

344089

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de TITANGESSELLSCHAFT MBH

entidad / ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Leverkusen 1, República Federal Alemana

por: "UN DISPOSITIVO PARA LA FABRICACION DE DIOXIDO DE TITANIO FINAMENTE DIVIDIDO" (Clase Internacional C09c C01g).-

31.7.67



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
5 formarse deposiciones de dióxido de titanio sobre las pa-
redes 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
10 de la operación, sino que en el transcurso de éste se --
desprenden también trozos bastante grandes de dichas deposiciones de la pared, que penetran en el producto finamente dividido acumulado por debajo de la cámara de reacción, teniendo que ser liberado ésta nuevamente de tales
15 trozos en una fase de trabajo 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
20 dispositivo de calefacción o de refrigeración dispuesto en la pared exterior del reactor 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, ya que el dióxido de titanio de estas deposiciones es de menor calidad y única
25 mente puede ser aprovechado difícilmente.

Para la formación de las deposiciones se conocen diversas causas. Partes no transformadas de las sustancias de partida de la reacción pueden llegar hasta la
30



pared y reaccionar directamente sobre ella. Por otra parte, no obstante, puede llegar también a las paredes del reactor dióxido de titanio ya formado dentro del mismo, fijándose sobre ellas.

5 Son conocidos diversos procedimientos para con-
trarrestar la formación de deposiciones o eliminar depo-
siciones ya formadas, antes de que lleguen a alcanzar una
mayor extensión. Así, por ejemplo, ha sido propuesto el
evitar la formación de dióxido de titanio sobre las pare-
10 des del reactor, por el hecho de que mediante la introduc-
ción 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 núm. 868.201).
15 Conforme a otros procedimientos, se propone que al menos
uno de los participantes de la reacción sea diluido me-
diante la adición de un gas inerte. Se propone la utili-
zación de cámaras de reacción grandes, o bien que las pa-
redes de la cámara sean refrigeradas a una temperatura -
20 tan baja, que no pueda tener lugar sobre ellas ninguna -
reacción que llegue a producir la formación de TiO_2 (pa-
tente británica núm. 715.255).

Todos estos procedimientos adolecen de incon-
venientes. O bien resulta difícil regular la operación -
25 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 cá-
maras de reacción grandes, entonces se producen grandes
30 necesidades de espacio y costes elevados de material pa-



ra el dispositivo empleado; la combustión discurre de ma-
nera 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 ade-
5 más difícil aportar o eliminar eventualmente calor en me-
dida suficiente a través de las paredes del reactor. La
refrigeración de las paredes del reactor hasta por deba-
jo de una temperatura a la que pueda tener lugar todavía
una reacción con formación de TiO_2 , únicamente es posi--
10 ble 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.

En toda una serie de patentes se describe la
eliminación por vía mecánica de deposiciones ya formadas.
15 Así, por ejemplo, se propone en la patente estadouniden-
se 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 re-
gulares. En este procedimiento no se impide totalmente -
20 una impurificación del producto obtenido por las deposi-
ciones 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 emplear
25 se 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
30 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 ya no es posible en cuanto
5 to, 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 bel-
10 ga número 640.553), se trata de impedir la formación de
deposiciones por el hecho de que el reactor está circun-
dando por dos paredes, siendo la pared interior flexible
y movida mediante variaciones de presión en el espacio --
comprendido entre ambas paredes. El dispositivo es bas--
15 tante complicado, y el material de la pared interior tie-
ne que satisfacer exigencias elevadas en cuanto a resis-
tencia mecánica, química y térmica.

Según otra proposición hecha en la patente --
francesa número 1.345.178, se introducen en el reactor --
20 partículas refractarias inertes, que son arremolinadas --
en la corriente de gas, eliminando las deposiciones de --
las paredes del reactor por acción de frote. Las partícu-
las son descargadas junto con los productos de la reac--
ción y tienen que ser separadas de éstos en un procedi--
25 miento separado. También aquí resulta posible un deterio-
ro de las paredes del reactor.

