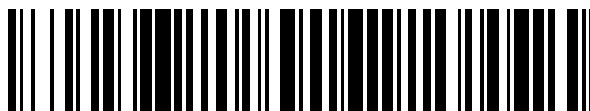


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 593 178**

51 Int. Cl.:

**C01B 35/04** (2006.01)  
**C01B 35/06** (2006.01)  
**C25C 3/08** (2006.01)  
**C25C 3/18** (2006.01)  
**C01G 23/00** (2006.01)  
**C01F 7/34** (2006.01)  
**C01F 7/42** (2006.01)  
**C01F 7/54** (2006.01)  
**C01D 5/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2012 E 12195401 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.05.2016 EP 2636645**

54 Título: **Procedimiento cíclico de preparación para la producción de boruro de titanio a partir de una materia prima intermedia basada en potasio de una mezcla salina de titanio-boro-flúor y la producción de criolita de potasio como subproducto**

30 Prioridad:  
**07.03.2012 CN 201210057849**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**07.12.2016**

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;  
YU, YUEMING;  
YE, QINGDONG;  
YANG, JUN y  
ZHOU, ZHI**

74 Agente/Representante:  
**PONTI SALES, Adelaida**

ES 2 593 178 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 cíclico de preparación para la producción de boruro de titanio a partir de una materia prima intermedia basada en potasio de una mezcla salina de titanio-boro-flúor y la producción de criolita de potasio como subproducto.

## Ámbito técnico de la invención

**[0001]** La invención se refiere a un procedimiento de preparación de boruro de titanio, más particularmente a un procedimiento cíclico de preparación para la producción de boruro de titanio a partir de una materia prima intermedia que es una mezcla de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio y la producción de criolita de potasio como subproducto.

## Antecedentes de la invención

**[0002]** Generalmente, existen tres procedimientos industriales para la producción de boruro de titanio en la industria:

(1) Reacción directa de titanio metálico y boro elemental a una elevada temperatura:  $Ti + 2 B = TiB_2$ ;

(2) Procedimiento del carburo de boro: reacción directa de dióxido de titanio y carburo de boro en un tubo de carbono en presencia de C:

$2 TiO_2 + B_4C + 3 C = 2 TiB_2 + 4 CO$ , la temperatura de la reacción está en un intervalo de entre 1.800 °C y 1.900 °C si el tubo de carbono está bajo una atmósfera  $H_2$ ; y la temperatura de la reacción puede reducirse hasta que esté en un intervalo de entre 1.650 °C y 1.750 °C si el tubo de carbono está a vacío;

(3) procedimiento de deposición de vapor: con  $TiCl_4$  y  $BCl_3$  como materia prima, la siguiente reacción se lleva a cabo con la participación de  $H_2$ :

$TiCl_4 + BCl_3 + 5 H_2 = TiB_2 + 10 HCl$ ; la temperatura de deposición está en un intervalo de entre 8.000 °C y 1.000 °C, y pueden elaborarse productos de calidad abrasiva y de calidad electrónica.

Los tres procedimientos de preparación anteriores tienen las siguientes características en común: una elevada temperatura de reacción, unas condiciones de reacción estrictas, normalmente menores de un 90 % de rendimiento de reacción, y un coste de preparación muy extenso.

El procedimiento para la preparación de fluoroaluminato de potasio (criolita de potasio) en la industria es normalmente un procedimiento sintético: el ácido fluorhídrico anhidro reacciona con hidróxido de aluminio para generar ácido fluoaluminico, que a continuación reacciona con hidróxido de potasio a una elevada temperatura, y el producto de fluoroaluminato se prepara después de una filtración, un secado, una fusión y una trituración; las reacciones son como sigue:



y



el fluoroaluminato de potasio, que es sintetizado mediante el uso de dicho procedimiento, tiene un peso molecular relativo de 258,28, una fórmula molecular de  $AlF_3 \cdot m KF$  ( $m = 3,0$ ) y un punto de fusión de 560 - 580 °C. La criolita de potasio preparada mediante el uso de los procedimientos sintéticos industriales actuales tiene generalmente una proporción molecular  $m$  de entre 2,0 y 3,0, por lo que es difícil la preparación de una criolita de potasio pura de bajo peso molecular que tenga una proporción molecular  $m$  de entre 1,0 y 1,5.

