

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



19	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	436.259		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			3.4.75.		



PATENTE DE INVENCION

50	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	P 24 16 203.6		3 de Abril de 1.974		Alemania

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
					C01G//C09C

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE OXIDO DE CROMO (III), CON BAJO CONTENIDO EN AZUFRE.

71	SOLICITANTE (S)
	BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana.

	LOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72	INVENTOR (ES)
	Manfred Mansmann y Karl Brändle.

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.,



PATENTE DE INVENCION

Le A 15 665-Sp.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE  
OXIDO DE CROMO (III), CON BAJO CONTENIDO EN  
AZUFRE

436259

-----

*Solicitante:* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

-----

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de óxido de cromo(III) muy puro, pobre en azufre, adecuado para su empleo como pigmento, por reducción de cromatos alcalinos con hidrógeno a temperaturas mas elevadas. Según la patente US 3.723.611 ya se conoce un procedimiento según el cual



5 cromatos alcalinos finamente dispersados se reducen en una zona de reacción conteniendo hidrógeno a temperaturas entre 900 y 1600°C, efectuándose la reacción opcionalmente en presencia de un gas, que ligue los iones de metal alcalino, formando sales durante la reducción de los cromatos alcalinos y donde el óxido de cromo(III) formado se separa en forma de una dispersión alcalina. Los cromatos alcalinos se emplean bien en forma de una solución acuosa, ó bien en forma de sustancias sólidas. Como gas formador de sal se emplea preferentemente cloro o hidrógeno clorado. Los productos obtenidos por este procedimiento tienen un contenido en azufre inferior a 0,005% y una pérdida por ignición inferior a un 1 %. Tienen propiedades de pigmentos. Según la patente US 3.723.611 al calentamiento se efectúa introduciendo gases que contienen hidrógeno y oxígeno por la parte superior del reactor y quemándolos. La graduación de la temperatura se efectúa por variación de las cantidades de gas alimentadas. Según otra forma de realización, el reactor se calienta mediante la introducción por la parte superior del reactor de gases residuales calientes, por ejemplo, de la combustión de gas natural con aire fuera del reactor. En cualquiera de los casos, para la reducción de los cromatos alcalinos deberán estar presentes cantidades estequiométricas de hidrógeno más un exceso de aproximadamente un 10 - 20 %. Las dimensiones del reactor serán tales de manera que por debajo de la zona de reacción quede una zona de residencia donde el  $\text{CrOOH}$ , eventualmente formado, pueda terminar de reaccionar a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  y el tamaño de partículas crecer a 0,1 - 10 micras.

30 Si bien la pureza del óxido de cromo(III) es de especial importancia para la obtención del metal de cromo, se busca, al emplear óxido de cromo(III) como pigmento, especial



5 mente una tonalidad de color pura y llena. Al mismo tiempo se exige de un buen pigmento una intensidad de color lo mas alta posible. Si bien los productos según la patente US 3,723.611 son eminentemente adecuados para la obtención de metal de cromo, sus propiedades de pigmento no resultan totalmente satisfactorias, ya que en su tonalidad de color son claramente más sucios que los pigmentos de óxido de cromo obtenidos por procedimientos convencionales, por ejemplo, por la reducción de cromatos alcalinos con azufre.

10 El cometido de la presente invención es, por lo tanto, la obtención de pigmentos de óxido de cromo(III) con propiedades de pigmento comparables con aquellas de los pigmentos de óxido de cromo usuales en el mercado sin por ello perder cualquiera de las ventajas del procedimiento de la mencionada patente US, esto es, el reducido contenido en azufre de menos de un 0,005 % en el óxido de cromo(III) y el modo de trabajo continuo con su alto rendimiento por volumen-tiempo.

20 La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención en forma continua de óxido de cromo(III), por reducción de cromatos alcalinos finamente particulados a temperaturas entre 900 y 1600°C, en caso dado en presencia de un gas que ligue los iones de metal alcalino para formar sales durante la reacción de los cromatos de metal alcalino, siguiéndole a la zona de reacción una zona de residencia, separación del óxido de cromo(III) resultante en forma de una dispersión acuosa, caracterizado porque en la zona de residencia, mediante calentamiento directo adicional, se mantienen temperaturas entre 900°C y 1600°C.

30 Bajo zona de reacción, en el sentido de la presente



invención, se entiende la zona en la que se realiza la reducción del cromato alcalino con el hidrógeno introducido en la zona de reducción a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  o bien  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ . La zona de residencia es la zona a continuación de la zona de reacción en la que el  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ , eventualmente formado, termina de reaccionar a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  y el tamaño de partícula crece a unas  $0,1 - 10 \mu\text{m}$ .

