

389404

SECCION TECNICA
CLASIFICACION J. P. C.
CLASE <u>001</u>
SUBCLASE <u>G</u>

389404

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

a favor de WENDELL EARL DUNN, JR., de nacionalidad norteamericana, residente en Wodlahara (New South Wales, Australia), 12 Trelawney Street, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DIOXIDO DE TITANIO".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención está dirigida a un procedimiento para beneficiar el mineral titanífero, por ejemplo, producir un dióxido de titanio esencialmente puro a partir de mineral titanífero que contiene óxidos de hierro, dióxido de titanio y pequeñas cantidades de otros contaminantes óxidos metálicos, que comprende en secuencia las fases de: (a) poner en contacto un lecho de mineral titanífero con cloro gaseoso en un reactor de sólidos y gas, manteniendo a la vez el lecho de mineral bajo condiciones reductoras y a una temperatura elevada para formar

5.

10.

389404



5. un lecho parcialmente clorado; (b) retirar del reactor el cloruro de hierro vaporizado y otros cloruros de metal vaporizados; (c) retirar una cantidad del lecho parcialmente clorado; (d) separar la cantidad retirada del lecho en una primera fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente libre de hierro y una segunda fracción que contiene hierro; (e) introducir dentro del reactor una mezcla que comprende dicha segunda fracción que contiene hierro y mineral nuevo.

10. Esta invención está dirigida a un procedimiento de cloración mejorado para beneficiar el metal titanífero, el cual puede realizarse bien continuamente o en hornadas, y en el que un lecho de mineral titanífero es puesto en contacto en un reactor con cloro bajo condiciones reductoras, a una temperatura elevada, por encima de la temperatura de vaporización de los cloruros de hierro, siendo los cloruros de hierro y los de otros metales extraídos por volatilización, y consistiendo la mejora en retirar, bien continuamente o por hornadas, una porción del lecho parcialmente clorado separando dicha porción del lecho en una primera fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro, reciclando la segunda fracción que contiene hierro, con nuevo mineral al reactor.

15.

20.

25.

El mineral beneficiado por ejemplo, el producto de dióxido de titanio esencialmente libre de hierro, es útil para producir pigmentos de dióxido de titanio

389404

8



para pinturas y como carga para caucho y papel y tambien resulta útil como pigmento así como fundente de soldadura.

5. Con anterioridad a la invención, los procedimientos de cloración para el beneficio de los minerales titaníferos resultaban deficientes ya que producían pérdidas en los valores del titanio para conseguir la reducción deseada del contenido de hierro a menos de 0,5% en peso de  $Fe_2O_3$ . El largo tiempo de cloración
10. requerido para alcanzar esta concentración de hierro deseada proporcionaba un producto de  $TiO_2$  que tiene grandes proporciones de finos. La presencia de finos puede resultar en pérdidas de los valores del titanio en el procedimiento de cloro para la obtención del  $TiO_2$  como
15. pigmento.

20. Esta invención está dirigida a un procedimiento mejorado de cloración para extraer los óxidos de hierro de un mineral titanífero, tal como la ilmenita y titanomagnetita para producir un dióxido de titanio, esencialmente puro, en el cual el mineral es hecho reaccionar bajo condiciones reductoras, con cloro y a una temperatura elevada para convertir el hierro y otros contaminantes de óxido metálicos que se encuentran en un cloruro de hierro y otros cloruros metálicos vaporizados, consistiendo las mejoras en la extracción de una parte del
25. mineral parcialmente clorado el cual es separado en una primera fracción de producto esencialmente libre de hierro y una segunda fracción que contiene óxido de hierro,



389404

- siendo reciclada dicha segunda fracción a la reacción. Inesperadamente, el procedimiento produjo el resultado beneficioso de reducir la pérdida de valores del titanio. Por medio de este procedimiento, se pierde menos de un 5% en peso del contenido original de titanio del mineral.
- 5.

El procedimiento se realiza preferentemente de forma continua, aún cuando puede realizarse asimismo por hornadas.

10. El producto obtenido por el procedimiento de esta invención es dióxido de titanio, libre de óxido de hierro y esencialmente puro. Al decir dióxido de titanio esencialmente puro se entiende un producto que contiene de 95 a 98% en peso de dióxido de titanio, 0,5 a 0,1 de óxido de hierro, pequeñas cantidades de óxidos metálicos susceptibles de ser clorados (generalmente menos de un 0,2% y preferentemente 0,1% o menos) con el resto de silicatos que pueden no clorarse y otras sustancias.
- 15.

