



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de TITANGESELLSCHAFT MBH., entidad alemana, establecida en Leverkusen 1, República Federal Alemana, por:
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE DIOXIDO DE TITANIO FINAMENTE DIVIDIDO".

5 En la fabricación de pigmentos de dióxido de titanio haciendo reaccionar en una cámara de reacción, tetracloruro de titanio gaseoso y oxígeno o gases que lo contengan, se producen trastornos considerables debido a formarse deposiciones de dióxido de titanio sobre las paredes de la cámara de reacción. Estas deposiciones afectan a la conducción del gas en la cámara de reacción; con ello no solamente se ve influida perjudicialmente la calidad del producto obtenido y dificultada la regulación de la operación,
10 sino que en el transcurso de éste se desprenden también tro



zos bastantes grandes de dichas deposiciones de la pared,
que penetran en el producto de finamente dividido acumulado
por debajo de la cámara de reacción, teniendo que ser libe-
rado ésta nuevamente de tales trozos en una fase de traba-
5 jo separada. Las deposiciones forman sobre las paredes de
la cámara de reacción una capa aislante del calor; con
ello se perjudica una aportación o eliminación de calor,
posiblemente necesarias para el curso de la reacción, y
realizadas por medio de un dispositivo de calefacción o
10 de refrigeración dispuesto en la pared exterior del reac-
tor o cámara de reacción. Al crecer más las deposiciones,
se obtura el reactor totalmente, y hay que interrumpir la
operación. Asimismo se produce una pérdida de dióxido de
titanio como consecuencia de la formación de deposiciones,
15 ya que el dióxido de titanio de estas deposiciones es de
menor calidad y únicamente puede ser aprovechado difícil-
mente.

Para la formación de las deposiciones se cono-
cen diversas causas. Partes no transformadas de las sus-
20 tancias de partida de la reacción pueden llegar hasta la
pared y reaccionar directamente sobre ella. Por otra par-
te, no obstante, puede llegar también a las paredes del
reactor dióxido de titanio ya formado dentro del mismo,
fijándose sobre ellas.

25 Son conocidos diversos procedimientos para
contrarrestar la formación de deposiciones o eliminar
deposiciones ya formadas, antes de que lleguen a alcan-
zar una mayor extensión. Así, por ejemplo, ha sido pro-
puesto el evitar la formación de dióxido de titanio sobre
30 las paredes del reactor, por el hecho de que mediante la



introducción y la mezcla adecuadas de las sustancias de partida de la reacción, se consiga dentro del reactor rápidamente una reacción total, antes de que los gases lleguen a las paredes de la cámara (patente alemana nº 868.201).

5 Conforme a otros procedimientos, se propone que al menos uno de los participantes de la reacción sea diluído mediante la adición de un gas inerte. Se propone la utilización de cámaras de reacción grandes, o bien que las paredes de la cámara sean refrigeradas a una temperatura tan baja, que no
10 pueda tener lugar sobre ellas ninguna reacción que llegue a producir la formación de TiO_2 (patente británica nº 715.255).

Todos estos procedimientos adolecen de inconvenientes, o bien resulta difícil regular la operación de tal modo que se obtenga un producto irreprochable, o bien se necesitan cantidades grandes de gas inerte, que dificultan la separación del dióxido de titanio de la mezcla de gas que abandona el reactor. Si se emplean cámaras de reacción grandes, entonces se producen grandes necesidades de espacio y
15 costes elevados de material para el dispositivo empleado; la combustión discurre de manera incompleta, o bien es necesario llevar a cabo la reacción a temperaturas tan altas, que ya no existe la seguridad de que se forme un pigmento bueno; resulta además difícil aportar o eliminar eventualmente calor en medida suficiente a través de las paredes
20 del reactor. La refrigeración de las paredes del reactor hasta por debajo de una temperatura a la que pueda tener lugar todavía una reacción con formación de TiO_2 , únicamente es posible en determinados casos sin perjudicar la operación, no impidiéndose sin embargo deposiciones de dióxido de titanio ya formado dentro de la cámara de la reacción.
25
30



En toda una serie de patentes se describe la eliminación por vía mecánica de deposiciones ya formadas. Así, por ejemplo, se propone en la patente estadounidense número 2.805.921 eliminar las deposiciones mediante un rascador refrigerado, que es movido a lo largo de las paredes interiores del reactor a intervalos de tiempo regulares. En este procedimiento no se impide totalmente una impurificación del producto obtenido por las deposiciones desprendidas. El rascador tiene que consistir en un material que resista al menos durante algún tiempo las acciones de la atmósfera oxigenada y clorada existente en el reactor a las temperaturas elevadas. A pesar de emplearse un material resistente a la corrosión, tiene lugar un ataque por los gases calientes y la acción abrasiva del dióxido de titanio; tratándose de un rascador refrigerado por agua, puede también penetrar agua en el reactor como consecuencia de faltas de estanqueidad. En el rascador se producen fácilmente trastornos en la circulación del gas que, entre otras cosas, pueden originar deposiciones sobre el rascador. El rascador se puede agarrotar fácilmente, las paredes del reactor pueden deteriorarse y la eliminación de las deposiciones no es ya posible en cuanto, por un motivo cualquiera, se han hecho demasiado grandes. Además resulta difícil el paso del rascador a través de la pared del reactor en forma hermética para los gases.

De acuerdo con otra proposición (patente belga n^o 640.553), se trata de impedir la formación de deposiciones por el hecho de que el reactor está circundado por dos paredes, siendo la pared interior flexible y movida mediante variaciones de presión en el espacio comprendido



entre ambas paredes. El dispositivo es bastante complicado, y el material de la pared interior tiene que satisfacer exigencias elevadas en cuanto a resistencia mecánica, química y térmica.

5 Según otra proposición hecha en la patente francesa número 1.345.178, se introducen en el reactor partículas refractarias inertes, que son arremolinadas en la corriente de gas, eliminando las deposiciones de las paredes del reactor por acción de frote. Las partículas son descargadas junto con los productos de la reacción y tienen que ser separadas de éstos en un procedimiento separado. También aquí resulta posible un deterioro de las paredes del reactor.

