

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 525 103**

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 12185754 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.09.2014 EP 2617845**

54 Título: **Procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por reducción aluminotérmica**

30 Prioridad:

18.01.2012 CN 201210014937

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

17.12.2014

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 2 525 103 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 de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por reducción aluminotérmica

5 CAMPO TÉCNICO DE LA INVENCION

[0001] La invención se refiere a un procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por reducción aluminotérmica, más en particular a un procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por reducción aluminotérmica, que presenta las ventajas de bajo coste, alta eficiencia y funcionamiento continuo.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

[0002] Los procesos de producción de titanio esponjoso que han sido bien conocidos en el entorno nacional e internacional incluyen principalmente: proceso de reducción metalotérmica, proceso de electrólisis, proceso de termólisis directa y proceso de reacción mediado electrónicamente, etc., y las materias primas habituales incluyen cloruro de titanio (TiCl_4 , TiI_4), óxido de titanio (TiO_2) y compuestos de titanio (K_2TiF_6 , Na_2TiF_6). Entre los diversos procesos de producción de titanio esponjoso, el proceso tradicional de reducción térmica de tetracloruro de titanio-aluminio-magnesio (proceso de Kroll), aunque contrastado e industrializado, es un proceso complejo y de alto coste y contaminante para el medio ambiente, lo que limita así su mayor aplicación y popularización. El procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por proceso de reducción metalotérmica es un procedimiento de producción que es continuo, bajo en costes y de alta eficiencia y puede resolver numerosos problemas del proceso tradicional de manera eficiente, sin embargo, existen sólo algunos informes a escala nacional e internacional, y hasta ahora no se ha encontrado todavía un caso exitoso de industrialización.

El documento WO-85/00160-A1 se refiere a un proceso para la preparación de metal de titanio a partir de un mineral que comprende óxidos de titanio, comprendiendo el proceso la fluoración del mineral para convertir los óxidos de titanio en fluoruros de titanio y a continuación reducir los fluoruros de titanio a metal de titanio.

30 RESUMEN DE LA INVENCION

[0003] Un procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio es por reducción aluminotérmica.

Propuesta 1: procedimiento de preparación de titanio a partir de fluorotitanato de sodio por proceso de reducción aluminotérmica:

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

Propuesta 2: procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por proceso de reducción magnesiotérmica:

Las ecuaciones relacionadas son las siguientes:

$3 \text{Na}_2\text{TiF}_6 + 4 \text{Al} = 3 \text{Ti} + 6 \text{NaF} + 4 \text{AlF}_3$

$\text{Na}_2\text{TiF}_6 + 2 \text{Mg} = \text{Ti} + 2 \text{MgF}_2 + 2 \text{NaF}$

[0004] El procedimiento comprende las etapas siguientes:

una etapa de reacción: se mezclan aluminio y cinc en un estado de vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con fluorotitanato de sodio;

una etapa de separación: se introduce gas inerte después de que se haya completado la reacción, y se extrae NaF y AlF_3 en fase líquida en capa superior;

y una etapa de destilación: se elimina por destilación Zn en el producto restante en un estado de vacío;

en el que la relación de masas entre aluminio y cinc es de 1:2 a 1:10.

[0005] Preferentemente, la temperatura de reacción en la etapa de reacción es 1 000 °C.

[0006] Preferentemente, la temperatura de extracción de fase líquida en la etapa de separación es 1 050 °C.

5

[0007] Preferentemente, la temperatura de destilación en la etapa de destilación es 1 000 °C.

[0008] La invención proporciona según la reivindicación independiente 1 otro procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por reducción aluminotérmica, que comprende las etapas siguientes:

10

una etapa de reacción: se mezclan aluminio, cinc y magnesio en una condición de introducción de gas inerte al vacío, y a continuación se añade fluorotitanato de sodio en la mezcla para reacción;

15 una etapa de separación: se introduce gas inerte después de que se haya completado la reacción, y se extrae NaF, AlF₃ y MgF₂ en una fase líquida en capa superior;

y una etapa de destilación: se eliminan por destilación Mg y Zn en el producto restante en un estado de vacío;

20 en el que la relación de masas entre aluminio, cinc y magnesio es de 18:108:1 a 1:6:1.

