



400355

Int. Cl.^a C01G, C09C

P.- 52.537

Case F. 1625

409355

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar
PATENTE DE INVENCION
en ESPAÑA
Por VEINTE años

A nombre de MONTECATINI EDISON S.p.A. y THE NEW JERSEY
ZINC COMPANY

entidades italiana y norteamericana, respectivamente,
establecidas en Foro Buonaparte, N. 31, Milán, Italia,
y 2045 City Line Road, Bethlehem, Pensilvania 18017,
Estados Unidos de América, respectivamente.

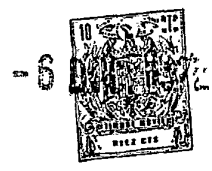
por UN PROCEDIMIENTO PARA OBTENER DIOXIDO DE TITANIO
QUE TIENE CARACTERISTICAS PIGMENTARIAS.

(Clase Internacional C01g, C09c)

11-11-72

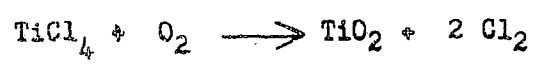
- 1 -

**POOR
QUALITY**



409355

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de dióxido de titanio que tiene características pigmentarias, por reacción en fase gaseosa de tetracloruro de titanio con un gas oxidante, y concretamente con oxígeno o gases que contienen oxígeno, según la reacción:



Esta reacción se efectúa generalmente a una temperatura superior a 1000°C, comprendida preferiblemente entre 1100 y 1500°C, mezclando el tetracloruro de titanio vaporizado y precalentado con el gas oxidante, que había sido precalentado también.

En el caso de que el dióxido de titanio tenga que emplearse como pigmento, las partículas sólidas obtenidas por oxidación de tetracloruro de titanio han de tener un diámetro medio de no menos de 0,18 μ . Generalmente, el diámetro medio tiene que estar comprendido entre 0,18 y 0,26 μ ; dentro de este intervalo se trata de obtener un producto que tenga un diámetro medio determinado más bien que otro, según el uso al que el pigmento está destinado. Por ejemplo, los pigmentos que tienen un diámetro medio comprendido entre 0,20 y 0,26 μ se prefieren para los esmaltes, mientras que los pigmentos que tienen un diámetro medio



409355

comprendido entre 0,18 y 0,21 μ se prefieren para los materiales plásticos.

5 En cualquier caso, además, es necesario que la curva de distribución de los diámetros de las partículas sea más bien estrecha alrededor del valor del diámetro medio.

10 Es sabido que durante la oxidación del tetracloruro de titanio es posible identificar varias etapas de transformación: formación de núcleos sólidos de TiO_2 en el interior de la fase gaseosa; etapa de nucleación); crecimiento de estos núcleos por reacción heterogénea de reactivos sobre la superficie de las partículas sólidas; aglomeración por colisión de tipo inelástico entre dos o más partículas, formando así par-
15 tículas de mayores dimensiones.

Es sabido también que el diámetro medio y la distribución de los diámetros de las partículas depende de si la etapa de nucleación prevalece o no so-
20 bre las etapas de crecimiento; en el primer caso se ob- tiene un mayor número de partículas de pequeño diáme- tro (por ejemplo menos de 0,1 μ), mientras que cuan- do las etapas de crecimiento prevalecen sobre la etapa de nucleación, se obtiene un número más pequeño de par-
25 tículas de mayores dimensiones. Por lo tanto, es eviden- te que, para obtener partículas con un diámetro medio



- 6 -

409355

de no menos de $0,18 \mu$, la reacción de oxidación del $TiCl_4$ tiene que efectuarse de modo que las etapas de crecimiento prevalezcan sobre la etapa de nucleación.

5 Para conseguir este fin, se han propues-
to algunos procedimientos para la oxidación del $TiCl_4$,
en los que tiene lugar una cierta recirculación del
producto de reacción hacia la zona de mezcla de los
reactivos; esta recirculación de las partículas sólidas
10 produce una cierta inseminación en la zona de mez-
cla de los reactivos, es decir hace que se disponga en
la misma de semillas de TiO_2 que crecen, formando partí-
culas de grandes dimensiones. Se ha propuesto, por ejem-
plo, un procedimiento en el que se emplea un reactor ra-
dial (y concretamente un reactor en el que una corrien-
15 te de reactivo es predominantemente axial y la corrien-
te del otro reactivo es predominantemente radial) del
tipo mostrado esquemáticamente en corte axial en la fi-
gura 1.