10 Otros procedimientos tratan de la eliminación de las deposiciones por vía química. De acuerdo con una de las proposiciones, hay que interrumpir la reacción de tiempo en tiempo e introducir en la cámara de reacción monóxido de carbono y cloro y eliminar las deposiciones mediante cloración (patente británica número 715.255). Según otro procedimiento consisten las paredes del reactor en carbono poroso, a través del cual se difunde cloro en el reactor durante la reacción, eliminándose con ello el dióxido de titanio de las paredes (Patente de la República Federal Alemana, número 1.176.630). El dispositivo es caro, y el material de las paredes no es muy resistente mecánicamente. Además no es posible regular la reacción mediante refrigeración o calefacción de las paredes del reactor desde fuera.

20 Ha sido propuesto ya también, revestir las paredes del reactor interiormente con carbono u otro material que reaccione con oxígeno, por ejemplo, cloruro de magnesio o cloruro de calcio (patente británica número 715.255,



patente estadounidense número 2.340.610). El revestimiento tiene que ser renovado de tiempo en tiempo; las sustancias que se producen por reacción del revestimiento con oxígeno, impurifican el dióxido de titanio formado.

5 En la patente alemana número 1.119.838 se describe asimismo un procedimiento, en el que por medio de una corriente de gas se arremolinan en el reactor las partículas más bastas del dióxido de titanio, que entonces caen en forma de cascada a lo largo de las paredes, manteniéndolo a éstas con ello libres de deposiciones. En este procedimiento únicamente puede llevarse a cabo la reacción de forma que las sustancias de partida de la misma son introducidas desde abajo. Los productos de la reacción tienen que ser liberados de las partículas más bastas del dióxido de titanio que han sido arrastradas con ellos. Ha sido propuesto igualmente, introducir en el reactor, a través de las paredes porosas del mismo, monóxido de carbono o un gas inerte, refrigerándose además eventualmente las paredes del reactor mediante el empleo de gas licuado, que se evapora durante su introducción (patentes estadounidenses números 2.670.272, 2.670.275 y 2.750.260). En este procedimiento son necesarios dispositivos costosos.

10

15

20

Todavía son conocidos otros dos procedimientos, en los que un gas de lavado es conducido axialmente a lo largo del lado interior de las paredes del reactor, formándose con ello una capa protectora sobre las paredes del reactor, Conforme a uno de estos procedimientos, se introduce en el reactor un gas de lavado caliente, en las proximidades de los tubos de alimentación para las sustancias de partida de

25

30



la reacción (patente belga número 639.087); la capa protectora formada sobre las paredes del reactor, debe impedir la formación de deposiciones, así como también proporcionar calor adicional para la reacción. Para ello deben las paredes encontrarse por lo menos a la misma temperatura, e incluso a una temperatura más alta que el interior del reactor. El gas de lavado introducido es dirigido hacia las paredes de la cámara de reacción por medio de chapas de guía. El gas de lavado puede ser un gas inerte o también la mezcla de un gas combustible por oxígeno, que se quema axialmente a lo largo de las paredes del reactor.

En el segundo procedimiento, parte de la mezcla de gases obtenida en la reacción, liberada del dióxido de titanio y preferentemente enfriada, se vuelve a introducir en el reactor en las proximidades de los tubos de alimentación para las sustancias de partida de la reacción, se recoge allí en una caja de viento y, desde ésta, se conduce axialmente a lo largo de las paredes del reactor en forma de capa laminar, hasta la salida del reactor (patente sudafricana número 61/2796).

En ambos procedimientos tiene lugar la circulación del gas en la capa protectora en dirección axial. Para la formación de una capa protectora suficiente, hay que conducir a lo largo de las paredes del reactor, con una velocidad pequeña, una cantidad bastante grande de gas de lavado con relación al caudal de tetracloruro de titanio; la capa protectora no es por ello muy estable. Por una parte, puede ser atravesada por los gases de la reacción, volviéndose a producir deposiciones sobre las paredes del reactor; por otra parte tiene lugar, sobre todo al emplearse un gas



de lavado caliente, una mezcla entre el gas de lavado y la mezcla de la reacción, con lo que aumenta todavía más el consumo de gas de lavado y se influye desfavorablemente sobre la reacción en el interior del reactor. Al ser empleado gas de lavado frío, resulta que debido a mezclarse éste parcialmente con la mezcla de la reacción, se enfría dicha mezcla, de modo que para mantener la temperatura de la reacción es necesario quemar cantidades adicionales de un gas auxiliar combustible, por ejemplo, monóxido de carbono. Las deposiciones ya formadas no pueden ser eliminadas de nuevo como consecuencia de la corriente relativamente débil con que circula el gas de lavado, sobre todo cuando las paredes del reactor están calientes y el dióxido de titanio está adherido mas fuertemente a ellas. Si se pretende elevar la velocidad de la corriente para eliminar las deposiciones formadas, entonces sería necesario hacer pasar cantidades considerables de gas, con lo que al mismo tiempo la capa protectora se haría menos estable, debido a la formación de remolinos. Con ello se vería perjudicado considerablemente el curso de la reacción en el reactor, y se dificultaría la separación del dióxido de titanio formado.

Ha sido descubierto ahora por la entidad solicitante un procedimiento para la fabricación de dióxido de titanio de finamente dividido mediante la reacción entre tetracloruro de titanio gaseoso y oxígeno o gases que los contengan, dentro de un reactor y, eventualmente, empleando una llama auxiliar para el mantenimiento de la reacción y lavándose las paredes del reactor con un gas de lavado; este procedimiento impide de manera segura la formación de deposiciones de dióxido de titanio en las paredes del



reactor, y está caracterizado por el hecho de que este gas de lavado está frío en relación con los participantes de la reacción, y es introducido tangencialmente en el reactor.

5 El gas de lavado es insuflado con gran velocidad en el reactor, desplazándose en corrientes helicoidales a lo largo de las paredes del reactor, a la vez que forma una película. Esta película se mueve rápidamente, por lo que es estable, y no interacciona con los participantes de la reacción en el interior del reactor, de modo que no se
10 estorba el curso de la operación.