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 --
30 tiempo en tiempo e introducir en la cámara de reacción mo



nóxido de carbono y cloro y eliminar las deposiciones me
diante cloración (patente británica núm. 715.255). Según
otro procedimiento consisten las paredes del reactor en
carbono poroso, a través del cual se difunde cloro en el
5 reactor durante la reacción, eliminándose con ello el di
óxido de titanio de las paredes (Patente de la República
Federal Alemana núm. 1.176.630). El dispositivo es caro,
y el material de las paredes no es muy resistente mecáni
camente. Además no es posible regular la reacción median
10 te refrigeración o calefacción de las paredes del reac--
tor desde fuera.

Ha sido propuesto ya también, revestir las --
paredes del reactor interiormente con carbono u otro ma
terial que reaccione con oxígeno, por ejemplo, cloruro de
15 magnesio o cloruro de calcio (patente británica número -
715.255; patente estadounidense número 2.340.610). El re
vestimiento tiene que ser renovado de tiempo en tiempo;
las sustancias que se producen por reacción del revesti
miento con oxígeno, impurifican el dióxido de titanio for
20 mado.

En la patente alemana núm. 1.119.838 se descri
be asimismo un procedimiento, en el que por medio de una
corriente de gas se arremolinan en el reactor las partícu
las más bastas del dióxido de titanio, que entonces caen
25 en forma de cascada a lo largo de las paredes, manteniend
o a éstas con ello libres de deposiciones. En este proce
dimiento únicamente puede llevarse a cabo la reacción de
forma que las sustancias de partida de la misma son intro
ducidas desde abajo. Los productos de la reacción tienen
30 que ser liberados de las partículas más bastas del dióxi-

344089



do 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 pa
5 redes del reactor mediante el empleo de gas licuado, que
se evapora durante su introducción (patentes estadouniden
ses números 2.670.272, 2.670.275 y 2.750.260). En este -
procedimiento son necesarios dispositivos costosos.

Todavía son conocidos otros dos procedimientos,
10 en los que un gas de lavado es conducido axialmente a lo
largo del lado interior de las paredes del reactor, formán
dose con ello una capa protectora sobre las paredes del -
reactor. Conforme a uno de estos procedimientos, se intro
duce en el reactor un gas de lavado caliente, en las pro
15 ximidades de los tubos de alimentación para las sustancias
de la partida de la reacción (patente belga núm. 639.087);
la capa protectora formada sobre las paredes del reactor,
debe impedir la formación de deposiciones, así como tam--
bién proporcionar calor adicional para la reacción. Para
20 ello deben las paredes encontrarse por lo menos a la mis
ma 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 --
25 gas inerte o también la mezcla de un gas combustible con
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
30 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 adhe-



rido más 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
5 protectora se haría menos estable, debido a la formación
de remolinos. Con ello se vería perjudicado considerable
mente el curso de la reacción en el reactor, y se difi--
cultaría la separación del dióxido de titanio formado.

Ha sido descubierto ahora por la entidad soli
10 citante un procedimiento para la fabricación de dióxido
de titanio de finamente dividido mediante la reacción en
tre tetracloruro de titanio gaseoso y oxígeno o gases que
los contengan, dentro de un reactor y, eventualmente, em-
pleando una llama auxiliar para el mantenimiento de la -
15 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 par-
20 ticipantes de la reacción, y es introducido tangencialmen
te en el reactor.

El gas de lavado es insuflado con gran veloci-
dad en el reactor, desplazándose en corrientes helicoida-
les a lo largo de las paredes del reactor, a la vez que -
25 forma una película. Esta película se mueve rápidamente, -
por lo que es estable, y no interacciona con los partici-
pantes de la reacción en el interior del reactor, de modo
que no se estorba el curso de la operación.

Se ha descubierto, que tienen que cumplirse de
30 terminadas condiciones en la corriente del gas de lavado.