20 Este reactor está constituido por un con-
ducto cilíndrico (1) unido por su extremo inferior a una
cámara de reacción (2), que también es cilíndrica, a tra-
vés de un conducto (3) divergente troncocónico que se di-
rige hacia abajo.

25 Según este procedimiento, el gas oxidante,
precalentado y dotado de un movimiento helicoidal, es



409355

alimentado desde la parte superior a través del conducto cilíndrico superior, mientras que el tetracloruro de titanio vaporizado y precalentado es alimentado a través de una ranura anular (4) realizada en el conducto cilíndrico superior en correspondencia con la base menor del tronco de cono.

No obstante, en este procedimiento la recirculación de los productos (que se muestra en la figura 1 por las flechas pequeñas) no produce una inseminación suficiente, ya que la recirculación está limitada a una pequeña zona próxima a la pared aguas abajo de la ranura, e implica productos que no han reaccionado completamente a temperaturas más bien bajas próximas a la temperatura de mezcla. Para conseguir una recirculación más eficiente, y por lo tanto para obtener un producto con mejores características pigmentarias, se ha propuesto otro procedimiento que puede efectuarse por medio de un reactor radial del tipo mostrado esquemáticamente en corte axial en la figura 2.

Este reactor está constituido por un conducto cilíndrico (1) unido por su extremo inferior a una cámara de reacción (2) que es también cilíndrica, a través de un conducto troncocónico (3).

Según este procedimiento, el gas oxidante, precalentado y dotado de un movimiento helicoidal, se

409355



alimenta desde la parte superior a través del conducto cilíndrico superior, mientras que el tetracloruro de titanio vaporizado y precalentado se alimenta a través de una ranura anular (4) realizada en la cámara de reacción.

5 El gas oxidante caliente, que entra en el conducto troncocónico del reactor, se concentra a lo largo de las paredes como consecuencia de la fuerza centrífuga debida al movimiento helicoidal. Al mismo tiempo, al entrar en el conducto troncocónico, las venas flúidas se separan unas de otras en la zona próxima al eje de reacción. Por consiguiente, el movimiento del flujo en el interior del conducto divergente es helicoidal y dirigido hacia abajo junto a las paredes, y helicoidal y dirigido hacia arriba en la zona central. De este modo, hay una gran recirculación de los productos sólidos obtenidos aguas abajo de la zona de alimentación de $TiCl_4$, y también un arrastre simultáneo de $TiCl_4$ a una zona de alta temperatura rica en oxígeno, aguas arriba de la zona de alimentación de $TiCl_4$; en esta zona, el proceso de crecimiento de los productos sólidos es favorecido con respecto a la formación de nuevos núcleos, con la formación consiguiente de un menor número de partículas de TiO_2 que tienen mayores dimensiones.

25 En el caso del procedimiento mostrado con referencia a la figura 1, para obtener partículas de

409355



dióxido de titanio que tengan dimensiones pigmentarias, es necesario trabajar con reactores que tengan dimensiones muy grandes, y por lo tanto con los inconvenientes conocidos de incrustaciones y obstrucciones. En el caso
5 del procedimiento mostrado con referencia a la figura 2, no hay ningún inconveniente, pero no obstante la variación del tamaño de partícula (diámetro medio y distribución de las dimensiones de las partículas) dentro del intervalo pigmentario no es posible con un reactor dado que
10 tiene una capacidad fija. Este inconveniente, sin embargo, se encuentra también con referencia al procedimiento mostrado en la figura 1. El objeto de la presente invención es, por lo tanto, el de proporcionar un procedimiento para la producción de dióxido de titanio que tiene caracterís-
15 ticas pigmentarias, el cual permite variar a voluntad, según el uso al que se destina el pigmento, el tamaño de las partículas obtenidas, dejando inalterados tanto los flujos de tetracloruro de titanio y de gas oxidante como las características geométricas principales del reactor
20 (diámetro del conducto cilíndrico superior, diámetro de la cámara de reacción, altura del conducto troncocónico, altura de la cámara de reacción).