Se ha descubierto, que tienen que cumplirse determinadas condiciones en la corriente del gas de lavado. Mientras mayor sea la superficie de las paredes del reactor que
15 hayan de ser barridas por el gas de lavado, tanto mayor tiene que ser también el caudal de gas de lavado. Ha demostrado ser necesario, que el caudal de gas de lavado por m^2 de superficie de paredes del reactor barrida, ascienda por lo menos a $0,07 \frac{kg.}{m^2 \text{ seg.}}$. En efecto, si el caudal de gas de lavado es demasiado pequeño, entonces no se puede
20 generar en las paredes del reactor una película gaseosa suficientemente gruesa, y se producen deposiciones de dióxido de titanio. Asimismo es también importante la velocidad lineal a la que penetra el gas de lavado en el reactor. Esta velocidad debe ascender por lo menos a 20 m/segundo.
25 En efecto, si la velocidad de introducción del gas de lavado es demasiado pequeña, entonces la película de gas sobre las paredes del reactor resulta inestable, se produce una mezcla del gas de lavado con la mezcla de la reacción y se menoscaba el curso de la reacción, así como
30 la calidad del producto producido.



Las dos magnitudes que acaban de ser citadas, tienen en cierto modo que elegirse también dependientes una de la otra, si se quiere que el procedimiento conforme al invento funcione de manera satisfactoria. Si se elige un caudal del gas de lavado relativamente pequeña por m^2 de superficie de paredes del reactor a barrer, entonces tiene que ser elevada la velocidad de introducción del gas de lavado, y a la inversa. Es preciso que el producto formado por ambas magnitudes alcance un valor de por lo menos 2,5 km/m. seg². Las condiciones más favorables dependen del caudal de los participantes de la reacción, y tienen que ser determinadas de caso en caso.

La sorprendente acción del gas de lavado se base en varios factores. En las condiciones indicadas, se constituye una capaprotectora muy estable en las paredes del reactor, que no tiene su explicación exclusivamente en que el gas de lavado sea sostenido contra las paredes del reactor por la fuerza centrífuga. Como consecuencia de la diferencia de temperatura entre la mezcla caliente de la reacción y el gas de lavado frío, existe entre ambas capas de gas una diferencia de densidad y de viscosidad. Con ello se dificulta que el gas de lavado se mezcle con la mezcla de la reacción. La diferencia en la densidad y la viscosidad es tanto mayor, cuanto mayor sea la diferencia de temperatura entre ambas capas de gas. Por ello tiene que ser la temperatura del gas de lavado sustancialmente inferior a la de la mezcla de la reacción.

El dióxido de titanio que en ocasiones llegue a las paredes del reactor, es enfriado por el gas de lavado, por lo que se adhiere tan sólo débilmente a las paredes



del reactor, pudiendo ser barrido fácilmente por la corriente fuerte de gas de lavado. Mediante una refrigeración exterior de las paredes del reactor se puede reducir todavía más la adherencia del dióxido de titanio que llega a ellas.

5 Una refrigeración de la mezcla de la reacción, incluido el dióxido de titanio en ella existente, no tiene en cambio lugar, debido a la difícil miscibilidad de ambas capas de gas con lo que la reacción puede efectuarse sin estorbos.

10 Como gas de lavado son especialmente apropiados el aire, el nitrógeno, el dióxido de carbono y el cloro. Preferentemente, se puede utilizar como gas de lavado el gas de salida de la reacción, enfriado y liberado del dióxido de titanio.

15 Es verdad que son conocidos procedimientos, según los cuales en la reacción de tetracloruro de titanio con oxígeno o gases que lo contengan, dentro de un reactor, se insuflan en el reactor gases en sentido tangencial en las proximidades de las aberturas de entrada de las sustancias de partida de la reacción; ahora bien, estos gases
20 se emplean, al menos parcialmente, para la reacción, o bien son quemados en forma de llama auxiliar para el mantenimiento de la reacción en las paredes del reactor, o también se genera fuera del reactor, mediante la reacción de un gas combustible con oxígeno, un gas de combustión
25 caliente que se introduce tangencialmente en el reactor para suministrar calor adicional (solicitudes de patentes alemanas C 3428 IV/b/12g y C 8497 IVa/12m, publicadas el 7 de agosto de 1952 y 19 de julio de 1956; copias de solicitudes holandesas para el llamamiento a oposiciones
30 números 256.440, y 258.536).



En otro procedimiento se introduce en el reactor un gas inerte frío, por debajo del lugar en que comienza la reacción propiamente dicha del tetracloruro de titanio con el oxígeno, con el fin de enfriar los productos de la reacción escalonadamente, mediante mezcla, pudiendo la introducción del gas inerte efectuarse, tanto radial, como también tangencialmente (patente sudafricana número 63/4959).

En contraposición al procedimiento conforme al invento, se alimenta en estos procedimientos conocidos el gas introducido tangencialmente en otras condiciones técnicas de flujo distintas que las del procedimiento conforme al invento, puesto que se trata de provocar una acción recíproca entre dicho gas y el gas introducido tangencialmente, mediante mezcla y/o intercambio de calor.

El procedimiento de acuerdo con el invento puede ser puesto en práctica de múltiples maneras. El tetracloruro de titanio y el oxígeno o los gases oxigenados pueden ser hechos reaccionar entre sí por sí solos, o bien empleando una llama auxiliar generada por un gas auxiliar combustible. Las sustancias de partida de la reacción y, eventualmente, el gas combustible para la generación de una llama auxiliar, son introducidos tangencialmente en el reactor. Para ello se pueden introducir los diversos gases individualmente; los tubos de introducción pueden desembocar en el reactor dispuestos concéntricamente, o bien por separado, unos junto a los otros, pudiendo sus ejes disponerse paralelamente o inclinados ligeramente entre sí. Las sustancias de partida de la reacción y, eventualmente, el gas combustible, pueden mezclarse en-



5 tre sí total o parcialmente, antes de ser introducidos en
el reactor. También pueden agregarse sustancias que, de
la manera conocida, mejoren las propiedades de los pig-
mentos, por ejemplo, cloruro de aluminio y/o tetracloruro
de silicio. También la forma y manera de si las sustan-
cias de partida de la reacción y el gas combustible han
de ser precalentados y cómo, puede ser elegida dentro de
amplios límites. El gas combustible puede ser quemado
también por sí solo fuera del reactor, después de lo cual
10 se introducen los gases de combustión calientes en el
reactor. Los productos de la reacción formados, son ex-
traídos preferentemente en el extremo opuesto del reac-
tor, preferiblemente junto con el gas de lavado.