20. Con referencia a los dibujos:

La figura 1 es una vista esquemática del procedimiento de cloración, la figura 2 es un gráfico logaritmico del efecto del reciclado en la proporción de cloración.

25. En la figura 1, el mineral (con el empleo de coque) puede ser precalentado hasta la temperatura de reacción en un precalentador (no representado) e introducido dentro del reactor de cloración -10-, llamado



389404

- también clorador, a través de la tubería de suministro -11- para formar un lecho de mineral -12- que se fluidifica cuando se hace pasar cloro, o cloro y monóxido de carbono cuando no se utiliza coque, a través del
5. mismo. El clorador, que está formado por materiales resistentes a la corrosión tales como cuarzo, cerámica y similares, capaces de soportar el contacto con el cloro a temperaturas que exceden de 1050°C es hecho trabajar preferentemente a temperaturas de 700-1150°C y, preferentemente, de 950-1050°C. El lecho de mineral descansa en un disco fritado o placa perforada -13-. Cuando se emplea un disco perforado, los agujeros -14- del mismo, tienen preferentemente diámetros de 0,8 a 2,4 mm. La
10. reacción de cloración puede ser realizada en cualquier reactor de contacto normal para sólidos y gases, preferentemente de posición vertical. El mineral reciclado y el coque, si es empleado, además de mineral de relleno y coque, es dispersado dentro de la parte superior de la cloración. Este suministro de reciclado puede ser
15. introducido también dentro del reactor en un punto situado por debajo de la superficie del lecho fluidificado. Los contenidos del reactor son agitados por el gas o los gases de reacción introducidos dentro del fondo del clorador por medio de la conducción -15-.
- 20.
25. A la temperatura de reacción los gases que no se han reaccionado, gases diluyentes, si los hay, gases derivados tales como dióxido de carbono y cloruros metálicos vaporizados, son extraídos del reactor por medio



389404

- de la tubería de salida -16-. El producto parcialmente clorado es conducido por el conducto -17- a un reductor -18- donde este producto -19-, se pone en contacto con un gas reductor tal como monóxido de carbono, o metano el cual es introducido dentro del reductor a través
5. de la tubería -29-. El producto es transportado por medio de gas inerte introducido dentro de la tubería -20- a un enfriador -21-, que puede ser un refrigerador enfriado por aletas -21- o enfriado por agua (no representado).
10. El producto enfriado -22- es transportado a una tolva -23- desde la cual, por medio de la válvula -24- es introducido a un separador magnético -25-, donde el producto es separado en fracciones magnéticas y no magnéticas, respectivamente -30- y -31-. La fracción de producto no magnética es transportada a una mesa de aire
15. -26- donde el coque que no ha reaccionado es separado de la misma. La fracción magnética y el coque -32- que no ha reaccionado son reciclados por la tubería -27- hacia el reactor con el nuevo mineral de relleno para mantener la profundidad del lecho -28-.
- 20.

En la figura 2 está representado el efecto del reciclado en la producción de la ilmenita para un aparato clorador de 50 mm de diámetro interno, trabajando a  $1000^{\circ} \text{C}$  con una relación  $\text{CO}/\text{Cl}_2 = 1,6$  y velocidad de gas

25. de 0,061 m/Reg; en ordenadas se indica los gramos por hora de mineral y en abscisas la relación de reciclado más la unidad. Se aprecia por esta curva que casi 200 g de ilmenita cable pueden ser beneficiados hasta la cali-

389404



5. dad de producto que contiene menos de 0,5% de mineral, calculado como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , a condición de emplear una elevada proporción de reciclado. Por otra parte, con un pequeño porcentaje de reciclado, menor en cantidad que la proporción de suministro, la producción desciende debajo de 100 g. Con esta pequeña proporción de reciclado las pérdidas por  $\text{TiCl}_4$  serían también excesivas.

10. Los procedimientos de esta invención reducen y limitan a una pequeña cantidad la formación de tetracloruro de titanio manteniendo en el clorador una mezcla de reacción de mineral con un promedio de contenido de hierro, calculada en  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , preferentemente por encima de 10% en peso. El promedio de contenido de hierro, calculada como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , puede ser de un 5% en peso  
15. de la mezcla de reacción, sin embargo, en estos niveles de hierro se forma una cantidad significativa de tetracloruro de titanio. El promedio de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  del lecho es 12% en peso del material del lecho.