Aquí es ventajoso repartir la energía, a aplicar en total, de manera que entre un 30 y 80 % sea alimentada a la zona de reacción y entre un 70 y 20 % a la zona de residencia. Preferentemente se adaptará la temperatura en la zona de residencia, mediante calentamiento directo adicional, a la temperatura existente en la zona de reacción, de manera que las temperaturas en ambas zonas varíen entre sí como máximo en  $200^\circ\text{C}$ .

Sin el calentamiento adicional de la zona de residencia la temperatura bajará aquí rápidamente a menos de  $900^\circ\text{C}$ , provocado por las pérdidas de irradiación y conducciones térmicas, que son particularmente grandes en la separación preferentemente húmeda del pigmento.

Preferentemente se suministra todo el calor necesario para reacción en la zona de reacción y en la zona de residencia por la combustión de hidrógeno. Aquí es especialmente ventajoso alimentar la totalidad del hidrógeno por la parte superior del reactor e introducir los gases oxigenosos, para su combustión, en la proporción indicada de un 30 a 80 % a la zona de reacción y de un 70 a 20 % a la zona de residencia. De esta manera se obtiene en la zona de reacción un mayor exceso de hidrógeno, con lo cual se afecta favorablemente la reducción del cromato. Es especialmente preferente aumentar la cantidad del oxígeno en la zona de residencia de manera que sea como mínimo suficiente para quemar totalmente el hidrógeno. De esta



manera se produce en la zona de residencia y en las partes de la instalación conectadas a continuación una atmósfera inerte u oxidante, lo que también aumenta la seguridad.

5 Mediante el modo de trabajo según la presente invención se obtiene un pigmento con la tonalidad de color puro y lleno deseado y de alta intensidad de calor, mientras al mismo tiempo se mantienen los elevados rendimientos según la patente US 3 723 611. Especialmente sorprendente resulta este hecho en el caso donde, por un exceso de oxígeno en la zona  
10 de residencia, se presente una atmósfera oxidante. Solo cuando en un caso de estos se prescinde de un gas formador de sal baja el rendimiento en mayor grado. Por esta razón se da preferencia a la adición de un gas formador de sal cuando el oxígeno se introduce en la zona de residencia en una cantidad como  
15 mínimo suficiente para la combustión total de hidrógeno. En el procedimiento de la presente invención se reduce el contenido en azufre existente en el producto de partida desde aproximadamente un 0,1 % en peso a menos de un 0,005 % en peso en el óxido de cromo obtenido, por regla general hasta a menos  
20 de un 0,002 %, independientemente de si el producto se precipita como suspensión alcalina o ácida. Otra ventaja consiste en que los óxidos de cromo(III), obtenidos por el procedimiento de la presente invención, tienen un contenido en alcali especialmente bajo y que presentan una pérdida por ignición muy  
25 reducida. Los valores típicos se encuentran por debajo de un 0,2 % en peso de sodio y la pérdida por ignición inferior a un 0,4, preferentemente inferior a un 0,2 % en peso.

30 Como cromatos alcalinos se pueden emplear tanto los monocromatos como los policromatos. Ventajosamente se emplea, por ejemplo  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ó



$K_2CrO_4$ . Los productos de partida tienen un tamaño de partícula entre 10 y 500  $\mu m$ .

5 Ha demostrado ser ventajoso efectuar la reducción en presencia de un gas que reaccione bajo formación de sal con los hidróxidos de metal alcalino que se forman en la reducción de los cromatos alcalinos. De esta manera se puede aumentar considerablemente el rendimiento del procedimiento, referido al cromato alcalino empleado, al mismo tiempo que se mantiene el reducido contenido en azufre en el óxido de cromo(III) obtenido. Mientras los rendimientos según el procedimiento de la patente US mencionada, sin la adición de un gas formador de sal, se encuentran en escasamente un 90 % y al agregar un gas de estos aumenta a más de un 95 %, se encuentran los rendimientos en el procedimiento de la presente invención, sin la adición de un gas formador de sal, según se trabaje en forma oxidante o reductiva en la zona de residencia, más o menos por debajo de los valores comparativos del procedimiento conocido, mediante la adición de un gas formador de sal vuelven sin embargo al mismo nivel.