344089



Mientras mayor sea la superficie de las paredes del reactor que 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 $0,07 \frac{kg}{m^2}$. En efecto, si el caudal de gas de lavado es demasiado pequeño, entonces no se puede 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. 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 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 pequeño 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 $2,5 \text{ kg/m} \cdot \text{seg}^2$. 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 basa en varios factores. En las condiciones indicadas, se --- constituye una capa protectora muy estable en las pare-- des del reactor, que no tiene su explicación exclusiva--
5 mente en que el gas de lavado sea sostenido contra las - paredes del reactor por la fuerza centrífuga. Como con-- secuencia de la diferencia de temperatura entre la mez-- cta caliente de la reacción y el gas de lavado frío, --- existe entre ambas capas de gas una diferencia de densidad
10 y de viscosidad. Con ello se dificulta que el gas de la- vado se mezcle con la mezcla de la reacción. La diferen- cia 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
15 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 lava- do, por lo que se adhiere tan sólo débilmente a las pare
20 des del reactor, pudiendo ser barrido fácilmente por la corriente fuerte de gas de lavado. Mediante una refrige- ración exterior de las paredes del reactor se puede redu- cir todavía más la adherencia del dióxido de titanio que llega a ellas. Una refrigeración de la mezcla de la reac
25 ción, incluido el dióxido de titanio en ella existente, no tiene en cambio lugar, debido a la difícil miscibili- dad de ambas capas de gas con lo que la reacción puede - efectuarse sin estorbos.

Como gas de lavado son especialmente apropiados -
30 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.

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 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 caliente que se introduce tangencialmente en el reactor para suministrar calor adicional (solicitudes de patentes alemanas C 3428 IVb/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 N^o 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 n^o 63/4959).

En contraposición al procedimiento conforme al invento, se alimenta en estos procedimientos conocidos el gas introducido tangencialmente en otras condiciones téc-



195

nicas 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.

5 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
10 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 -
15 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 entre
20 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 pigmentos, por ejemplo, cloruro de aluminio y/o tetracloruro de silicio. También la forma y manera de si las sustancias -
25 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 se introducen los gases de combustión calientes en el reactor. Los
30 productos de la reacción formados, son extraídos preferen

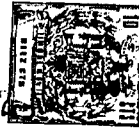


temente en el extremo opuesto del reactor, preferiblemente junto con el gas de lavado.

El gas de lavado puede ser introducido en el reactor por lugares distintos, pudiendo realizarse la introducción 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 introducción para las sustancias de partida de la reacción, fluyendo entonces helicoidalmente hacia la abertura de salida del reactor. En determinados casos, dependiendo de las condiciones del procedimiento, resulta ventajoso, a efectos de estabilizar la capa de gas de lavado en las paredes del reactor, estrechar la abertura de salida del reactor mediante un diafragma de forma de anillo circular.

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 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'. 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 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.

5

En el caso de 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 perpendicular al eje del reactor, y que los ejes de los tubos de alimentación (6) discurren en el plano o aproximadamente en el plano 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 limitada.

10

15

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 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.

20

25

30 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 -
5 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
10 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.

15 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
20 2 ha sido representado este diafragma a manera de ejemplo.

En todos los dispositivos descritos puede el reactor tener forma cilíndrica o también ser de forma ligeramente cónica. Las diversas partes de los dispositivos --
25 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.
30 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 1º

Fue 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/ho-



ra 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, fue 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 2º

Fue 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 aber-

344089



tura 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,
5 a distancias iguales entre sí, otros 4 tubos de intro--
ducción (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
10 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 tangen-
ciales (6) se insuflaron, en calidad de gas de lavado,
15 150 Nm³/hora de gas de salida procedente de la reacción,
que había sido liberado del dióxido de titanio y enfria
do 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
20 lavado por m² de superficie de paredes de la cámara, a
23,6 kg/seg².

La reacción transcurría correctamente al cabo
de 120 horas.

