

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 635 463**

51 Int. Cl.:

F27B 19/04 (2006.01)

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 12185744 (5)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.03.2017** EP 2618087

54 Título: **Equipo de destilación para producir esponja de titanio**

30 Prioridad:

18.01.2012 CN 201210014936

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

03.10.2017

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;
YE, QINGDONG;
HU, LIPING y
YIN, MING**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 635 463 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

Equipo de destilación para producir esponja de titanio

5 Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a un elemento de un equipo de destilación para producir esponja de titanio, y en particular a un elemento de un equipo de destilación para producir esponja de titanio, que sea de fácil funcionamiento y que permita ahorrar energía.

10

Antecedentes de la invención

Las principales rutas técnicas para producir esponja de titanio de alta calidad incluyen: 1. el estudio de un proceso y equipo para preparar magnesio de pureza elevada para permitir que el magnesio fino alcance los requisitos para la producción de esponja de titanio de calidad elevada; 2. el estudio de un proceso y equipo para preparar tetracloruro de titanio fino profundamente purificado para permitir que el tetracloruro de titanio fino alcance los requisitos para la producción de esponja de titanio de calidad elevada; 3. el estudio de un proceso para mejorar el grado de vacío del sistema de vacío y la estanqueidad del equipo de destilación y reducción; 4. el estudio de un proceso y equipo para la destilación y reducción y la ruptura del producto acabado para producir una esponja de titanio de alta calidad satisfactoria.

15

20

En la actualidad, el proceso de producción de una esponja de titanio tanto a nivel nacional como en el extranjero adopta principalmente el proceso de reducción metalotérmica, y en particular se refiere a la preparación de metal M a partir de un agente reductor de metal (R) y de óxido o cloruro metálico (MX). El método metalúrgico del titanio en el cual se ha logrado su producción industrial es el proceso de reducción magnesiotérmica (proceso de Kroll) y el proceso de reducción sodiotérmica (proceso de Hunter). Dado que el proceso de Hunter genera unos costos de producción más elevados que el proceso de Kroll, actualmente en la industria se utiliza ampliamente el proceso de Kroll. Los principales procesos del proceso de Kroll son que se coloca 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 de un orificio de escorias. La temperatura de reacción se mantiene por lo general de 800 °C a 900 °C, y el tiempo de reacción oscila entre varias horas y varios días. El magnesio metálico residual y el cloruro de magnesio en el producto final se pueden eliminar por lavado con ácido clorhídrico, también pueden eliminarse por destilación al vacío a 900 °C, y mantienen alta la pureza del titanio. El proceso de Kroll tiene la desventaja de un costo elevado, un ciclo de producción largo, y un ambiente contaminado, limitando aún más la aplicación y la popularización. En la actualidad, el proceso no ha cambiado en esencia, y aún pertenece a la producción intermitente, lo que impide llevar a cabo una producción continua y no existe un equipo mejorado desarrollado correspondiente, que no es propicio para un mayor desarrollo de la tecnología de fabricación de esponja de titanio.

25

30

35

40

El documento CN 101831562 A proporciona un reactor para la producción de esponja de titanio y un método del mismo. El documento CN 201080492Y proporciona un dispositivo de destilación en forma de U que produce esponja de titanio.

Sumario de la invención

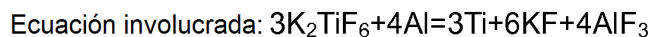
45

Con el fin de resolver las deficiencias de un costo elevado, la contaminación grave y un ciclo de producción largo de la técnica anterior, la presente invención proporciona un equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación independiente 1. Varias mejoras en el equipo de destilación se definen en las reivindicaciones dependientes. Aplicando el equipo de destilación, un método para producir esponja de titanio puede ser según se indica:

50

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

55



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

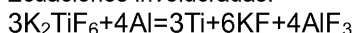
60



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

ES 2 635 463 T3

Ecuaciones involucradas:



