

328187



PATENTE DE INVENCION

Your Order No. FA 22161 -

Case SR Pre/JPG 205.

328187

Memoria Descriptiva

sobre

"APARATO PARA PRODUCIR OXIDOS METALICOS PULVERULENTOS"

Solicitante: FABRIQUES DE PRODUITS CHIMIQUES DE THANN ET DE MULHOUSE,
entidad francesa, residente en Thann (Haut-Rhin),
Francia.

5. Este invento se refiere a un aparato
útil, inter alia, para la producción de óxidos metálicos
finamente divididos mediante la oxidación en fase de va-
por a alta temperatura de cloruros metálicos. El invento
tiene se refiere principalmente con un aparato para la



5. producción de dióxido de titanio partiendo de tetracloruro de titanio, pero puede emplearse también para la oxidación de otros cloruros metálicos volátiles para obtener los óxidos de los metales correspondientes. Se dan como ejemplos de cloruros que se pueden usar los de circonio, aluminio, estaño, cromo, hierro y silicio (que para los fines de este invento se considera como un metal).
10. Los cloruros metálicos en fase de vapor pueden hacerse arder en oxígeno a altas temperaturas, v.g., superiores a 1000°C, para obtener una suspensión de partículas de óxido metálico en un gas con contenido de cloro. Las partículas de óxido finamente dividido producidas de esta forma hacen al óxido muy apropiado para
15. muchas aplicaciones industriales, v.g., como colorante.
20. Se conocen muchas modificaciones de este tipo general de proceso de elaboración. Por ejemplo, el vapor de cloruro puede mezclarse, antes de la combustión, con un gas inerte diluyente o con varias sustancias para mejorar la calidad del óxido producido. Se han empleado diversos dispositivos quemadores para asegurar una mezcla adecuada del cloruro del metal vaporizado y el oxígeno y se ha logrado regular el periodo de permanencia del óxido en la zona de combustión con exactitud.
25. Se pueden citar tres categorías principales de procedimiento: procedimientos que necesitan una llama auxiliar, v.g., una llama de un gas combustible, normalmente monóxido de carbono, en la que se introducen el cloruro metálico y el oxígeno para inducir la combustión;
30. procedimientos en los que no se usa una llama auxi-

328187

- 3 -



liar; y procedimientos en los que la combustión del cloruro metálico tiene lugar en un lecho fluidizado del oxígeno producido por la combustión. Estos tipos de procedimientos tienen ciertas desventajas.

5. Así, en los procedimientos con los que no se emplea una llama auxiliar, es necesario precalentar los reactivos gaseosos, lo cual exige el empleo de grandes y complicadas instalaciones fuera del horno de reacción.

10. Los procedimientos que implican el empleo de un lecho fluidizado ofrecen las mismas desventajas y también es necesario mantener el lecho fluidizado a una temperatura elevada constante.

15. En los procedimientos con los que se emplea una llama auxiliar, no existe el problema de tener que precalentar los reactivos, pero todavía existe el problema y dificultad de mantener una llama homogénea y estable. En los procedimientos conocidos esta dificultad no ha sido salvada hasta el momento.

20. Así, en uno de los referidos procedimientos, se introducen tetracloruro de titanio, oxígeno y nitrógeno a través de un cierto número de lumbreras colocadas en círculo al interior de una llama auxiliar de monóxido de carbono que calienta los reactivos a la temperatura de combustión. La llama de monóxido de carbono se forma con un número relativamente grande de llamas individuales que arden alrededor de las lumbreras por las que se introducen los reactivos. Esta disposición proporciona una estructura compleja de llama que resulta difícil regular con exactitud y la carencia de regulación da por resultado un producto de óxido del metal no uniforme.
- 25.
- 30.



En otro procedimiento se introduce un chorro de gases ardientes procedentes de una llama auxiliar en una cámara cilíndrica de combustión en dirección tangente a las paredes de dicha cámara y se inyecta una mezcla de cloruro del metal y oxígeno en el chorro espiral de gases quemados ardientes en una dirección paralela al eje de la cámara de combustión. En este proceso, la llama producida por la combustión del cloruro metálico (que en adelante se denominará "llama del cloruro") se separa de la llama auxiliar y, en cierto modo, se consigue la regulación de la combustión del cloruro, pero la mezcla del cloruro metálico con el oxígeno no se lleva a cabo con suficiente rapidez con los gases quemados para que sea posible la regulación exacta de la llama del cloruro y las paredes de la cámara de combustión sufren la corrosión producida por los gases en movimiento espiral.