15 El gas de lavado puede ser introducido en el reac-
tor por lugares distintos, pudiendo realizarse la introduc-
ción por un sólo lugar, o bien por varios lugares. Si la
introducción del gas de lavado tiene lugar tan sólo por un
punto, entonces se le hace entrar en la cámara de reacción
preferentemente en las proximidades de los tubos de intro-
20 ducción para las sustancias de partida de la reacción, flu-
yendo entonces helicoidalmente hacia la abertura de salida
del reactor. En determinados casos, dependientes de las
condiciones del procedimiento, resulta ventajoso, a efectos
de estabilizar la capa de gas de lavado en las paredes del
25 reactor, estrechar la abertura de salida del reactor me-
diante un diafragma de forma de anillo circular.

30 El procedimiento conforme al invento puede ser
realizado en un dispositivo consistente en una cámara de
reacción, tubos de alimentación para las sustancias de
partida de la reacción y eventualmente, para un gas
auxiliar combustible, en el extremo superior,



así como una o más aberturas de descarga en el extremo inferior de la cámara de reacción, desembocando una o varias conducciones de alimentación de gas de lavado lateralmente en el reactor. Las conducciones de alimentación tienen que
5 estar constituidas de modo que el gas de lavado penetre tangencialmente en el reactor.

En las figuras 1 y 2 se muestra a manera de ejemplo un dispositivo adecuado, representando la figura 2 una sección a través de la figura 1 a lo largo del plano A-A*.
10 El dispositivo consiste en un reactor (1), tubos de introducción (2), (3) y (4) para tetracloruro de titanio, oxígeno o gas oxigenado, y un gas auxiliar combustible, dispuestos en el extremo superior del reactor, así como una
15 abertura de descarga (5) en el extremo inferior del reactor, que conduce a una cámara de separación. En las proximidades de los tubos de introducción (2), (3) y (4), desembocan tangencialmente en el reactor uno o más tubos de alimentación (6) para gas de lavado. En el caso de
20 emplearse varios tubos de alimentación (6), se pueden disponer, por ejemplo, de modo que sus desembocaduras (7) en el reactor (1) se encuentren a distancias iguales entre sí sobre un círculo situado perpendicularmente al eje del reactor, y que los ejes de los tubos de alimentación (6) discurren en el plano o aproximadamente en el plano
25 de dicho círculo; los ejes de los tubos de alimentación pueden apartarse también de este plano hacia arriba y hacia abajo, dentro de una medida ilimitada.

Otro dispositivo apropiado ha sido mostrado en la figura 3 y la figura 4; la figura 4 representa a este particular una sección a través de la figura 3 a lo largo
30



del plano C-C'. En este dispositivo se encuentra en el extremo superior del reactor (1), por debajo de los tubos de introducción (2), (3) y (4), un canal anular (8). A través de una o más conducciones tangenciales (9) penetra el gas de lavado, en una corriente tangencial, en el canal anular (8) directamente por encima del fondo, y pasa entonces al reactor (1), por encima de una presa (10), conservando su giro.

Otro dispositivo ha sido mostrado en la figura 5 y la figura 6. La figura 6 representa una sección de la figura 5 a lo largo del plano E-E'. En este dispositivo está el reactor (1) circundado a una altura determinada por una caja (11), que es alimentada con gas de lavado procedente de una conducción de alimentación (12). Desde esta caja penetra el gas de lavado en el reactor (1) a través de varias ranuras tangenciales (13).

Las conducciones de alimentación para el gas de lavado pueden desembocar en el reactor en las proximidades de los tubos de introducción para las sustancias de partida de la reacción, o también en otros lugares. Asimismo pueden estar dispuestas no solamente en un plano, sino también en varios planos a alturas diferentes del reactor.

En una variante ventajosa de los dispositivos descritos, puede la abertura de descarga (5) estar estrechada por un diafragma (14) de forma de anillo circular que, preferentemente, está dirigido perpendicularmente hacia las paredes del reactor. En la figura 1, y la figura 2, ha sido representado este diafragma a manera de ejemplo.

En todos los dispositivos descritos puede el reac



tor tener forma cilíndrica o también ser de forma ligeramente cónica. Las diversas partes de los dispositivos pueden consistir en metal, vidrio o material cerámico. Eventualmente se pueden prever en las paredes exteriores del reactor dispositivos de refrigeración apropiados.

La eficacia del dispositivo conforme al invento depende en cierto grado de las dimensiones del reactor. El reactor no debe ser demasiado largo; de otro modo se puede formar en el extremo inferior del reactor una deposición más gruesa de pigmentos. El diámetro del reactor es asimismo crítico en cierto grado. Si el reactor es demasiado estrecho, entonces es la combustión incompleta; si es demasiado ancho, entonces son influenciadas perjudicialmente las propiedades del producto. La longitud más favorable y el diámetro más favorable son distintos de caso en caso, y dependen, entre otras cosas, del caudal de los participantes de la reacción y/o del gas de lavado. En general aumentan las dimensiones más favorables del reactor al aumentar el caudal de los participantes de la reacción, mientras que en atención al caudal de gas de lavado, las dimensiones del reactor deben ser elegidas de tal modo, que el caudal de gas de lavado por m^2 de superficie de paredes del reactor ascienda por lo menos a $0,07 \text{ kg}/m^2 \cdot \text{seg}$.