5 Dado que el fluorotitanato de potasio, el aluminio y el magnesio son sólidos en la materia prima, que son diferentes del proceso de producción tradicional, la presente invención proporciona un elemento de un equipo de destilación para producir esponja de titanio, que incluye: un horno de calentamiento y un reactor para contener un condensado, en el que por encima del horno de calentamiento se dispone una cubierta del horno de calentamiento, por encima del reactor se dispone una cubierta del reactor, la cubierta del horno de calentamiento se conecta con la cubierta del reactor por una tubería, en la tubería se dispone un cable de resistencia, por encima de la cubierta del horno de calentamiento y de la cubierta del reactor se dispone cada dispositivo elevador, por encima de una cubierta del calentador se dispone una tubería de bombeo de vacío, y una primera junta metálica y una segunda junta metálica se disponen respectivamente entre dos extremos de la tubería, la cubierta del horno de calentamiento y la cubierta del reactor.

15 La presente invención, tiene la ventaja de que, mediante la adopción de los esquemas técnicos anteriores, la tubería está densamente provista de cables de resistencia, particularmente los cables de resistencia se disponen en la esquina de la tubería, de manera que durante la destilación, los productos destilados no se coagulan en la tubería evitando así el bloqueo, se mejora la eficacia de destilación, el equipo evita la refrigeración de la destilación al vacío en el método tradicional, ahorra tiempo y electricidad, además, por encima del reactor y el horno de calentamiento se dispone cada dispositivo elevador, lo que hace que la operación sea más fácil y ahorra en gran medida mano de obra. Además, el producto no entra en contacto con el aire, evitando la posibilidad de que la esponja de titanio entre en contacto con el oxígeno y mejora la calidad del producto.

20 Preferentemente, la primera junta metálica tiene un punto de reblandecimiento de 900 °C y un punto de fusión de 1.000 °C, y la segunda junta metálica tiene un punto de reblandecimiento de 1.100 °C y un punto de fusión de 1.200 °C.

25 La presente invención, tiene la ventaja de que, mediante la adopción adicional de las características técnicas anteriores, en el equipo de destilación de la presente invención, la temperatura en el horno de calentamiento es por lo general de 850 °C a 950 °C, la temperatura en el reactor es por lo general de 1.000 °C, la junta metálica anterior puede utilizarse para asegurar aún más la estanqueidad durante la destilación y la mejora de la velocidad de destilación.

30 Preferentemente, la pared interna del reactor está provista de un crisol metálico y una camisa de refrigeración por agua para la refrigeración.

35 Preferentemente, la cubierta del reactor también está provista de un mecanismo de bloqueo conectado fijamente con el reactor y un cilindro de cierre para suministrar energía para el mecanismo de bloqueo.

40 La presente invención, tiene la ventaja de que, mediante la adopción adicional de las características técnicas anteriores, el reactor se mantiene bajo una condición de sellado completo para mejorar aún más la eficacia de destilación.

45 Preferentemente, el dispositivo elevador incluye una estructura elevadora vertical conectada con la cubierta del reactor, por debajo de la estructura elevadora vertical se disponen un cilindro hidráulico elevador para suministrar energía y un motor de control hidráulico para ajustar el cilindro hidráulico elevador.

Preferentemente, un primer termopar y un material de aislamiento se disponen en la cubierta del horno de calentamiento.

50 Preferentemente, los extremos superior e inferior de la tubería están provistos de anillos metálicos de sellado.

Preferentemente, por encima del cilindro hidráulico elevador se disponen una pantalla táctil y un armario eléctrico para controlar el movimiento del dispositivo elevador.

55 Preferentemente, por debajo del armario eléctrico se dispone un soporte pivotante.

Preferentemente, la tubería está provista de un segundo termopar, una capa de aislamiento y un cable calefactor ordenados.

60 La presente invención tiene el efecto beneficioso de que, mediante la adopción de los esquemas técnicos anteriores, el equipo de producción puede asegurar la producción normal, y asegurar de manera eficaz la calidad del producto de esponja de titanio. La junta metálica realiza la agitación bajo una temperatura elevada, no requiere condensación,

y resuelve el problema de obstrucción del tubo de destilación.

En comparación con la técnica anterior, el equipo tiene un bajo costo, protección medioambiental y es inocuo durante la producción, y la esponja de titanio producida por el equipo tiene un rendimiento de destilación que alcanza casi el 100 %, lo que resuelve fundamentalmente el problema del equipo de destilación para la producción de esponja de titanio.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un diagrama estructural de una realización del equipo para la producción de esponja de titanio en la presente invención.