Estos y otros objetos más pueden conseguirse mediante la presente invención, que se refiere a un
25 procedimiento para obtener dióxido de titanio que tiene

409355



características pigmentarias, en forma de partículas que tienen un tamaño de partículas previamente fijado, por oxidación de tetracloruro de titanio vaporizado y generalmente precalentado a 400-600°C, en un reactor constituido esencialmente por un conducto cilíndrico unido por su extremo inferior, a través de un conducto divergente dirigido hacia abajo, preferiblemente troncocónico, a una cámara cilíndrica de reacción que tiene un diámetro D, alimentado a través de dicho conducto cilíndrico superior el gas oxidante, precalentado a 1700-2300°C, y dotado de un movimiento helicoidal con un índice de turbulencia comprendido entre 0,2 y 20. Dicho procedimiento se caracteriza porque el tetracloruro de titanio se alimenta a través de una ranura anular que tiene un diámetro D' realizada en el conducto troncocónico del reactor, situada de modo que la proporción D'/D es inferior a 1 e igual o superior a 0,20.

De hecho los solicitantes han encontrado que, siendo iguales todas las demás condiciones, el diámetro medio y el coeficiente de variación de las partículas obtenidas dependen del valor de la proporción D'/D entre el diámetro de la ranura y el diámetro de la cámara de reacción. Más exactamente, dichas variaciones pueden obtenerse confiriendo a dicha relación valores crecientes en el intervalo de 0,20 a 1.

11-11-72



409355

El procedimiento objeto de la presente invención puede llevarse a cabo con un reactor del tipo representado esquemáticamente en corte axial en la figura 3, y concretamente con un reactor que consta de un conducto cilíndrico (1) que tiene un diámetro interior d , unido por su extremo inferior a una cámara cilíndrica (2) de reacción que tiene un diámetro interior D , mayor que d , a través de un conducto divergente (3), que tiene una forma preferiblemente troncocónica, en el que se ha realizado una ranura anular (4) que tiene un diámetro D' .

El diámetro D' de la ranura anular (4) tiene un valor tal que la proporción D'/D es inferior a 1 y mayor o igual a 0,20. Es decir, hay dos posiciones límites en las que puede encontrarse la ranura según la presente invención:

- a) una posición inferior que es casi coincidente con la base mayor del tronco de cono, es decir a una distancia infinitamente pequeña pero no nula de la base mayor del tronco del cono (en correspondencia con lo cual D'/D sería igual a 1).
- b) una posición superior (en la que la proporción D'/D sería igual a 0,20) próxima a la base menor del tronco del cono.

La ranura puede estar realizada sobre la pared troncocónica del reactor en una de las dos posiciones

409355



nes límites antes citadas, o en cualquier posición intermedia.

5 La elección de la posición de la ranura, una vez determinadas todas las características geométricas del reactor y todas las condiciones del proceso, se hace en función del diámetro medio del pigmento que ha de ser producido. Más concretamente, haciendo que aumente la proporción D'/D , también se hace aumentar el diámetro medio del pigmento.

10 El ángulo β entre la pared del conducto troncocónico (3) y el eje del reactor (es decir el semiángulo de la entrada del cono a la que pertenece idealmente el tronco del cono) está comprendido entre 5° y 30° .

15 La altura del conducto troncocónico puede estar comprendida entre 0,5 y 10 veces el diámetro D de la cámara cilíndrica (2) de reacción. Las paredes interiores (5) y (6) de la ranura forman, con la perpendicular al eje del reactor, un ángulo α comprendido entre 0° y 45° . El grosor de la ranura, y concretamente la distancia entre las paredes interiores (5) y (6), está comprendida entre 1/100 y 10/100, y preferiblemente entre 1/100 y 6/100, del diámetro D de la cámara de reacción.

25 El gas oxidante está constituido por oxígeno (o por un gas que contiene oxígeno) que se usa en



409355

exceso con respecto al $TiCl_4$.

Preferiblemente se usan de 1,05 a 1,6 moles de O_2 por 1 mol de $TiCl_4$.