Los ejemplos siguientes servirán para explicar el invento más detalladamente:

EJEMPLO I

Fué empleado un dispositivo conforme a la figura 1. El reactor cilíndrico (1) tenía una longitud de 500 mm. y un diámetro interior de 120 mm. Estaba hecho de aluminio y refrigerado por fuera. En su extremo superior se hallaban tres tubos de introducción (2), (3) y (4), que estaban dispuestos coaxialmente. En la parte superior del reactor desembocaban tangencialmente, a distancias iguales entre



sí, otros 6 tubos de introducción (6) con un diámetro interior de 6 mm. A través del tubo de introducción axial interior (2) se introdujeron 100 kg/hora de tetracloruro de titanio gaseoso precalentado a una temperatura de 350°C., y por el tubo de introducción axial del centro (3), 18 Nm³/hora (Nm³ = m³ en condiciones normales) de oxígeno precalentado a 250°C., y por el tubo de introducción axial exterior (4) 9 $\frac{\text{Nm}^3}{\text{hora}}$ de monóxido de carbono a temperatura ambiente, y se hicieron reaccionar en la cámara de reacción. Al mismo tiempo se hicieron pasar al reactor, a través de los tubos de introducción tangenciales (6), 40 Nm³/hora de aire a temperatura ambiente, en calidad de gas de lavado. La velocidad de introducción lineal del gas de lavado ascendió a 70 m/segundo, el caudal de gas de lavado por m² de superficie de paredes del reactor barrida a 0,076 kg/m².seg. y el producto de estas dos magnitudes a 5,4 kg/m. seg². La mezcla de reacción producida, fué descargada por el extremo inferior del reactor, enfriada y acabada adecuadamente.

La reacción fue interrumpida al cabo de 17 horas de discurrir sin perturbaciones.

Llevando a cabo el ejemplo 1º del mismo modo, pero sin la aportación de gas de lavado, se formaron en las paredes del reactor deposiciones gruesas de dióxido de titanio, y la reacción se paralizó al cabo de 30 minutos por obturación del reactor.

EJEMPLO II

Fué empleado un dispositivo conforme a la figura



1, consistente en aluminio. El reactor cilíndrico (1) era de 1065 mm. de largo y tenía un diámetro interior de 220 mm. En su extremo superior se encontraban tres tubos de introducción (2), (3) y (4), dispuestos coaxialmente. La
5 abertura de descarga (5), situada en el extremo inferior, estaba estrechada hasta un diámetro de 180 mm. por medio de un diafragma (14) de forma de anillo circular. En la parte superior del reactor desembocaban tangencialmente, a distancias iguales entre sí, otros 4 tubos de introducción (6) con un diámetro interior de 10 mm.

A través del tubo (2) fueron hechos pasar 500 kg/hora de tetracloruro de titanio precalentados a 350°C., por el tubo (3) 86 Nm³/hora de oxígeno precalentado a 250°C y por el tubo (4) 36 Nm³/hora de monóxido de carbono a temperatura ambiente, haciéndose reaccionar entre sí. A través de los tubos de introducción tangenciales (6) se insuflaron, en calidad de gas de lavado, 150 Nm³/hora de gas de salida precedente de la reacción, que había sido liberado del dióxido de titanio y enfriado hasta temperatura ambiente, con una velocidad lineal de 147 m/segundo. El caudal de gas de lavado por m² de superficie de paredes del reactor, ascendió a 0,16 kg/m².seg., y el producto de velocidad y caudal del gas de lavado por m² de superficie
15 de paredes de la cámara, 23,6 $\frac{\text{Kg}}{\text{m} \cdot \text{seg}^2}$.

La reacción transcurría correctamente todavía al cabo de 120 horas.

EJEMPLO III

30 Se trabajó con la misma instalación y en las mis-



5 mas condiciones que en el ejemplo II, con la única diferen-
cia de que para el gas de lavado se emplearon tubos de in-
troducción de 20 mm. de diámetro, en lugar de tubos de 10
mm. de diámetro. La velocidad lineal de entrada para el
gas de lavado ascendió a 37 m/segundo, y el producto de ve-
locidad y caudal de gas de lavado por m² de superficie de pa-
redes del reactor, a 5,9 Kg/m.seg². También en este caso
discurrió la reacción irreprochablemente.

EJEMPLO IV

10 Se repitió el ejemplo III, con la única diferen-
cia de que el caudal de gas de lavado ascendió a 90 Nm³/ho-
ra. Se produjeron cantidades más grandes de deposiciones
de dióxido de titanio en la mitad inferior del reactor.

15 A pesar de que la velocidad de 22 m./segundo para
el gas de lavado, así como la cantidad de paso de gas de
lavado por m² de superficie de paredes de la cámara, de
0,097 Kg/m².seg., consideradas por sí solas, podrían ser
lo suficientemente altas, fué insatisfactorio el efecto de
la corriente de gas de lavado. Ello fué debido al valor de-
20 masiado bajo del producto de velocidad caudal de gas de la-
vado por m² de superficie de paredes de la cámara, que as-
cendió tan solo a 2,1 kg/m.seg.².

EJEMPLO V

25 Se trabajó con la misma instalación y en las mis-
mas condiciones que en el ejemplo 22, a diferencia de que
los 4 tubos de introducción (6) para el gas de lavado te-
nían un diámetro interior de 35 mm. y de que el caudal de
gas de lavado ascendió a 220 Nm³/hora.

30 A pesar de que el caudal de gas de lavado por m²



de superficie de paredes del reactor de $0,24 \text{ Kg/m}^2 \cdot \text{seg.}$ y el producto del caudal de gas de lavado por m^2 de superficie de paredes del reactor y la velocidad lineal de introducción del gas de lavado de $4,2 \text{ kg/m} \cdot \text{seg}^2$. parecen ser suficientemente elevadas consideradas cada una por sí, no fue el espesor de la película de gas de lavado en las paredes del reactor suficiente, como consecuencia de la velocidad de introducción demasiado baja del gas de lavado, que ascendió tan solo a 18 m/segundo . Se produjo un mezclado parcial de la película de la pared con la mezcla de la reacción, y la reacción discurrió de manera incompleta.

EJEMPLO VI

Fué empleada la misma instalación y se trabajó en las mismas condiciones que en el ejemplo II, a diferencia de que para el gas de lavado fueron empleados únicamente 3 tubos de introducción con un diámetro de 6 mm. , y de que se emplearon $50 \text{ Nm}^3/\text{hora}$ de gas de lavado. A pesar de que la velocidad lineal de introducción del gas de lavado, de 182 m/segundo , y el producto de la velocidad de introducción del gas de lavado y el caudal de gas de lavado por m^2 de superficie de paredes de reactor, de $9,8 \text{ Kg/m} \cdot \text{seg}^2$, considerados por sí solos pudieran ser suficientes en esta experiencia, se produjeron deposiciones de dióxido de titanio en las paredes del reactor; ello se debe al valor insuficiente del caudal de gas de lavado por m^2 de superficie de paredes del reactor, que era tan sólo de $0,054 \text{ kg/m}^2$ por segundo.