Descripción detallada de las realizaciones

Las realizaciones preferentes de la presente invención se describen adicionalmente con detalle a continuación:

Un elemento de un equipo para la producción de esponja de titanio, que incluye un horno de calentamiento 10 y un reactor 20 para contener un condensado, en el que una cubierta de horno de calentamiento 11 se dispone por encima del horno de calentamiento 10, una cubierta del reactor 21 se dispone por encima del reactor 20, la cubierta de horno de calentamiento 11 se conecta con la cubierta del reactor 21 por una tubería 40, un cable de resistencia 43 se dispone en la tubería 40, cada dispositivo elevador 30 se dispone por encima de la cubierta de horno de calentamiento 11 y la cubierta del reactor 21, una tubería de bombeo de vacío 22 se dispone por encima de una cubierta del calentador 21, y una primera junta metálica y una segunda junta metálica 25 se disponen respectivamente entre dos extremos de la tubería 40 y la cubierta de horno de calentamiento 11 y la cubierta del reactor 21.

La pared interna del reactor 20 está provista de un crisol metálico 26 y una camisa de refrigeración por agua 27 para la refrigeración. Un primer termopar 13 y un material de aislamiento 12 se disponen en la cubierta de horno de calentamiento 11.

La cubierta del reactor 21 también está provista de un mecanismo de bloqueo 24 conectado fijamente con el reactor 20 y un cilindro de cierre 23 para suministrar energía para el mecanismo de bloqueo 24.

El dispositivo elevador 30 incluye una estructura elevadora vertical 31 conectada con la cubierta de horno de calentamiento 11 o la cubierta del reactor 21, un cilindro hidráulico elevador 35 para suministrar energía y un motor de control hidráulico 32 para ajustar el cilindro hidráulico elevador 35 se disponen por debajo de la estructura elevadora vertical 31.

Los extremos superior e inferior de la tubería 40 están provistos de anillos 44 metálicos de sellado.

Una pantalla táctil 33 y un armario eléctrico 34 para controlar el movimiento del dispositivo elevador 30 se disponen por encima del cilindro hidráulico elevador 35.

Un soporte pivotante 36 se dispone por debajo del armario eléctrico 34.

La tubería 40 está provista de un segundo termopar 41 y una capa de aislamiento 42 ordenada.

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



Realización 1:

Bajo una condición de vacío, se hacen reaccionar 36 g de aluminio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C; en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.000 °C, KF y AlF₃ resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería; 50,22 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 90,8 % y el índice de reducción es del 95 %.

Realización 2:

Bajo una condición de vacío, se hacen reaccionar 40 g de aluminio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C; en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.000 °C, KF y AlF₃ resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

48,39 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 97 % y el índice de reducción es del 97,8 %.

Realización 3:

5 Bajo una condición de vacío, se hacen reaccionar 44 g de aluminio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C; en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.000 °C, KF y AlF₃ resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

10 48,29 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 98,6 % y el índice de reducción es del 99,2 %.

Tabla 1: Datos del ensayo de destilación

Realización	Cantidad de materia prima añadida, g		Cantidad teórica de Ti, g	Producto de esponja de titanio obtenido, g	Contenido de Ti del producto, %	Índice 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

$$\text{Índice de reducción (\%)} = (\text{producto de esponja de titanio obtenido} \cdot \text{contenido de Ti del producto}) / \text{cantidad teórica de Ti}$$

15 **Esquema 2:** un método de preparación de esponja de titanio a partir de fluotitanato de potasio con un proceso de reducción magnesiotérmica:



20 **Realización 4:**

Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 48 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 750 °C;

25 en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

48,93 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 87,5 % y el índice de reducción es del 89,2 %.

30 **Realización 5:**

Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 24 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 750 °C;

35 en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, AlF₃, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

23,90 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 95,2 % y el índice de reducción es del 92,1 %.

Realización 6:

40 Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 12 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 750 °C;

en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

45 11,89 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 99,2 % y el índice de reducción es del 98,3 %.

