

343963

P - 35.895

343963

Case T-651
(Div.)

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de TITANGESELLSCHAFT MBH

entidad / ~~XXXXXXXXXXXX~~ alemana

con domicilio en Leverkusen 1, República Federal Alemana

por: "UN DISPOSITIVO PARA LA FABRICACION DE UN PIGMENTO
DE RUTILO CON UN CONTENIDO MUY PEQUEÑO EN ANATASA"
(Clase Internacional CO1g CO9c).

31.7.67

- 1 -



En la fabricación de pigmentos de dióxido de titanio por reacción de tetracloruro de titanio con oxígeno o con gases que contienen oxígeno, los materiales de partida de la reacción, y eventualmente un gas auxiliar combustible, son introducidos a través de conducciones de entrada en una cámara de reacción, y allí son hechos reaccionar a altas temperaturas. En la reacción resultan en la mezcla de reacción caliente primeramente partículas finas de TiO_2 , que consisten predominantemente en anatasa. Estas partículas crecen dentro de la zona de reacción caliente; simultáneamente tiene lugar una transformación de la anatasa en rutilo (esta transformación es denominada en lo que sigue en el texto simplemente "rutilización").

Manteniendo determinadas temperaturas, escogiendo condiciones de circulación apropiadas, añadiendo gases auxiliares inertes y los materiales que aceleran la rutilización, tales como por ejemplo cloruro de aluminio, se influye sobre el crecimiento de los granos y la formación de rutilo (memoria de patente británica número 686.570). Incluso después que la reacción está acabada, prosigue el crecimiento de las partículas a causa de la alta temperatura que reina en la cámara de reacción; también continúa la transformación de la anatasa en rutilo. Tan pronto como las partículas de dióxido de titanio han alcanzado un tamaño favorable para los fines de la técnica de pigmentos, la mezcla gaseosa debe ser enfriada, para impedir un nuevo crecimiento de las partículas. Para esto, la mezcla de reacción es llevada desde la cámara de reacción a una cámara de mezcla, donde tiene lugar el

343963



enfriamiento por adición de gas frío. La mezcla de reacción enfriada es retirada entonces de la cámara de mezcla, y se separa el pigmento desde la misma.

Para lograr en corto tiempo un enfriamiento eficaz de la mezcla de reacción caliente que abandona la cámara de reacción, el gas frío utilizado para el enfriamiento era introducido hasta ahora en la cámara de mezcla directamente en el lugar en que penetra en la cámara de mezcla la mezcla de reacción caliente procedente de la cámara de reacción (memoria de patente alemana número 915.082; memoria de patente USA número 2.508.272). El enfriamiento se verificaba en corto tiempo desde las altas temperaturas que reinaban en la cámara de reacción (aproximadamente 1300 a 1600°C) hasta por debajo de 800°C. Al enfriar la mezcla de reacción se interrumpía no solamente el crecimiento de las partículas sino también la rutilización. De esta manera se obtenía hasta ahora un pigmento de rutilo con buenas propiedades ópticas, pero que contenía todavía 1 a 3% de anatasa. Aunque este pigmento es apropiado para muchos fines de utilización, su resistencia a la descomposición por la intemperie (enyesamiento meteorización) puede ser mejorada todavía más por nueva disminución del contenido en anatasa. Para campos de utilización en los que interesa una resistencia a la descomposición por la intemperie extraordinariamente buena del pigmento, sería deseable obtener un pigmento de rutilo que, manteniendo igualmente buenas las demás propiedades, tales como por ejemplo mantenimiento del brillo, aclarador tono de color, etc., contuviese menos de 1% de anatasa, y en ciertos casos incluso menos de 0,5% de anatasa. Se intentó, disminuir

343963



el contenido en anatasa del pigmento por elevación de la
adición de $AlCl_3$ en la cámara de reacción. Sin embargo,
una elevación de la adición de $AlCl_3$ hasta aproximadamen-
te 3%, calculada como Al_2O_3 y referida al pigmento, pro-
5 porciona solo pigmentos de rutilo con un contenido en
anatasa inferior hasta de 1 a 1,5%, mientras que una nue-
va elevación de la adición de $AlCl_3$, es ineficaz. Por
otra parte, se intentó también aumentar el tiempo de per-
manencia de la mezcla de reacción en la cámara de reacción
10 prolongando la cámara de reacción para obtener una rutili-
zación más completa. Sin embargo en este caso aparece si-
multáneamente un crecimiento de granos demasiado grande,
de manera que en este caso se empeoran las demás propie-
dades técnicas de pigmento del producto. Ocurre lo mismo
15 cuando la temperatura de la cámara de mezcla es demasia-
do alta.

Se ha encontrado ahora un nuevo procedimiento
para la fabricación de un pigmento de rutilo con un con-
tenido en anatasa muy pequeño por reacción de tetraclo-
20 ruro de titanio con oxígeno o con gases que contienen
oxígeno en una cámara de reacción y subsiguiente enfria-
miento de la mezcla de reacción mezclándola con gas frío
en una cámara de mezcla. Este procedimiento está carac-
terizado porque la mezcla de reacción que abandona la
25 cámara de reacción entra primeramente en contacto con un
gas que tienen una temperatura que es tan baja que des-
pués ya no tiene lugar ningún crecimiento esencial del
grano, pero que por otra parte es tan alta que prosigue la
rutilización con velocidad apreciable, y se vuelve a en-
30 friar solamente cuando el contenido en anatasa del pig-

343963



mento de rutilo ha sido disminuido suficientemente. Es especialmente ventajoso que el gas que entra primeramente en contacto con la mezcla de reacción muestre una temperatura de 800 a 1250°C.