20 Asimismo ha demostrado ser ventajoso agregar al cromato de metal alcalino sólido una pequeña cantidad de dióxido de silicio finamente particulado, tal y como se forma, por ejemplo, en la hidrólisis en fase vapor de tetracloruro de silicio, antes de que se le introduzca en la zona de reacción. Tienen preferencia cantidades de aproximadamente un 0,1 a 2 % en peso de dióxido de silicio finamente particulado, referido al cromato alcalino.

25 En una forma de realización preferente del procedimiento de la presente invención se efectúa el procedimiento como sigue: El cromato alcalino se impulsa con ayuda de un gas

30



neumáticamente, o en forma de una solución en el reactor. La zona del reactor está aquí calentada directamente, efectuando se la regulación de la temperatura por los gases de calentamiento alimentados.

5                   Para la impulsión neumática del producto de partida en el reactor se emplea convenientemente un gas auxiliar, por ejemplo, nitrógeno. Sin embargo, para ello se puede emplear también el hidrógeno necesario para la reducción y/o el calentamiento. También se puede lograr una repartición igualada  
10 del cromato alcalino a través de la sección del reactor no introduciendo el cromato alcalino, que se encuentra en un grado de finura determinado, sino partiendo de una solución acuosa del correspondiente cromato alcalino y pulverizar éste con ayuda de un gas a través de toberas de manera que el tamaño  
15 de las gotitas se encuentra por debajo de 100 micras, ventajosamente en 10 a 30 micras. La concentración de la solución se encuentra aquí entre un 40 y 85 % en peso.

                  El calentamiento se efectúa mediante la combustión de hidrógeno con gases oxigenosos, efectuándose la graduación  
20 de la temperatura por variación de la cantidad de gas alimentada. La cantidad del hidrógeno alimentado deberá dimensionarse, sin embargo, de manera que en la zona de reacción se encuentran como mínimo las cantidades estequiométricamente necesarias para la reducción. El calentamiento del reactor se puede efectuar  
25 también por gases residuales calientes que provienen de una combustión fuera del reactor. Estos gases residuales, tal y como se forman por ejemplo, en la combustión de gas natural con aire, se introducen entonces en el reactor. El exceso de aire necesario para la combustión total del gas combustible  
30 fuera del reactor se quema entonces en el mismo reactor con



hidrógeno.

La cantidad de oxígeno introducida en la zona de residencia deberá ser como mínimo suficiente para mantener la temperatura deseada en la zona de residencia. Convenientemente se emplea un reducido exceso de oxígeno con respecto al hidrógeno aún existente en la zona de residencia.

Si el calentamiento del reactor se efectúa por combustión de hidrógeno se quemará convenientemente solo una parte de hidrógeno en la zona de reacción. Prevaleceran condiciones favorables cuando una parte de aproximadamente un 30 a 80 % del hidrógeno se quema en la parte superior del reactor. El restante hidrógeno está entonces a disposición para su combustión en la zona de residencia.

En ensayos efectuados con vistas a mejorar las propiedades del pigmento se ha demostrado que es inadecuado efectuar la combustión del hidrógeno en dos zonas separadas mientras también en la zona de combustión ulterior se mantenga un exceso de hidrógeno y se trabaje sin la adición de un gas formador de sal. Solo mediante la adición de un gas formador de sal, junto con la ulterior combustión efectuada bajo condiciones reducidas en la zona de residencia, se pudieron lograr las mejoras deseadas en las propiedades del pigmento. Sin embargo, si el oxígeno se introduce en la zona de residencia en una cantidad de manera que el hidrógeno se queme totalmente, los pigmentos mejorados se obtienen sin necesidad de la adición de un gas formador de sal. Sin embargo también en este caso es preferible agregar un gas formador de sal.

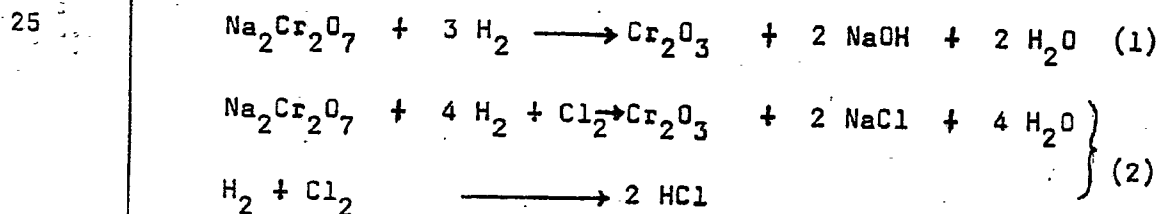
La cantidad en que este gas adicional se emplea se dimensionará de manera que se agregue la cantidad estequiométricamente necesaria para ligar los hidróxidos alcalinos que