[0009] Preferentemente, la temperatura de reacción en la etapa de reacción es 950 °C.

[0010] Preferentemente, la temperatura de extracción de fase líquida en la etapa de separación es 1 050 °C.

25

[0011] Preferentemente, la temperatura de destilación en la etapa de destilación es 1 100 °C.

[0012] Preferentemente, el grado de vacío en la etapa de destilación es de al menos 1 MPa.

30 [0013] La invención presenta las ventajas de que: al adoptar la propuesta técnica expuesta anteriormente, el procedimiento es breve en flujo tecnológico, bajo en costes, inocuo y respetuoso con el medio ambiente en comparación con los procesos tradicionales, y rivaliza con la técnica anterior en tasa de reducción y producción de titanio esponjoso, asimismo, el titanio esponjoso final resultante puede aplicarse directamente a la producción tecnológica, lo que ahorra además recursos y coste.

35

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

[0014] A continuación se describirán con más detalle las realizaciones preferidas de la invención:

40 Propuesta 1: procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por proceso de reducción aluminotérmica basado en matriz de cinc:

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 **Realización 1:** se mezclan 36 g de aluminio y 72 g de cinc en un estado de vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 1.000 °C;

el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas NaF y AlF₃ en capa superior a 1 050 °C;

50

en el estado de alto vacío y 1 000 °C, se elimina por destilación Zn en el producto restante para obtener 45,01 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 87,76 % y la tasa de reducción es del 82,3 %.

55 **Realización 2:** se mezclan 36 g de aluminio y 144 g de cinc en un estado de vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 1 000 °C;

el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas NaF y AlF₃ en capa superior a 1 050 °C;

en el estado de alto vacío y 1 000 °C, se elimina por destilación Zn en el producto restante para obtener 48,22 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 92,07 % y la tasa de reducción es del 92,5 %.

Realización 3: se mezclan 36 g de aluminio y 216 g de cinc en un estado de vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 1 000 °C;

el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas NaF y AlF₃ en capa superior a 1 050 °C;

10 en el estado de alto vacío y 1 000 °C, se elimina por destilación Zn en el producto restante para obtener 49,04 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 92,29 % y la tasa de reducción es del 95 %.

Realización 4: se mezclan 36 g de aluminio y 288 g de cinc en un estado de vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 1 000 °C;

15 el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas NaF y AlF₃ en capa superior a 1 050 °C;

20 en el estado de alto vacío y 1 000 °C, se elimina por destilación Zn en el producto restante para obtener 50,26 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 90,92 % y la tasa de reducción es del 95,2 %.

Realización 5: se mezclan 36 g de aluminio y 360 g de cinc en un estado de vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 1 000 °C;

25 el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas NaF y AlF₃ en capa superior a 1 050 °C;

en el estado de alto vacío y 1 000 °C, se elimina por destilación Zn en el producto restante para obtener 49,7 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 92,14 % y la tasa de reducción es del 95,4 %.

30

Tabla 1: Datos de prueba

Realización	Cantidad de adición de materias primas, g			Cantidad teórica de Ti, g	Producto de titanio rugoso real, g	Contenido de Ti en el producto, %	Tasa de reducción, %
	Na ₂ TiF ₆	Al	Zn				
1	240	36	72	48	45,01	87,76	82,3
2	240	36	144	48	48,22	92,07	92,5
3	240	36	216	48	49,4	92,29	95,0
4	240	36	288	48	50,26	90,92	95,2
5	240	36	360	48	49,7	92,14	95,4

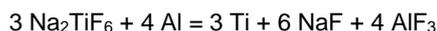
Tasa de reducción (%) = (Producto de titanio esponjoso real x Contenido de Ti en el producto)/Cantidad teórica de Ti

35

Propuesta 2: procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por proceso de reducción aluminotérmica basado en matriz de cinc-magnesio:

Las ecuaciones relacionadas son las siguientes:

40



45 **Realización 6:** se mezclan 36 g de aluminio, 216 g de cinc y 36 g de magnesio en una condición de introducción de gas inerte al vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 950 °C;

el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas de NaF, MgF₂ y AlF₃ en fase líquida en capa superior a 1 050 °C;

50

en el estado de alto vacío y 1 100 °C, se eliminan por destilación Mg y Zn en el producto restante para obtener 48,36 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 92,7 % y la tasa de reducción es del 93,4 %.