El presente invento proporciona un dispositivo quemador perfeccionado para uso en la producción de óxidos metálicos finamente divididos por la combustión de sus haluros gaseosos y comprende, dentro de su alcance, las combinaciones de los quemadores descritos y reivindicados junto con el tipo perfeccionado de horno de nuestra Patente Británica N^o 1.019.365. Los quemadores del presente invento son del tipo de mezcla previa y comprenden una cámara de mezcla que tiene en uno de sus extremos una tobera de quemador y se estrecha hacia el otro extremo para formar un orificio estrecho de admisión y conductos conectados con dicho orificio de admisión mediante los cuales el orificio puede ser alimentado

328187



20 JUN 1966

- 5 -

por separado con oxígeno, un gas inflamable y un vapor de haluro metálico.

5. En su forma preferida, el quemador tiene una cámara de mezcla tubular que se conifica en dirección del orificio de admisión y de la tobera del quemador y los diversos gases se alimentan en el orificio de admisión por tubos concéntricos que se conifican en dirección del orificio de admisión. Así, los tubos concéntricos y la cámara de mezcla forman un tubo de Vénturi.
10. El quemador puede adaptarse fácilmente a cualquier parte de un horno corriente, pero es preferible acoplarlo en su parte superior, dirigiendo así la llama en dirección de la zona de reacción en el centro del horno. Naturalmente, el horno estará construido de material refractario y resistente a la corrosión y, por consiguiente, es preferible que la cámara de mezcla o los conductos, o ambos a la vez, sean de aluminio o de una aleación de aluminio. La refrigeración de la cámara de mezcla se consigue de una forma conveniente mediante una
15. camisa de agua.
20. Este tipo de quemador es de fácil regulación y proporciona una llama estable y regular, que se puede graduar fácilmente alterando las velocidades de flujo de los gases que penetran en el quemador. Tanto el tamaño como la temperatura de la llama pueden regularse de esta forma y, por consiguiente, el quemador puede usarse para producir las formas de anatasa y rutilo del titanio mediante alteraciones apropiadas de la temperatura de la llama.
25. Los quemadores de este invento son par-
- 30.



5. ticularmente apropiados para la producción de dióxido de titanio, en una forma apropiada para uso, inter alia, como colorante, por combustión de tetracloruro de titanio. Cuando se emplea con este fin, el quemador se combina con un horno y resulta conveniente y ventajoso usarlo junto con el procedimiento descrito y reivindicado en nuestra Patente Británica N° 1.019.364 combinando el quemador con el tipo de horno adaptado a este proceso y descrito y reivindicado en nuestra Patente Británica N° 1.019.365.
10. De esta forma, el invento presente proporciona también un horno que contiene uno o más de los quemadores de mezcla previa descritos anteriormente y un dispositivo para enfriar y separar el citado óxido.
15. Normalmente el horno tiene una forma cilíndrica con su eje longitudinal sensiblemente vertical y los quemadores se hallan colocados de forma que proporcionen una llama axial descendente y el dispositivo para descargar los gases con contenido de oxígeno comprende uno o más tubos de salida que se hallan colocados en forma
20. radial y tienen sus aberturas en dicho eje o cerca de él. Normalmente será conveniente que el tubo o tubos de salida se hallen colocados al menos a mitad de camino a lo largo del eje longitudinal del horno, medido desde la tobera del quemador.
25. En una modificación preferida del horno, se dispone también de por lo menos un tubo de alimentación refrigerado para la introducción de gas frío en el horno cerca de las aberturas del tubo o tubos de salida; esto da origen a una combustión suave y regular evitándose la
30. adherencia de incrustaciones en la tubuladura y paredes

328187



- 7 -

del horno. Por conveniencias, es preferible reciclar los gases de combustión a través de los tubos de alimentación después de la separación y enfriamiento del dióxido de titanio.