20. En general, es conveniente llevar el procedimiento de una manera tal que el promedio de tiempo de permanencia de una partícula beneficiada en el reactor sea de 30 minutos, aun cuando se puedan emplear periodos más cortos o más largos. Preferentemente el volumen total del reactor es renovado a un promedio de una vez  
25. cada diez minutos.

El reactor, el cual puede ser llamado también clorador, puede ser construido de cuarzo o materiales cerámicos tales como ladrillos refractarios y similares.

389404<sup>8</sup>



Estos materiales, preferentemente, deben ser capaces de soportar el contacto con una mezcla que contenga cloro, tetracloruro de titanio, cloruro ferroso y férrico, monóxido de carbono y oxígeno a temperaturas que exceden los 1200°C.

5.

El cloro es introducido preferentemente dentro del reactor en un punto situado por debajo del lecho de mineral. El mineral descansa en una mesa fritada porosa o una placa perforada que tiene una pluralidad de agujeros de 0,8 a 2,4 mm. La proporción de suministro del cloro dentro del reactor se mantiene de forma que el cloro es consumido dentro del lecho de mineral y se mantiene la fluidificación, preferentemente una vigorosa fluidificación del lecho de mineral. Según

10.

15.

la profundidad de lecho de mineral que es preferentemente de 30 a 150 mm y más preferida de 30 a 300 mm, la proporción preferible del flujo de cloro es de 0,058 a 0,61 m/seg. y más preferida de 0,058 a 0,38 m/seg. El caudal de cloro empleado es tal que produce un flujo superficial de gases calientes a través del reactor a una temperatura de reacción de cerca 0,076 m/seg.

20.

25.

Las condiciones reductoras que pueden ser mantenidas en el reactor por gran número de métodos. Uno de ellos consiste en clorar una mezcla de mineral y carbono u otro material carbonoso tal como coque, tanto de origen carbónico como petrolífero, carbón de madera, negro de humo y similares. En esta modificación del procedimiento de la invención el contenido de carbono del

389404 8



chorro de mineral suministrado al reactor es preferentemente menor que un 33% en peso, y más preferible de casi 10% en peso.

- La reacción de cloración puede ser realizada
5. bajo condiciones reductoras, haciendo clorar el mineral con una mezcla que contiene cloro y monóxido de carbono. En esta modificación, debe haber suficiente monóxido de carbono para hacer reaccionar el oxígeno liberado del mineral por cloración de los óxidos de hierro. El
10. chorro de gas de cloro suministrado puede contener un exceso de monóxido de carbono, preferentemente al cloro en una proporción molar de 0,9 : 1 a 10 : 1 y más preferentemente en una proporción molar de 0,9: 1 a 1,6 : 1. El caudal de mezcla introducida dentro del reactor y
15. preferentemente en un punto por debajo o cerca del fondo del lecho de mineral es elegido de forma que se mantiene la fluidificación del lecho de mineral y el componente de cloro es consumido dentro del mismo. Este caudal que es dependiente de la profundidad del lecho de
20. mineral, y que es preferentemente de 30 a 1500 mm y más preferentemente de 30 a 300 mm, 5,4 a 35,4 dm<sup>3</sup>/seg es de 0,058 a 0,61 m/seg, y más preferentemente de 0,058 a 0,38 m/seg.

25. El caudal de la mezcla de cloro y monóxido de carbono es tal que produce preferentemente un caudal superficial de gases calientes a través del reactor calentado a la temperatura de reacción de casi 0,076 m/seg, aun cuando pueden emplearse caudales superficiales ma-

389404

8



mayores o más bajos.

5. El caudal de los gases dentro del reactor y la profundidad del lecho de mineral pueden ser regulados preferentemente para que no se produzca el arrastre de las partículas menores beneficiadas, con el fin de evitar la pérdida de valores del titanio.

10. La temperatura de reacción puede ser mantenida calentando externamente el reactor o los chorros de suministro. Alternativamente, puede agregarse una pequeña cantidad de aire u oxígeno para quemar algo de monóxido de carbono o carbono, para calentar internamente el reactor.

15. Preferentemente el mineral introducido dentro del clorador debe tener un tamaño de partícula promedio de al menos de malla 20 y preferentemente 90% de malla 75.