5 se liberan en la reduccion. Un exceso de por ejemplo, mas de  
un 100 % de esta cantidad ha demostrado sin embargo no ser des-  
ventajosa. Como gases formadores de sal se pueden emplear, por  
ejemplo, cloro, cloruro de hidrógeno, bromo, bromuro de hidró-  
geno, monóxido de nitrógeno, dióxido de nitrógeno ó dióxido de  
ca bono. Con preferencia se emplea cloro. El gas formador de  
sa., en caso de ser añadido, puede estar presente en hasta dos  
veces la cantidad molar necesaria para la formación de sal con  
lo. átomos de metal alcalino del cromato de metal alcalino o  
10 hasta en mas.

Este formador de sal gaseoso se puede agregar al reac-  
tor en cualquier forma, por ejemplo, por mezcla previa con el  
aire de combustión, y/o con el oxígeno de combustión, y/o con  
el hidrógeno, y/o con el gas empleado para la introducción neu-  
15 mática del cromato de metal alcalino. Sin embargo, el formador  
de sal gaseoso se puede introducir asimismo en el reactor a  
través de toberas previstas especialmente para esta finalidad.

Mientras en los casos donde la reduccion se efectue  
bajo ausencia de un gas formador de sal el líquido precipitado  
20 se vuelve alcalino, la adición de un gas formador de sal en  
una cantidad superior a la cantidad estequiométricamente nece-  
saria puede producir una reaccion ácida en el líquido precipi-  
tado. Esto es el caso, por ejemplo, en la reduccion de  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$   
con cloro como gas formador de sal:





Contrario al procedimiento según la patente US 3 723 611, el pH de la suspensión no necesita ser mantenido alcalino en el procedimiento de la presente invención, ya que el óxido de cromo(III), con un contenido en azufre muy reducido, se puede obtener también como dispersión ácida. Además, el pH deseado se puede ajustar asimismo mediante adición de ácido o alcali en cantidades apropiadas a la suspensión recirculada por la bomba.

Las dimensiones del reactor deberán ser tales de manera que por debajo de la zona de reacción se forma una zona de reducción o de residencia donde el  $\text{CrO}(\text{OH})$ , parcialmente formado durante la reducción, se deshidrata totalmente a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  y el tamaño de partícula crezca alrededor de 0,1 hasta 10  $\mu\text{m}$ . La velocidad de flujo del gas en el reactor se seleccionará de manera que las partículas tengan un tiempo medio de residencia de 0,1 a 10 segundos, ventajosamente de 0,4 a 4 segundos, igualmente repartido entre las zonas de reacción y de residencia.

El  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  formado se puede separar en cualquier forma, por ejemplo, en ciclones. Preferentemente se encuentra debajo del reactor un dispositivo que sirve para separar la mayor parte del  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  formado en húmedo de la corriente de gas de salida y al mismo tiempo llevar el gas de salida a una temperatura inferior a  $100^\circ\text{C}$ . Como líquido de separación, o bien de enfriamiento, se puede emplear dispersión que primeramente se forma  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  en agua. Esta dispersión se puede recircular por una bomba a través de un condensador y retorna a la unidad separadora y enfriadora. Ha demostrado ser especialmente ventajoso producir, por inyección de líquido o dispersión, una película de líquido sobre la pared del dispositivo enfriador bajándose la temperatura de la mezcla de gas-líquido a menos de  $100^\circ\text{C}$  y se-



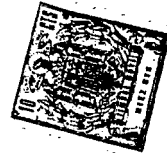
parar la mayor parte de los solidos en la dispersión acuosa.

5 El resto de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  que queda en el gas de salida se puede separar a continuación en una torre de lavado. La dispersión en una torre de lavado. La dispersión concentrada se extrae por bombeo en forma continua para recuperar el óxido de cromo y se sustituye por cantidades correspondientes de agua fresca.

10 Las propiedades del pigmento de óxido de cromo(III) obtenido según la presente invención se pueden mejorar mas aún mediante la adición al cromato alcalino de una pequeña cantidad de dióxido de silicio muy finamente particulado, tal y como se obtiene, por ejemplo, por la hidrólisis de llama de tetracloruro de silice. Ya un 0,1 % en peso se reflejan positiva-  
15 mente en la intensidad y tonalidad de color, por encima de un 2 % en peso el efecto es menos positivo. El dióxido de silicio se agrega preferentemente en una cantidad desde un 0,25 a un 1 % en peso. Aparte de mejorar las propiedades del pigmento la adición de dióxido de silicio durante la dosificación de los cromatos de metal alcalino sólidos mejora considerablemente las  
20 propiedades de flujo de la mezcla facilitando así la dosificación.