5 En el contacto de la mezcla de reacción con el gas, la mezcla de reacción es enfriada al principio solamente poco. Llega entonces a un margen de temperaturas, en el cual en el pigmento ya no se verifica ninguna crecimiento esencial de granos, pero la rutilización continúa todavía con velocidad apreciable. Si la mezcla de
10 reacción permanece durante suficiente tiempo en este margen de temperaturas, resulta, sin empeoramiento de las demás propiedades, un pigmento de rutilo con un contenido muy bajo de anatasa, inferior de 1%, y en ciertos casos
15 incluso inferior a 0,5%. Tan pronto como el contenido en anatasa del pigmento de rutilo ha sido disminuido suficientemente, la mezcla de reacción puede ser enfriada más aún.

 Para la realización del procedimiento según el
20 invento es muy importante que la mezcla de reacción no entre en contacto con gases demasiado fríos en la zona de la cámara de mezcla en la que prosigue la rutilización. Incluso pequeñas cantidades de tales gases que llegasen allí, harían que en el lugar en el que entrasen en
25 contacto con la mezcla de reacción se interrumpiese la rutilización. Mediante una posterior elevación de temperatura no se podría poner de nuevo en marcha la formación perturbada de rutilo.

 El gas utilizado para la realización del procedimiento según el invento y que entra primeramente en
30



contacto con la mezcla de reacción puede ser un gas puro o una mezcla de gases. El gas o la mezcla de gases puede contener finas partículas de material sólido, por ejemplo partículas de pigmento. Por ejemplo, es favorable
5 utilizar un gas que haya sido preparado por mezclado de mezcla de reacción cuyas partículas de pigmento muestren ya un contenido en anatasa suficientemente pequeño, con gas más frío.

Una forma especialmente ventajosa de realización
10 del procedimiento según el invento está caracterizada porque el gas frío es introducido en la cámara de mezcla en un lugar alejado de la cámara de reacción. En este caso el gas frío utilizado para el enfriamiento de la mezcla de reacción es conducido en contracorriente con
15 la mezcla caliente de reacción y de esta manera produce un enfriamiento gradual de la mezcla de reacción. El gas frío, que puede mostrar una temperatura baja cualquiera, por ejemplo la temperatura ambiente, después de entrar en la cámara de mezcla entra en contacto primeramente
20 con una mezcla gaseosa que contiene dióxido de titanio, cuyas partículas muestran ya un contenido en anatasa suficientemente pequeño. Por mezclado del gas frío con esta mezcla gaseosa se obtiene una mezcla cuya temperatura, al disminuir el alejamiento con respecto a la cámara de reacción es cada vez mayor, hasta que tiene una
25 temperatura por ejemplo superior a 800°C. La mezcla de reacción caliente, que contiene partículas ricas en anatasa y que penetra en la cámara de mezcla procedente de la cámara de reacción entra en contacto con esta mezcla y
30 es enfriada hasta una temperatura superior a 800°C. La

343963



rutilización prosigue en la mezcla de reacción y, solo cuando se ha disminuido suficientemente el contenido en a natasa, se enfria más la mezcla de reacción en su camino posterior hasta temperaturas inferiores a 800°C.

5 La forma de actuar del procedimiento está causada por la colocación opuesta de la camara de reacción y de las conducciones de entrada de gas frio a la cámara de mezcla. Aquí también desempeña un papel el tamaño y la forma de la camara de mezcla y la cantidad y la forma de
10 introducción del gas frio, dependiendo estas magnitudes también de la cantidad de mezcla de reacción que pasa por unidad de tiempo.

En una forma preferida de realización del procedimiento, el gas frio es introducido en la camara de
15 mezcla en el extremo opuesto a la camara de reacción.

El gas frio puede ser introducido en un unico lugar alejado de la camara de reacción, pero también puede ser introducido en la camara de mezcla simultaneamente en varios lugares a distancias iguales o distintas
20 de la camara de reacción, pudiendo mostrar en los diversos lugares la misma temperatura o distintas temperaturas.

Como gas frio se puede utilizar cualquier gas que sea inerte para la mezcla de reacción bajo las condiciones que reinan en la camara de mezcla, por ejemplo
25 aire, nitrogeno, dióxido de carbono y cloro. Preferiblemente se puede utilizar como gas frio un gas de escape de reacción enfriado y liberado de TiO_2 .

La mezcla de reacción enfriada puede ser descargada de la camara de mezcla en la proximidad de las
30



conducciones de entrada de gas frío o en un lugar situado lejos de las conducciones de entrada de gas frío. Es especialmente ventajoso introducir por arriba la mezcla de reacción procedente de la cámara de reacción y por debajo el gas frío, en la cámara de mezcla y retirar lateralmente la mezcla de reacción enfriada de la cámara de mezcla. En esta forma de realización del procedimiento las partículas de TiO_2 mayores eventualmente resultantes pueden ser retiradas hacia abajo a través de la conducción de entrada de gas frío y pueden ser recogidas separadamente del pigmento.

Las condiciones apropiadas para la realización del procedimiento deben ser determinadas en cada caso mediante ensayos. Son dependientes del tipo de la reacción, por ejemplo del hecho de si la reacción entre el tetracloruro de titanio y el oxígeno o el gas que contiene oxígeno se realiza con o sin llama auxiliar, de si se introduce adicionalmente gas inerte en la cámara de reacción, o de si la cámara de reacción es enfriada exteriormente. También, la cantidad en la que se añaden el cloruro de aluminio o eventualmente otros compuestos, en la reacción desempeña un papel en la realización del procedimiento según el invento.