EJEMPLO VII

Fué empleado un dispositivo conforme a la figura



3. La cámara de reacción cónica era de 1065 mm. de largo y tenía en su extremo superior un diámetro interior de 220 mm. y en su extremo inferior un diámetro interior de 170 mm. En su extremo superior se encontraba una caja (8) de forma de anillo circular, que presentaba dos tubos de introducción tangenciales (9) con un diámetro interior de 18 mm. para gas de lavado. Caja (8) y reactor (1) estaban separados entre sí por una presa (10), que terminaba a una distancia de 10 mm. de la placa de cubierta superior (15) del reactor, dejando libre por consiguiente una hendidura (16), a través de la cual pasaba el gas de lavado a la cámara de reacción.

A través de los tubos de introducción (2), (3) y (4), se introdujeron 500 kg/hora de tetracloruro de titanio precalentado a 350°C., 86 Nm³/hora de oxígeno precalentado a 250°C., y 46 Nm³/hora de monóxido de carbono a temperatura ambiente, y se hicieron reaccionar. Al mismo tiempo, y en calidad de gas de lavado, se insuflaron a través de los tubos de introducción (9) 100 Nm³/hora de gas de salida procedente de la reacción, liberado del dióxido de titanio y enfriado a temperatura ambiente, que afluyó al reactor a una velocidad de 61 m/segundo. El caudal de gas de lavado por m² de superficie de paredes de la cámara ascendió a 0,12 kg/m² por segundo, y el producto de esta magnitud y la velocidad lineal de introducción, a 7,3 kg/m.seg².

La reacción discurrió irreprochablemente todavía al cabo de 30 horas.

EJEMPLO VIII

Fué empleado un dispositivo conforme a la figura 5. El reactor tenía una longitud de 1065 mm. y un diámetro interior de 220 mm. A 300 - 350 mm. de distancia de su ex-



5 tremo superior, estaba circundado por una caja (11) de forma de nillo, provista de una conducción de alimentación (12). Des de la caja (11) conducían, a distancias regulares, 4 ranuras tangenciales (13) al reactor. Las ranuras tenían una sección transversal rectangular con una altura de 9,5 mm. y un ancho de 8 mm. A través de los tubos de introducción (2), (3) y (4), se hicieron pasar 500 kg/hora de tetracloruro de titanio precalentado a 350°C., 98 Nm³/hora de oxígeno precalentado a 250°C., y 46 Nm³/hora de monóxido de carbono a temperatura ambiente, que fueron hechos reaccionar en el reactor. A través de las ranuras (13) se insuflaron al mismo tiempo, en calidad de gas de lavado, 140 Nm³/hora de gas de salida liberado del dióxido de titanio y enfriado a temperatura ambiente, con una velocidad lineal de 142 m/segundo. El caudal de gas de lavado ascendió por m² de superficie de paredes del reactor a 0,145 kg/m² por segundo, y el producto de la velocidad lineal y el caudal por m² de superficie de paredes del reactor, a 20,5 kg/m/segundo².

20 La reacción discurrió de manera irreprochable todavía al cabo de 15 horas.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, con fecha 11 de diciembre de 1965, bajo el número T 29.994 IVa/12n, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

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:

30 1^o.- Un procedimiento para la fabricación de dió-



xido de titanio finamente dividido mediante la reacción de tetracloruro de titanio gaseoso con oxígeno o gases oxigenados dentro de una cámara de reacción, eventualmente empleando una llama auxiliar para el mantenimiento de la reacción, lavándose las paredes de la cámara de reacción con un gas de lavado, caracterizado por que dicho gas de lavado está frío con relación a los participantes de la reacción y es introducido tangencialmente en la cámara de reacción, siendo introducido el gas de lavado en tales condiciones, que el caudal de gas de lavado por m^2 de superficie barrida de las paredes del reactor asciende a por lo menos $0,07 \text{ kg}/m^2$ por segundo, la velocidad lineal de entrada a por lo menos $20 \text{ m}/\text{segundo}$, y el producto de estas dos magnitudes a por lo menos $2,5 \text{ kg}/m$ por segundo cuadrado.

2º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse aire, nitrógeno, dióxido de carbono o cloro como gas de lavado.

3º.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por emplearse como gas de lavado el gas de salida de la reacción, liberado del dióxido de titanio y enfriado.

4º.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la abertura de descarga de la cámara de reacción está estrechada mediante un diafragma de forma de anillo circular.

5º.- Un procedimiento para la fabricación de dióxido de titanio finamente dividido.

Tal y como se ha descrito en la memoria



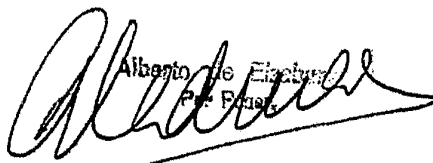
que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

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

5

Madrid, 12 AGO. 1967

P.Á.


Alberto de Echeburu
P.Á.

fb.