5 El gas oxidante se precalienta generalmente hasta una temperatura de 1700 a 2300°C por cualquier método conocido en la técnica, por ejemplo por calentamiento directo con una llama auxiliar obtenida quemando una mezcla de CO y O_2 . La alimentación del gas oxidante al reactor tiene lugar, a través del conducto cilíndrico superior,
10 con un movimiento helicoidal caracterizado por un índice de turbulencia comprendido entre 0,2 y 20.

El índice de turbulencia de un gas que fluye en un conducto (véase por ejemplo el artículo de J. Chedaille, W. Leuckel, A. X. Chesters, "Aerodynamic studies carried
15 out on turbulent jets by the International Flame Research Foundation" en el Journal of the Institute of Fuel, 39 (1966) 506-521, está definido como sigue:

$$S = \frac{2 \cdot G}{d \cdot G_a}$$

20 donde los símbolos tienen los significados siguientes:

S = índice de turbulencia.

G = flujo axial del momento de la cantidad de movimiento con respecto al eje del conducto a través
25 de la sección del conducto.

409355



G_a = flujo axial de la cantidad de movimiento axial a través de la sección del conducto.

d = diámetro del conducto a través del cual fluye el gas.

5 El flujo axial G representa el producto de un caudal por una velocidad lineal por una longitud axial, y puede expresarse en $\text{Kg.m}^2.\text{seg.}^{-2}$; el flujo de salida G_a es un producto de un caudal por una velocidad y puede expresarse en $\text{Kg.m.}\text{seg.}^{-2}$; el diámetro d puede expresarse
10 en metros.

Por lo tanto, el número S es un número adimensional, que no varía con el sistema de unidades adoptado. Cuando el gas tiene un índice de turbulencia igual a cero, se tiene un movimiento lineal puro a lo largo de
15 la dirección del eje del conducto, mientras que con un índice de turbulencia igual a infinito se tiene un movimiento rotacional puro (es decir, sin componente axial). Para valores intermedios del índice de turbulencia comprendidos entre estos dos límites, se tendrá tanto movimiento de giro como lineal a lo largo de la dirección
20 del eje del conducto, es decir un movimiento helicoidal.

Los dispositivos adecuados para dar a los gases un movimiento helicoidal (dispositivos denominados aquí en adelante "turbulenciadores") son muy conocidos en la técnica; por ejemplo
25

409355



- 1 - el gas es introducido tangencialmente en una cámara cilíndrica (como ocurre en los ciclones);
- 2 - el gas se deja fluir a través de paletas que forman un cierto ángulo con el eje del conducto (tales como las paletas de una turbina Kaplan);
- 5 3 - el gas se deja fluir a través de canales que forman un ángulo con el eje del conducto (tal como el tipo de engranajes helicoidales);
- 4 - el gas se deja fluir a través de un conducto que contiene un aspa helicoidal.

10 El tetracloruro de titanio, vaporizado y precalentado por cualquiera de los métodos conocidos hasta una temperatura comprendida generalmente entre 400 y 600°C, es alimentado al reactor a través de la ranura anular; la proporción entre la cantidad de movimiento
15 del $TiCl_4$ y la cantidad de movimiento del gas oxidante en el conducto cilíndrico superior es usualmente de un valor comprendido entre 0,05 y 1,75.

20 Generalmente se añade al $TiCl_4$ un agente formador de rutilo, como por ejemplo $AlCl_3$ ó $TiCl_3$, en cantidades de 0,1 a 2% en peso, con respecto al $TiCl_4$.

El tiempo de permanencia de los reactivos en el reactor puede variar de 30 milisegundos a 1 segundo.

25 En el interior del reactor, aguas abajo del conducto cilíndrico superior que tiene un diámetro

409355



d, el movimiento de los gases y de las partículas sólidas
arrastradas por ellos es helicoidal y dirigido hacia aba-
jo junto a las paredes, y helicoidal y dirigido hacia arri-
ba en la zona central. Esta situación comprende tanto la zo-
na troncocónica aguas arriba de la ranura como la zona aguas
5 abajo de la ranura hasta una distancia de la ranura compren-
dida entre 1 y 3 veces el diámetro de la propia ranura. A
distancias mayores el movimiento se hace exclusivamente he-
licoidal y dirigido hacia abajo.

