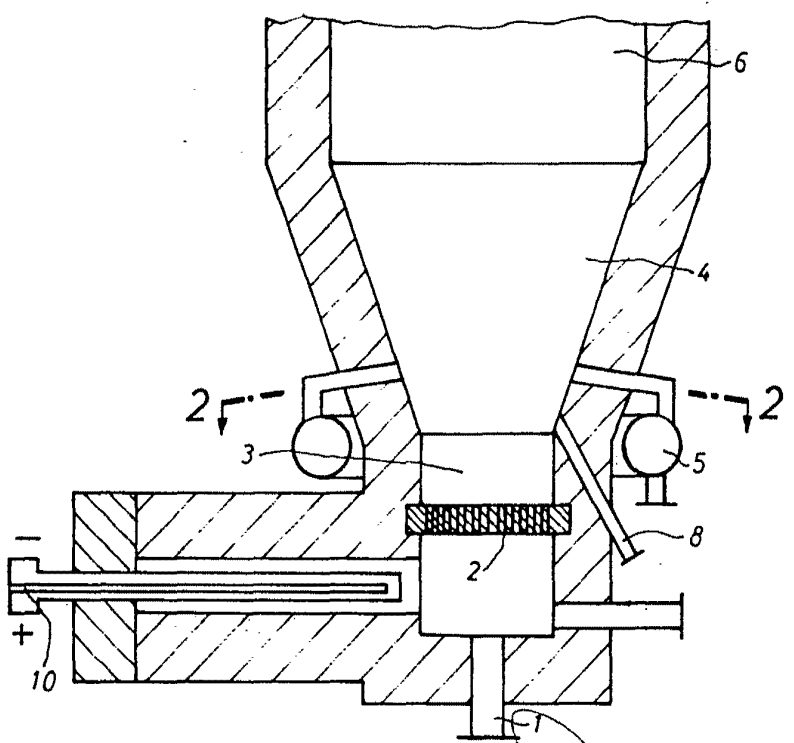


FIG. 3

7/4 ENE. 1902
Madrid
A. REYES ACEBO Y MODRY