20. En el procedimiento continuo, la proporción de adición de mezcla reciclada y el nuevo mineral (y carbón según las condiciones reductoras) el reactor seleccionado, mantiene preferentemente la profundidad de lecho deseada.

Los siguientes ejemplos ilustran además la incisión. Salvo donde se indica lo contrario, los porcentajes están indicados en peso.

25. EJEMPLO 1

Un reactor de cuarzo, de 50mm de diámetro interior calentado electricamente con un disco de sílice sintetizado para sostener los sólidos de ilmenita fluidificada es puesto a



389404

10000C con una entrada de gas de CO y Cl<sub>2</sub>. La ilmenita es suministrada a través de una abertura superior y los sólidos del lecho son extraídos por una abertura lateral 75 mm por encima del disco poroso de sílice. Los gases que contienen FeCl<sub>3</sub>, FeCl<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub> y trazas de Cl<sub>2</sub> y TiCl<sub>4</sub> pueden salir fuera de la parte superior del reactor 250 mm por encima del disco de sílice.

Los sólidos que salen del reactor a través del brazo lateral son mantenidos en una atmósfera reductora hasta que se enfrían a temperatura ambiente. El enfriamiento se realiza lo bastante despacio como para asegurar un reducido estado magnético.

Se suministra continuamente 462 g/h de nueva ilmenita mezclada con 530 g de ilmenita magnética reciclada parcialmente beneficiada. El sobreflujo del lecho reducido por frío es separado magnéticamente en un separador magnético de rodillo inducido de laboratorio GARPCO con corriente magnética y velocidad de rodillo reguladas para separar la partículas de ilmenita por debajo de 0,5% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (tal como FeO y Fe) de la fracción más magnética la cual es retornada como reciclo.

Después de que el lecho alcanza el equilibrio de profundidad y concentración se hace una concentración de un producto no magnético menor que 0,5% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y 95% de TiO<sub>2</sub> a partir de ilmenita Cable. Los valores de óxido de manganeso en el producto son menos de 0,1%. El gasto de cloro muestra un 90% de FeCl<sub>2</sub> y un 10% de FeCl<sub>3</sub>, y las pérdidas del producto de cloruro de hierro gaseoso



389404

$TiCl_4$  representan menos de un 5% del suministro de  $TiO_2$ .

5. Un suministro de  $Cl_2$  de 2,62 gmol/h y suministro de CO de 4,03 gmol/h mantienen una vigorosa fluidificación a una velocidad superficial de 0,01 m/seg, sin un arrastre significativo de partículas beneficiadas.

EJEMPLO 2

10. En el mismo reactor descrito en el ejemplo 1, el cual es hecho trabajar a 1050°C con una alimentación de ilmenita con 10% en peso de coque de petróleo, combinada, con un reciclado de todo el coque separado del sobreflujo del lecho y la fracción magnética electroimán regulado para separar menos del 5% de partículas de
15.  $Fe_2O_3$  de 95% como fracción magnética) rinde un producto de una concentración de 95% de  $TiO_2$ , y menos de 1% de MnO. El caudal de alimentación requerido es de 200 g/h de ilmenita Cable, 20 g/h de coque y cerca de 645 g/h de reciclado de ilmenita parcialmente beneficiada,
20. que contiene casi un 15% de  $Fe_2O_3$  (como FeO del hierro reducido y Fe). El sobreflujo es reducido por CO y enfriado bajo condiciones de enfriamiento para evitar la reoxidación.

25. El subproducto de cloruro de hierro está compuesto substancialmente de  $FeCl_3$ . El flujo de cloro es de 1,61 gmol/h diluido por 3,2 gmol  $N_2$ /h. La velocidad superficial del gas es de 0,076 m/seg basada en las cantidades de gas que entra.