21-7-67

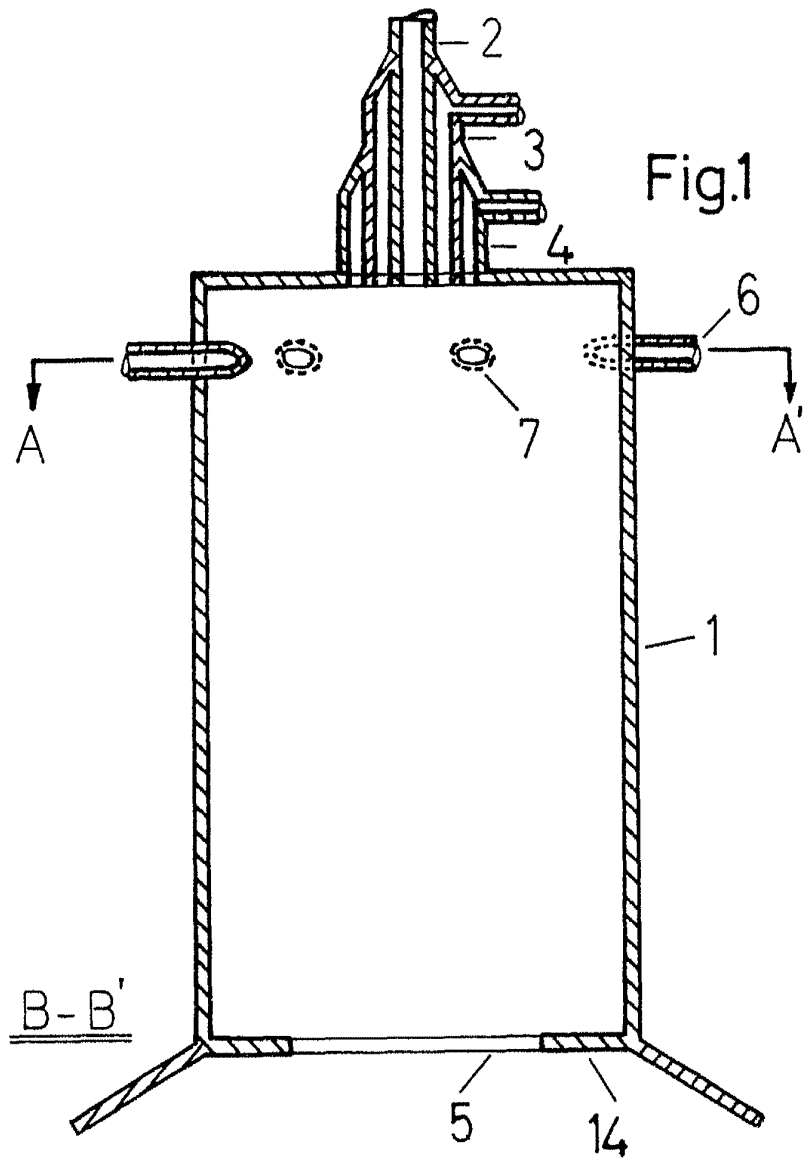


Fig.1

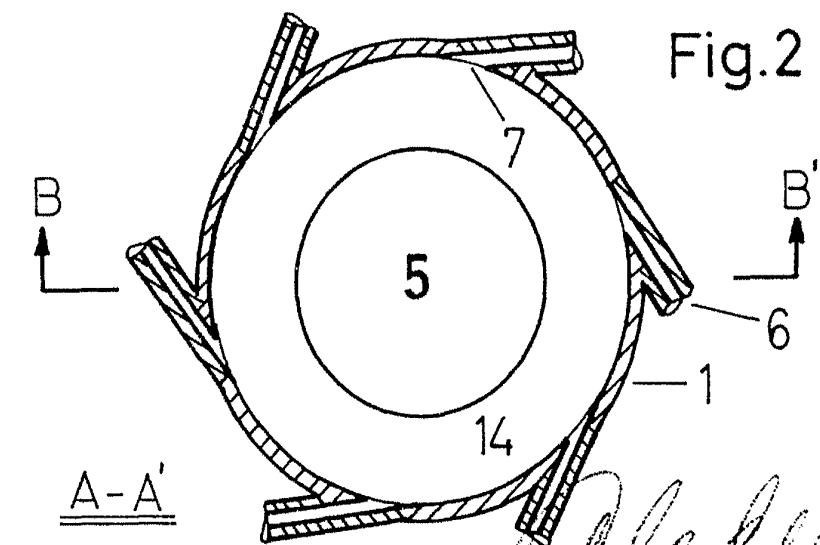
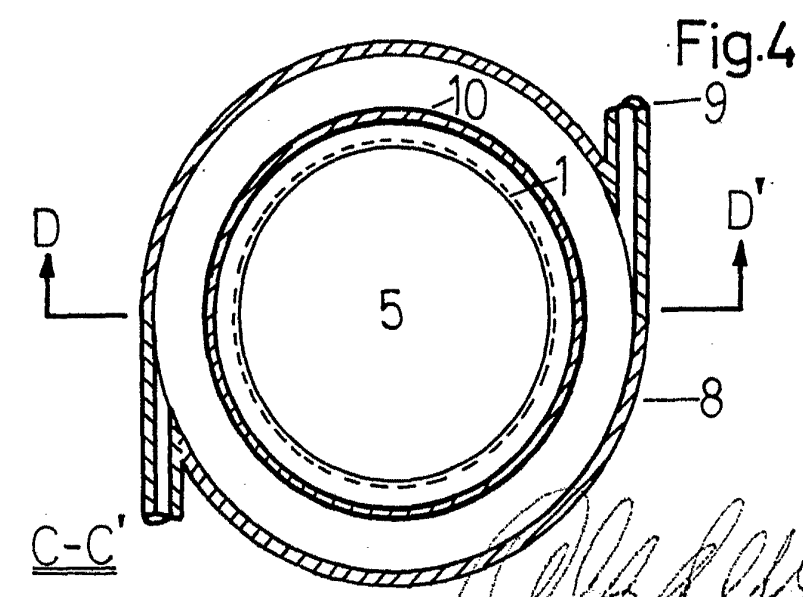
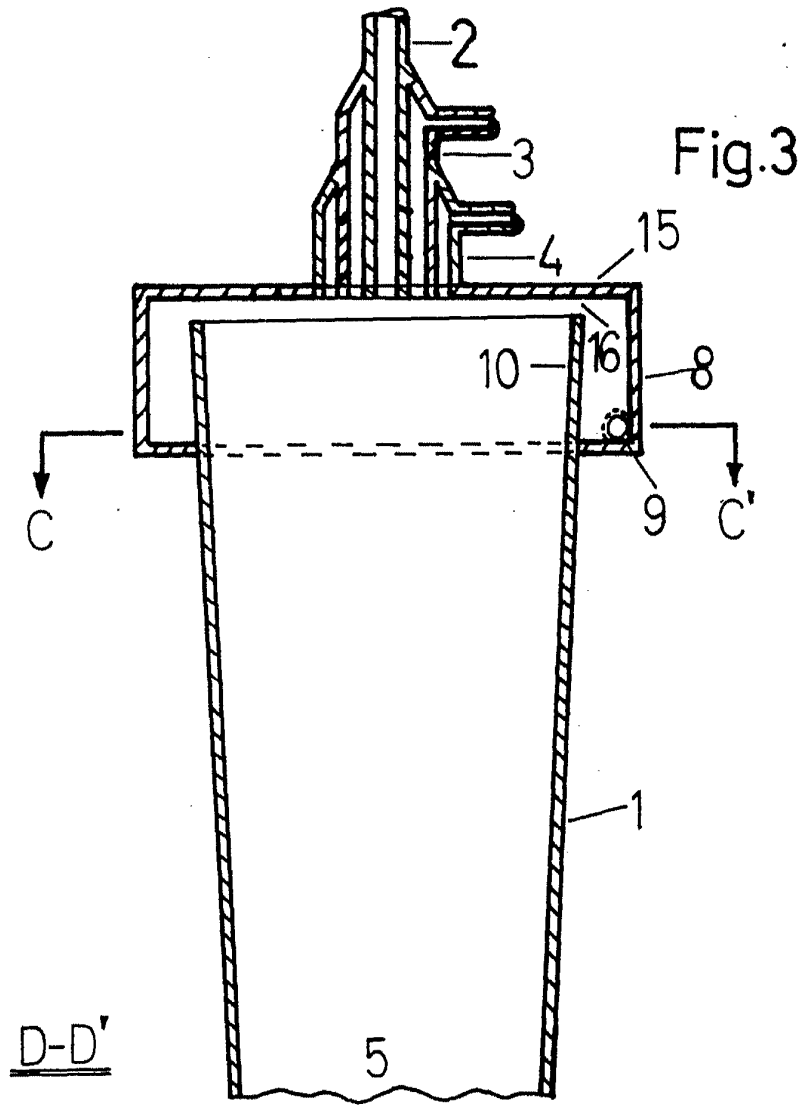


