



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 338 847**

⑫ Número de solicitud: 200802661

⑬ Int. Cl.:

C22B 34/12 (2006.01)

C22B 3/10 (2006.01)

C22B 5/12 (2006.01)

⑭

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

⑮ Fecha de presentación: **15.09.2008**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **12.05.2010**

Fecha de la concesión: **28.01.2011**

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **09.02.2011**

⑱ Fecha de publicación del folleto de la patente:
09.02.2011

⑲ Titular/es: **FUNDACIÓN INVESTIGACIÓN E
INNOVACIÓN PARA EL DESARROLLO SOCIAL
Pº Castellana, nº 141
28046 Madrid, ES**

⑳ Inventor/es: **Porcar Orti, Javier**

㉑ Agente: **No consta**

㉒ Título: **Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso.**

㉓ Resumen:

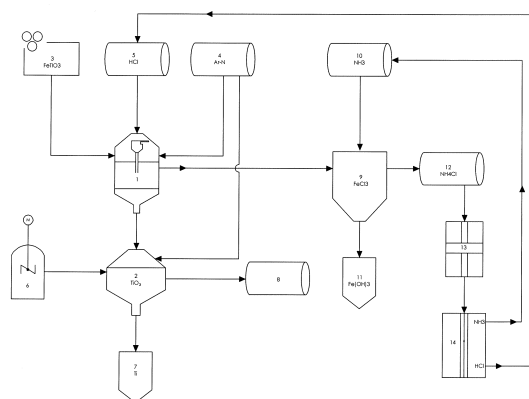
Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso.

En reactor (1) reacciona ilmenita -FeTiO₃-, de molino (3) con ácido clorhídrico -HCl, de depósito (5). Reacción genera dióxido de titanio -TiO₂- que es tratado en reactor (2) con gas de síntesis de depósito (6) y en reacción de reducción, se produce titanio -Ti- metal.

El hidrógeno -H₂- y dióxido de carbono -CO₂-, son almacenados en depósito (8).

La disolución cloruro férrico -FeCl₃- trasvasada depósito (9), se mezcla con amoníaco -NH₃- depósito (10); reacción genera hidróxido férrico -Fe(OH)₃, que decanta y almacena depósito (11).

Disolución resulta cloruro amónico -NH₄Cl- que trasvasamos a depósito (12) para cristalizar en cristizador por nebulización (13); cristalizado pasa a instalación descomposición térmica (14); por calor, descompone cloruro amónico -NH₄Cl- en ácido clorhídrico -HCl- y amoníaco -NH₃-, trasladándose ambos productos a depósitos (5) y (10).



ES 2 338 847 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 40.2.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso.

Antecedentes de la invención

El uso de nuevos materiales más resistentes, que sean reciclables y que abunden en la naturaleza es uno de los objetivos que desde siempre ha sido la meta de la ciencia y de la tecnología.

Desde su descubrimiento, el titanio -Ti-, posee la ligereza del aluminio y la dureza del mejor acero, se ha convertido en uno de los metales más apreciados para la industria, especialmente para la industria aeronáutica.

Tradicionalmente, el titanio -Ti- se obtenía a partir del mineral denominado rutilo cuya composición de dióxido de titanio -TiO₂- ha permitido extraer el metal titanio -Ti- con unos costes de transformación aceptables para la industria. La disminución, cuando no el agotamiento de las reservas de rutilo, ha dirigido las investigaciones a obtener el titanio -Ti- a partir de la ilmenita -FeTiO₃-, cuya abundancia en la naturaleza es muy superior. No obstante los costes de obtención del titanio -Ti- a partir de la ilmenita -FeTiO₃-, dada su composición de hierro -Fe- y dióxido de titanio -TiO₂-, son muy superiores a los costes de obtención partiendo del rutilo.

Objeto de la invención

Por todo ello, el motivo de la presente invención trata de obtener el titanio -Ti- metal a partir del mineral denominado ilmenita -FeTiO₃-, abundante en la naturaleza, que se encuentra en numerosas ocasiones en las playas, como la playa de Castilla en Huelva ó en determinadas playas de la India, además de las minas de Rusia y Madagascar, que son los principales yacimientos del mundo, mediante un proceso novedoso que hace que sea económicamente rentable la obtención del titanio -Ti- a partir de la ilmenita -FeTiO₃-.