389404

8



- El producto que se retira parcialmente clorado es enfriado bajo condiciones reductoras. Por ejemplo, el producto puede ser enfriado bajo monóxido de carbono o metano hasta la temperatura a la que el hierro residual es reducido a  $\text{FeO}$  o  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  magnético, y, convenientemente, el enfriado se realiza hasta la temperatura ambiente. El producto de reacción enfriado, parcialmente clorado, se hace pasar a través de un separador magnético convencional para efectuar una separación en una primera fracción no magnética que contiene menos de un 0,5% de hierro junto con coque residual, si lo hay, y una segunda fracción magnética. La fracción magnética es reciclada en el procedimiento. La fracción no magnética es dióxido de titanio esencialmente puro en la modificación de esta invención que emplea monóxido de carbono. Cuando el carbono es mezclado con el mineral el carbono residual puede ser separado del producto haciendo pasar la fracción no magnética a través de un dispositivo de mesa de aire que hace pasar una corriente de aire a través del chorro para separar las partículas de carbono menos densas del producto de dióxido de titanio esencialmente puro, más denso. Alternativamente, el producto clorado parcialmente puede ser separado en una fracción de producto esencialmente puro y una fracción que contiene hierro por clasificación de densidad.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

El procedimiento de separación puede llevarse a cabo con una etapa de humectación con agua que puede emplearse convenientemente con minerales que contengan cal-

389404

8



- cio. El calcio cuando está presente en el mineral es convertido en cloruro de calcio el cual no se vaporiza ni es extraído a las temperaturas de reacción. La presencia de cloruro de calcio no es deseable ya que
5. qhace decrecer las propiedades de flujo del producto, especialmente en presencia de la humedad atmosférica, debido a su naturaleza higroscópica. La fase de humectación consiste en poner en contacto la fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro con
10. el agua. seguido de su secado.

- La invención produce un producto que tiene partículas que han tenido un historial de cloración mucho más uniforme. El procedimiento de beneficio implica la extracción de los óxidos metálicos (predominantemente óxido de hierro con pequeñas cantidades de
15. manganeso, vanadio y otros contaminantes metálicos) los cuales están más o menos uniformemente distribuidos a través de las partículas de mineral. Los contaminantes que se encuentran en el centro de las partículas de mineral son más difíciles de clorar que los
20. más cercanos a la superficie de dichas partículas. El procedimiento de esta invención permite una recuperación del producto beneficiado a partir del producto que tiene un residuo de hierro y reduce por tanto el contacto del producto beneficiado con el cloro.
- 25.

Con anterioridad a esta invención, los procedimientos de beneficio de la cloración no eran considerados deseables, ya que los mismos podrían acarrear una

389404

8



5. pérdida de los valores del titanio y la producción de un producto relativamente más poroso con una cantidad de finos relativamente mayor. El dióxido de titanio que es poroso y contiene una gran cantidad de finos no es deseable ya que su empleo en un procedimiento de cloración para la producción de pigmentos de dióxido de titanio puede tener por resultado la pérdida de valores de titanio.

10. El producto producido por el procedimiento de esta invención es relativamente menos poroso, y en general, contiene menos de los finos no deseables.

15. El producto producido por esta reacción va de color blanco desteñido al amarillo pálido. El producto tiene un area superficial de 0,1-0,5 m<sup>2</sup>/g y no absorbe el H<sub>2</sub>O o los hidroxilos de enlace en su superficie Ti.

20. Tal como se ha indicado anteriormente, los productos de dióxido de titanio producidos por medio del procedimiento de esta invención resultan útiles como intermediarios para la fabricación del pigmento de dióxido de titanio. Los productos pueden ser empleados directamente como pigmento. El producto resulta también útil como fundente de soldadura y en este empleo es aplicado como un recubrimiento a las varillas de soldadura.

25.

La detallada descripción anterior ha sido dada solamente a efectos de un entendimiento más claro y no se han de deducir de ella limitaciones innecesarias.



389404

rias. La invención no está limitada a los detalles exactos mostrados y descritos ya que se pueden ocurrir modificaciones obvias a entendidos en la técnica.

- . -

N O T A

- Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:
5. 1. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, esencialmente puro y a partir de un mineral titanífero que contiene óxidos de hierro,  $TiO_2$  y pequeñas cantidades de otros contaminantes óxidos metálicos, caracterizado por el hecho de comprender, en secuencia, las fases de:(a) poner en contacto un lecho de mineral titanífero con cloro gas en un reactor de sólidos y gases, manteniendo a la vez el lecho de mineral bajo condiciones reductoras y a una elevada temperatura, para formar un lecho parcialmente clorado;(b) retirar los cloruros de hierro y de otros metales vaporizados; (c) retirar una cantidad del lecho parcialmente clorado; (d) separar la cantidad retirada del lecho en la fase(c) en una fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente libre de hierro y una segunda fracción que contiene hierro; y (e) introducir dentro del reactor dicha segunda fracción que contiene hierro, o bien la citada segunda fracción que contiene hie-
  - 10.
  - 15.
  - 20.