El documento JP S61 132511 A se refiere a un proceso para la preparación de boruro de titanio mediante una reacción carbotérmica.

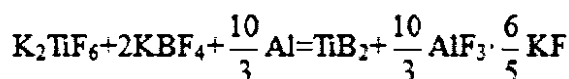
## Resumen de la invención

**[0005]** Con objeto de resolver el problema de la técnica anterior de la producción industrial a gran escala de criolita de potasio pura de bajo peso molecular, para satisfacer adicionalmente la demanda de una electrolisis industrial de aluminio a baja temperatura sobre un electrolito; el inventor ha realizado amplias investigaciones sobre la selección de la materia prima intermedia y el tratamiento cíclico del subproducto y ha averiguado inesperadamente que el boruro de titanio es producido a partir de la materia prima intermedia, que es una mezcla de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio (una mezcla de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio) y la criolita de potasio ( $\text{AlF}_3 \cdot 6/5 \text{KF}$ ), con una proporción molecular m de 1,2 y un peso molecular relativo de 153,6, también es producida como subproducto, además, el objetivo de preparar cíclicamente boruro de titanio puede conseguirse si se implementan reacciones químicas adicionales sobre esta criolita de potasio, y el boruro de titanio ( $\text{TiB}_2$ ) obtenido puede usarse como recubrimiento para recubrir la superficie de un cátodo de carbono en la industria de la electrolisis de aluminio, mejorando así la humectación entre el aluminio metálico y el electrodo, y contribuyendo adicionalmente al desarrollo de la industria de la electrolisis de aluminio a baja temperatura; y en comparación con los procedimientos de preparación dominantes tradicionales, la invención, con un proceso simple, tiene un coste de preparación y una temperatura de reacción bajos, tiene un rendimiento de reacción mayor del 95 % y una elevada calidad de los productos resultantes, y puede realizarse el reciclaje del subproducto, mejorar la eficacia de producción y reducir la contaminación del medio ambiente.

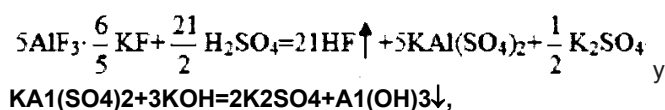
**[0006]** La invención proporciona un procedimiento cíclico de preparación para la producción de boruro de titanio a partir de una materia prima intermedia que es una mezcla de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio y la producción de criolita de potasio como subproducto, que comprende las siguientes etapas:

A) se añade ácido bórico o anhídrido bórico a ácido fluorhídrico para generar ácido fluorobórico mediante una reacción a 100 - 200 °C, después se añade el ácido fluorobórico a una solución acuosa de sulfato de potasio para generar precipitados de fluoborato de potasio mediante una reacción, y los precipitados de fluoborato de potasio se centrifugan y se lixivian para obtener fluoborato de potasio; se añade un concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) a ácido fluorhídrico para generar ácido fluotitánico mediante una reacción a 100 - 200 °C; después se añade el ácido fluotitánico a una solución de sulfato de potasio para generar precipitados de fluotitanato de potasio, los precipitados de fluotitanato de potasio se centrifugan y se lixivian para obtener fluotitanato de potasio; las reacciones químicas implicadas son como sigue:  $\text{H}_3\text{BO}_3 + 4 \text{HF} = \text{HBF}_4 + 3 \text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3 + 8 \text{HF} = 2 \text{HBF}_4 + 3 \text{H}_2\text{O}$ ,  $6 \text{HF} + \text{TiO}_2 = \text{H}_2\text{TiF}_6 + 2 \text{H}_2\text{O}$ ,  $2 \text{HBF}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 = 2 \text{KBF}_4 \downarrow + \text{H}_2\text{SO}_4$  y  $\text{H}_2\text{TiF}_6 + \text{K}_2\text{SO}_4 = \text{K}_2\text{TiF}_6 \downarrow + \text{H}_2\text{SO}_4$ ;