El procedimiento según el invento se puede realizar en un dispositivo que consta de una cámara de mezcla, de una cámara de reacción provista con tubos de entrada para los materiales de partida de la reacción y eventualmente para un gas auxiliar combustible, en un extremo de la cámara de mezcla, un tubo de salida para la mezcla de reacción enfriada y una o varias conducciones



de entrada para el gas frio, desembocando estas conducciones de entrada en la camara de mezcla en un lugar alejado de la camara de reaccion.

La figura 1 muestra, a titulo de ejemplo, una forma de realizacion apropiada de este dispositivo. El dispositivo consiste en una camara de mezcla (1), en la que desemboca por arriba una camara de reaccion (2). La camara de reaccion (2) esta provista en su extremo superior de tubos de entrada (3), (4), y (5) para el tetracloruro de titanio, el oxigeno o un gas que contenga oxigeno, y eventualmente un gas auxiliar combustible. Lateralmente se deriva de la camara de mezcla (1) un tubo de salida (6) para la mezcla gaseosa enfriada. Para la introduccion de gas frio se encuentra una conduccion de entrada (7) en el extremo inferior de la camara de mezcla (1). La conduccion de entrada (7) posee una abertura lateral (8). Debajo de la conduccion de entrada (7) se encuentra un recipiente colector (9), en el cual se recogen eventualmente las particulas de dióxido de titanio mas gruesas que caen hacia abajo desde la camara de mezcla en contra de la corriente de gas frio a través de la conduccion de entrada (7), y pueden ser retiradas a través de la valvula (10).

Una variacion de este dispositivo esta mostrada en la figura 2. En esta forma de realizacion, en el lugar en el que desemboca la conduccion de entrada (7) en la camara de mezcla (1) se encuentra un cuerpo distribuidor de gas (11), en forma de cono, que está fijado a la pared interior de la camara de mezcla mediante travesaños (13). El cuerpo (11) produce un mezclado favorable

343963



del gas frio introducido desde abajo en la camara de mezcla.

Una nueva variación de este dispositivo la muestra la figura 3. En esta forma de realización, en el lugar en el que desemboca la conducción de entrada (7) en la camara de mezcla (1) estan montadas paletas de guía (12). Las paletas de guía (12) comunican al gas frio entrante una rotación con la cual se favorece también el mezclado del gas frio en la camara de mezcla.

En la figura 4 se muestra otra forma de realización apropiada del dispositivo según el invento. El dispositivo consiste en una camara de mezcla (1) en la que desemboca por arriba la camara de reacción (2). En el extremo de la camara de mezcla (1) opuesto a la camara de reacción (2) se encuentra un tubo de salida (6) para la mezcla de reacción enfriada. El tubo de salida (6) está rodeado concéntricamente por una conducción de entrada de gas frio (7), encontrándose entre el tubo de salida (6) y la conducción de entrada (7) un espacio anular (14). La conducción de entrada (7) está cerrada por debajo y posee una abertura (8) lateral. El gas frio penetra a través de la abertura (8) en la conducción de entrada (7) y llega a través del espacio anular (14) a la camara de mezcla (1).

La camara de mezcla puede consistir en un tramo superior cilindrico con un tramo conico conectado por debajo. Sin embargo, puede también tener en toda su longitud forma cilindrica o conica. Además puede poseer, en lugar de una sección transversal circular, una sección transversal de cualquier otra forma, por ejemplo cuadrada

343963



En lugar de un tubo de entrada (7) se pueden prever va-
rios tubos que desemboquen por debajo o lateralmente en
la parte inferior de la camara de mezcla. La introducción
de gas frio en la camara de mezcla se puede verificar
5 también a través de una placa de fondo a manera de ta-
miz. También otras nuevas conducciones de entrada para
gases pueden desembocar lateralmente en la camara de
mezcla a distintas distancias de la camara de reacción.
También el dispositivo puede estar construido de manera
10 que la mezcla de reacción caliente procedente de la ca-
mara de reacción penetre lateralmente en la camara de
mezcla, y el gas frio penetre en la camara de mezcla
en otro lugar alejado del lugar de entrada de la mezcla
de reacción caliente. El dispositivo puede estar cons-
15 truido de metal o de material ceramico. Eventualmente
puede estar provisto también de dispositivos de refrige-
ración.

Con ayuda de los siguientes ejemplos se expli-
cara aún mas el invento. El contenido en anatasa de los
20 pigmentos obtenidos fué determinado mediante rayos X, o
Röntgenofraficamente. Además, el poder aclarador de los
pigmentos fué determinado según el siguiente metodo
normalizado de laboratorio.

Se preparó una mezcla de negro de humo a base
25 de 5,0 g de negro de humo y de 1500,0 g de carbonado
de calcio precipitado. A partir de 1,000 g de esta mez-
cla de negro de humo se preparó una pasta de ensayo con
una determinada cantidad del pigmento a investigar y
0,425 g de aceite de linaza. Junto a esto se preparó una
30 pasta normalizada a base de 1,000 g de la mezcla de negro

343963



de humo, una determinada cantidad de un pigmento norma-
lizado y 0,425 g de aceite de linaza. La pasta de ensayo
y la pasta normalizada fueron aplicadas una junto a otra
sobre un portaobjetos y las aplicaciones fueron observa-
5 das visualmente en su reverso a través de la placa de vi-
drio y se compararon sus grados de claridad. Si la pasta
de ensayo era más clara, se preparaba una nueva pasta de
ensayo con una cantidad más pequeña de pigmento; si por
el contrario la pasta normalizada era más clara, se pre-
10 para entonces una nueva pasta de ensayo con una mayor
cantidad de pigmento. Se hizo variar la cantidad del pig-
mento a investigar hasta que el grado de claridad de la
pasta de ensayo fué igual al de la pasta normalizada.
Como valor numerico del poder aclarador se tomó el valor
15 inverso, multiplicado por 100, del peso del pigmento en
gramos de la pasta de ensayo que mostraba el mismo grado
de claridad que la pasta normalizada. Cuanto mayor es es-
te valor numerico tanto mejor es el poder aclarador del
pigmento.