389404

rro y nuevo mineral.

2. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, en ciclo continuo, según la reivindicación 1 caracterizado por el hecho de comprender:
5. (a) introducir continuamente cloro dentro de un lecho de mineral titanífero y carbón en un reactor de sólidos y gases a una velocidad de fluidificación pero inferior a la que produce el arrastre del mineral; (b) retirar continuamente los cloruros de hierro y de otros
10. metales vaporizados; (c) retirar continuamente una cantidad del lecho; (d) separar la cantidad retirada del lecho en una primera fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro; y (e) introducir continuamente
15. dentro del reactor una mezcla que comprende la citada segunda fracción que contiene hierro y suficiente mineral nuevo para mantener un nivel de lecho constante.

3. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la mezcla contiene de 2 a 33% en peso de un agente reductor carbonoso.
- 20.

4. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el carbono es coque de petróleo, coque derivado del carbón y carbón de leña.
- 25.

5. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracteriza-
-



389404

do por el hecho de que la temperatura dentro del reactor es de 700 a 1150°C.

5. 6. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la temperatura dentro del reactor es de 950 a 1050°C.

10. 7. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el lecho de mineral y de carbono tiene una profundidad de 30 a 1500 mm.

8. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el lecho de mineral y carbono tiene una profundidad de 30 a 300 mm.

15. 9. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el caudal de gas es de 0,058 a 0,61 metros por segundo.

20. 10. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el caudal de gas es de 0,058 a 0,38 m/seg.

25. 11. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que el gas es consumido dentro del lecho de mineral.

12. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracteriza-





389404

do por el hecho de que la mezcla contiene de un 2 a un 33%, por peso, de carbono.

5. 13. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de comprender el enfriamiento de la cantidad retirada del lecho bajo una atmosfera reductora y separar magnéticamente el producto reducido obtenido de tal forma, en una primera fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro.

10. 14. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de comprender: (a) introducir continuamente cloro a una velocidad de 0,058 a 0,61 metros por segundo dentro de un lecho fluidificado de mineral titanífero y 10% en peso, de coque de petróleo, cuyo lecho tiene una profundidad de 30 a 305 mm y está calentado a una temperatura de 950 a 1050°C en un reactor de sólidos y gases; (b) separar continuamente los cloruros de hierro y otros metales vaporizados; (c) separar continuamente una cantidad del lecho; (d) enfriar continuamente la cantidad retirada del lecho bajo una atmósfera de monóxido de carbono y separar continuamente y magnéticamente la cantidad retirada enfriada, en  
25. una fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro; y (e) introducir continuamente dentro del lecho del reactor una mezcla que comprende la citada segunda fracción que contiene hierro y suficiente nuevo mineral y coque

389404



petrolifero para mantener un nivel constante del lecho.

5. 15. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de comprender: (a) introducir constantemente monóxido de carbono y cloro dentro de un lecho que comprende una mezcla de mineral titanífero en un reactor de sólidos y gases a una velocidad de fluidificación pero inferior a la que produce el arrastre del mineral a la vez que se mantiene; (b) retirar continuamente cloruros de hierro y de otros metales vaporizados; (c) retirar continuamente una cantidad del lecho; (d) separar continuamente la cantidad retirada del lecho en una primera fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro; y (e) introducir continuamente dentro del reactor una mezcla que comprende dicha segunda fracción que contiene hierro y suficiente nuevo mineral y carbono para mantener un nivel constante del lecho.

20. 16. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de que la proporción de cloro respecto al monóxido de carbono es de 1 a 10.

25. 17. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de añadir cloro en cantidades estequiométricas o de exceso.

18. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado



389404

por el hecho de que la temperatura dentro del aparato de contacto es de 700 a 1150°C.

5. 19. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de que la temperatura dentro del aparato de contacto es de 950 a 1050°C.

10. 20. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de que el lecho de mineral tiene una profundidad de 60-380 mm.

21. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de que el gas es consumido dentro del lecho de mineral.

15. 22. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de comprender el enfriamiento de la cantidad retirada del lecho bajo una atmósfera reductora y la separación magnética del producto reducido obtenido de tal forma, en una primera fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro.

20. 23. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de que la porción molar del monóxido de carbono respecto al cloro es de 0,9 : 1 a 10,0 : 1.