5. Se verá que se puede usar más de un tubo de alimentación junto con un solo tubo de salida, o viceversa, pero para simplificar la descripción el aparato se describirá con un solo tubo de salida y un solo tubo de alimentación.
10. Los gases calientes producidos por la reacción y los gases fríos, después de encontrarse en el horno, salen juntos por los tubos de salida mediante succión. De esta forma, puede haber entre los extremos de los tubos de entrada de gas frío y de salida del producto un interespacio que permite la extracción de los gases quemados sin interrumpir la uniformidad de flujo de los gases en los tubos, o bien los tubos de entrada y salida pueden estar conectados y disponer de aberturas, preferiblemente en el tubo de salida, para la extracción de los gases quemados del horno.
15. En el más simple de los casos, v.g., en una instalación para la oxidación de tetracloruro de titanio en un horno que no dispone de alimentación de gases refrigerados, la extracción de los gases calientes se efectúa por el mantenimiento de un cierto grado de vacío, por ejemplo: mediante un aspirador, a través de uno o más tubos de salida que recogen los gases en el eje longitudinal del horno o cerca del mismo, lejos de sus paredes calientes.
20. Este simple dispositivo ofrece numerosas ventajas. Los gases calientes de la reacción no se ponen
- 25.
- 30.

328187



- 8 -

- nunca en contacto con las paredes del horno, la llama de los quemadores no se ve estorbada por turbulencia alguna, la oxidación se realiza con suavidad, y se evita la formación de incrustaciones que producen la obstrucción de la tobera del quemador y/o tubos de alimentación y tubos de salida. Además, es posible refrigerar los tubos mediante circulación de agua fría, estando hechos dichos tubos de material resistente a la corrosión, como puede ser aluminio o sus aleaciones.
- 5.
10. Una modificación de este tipo de horno, que tiene un dispositivo para la alimentación de gases fríos, consiste en un horno en el que hay colocados uno o más tubos para alimentar gases en la cámara de combustión y para sacarlos de la misma, equipado con un dispositivo para refrigerar los gases en los tubos y dispuesto de forma que los gases quemados se pongan en contacto con los gases fríos dentro de la cámara de combustión, cerca de su eje longitudinal, y se expulsan juntos con los mismos.
- 15.
20. En una forma preferida de esta modificación, los gases fríos entran y salen del horno a través de tubos encamisados por refrigeradores de agua, colocados horizontalmente a través de la cámara vertical y dotados de aberturas para que se junten y mezclen los gases dentro de la cámara de reacción.
- 25.
30. Es preferible que los tubos estén diseñados como un tubo de Vénturi, en cuyo caso el extremo estrecho del tubo de alimentación de gas frío forma un espacio anular con su extremo más ancho del tubo de salida en el cual penetra, haciendo que los gases calientes

328187

- 9 -

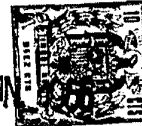


de la reacción sean succionados en el tubo de salida.

5. Cuando se usa un quemador de mezcla previa con este tipo de horno, los gases calientes se evacuan a través de uno o más tubos que los recogen en el eje longitudinal de la cámara de reacción o cerca del mismo, lejos de las paredes. Estos tubos se refrigeran, preferiblemente, mediante una corriente de agua que circula por una camisa y están hechos de un metal resistente a la corrosión como puede ser el aluminio o una de sus aleaciones, v.g., una aleación binaria que contenga un 3% en peso de magnesio. En estas superficies metálicas enfriadas no se forman incrustaciones y cualquier tipo de depósitos se desprenden fácilmente por simple raspado; los residuos bastos, si existieran, se recogen y recuperan fácilmente en el fondo del horno, que es conveniente que tenga una forma troncocónica.
- 10.
- 15.

20. La combinación de los quemadores con el horno extractor da por resultado un mejor control del tamaño de las partículas del dióxido de titanio obtenido y se evita la formación de depósitos en las paredes y la obstrucción de la tobera del quemador y/o de los tubos de alimentación y de salida. El dióxido de titanio resulta con una textura muy buena.