La presente invención, tal y como expresa el enunciado de esta memoria descriptiva, consiste en un nuevo *Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso*, cuyo funcionamiento viene determinado por la trituración ó molienda del mineral ilmenita -FeTiO₃- en una granulometría de cincuenta mieras aproximadamente, para introducirla en un "depósito de reacción". A la ilmenita -FeTiO₃- micro-nizada le añadimos ácido clorhídrico -HCl- con una concentración en la disolución del cuarenta y cinco por cien. La temperatura óptima de la reacción es a cien grados centígrados y a presión atmosférica.

Previamente a la introducción del ácido clorhídrico -HCl-, crearemos dentro del depósito de reacción una atmósfera inerte, a base de introducir argón -Ar- ó nitrógeno -N₂-, evitando así la presencia del oxígeno -O₂- en el depósito.

La reacción de la ilmenita -FeTiO₃- con el ácido clorhídrico -HCl- es la siguiente: el ácido clorhídrico -HCl- reacciona con el hierro -Fe-, para formar cloruro férrico -FeCl₃- e hidrógeno -H₂-. El cloruro férrico -FeCl₃- queda en la disolución. El hidrógeno -H₂-, producido en la reacción es recogido en la parte superior del depósito de reacción, y almacenado en un tanque para su uso posterior. El dióxido de titanio -TiO₂- precipita y se queda en el fondo del depósito reactor, para su retirada y posterior tratamiento en un segundo depósito de reacción.

El cloruro férrico -FeCl₃-, en disolución acuosa, lo retiraremos del reactor principal previa filtración y lo introduciremos en otro depósito para su posterior tratamiento para la recuperación de los reactivos empleados en el proceso. En este depósito introduciremos amoníaco -NH₃-, para que en su reacción con el cloruro férrico -FeCl₃-, se produzca cloruro amónico -NH₄Cl-, que queda en la disolución, y el hidróxido férrico -Fe(OH)₃-, que decantará al fondo del depósito.

El cloruro amónico -NH₄Cl- previa cristalización por nebulización, lo descompondremos térmicamente a una temperatura de trescientos treinta y ocho grados centígrados, para obtener ácido clorhídrico -HCl- concentrado y amoníaco -NH₃-. Ambos productos se recuperan para ser reutilizados de nuevo en el proceso inicial. Con este proceso el amoníaco -NH₃- y el ácido clorhídrico -HCl-, tal como se dice en el título de la invención, se recuperan para iniciar de nuevo el proceso.

El dióxido de titanio -TiO₂ que hemos retirado del reactor principal, lo trasladaremos al segundo reactor, éste también en atmósfera inerte mediante la utilización de argón -Ar- ó nitrógeno -N₂-, y donde introduciremos gas de síntesis, compuesto con un 56% de monóxido de carbono -CO-, un 41% de hidrógeno -H₂- y un 3% de dióxido de carbono -CO₂-, para que en la reacción de reducción, reaccione con el dióxido de titanio -TiO₂-, para formar dióxido de carbono -CO₂- y titanio -Ti- metal. Como el hidrógeno -H₂- es mas ligero que el dióxido de carbono -CO₂-, quedará en la parte superior del reactor, y el dióxido de carbono -CO₂- en contacto con el titanio -Ti- metal. Mediante la oportuna válvula, situada en la parte superior del reactor, retiraremos el hidrógeno -H₂-, que acumularemos en el tanque, junto con el hidrógeno -H₂- obtenido en la reacción inicial del proceso, del ácido clorhídrico -HCl- con el hierro -Fe- contenido en la ilmenita -FeTiO₃-.

El calor producido por la reacción del monóxido de carbono con el oxígeno -O- capturado del dióxido de titanio -TiO₂-, lo emplearemos mediante un intercambiador de calor, para conseguir la temperatura de cien grados centígrados necesaria para la reacción del ácido clorhídrico -HCl- con el hierro -Fe-. Contenido en la ilmenita -FeTiO₃-.