20 Ejemplo 1.-

Se utilizó un dispositivo según la figura 1.
La camara de mezcla consistia en un tramo cilindrico de
80 cm. de altura con un diametro interior de 50 cm, al que
estaba conectado por debajo un tramo en forma de cono que
25 tenia una altura de 60 cm. y que mostraba en el extremo
inferior un diametro interior de 15 cm. Por encima de
la camara de mezcla se encontraba una camara de reacción
cilindrica que tenia una longitud de 80 cm y un diametro
inferior de 22 cm y que estaba provista con un quemador,
30 que constaba de 3 tubos de entrada (3), (4) y (5) dis-

343963



puestos coaxialmente. La conducción de entrada del gas
frio (7) constaba de un tubo con un diametro interior
de 15 cm. El tubo de salida (6) para la mezcla de gas
enfriada se desviaba lateralmente a 60 cm por debajo del
5 borde superior de la camara de mezcla y tenia un diáme-
tro interior de 20 cm. Dentro de la camara de mezcla y
del tubo de salida se encontraban una serie de puntos de
medición (no mostrados en la figura 1), para medir la
temperatura y la distribución de temperaturas en el dis-
10 positivo.

A través del tubo de entrada interior (3) se
introdujeron 500 kg/hora de tetracloruro de titanio ga-
seoso, que estaba precalentado hasta una temperatura de
350°C, y al que se habían mezclado 11,5 kg/hora de cloru-
15 ro de aluminio (correspondiente a 2,1% de Al_2O_3 , referi-
do al pigmento), a través del tubo de entrada central (4)
se introdujeron 98 m³ en condiciones normales por hora
de oxigeno precalentado a 250°C y a través del tubo de
entrada exterior (5) se introdujeron 46 m³ en condicio-
20 nes normales por hora de monoxido de carbono a la tem-
peratura ambiente, y fueron hechos reaccionar en la ca-
mara de reacción (2). A través de la conducción de entra-
da (7) se introdujeron, como gas frio, 400 m³ en condi-
ciones normales por hora de gas de escape procedente de
25 la reacción, que habia sido iliberado de dióxido de ti-
tanio y enfriado hasta la temperatura ambiente. La mezcla
gaseosa retirada a través del tubo de salida (6) tenia
una temperatura de 730°C. El pigmento de rutilo separado
de esta mezcla gaseosa tenia un contenido de anatasa de
30 0,4% y un poder aclarador de 1800.

343963



Cuando se repitió el Ejemplo 1 de la misma manera, con la diferencia de que la conducción de entrada (7) estaba cerrada y el gas frío fué introducido en la cámara de mezcla por el extremo superior, se obtuvo un pigmento de rutilo que tenía un contenido en anatasa de 2,5%. Una elevación de la adición de cloruro de aluminio hasta 17,7 kg/hora de cloruro de aluminio (correspondiente a 3,2% de Al_2O_3 , referido al pigmento), produjo un pigmento de rutilo que contenía 1,3% de anatasa, es decir todavía esencialmente más que el pigmento fabricado según el ejemplo. Ambos pigmentos tenían un poder aclarador de 1800.

Ejemplo 2.-

Se repitió el Ejemplo 1, con la única diferencia de que la adición de cloruro de aluminio fué solamente de 8,3 kg/hora (correspondiente a 1,5% de Al_2O_3 , referido al pigmento). Se obtuvo un pigmento de rutilo con 0,9% de anatasa; su poder aclarador era de 1800.

Cuando se repitió el Ejemplo 2 con la diferencia de que la conducción de entrada (7) estaba cerrada y el gas frío fué introducido en la cámara de mezcla por arriba, se obtuvo un pigmento de rutilo con un contenido en anatasa, considerablemente superior de 3,4% su poder aclarador era de 1800.

Ejemplo 3.-

Se utilizó un dispositivo de acuerdo con la figura 2. La cámara de mezcla tenía las mismas dimensiones que la cámara de mezcla utilizada en el Ejemplo 1. En el lugar en el que desembocaba la conducción de entrada de gas frío (7) en la cámara de mezcla, se encontraba un

343963



cuerpo distribuidor de gas (11) en forma de cono, que poseía en la parte superior un diametro de 17 cm y tenía una altura de 14 cm y estaba fijado a la pared interior de la camara de mezcla mediante 3 travesaños (13).

5 La distancia del tramo en forma de cono a la pared de la camara de mezcla era de 3 cm.

En la camara de reacción se introdujeron 500 kg/hora de tetracloruro de titanio, precalentado a 350°C, 17,7 kg 1/hora de cloruro de aluminio (correspondiente a 10 3,2% de Al_2O_3 , referido al pigmento), 98 m³ en condiciones normales por hora de oxigeno precalentado a 250°C y 46 m³ en condiciones normales por hora de monoxido de carbono a la temperatura ambiente, y fueron hechos reaccionar en ella. A través de la conducción de entrada (7) se 15 introdujeron 400 m³ en condiciones normales por hora de gas de escape procedente de la reacción, que habia sido liberado de dióxido de titanio y enfriado hasta la temperatura ambiente. La mezcla de reacción retirada a través del tubo de salida (6) tenia una temperatura de 20 730°C. El pigmento de rutilo separado de la mezcla de reacción tenía un contenido en anatasa de 0,3% y un poder aclarador de 1800.