25. Se ha averiguado que con este tipo de horno se pueden mezclar los gases producidos por la combustión en el horno con la cantidad apropiada de gases reciclados y así sacar la suspensión de dióxido de titanio en los gases quemados calientes sin perturbar ninguna de las condiciones o estados que prevalecen durante la reacción de oxidación y en la llama y sin que se obture
- 30.



la tobera del quemador y/o los tubos de entrada y salida por los depósitos de dióxido de titanio.

- Estas aberturas de salida pueden ser anulares o tener cualquier otro diseño, disponiéndose en línea los tubos de alimentación y salida, pero completamente separados, o como variante, formados de hecho en un solo tubo provisto de una o varias aberturas que pueden tener cualquier configuración apropiada, por ejemplo en diversos lugares, pero preferiblemente en el lado opuesto al que da cara a la llama con el fin de evitar el sobrecalentamiento.
- 5.
- 10.

El invento se ilustra mediante los planos adjuntos en los que:

- La Figura 1 es una vista de corte transversal esquemática de un horno y quemador combinados sin dispositivo para la recirculación de gases fríos;
- 15.

La Figura 2 es una vista de corte transversal esquemática de un horno y quemador combinados con dispositivo para la recirculación de gases fríos;

- 20.
- La Figura 3 es una vista de corte transversal de una parte de otro aparato que tiene dispositivo para la recirculación de gases fríos, y

- 25.
- La Figura 4 es una vista de corte vertical transversal de un quemador del presente invento, empleado en los aparatos representados por las Figuras 1 y 2.

- 30.
- Tomando los planos como referencia, el aparato ilustrado en la Figura 1 comprende un horno vertical de oxidación 1, en cuya parte superior un quemador de mezcla previa 2 produce una llama 3 que arde en la zona

328187

- 11 -

20.



5. de reacción 4 en el eje del horno. La llama llega cerca del extremo interior de un tubo de salida 5 por los que los gases calientes producidos 6 son succionados por la acción de un aspirador (no representado). Estos gases se enfrían en el tubo de salida 5 mediante agua que fluye por una camisa (no representada) que rodea el tubo 5 y que está indicada por el número 7.

10. El aparato ilustrado en la Figura 2 es en general similar con la excepción de que se halla adaptado para el empleo de gases fríos reciclados del horno.

15. Los gases fríos reciclados se introducen por un tubo de alimentación 14 situado un poco más abajo de la mitad de un horno de oxidación 12 equipado con un quemador de mezcla previa 13. El tubo de alimentación 14 se abre en la zona de reacción cerca de un tubo opuesto de salida 15, hallándose separadas las puntas de ambos tubos por un espacio libre 16 y hallándose dichos tubos refrigerados en su totalidad por agua fría en circulación por la camisa 17 (no ilustrada).

20. El espacio libre 16 dispuesto entre los extremos de los tubos es de un tamaño suficiente para permitir que los gases calientes producidos por la reacción sean barridos por el tubo de salida 15 por los gases fríos, o sea, aproximadamente la mitad del diámetro del tubo.

25. Los gases calientes producidos retienen en suspensión el dióxido de titanio producido por la reacción en partículas más o menos finas. Se ha indicado que es conveniente que las partículas más finas salgan por el tubo de salida, mientras que las más bastas caerán

30.



en la parte inferior del horno donde se acumulan y de donde se pueden sacar de una forma automática, continua o no, y recuperarse.

5. El dispositivo de tubos de alimentación y de salida ilustrado en la Figura 3 es particularmente ventajosos. En él, el espacio libre 16 de la Figura 2 se reduce a un espacio anular 21 formado entre el extremo 22 del tubo de alimentación 24 y el extremo 23 del tubo de salida 26, penetrando el tubo de alimentación en el de salida; en esta disposición, el espacio 21 no sirve para el paso de los gases, sino para dejar huelgo para la expansión térmica de las partes metálicas del aparato.

10. El extremo estrecho 22 del tubo de alimentación 24 sirve para elevar la presión de los gases fríos en el tubo. Los gases calientes son arrastrados al tubo de salida 26 a través de una abertura 27 lo suficientemente grande como para no estorbar el flujo de los mismos y encontrarse entonces con los gases fríos inmediatamente después de que han penetrado en el tubo de salida. La abertura 27 puede tener diversas formas, que pueden ser redonda, ovalada o de cono truncado. Es conveniente diseñar el tubo como uno de Vénturi, según se ilustra.

15. La Figura 4 representa un quemador de mezcla previa del presente invento y se halla representado en forma esquemática en 2 y 13 en las Figuras 1 y 2 respectivamente. En esta figura, A representa una cabeza de quemador con tubos concéntricos, B una camisa refrigeradora por circulación de agua fría que penetra en la boca de admisión 28 y sale por la de expulsión 29 y C una cámara de mezcla.

20.
25.
30.

32818720 JUN



- 13 -

5. El oxígeno se introduce en la cabeza del quemador A por medio de la boca de admisión 30, se puede si se desea mezclar con nitrógeno u otro gas inerte que penetra por vía de la boca de admisión 31 y pasa al orificio de entrada 33, estando regulada la velocidad del flujo por la posición de las aletas movibles 32. El monóxido de carbono o cualquier otro gas inflamable se alimenta a través de la boca de admisión 34 y el tetracloruro de titanio (junto con oxígeno si se desea) a través de la boca de admisión 36 en el orificio de entrada 33, haciéndose la regulación mediante las aletas movibles 35 y 37 respectivamente.

15. Los diversos gases pasan a través del estrecho orificio de entrada 33 a la cámara de mezcla C, donde se mezclan completamente entre sí antes de llegar a la tobera del quemador 38, donde se prenden. Puesto que tanto los tubos concéntricos de admisión como la cámara de mezcla se conifican en dirección del orificio de entrada, se forma un cuello estrecho entre los tubos concéntricos y la cámara de mezcla, produciendo un efecto de Vénturi que da una mayor turbulencia en el orificio de entrada, dando lugar a una mezcla más eficaz en la cámara mezcladora.

25. Este tipo de quemador permite la formación de una llama estable y regular y su mantenimiento, que da lugar a un producto con un tamaño de partícula apropiadamente uniforme. La estabilidad de la llama se realza aún más por el uso del tipo de horno extractor, una combinación que ofrece la ventaja adicional de reducir las pérdidas y dificultades producidas por la formación de in-

30.

328 187



- 14 -

crustaciones de titanio dentro de la cámara de reacción.

N O T A

5. 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
10. Solicitud de Patente presentada en Inglaterra, con fecha 22 de Junio de 1.965 nº 26.241/65, 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: "Aparato para producir óxidos metálicos pulverulentos", caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
20. 1ª.- Aparato para producir óxidos metálicos pulverulentos, caracterizado porque comprende un horno que contiene uno o más dispositivos quemadores, un dispositivo para descargar los gases del horno que contienen el óxido, y un dispositivo para enfriar y separar dicho óxido.
25. 2ª.- Aparato según la reivindicación 1, caracterizado porque el horno tiene una forma cilíndrica, con su eje longitudinal sensiblemente vertical, estando colocados el quemador o quemadores para proporcionar una llama axial dirigida en sentido descendente y el dispositivo para descargar los gases que contienen el óxido comprende uno o más tubos de salida que se hallan colocados
30. en forma radial y tienen sus aberturas en dicho eje o cer-

328187

- 15 -



ca del mismo.

5. 3ª.- Aparato según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque comprende al menos un tubo refrigerado de alimentación para la introducción de gas frío en el horno, cuyo tubo se abre en el horno cerca de las aberturas del tubo o tubos de salida.
10. 4ª.- Aparato según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque comprende también al menos un tubo de alimentación para la introducción de gas frío en los extremos abiertos del tubo o tubos de salida, formando cada tubo de alimentación, con un tubo de salida, un tubo de Vénturi adaptado para hacer que los gases fríos ejerzan una fuerza de arrastre sobre los gases calientes.
15. 5ª.- Aparato según la reivindicación 1, caracterizado porque el quemador o quemadores son del tipo de mezcla previa que comprenden una cámara mezcladora que tiene en un extremo una tobera de quemador y que se conifica en dirección del otro extremo para formar un estrecho orificio de entrada, y dispone de conductos conectados en dicho orificio de entrada, por lo que éste puede ser alimentado separadamente con oxígeno, un gas inflamable y vapores de un haluro metálico.
20. 6ª.- Aparato según la reivindicación 5, caracterizado porque los conductos para el oxígeno; gas inflamable y vapores de haluro metálico tienen la forma de tubos concéntricos que se conifican en dirección del orificio de entrada, formando así con la cámara mezcladora, un tubo de Vénturi.
25. 7ª.- Aparato según la reivindicación 5,
- 30.

328187

- 16 -



caracterizado porque la cámara mezcladora tiene una camisa que mediante circulación de agua refrigera el contenido de la cámara.

5. 8ª.- "Aparato para producir óxidos metálicos pulverulentos", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

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

10.

Madrid,

20 JUN. 1966

FABRIQUES DE PRODUITS CHIMIQUES DE THANN ET DE MULHOUSE

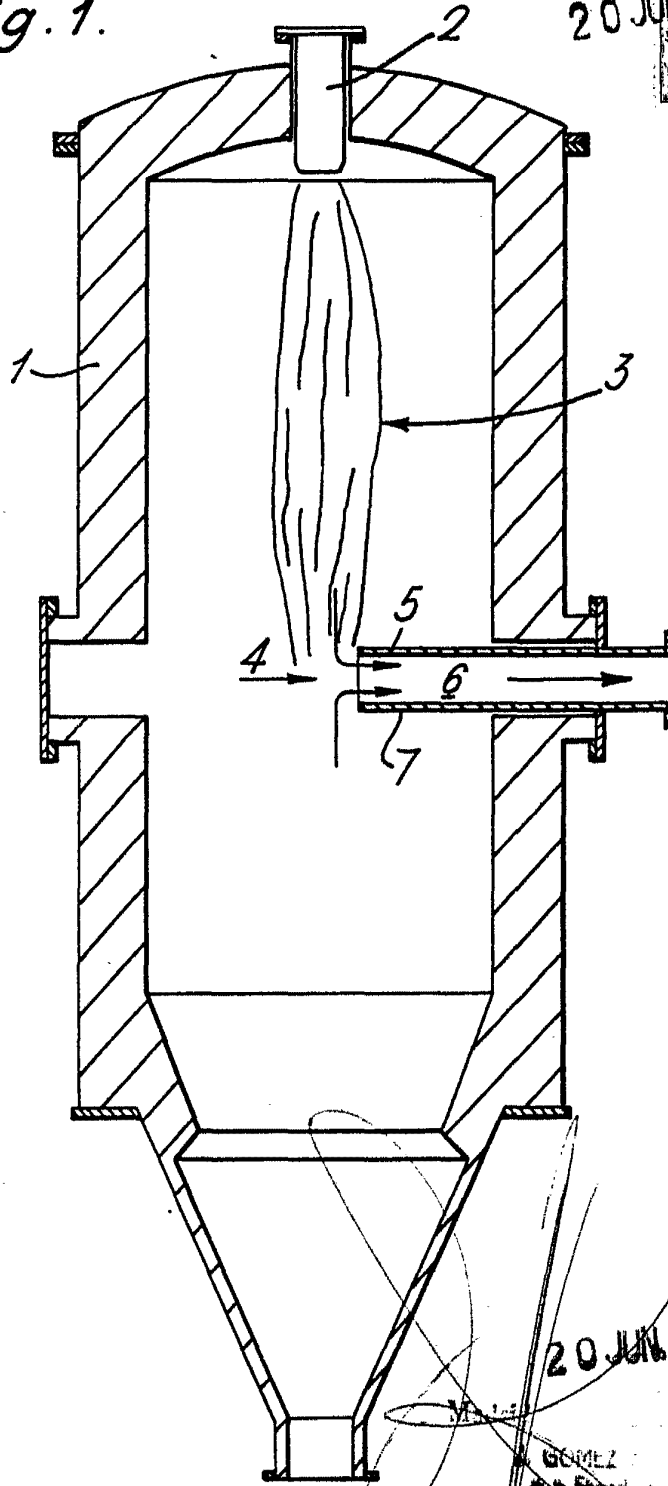
J. GOMEZ DE SO Y MODEI
E. Elizalde y Hernández Ruiz

328187

ESCALA
VARIABLE

Fig. 1.

20 JUN 1966



20 JUN 1966

GOMEZ ... MODE;
de ...

328187

ESCALA
VARIABLE

20 JUN 1966

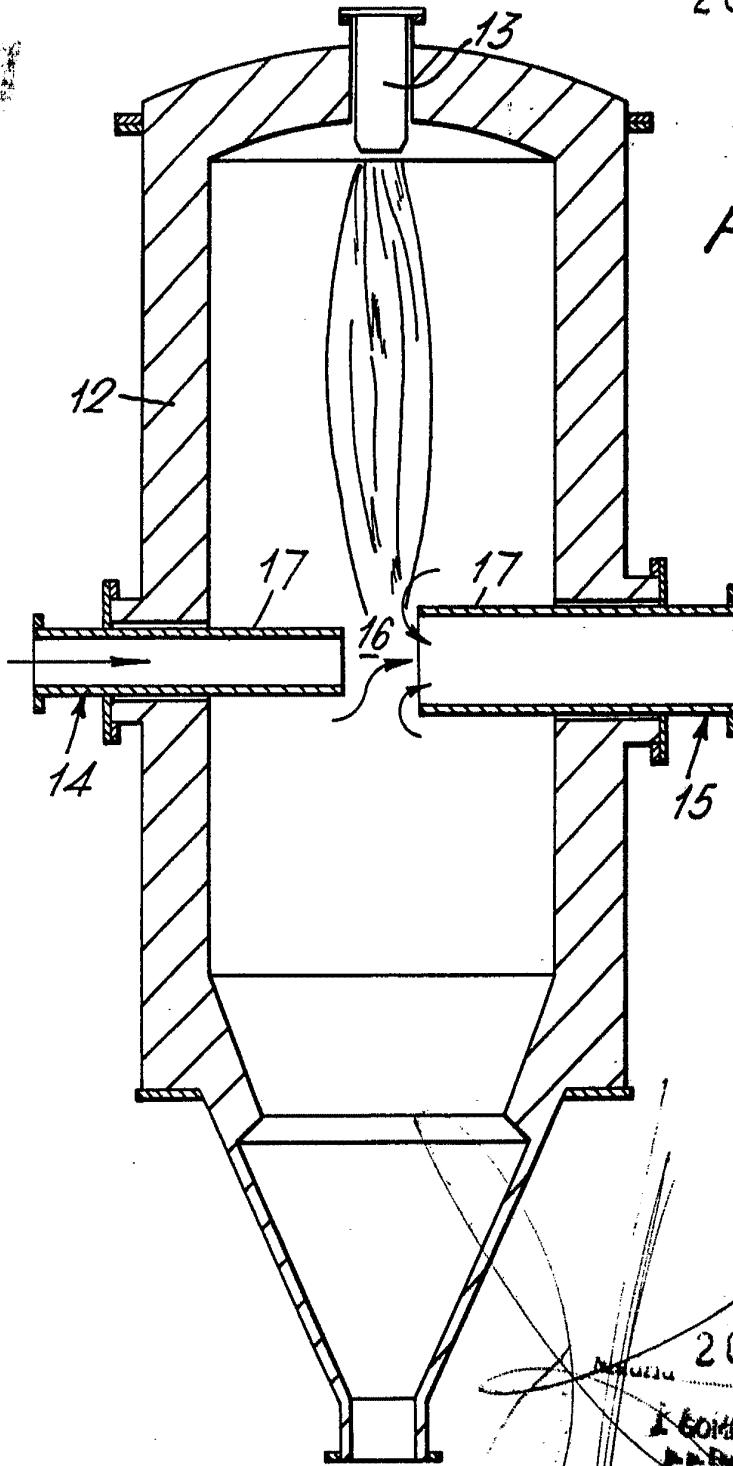


Fig. 2.

20 JUN 1966
GOMEZ AC-BO Y MODE
Ingeniero de Minas y Geología

ESCALA
VARIABLE

328187