- 5 La fuente de calor necesaria para la cristalización por nebulización del cloruro amónico -NH₄Cl-, así como la descomposición térmica del cloruro amónico -NH₄Cl-, será obtenida por medio de cualquier fuente energética, como por ejemplo, el gas de síntesis.

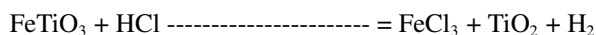
Descripción de la invención

10

Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita, con recuperación de los reactivos empleados en el proceso, que consiste, tal como hemos indicado anteriormente, en un reactor libre de oxígeno -O₂-, con una atmósfera inerte mediante el aporte de argón -Ar- ó nitrógeno -N₂-, donde se introducen la ilmenita -FeTiO₃- triturada y el ácido clorhídrico -HCl- en una concentración del 45% de la disolución, y a una temperatura de cien grados centígrados. La

15

reacción que se produce será:



20

El cloruro férrico -FeCl₃-, queda en la disolución y previa filtración lo conduciremos a otro depósito para su tratamiento posterior.

El hidrógeno -H₂-, lo almacenaremos en un tanque para su posterior comercialización.

25

El dióxido de titanio -TiO₂-, lo trasladaremos a un segundo reactor, también con una atmósfera inerte, y lo haremos reaccionar con gas de síntesis, compuesto del 56% de monóxido de carbono, un 41% de hidrógeno -H₂- y un 3% de dióxido de carbono -CO₂-, para que en la reacción de reducción, se produzca titanio -Ti- metal, producto principal a obtener en el proceso y dióxido de carbono -CO₂- e hidrógeno -H₂-, que recogeremos como subproductos para su comercialización.

30

En el depósito de reacción del cloruro férrico -FeCl₃-, introduciremos amoníaco -NH₃-, para que reaccionando con el ion cloro -Cl-, forme cloruro de amonio -NH₄Cl- y precipite el hierro -Fe-, en forma de hidróxido férrico -Fe(OH)₃-. El cloruro amónico -NH₄Cl- lo cristalizaremos por nebulización y posteriormente lo descompondremos térmicamente a una temperatura de 338°C para obtener ácido clorhídrico -HCl- y amoníaco -NH₃-, recuperando así los reactivos

35

empleados. El calor necesario para la cristalización por nebulización y la descomposición térmica, será obtenido de cualquier tipo de energía, como, por ejemplo, el gas de síntesis.

Breve enunciado de la figura

40

En la Figura número 1, se representa de forma gráfica, el conjunto de elementos que forman la instalación de este nuevo *Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso*, y donde, (1) representa el reactor principal donde se produce la reacción para la obtención del dióxido de titanio -TiO₂- a partir de la ilmenita -FeTiO₃-. El dióxido de titanio obtenido se introduce en el reactor secundario (2); (3) representa el molino donde se tritura la ilmenita -FeTiO₃- antes de su introducción en el reactor principal (1); (4) es la representación gráfica del depósito de argón -Ar- ó nitrógeno -N₂- que emplearemos para introducir dentro del reactor principal (1), con el objetivo de conseguir, una atmósfera inerte libre de oxígeno -O₂-; (5) es el depósito donde se almacena el ácido clorhídrico -HCl-, en disolución acuosa con una concentración del 45% y que previamente a su introducción en el reactor principal (1), habremos calentado a una temperatura de 100°C y presión atmosférica; (6) representa el depósito de gas de síntesis, compuesto con un 56% de monóxido de carbono, un 41% de hidrógeno -H₂- y un 3% de dióxido de carbono -CO₂-. Este gas de síntesis es utilizado para su introducción en el reactor secundario (2) para que en la reacción de reducción, se produzca el titanio -Ti- metal. El dióxido de carbono -CO₂- é hidrógeno -H₂-, elementos que aparecen por el efecto de la reacción y los cuales recogeremos como subproductos para su comercialización; (7) es el depósito de almacenaje donde recogeremos como producto final la producción de titanio -Ti- metal, obtenida en el reactor secundario (2); (8) representa el depósito o tanque, donde almacenaremos el hidrógeno -H₂- y el dióxido de carbono -CO₂- obtenido durante el proceso, tanto el que se genera en el reactor principal (1) como el que se genera en el reactor secundario (2).