25 Una forma de ejecución especial del procedimiento de la presente invención se explica con más detalle, en forma de ejemplo, por el dibujo adjunto, donde se representa una vista seccional a través de un aparato para la realización del procedimiento.

30 En el dibujo la referencia 1 indica un cilindro de acero, 2 representa una capa aislante, 3 es un revestimiento de cerámica resistente al calor, 4 es la zona de reacción, 5 es la zona de residencia, 6 representa una tapa con dispositivo



refrigerador, 7 es una tubería de alimentación, 8 es un mechero, 9 es un tubo cónico, 10 es un tubo soldado, 11 es una placa de cobertura, 12 son toberas, 13 es un depósito, 14 es una tubuladura, 15 son tubos de alimentación.

5 El procedimiento de la presente invención se realiza como sigue:

La reducción, propiamente dicho, se realiza en la zona de reacción 4; ésta está rodeada de un cilindro de acero 1 donde se encuentra una capa 2 de material aislante y una mampostería cerámica 3. El reactor se cierra en la parte superior por una tapa, preferentemente fabricada de acero inoxidable, con refrigeración por agua 6. A través de la tapa se conduce centralmente la tubería 7 para la introducción del cromato alcalino. Coaxialmente dispuestos alrededor de este tubo central de alimentación se disponen mecheros 8 individuales, inclinados con respecto a la vertical. Por debajo del reactor se encuentra la zona de separación y de enfriamiento 9 que tiene forma cónica y que se estrecha desde arriba hacia abajo. A través de uno o varios tubos 10 dispuestos tangencialmente se bombea el líquido o la dispersión. Una placa de cobertura 11 dispuestas todo alrededor evita que el líquido salpique contra la pared de cerámica del reactor. En la parte cilíndrica inferior se han montado alrededor del contorno varias toberas individuales 12 a través de las cuales se puede pulverizar el líquido o bien la dispersión. El gas de salida y el líquido o bien dispersión llegan entonces al recipiente 1 desde donde el gas de salida se conduce a través de la tubuladura 14 a la torre de lavado.

25 La diferencia principal con relación a la patente  
30 US 3 723 611 consiste en la presencia de un número de tuberías



de alimentación, denominadas con 15, por ejemplo, para la alimentación de gas oxigenado, tal como aire, aire enriquecido con oxígeno o hasta oxígeno puro, mediante el cual se puede realizar por ejemplo, la ulterior combustión de una parte del exceso de hidrógeno de la parte del reactor superior. El lugar en el que se han dispuesto los tubos de alimentación 15 se selecciona de manera que el calentamiento adicional directo se efectúe después del máximo de temperatura de la zona superior, por ejemplo, en las proximidades del centro del reactor o algo por debajo. Mediante el hecho de que el exceso de hidrógeno se quema en la zona de residencia es posible regular la temperatura a cualquier nivel deseado en la zona de residencia durante una zona de sección mas larga del reactor.

El procedimiento de la presente invención se ilustra mediante los ejemplos siguientes. Su realización se efectuó en el dispositivo descrito a base de la figura.

#### Ejemplos 1 - 11

Un tubo de acero cilíndrico (diámetro exterior 150 mm, longitud 1100 mm) sirvió como reactor. Interiormente contenía una capa aislante de masa apisonada de  $Al_2O_3$  (diámetro inferior 80 mm). El mechero se componía de tres tubos de cuarzo coaxiales. A través del tubo inferior se distribuyó igualmente dicromato sódico con ayuda de hidrógeno y adicionalmente nitrógeno. El resto del hidrógeno se introdujo a través del tubo central, mientras el oxígeno, y/o aire, se introdujo a través del tubo exterior. Como gas formador de sal se empleó cloro. El cloro se pasa a través del tubo exterior junto con el oxígeno y/o aire. El mechero se fijó al tubo de reacción con un tapón de acero inoxidable enfriado por agua. 600 mm por debajo de la desembocadura del mechero se encontraban 4