Ejemplo 4.-

Se utilizó un dispositivo de acuerdo con la figura 3. La camara de mezcla tenia las mismas dimensiones 25 que en el Ejemplo 1. En la conducción de entrada de gas frio (7) estaban montadas directamente en su desembocadura en la camara de mezcla 8 paletas de guia (12), que 30 estaban ajustadas a un angulo de 30° con el plano horizontal.

343963



En la cámara de reacción se introdujeron 500 kg/hora de tetracloruro de titanio, precalentado a 350°C, 14,4 kg/hora de cloruro de aluminio (correspondiente a 2,6% de Al_2O_3 , referido al pigmento), 98 m³ en condiciones normales por hora de oxígeno, precalentado a 250°C y 46 m³ en condiciones normales por hora de monóxido de carbono a la temperatura ambiente, y fueron hechos reaccionar en ella. A través de la conducción de entrada (7) se introdujeron 400 m³ en condiciones normales por hora de gas de escape procedente de la reacción, que había sido liberado de dióxido de titanio y enfriado hasta la temperatura ambiente. La mezcla de reacción retirada a través del tubo de salida (6) tenía una temperatura de 730°C. Se obtuvo un pigmento de rutilo con un contenido en anatasa de 0,8% y un poder aclarador de 1800.

Ejemplo 5.-

Se utilizó un dispositivo de acuerdo con la figura 4. La cámara de mezcla consistía en un tramo cilíndrico de 80 cm de alto con un diámetro interior de 50 cm al que estaba conectado por debajo un tramo en forma de cono con una altura de 60 cm y un diámetro de 22 cm en su extremo inferior. Por encima de la cámara de mezcla se encontraba una cámara de reacción cilíndrica (2) que tenía una longitud de 80 cm y un diámetro interior de 22 cm y que estaba provista en su extremo superior de una condición de entrada consistente en 3 tubos de entrada (3), (4) y (5) dispuestos coaxialmente, para el tetracloruro de titanio, el oxígeno y el monóxido de carbono. Por debajo desembocaban en la cámara de mezcla dos tubos concéntricos (6) y (7) con un diámetro interior de 19 cm y 22

343963



cm respectivamente; entre ambos tubos quedaba un espacio anular (14) de 1 cm de ancho. El tubo exterior (7) estaba cerrado por debajo y estaba provisto de una abertura (8) a través de la cual se podía introducir gas frío en el tubo (7) y desde este, a través del espacio anular (14) en la cámara de mezcla (1).

En la cámara de reacción se introdujeron 500 kg/hora de tetracloruro de titanio precalentado a 350°C, 11,5 kg/hora de cloruro de aluminio (correspondiente a 2,1% de Al_2O_3 , referido al pigmento), 98 m³ en condiciones normales por hora de oxígeno precalentado a 250°C y 46 m³ en condiciones normales por hora de monóxido de carbono a la temperatura ambiente, y fueron hechos reaccionar en ella. A través de la abertura (8) se introdujeron, como gas frío 400 m³ en condiciones normales por hora de gas de escape procedente de la reacción, que había sido liberado de dióxido de titanio y enfriado hasta la temperatura ambiente. La mezcla de reacción retirada a través del tubo (6) tenía una temperatura de 730°C. El pigmento de rutilo separado de la mezcla de reacción tenía un contenido en anatasa de 0,5% y un poder aclarador de 1800.

Los resultados de los ensayos descritos en los ejemplos están reunidos en la siguiente Tabla.

343963

Ensayo Nº.	Ejemplo	Dispositivo según la figura.	Introducción de gas frío		Adición de AlCl ₃ , % en peso de Al ₂ O ₃ referido al pigmento	Contenido en enatasa, %	Poder aclarador
			Cantidad m3 en condiciones nor- males/h	Lugar de la adición			
1	1	1	400	abajo	2,1	0,4	1800
2	1	1	400	arriba	2,1	2,5	1800
3	1	1	400	arriba	3,2	1,3	1800
4	2	1	400	abajo	1,5	0,9	1800
5	1	1	400	arriba	1,5	3,4	1800
6	3	2	400	abajo	3,2	0,3	1800
7	4	3	400	abajo	2,6	0,8	1800
8	5	4	400	abajo	2,1	0,5	1800

343963

343963

Ensayo Nº.	Ejemplo	Dispositivo según la figura.	Introducción de gas frío		Adición de Al ₂ O ₃ pigment
			Cantidad m ³ en condiciones nor males/h	Lugar de la adición	
1	1	1	400	abajo	2
2		1	400	arriba	2
3		1	400	arriba	3
4	2	1	400	abajo	1
5		1	400	arriba	1
6	3	2	400	abajo	3
7	4	3	400	abajo	2
8	5	4	400	abajo	2

343963

n3 en es nor	Lugar de la adición	Adición de AlCl ₃ , % en peso de Al ₂ O ₃ referido al pigmento	Contenido en anatasa, %	Poder aclarador
	abajo	2,1	0,4	1800
	arriba	2,1	2,5	1800
	arriba	3,2	1,3	1800
	abajo	1,5	0,9	1800
	arriba	1,5	3,4	1800
	abajo	3,2	0,3	1800
	abajo	2,6	0,8	1800
	abajo	2,1	0,5	1800

343963



A partir de la tabla se puede sacar la conclusión de que se puede obtener un pigmento de rutilo con un contenido en anatasa de solamente 0,3 a 0,9% sin empeoramiento del poder aclarador, introduciendo gas frío desde
5 abajo en la cámara de mezcla (ensayos números 1, 4, 6, 7 y 8). Si se introduce por el contrario el gas frío en la parte superior de la cámara de mezcla, se obtiene un pigmento de rutilo con 1,3 a 3,4% de anatasa (ensayos
10 números 2, 3 y 5). Una elevación de la adición de cloruro de aluminio conduce ciertamente a una cierta disminución del contenido en anatasa, pero este permanece todavía mayor que 1% (vease ensayo número 3). El poder aclarador del pigmento de rutilo fabricado según el invento no es peor que el del pigmento rico en anatasa, que se obtuvo de la
15 manera conocida hasta ahora.