Fig.2

Handwritten signature or mark at the bottom right of the page.



Handwritten signature or mark at the bottom right of the page.

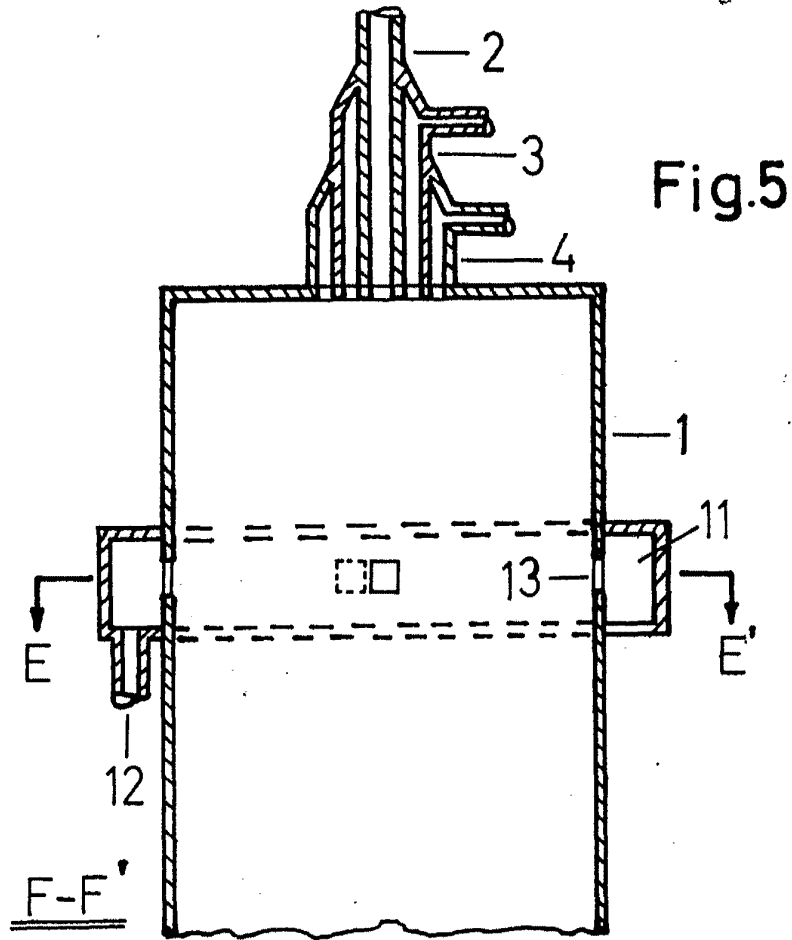


Fig. 5

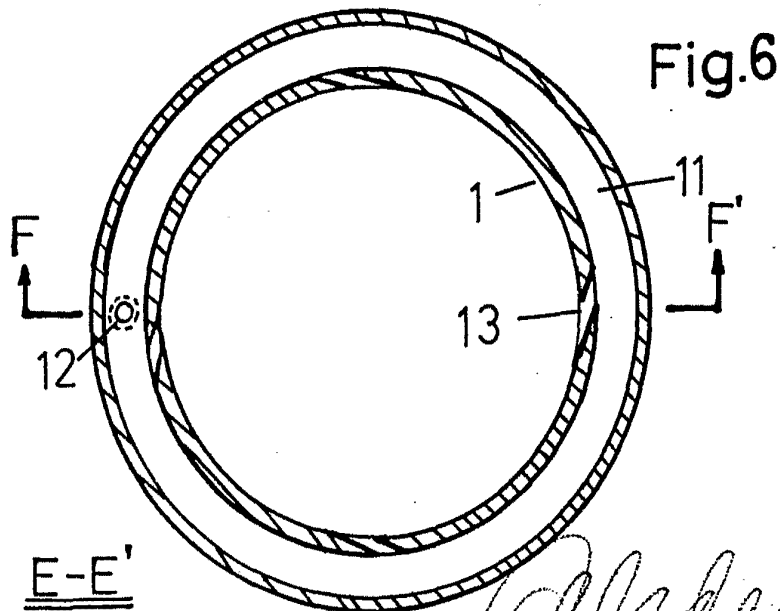


Fig. 6

Alkema