Ejemplo 3º

25 Se trabajó con la misma instalación y en las --
mismas condiciones que en el ejemplo 2º, con la única -
diferencia de que para el gas de lavado se emplearon --
tubos de introducción de 20 mm de diámetro, en lugar de
tubos de 10 mm de diámetro. La velocidad lineal de en--



trada para el gas de lavado ascendió a 37 m/segundo, y -
el producto de velocidad y caudal de gas de lavado por -
m² de superficie de paredes del reactor, a 5,9 kg/m.seg².
También en este caso discurrió la reacción irreprochable
5 mente.

Ejemplo 4º

Se repitió el ejemplo 3º, con la única diferen--
cia de que el caudal de gas de lavado ascendió a 90 Nm³/
hora. Se produjeron cantidades más grandes de deposicio-
10 nes de dióxido de titanio en la mitad inferior del reac-
tor.

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 -
15 0,097 kg/m².seg., consideradas por sí solas, podrían ser
lo suficientemente altas, fue insatisfactorio el efecto
de la corriente de gas de lavado. Ello fue debido al va-
lor demasiado bajo del producto de velocidad caudal de -
gas de lavado por m² de superficie de paredes de la cáma
20 ra, que ascendió tan sólo a 2,1 kg/m.seg².

Ejemplo 5º

Se trabajó con la misma instalación y en las mis-
mas condiciones que en el ejemplo 2º, a diferencia de que
los 4 tubos de introducción (6) para el gas de lavado te-
25 nían un diámetro interior de 35 mm y de que el caudal de
gas de lavado ascendió a 220 Nm³/hora.

A pesar de que el caudal de gas de lavado por m²
de superficie de paredes del reactor de 0,24 kg/m².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 --
5 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 una mezcla parcial de la película de la pared con la mez
10 cla de la reacción, y la reacción discurrió de manera in completa.

Ejemplo 6º

Fue empleada la misma instalación y se trabajó -- en las mismas condiciones que en el ejemplo 2º, a dife--
15 rencia de que para el gas de lavado fueron empleados úni camente 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 pe sar de que la velocidad lineal de introducción del gas -- de lavado, de 182 m/segundo , y el producto de la veloci--
20 dad 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 su ficientes en esta experiencia, se produjeron deposiciones de dióxido de titanio en las paredes del reactor; ello --
25 se debe al valor insuficiente del caudal de gas de lava do por m^2 de superficie de paredes del reactor, que era tan sólo de $0,054 \text{ kg/m}^2$ por segundo.

Ejemplo 7

344089

30 Fue 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 8º

344089

30

Fue 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 extremo superior, estaba circundado por una caja (11) de forma de anillo, provista de una conducción de alimentación (12). Desde 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 cantidad 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.

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 29994 IVa/12m, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

344089



N O T A

Los puntos de invención, propia y nueva, que se -
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Paten-
te de Invención en España, por VEINTE años, son los si-
5 guientes:

1º. - Un dispositivo para la fabricación de dióxi-
do de titanio finamente dividido, consistente en una cáma-
ra de reacción, tubos de introducción para las materias -
de partida de la reacción y, eventualmente, un gas auxi-
10 liar combustible en el extremo superior de la cámara de -
reacción, así como una abertura de descarga en el extremo
inferior de la cámara de reacción, caracterizado porque -
una o varias conducciones de alimentación para el gas de
lavado desembocan lateralmente en la cámara de reacción.

15 2º. - Un dispositivo de acuerdo con la reivindi-
cación 1, caracterizado porque como conducciones de ali-
mentación, destinadas al gas de lavado, desembocan tan-
gencialmente en la cámara de reacción varios tubos de in-
troducción.

20 3º. - Un dispositivo de acuerdo con la reivindica-
ción 1, caracterizado por encontrarse en el extremo supe-
rior de la cámara de reacción un canal anular, en el que,
por encima del fondo, penetra el gas de lavado a través
de una o más conducciones de alimentación tangenciales, y
25 desde el que el gas de lavado pasa a la cámara de reacción
por encima de una presa.