B) el fluoborato de potasio y el fluotitanato de potasio se ponen en un reactor basados en una proporción molar de 2:1, se suministra un gas inerte al reactor después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 - 800 °C y después se añade aluminio, y se generan boruro de titanio y criolita de potasio mediante una agitación rápida, y después reaccionan durante 4 - 6 horas; o se pone aluminio en el reactor, se suministra un gas inerte al reactor después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 - 800 °C y después se añade una mezcla salina basada en potasio de titanio-boro-fluor de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio basada en una proporción molar de 2:1, y se generan boruro de titanio y criolita de potasio mediante una agitación rápida, y después reaccionan durante 4 - 6 horas; la reacción química implicada es como sigue



C) se succiona la criolita de potasio y después se suministra a una caldera de reacción rotatoria junto con ácido sulfúrico concentrado, fluoruro de hidrógeno gaseoso así como sulfato de potasio y sulfato de aluminio, y se genera potasio mediante una reacción en la caldera de reacción rotatoria, y el fluoruro de hidrógeno gaseoso se recoge y después se disuelve en agua para obtener ácido fluorhídrico; la mezcla sólida de sulfato de potasio y sulfato de aluminio y potasio se tritura y después se disuelve en agua, se añade hidróxido de potasio para el fin de la reacción, y se obtiene una solución acuosa de sulfato de potasio después de la separación del hidróxido de aluminio sólido; las reacciones químicas implicadas son como sigue:



D) la solución acuosa de ácido fluorhídrico y la solución acuosa de sulfato de potasio obtenidas son recicladas bien para la lixiviación del concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) para la preparación de fluotitanato de potasio, o bien para la lixiviación del ácido bórico o del anhídrido bórico para la preparación de fluoborato de potasio.

5

**[0007]** Los siguientes objetivos se consiguen mediante la adopción de la técnica propuesta anteriormente: se inventa un procedimiento para la preparación de un electrolito de aluminio a baja temperatura (criolita de potasio  $\text{AlF}_3 \cdot 6/5 \text{KF}$ ) con una proporción molecular  $m$  de 1,2 y un peso molecular relativo de 153,6, y también se inventa un procedimiento protector para prolongar la vida de los recursos de fluorita subterráneos mediante el reciclado del flúor elemental en criolita de potasio; el subproducto de criolita de potasio tiene unas buenas expectativas de aplicación y puede ser reciclado mediante la producción continua de boruro de titanio; en comparación con los procedimientos de preparación tradicionales de boruro de titanio, el procedimiento de la invención simplifica el flujo del proceso de preparación de boruro de titanio, reduce las condiciones del proceso de preparación de boruro de titanio, reduce drásticamente el extenso coste de producción, mejora la eficacia de la producción y reduce la contaminación del medio ambiente.

**[0008]** Como una mejora adicional de la invención, en la etapa B se añade aluminio en estado líquido gota a gota al reactor, o se pone aluminio metálico en el reactor en primer lugar, y después se funde el aluminio, al reactor se añade una mezcla salina basada en potasio de titanio-boro-flúor (el fluoborato de potasio y el fluotitanato de potasio se mezclan en una proporción molar de 2:1) de manera que fluyan; esta reacción puede alcanzar una compleción del 95 % o superior.

**[0009]** Como una mejora adicional de la invención, el gas inerte de la etapa B es argón.

**[0010]** En comparación con la técnica anterior, la invención tiene las ventajas de que: se inventa un procedimiento de preparación que puede usarse para la producción industrial a gran escala de una criolita de potasio de bajo peso molecular ( $\text{AlF}_3 \cdot 6/5 \text{KF}$ ) con una proporción molecular baja  $m$  de 1,2, satisfaciendo así la demanda de la industria de la electrólisis de aluminio a baja temperatura sobre un electrolito; y en la invención se obtiene boruro de titanio como subproducto, por lo que el procedimiento tiene las características de un proceso de preparación simple y un elevado rendimiento en comparación con la técnica anterior, además, el boruro de titanio puede usarse como recubrimiento para recubrir la superficie de un cátodo de carbono en la industria de la electrólisis de aluminio, mejorando así la humectación entre el aluminio metálico y el electrodo, y contribuyendo adicionalmente al desarrollo de la industria de la electrólisis de aluminio a baja temperatura; el flúor elemental de la criolita de potasio puede reciclarse de forma que se prolongue la vida de los recursos de fluorita y se reduzca la contaminación del medio ambiente.

Breve descripción de los dibujos

**[0011]**

40

la Fig. 1 es un diagrama de la ruta del proceso de la preparación cíclica de boruro de titanio y de criolita de potasio en la invención; y

la Fig. 2 es un diagrama de flujo del proceso de la preparación cíclica de boruro de titanio y de criolita de potasio en la invención.

Descripción detallada de las formas de realización

**[0012]** A continuación se realiza una descripción detallada adicional de la invención con referencia a las formas de realización.

50

Realización 1

**[0013]** Se ponen 0,70 toneladas de ácido bórico o 0,39 toneladas de anhídrido bórico en una caldera de reacción, a la que después se añaden 4,5 toneladas de ácido fluorhídrico con un porcentaje en masa del 20 % para una reacción a 100 °C para generar ácido fluobórico; al ácido fluobórico se añaden 3,5 toneladas de una solución acuosa de sulfato de potasio con un porcentaje en masa del 30 % para una reacción para generar precipitados de fluoborato de potasio, los precipitados de fluoborato de potasio se centrifugan, se lixivian y se secan para obtener 1,26 toneladas de fluoborato de potasio; se añaden 2,2 toneladas de ácido fluorhídrico con una fracción de volumen del

30 % a 1,5 toneladas de concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) en polvo para una reacción completa a 120 °C para generar ácido fluotitanico, y al ácido fluotitanico, después de haber sido enfriado, se le añaden 4 toneladas de una solución acuosa de sulfato de potasio con un porcentaje en masa del 30 % para una reacción completa para generar precipitados de fluotitanato de potasio, los precipitados de fluotitanato de potasio se centrifugan, se lixivian y se secan para obtener fluotitanato de potasio, y se pesan 1,2 toneladas de fluotitanato de potasio a partir del fluotitanato de potasio obtenido; se mezclan uniformemente 1,26 toneladas de fluoborato de potasio y 1,2 toneladas de fluotitanato de potasio y después se ponen en un reactor, se suministra argón al reactor después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 °C y después se añade lentamente y gota a gota aluminio fundido basado en la proporción de la reacción, se lleva a cabo una rápida agitación y se consigue una reacción completa 5 horas más tarde, de forma que se genere boruro de titanio y criolita de potasio; la criolita de potasio fundida líquida es succionada, enfriada, triturada y pesada, y después se suministra cuantitativamente a una caldera de reacción rotatoria junto con el ácido sulfúrico concentrado que se añade basándose en la proporción de la reacción, la reacción se lleva a cabo en un intervalo de temperatura de entre 400 °C y 500 °C para generar fluoruro de hidrógeno gaseoso, así como sulfato de aluminio y potasio y sulfato de potasio, el fluoruro de hidrógeno gaseoso se recoge y se disuelve en agua para obtener ácido fluorhídrico, la mezcla del sulfato de aluminio y potasio y el sulfato de potasio se tritura y después se mezcla con la solución acuosa de hidróxido de potasio para que reaccionen, y se obtiene una solución de sulfato de potasio después de la separación del hidróxido de aluminio sólido; la solución acuosa de ácido fluorhídrico obtenida y la solución acuosa de sulfato de potasio se reciclan bien para la lixiviación del concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) para la preparación de fluotitanato de potasio, o bien para la lixiviación del ácido bórico o del anhídrido bórico para la preparación de fluoborato de potasio.

#### Realización 2

**[0014]** Se ponen 0,70 toneladas de ácido bórico o 0,39 toneladas de anhídrido bórico en una caldera de reacción, a la que después se añaden 4,5 toneladas de ácido fluorhídrico con un porcentaje en masa del 20 % para una reacción a 100 °C para generar ácido fluobórico; al ácido fluobórico se añaden 3,5 toneladas de una solución acuosa de sulfato de potasio con un porcentaje en masa del 30 % para una reacción para generar precipitados de fluoborato de potasio, los precipitados de fluoborato de potasio se centrifugan, se lixivian y se secan para obtener 1,26 toneladas de fluoborato de potasio; se añaden 2,2 toneladas de ácido fluorhídrico con una fracción de volumen del 30 % a 1,5 toneladas de concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) en polvo para una reacción completa a 120 °C para generar ácido fluotitanico, y al ácido fluotitanico, después de haber sido enfriado, se le añaden 4 toneladas de una solución acuosa de sulfato de potasio con un porcentaje en masa del 30 % para una reacción completa para generar precipitados de fluotitanato de potasio, los precipitados de fluotitanato de potasio se centrifugan, se lixivian y se secan para obtener fluotitanato de potasio, y se pesan 1,2 toneladas de fluotitanato de potasio a partir del fluotitanato de potasio obtenido; se pesan 0,45 toneladas de aluminio basándose en la proporción de la reacción y se ponen en un reactor, se suministra argón al reactor después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 °C y después se le añade una mezcla de 1,26 toneladas de fluoborato de potasio y 1,2 toneladas de fluotitanato de potasio de manera que haya un flujo medible, se lleva a cabo una rápida agitación, y se consigue la compleción de la reacción 5 horas más tarde, de forma que se genere boruro de titanio y criolita de potasio; la criolita de potasio fundida líquida es succionada, enfriada, triturada y pesada, y después se suministra cuantitativamente a una caldera de reacción rotatoria junto con el ácido sulfúrico concentrado que se añade basándose en la proporción de la reacción, la reacción se lleva a cabo en un intervalo de temperatura de 400 °C y 500 °C para generar fluoruro de hidrógeno gaseoso así como sulfato de aluminio y potasio y sulfato de potasio, el fluoruro de hidrógeno gaseoso se recoge y se disuelve en agua para obtener ácido fluorhídrico, la mezcla del sulfato de aluminio y potasio y el sulfato de potasio se tritura y después se mezcla con la solución acuosa de hidróxido de potasio para que reaccionen, y se obtiene una solución de sulfato de potasio después de la separación del hidróxido de aluminio sólido; la solución acuosa de ácido fluorhídrico obtenida y la solución acuosa de sulfato de potasio son recicladas bien para la lixiviación del concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) para la preparación de fluotitanato de potasio, o bien para la lixiviación del ácido bórico o del anhídrido bórico para la preparación de fluoborato de potasio, se añade ácido con una fracción de volumen del 30 % a 1,5 toneladas de concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) en polvo para una reacción completa a 120 °C para generar ácido fluotitanico, y al ácido fluotitanico, después de haber sido enfriado, se le añaden 4 toneladas de una solución acuosa de sulfato de potasio con un porcentaje en masa del 30 % para una reacción completa para generar precipitados de fluotitanato de potasio, los precipitados de fluotitanato de potasio se centrifugan, se lixivian y se secan para obtener fluotitanato de potasio, y se pesan 1,2 toneladas de fluotitanato de potasio a partir del fluotitanato de potasio obtenido; se pesan 0,45 toneladas de aluminio basándose en la proporción de la reacción y se ponen en un reactor, se suministra argón al reactor después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 °C y después se añade una mezcla de 1,26 toneladas de fluoborato de potasio y 1,2 toneladas de fluotitanato de potasio de manera que haya un flujo medible, se lleva a cabo una rápida agitación, y se consigue la compleción de la reacción 5 horas más tarde, de forma que se

5 genere boruro de titanio y criolita de potasio; la criolita de potasio fundida líquida es succionada, enfriada, triturada y pesada, y después se suministra cuantitativamente a una caldera de reacción rotatoria junto con el ácido sulfúrico concentrado que se añade basándose en la proporción de la reacción, la reacción se lleva a cabo en un intervalo de temperatura de entre 400 °C y 500 °C para generar fluoruro de hidrógeno gaseoso así como sulfato de aluminio y potasio y sulfato de potasio, el fluoruro de hidrógeno gaseoso se recoge y se disuelve en agua para obtener ácido fluorhídrico, la mezcla del sulfato de aluminio y potasio y el sulfato de potasio se tritura y después se mezcla con una solución acuosa de hidróxido de potasio para que reaccionen, y se obtiene una solución de sulfato de potasio después de la separación del hidróxido de aluminio sólido; la solución acuosa de ácido fluorhídrico y la solución acuosa de sulfato de potasio obtenidas son recicladas bien para la lixiviación del concentrado de titanio-hierro 10 ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) para la preparación de fluotitanato de potasio, o bien para la lixiviación del ácido bórico o del anhídrido bórico para la preparación de fluoborato de potasio.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento cíclico de preparación para la producción de boruro de titanio a partir de una materia prima intermedia que es una mezcla de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio y la producción de criolita de potasio como subproducto, en el que el procedimiento comprende las siguientes etapas:

5 A) se añade ácido bórico o anhídrido bórico a ácido fluorhídrico para generar ácido fluorobórico mediante una reacción a 100 - 200 °C, después al ácido fluorobórico se añade una solución acuosa de sulfato de potasio para generar precipitados de fluoborato de potasio mediante una reacción, y los precipitados de fluoborato de potasio se  
10 centrifugan y se lixivian para obtener fluoborato de potasio; al concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) se añade ácido fluorhídrico para generar ácido fluotitánico mediante una reacción a 100 - 200 °C; después se añade el ácido fluotitánico a una solución de sulfato de potasio para generar precipitados de fluotitanato de potasio, y los precipitados de fluotitanato de potasio se centrifugan y se lixivian para obtener fluotitanato de potasio;

15 B) se ponen el fluoborato de potasio y el fluotitanato de potasio en un reactor basándose en una proporción molar de 2:1, se suministra un gas inerte al reactor después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 - 800 °C y después se le añade aluminio, y se generan boruro de titanio y criolita de potasio mediante una rápida agitación y después reaccionan durante 4 - 6 horas; o se pone aluminio en el reactor, se suministra un gas inerte al reactor  
20 después de la evacuación, el reactor se calienta hasta 700 - 800 °C y después se añade la mezcla salina basada en potasio de titanio-boro-flúor de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio basada en una proporción molar de 2:1, y se generan boruro de titanio y criolita de potasio mediante una agitación rápida y después reaccionan durante 4 - 6 horas;

C) la criolita de potasio fundida líquida es succionada y después se suministra a una caldera de reacción rotatoria  
25 junto con ácido sulfúrico concentrado, fluoruro de hidrógeno gaseoso así como sulfato de potasio, y se generan sulfato de aluminio y potasio mediante la reacción en la caldera de reacción rotatoria, y se recoge el fluoruro de hidrógeno gaseoso y después se disuelve en agua para obtener ácido fluorhídrico; la mezcla sólida de sulfato de potasio y sulfato de aluminio y potasio se tritura y después se disuelve en agua, se añade hidróxido de potasio para el fin de la reacción, y se obtiene una solución acuosa de sulfato de potasio después de la separación del hidróxido  
30 de aluminio sólido; y

D) la solución acuosa de ácido fluorhídrico y la solución acuosa de sulfato de potasio obtenidas son recicladas bien para la lixiviación del concentrado de titanio-hierro ( $\text{TiO}_2(\text{FeO}, \text{Fe}_2\text{O}_3)$ ) para la preparación de fluotitanato de potasio, o bien para la lixiviación del ácido bórico o del anhídrido bórico para la preparación de fluoborato de potasio.  
35

2. El procedimiento cíclico de preparación para la producción de boruro de titanio a partir de una materia prima intermedia que es una mezcla de fluoborato de potasio y fluotitanato de potasio y la producción de criolita de potasio como subproducto según la reivindicación 1, en el que en la etapa B se añade aluminio en estado líquido gota a gota al reactor o se añade la mezcla salina basada en potasio de titanio-boro-flúor en un estado seco y fluido  
40 al reactor de manera que haya un flujo medible.

