

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 523 829**

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 12185753 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.07.2014 EP 2617844**

54 Título: **Procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio**

30 Prioridad:

18.01.2012 CN 201210014899

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

01.12.2014

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 523 829 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

Procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio.

5

Campo técnico de la invención

[0001] La invención se refiere a un procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, más particularmente a un procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, que tiene las ventajas de bajo coste, alta eficiencia y operación continua.

10

Antecedentes de la invención

[0002] El procedimiento de producción de titanio esponjoso que es muy conocido nacionalmente y en el extranjero es principalmente: procedimiento de reducción metalotérmica, especialmente el procedimiento de preparación de metal M por medio de la reacción entre agente reductor metálico (R) y óxidos metálicos o cloruros (MX). Los procedimientos de metalurgia de titanio que se han llevado a producción industrial son el procedimiento de reducción magnesiotérmica (procedimiento de Kroll) y el procedimiento de reducción sodiotérmica (procedimiento de Hunter). Solo el procedimiento de Kroll se ha usado ampliamente en la industria hasta la fecha debido a que su coste de producción es menor que el coste de producción del procedimiento de Hunter. El procedimiento de Kroll incluye principalmente la siguiente corriente tecnológica: después de la eliminación de la película de óxido e impurezas, se coloca un lingote de magnesio en un reactor y a continuación se calienta hasta la fusión, entonces se introduce tetracloruro de titanio (TiCl₄) en el reactor para generar la deposición de partícula de titanio mediante reacción, y el cloruro de magnesio líquido generado se descarga a tiempo a través de un puerto de residuo. La temperatura de reacción normalmente se mantiene en un intervalo de 800 a 900 °C y el tiempo de reacción oscila de varias horas a varios días. El metal de magnesio y el cloruro de magnesio restantes en el producto final pueden tanto lavarse por ácido clorhídrico como separarse por destilación a vacío a la temperatura de 900 °C, y mientras tanto, se mantiene la alta pureza del titanio. Los defectos del procedimiento de Kroll consisten en el alto coste, largo ciclo de producción y polución medioambiental, limitando así su aplicación y popularización adicional. Hasta el día presente, no se ha llevado a cabo ningún cambio en este procedimiento, y se aplica todavía a la producción intermitente y fracasa en la realización en la producción continua.

15

20

25

30

Resumen de la invención

35

[0003] Para resolver los defectos en la técnica anterior, tal como alto coste, grave contaminación y largo ciclo de producción, la invención proporciona un procedimiento tecnológico para la producción tecnológica de titanio esponjoso:

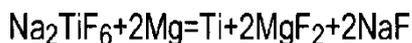
40 Propuesta 1: Procedimiento de preparación de titanio a partir de fluorotitanato de sodio por el procedimiento de reducción aluminotérmica.

[0004] La ecuación relacionada es la siguiente: $3\text{Na}_2\text{TiF}_6 + 4\text{Al} = 3\text{Ti} + 6\text{NaF} + 4\text{AlF}_3$

45 Propuesta 2: Procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por el procedimiento de reducción magnesiotérmica:

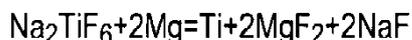
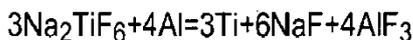
[0005] La ecuación relacionada es la siguiente:

50



Propuesta 3: Procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por el procedimiento de reducción aluminio-magnesiotérmica:

55 **[0006]** Las ecuaciones relacionadas son las siguientes:



60

[0007] El fluorotitanato de sodio, aluminio y magnesio en materiales de partida son sólidos, de manera que los dispositivos para preparar titanio esponjoso en la invención incluyen: un reactor y una cobertura de reactor con un dispositivo de agitación, en el que un anillo de estanqueidad está dispuesto entre la cobertura de reactor y el reactor; un dispositivo elevador para controlar el levantamiento de la cobertura de reactor está dispuesto sobre la superficie lateral de la cobertura de reactor, un horno de resistencia estanco al aire está dispuesto adicionalmente por encima

65

de la cobertura de reactor, una válvula está dispuesta debajo del horno de resistencia; y un tubo de evacuación y un tubo de llenado de gas están dispuestos por encima de la cobertura de reactor.