50

55

60

Vista y descrita esta primera fase del proceso donde se obtiene el titanio -Ti- metal y los subproductos hidrógeno -H₂- y dióxido de carbono -CO₂-, continuamos con la descripción gráfica del proceso para la recuperación de los reactivos empleados en el mismo y donde (9) es el depósito donde se recoge la disolución del cloruro férrico -FeCl₃- producida en el reactor principal (1); (10) es el depósito de amoníaco -NH₃- que utilizaremos para su mezcla con la disolución del cloruro férrico -FeCl₃- y en cuya reacción obtendremos por decantación el hidróxido férrico -Fe(OH)₃- y la disolución transformada en cloruro amónico -NH₄Cl-; (11) es el depósito donde almacenaremos el hidróxido férrico -Fe(OH)₃- obtenido por decantación en el depósito (9) por la reacción de la disolución del cloruro férrico -FeCl₃- con la mezcla del amoníaco -NH₃-; (12) es el depósito de tránsito donde almacenaremos la disolución del cloruro de amonio -NH₄Cl-; (13) representa gráficamente el sistema de cristalización por nebulización, utilizado en el proceso para tratarla disolución de cloruro amónico -NH₄Cl- y convertirla en forma sólida; (14) representa la cámara de descomposición térmica donde introduciremos el cloruro amónico -NH₄Cl- cristalizado, para ser tratado a

65

temperatura de 338°C y obtener así la descomposición del producto obteniendo de nuevo ácido clorhídrico -HCl- y amoníaco NH_3 -.

Como se representa en el gráfico, el ácido clorhídrico -HCl- es recuperado para ser introducido de nuevo al depósito (5) al inicio del proceso y el amoníaco - NH_3 - es introducido en el depósito de amoníaco (11), concluyendo de esta forma el *Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso*.

Descripción de la forma de realización de la invención

A continuación se realiza una breve descripción de la invención para la aplicación del *Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso*, donde podemos observar a través del esquema de la figura número 1 descrita, que en el reactor principal (1) se produce la reacción de la ilmenita - FeTiO_3 -, procedente del molino (3) en su mezcla con la disolución acuosa al 45% del ácido clorhídrico -HCl-, almacenada en el depósito (5). Dicha reacción provoca la generación de dióxido de titanio - TiO_2 - el cual es tratado posteriormente en el reactor secundario (2) con un gas de síntesis, procedente del depósito (6) y compuesto por un 56% de monóxido de carbono, un 41% de hidrógeno - H_2 - y un 3% de dióxido de carbono CO_2 -, para que en la reacción de reducción se produzca titanio -Ti- metal, producto principal a obtener en el proceso objeto de esta invención. El hidrógeno - H_2 - y el dióxido de carbono - CO_2 -, obtenidos en el proceso de obtención de titanio -Ti-, son almacenados en el depósito (8) de la instalación del proceso para su posterior comercialización como subproductos.