Realización 7:

50 Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 6 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 750 °C;

en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

6,33 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de

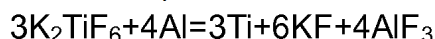
titanio en el producto es de 91,6 % y el índice de reducción es del 96,7 %.

Tabla 2: Datos del ensayo de destilación

Realización	Cantidad de materia prima añadida, g		Cantidad teórica de Ti, g	Producto de esponja de titanio obtenido, g	Contenido de Ti del producto, %	Índice de reducción, %
	K ₂ TiF ₆	Mg				
4	240	48	48	48,93	87,5	89,2
5	240	24	24	23,90	92,5	92,1
6	240	12	12	11,89	99,2	98,3
7	240	6	6	6,33	91,6	96,7

- 5 **Esquema 3:** un método de preparación de esponja de titanio a partir de fluorotitanato de potasio con un proceso de reducción térmica de aluminio y magnesio:

Ecuaciones químicas involucradas:



10 **Realización 10:**

Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 36 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C;

- 15 en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, AlF₃, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

42,12 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 96,5 % y el índice de reducción es del 90,7 %.

20 **Realización 11:**

Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 36 g de aluminio, 18 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C;

- 25 en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, AlF₃, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

45,45 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 98 % y el índice de reducción es del 92,8 %.

Realización 12:

- 30 Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se hacen reaccionar 36 g de aluminio, 9 g de magnesio y 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C;

en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, AlF₃, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

- 35 47,9 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 99,5 % y el índice de reducción es del 99,3 %.

Realización 13:

- 40 Bajo la condición de introducción al vacío de argón, se mezclan 36 g de aluminio, 2 g de magnesio y 144 g de cinc, a continuación, se hacen reaccionar con 240 g de fluoroaluminato de potasio a 800 °C;

en un estado de vacío, el reactivo se destila en el horno de calentamiento a 1.100 °C, KF, AlF₃, MgF₂ y Mg resultantes se introducen en el reactor a través de la tubería;

- 45 48,29 g de esponja de titanio se obtienen manteniendo el estado de vacío después de la refrigeración, el contenido de titanio en el producto es de 98,9 % y el índice de reducción es del 99,5 %.

Tabla 3: Datos del ensayo de destilación

Realización	Cantidad de materia prima añadida, g			Cantidad teórica de Ti, g	Producto de esponja de titanio obtenido, g	Contenido de Ti del producto, %	Índice de reducción, %
	K 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

5 De acuerdo con lo antecedente, puede apreciarse que el índice de reducción y la productividad de la esponja de titanio producida por el equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de la presente invención se mejoran en gran medida.

10 Lo anterior es la descripción más detallada realizada para la invención junto con realizaciones específicas preferentes, pero no se debe considerar que las realizaciones específicas de la invención estén únicamente limitadas a estas descripciones. Para un experto en la materia a la que pertenece la invención, se pueden realizar muchas deducciones y reemplazos sencillos sin apartarse del concepto de la invención. Dichas deducciones y reemplazos deben caer dentro del alcance de protección de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un equipo de destilación para la producción de esponja de titanio, que comprende: un horno de calentamiento (10) y un reactor (20) para contener un condensado, en donde una cubierta de horno de calentamiento (11) está dispuesta por encima del horno de calentamiento (10), una cubierta del reactor (21) está dispuesta por encima del reactor (20), la cubierta de horno de calentamiento (11) está conectada a la cubierta del reactor (21) por una tubería (40), un cable de resistencia está dispuesto en la tubería (40), un primer dispositivo elevador (30) está dispuesto por encima de la cubierta de horno de calentamiento (11) y un segundo dispositivo elevador (30) está dispuesto por encima de la cubierta del reactor (21), una tubería de bombeo de vacío (22) está dispuesta por encima de dicha cubierta del reactor (21), y una primera junta metálica y una segunda junta metálica están dispuestas entre los dos extremos de la tubería (40) y la cubierta de horno de calentamiento (11) y respectivamente la cubierta del reactor (21), en donde la primera junta metálica tiene un punto de reblandecimiento de 900 °C y un punto de fusión de 1000 °C, y la segunda junta metálica tiene un punto de reblandecimiento de 1100 °C y un punto de fusión de 1200 °C.
2. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la pared interna del reactor (20) está provista de un crisol metálico (26) y una camisa de refrigeración por agua (27) para la refrigeración.
3. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la cubierta del reactor (21) está también provista de un mecanismo de bloqueo (24) conectado fijamente al reactor (20) y un cilindro de cierre (23) para suministrar energía para el mecanismo de bloqueo (24).
4. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el segundo dispositivo elevador (30) comprende una estructura elevadora vertical (31) conectada a la cubierta del reactor (21), un cilindro hidráulico elevador (35) para suministrar energía y un motor de control hidráulico (32) para ajustar el cilindro hidráulico elevador (35) están dispuestos por debajo de la estructura elevadora vertical (31).
5. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación 1, en el que un primer termopar (13) y un material de aislamiento (12) están dispuestos en la cubierta de horno de calentamiento (11).
6. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que una pantalla táctil (33) y un armario eléctrico (34) para controlar el movimiento del dispositivo elevador (30) están dispuestos por encima del cilindro hidráulico elevador (35).
7. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación 6, en el que un soporte pivotante (36) está dispuesto por debajo del armario eléctrico (34).
8. El equipo de destilación para la producción de esponja de titanio de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la tubería (40) está provista de un segundo termopar (41) y de una capa de aislamiento (42) ordenados.