4º. - Un dispositivo de acuerdo con la reivindica-
ción 1, caracterizado por existir varias ranuras tangen-
ciales en las paredes de la cámara de reacción, que son -



alimentadas con gas de lavado desde una caja común.

5 5º. - Un dispositivo de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la abertura de descarga de la cámara de reacción está estrechada mediante un diafragma de forma anular circular.

6º. - Un dispositivo para la fabricación de dióxido de titanio finamente dividido.

10 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 veinticinco hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 12 AGO. 1967

F.A.
Albeto de Ezaburo
Por Encargado
[Handwritten signature]

344089

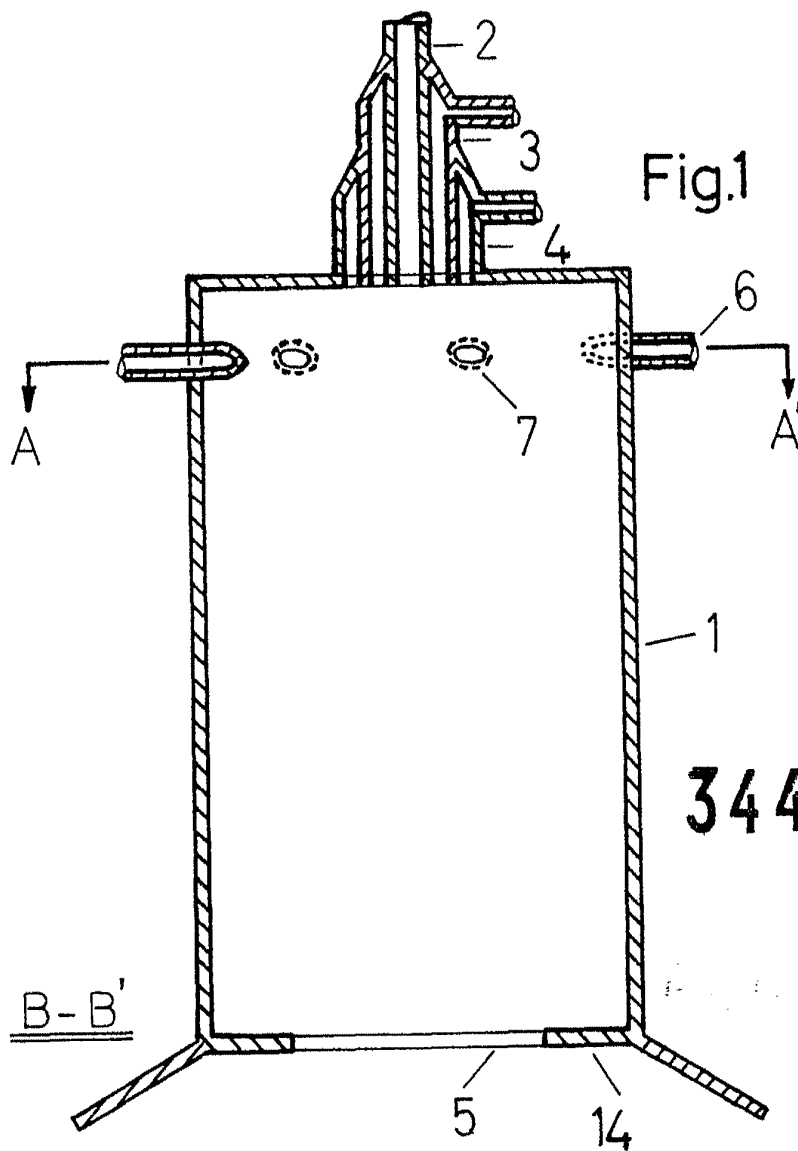


Fig. 1

344089

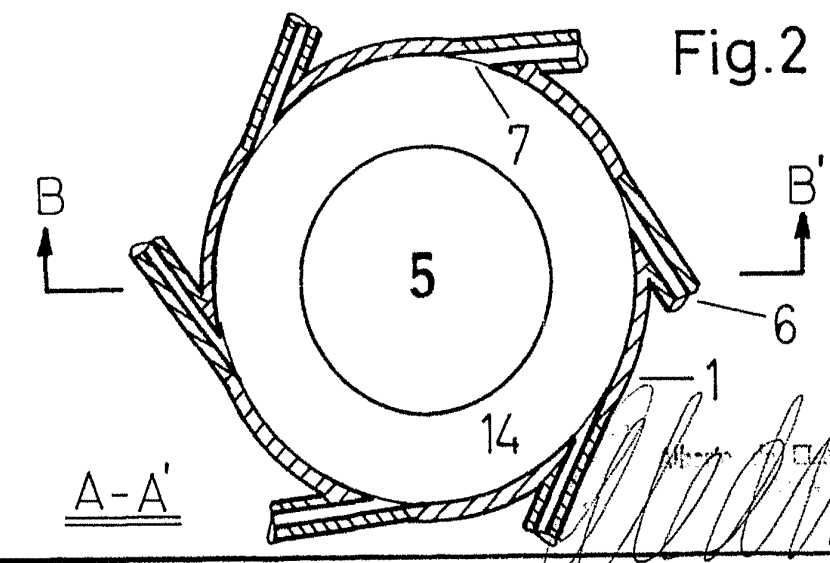
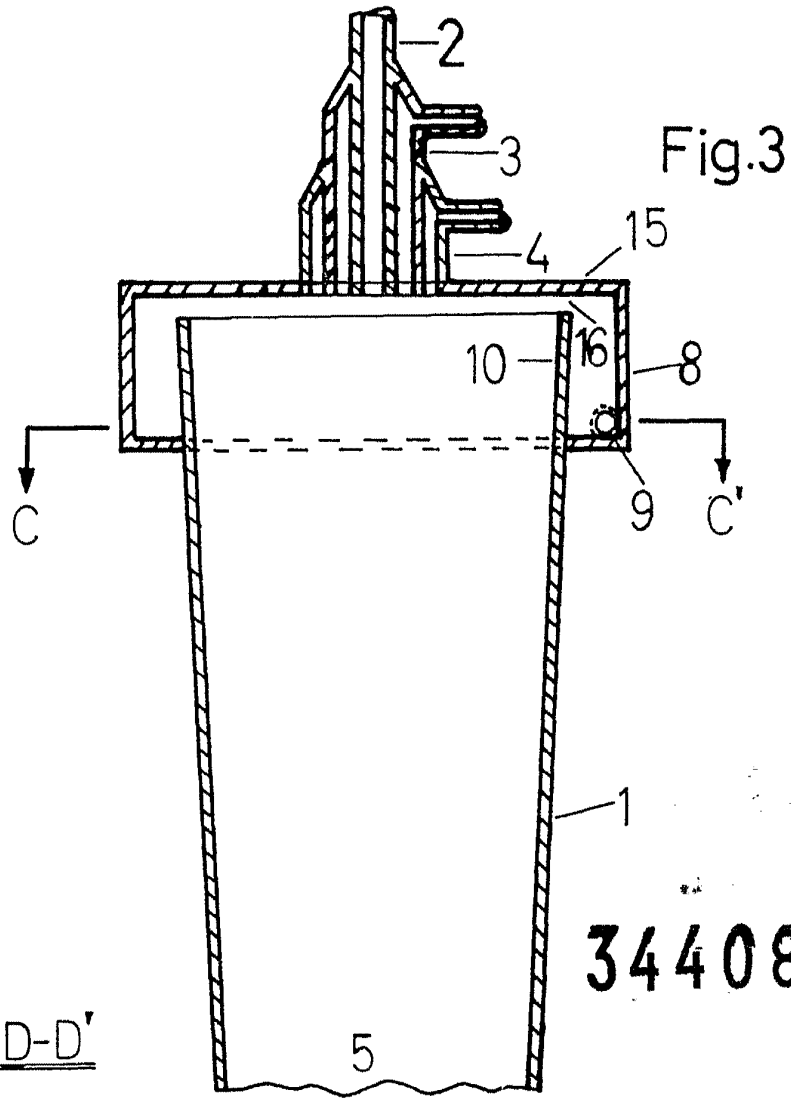
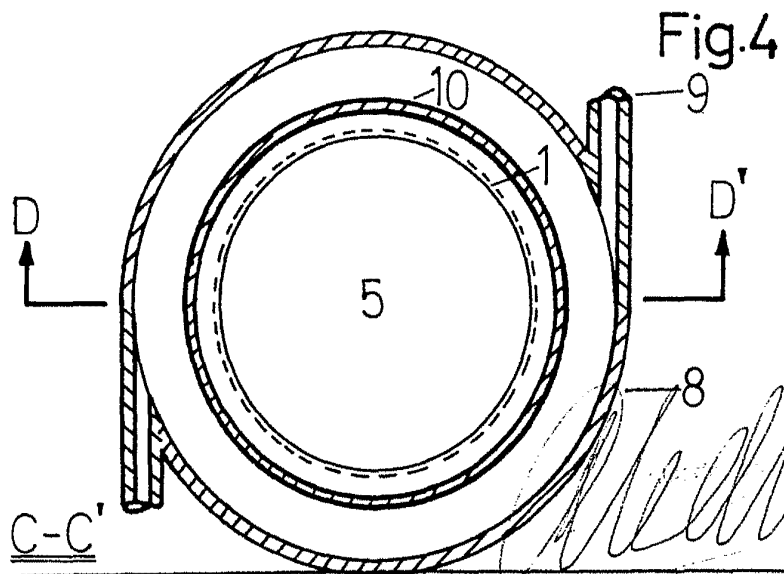