tuberías de alimentación desplazadas en 90° para la combustión  
 ulterior. En el extremo inferior del reactor se monto un tubo  
 de cuarzo en cuyo centro se encontraban, en su periferia, 8 tu-  
 buladuras a través de las cuales se inyectó la suspensión acuo-  
 sa para la separación del  $Cr_2O_3$  formado y para enfriar brusca-  
 5 mente los gases de reacción calientes, que previamente se ha-  
 bía enfriado en un refrigerador de serpentín. La temperatura  
 de la suspensión se mantuvo así entre 50 y 60°C. La suspensión  
 y los gases de salida fluyeron entonces a través de un embudo  
 10 de acero inoxidable a la parte de lavado de vidrio (100 mm de  
 diámetro). La suspensión que se concentró durante el desarro-  
 llo del ensayo puede evacuarse a través de la tubuladura infe-  
 rior hacia el depósito de almacenamiento. Los gases de salida  
 se condujeron a través de una capa de cuerpos de relleno de vi-  
 15 drio que se pulverizaron desde arriba con la suspensión y des-  
 pués se extrajeron a través de una chimenea.

La tabla 1 muestra las condiciones de reacción en los  
 ensayos efectuados, en la tabla 2 los correspondientes resul-  
 tados. Como comparación se representan en los ejemplos 1 - 3  
 20 ensayos con la combustión ulterior realizados según el procedi-  
 miento de la patente US 3 723 611.

La magnitud

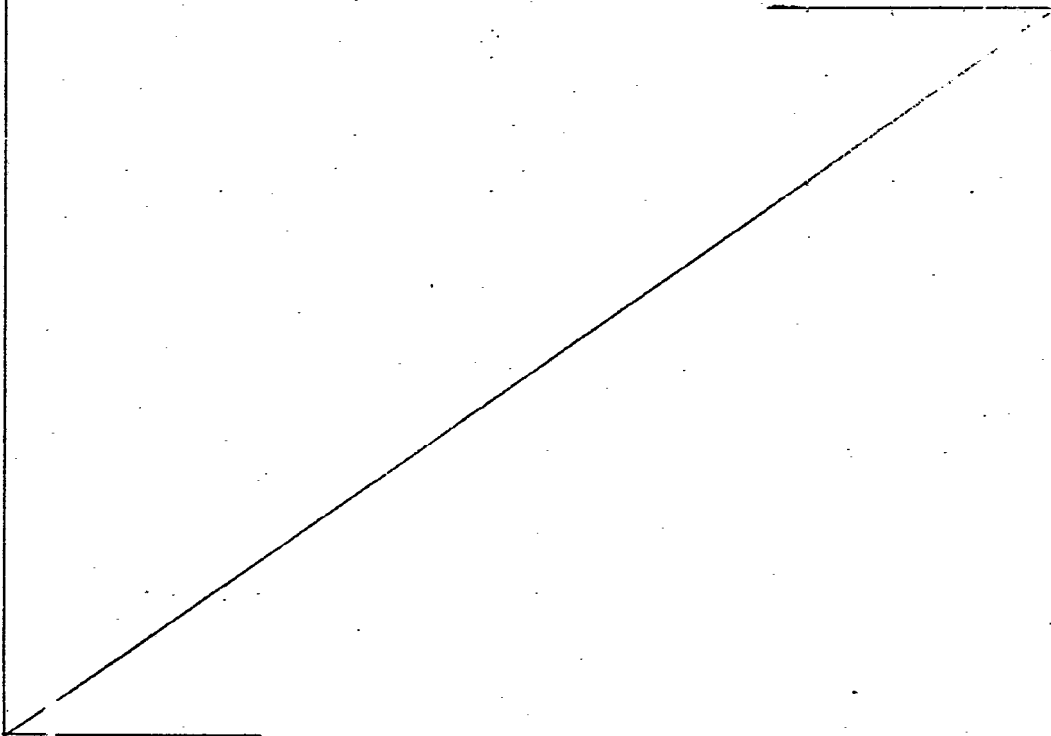
$$w = \frac{\text{Mol } H_2 - (3 \cdot \text{Mol } Na_2Cr_2O_7) - \text{Mol } Cl_2}{2 \cdot \text{Mol } O_2}$$

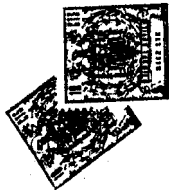
25 es la medida para la realización de la reacción respecto a la  
 operación reductora u oxidante en la zona de residencia. Con  
 un valor de  $w > 1$  se dispone de exceso de hidrógeno, con  $w < 1$



por el contrario con un exceso de oxígeno, referido a los agentes de oxidación y de reducción introducidos en el reactor.