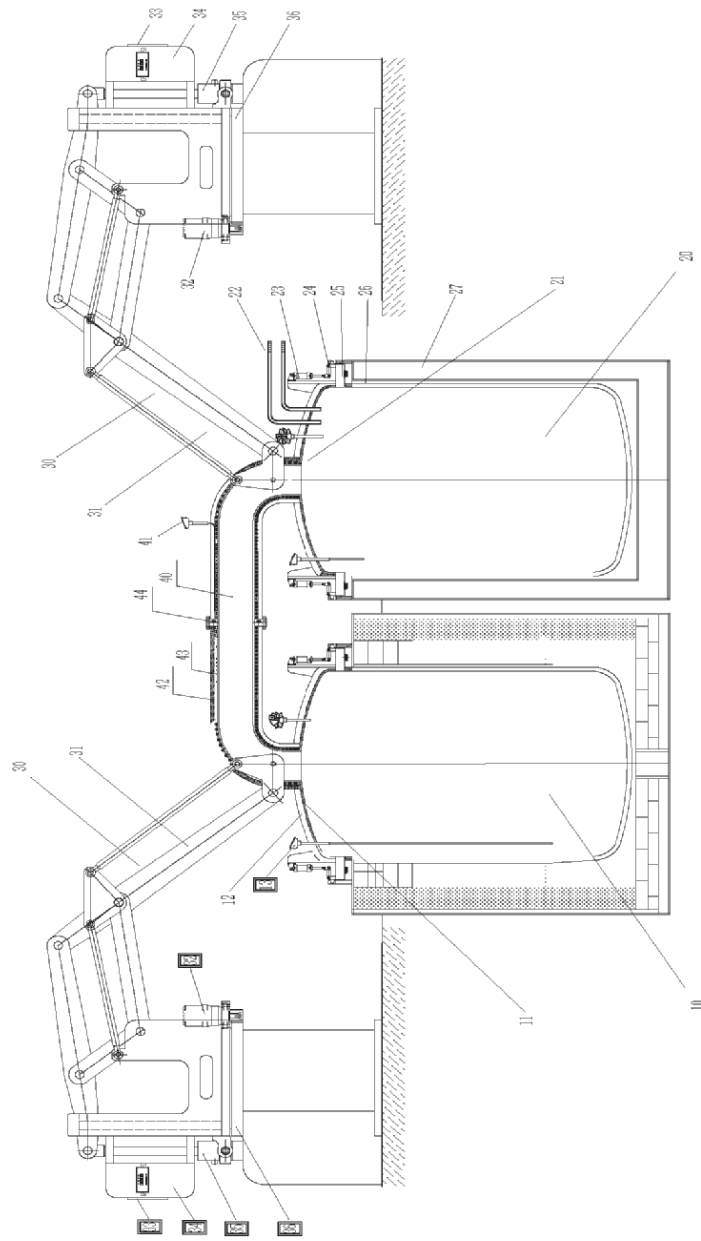


FIG. 1