5 **[0008]** Correspondientemente, la invención proporciona un procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, que comprende las siguientes etapas:

Etapa A: poner aluminio en el horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio para obtener aluminio fundido;

10 Etapa B: abrir la cobertura de reactor, añadir una cantidad apropiada de fluorotitanato de sodio al reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C;

Etapa C: introducir gas inerte en el reactor, calentar continuamente el reactor a 900 °C y agitar uniformemente;

Etapa D: abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el aluminio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C; y,

15 Etapa E: abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF_4 en la capa superior para obtener titanio esponjoso.

20 **[0009]** La invención proporciona además un segundo procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, que comprende las siguientes etapas:

Etapa A': poner magnesio en el horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el magnesio para obtener magnesio fundido;

25 Etapa B': abrir la cobertura de reactor, añadir una cantidad apropiada de fluorotitanato de sodio al reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C;

Etapa C': introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 900 °C;

Etapa D': abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el magnesio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C; y,

30 Etapa E': abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaF y MgF_2 en la capa superior para obtener titanio esponjoso.

[0010] Preferentemente, la relación másica del aluminio con respecto al magnesio es 1:1 a 1:10.

35 **[0011]** La invención proporciona además un tercer procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, que comprende las siguientes etapas:

Etapa A'': poner aluminio y magnesio en el horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio y el magnesio para obtener líquido mixto;

40 Etapa B'': abrir la cobertura de reactor, añadir una cantidad apropiada de fluorotitanato de sodio al reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C;

Etapa C'': introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 900 °C;

Etapa D'': abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el líquido mixto y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C; y,

45 Etapa E'': abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF_4 , NaF y MgF_2 en la capa superior para obtener titanio esponjoso.

[0012] Preferentemente, la relación másica del aluminio con respecto al magnesio es 18:1 a 1:1.

50 **[0013]** La invención tiene las ventajas que: adoptando la propuesta técnica tratada anteriormente, el procedimiento tecnológico es breve en corriente tecnológica, coste bajo, inocuidad y respetuoso con el medioambiente en comparación con procedimientos tradicionales, y rivaliza con la técnica anterior por la tasa de reducción y rendimiento de titanio esponjoso, además, el titanio esponjoso resultante final puede aplicarse directamente a la producción tecnológica, ahorrando adicionalmente recursos y costes.

55 **Descripción detallada de las realizaciones preferidas**

[0014] Las realizaciones preferidas de la invención se describirán a continuación en más detalle:

60 **Propuesta 1:** Procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por el procedimiento de reducción aluminotérmica:

[0015] La ecuación relacionada es la siguiente: $3\text{Na}_2\text{TIF}_6 + 4\text{Al} = 3\text{Ti} + 6\text{NaF} + 4\text{AlF}_3$

Realización 1:

[0016]

- 5 1. Poner 36 g de aluminio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio para obtener aluminio fundido;
2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C;
- 10 3. Introducir gas inerte en el reactor, calentar continuamente el reactor a 900 °C y agitar uniformemente;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el aluminio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
- 15 5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄ en la capa superior para obtener 45,01 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 87,76 % y la tasa de reducción es del 82,3 %.

Realización 2:

[0017]

- 20 1. Poner 40 g de aluminio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio para obtener aluminio fundido;
2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C;
- 25 3. Introducir gas inerte en el reactor, calentar continuamente el reactor a 900 °C y agitar uniformemente;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el aluminio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
- 30 5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄ en la capa superior para obtener 48,39 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 97 % y la tasa de reducción es del 97,8 %.

Realización 3:

[0018]

- 35 1. Poner 44 g de aluminio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio para obtener aluminio fundido;
- 40 2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C;
3. Introducir gas inerte en el reactor, calentar continuamente el reactor a 900 °C y agitar uniformemente;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el aluminio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
- 45 5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄ en la capa superior para obtener 48,29 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 98,6 % y la tasa de reducción es del 99,2 %.