Realización 7: se mezclan 36 g de aluminio, 216 g de cinc y 18 g de magnesio en una condición de introducción de gas inerte al vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 950 °C;

el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas de NaF, MgF₂ y AlF₃ en fase líquida en capa superior a 1 050 °C;

10 en el estado de alto vacío y 1 100 °C, se eliminan por destilación Mg y Zn en el producto restante para obtener 47,8 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 92,78 % y la tasa de reducción es del 92,4 %.

Realización 8: se mezclan 36 g de aluminio, 216 g de cinc y 9 g de magnesio en una condición de introducción de gas inerte al vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 950 °C;

15 el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas de NaF, MgF₂ y AlF₃ en fase líquida en capa superior a 1 050 °C;

20 en el estado de alto vacío y 1 100 °C, se eliminan por destilación Mg y Zn en el producto restante para obtener 47,91 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 94,88 % y la tasa de reducción es del 94,7 %.

Realización 9: se mezclan 36 g de aluminio, 216 g de cinc y 2 g de magnesio en una condición de introducción de gas inerte al vacío, y a continuación se hace reaccionar la mezcla con 240 g de fluorotitanato de sodio a 950 °C;

25 el producto permanece estable después de que se haya completado la reacción y a continuación se introduce con gas inerte, y se extraen las fases líquidas de NaF, MgF₂ y AlF₃ en fase líquida en capa superior a 1 050 °C;

en el estado de alto vacío y 1 100 °C, se eliminan por destilación Mg y Zn en el producto restante para obtener 46,3 g de titanio esponjoso; el contenido de titanio en el producto es del 98,79 % y la tasa de reducción es del 95,3 %.

30

Tabla 2: Datos de prueba

Realización	Cantidad de adición de materias primas, g				Cantidad teórica de Ti, g	Producto de titanio rugoso real, g	Contenido de Ti en el producto, %	Tasa de reducción, %
	Na ₂ TiF ₆	Al	Zn	Mg				
6	240	36	216	36	48	48,36	92,7	93,4
7	240	36	216	18	48	47,8	92,78	92,4
8	240	36	216	9	48	47,91	94,88	94,7
9	240	36	216	2	48	46,3	98,79	95,3

35 **[0015]** Se realizan descripciones detalladas adicionales de la invención con referencia a las realizaciones preferidas en las exposiciones anteriores y no se debe considerar que las realizaciones de la invención están limitadas sólo a estas descripciones. Los expertos en la materia a la que corresponde la invención podrían obtener numerosas derivaciones o alternativas de la misma sin apartarse del concepto de la invención, y estas estarán contempladas como integradas dentro del alcance de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de preparación de titanio esponjoso a partir de fluorotitanato de sodio por reducción aluminotérmica, **caracterizado porque** el procedimiento comprende las etapas siguientes:
- 5 una etapa de reacción: se mezclan aluminio, cinc y magnesio en una condición de introducción de gas inerte al vacío, y a continuación se añade fluorotitanato de sodio en la mezcla para reacción;
- una etapa de separación: se introduce gas inerte después de que se haya completado la reacción, y se extrae NaF, 10 AlF_3 y MgF_2 en una fase líquida en capa superior; y
- una etapa de destilación: se eliminan por destilación Mg y Zn en el producto restante en un estado de vacío;
- 15 en el que la relación de masas entre aluminio, cinc y magnesio es de 18:108:1 a 1:6:1.
2. El procedimiento de preparación de titanio esponjoso según la reivindicación 1, en el que la temperatura de reacción en la etapa de reacción es 950 °C.
3. El procedimiento de preparación de titanio esponjoso según la reivindicación 1, en el que la 20 temperatura de separación de fase líquida en la etapa de destilación es 1 050 °C.
4. El procedimiento de preparación de titanio esponjoso según la reivindicación 1, en el que la temperatura de destilación en la etapa de destilación es 1 100 °C
- 25 5. El procedimiento de preparación de titanio esponjoso según la reivindicación 1, en el que el grado de vacío en la etapa de destilación es 1 MPa.