3. El procedimiento cíclico de preparación según la reivindicación 1, en el que en la etapa B el gas inerte es argón.

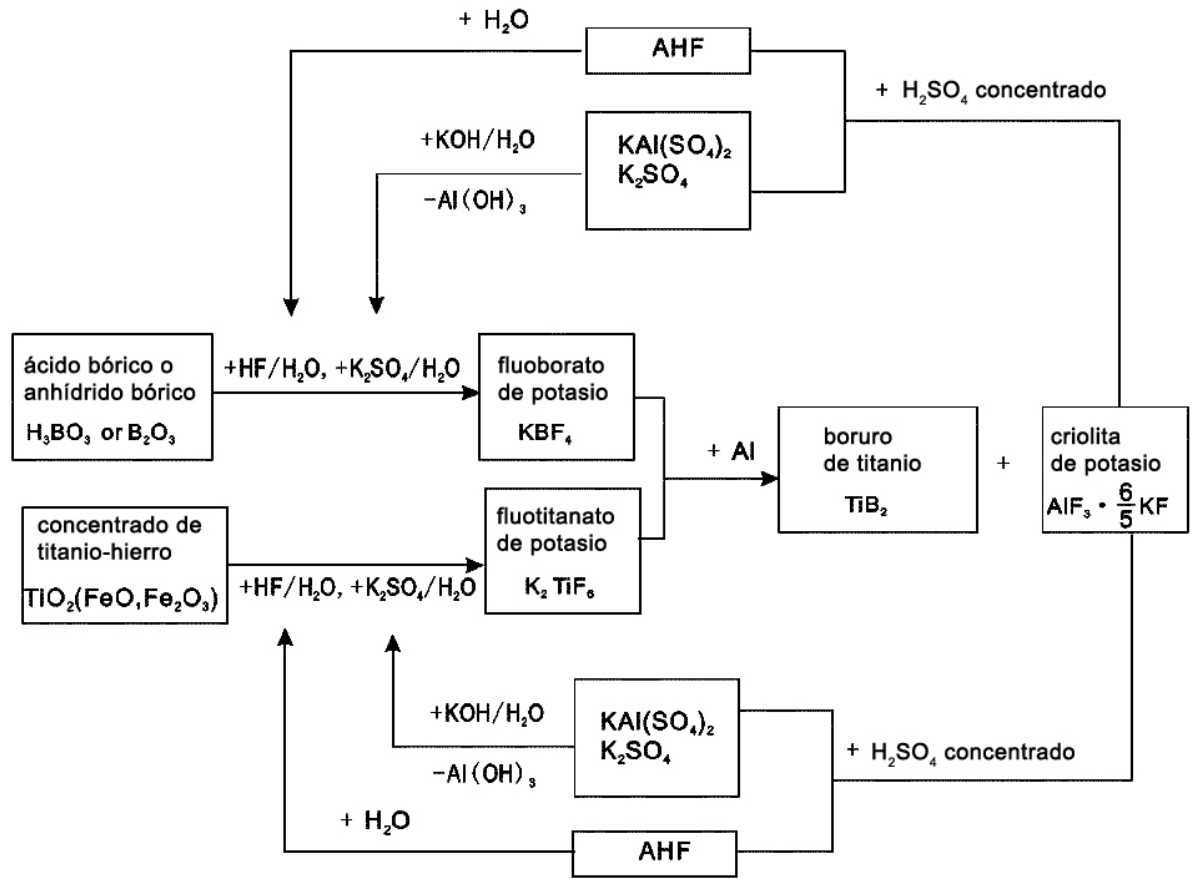


FIG. 1



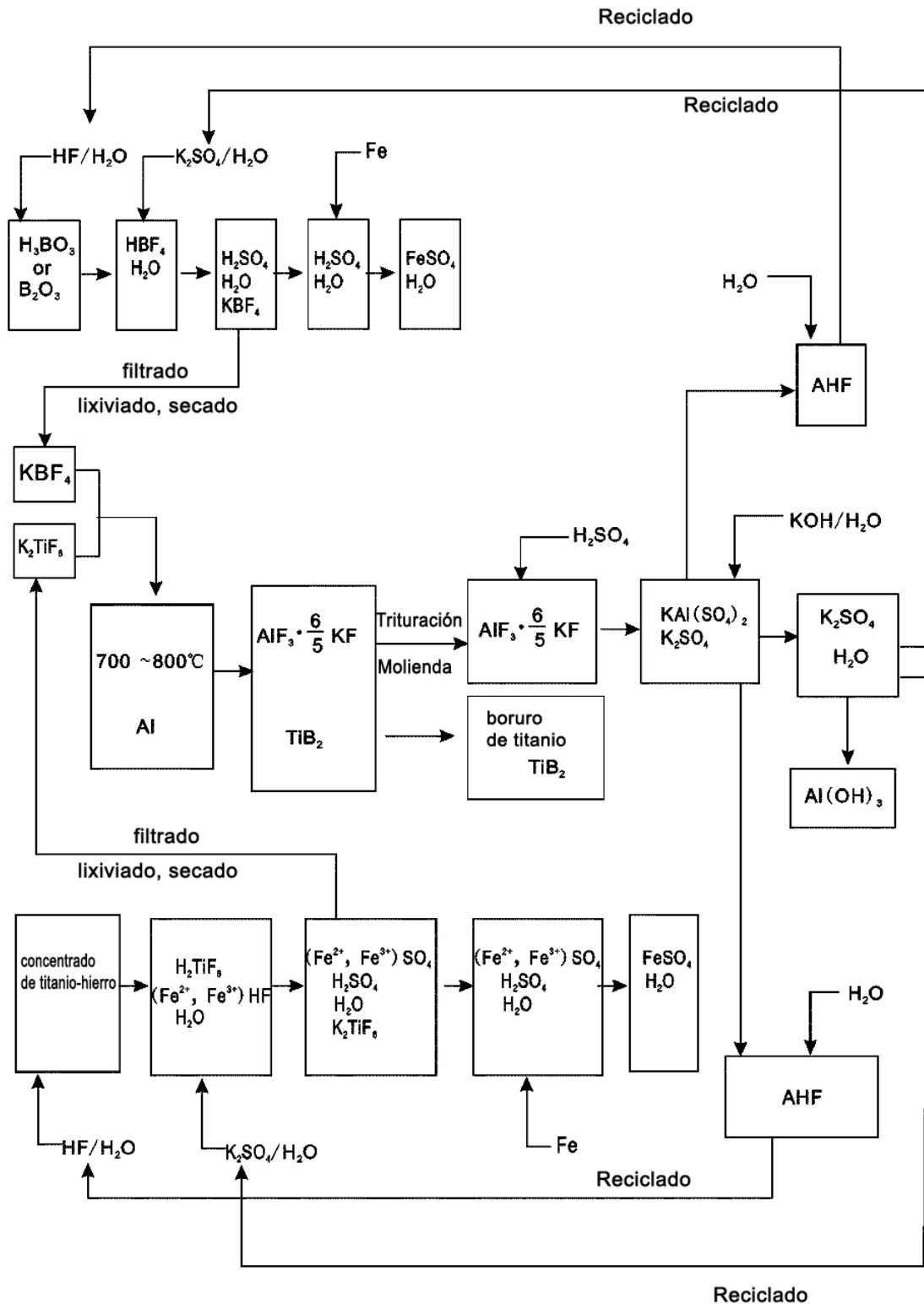


FIG. 2