

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 519 390**

51 Int. Cl.:

C22B 34/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2012 E 12185748 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.07.2014 EP 2617842**

54 Título: **Proceso de producción de esponja de titanio**

30 Prioridad:

18.01.2012 CN 201210014934

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

06.11.2014

73 Titular/es:

**SHENZHEN SUNXING LIGHT ALLOYS
MATERIALS CO., LTD (100.0%)
Building A, Sunxing Plant Hi-Tech, Industrial
District, Gongming Town, Guangguang Road,
Baoan District
Shenzhen, Guangdong 518000, CN**

72 Inventor/es:

**CHEN, XUEMIN;
YANG, JUN y
ZHOU, ZHI**

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 519 390 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso de producción de esponja de titanio

5 **Campo técnico de la invención**

[0001] La presente invención se refiere a un proceso de producción de esponja de titanio, en particular a un proceso de producción de esponja de titanio que sea de bajo coste, altamente eficiente y se pueda desarrollar de forma continua.

10

Antecedentes de la invención

[0002] El proceso de producción de esponja de titanio a nivel nacional e internacional principalmente adopta un proceso de reducción metalotérmica, y en particular se refiere a la preparación de metal M a partir de un agente reductor del metal (R) y un óxido o cloruro metálico (MX). El método metalúrgico del titanio en el que se ha conseguido su producción industrial es el proceso de reducción magnesiotérmico (proceso de Kroll) y el proceso de reducción sodiotérmico (proceso de Hunter). Puesto que el proceso de Hunter genera unos costes de producción más elevados que el proceso de Kroll, actualmente en la industria se usa el proceso de Kroll de forma generalizada. Los principales procesos del proceso de Kroll son que se pone un lingote de magnesio en un reactor, se calienta y se funde después de someterlo a la eliminación de películas de óxido e impurezas, a continuación se introduce tetracloruro de titanio (TiCl₄) en el reactor, se depositan partículas de titanio generadas por la reacción, y el cloruro de magnesio líquido generado se descarga rápidamente a través del orificio de escorias. La temperatura de reacción normalmente se mantiene de 800 °C a 900 °C, y el tiempo de reacción está entre varias horas y varios días. El magnesio metálico residual y el cloruro de magnesio en el producto final se pueden retirar por lavado con ácido clorhídrico, también se pueden retirar por destilación al vacío a 900 °C, y mantienen alta la pureza del titanio. El proceso de Kroll tiene la desventaja de un coste elevado, un ciclo de producción prolongado, y la polución del medio ambiente, limitando una mayor aplicación y popularización. Actualmente, el proceso no ha variado en lo fundamental, y aún pertenece a la producción intermitente, lo que impide llevar a cabo una producción continua.

30 **Resumen de la invención**

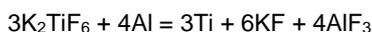
[0003] Con el fin de resolver las deficiencias de un coste elevado, polución grave y un ciclo de producción prolongado de la técnica anterior, la presente invención proporciona un proceso de producción técnica de esponja de titanio:

35

Esquema 1: un método de preparación de titanio a partir de fluotitanato de potasio con un proceso de reducción aluminotérmico:

Ecuación involucrada:

40



Esquema 2: un método de preparación de esponja de titanio a partir de fluotitanato de potasio con el proceso de reducción magnesiotérmico:

45

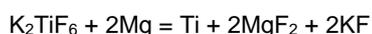
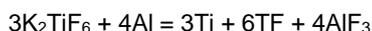
Ecuación involucrada:



50 Esquema 3: un método de preparación de esponja de titanio a partir de fluotitanato de potasio con un proceso de reducción térmico de aluminio y magnesio:

Ecuaciones involucradas:

55



[0004] Puesto que el fluotitanato de potasio, el aluminio y el magnesio son sólidos en la materia prima, la presente

invención concibe un elemento de un equipo de reacción de producción de esponja de titanio, que incluye: un reactor y la cubierta de un reactor con un dispositivo de agitación, en el que hay dispuesto un anillo de sellado entre la cubierta del reactor y el reactor, una parte de la cubierta del reactor está provista de un dispositivo elevador para controlar la elevación de la cubierta del reactor, por encima de la cubierta del reactor hay dispuesto un horno de resistencia hermético, por debajo del horno de resistencia hay dispuesta una válvula, y por encima de la cubierta del reactor hay dispuesta una tubería de bombeo de vacío y una tubería de inflado.