10 El dióxido de titanio obtenido por medio del
procedimiento según la presente invención está dotado de ex-
celentes características pigmentarias, todo él está sustan-
cialmente constituido por rutilo, y tiene una distribución
estrecha de dimensiones de las partículas. El diámetro medio
15 de las partículas está comprendido en general entre 0,18 y
0,26 micras, estando comprendido el coeficiente de varia-
ción porcentual entre 25 y 35%.

Como medida del diámetro medio de las partí-
culas, se ha adoptado la "media aritmética" \overline{d}_{10} , que se
20 define como sigue:

$$\overline{d}_{10} = \frac{1}{n} \sum d_i f_i$$

25 donde: n es el número total de partículas medidas (en los

409355



datos experimentales de la invención, $n = 2000$),

d_i es el diámetro de una partícula dada,

f_i es la frecuencia, es decir el número de partículas que tienen diámetros d_i .

5 Esta medida aritmética está definida, por ejemplo, en "Particle size - Theory and Industrial Applications", de Richard D. Cadle, Reinhold Pub. Co., Nueva York, 1965".

10 Como medida de la distribución de los tamaños de partículas se ha adoptado el "coeficiente de variación porcentual". "Coeficiente de variación porcentual" quiere decir la siguiente proporción porcentual:

$$v = \frac{s}{\overline{d}_{10}} \times 100$$

15 donde: s es la desviación típica de una distribución, igual a la raíz cuadrada de la varianza (la varianza de una distribución es igual a la media del cuadrado de las desviaciones de la media). Como es sabido, la desviación típica es una medida de la dispersión media de la distribución.

20

\overline{d}_{10} es la media aritmética antes citada.

Este "coeficiente de variación porcentual" está definido, por ejemplo en "Statistical Methods in research and production with special reference to the

25

11-11-72



409355

chemical industry", de Owen L. Davies, Oliver y Boyd, Londres 1963.

5 El pigmento obtenido según la presente invención muestra además un excelente "poder colorante". Los valores del poder colorante fueron determinados con el método de la New Jersey Zinc, descrito en un libro de H. A. Gardner y G. G. Sward, "Paints, varnishes, lacquers and colors", Laboratorios Gardner, Bethesda, Maryland, EE.UU. (pág. 52 de la 12ª edición, marzo 1962). El poder colorante regular (RTS) se determina con 1 g. de TiO_2 10 ensayado. 1 g. de TiO_2 es mezclado con 0,82 g. de aceite de ricino y con una cantidad determinada de pigmento negro (hecho de 1 parte de polvo negro y 7 partes de carbonato de calcio); la muestra homogeneizada es comparada 15 con una muestra patrón. La cantidad de pigmento negro usado para obtener la equivalencia entre la muestra ensayada y la muestra patrón da la medida del poder colorante. El ensayo llamado poder colorante en dilucción (DTS) se efectúa de modo similar, partiendo, sin embargo, de una mezcla de 0,15 g. de TiO_2 y 0,85 g. de $CaCO_3$. La diferencia entre 20 el poder colorante regular y el poder colorante en dilucción, y el tono de las mezclas grises, dan información sobre el tamaño de partículas del pigmento.

25 El procedimiento objeto de la presente invención es particularmente ventajoso ya que permite pro-

409355

-6 D1



ducir un pigmento en forma de partículas que tienen el tamaño deseado, sin variar ni los flujos de los reactivos ni las dimensiones del reactor adoptado. En una instalación industrial puede alcanzarse fácilmente el fin antes citado, gracias a una primera forma de realización de la presente invención, usando un sólo reactor del tipo descrito, cuyo conducto troncocónico está constituido por un número dado de partes que pueden ser desmontadas o montadas en posición diferente, de tal modo que se desplaza la situación de la ranura anular sin variar las demás dimensiones del reactor.

Otra forma de realización del procedimiento objeto de la presente invención permite emplear un sólo reactor del tipo descrito, en cuyo conducto troncocónico se han hecho dos o más ranuras anulares, preferiblemente de 2 a 5, cada una de las cuales se caracteriza por una proporción D'/D diferente. La alimentación de $TiCl_4$ se hace a través de una de las ranuras, seleccionada adecuadamente para producir un pigmento en forma de partículas que tienen el tamaño de partículas deseado.