Además se desprende la tabla que en el procedimiento de acuerdo con el invento se puede obtener un pigmento de rutilo con menos de 1% de anatasa ya con adiciones muy pequeñas de cloruro de aluminio, correspondientes
20 a solamente 1,5% de Al_2O_3 , referido al pigmento, (vease ensayo número 4); con la introducción de gas frío hasta ahora usual en la proximidad de la cámara de reacción se obtiene por el contrario al utilizar adiciones tan pequeñas de cloruro de aluminio, un pigmento de rutilo con
25 un alto contenido de anatasa superior a 3%, que tiene una resistencia a la descomposición por la intemperie insatisfactoria (ensayo número 5). Cuando se fabrica solo un pigmento de rutilo con un contenido en anatasa de 0,5 a 1%, que es suficiente para muchos fines de utilización,
30 se obtiene en el procedimiento de acuerdo con el invento

343963



9

un considerable ahorro de cloruro de aluminio. Solo para exigencias especialmente altas, cuando se busca un pigmento de rutilo con menos de 0,5% de anatasa, se debe utilizar una mayor adición de cloruro de aluminio de aproximadamente 2 a 3%, calculado como Al_2O_3 y referido al pigmento.

En la figura 5 se muestra la distribución de temperaturas en una cámara de mezcla cuyas dimensiones están citadas en el Ejemplo 1. En las ordenadas del diagrama se representa la temperatura en $^{\circ}C$ y en las abscisas la distancia del lugar de medición al borde superior de la cámara de mezcla, en cm. La medición de temperaturas se verificó con termoelementos a lo largo del eje de la cámara de mezcla.

La curva 1 representa la distribución de temperaturas al introducir el gas frío en la proximidad de la cámara de reacción, y la curva 2 la distribución de temperaturas al introducir el gas frío por debajo a través de la conducción de entrada (7). Mientras que en la introducción de gas frío hasta ahora conocida en la proximidad de la cámara de reacción, la mezcla de reacción que abandona la cámara de reacción entra en contacto inmediatamente con gas frío a la temperatura ambiente y es enfriada rápidamente desde aproximadamente $1400^{\circ}C$ hasta aproximadamente $760^{\circ}C$ (curva 1), en la introducción de gas frío de acuerdo con el invento en la parte inferior de la cámara de mezcla, la mezcla de reacción entra en contacto primeramente con una mezcla caliente a una temperatura de $1250^{\circ}C$, y es enfriada solo hasta esta temperatura y es mantenida después algún tiempo a esta temperatura

343963



tura, con lo que prosigue la transformación de la anata-
sa en rutilo, sin que tenga lugar un crecimiento de gra-
no adicional, antes de que sea enfriada más la mezcla de
reacción y sea retirada de la cámara de mezcla (curva 2).

5 La presente solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en República Federal Alemana el 11 de Diciembre
de 1965, bajo el nº. T. 29.995 IVa/12n, se acoge a los
beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre
Propiedad Industrial.

10

N O T A

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

15 1.- Un dispositivo para la fabricación de un
pigmento de rutilo con un contenido muy pequeño en ana-
tasa, que consiste en una cámara de mezcla, en una cam-
ara de reacción provista con tubos de entrada para los
materiales de partida de la reacción y eventualmente
20 para un gas auxiliar combustible, en un extremo de la
cámara de mezcla, un tubo de salida para la mezcla de
reacción enfriada y una o varias conducciones de entra-
da para el gas frío, que desembocan en la cámara de mez-
cla en un lugar alejado de la cámara de reacción.

25 2.- Un dispositivo según la reivindicación 1,

343963



caracterizado porque al menos una conducción de entrada para gas frío desemboca en la cámara de mezcla en el extremo de ésta opuesto a la cámara de reacción, y el tubo de salida para la mezcla de reacción enfriada se desvía lateralmente de la cámara de mezcla.

3.- Un dispositivo según la reivindicación 2, caracterizado porque en el lugar en que desemboca la conducción de entrada en la cámara de mezcla está montado un cuerpo distribuidor de gas en forma de cono.

4.- Un dispositivo según la reivindicación 2, caracterizado porque en el lugar en que la conducción de entrada desemboca en la cámara de mezcla están montadas paletas de guía.

5.- Un dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque el tubo de salida para la mezcla de reacción enfriada está dispuesto concéntricamente dentro de una de las conducciones de entrada y juntamente con la conducción de entrada desemboca en la cámara de mezcla en el extremo de ésta opuesto a la cámara de reacción.

6.- Un dispositivo para la fabricación de un pigmento de rutilo con un contenido muy pequeño en anatasa.

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.