[0005] De forma correspondiente, la presente invención proporciona un proceso de producción de esponja de titanio, que incluye las siguientes etapas:

10

Etapa A: colocación de aluminio en el horno de resistencia hermético, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el aluminio;

15 Etapa B: apertura de la cubierta del reactor, adición de la cantidad adecuada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

20 Etapa C: introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C, agitación uniforme;

Etapa D: apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de aluminio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

25 Etapa E: apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de la capa superior de $KAlF_4$ para obtener la esponja de titanio.

[0006] La presente invención también proporciona un segundo proceso de producción de esponja de titanio, que incluye las siguientes etapas:

30 Etapa A': colocación de magnesio en el horno de resistencia hermético, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el magnesio;

35 Etapa B': apertura de la cubierta del reactor, adición de la cantidad adecuada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

Etapa C': introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

40 Etapa D': apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de magnesio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

Etapa E': apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KF y $KAlF_4$ para obtener la esponja de titanio.

45 **[0007]** Preferentemente, la relación ponderal de aluminio a magnesio es de 1:1 a 1:10.

[0008] La presente invención también proporciona un tercer proceso de producción de esponja de titanio, que incluye las siguientes etapas:

50 Etapa A'': colocación de aluminio y magnesio en el horno de resistencia hermético, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para generar un líquido mezclado;

55 Etapa B'': apertura de la cubierta del reactor, adición de la cantidad adecuada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

Etapa C'': introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

Etapa D'': apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición del líquido mezclado, y control de la

temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

Etapa E'': apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KF y KAlF₄, KF y MgF₂ para obtener la esponja de titanio.

5

[0009] Preferentemente, la relación ponderal de aluminio a magnesio es de 18:1 a 1:1.

[0010] La presente invención tiene el efecto beneficioso de que, al adoptar los esquemas técnicos anteriores, la presente invención tiene un flujo de proceso corto, un bajo coste, protección medioambiental y que es inocua en comparación con el proceso tradicional. La tasa de reducción y el rendimiento de la esponja de titanio son comparables con la técnica anterior, y la esponja de titanio resultante se puede usar directamente para el proceso de producción, ahorrando así recursos y costes adicionales.

10

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

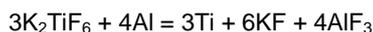
15

[0011] Las realizaciones preferidas de la presente invención se describen con detalle a continuación:

Esquema 1: un método de preparación de titanio a partir de fluotitanato de potasio con un proceso de reducción aluminotérmico:

20

Ecuación involucrada:



25 Realización 1:

[0012] El método incluye las siguientes etapas:

1. poner 36 g de aluminio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de argón, calentamiento para fundir el aluminio;

30

2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

35

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C, agitación uniforme;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de aluminio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

40

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de la capa superior de KAlF₄ para obtener 50,22 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 90,8 % y la tasa de reducción es del 95 %.

45 Realización 2:

[0013] El método incluye las siguientes etapas:

1. poner 40 g de aluminio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el aluminio;

50

2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

55

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C, agitación uniforme;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de aluminio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de la capa superior de KAIF_4 para obtener 48,39 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 97 % y la tasa de reducción es del 97,8 %.

5 Realización 3:

[0014] El método incluye las siguientes etapas:

1. poner 44 g de aluminio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el aluminio;
2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;
3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C, agitación uniforme;
4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de aluminio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;
5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de la capa superior de KAIF_4 para obtener 48,29 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 98,6 % y la tasa de reducción es del 99,2 %.