25. 24. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado

389404


8 MA



por el hecho de que la proporción molar de monóxido de carbono respecto al cloro es de 0,9 : 1 a 1,6 : 1.

25. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio, según la reivindicación 15, caracterizado por el hecho de comprender:
5. (a) introducir continuamente un chorro de monóxido de carbono y cloro que tiene una proporción molar de monóxido de carbono respecto al cloro de 0,9 : 1 a 1,6 : 1 a una velocidad de 0,058 a 0,61 metros por segundo dentro de un lecho fluidificado de
  10. mineral de titanio calentado hasta una temperatura de 950 a 1050°C en un reactor de sólidos y gases; (b) retirar continuamente el cloruro de hierro y de otros metales vaporizados; (c) retirar continuamente una cantidad del lecho; (d) enfriar la cantidad retirada del lecho bajo
  15. una atmósfera de monóxido de carbono y separar de forma continua y magnética la cantidad retirada y enfriada, en una fracción de producto de dióxido de titanio esencialmente puro y una segunda fracción que contiene hierro; y (e) introducir continuamente dentro del lecho del reactor
  - 20 una mezcla que comprende la citada segunda fracción que contiene hierro y suficiente nuevo mineral para mantener un nivel de lecho constante.

26. Procedimiento para la obtención de dióxido de titanio.



Todo ello según queda descrito y reivindicado

389404



en la presente memoria descriptiva que consta de veintitres hojas foliadas escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 8 de marzo de 1971

WENDELL EARL DUNN JR.

p. a.

A large, stylized handwritten signature in black ink is written over the typed name "WENDELL EARL DUNN JR." and the initials "p. a.". The signature is highly cursive and extends across the width of the typed text.

A large, stylized handwritten mark or signature in black ink is located in the bottom left corner of the page. It consists of several overlapping loops and a long horizontal stroke.