Otra forma de realización de la presente invención consiste en emplear un cierto número de reactores del tipo descrito, todos iguales en cuanto a forma y dimensiones, y diferentes unos de otros en la posición de la ranura anular (es decir en el valor de la propor-

409355

- 6 D 16, 1972



La velocidad de $TiCl_4$ en correspondencia con la ranura es de 62 m/seg.; su cantidad de movimiento es de aproximadamente $25.600 \frac{kg}{h} \cdot \frac{m}{seg.}$

5 La velocidad del gas oxidante en el conducto cilíndrico superior es de 520 m/seg.; su cantidad de movimiento es de aproximadamente $32.000 \frac{kg}{h} \cdot \frac{m}{seg.}$

La proporción entre la cantidad de movimiento del $TiCl_4$ y la del gas oxidante es de aproximadamente 0,80.

10 El tiempo de permanencia de los reactivos en el reactor es de aproximadamente 114 milisegundos.

El gas y los productos de reacción son rápidamente enfriados cuando salen del reactor, hasta una temperatura de 500°C, después de lo cual el dióxido de titanio es separado de los compuestos gaseosos.

15 Después de 4 horas y 35 minutos se recogen 606 kg. de TiO_2 , todo rutilo, en forma de partículas que tienen un diámetro medio de 0,20 μ .

20 El coeficiente numérico porcentual de variación es de 29%; el valor del poder colorante regular es 1620 azul tono 4; el valor del poder colorante en dilucción es 1710 azul tono 3.

EJEMPLO 2

25 Se usa un reactor del tipo mostrado en la

409355



figura 1. La única diferencia radica en que la ranura anular tiene un diámetro D' de 125 mm (es decir, $D'/D = 0,83$).

La velocidad del $TiCl_4$ en correspondencia con la ranura es de 33 m/seg; su cantidad de movimiento es de aproximadamente $13.700 \frac{kg}{h} \cdot \frac{m}{seg}$; la propor-

ción entre la cantidad de movimiento del $TiCl_4$ y la del gas oxidante es de aproximadamente 0,43. Manteniendo todas las demás condiciones iguales a las del Ejemplo 1, después de 4 horas y 35 minutos se recogen 590 kg. de dióxido de titanio, todo rutilo, en forma de partículas que tienen un diámetro medio de 0,22 μ .

El coeficiente numérico porcentual de variación es 30%. El valor del poder colorante regular es de 1650 azul tono 3; el valor del poder colorante en dilucción es 1740 azul tono 2.

EJEMPLO 3

Se usa un reactor como el descrito en el Ejemplo 1. La única diferencia radica en que la ranura anular tiene un diámetro de (D') 148 mm. (es decir $D'/D = 0,98$).

La velocidad de $TiCl_4$ en correspondencia con la ranura es de 27,4 m/seg.; su cantidad de movimiento es de aproximadamente $11.500 \frac{kg}{h} \cdot \frac{m}{seg}$; la



409355

proporción entre la cantidad de movimiento del $TiCl_4$ y la del gas oxidante es de aproximadamente 0,36. Manteniendo todas las demás condiciones descritas en los Ejemplos 1 y 2, después de 5 horas y 30 minutos se recogen 761 kg. de dióxido de titanio, todo rutilo, en forma de partículas que tienen un diámetro medio de 0,24 μ .

El coeficiente numérico porcentual de variación es 35%; el valor del poder colorante regular es 1700 azul tono 1; el valor del poder colorante en diluición es de 1720 azul tono 1.

EJEMPLO 4.

Se emplea un reactor del tipo mostrado en la Fig. 3. Tiene las características siguientes: diámetro interior del conducto cilíndrico superior: 25 mm.; ángulo β : 11° ; longitud de la cámara de reacción : 1474 mm.; diámetro interior D de la cámara de reacción: 150 mm.

En el conducto troncocónico del reactor está hecha una ranura anular que tiene un diámetro D' de 35 mm. (es decir $D'/D = 0,23$), un grosor de 2 mm. y un ángulo α de 30° .

A través del conducto cilíndrico superior se introducen en el reactor 33 $m^3 N/h$. de gas oxidante, precalentados a una temperatura de aproximadamente 1700°C,



409355

con un índice de turbulencia de 0,85.

El gas oxidante se obtiene por combustión de CO con O₂, y contiene aproximadamente 71% en volumen de oxígeno.

5 A través de la ranura anular se introducen 170 kg/h. de TiCl₄, que contiene 1% en peso de AlCl₃ como agente de formación de rutilo, a una temperatura de 500°C. La velocidad del TiCl₄ en correspondencia con la ranura es de 63 m/seg., y su cantidad de movimiento es
10 de aproximadamente $10.700 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{seg.}}$

La velocidad del gas oxidante en el conducto cilíndrico superior es de 130 m/seg; su cantidad de movimiento es de aproximadamente $6450 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{seg.}}$

15 La proporción entre la cantidad de movimiento de TiCl₄ y la del agente oxidante es de aproximadamente 1,66.

El tiempo de permanencia de los reactivos en el reactor es de aproximadamente 276 milisegundos.

20 Los gases y los productos de reacción son enfriados rápidamente cuando salen del reactor, a una temperatura de 500°C, después de lo cual el dióxido de titanio es separado de los compuestos gaseosos.

25 Después de 6 horas se recogen 380 kg. de TiO₂, todo rutilo, dotado de excelentes características

409355



pigmentarias. El diámetro medio de las partículas es de 0,20 μ .

El coeficiente numérico porcentual de variación es de 35%; el valor del poder colorante regular es 1650 azul tono 1; el valor del poder colorante en Dilución es 1650 azul tono 1.

EJEMPLO 5

Se usa un reactor como el descrito en el Ejemplo 4. La única diferencia radica en que la ranura anular tiene un diámetro D' de 100 mm. (es decir $D'/D = 0,67$).

La velocidad del $TiCl_4$ en correspondencia con la ranura es de 22 m/seg.; su cantidad de movimiento es de aproximadamente $3.800 \frac{kg}{h} \cdot \frac{m}{seg.}$; la proporción entre la cantidad de movimiento del $TiCl_4$ y la del gas oxidante es de aproximadamente 0,59. Siendo todas las demás condiciones iguales a las descritas en el Ejemplo 4, después de 178 horas se recogen 11.400 kg. de dióxido de titanio, todo rutilo, en forma de partículas que tienen un diámetro medio de 0,23 μ .

El coeficiente numérico porcentual de variación es 33%; el valor del poder colorante regular es 1630 azul tono 1; el valor del poder colorante en dilución es de 1670 azul tono 1.



409355

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Italia, bajo el nº 32207 A/71, el día 10 de Diciembre de 1971, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

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

10
15
20
25

1.- Un procedimiento para obtener dióxido de titanio que tiene características pigmentarias, en forma de partículas que tienen un tamaño previamente fijado, por oxidación de tetracloruro de titanio vaporizado y precalentado generalmente a 400-600°C, en un reactor constituido esencialmente por un conducto cilíndrico unido por su extremo inferior, a través de un conducto divergente dirigido hacia abajo, preferiblemente troncocónico, a una cámara cilíndrica de reacción que tiene un diámetro D, alimentado a través de dicho conducto cilíndrico superior el gas oxidante, precalentado a 1700-2300°C y dotado de un movimiento helicoidal, con un índice de turbulencia comprendido entre 0,2 y 20, caracterizado porque el tetracloruro de titanio es alimentado a través de una ranu-

11-11-72

- 24 -

409355



ra anular que tiene un diámetro D' , efectuada en el conducto troncocónico del reactor, y situada de modo que la proporción D'/D es menor de 1 y mayor o igual a 0,20.

5 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las paredes interiores de la ranura anular de alimentación de tetracloruro de titanio forman con la perpendicular al eje del reactor un ángulo α comprendido entre 0° y 45° .

10 3.- Un procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el grosor de la ranura está comprendido entre $1/100$ y $10/100$, y preferiblemente entre $1/100$ y $6/100$ del diámetro de la cámara de reacción.

15 4.- Un procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ángulo β entre la pared del conducto troncocónico y el eje de reacción está comprendido entre 5° y 30° .