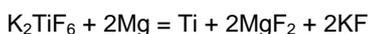
Tabla 1: Datos de la prueba de reacción

Realización	Cantidad de materia prima añadida, g		Cantidad teórica de Ti, g	Producto de esponja de titanio obtenido, g	Contenido de Ti del producto, %	Tasa de reducción, %
	K_2TiF_6	Al				
1	240	36	48	50,22	90,8	95
2	240	40	48	48,39	97	97,8
3	240	44	48	48,29	98,6	99,2

Tasa de reducción (%) = (producto de esponja de titanio obtenido x contenido de Ti del producto)/cantidad teórica de Ti

[0015] Esquema 2: un método de preparación de esponja de titanio a partir de fluotitanato de potasio con el proceso de reducción magnesiotérmico:

[0016] Ecuación involucrada:



Realización 4:

1. poner aluminio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el aluminio;
2. apertura de la cubierta del reactor, adición de una cantidad calculada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de aluminio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

5

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KF y MgF₂ para obtener 47,56 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 99,2 % y la tasa de reducción es del 98,3 %.

10

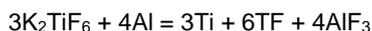
Tabla 2: Datos de la prueba de reacción

Realización	Cantidad de materia prima añadida, g		Cantidad teórica de Ti, g	Producto de esponja de titanio obtenido, g	Contenido de Ti del producto, %	Tasa de reducción, %
	K ₂ TiF ₆	Mg				
4	240	48	48	47,56	99,2	98,3

[0018] Esquema 3: un método de preparación de esponja de titanio a partir de fluotitanato de potasio con un proceso de reducción térmico de aluminio y magnesio:

15

[0019] Ecuaciones químicas involucradas:



20



Realización 5:

[0020] El método incluye las siguientes etapas:

25

1. poner 36 g de aluminio y 36 g de magnesio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de argón, calentamiento para generar un líquido mezclado;

2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

30

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de líquido mezclado, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

35

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KAIF₄, KF y MgF₂ para obtener 45,12 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 96,5 % y la tasa de reducción es del 90,7 %.

40

[0021] Realización 6:

[0022] El método incluye las siguientes etapas:

45

1. poner 36 g de aluminio y 18 g de magnesio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para generar un líquido mezclado;

2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

50

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de líquido mezclado, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

5

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KAlF_4 , KF y MgF_2 para obtener 45,45 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 98 % y la tasa de reducción es del 92,8 %.

10 **Realización 7:**

[0023] El método incluye las siguientes etapas:

1. poner 36 g de aluminio y 9 g de magnesio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para generar un líquido mezclado;

15

2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluorotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C;

20

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de líquido mezclado, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

25

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KAlF_4 , KF y MgF_2 para obtener 47,9 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 99,5 % y la tasa de reducción es del 99,3 %.

30 **Realización 8:**

[0024] El método incluye las siguientes etapas:

1. poner 36 g de aluminio y 2 g de magnesio en el horno de resistencia, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para generar un líquido mezclado;

35

2. apertura de la cubierta del reactor, adición de 240 g de fluorotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento hasta 250 °C;

40

3. introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C;

4. apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de líquido mezclado, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C;

45

5. apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KAlF_4 , KF y MgF_2 para obtener 48,29 g de esponja de titanio en la que el contenido de titanio es del 98,9 % y la tasa de reducción es del 99,5 %.

50

Tabla 3: Datos de la prueba de reacción

Realización	Cantidad de materia prima añadida, g			Cantidad teórica de Ti, g	Producto de esponja de titanio obtenido, g	Contenido de Ti del producto, %	Tasa de reducción, %
	K_2TiF_6	Al	Mg				
5	240	36	36	48	45,12	96,5	90,7

ES 2 519 390 T3

6	240	36	18	48	45,45	98	92,8
7	240	36	9	48	47,9	99,5	99,3
8	240	36	2	48	48,29	98,9	99,5