343963



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

Madrid, - 9 AGO. 1967

P. A.

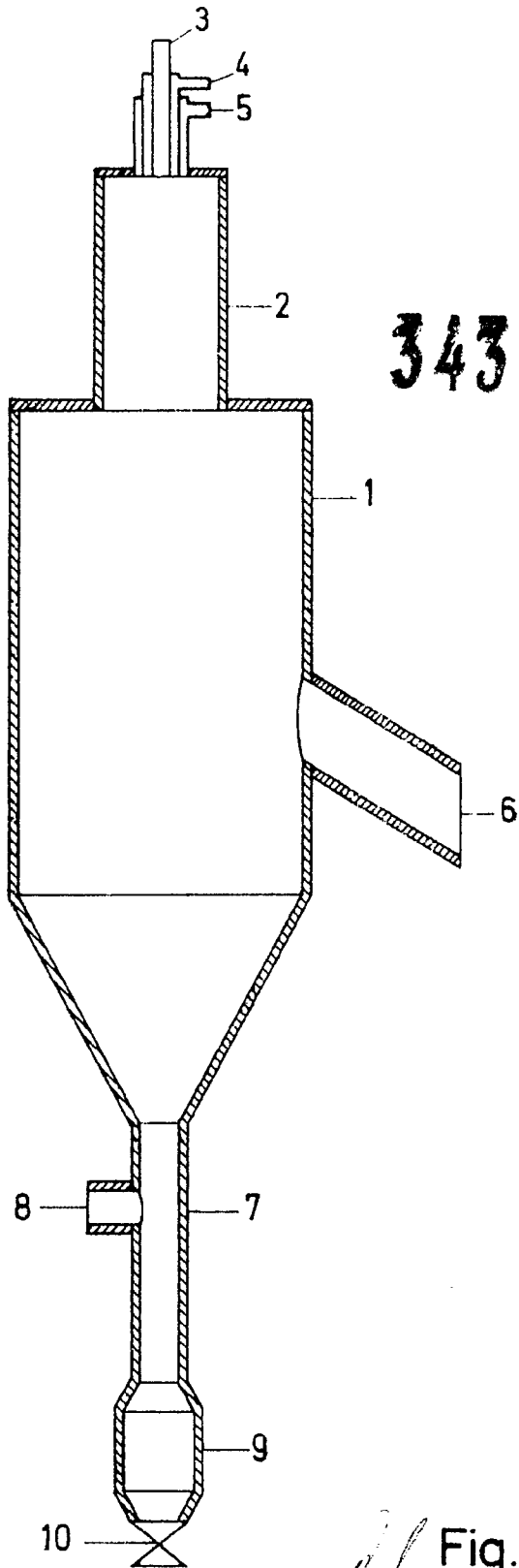
Alberto de Elizalde
Min. Econ. y Financ.

BPD/.

343963

2.8.67

- 23 -



343963

Fig. 1

Alberto G. ...
[Handwritten signature]