5 En el ejemplo 11 se empleó  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , en los demás ejemplos  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  con el que se había mezclado homogéneamente la cantidad indicada de dióxido de silicio finamente  
10 particulada. Para la elaboración, la suspensión se separó por filtración, la torta de filtrado se volvió a suspender en agua, se filtró y lavó ulteriormente. La conversión se determinó por titración de la cantidad sin reaccionar de Cr(VI) en el  
15 filtrado de la suspensión de óxido de cromo(III). La torta de filtración se secó durante 16 horas a 120°C. El color se enjuició por comparación de los revestimientos de laca. Como standard comparativo sirvió un pigmento de óxido de cromo(III) usual en el mercado. La intensidad de color se determinó en comparación con el mismo standard según DIN 53 234.





T A B L A 1: Condiciones de reacción.

Nº	Na <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> Moles/h	Cloro Moles/h	SiO <sub>2</sub> %	Separación	Mechero		Oxígeno Moles/h	Combustión ulterior	
					Nitrógeno Moles/h	Hidrógeno Moles/h		Oxígeno Moles/h	w
1	3,1	6	0	alcalina	75	249	110	0	1,06
2	2,9	0	0,5	"	75	248	100	0	1,20
3	3,5	6	0,5	"	125	181	72	0	1,14
4	3,1	0	0	"	135	298	85	40	1,15
5	2,9	0	0,5	"	75	248	60	40	1,20
6	3,8	6	0	ácida	75	249	57	67	0,93
7	2,5	0	0,5	alcalina	75	248	60	70	0,93
8	3,6	4	0,5	ácida	75	252	60	40	1,19
9	3,2	6	0,5	alcalina	75	250	55	72	0,92
10	3,7	6	0,5	ácida	75	249	57	67	0,94
11	3,8	6	0,5	"	65	279	72	74	0,90

**POOR  
QUALITY**

T A B L A 1: Condiciones de reacción.

Nº	Na <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> Moles/h	Cloro Moles/h	SiO <sub>2</sub> %	Separación	Nitr Mole
1	3,1	6	0	alcalina	75
2	2,9	0	0,5	"	75
3	3,5	6	0,5	"	125
4	3,1	0	0	"	135
5	2,9	0	0,5	"	75
6	3,8	6	0	ácida	75
7	2,5	0	0,5	alcalina	75
8	3,6	4	0,5	ácida	75
9	3,2	6	0,5	alcalina	75
10	3,7	6	0,5	ácida	75
11	3,8	6	0,5	"	65



Mechero		Oxígeno Moles/h	Combustión ulterior w	
Nitrógeno Moles/h	Hidrógeno Moles/h		Oxígeno Moles/h	
75	249	110	0	1,06
75	248	100	0	1,20
125	181	72	0	1,14
135	298	85	40	1,15
75	248	60	40	1,20
75	249	57	67	0,93
75	248	60	70	0,93
75	252	60	40	1,19
75	250	55	72	0,92
75	249	57	67	0,94
65	279	72	74	0,90



Tabla 2: Resultado

Nº	Conversión %	Intensidad de color relativa %	Enjuiciamiento Lack-Purton contra Standard
1	96	108	Verde oscuro, sucio
2	87	67	Verde fuertemente tirando a marrón
3	94	92	Verde pálido, tirando a gris-azul
4	83,5	63	Verde fuertemente tirando a marrón
5	79	68	Verde oscuro, sucio
6	89	93	Verde considerablemente más lleno
7	58	97	Verde claramente más lleno
8	99	99	Verde menos pálido, tirando a azul
9	95	109	Verde muy poco más lleno
10	97	104	Verde más lleno
11	93	97	Verde más lleno tirando muy poco a azul



NOTA

5 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania, bajo el número P 24 16 203.6, de fecha de e de abril de 1974, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Con-  
10 venios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE OXIDO DE CROMO(III), CON BAJO CONTENIDO EN AZUFRE"; caracterizándose por lo siguiente:

15 1.- Procedimiento para la producción continua de óxido de cromo(III), con bajo contenido en azufre, con propiedades de pigmento mejoradas, caracterizado porque comprende reducir un cromato de metal alcalino finamente particulado en una zona de reacción, conteniendo hidrógeno, calentado a una  
20 temperatura de unos 900 a 1600°C, estando la zona de reacción seguida de una zona de residencia en la que se mantiene una temperatura de unos 900°C a 1600°C mediante calentamiento adicional directo, y precipitación del óxido de cromo(III) formado como dispersión acuosa.