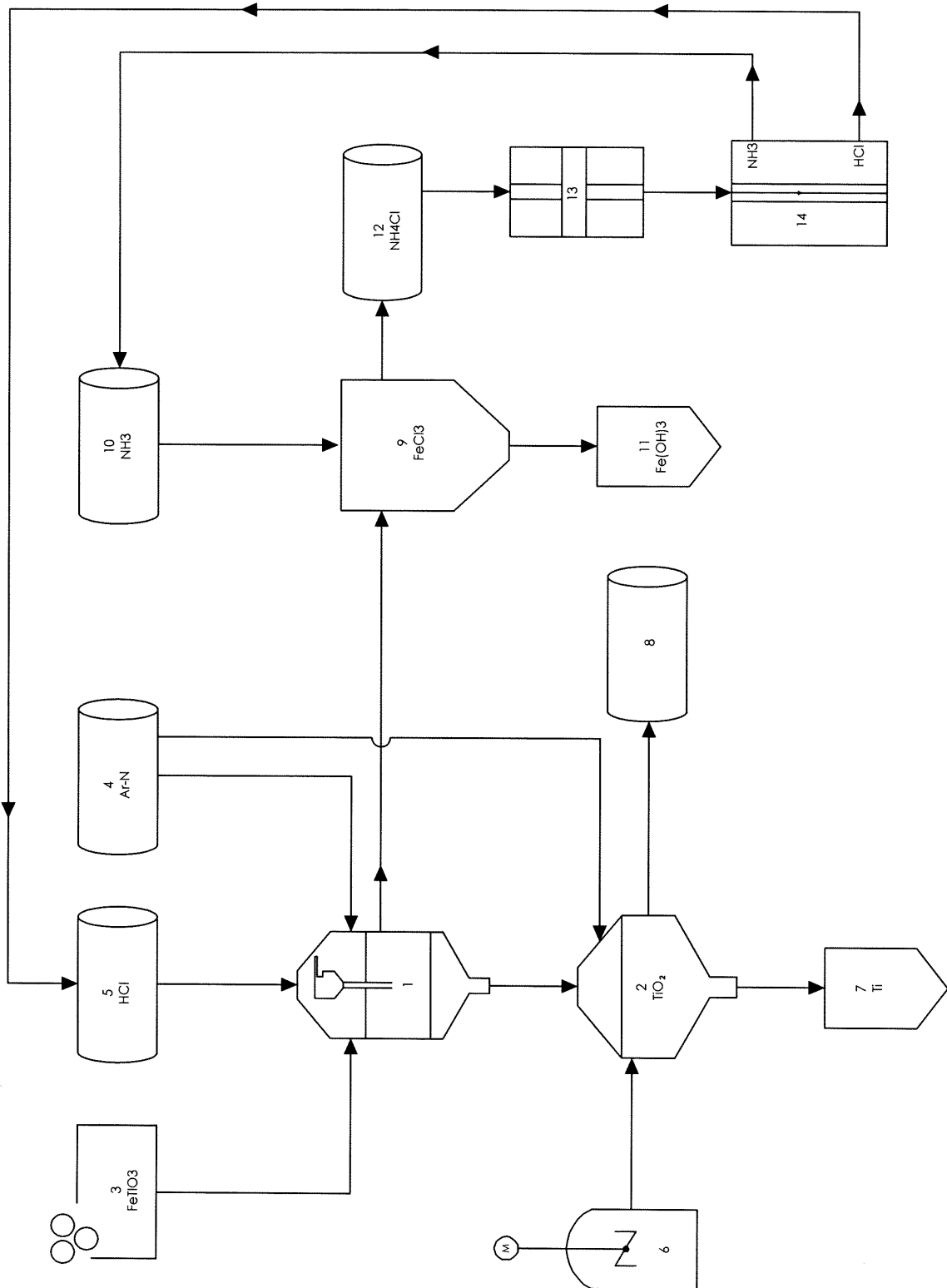
En la fase de recuperación de los reactivos empleados, vemos como la disolución acuosa de cloruro férrico - FeCl_3 - que hemos trasvasado del reactor principal (1) al depósito (9), es mezclada con amoníaco - NH_3 - procedente del depósito (10); ésta reacción provoca la generación de hidróxido férrico - $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -, el cual decanta al fondo del depósito (9), de donde es recogido y almacenado en el depósito (11). La disolución contenida en el depósito (9) después de la reacción con el amoníaco - NH_3 - proveniente del depósito (10), da como resultado una disolución de cloruro de amonio - NH_4Cl - la cual trasvasamos al depósito de tránsito (12) para su posterior tratamiento y cristalización por nebulización en la instalación del cristizador (13) y posteriormente ser trasladada a la instalación de descomposición térmica (14), donde por calor, con temperatura a 338°C, se descompone el cloruro de amonio - NH_4Cl - transformándose en ácido clorhídrico -HCl- y amoníaco - NH_3 -, trasladándose ambos productos a sus respectivos depósitos (5) y (10), para ser de nuevo reutilizados en el proceso.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso, que se **caracteriza** en una primera fase en la obtención del dióxido de titanio -TiO₂- a partir de la ilmenita, haciéndola reaccionar con ácido clorhídrico -HCl-. En dicha reacción se forma cloruro férrico -FeCl₃- que queda en disolución y precipita el dióxido de titanio -TiO₂-. En una segunda fase, el dióxido de titanio -TiO₂- se hace reaccionar con gas de síntesis, compuesto por hidrógeno -H₂- y monóxido de carbono -CO- para obtener titanio metal.

2. Proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso, que se **caracteriza** en recuperar que es el ácido clorhídrico -HCl-, mediante la reacción del cloruro férrico con amoníaco -NH₃- para formar cloruro amónico -NH₄Cl- e hidróxido férrico -Fe(OH)₃, que precipita. El cloruro amónico -NH₄Cl, que ha quedado en la disolución, se cristaliza mediante evaporación por calor y nebulización. El cloruro amónico -NH₄Cl- cristalizado se descompone térmicamente para obtener -HCl- y amoníaco -NH₃- ambos en forma de gas, que se reutilizan en el proceso.

Figura UNO





OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 338 847

⑫ Nº de solicitud: 200802661

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 15.09.2008

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑯ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	ES 353207 A1 (TITAN GMBH) 01.10.1969, páginas 2-3.	1-2
A	US 2914381 A (EUGENE et al.) 24.11.1959, columnas 1-2.	1-2
A	ES 2231443 T3 (QINETIQ LTD) 16.05.2005, columnas 1-4.	1-2
A	WO 9628577 A1 (LOCKHEED IDAHO TECHNOLOGIES CO) 19.09.1996, páginas 2-5.	1-2
A	US 3446590 A (MICHAL et al.) 27.05.1969, columnas 1-2.	1-2

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

20.04.2010

Examinador

A. Urrecha Espluga

Página

1/4

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C22B 34/12 (2006.01)

C22B 3/10 (2006.01)

C22B 5/12 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C22B

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, XPESP, NPL, WPI.

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 20.04.2010

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	1-2	SÍ
	Reivindicaciones		NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	1-2	SÍ
	Reivindicaciones		NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión:

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

1. Documentos considerados:

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	ES 353207 A1	01-10-1969
D02	US 2914381 A	24-11-1959
D03	ES 2231443 T3	16-05-2005
D04	WO 9628577 A1	19-09-1996
D05	US 3446590 A	27-05-1969

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un proceso para la producción de titanio a partir de la ilmenita con recuperación de los reactivos empleados en el proceso, que se caracteriza por, en una primera fase, obtener dióxido de titanio por reacción de la ilmenita con ácido clorhídrico y, en una segunda fase, hacer reaccionar el dióxido de titanio con gas de síntesis para obtener titanio metal.

El documento D01 divulga un procedimiento para la preparación de un concentrado de dióxido de titanio por tratamiento de la ilmenita con ácido clorhídrico (páginas 2-3).

El documento D02 divulga un procedimiento para obtener dióxido de titanio por reacción de la ilmenita con ácido clorhídrico, en la reacción también se forma cloruro férrico que queda en disolución (columnas 1-2).

El documento D03 divulga un procedimiento para obtener titanio metal por reducción electrolítica de dióxido de titanio (páginas 2-3).

El documento D04 divulga un procedimiento para obtener titanio metal a partir de tetracloruro de titanio (páginas 2-5).

El documento D05 divulga un procedimiento para obtener dióxido de titanio en el que se reduce la ilmenita con hidrógeno y a continuación se añade ácido clorhídrico de manera que se obtiene dióxido de titanio e hidrógeno que se recircula (columnas 1-2).

Ninguno de los documentos citados, ni ninguna combinación relevante de los mismos, divulga un procedimiento para la obtención de titanio a partir de la ilmenita en el que, una vez obtenido el dióxido de titanio por reacción de la ilmenita con ácido clorhídrico, éste se haga reaccionar con gas de síntesis de manera que se obtenga titanio metal.

En consecuencia, el objeto técnico de las reivindicaciones 1-2 es nuevo y se considera que implica actividad inventiva (Artículos 6.1 y 8.1 de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes).