

329358



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una.

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: FABRIQUES DE PRODUITS CHIMIQUES DE
THANN ET DE MULHOUSE.

RESIDENCIA: F-68 THANN - FRANCIA.-

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE
OXIDOS METALICOS".

Prioridad: Patente francesa n.º 27.016 del 3-8-65.

21



1 El presente invento se refiere a un procedimiento
y un dispositivo para la oxidación de la fase gaseosa de
halogenuros metálicos, y trata en especial de la obten- -
ción de pigmentos de dióxido de titanio mediante la com--
5 bustión de tetracloruro de titanio en presencia de una -
llama auxiliar.

Este procedimiento y este dispositivo pueden ser
empleados para todos los halogenuros metálicos, a excep--
ción de los fluoruros, que a la temperatura de oxidación
10 requerida sean suficientemente volátiles y capaces de for-
mar pigmentos de óxidos.

Para la obtención de óxidos metálicos mediante la
oxidación de halogenuros metálicos en la fase de vapor, -
son conocidos diversos procedimientos. Para ello se hacen
15 reaccionar los cloruros, bromuros y yoduros volátiles, -
con oxígeno, aire u otro gas oxigenado apropiado, para ob-
tener el correspondiente óxido metálico y halógeno. Estos
procedimientos son especialmente apropiados para la obten-
ción de los óxidos de titanio, circonio, silicio, alumi--
20 nio y hierro.

En la mayoría de los casos, sobre todo en la oxi-
dación de tetracloruro de titanio, requieren estas reac--
ciones la aportación de calor adicional, para mantener los
componentes de la reacción a una temperatura que sea ca--
25 paz de conseguir una velocidad de reacción suficientemen-
te grande. Hasta ahora existían para la aportación de es-
te calor adicional dos posibilidades fundamentales de pro-
cedimiento. En una de estas posibilidades, uno o todos -
los componentes de la reacción se caldean por separado -
30 hasta una temperatura a la que, durante la mezcla de los



1 componentes de la reacción, pueda tener lugar su transfor
mación a una velocidad alta de reacción. En la segunda po
sibilidad se emplea una llama auxiliar, por la que se ha-
cen pasar los componentes de la reacción por separado o -
5 mezclados ya entre sí y, a veces, también ya parcialmente
precalentados.

Estos procedimientos emplean los dispositivos más
diversos, si bien en todos ellos tiene lugar la oxidación
de los halogenuros metálicos dentro de una llama, que es-
10 tá circundada de manera relativamente estrecha por una ca
ja, cuya temperatura es casi exactamente la misma que la
temperatura de la llama, y en cuyas paredes interiores pue
den presentarse diversas reacciones secundarias. Con ello
los halogenuros que no han sido transformados en la zona
15 de reacción principal, reaccionan con el oxígeno en las -
paredes de la caja, o bien con óxidos metálicos ya forma-
dos y que se ha depositado sobre dichas paredes, formando
con ello cristales de óxidos cuya estructura es sustan- -
cialmente distinta de la estructura del óxido formado en
20 la zona de reacción principal. Estos cristales, de estruc
tura distinta, impurifican entonces de manera indeseable
el producto obtenido en la reacción de transformación quí
mica principal, o bien quedan asentados en las superficies
interiores de la cámara de la reacción, originando con -
25 ello una variación perjudicial del tamaño y de la forma -
de dicha cámara, lo que repercute desfavorablemente en -
las propiedades de los óxidos obtenidos, pudiendo originar
también un bloqueo o una obturación total de la cámara de la
reacción, con lo que resulta necesario el desmontaje del
30 dispositivo y su limpieza. Las mismas dificultades pueden

21



1 presentarse, cuando las partículas de óxido formadas en la
zona de reacción principal se quedan adheridas a las pare-
des calientes de la caja, conglomerándose allí hasta un ta-
maño de partícula inñeseable, que convierte al producto ob-
5 tenido en inapropiado para determinados fines de utiliza-
ción o como pigmento.

Para orillar estas dificultades se ha probado ya -
hacer las paredes de la cámara de la reacción con un mate-
rial refractario poroso, y hacer pasar a través de estas -
10 paredes un gas a presión, para así desprender de dichas pa-
redes los cristales de óxido formados y depositados sobre
ellas. Ahora bien, repetidos ensayos han demostrado que la
efectividad de este procedimiento es limitada y muy insegu-
ra. Ante todo es muy elevada la pérdida de presión del gas
15 comprimido hecho pasar por estas paredes porosas, puesto -
que los poros tienen un diámetro my pequeño y discurren -
irregularmente, por lo que el gas entrante en la cámara de
la reacción llega a una velocidad que es casi igual a cero
llegando además en distintas direcciones de afluencia, no
20 uniformes, debido a que los diversos poros están dispuestos
en la cámara de la reacción formando ángulos distintos.

De este modo sigue la pared interior de la cámara
de la reacción expuesta lo mismo que antes a los efectos -
de la llama de combustión, con lo que se pone muy calien-
te. La formación y la deposición de óxidos sobre la pared
25 interior no pueden, por consiguiente, ser evitadas unifor-
memente, sino exclusivamente en los lugares en los que la
llama está distanciada suficientemente de la pared inte-
rior de la caja. Además se suelen deformar frecuentemente
30 las paredes porosas, dadas las altas temperaturas emplea-



1 das.

5 Otro inconveniente digno de mención, estriba en que las cámaras de la reacción experimentan a altas temperaturas una pérdida considerable de calor, lo que repercute de manera muy desfavorable en la economía de esta forma de procedimiento. En los procedimientos que emplean una llama auxiliar, se pueden compensar estas pérdidas de calor aumentando la cantidad de gas combustible para esta llama auxiliar. Ahora bien, con ello resulta una dilución mayor de los halogenuros obtenidos a la vez que los óxidos metálicos, lo que asimismo repercute de manera desfavorable en la economía del procedimiento.

15 La finalidad principal del presente invento, es por consiguiente orillar los inconvenientes anteriormente enumerados de los procedimientos hasta ahora conocidos, y crear un nuevo método, así como un dispositivo eficaz para ello, destinados a la obtención de óxidos metálicos en la fase gaseosa, discurriendo la oxidación muy rápidamente y con un rendimiento extraordinariamente elevado.

20 Otras ventajas en la puesta en práctica del procedimiento conforme al invento y en la realización del dispositivo para él apropiado, se desprende de la descripción siguiente en combinación con los dibujos adjuntos, mostrando:

25 La figura 1, una representación esquemática, en sección, de un dispositivo sencillo, y

La figura 2, una sección vertical a través de una forma de realización preferente de este dispositivo.

30 El invento consiste en general en un procedimiento para la obtención de óxidos metálicos mediante la com-



21

1 bustión de un halogenuro metálico con un gas oxidante y -
un gas combustible, llevándose a cabo la combustión den--
tro de una zona circundada por una pared metálica delgada
y porosa, de un grueso de 0,05 a 4 mm, y por una capa de
5 gas relativamente fría, zona en la que está dispuesta la
llama de oxidación, consistiendo la capa gaseosa de sepa-
ración en un gas frío alimentado a través de dicha pared
metálica de manera continua y uniforme, bajo una presión
pequeña, mientras que la combustión se fomenta con ayuda
10 de una llama auxiliar constante, fuera de la zona de la -
reacción.

 A este particular asciende el espesor de la capa
gaseosa de separación convenientemente a alrededor de $L/10$
a $1/2$ del radio de la zona de combustión, y discurre en--
15 tre la periferia exterior de la zona de oxidación y la pa-
red metálica de separación, dependiendo el espesor de la
capa sustancialmente del diámetro de esta zona de oxida--
ción. De este modo no llegan los óxidos formados hasta la
pared de la caja, con lo que se orillan las dificultades
20 de los procedimientos anteriores.

 De acuerdo con otra mejora del procedimiento con-
forme al invento, el gas que forma la capa de separación
consiste, o bien en un gas combustible, o bien en un gas
inerte, o también en un gas de recuperación. El espacio -
25 limitado por esta capa de separación es la cámara anular
de reacción propiamente dicha, en cuyo centro está dis- -
puesta la luminosa llama de halogenuro metálico que, en -
el caso de emplearse tetracloruro de titanio, es manteni-
da mediante la alimentación de oxígeno y de tetracloruro
30 de titanio a través de una conducción central. La alimenta



21 U

1 ción de los gases adicionales de combustión tiene lugar -
en otro punto del reactor, y la capa gaseosa de separación
está prevista entre la llama de oxidación y la pared metá-
lica permeable. La velocidad de la alimentación de los ga-
5 ses para la formación de la pared gaseosa de separación a
través de la pared metálica permeable, es preferentemente
de 0,06 a 2 l/c.c./minuto. El gas que rodea a la llama de
oxidación consiste preferentemente en una mezcla de gases
reactivos o inertes, cuya composición depende del lugar en
10 que esta mezcla de gas es introducida en las tres zonas -
de la cámara de reacción que serán descritas a continua-
ción. Estas tres zonas de la cámara de reacción, son las
siguientes: Cuando el gas que forma la capa de separación
circunda a la llama de oxidación en su parte inferior, es
15 tá constituida la mezcla por gases reactivos. Si el gas -
formador de la capa de separación rodea a la llama de oxi-
dación por su parte central, entonces la mezcla de gases
está compuesta por gases inertes, mientras que en la parte
superior de la llama de oxidación, la mezcla de gases es-
20 tá formada por un gas de recuperación.

El espacio exterior que circunda la pared metáli-
ca permeable, es común para todas las zonas de la cámara
de reacción, y el paso del gas de una zona a otra tiene -
lugar de manera continua, siguiendo los gases dentro de -
25 esta zona por lo pronto una dirección horizontal, y des-
pués una dirección vertical, con lo que la llama es mante-
nida de este modo separada por todas las partes de la pa-
red que circunda la zona de la reacción.

La pared permeable que permite el paso y la dis-
30 tribución uniforme de los gases reactivos, puede estar he

21



1 cha de la manera siguiente: Una pared metálica porosa, que
deja paso a una gran cantidad de gas en dirección rectan-
gular, incluso cuando estos gases han sido caldeados pre-
viamente, o una placa metálica perforada con el mayor nú-
5 mero posible de orificios, que dejen pasar una gran canti-
dad de gas reactivo. En cualquiera de los casos han de es-
tar provistas las superficies de estas paredes con orifi-
cios pasantes, que sean pequeños y están dispuestos lo -
más juntos posibles unos de otros, con el fin de que para
10 una alimentación determinada de gas, la velocidad de la -
corriente sea suficientemente elevada. Para ello son apro-
piadas paredes metálicas delgadas, con una porosidad de 2
- 40%.

15 En la forma de realización del dispositivo confor-
me al invento representada en la figura 1, penetra la mez-
cla gaseosa de la reacción, por ejemplo, una mezcla de te-
tracloruro de titanio y oxígeno, en la cámara de la reac-
ción a través de la conducción 5, ardiendo aquí con una -
llama 8 que es mantenida en sentido axial en el centro de
20 la cámara de reacción por medio de una gruesa capa gaseo-
sa de separación 9, comprendida entre la pared exterior 3
y la llama 8.

25 Esta capa gaseosa de separación 9 se puede conse-
guir, tanto mediante la introducción de un gas combusti-
ble, tal como monóxido de carbono, a través de la conduc-
ción 6 en la cámara comprendida entre la pared exterior 3
y el tubo 2 que soporta la pared tubular de separación 1,
o bien mediante la alimentación de un gas inerte a través
de la conducción 7 por encima de una pared de separación
30 4. El gas combustible que penetra por 6, pasa por los ori-



1 ficios de la pared 1, tal como ha sido indicado por las -
flechas, y fomenta la combustión, para lo cual se combina
con el oxígeno y el halogenuro que entran axialmente a -
través de la conducción 5, formando así la llama de oxida
5 ción o la zona de oxidación, tal como puede apreciarse en
el dibujo. Debido a la introducción lateral de los gases
a través de las conducciones 6 y 7, se forman llamas auxi
liares laterales, que están dirigidas hacia la llama de -
oxidación central.

10 Partículas de óxido metálico se forman rápidamente
te en la llama 8, que es mantenida alejada de la pared po
rosa por la capa gaseosa de separación 9. Los gases de re
cuperación que son introducidos en la cámara 32 a través
de la conducción 7, sirven para mantener una temperatura
15 de esta pared de separación a un valor, que es sustancial
mente inferior a la temperatura de la zona de reacción, -
por ejemplo, a temperatura ambiente. En el extremo de sa
lida de esta segunda zona, la mezcla de gas, con el óxido
suspendido en ella, es conducida a través de conducciones
de salida 19 para llegar a un dispositivo colector apro--
20 piado para el óxido de metal, dispositivo que no ha sido
representado.

25 El procedimiento descrito anteriormente, puede -
ser puesto en práctica de diversas maneras. Así, por ejem
plo, puede ser conducido uno de los gases reactivos, o bien
una mezcla de gases parcial o totalmente reactivos, a tra
vés de la pared compacta exterior 3 y de la pared permea
ble interior 1, mientras que el gas de recuperación de la
mezcla de gases de la reacción se introduce en un extremo
30 de la cámara de reacción, junto con el halogenuro metáli-



1 co. Ahora bien, para ello es necesario que los componentes
de la reacción introducidos por entre la pared exterior 3
y la pared permeable 1, formen por fuera de la pared permeable,
5 en este espacio exterior, una mezcla que no pueda todavía reaccionar aquí. De este modo tiene lugar toda la reacción de la transformación química dentro de la cámara de la reacción y alejada de las paredes exteriores frías, con lo que éstas quedan protegidas por la gruesa capa gaseosa de separación.

10 La temperatura de la pared permeable interior 1, que es refrigerada continuamente y de manera uniforme por el gas procedente de fuera, no es muy elevada, de modo que esta pared interior puede estar hecha de un metal corriente, tal como acero, aleaciones de acero, níquel o aluminio. Las paredes perforadas uniformemente, tal como son
15 apropiadas conforme al invento, pueden estar constituidas por diversos materiales, tales como, por ejemplo, una lámina perforada, una rejilla formada por alambres unidos entre sí, o una tela metálica, cuyos alambres de urdimbre sean más gruesos que los alambres de la trama. Mediante
20 ensayos se ha comprobado, que la superficie de pared que puede ser atravesada por el gas en una dirección uniforme y sin pérdida de velocidad de la corriente, debe ser de aproximadamente 2 - 40% de la superficie total de la pared, de modo que la presión del gas al pasar este por dicha pared, no se vé reducida sustancialmente.

25 En el caso de emplearse tetracloruro de titanio como halogenuro metálico y monóxido de carbono como gas auxiliar, tiene lugar la oxidación del halogenuro en una zona,
30 en la que existen todos los gases precisos para la



1 reacción de la transformación química. Ahora bien, esta -
zona no está limitada materialmente, ni por las paredes -
de la cámara de la reacción, ni por la conducción que es-
tá dispuesta axialmente con relación a la cámara de la -
5 reacción, y a través de la cual son alimentados los demás
componentes de la reacción. Con ello se reduce sustancial-
mente el intercambio de calor con el medio ambiente de la
cámara de reacción, ya que el intercambio tiene lugar ex-
clusivamente por radiación y no por conducción. El calor
10 producido por la reacción de oxidación entre el monóxido -
de carbono y el halogenuro, se emplea sustancialmente pa-
ra elevar la temperatura de los participantes en la reac-
ción, lo que representa una ventaja esencial frente a los -
procedimientos conocidos, en los que la zona de la reac-
15 ción está formada por paredes refractarias.

En una variante preferente del invento, comienza
la reacción del monóxido de carbono en la parte inferior
de la cámara de reacción y la formación del óxido de me--
tal queda finalizada en la parte superior, antes de que -
20 tenga lugar un enfriamiento rápido. La parte permeable 1 en
la zona superior de la cámara de reacción es protegida con-
tra los gases calientes de la reacción por medio de una -
pequeña cantidad de gas de recuperación, que en cambio no
rebaja de manera notable la temperatura de los gases de la
25 reacción.

En el dispositivo para esta forma de realización,
la parte exterior de la cámara de reacción está constituí-
da por dos cilindros de vidrio 15 y 17, con un diámetro de
aproximadamente 60 mm. Tal como ha sido representado en la
30 figura 2, asienta la parte inferior del cilindro 15 en una



1 ranura anular de una base 13 de aluminio. Esta unión está hermetizada frente a los gases por medio de una junta dispuesta en el fondo de la ranura y que no ha sido representada.

5 La parte superior del cilindro está insertada del mismo modo en una ranura anular existente en una pieza de separación 16.

10 Esta pieza central de separación 16 sirve al mismo tiempo como base para el cilindro 17, sobre el que asienta una pieza similar 18, estando realizada la unión entre estas piezas de la manera que ha sido descrita anteriormente.

15 Dentro de esta caja están dispuestas la pared cilíndrica permeable o la rejilla 1, que en este caso tiene un diámetro de 34 mm. y una altura de 200 mm. Esta pared de separación puede estar constituida, por ejemplo, por una tela metálica de níquel, que está asentada por su extremo inferior sobre un manguito cilíndrico 14.

20 Esta rejilla o pared de separación 1 pasa interiormente por las piezas 16 y 18, formándose así una cámara superior 71 y una cámara inferior 51. La base 13 es hueca y está subdividida mediante una placa de metal 33 en dos cámaras superpuestas. Al mismo tiempo está la cámara superior 31 equipada con un empalme exterior 311 y se comunica con -
25 la cámara anular 51 a través de doce orificios, de los que en el dibujo ha sido representado únicamente uno, que ha sido designado con 312, y que tienen un diámetro de 2 mm. La cámara inferior 32 sirve para la refrigeración de la base 13, en la que es hecha entrar agua de refrigeración a -
30 través de la conducción 321, siendo hecha salir por la con



1 ducción de salida 322. Esta base 13 está provista de una -
abertura central, por la que pasa un tubo de alimentación
12.

5 La pieza central de separación 16 y la pieza supe-
rior de refrigeración 18 están hechas de manera similar -
que la base 13, y tienen forma anular. El espacio interior
está dividido en dos partes por medio de discos metálicos
63 y 83. De ellas sirven los espacios superiores 61 y 81 -
asimismo para una distribución uniforme del gas, mientras
10 que los espacios inferiores de cada una de estas partes -
son recorridos continuamente por el agua de refrigeración.
Todas estas partes están hermetizadas frente a los gases -
por la parte de fuera del dispositivo.

15 Un gas combustible, por ejemplo, monóxido de carbono,
es introducido a través de la conducción de alimenta-
ción 311, distribuyéndose uniformemente a través de las do-
ce aberturas 312 en la zona 51 de distribución de gas. Es-
te gas combustible fluye a lo largo de la pared interior 1
en un recorrido de 60 mm, que por abajo está limitado por
20 el extremo superior del manguito 14 y por la línea de con-
tacto entre la pieza central de separación 16 y la pared -
de separación 1.

25 Parte de los gases de recuperación, es decir, de la
mezcla de gases restante después de extraído el óxido metá-
lico formado, es conducida a través de la conducción 611 -
y de las doce aberturas 612, fluyendo a lo largo de la pa-
red interior 1 hasta una altura de 120 mm. entre la pieza
de separación 16 y la parte superior de refrigeración 18.

30 A través de la conducción 811 y de las doce abertu-
ras 812 es hecha entrar una cantidad suficiente de gas de



1 recuperación frío, para poner la temperatura del halógeno
y del óxido metálico, así como la del dióxido de carbono,
a una temperatura inferior a 600°. Esta mezcla de gas, que
contiene el óxido metálico formado, es conducida entonces
5 a un dispositivo corriente para la recogida de óxidos metá-
licos, tales como, por ejemplo, dióxido de titanio, lo que
se ha indicado en la figura 2 de manera esquemática por me-
dio de la flecha 19. El tubo de alimentación 12 para la -
mezcla de halogenuro y oxígeno, puede estar constituido -
10 por un tubo de vidrio "a" con un diámetro interior de 6
mm, cuyo borde superior está dispuesto 40 mm. por debajo -
del borde superior del manguito cilíndrico 14.

El procedimiento conforme al invento y su puesta -
en práctica mediante el empleo del dispositivo descrito, -
15 serán explicados con más detalle a base de los ejemplos de
realización siguientes:

EJEMPLO I

Empleando un dispositivo de acuerdo con la figura
2, se utilizan las siguientes cantidades, medidas a tempe-
20 ratura ambiente:

- CO 3 l/min. (litros/minuto)
- N₂ 1,2 l/min (para que el gas combus-
tible llegue en total a
70%)
- O₂..... 5,2 l/min.
- 25 TiCl₄ 3 l/min.
- AlCl₃..... 2,1% (con relación al TiCl₄)
- Gas de recuperación 1 .. 3 l/min.
- Gas de recuperación 2 ... 15 l/min.

30 Primeramente se prende la llama auxiliar, que rá-



21

1 pidamente adopta la forma de un cilindro de 25 mm. de diámetro y 70 mm. de altura, encontrándose su borde inferior en el fondo de la pared de separación 1. La introducción de tetracloruro de titanio en esta llama, origina una disminución de su diámetro y un agrandamiento hacia arriba. -
5 Por encima de esta zona caliente y luminosa, donde se oxida el tetracloruro de titanio, es evacuado el dióxido de titanio formado, que es arrastrado por los gases de oxidación en forma de una columna cilíndrica. Esta columna no hace contacto con la pared interior 1, que está protegida por una pequeña cantidad de gas de recuperación de 20 - 50º.

Una vez enfriado mediante una mayor cantidad de gas de recuperación de 20 - 50º y, seguidamente, por medio de un refrigerador corriente, se recoge el producto de la -
15 reacción y se analiza. El óxido obtenido consiste en más de 98% en rutilo, con un tamaño de grano especialmente ventajoso, cuyo tamaño medio de partícula oscila entre 1700 y 2300 A. El color, la propiedad de teñido, el poder cubri--
20 dor y la capacidad de dispersión del dióxido de titanio así obtenido, hace a este producto especialmente apropiado y valioso para su empleo en pinturas, materiales sintéti--
cos, papel, caucho y otros campos de aplicación.

EJEMPLO 2º.

Las condiciones del procedimiento fueron similares a las del ejemplo 1º, a excepción de que el monóxido de -
25 carbono fué mezclado previamente con una proporción variante de oxígeno, pero sin que llegara a sobrepasar 10%. Con ello se obtuvo una llama de oxidación más grande, dentro -
de la cual era más uniforme la temperatura.

30 EJEMPLO 3º.



1 En este caso se calentó el tetracloruro de titanio
a una temperatura inferior de 700°, precalentándose previa-
mente a aproximadamente 450°. La cantidad de tetracloruro -
de titanio que fué oxidada en una llama en condiciones si-
5 milares a las del ejemplo 1º, fué aproximadamente 20% supe-
rior a la conseguida en el ejemplo 1º.

El monóxido de carbono empleado al mismo tiempo, -
puede ser modificado mediante la adición de agua, hidróge-
no, gases hidrogenados y óxidos nítricos, cuyos efectos en
10 la combustión del monóxido de carbono son bien conocidos.

Del mismo modo se pueden incorporar también a los
halogenuros diversas adiciones, que pueden modificar las -
propiedades del óxido metálico obtenido, tales como haloge-
nuros de aluminio o de silicio, en una proporción de entre
15 0,01 y 5%, con relación al halogenuro metálico empleado.

Los dispositivos anteriormente descritos, destina-
dos a la puesta en práctica del procedimiento conforme al
invento, pueden ser modificados asimismo en cuanto a su -
forma, su tamaño, la clase de sus aberturas y sus cámaras.
20 Así, por ejemplo, puede ser la cantidad de gas combustible
alimentada mayor o menor, según sea la temperatura deseada
para la llama. Todas estas modificaciones y adaptaciones -
del quemador a una determinada posibilidad de aplicación -
del procedimiento conforme al invento, entran dentro del -
25 marco del presente invento.

La ventaja principal del presente invento estriba
sustancialmente en la supresión de toda clase de depósitos
sobre las paredes refrigeradas de la cámara de reacción, y
en la reducción de la cantidad de gas combustible precisa
30 para el mantenimiento de la temperatura de oxidación, así



1 como en la obtención de halógenos menos diluidos con rela-
ción a otros procedimientos con una llama auxiliar, lo que
favorece sustancialmente su aplicación para la clorización
del rutilo.

5 Aparte de todo ésto, es el dispositivo conforme al
invento sencillo en su estructura, requiriendo tan solo ma-
teriales relativamente baratos. Este dispositivo no preci-
sa tampoco un caldeo antes de la oxidación del halogenuro
metálico, y se enfría de manera muy rápida, una vez que se
10 interrumpe la alimentación de los gases reactivos.

Debido a la utilización de una pared interior del-
gada y permeable, resulta que la temperatura del gas en la
superficie interior de esta pared no es sustancialmente más
alta que la temperatura del gas en la superficie exterior
15 de dicha pared, de modo que también la propia capa gaseosa
de separación está relativamente fría. Este efecto favora-
ble no se puede conseguir mediante las paredes gruesas po-
rosas empleadas en los dispositivos conocidos, puesto que
estas paredes gruesas poseen una capacidad calorífica con-
siderable, representando una caída de la capacidad térmica
20 para los gases pasantes a través de ellas, con lo que los
gases se hallan caldeados al llegar a la cámara de reac-
ción, incluso cuando estos gases son hechos entrar a una
temperatura relativamente baja. En la construcción descrita
25 del dispositivo, se reducen considerablemente los gastos -
para la refrigeración de las paredes. Asimismo puede ser -
baja la presión del gas, ya que éste fluye a través de -
aberturas que no están ramificadas como en las paredes po-
rosas y guían al gas en una dirección unitaria, sin redu-
cir de manera apreciable la velocidad de circulación.
30



1 Por el procedimiento de acuerdo con el invento, se
pueden obtener óxidos metálicos de un tamaño de grano muy
uniforme y que, por consiguiente, son excelentemente apro-
piados en especial para pigmentos.

5 El invento no está limitado naturalmente a la ob-
tención descrita de dióxido de titanio mediante la reduc-
ción de tetracloruro de titanio, ya que este procedimiento
puede ser aplicado también con el mismo éxito para la ob-
tención de dicho óxido a partir de otros halogenuros de ti-
10 tanio, tales como bromuros y yoduros, o mezclas de ambos.
De igual modo pueden ser tratados también por este procedi-
miento halogenuros de circonio, antimonio, aluminio, esta-
ño, cinc y hierro.

15 En resumen, la Patente de Invención que se solici-
ta, recaerá sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la obtención de óxidos me-
tálicos mediante combustión de un halogenuro metálico con -
un gas oxidante y un gas combustible, caracterizado porque
20 la combustión se lleva a cabo dentro de una zona circunda-
da por una pared metálica delgada y permeable y por una -
capa de gas relativamente fría, consistiendo dicha capa ga-
seosa de separación en un gas frío hecho pasar bajo una pe-
queña presión a través de esta pared metálica de manera -
25 continua y uniforme, y porque la combustión se fomenta por
medio de una llama auxiliar constante, fuera de la zona de
la reacción.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindica-
ción 1, caracterizado porque la capa gaseosa de separación
30 tiene un espesor igual a 1/10 a 1/2 del radio de la zona -



- 1 de combustión.
3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la pared gaseosa de separación está constituida principalmente por un gas combustible.
- 5 4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el gas que forma la capa de separación es alimentado a una temperatura sustancialmente inferior a la temperatura de combustión.
- 10 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el gas que forma la capa de separación es alimentado en la parte superior de la zona de combustión, mientras que el halogenuro metálico, junto con el gas oxidante, es alimentado en la parte inferior.
- 15 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el gas que forma la capa de separación consiste en un gas de recuperación.
- 20 7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la alimentación del halógeno metálico y del gas oxidante tiene lugar en la parte inferior de la zona de combustión, mientras que la separación del óxido metálico formado se realiza en la parte superior.
- 25 8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la mezcla de los productos gaseosos de la reacción es devuelta para formar la capa gaseosa de separación, una vez extraído el óxido metálico.
9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como gas para la capa de separación se utiliza monóxido de carbono.
- 30 10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como gas para la capa de separación



1 ración se utiliza una mezcla de un gas inerte y un gas reac
tivo.

5 11. Un procedimiento de acuerdo con la reivindica
ción 1, caracterizado porque la pared metálica permeable -
tiene un espesor de 0,05 a 4 mm.

12. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE OXIDOS METALICOS".

10 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presente Memoria descriptiva que consta de veinte páginas
mecnografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 21 Julio 1.966

BERNARDO UNGRIA
P.P.

15

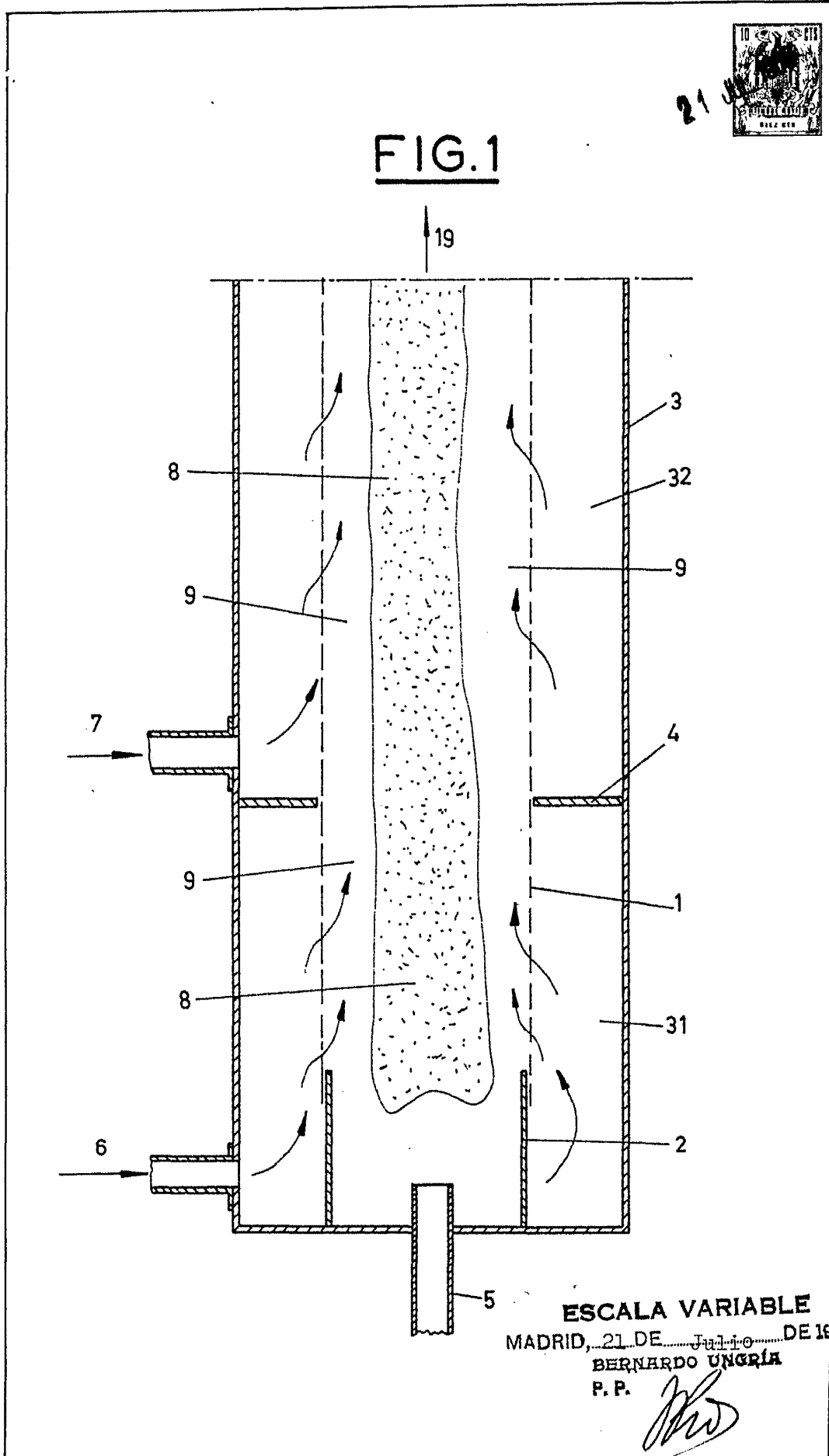
20

25

30



FIG. 1



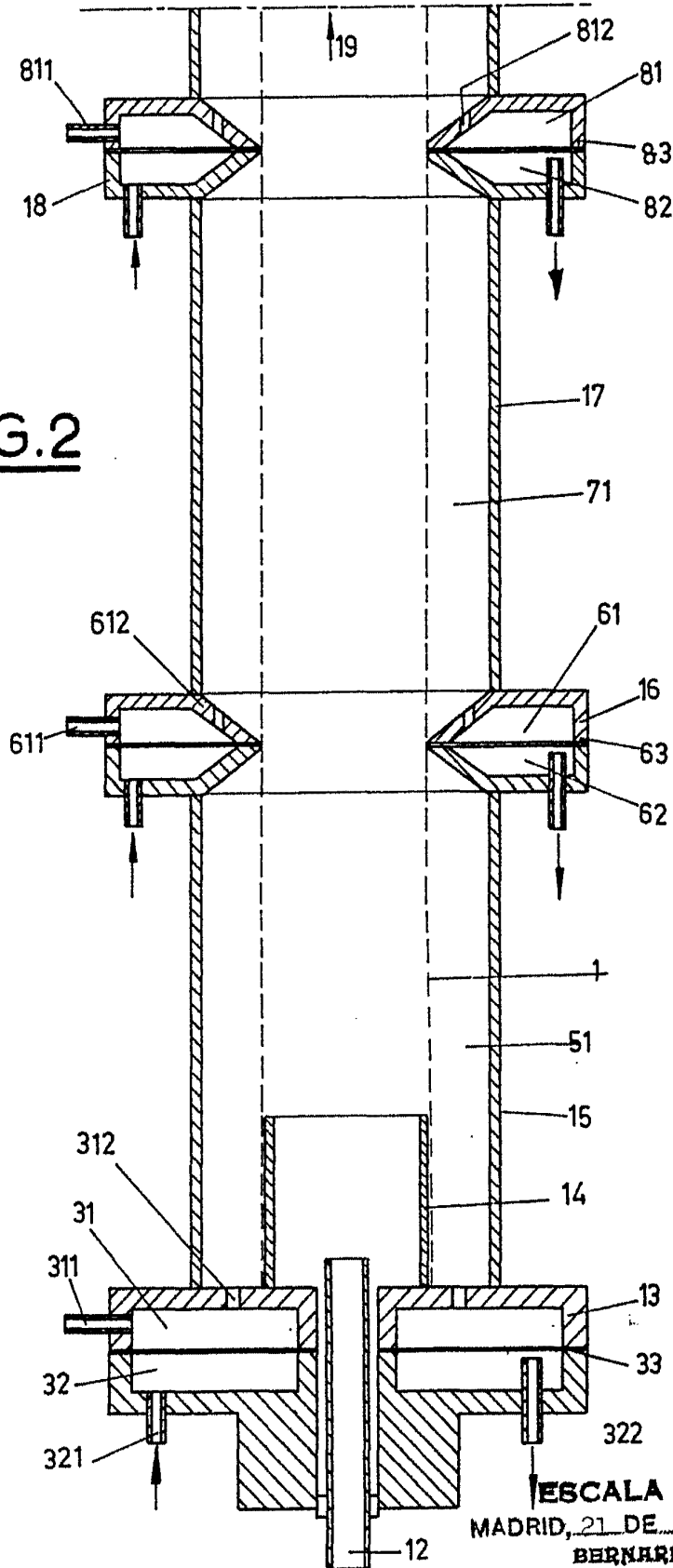
ESCALA VARIABLE
MADRID, 21 DE Julio DE 1966
BERNARDO UNGRÍA
P. P.

329,358



21 JUL

FIG.2



ESCALA VARIABLE
MADRID, 21 DE Julio DE 1966
BERNARDO UNGRIA
P.P.