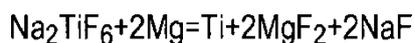
Tabla 1: Datos de la prueba de reacción

Realización	Cantidad de adición de materiales de partida, g		Cantidad teórica de Ti, g	Producto de titanio esponjoso real, g	Contenido de Ti en el producto, %	Tasa de reducción, %
	K ₂ TiF 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

50 Tasa de reducción (%) = (Producto de titanio esponjoso real x Contenido de Ti en el producto) / Cantidad teórica de Ti

55 **Propuesta 2:** Procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por el procedimiento de reducción aluminotérmica:

[0019] La ecuación relacionada es la siguiente:

**Realización 4:**

5 [0020]

1. Poner magnesio en un horno de resistencia, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el magnesio para obtener magnesio fundido;
- 10 2. Abrir la cobertura de reactor, añadir un cálculo cantidad de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y entonces calentar el reactor a 250 °C;
3. Introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 750 °C;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el magnesio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
- 15 5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaF y MgF₂ en la capa superior para obtener 47,56 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 99,2 % y la tasa de reducción es del 98,3 %.

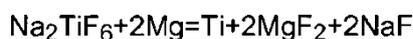
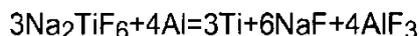
Tabla 2: Datos de la prueba de reacción

20

Realización	Cantidad de adición de materiales de partida, g		Cantidad teórica de Ti, g	Producto de titanio esponjoso real, g	Contenido de Ti en el producto, %	Tasa de reducción, %
	K ₂ TiF ₆	Mg				
4	240	144	48	47,56	99,2	98,3

Propuesta 3: Procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por el procedimiento de reducción aluminio-magnesiotérmica:

25 [0021] Las ecuaciones relacionadas son las siguientes:



30

Realización 5:

[0022]

- 35 1. Poner 36 g de aluminio y 36 g magnesio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio y el magnesio para obtener líquido mixto;
2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y entonces calentar el reactor a 250 °C;
- 40 3. Introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 750 °C;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el líquido mixto, y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
- 45 5. abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄, NaF y MgF₂ en la capa superior para obtener 45,12 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 96,5 % y la tasa de reducción es del 90,7 %.

Realización 6:

[0023]

- 50 1. Poner 36 g de aluminio y 18 g magnesio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio y el magnesio para obtener líquido mixto;
2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y entonces calentar el reactor a 250 °C;
- 55 3. Introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 750 °C;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el líquido mixto, y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄, NaF y

MgF₂ en la capa superior para obtener 45,45 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 98 % y la tasa de reducción es del 92,8 %.

Realización 7:

- 5
- [0024]**
1. Poner 36 g de aluminio y 9 g magnesio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio y el magnesio para obtener líquido mixto;
 - 10 2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y entonces calentar el reactor a 250 °C;
 3. Introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 750 °C;
 4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el líquido mixto, y controlar la
 - 15 temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
 5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄, NaF y MgF₂ en la capa superior para obtener 47,9 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 99,5 % y la tasa de reducción es del 99,3 %.

Realización 8:

[0025]

1. Poner 36 g de aluminio y 2 g magnesio en un horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio y el magnesio para obtener líquido mixto;
- 25 2. Abrir la cobertura de reactor, añadir 240 g de fluorotitanato de sodio en el reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y entonces calentar el reactor a 250 °C;
3. Introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 750 °C;
4. Abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el líquido mixto, y controlar la
- 30 temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C;
5. Abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF₄, NaF y MgF₂ en la capa superior para obtener 48,29 g de titanio esponjoso; en el producto, el contenido de titanio es del 98,9 % y la tasa de reducción es del 99,5 %.

Tabla 3: Datos de la prueba de reacción

Realización	Cantidad de adición de materiales de partida, g			Cantidad teórica de Ti, g	Producto de titanio esponjoso real, g	Contenido de Ti en el producto, %	Tasa de reducción, %
	Na ₂ TiF ₆	Al	Mg				
5	240	36	36	48	45,12	96,5	90,7
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