[0025] Lo anterior es la descripción detallada en profundidad realizada para la invención junto con realizaciones específicas preferidas, pero no se debe considerar que las realizaciones específicas de la invención estén únicamente limitadas a estas descripciones. Para el experto en la materia a la que pertenece la invención, se pueden realizar muchas deducciones y sustituciones sencillas sin apartarse del concepto de la invención. Dichas deducciones y sustituciones deben caer dentro del alcance de protección de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de producción de esponja de titanio, en el que el equipo de producción de esponja de titanio comprende: un reactor y la cubierta de un reactor con un dispositivo de agitación, en el que hay dispuesto un anillo de sellado entre la cubierta del reactor y el reactor, una parte de la cubierta del reactor está provista de un dispositivo elevador para controlar la elevación de la cubierta del reactor, por encima de la cubierta del reactor hay dispuesto un horno de resistencia hermético, por debajo del horno de resistencia hay dispuesta una válvula, y por encima de la cubierta del reactor hay dispuesta una tubería de bombeo de vacío y una tubería de inflado; el método que comprende las siguientes etapas: Etapa A: colocación de aluminio en el horno de resistencia hermético, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el aluminio; Etapa B: apertura de la cubierta del reactor, adición de la cantidad adecuada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C; Etapa C: introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C, agitación uniforme; Etapa D: apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de aluminio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C; y Etapa E: apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de la capa superior de KAlF_4 para obtener la esponja de titanio.
2. Un proceso de producción de esponja de titanio, en el que el equipo de producción de esponja de titanio comprende: un reactor y la cubierta de un reactor con un dispositivo de agitación, en el que hay dispuesto un anillo de sellado entre la cubierta del reactor y el reactor, una parte de la cubierta del reactor está provista de un dispositivo elevador para controlar la elevación de la cubierta del reactor, por encima de la cubierta del reactor hay dispuesto un horno de resistencia hermético, por debajo del horno de resistencia hay dispuesta una válvula, y por encima de la cubierta del reactor hay dispuesta una tubería de bombeo de vacío y una tubería de inflado; el método que comprende las siguientes etapas: Etapa A': colocación de magnesio en el horno de resistencia hermético, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para fundir el magnesio; Etapa B': apertura de la cubierta del reactor, adición de la cantidad adecuada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C; Etapa C': introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C; Etapa D': apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición de gotas de magnesio fundido, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C; y Etapa E': apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KF y KAlF_4 para obtener la esponja de titanio.
3. Un proceso de producción de esponja de titanio, en el que el equipo de producción de esponja de titanio comprende: un reactor y la cubierta de un reactor con un dispositivo de agitación, en el que hay dispuesto un anillo de sellado entre la cubierta del reactor y el reactor, una parte de la cubierta del reactor está provista de un dispositivo elevador para controlar la elevación de la cubierta del reactor, por encima de la cubierta del reactor hay dispuesto un horno de resistencia hermético, por debajo del horno de resistencia hay dispuesta una válvula, y por encima de la cubierta del reactor hay dispuesta una tubería de bombeo de vacío y una tubería de inflado; el método que comprende las siguientes etapas: Etapa A'': colocación de aluminio y magnesio en el horno de resistencia hermético, bombeo de vacío, introducción de gas inerte, calentamiento para generar un líquido mezclado; Etapa B'': apertura de la cubierta del reactor, adición de la cantidad adecuada de fluotitanato de potasio al reactor, detección de fugas después del cierre de la cubierta del reactor, incremento lento de la temperatura hasta 150 °C, bombeo de vacío, y calentamiento continuo hasta 250 °C; Etapa C'': introducción de gas inerte en el reactor, incremento continuo de la temperatura hasta 750 °C; Etapa D'': apertura de una válvula para ajustar la velocidad de agitación, adición del líquido mezclado, y control de la temperatura de reacción de 750 °C a 850 °C; y Etapa E'': apertura de la cubierta del reactor, extracción del dispositivo de agitación, eliminación de las capas superiores de KF y KAlF_4 , KF y MgF_2 para obtener la esponja de titanio.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la relación ponderal de aluminio a magnesio es de 18:1 a 1:1.
5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tiempo para la adición de gotas de aluminio fundido en la etapa D es de 4 horas.
6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el tiempo para la adición de gotas de magnesio fundido en la etapa D es de 4 horas.

7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el tiempo para la adición del líquido mezclado en la etapa D es de 4 horas.
8. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la velocidad de 5 agitación es de 60 rpm.