25 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reducción se efectúa en presencia de un gas que durante la reducción del cromato de metal alcalino liga los iones de metal alcalino formando una sal.

30 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque en la zona de residencia se mantiene una

pe

4 MAR 1976

temperatura que difiere como máximo en 200°C de la temperatura de la zona de reacción.

5 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque en la zona de reacción se introduce un cromato de metal alcalino conteniendo de 0,1 a 2 % en peso de dióxido de silicio finamente dividido.

10 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque en la zona de residencia se introduce un gas conteniendo oxígeno en una cantidad tal que sea suficiente para completar la combustión del hidrógeno.

15 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el cromato de metal alcalino es  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Na}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ó  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ .

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado porque el gas formador de sal es cloro.

20 8.- Procedimiento para la producción continua de óxido de cromo(III), con bajo contenido en azufre, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta Memoria consta de 19 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

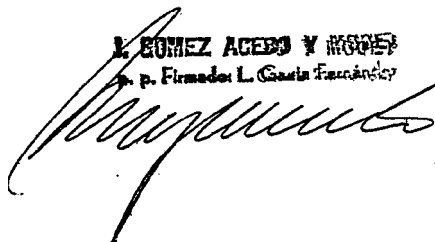
25

Madrid

4 MAR. 1976

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

L. GOMEZ ACEBO Y ROSALES  
p. Firmado: L. Gomez Acebo y Rosales



1209

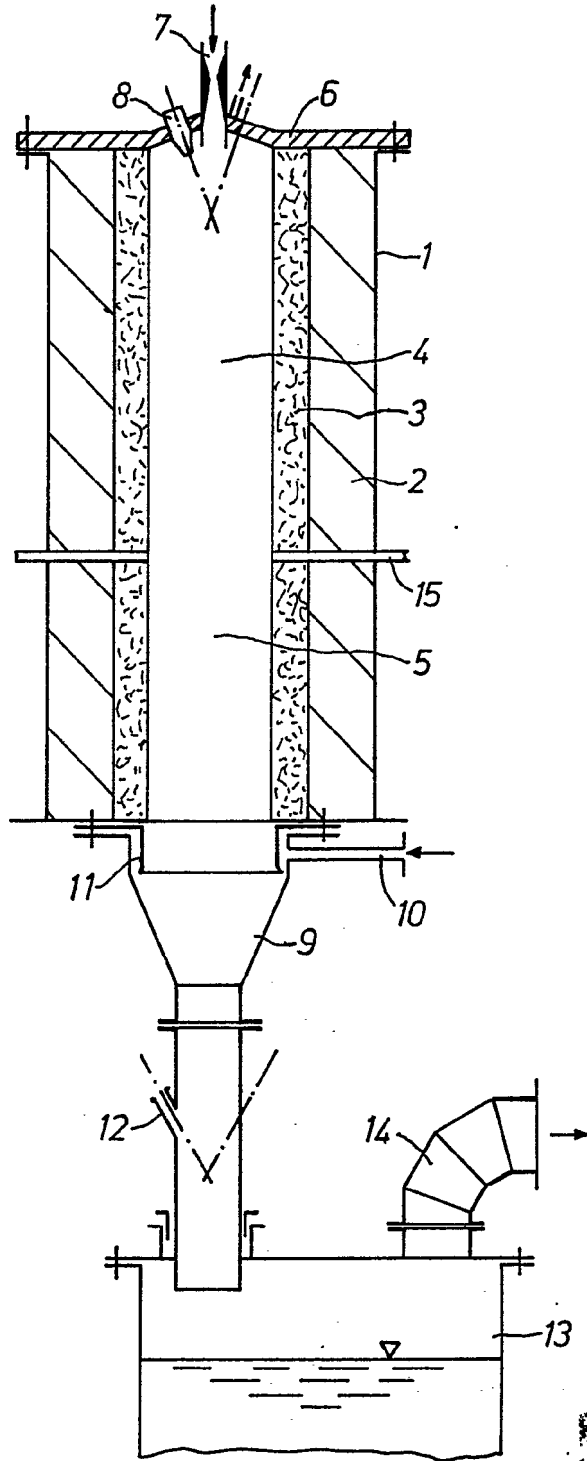


FIG. 1

ESCALA  
VARIABLE

Madrid A MAR 1876

L. GOMEZ ACEBO Y ASOCIADOS  
p. n. Firmado: L. Gaita Ferragón