389404

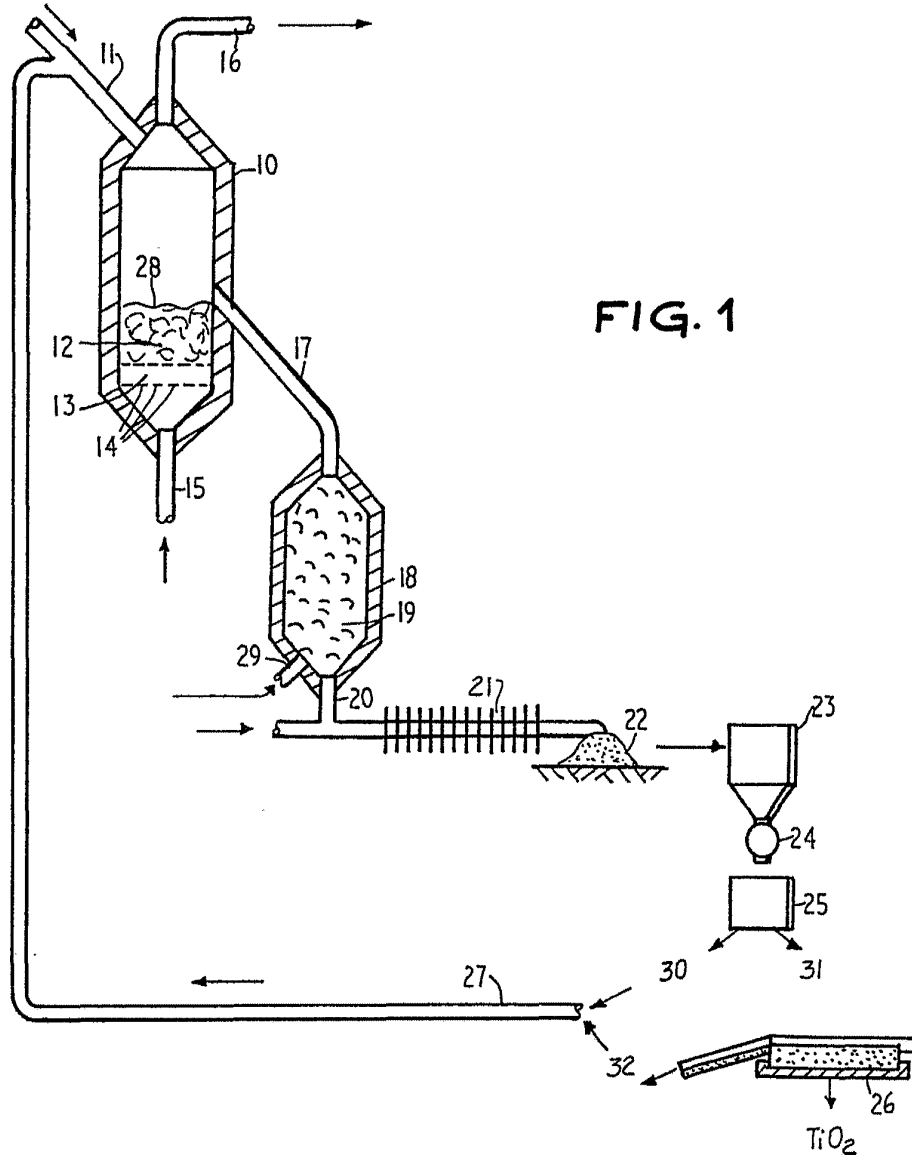


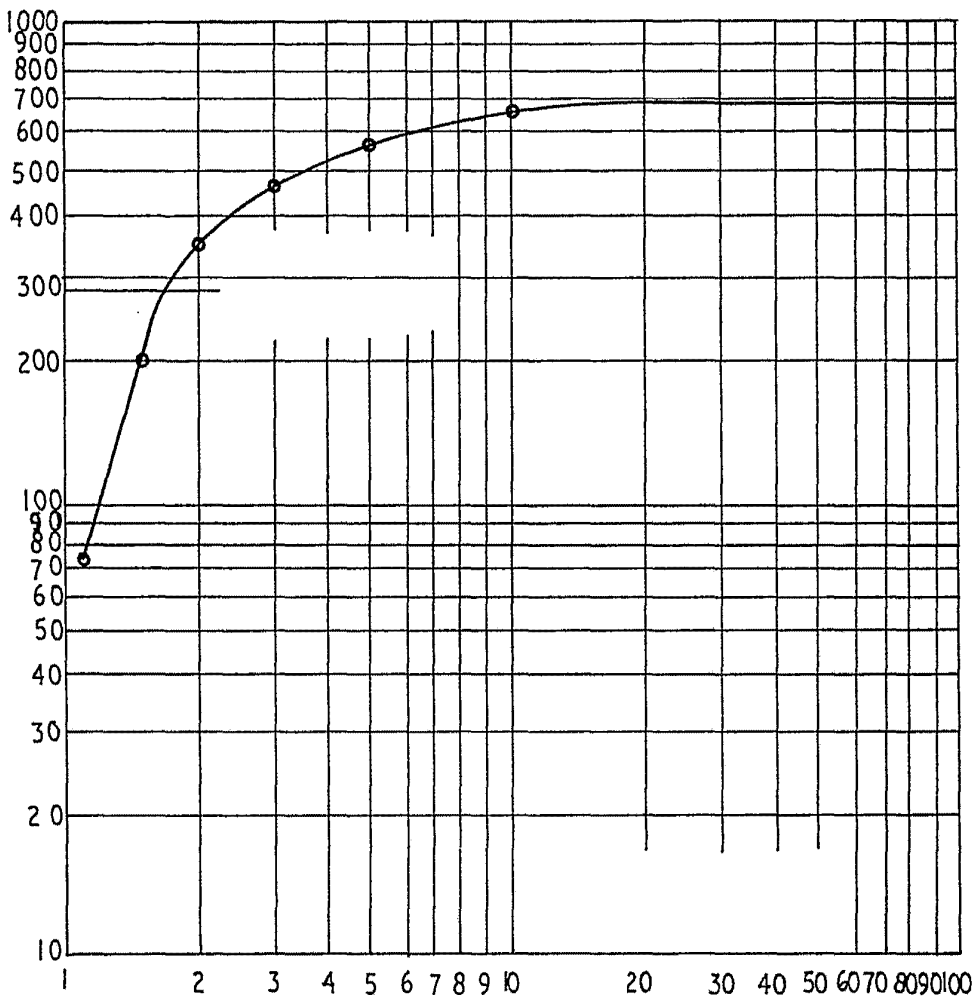
FIG. 1

2/12/71

Barcelona, 8 marzo 1971

p.a.

FIG. 2



20229/2

Barcelona, 8 marzo 1971

p.a.