[0026] Se hacen otras descripciones detalladas de la invención con referencia a las realizaciones preferidas en las discusiones anteriores y podría no considerarse que las realizaciones de la invención estén limitadas solo a estas descripciones. Podrían hacerse muchas derivaciones simples o alternancias sin apartarse del concepto de la invención por el experto en esta materia a la que se refiere la invención y debe contemplarse que está dentro del alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, **caracterizado porque** los dispositivos para preparar titanio esponjoso incluyen: un reactor y una cobertura de reactor con un dispositivo de agitación, en el que un anillo de estanqueidad está dispuesto entre la cobertura de reactor y el reactor; un dispositivo elevador para controlar el levantamiento de la cobertura de reactor está dispuesto sobre la superficie lateral de la cobertura de reactor, un horno de resistencia estanco al aire está dispuesto adicionalmente por encima de la cobertura de reactor, una válvula está dispuesta debajo del horno de resistencia; y un tubo de evacuación y un tubo de llenado de gas están dispuestos por encima de la cobertura de reactor; el procedimiento comprende las siguientes etapas: etapa A: poner aluminio en el horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio para obtener aluminio fundido; etapa B: abrir la cobertura de reactor, añadir una cantidad apropiada de fluorotitanato de sodio al reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C; etapa C: introducir gas inerte en el reactor, calentar continuamente el reactor a 900 °C y agitar uniformemente; etapa D: abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el aluminio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C; y etapa E: abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF_4 en la capa superior para obtener titanio esponjoso.
2. Un procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, **caracterizado porque** los dispositivos para preparar titanio esponjoso incluyen: un reactor y una cobertura de reactor con un dispositivo de agitación, en el que un anillo de estanqueidad está dispuesto entre la cobertura de reactor y el reactor; un dispositivo elevador para controlar el levantamiento de la cobertura de reactor está dispuesto sobre la superficie lateral de la cobertura de reactor, un horno de resistencia estanco al aire está dispuesto adicionalmente por encima de la cobertura de reactor, una válvula está dispuesta debajo del horno de resistencia; y un tubo de evacuación y un tubo de llenado de gas están dispuestos por encima de la cobertura de reactor; el procedimiento comprende las siguientes etapas: etapa A': poner magnesio en el horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el magnesio para obtener magnesio fundido; etapa B': abrir la cobertura de reactor, añadir una cantidad apropiada de fluorotitanato de sodio al reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C; etapa C': introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 900 °C; etapa D': abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el magnesio fundido y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C; y etapa E': abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaF y MgF_2 en la capa superior para obtener titanio esponjoso.
3. Un procedimiento tecnológico de preparación de titanio esponjoso a partir de material de partida de fluorotitanato de sodio, **caracterizado porque** los dispositivos para preparar titanio esponjoso incluyen: un reactor y una cobertura de reactor con un dispositivo de agitación, en el que un anillo de estanqueidad está dispuesto entre la cobertura de reactor y el reactor; un dispositivo elevador para controlar el levantamiento de la cobertura de reactor está dispuesto sobre la superficie lateral de la cobertura de reactor, un horno de resistencia estanco al aire está dispuesto adicionalmente por encima de la cobertura de reactor, una válvula está dispuesta debajo del horno de resistencia; y un tubo de evacuación y un tubo de llenado de gas están dispuestos por encima de la cobertura de reactor; el procedimiento comprende las siguientes etapas: etapa A'': poner aluminio y magnesio en el horno de resistencia estanco al aire, evacuar, introducir gas inerte en el horno de resistencia y calentar el aluminio y el magnesio para obtener líquido mixto; etapa B'': abrir la cobertura de reactor, añadir una cantidad apropiada de fluorotitanato de sodio al reactor, cerrar la cobertura de reactor, detectar fugas, calentar lentamente el reactor a 150 °C, evacuar y calentar continuamente el reactor a 250 °C; etapa C'': introducir gas inerte en el reactor y calentar continuamente el reactor a 900 °C; etapa D'': abrir la válvula, ajustar la velocidad de agitación, añadir gota a gota el líquido mixto, y controlar la temperatura de reacción en un intervalo de 900 a 1000 °C; y etapa E'': abrir la cobertura de reactor, sacar el dispositivo de agitación fuera del reactor y eliminar NaAlF_4 , NaF y MgF_2 en la capa superior para obtener titanio esponjoso.
4. El procedimiento según la reivindicación 3, en el que la relación másica del aluminio con respecto al magnesio es 18:1 a 1:1.
5. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que el tiempo para añadir gota a gota el aluminio fundido en la etapa D es 4 horas.
6. El procedimiento según la reivindicación 2, en el que el tiempo para añadir gota a gota el magnesio fundido en la etapa D es 4 horas.
7. El procedimiento según la reivindicación 3, en el que el tiempo para añadir gota a gota el líquido mixto en la etapa D es 4 horas.
8. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la velocidad de agitación es 60r/min.