343963

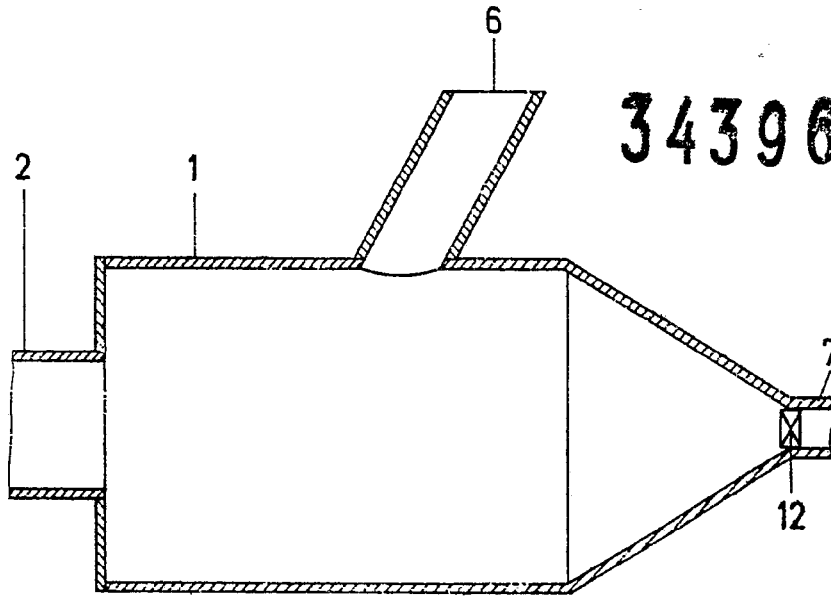


Fig. 3

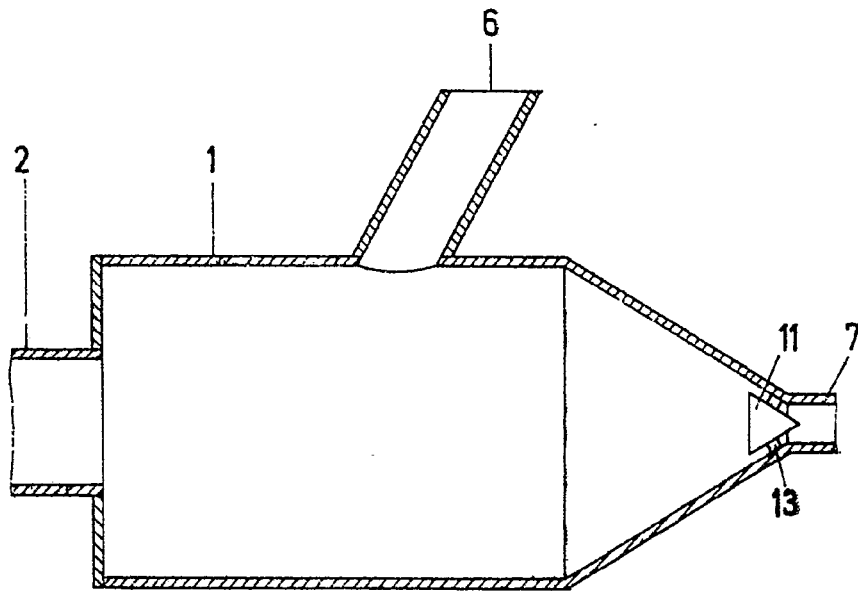
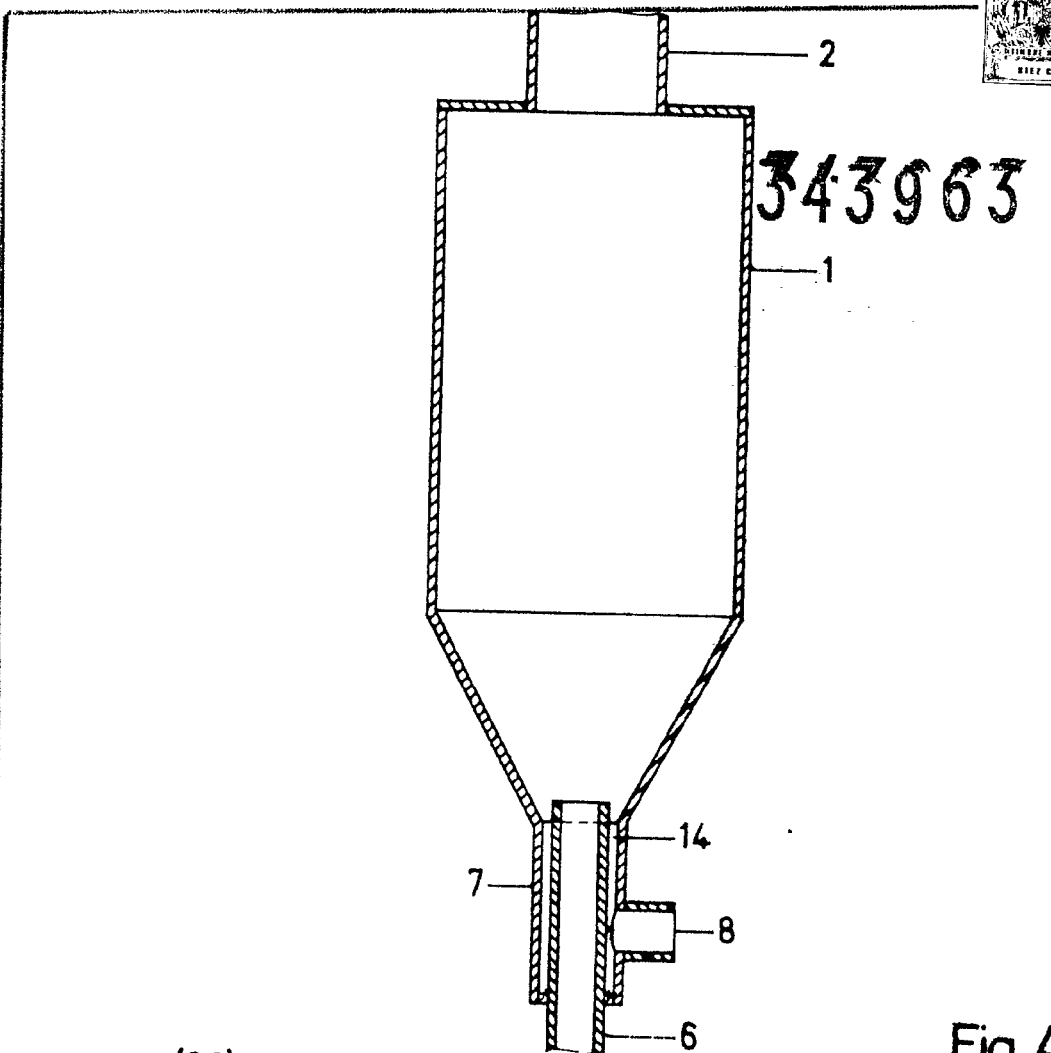


Fig. 2

M. Müller



343963

Fig. 4

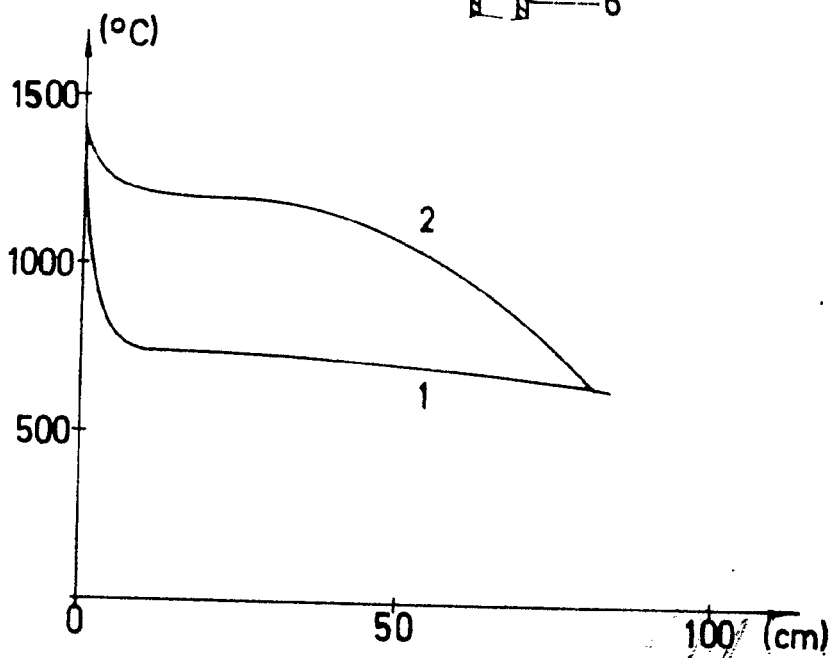


Fig. 5

Alberto de Elac
Por Poser