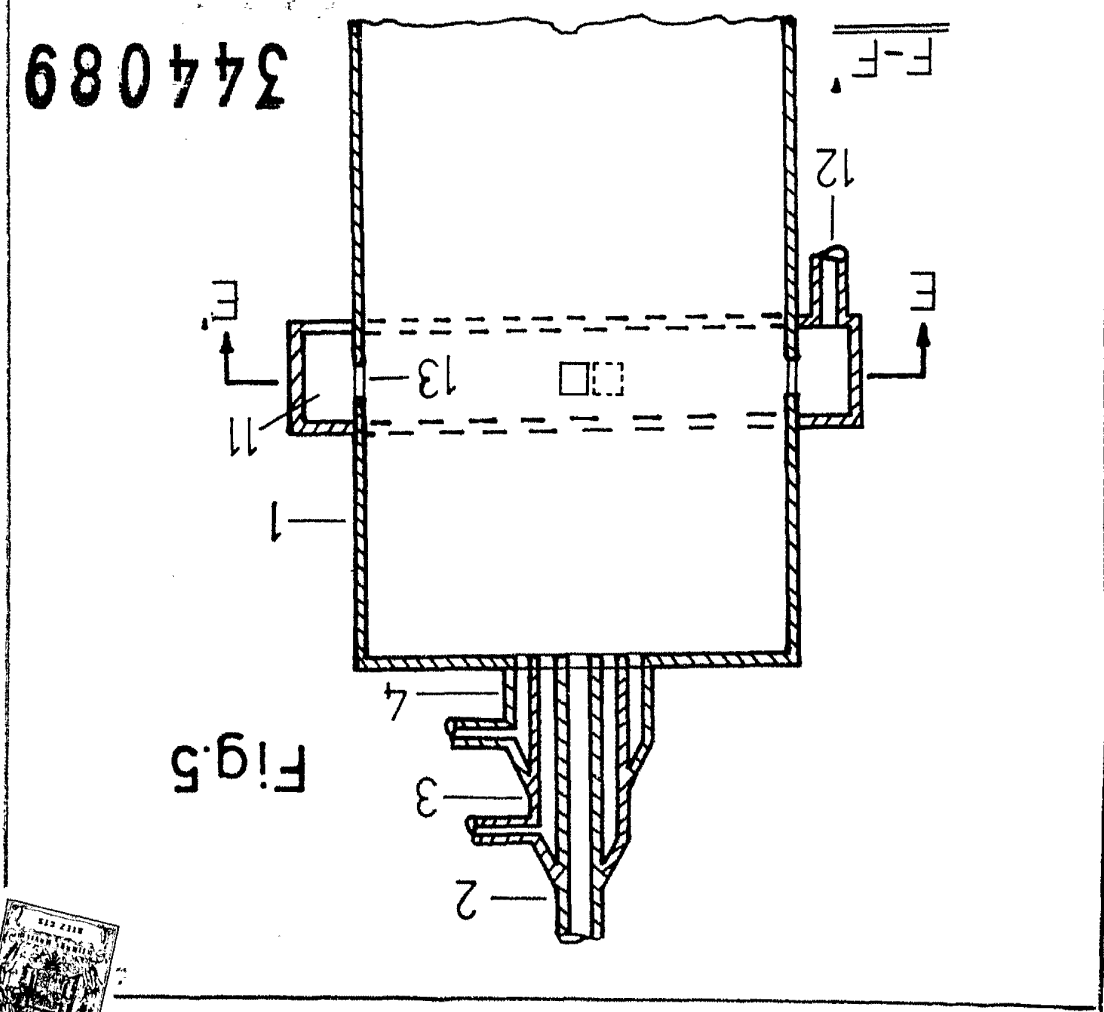
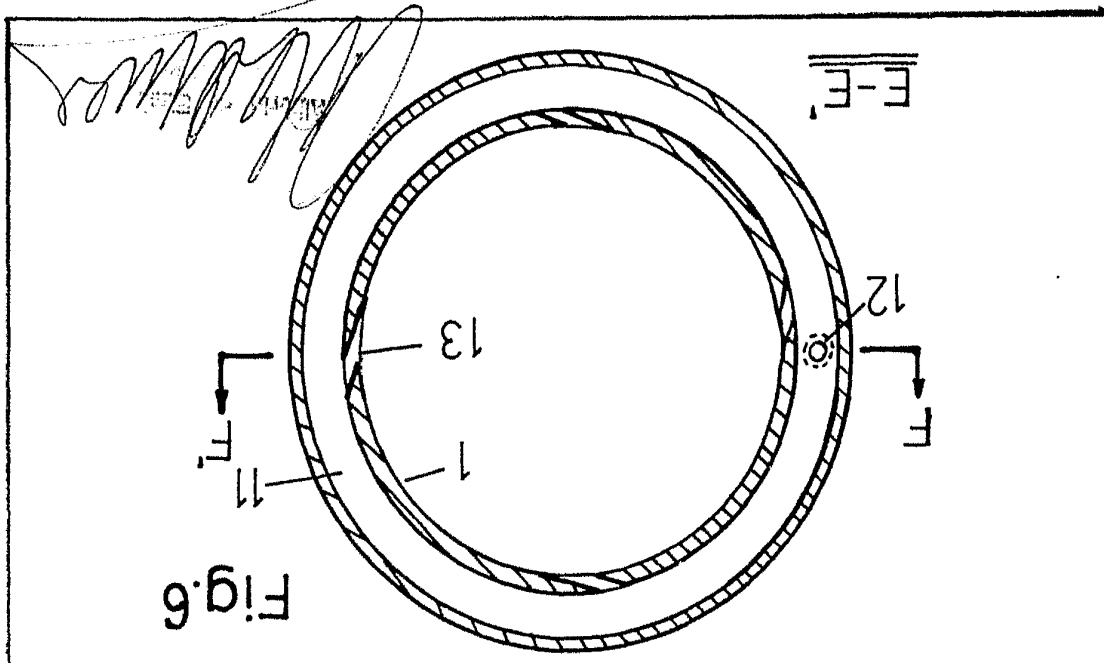
Fig. 2

[Handwritten signature]



344089





344089