20 5.- Un procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la proporción entre la cantidad de movimiento del tetracloruro de titanio a través de la ranura anular y la cantidad de movimiento del gas oxidante en el conducto cilíndrico superior está comprendida entre 0,05 y 1,75.

25 6.- Un procedimiento para obtener dióxido de titanio que tiene características pigmentarias.

11-11-72

- 25 -



409355

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.

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

Madrid, - 6 DIC. 1972
P.A.

Alberto de Paz
Presidente

11-11-72

- 26 -



409355

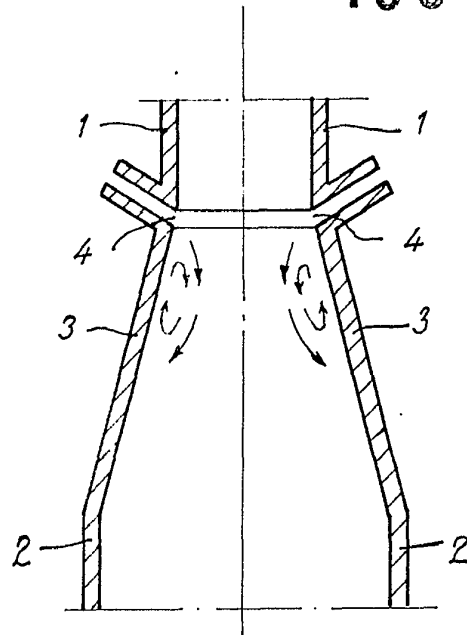


FIG. 1

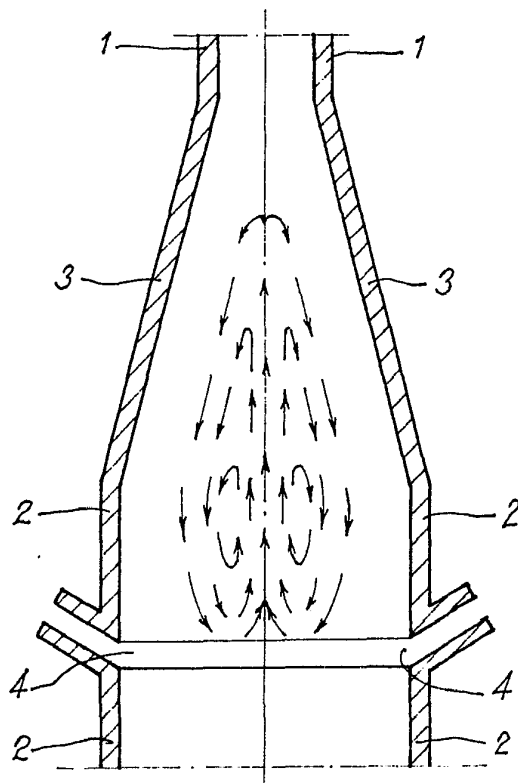


FIG. 2

Alcorno de Allentown
for patent

409355 -60

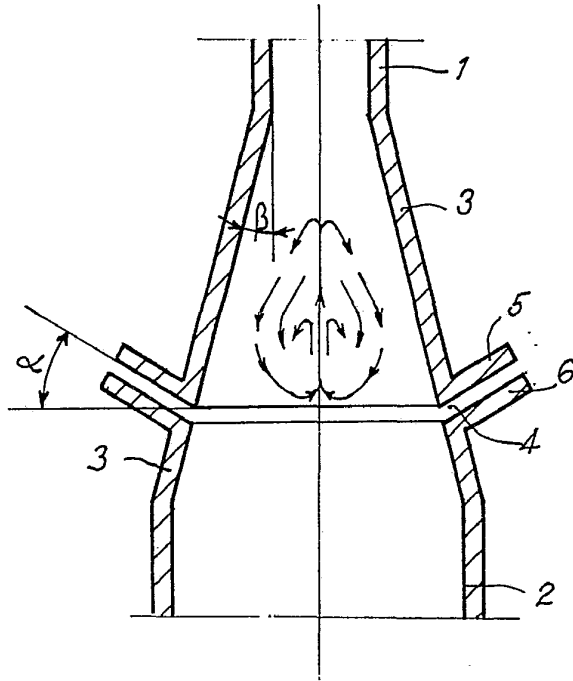


FIG. 3

Alu