



se más principalmente a los métodos mejorados para la producción económica de un pigmento de óxido de titanio esencialmente puro, con exclusión práctica de todas las impurezas inconvenientes, especialmente compuestos de hierro, el cual pigmento es de color excepcionalmente blanco y posee un poder de cubrir aumentando en comparación con otros pigmentos actualmente en uso. El producto de pigmento aquí mejorado se caracteriza también por la excepcional finura, suavidad y elasticidad, cualidades éstas que le hacen grandemente útil y conveniente cuando tales productos se emplean como pigmentos para pinturas y otros fines.

Se cree que el poder de cubrir de los pigmentos de titanio se debe, entre otras razones, al grado de dispersión de las partículas individuales. En la fabricación de pigmentos compuestos, esto es, de los que contienen una base tal como el sulfato de bario sobre la cual se han fijado los compuestos de titanio, el poder de cubrir se ha desarrollado con un grado elevado, debido aparentemente al efecto dispersador de la base y a su agregación preventiva de las partículas precipitadas de titanio.

Esos métodos de fabricación de pigmentos compuestos de óxido de titanio se describen en las patentes americanas Louis E. Barton N° 14.289 (reexpedida) del 24 de abril de 1917 y N° 1.409.648 del 14 de marzo de 1922. Las bases contenidas en estos pigmentos compuestos de titanio pueden denominarse agentes dispersores insolubles.

Hemos descubierto métodos nuevos y mejorados de precipitar el titanio de las soluciones que lo contienen sin la presencia de esos agentes dis-



persores insolubles, pero de tal manera que, en la calcinación, resulta un óxido de titanio esencialmente puro que tiene unidades de poder de cubrir por cada unidad de óxido de titanio, que se aproximan, si no son completamente iguales, a la de los pigmentos compuestos antes mencionados. El método mejorado objeto de la presente solicitud puede caracterizarse por consistir en la lenta adición de una solución de ácido mineral de titanio a una solución diluida caliente de un ácido orgánico o de un compuesto de ácido orgánico, como por ejemplo, el ácido tánico, el ácido tartárico, el ácido cítrico, el ácido oxálico el ácido gálico, el tartrato sódico, el citrato amónico u otros.

Como método alternativo, el ácido orgánico o el compuesto de ácido orgánico puede agregarse a la solución de ácido mineral de titanio y agregarse entonces lentamente esta solución al agua caliente. Estos compuestos orgánicos, que llamaremos agentes dispersores solubles, tienen evidentemente un efecto algo similar al de los agentes dispersores insolubles. Las partículas individuales de titanio del precipitado son uniformemente de tal estructura y dimensión y se dispersan de tal manera que, en la calcinación, se desarrolla un poder de cubrir mucho mayor del que hasta ahora se ha alcanzado. Este poder de cubrir sin precedentes que es posible producir en el producto de pigmento, le atribuimos a la presencia de los compuestos orgánicos durante la hidrólisis y también a la forma en que se hace que la hidrólisis tenga lugar. Se necesitan cantidades relativamente pequeñas de estos agentes dispersores so-

lubres, mucho menores de las que se precisan para una reacción de descomposición doble con todo el titanio. La composición del producto definitivo varia ligeramente con la variación de la condición de su preparación.

Un análisis típico es el siguiente:

Oxido titánico	98,75 %
Anhidrido sulfúrico	0,12 %
Anhidrido fosfórico	0,60 %
Pérdida en la calcinación.....	0,43 %

Con el fin de que el método de preparación del producto que nos ocupa pueda comprenderse más fácilmente, daremos en detalle dos ejemplos, aún cuando no es nuestro propósito limitarnos a éstos. El procedimiento es susceptible de variación considerable para la producción del producto deseado.

Pueden usarse directamente algunos minerales de titanio, como el rutilo, pero hemos comprobado que se obtienen resultados más uniformes si se emplea óxido de titanio comercial que contenga solamente pequeñas cantidades de impurezas.

El titanio se pone en solución en un ácido mineral, como el ácido sulfúrico, y todo el hierro presente es reduce a condición ferrosa. Esta reducción puede realizarse por cualquiera de los métodos conocidos, como por ejemplo, mediante la introducción de zinc metálico. Con el fin de asegurarse de que no se formará ningún hierro férrico durante la precipitación, preferimos llevar la reducción de la solución hasta el punto en que contenga uno o dos gramos por litro de titanio, calculado como óxido de titanio, en estado titanoso.





629

EJEMPLO I. Teniendo 3.000 libras de solución de sulfato que contenga un 7% de óxido de titanio y 1.500 galones de un 0,3% de solución de ácido oxálico a una temperatura de unos 90°C, se agrega la solución de titanio a la solución de ácido oxálico durante el transcurso de una hora. La temperatura se mantiene aproximadamente constante y la agitación es continua. En el momento en que las soluciones se hayan mezclado por completo, se habrá precipitado aproximadamente un 95% del titanio como sulfato básico en un estado extremadamente fino de subdivisión, pero en tal forma que se deposita bien y puede filtrarse y lavarse prontamente. Después de la filtración o separación por otros medios del líquido madre, el precipitado se calcina a una temperatura de 700° a 1.000°C.

EJEMPLO II. A 3.000 libras de solución de sulfato que contenga un 7% de óxido de titanio, se agregan 32,3 libras de ácido oxálico. Se ponen 1.500 galones de agua a una temperatura de 90°C. La solución de sulfato que contiene el ácido oxálico, se agrega entonces al agua durante el transcurso de una hora. La agitación es continua y la temperatura se mantiene casi constante. En el momento en que las soluciones estén mezcladas por completo, resulta precipitado un 95% aproximadamente del titanio como sulfato básico en un estado extremadamente fino de subdivisión, pero en tal forma que se asienta o deposita bien y puede filtrarse y lavarse con prontitud. Después de la filtración o separación por otros medios del líquido madre, el precipitado se calcina a una temperatura de 700° a 1.000°C.

El producto objeto de esta solicitud se caracteriza por ser un polvo blando y suave, en un estado uniforme y fino de subdivisión con las partículas individuales de óxido de titanio uniformemente dispersadas por el producto de la precipitación hidrolítica con compuestos de ácido orgánico que actúan de agentes dispersores solubles antes de la calcinación, según hemos expuesto antes. En cuanto a color, tal producto es más proximately blanco que lo que hasta ahora se ha producido por cualquiera de los métodos que conocemos.



La finura excepcional del producto que nos ocupa se muestra con el examen microscópico crítico, la medición y el cálculo que, en la calcinación acusan aproximadamente un 75% en peso del producto de partícula con tamaño inferior a 0,89 micrones de diámetro medio, en comparación con 1,47 a 10,00 micrones para un número de otros óxidos de titanio que hemos examinado.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 27 de marzo de 1928, bajo el número 265.213, se acoge a los beneficios del artículo 16 de la Ley de Propiedad Industrial.

- o - N O T A - o -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de VEINTE años, son los siguientes:

1º - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mi-

neral que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de un ácido orgánico.

2° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar dicha solución a unos 90°C con una solución de un ácido orgánico.

3° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de un compuesto de ácido orgánico.

4° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar dicha solución a unos 90°C con una solución de un compuesto de ácido orgánico.

5° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de ácido oxálico.

6° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar lentamente dicha solución a una temperatura elevada con una solución de un ácido orgánico mientras se agita la solución resultante.

7° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido sulfúrico que contiene titanio, la etapa que consiste en



mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de un ácido orgánico.

8° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido sulfúrico que contiene titanio, la etapa que consiste en mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de ácido oxálico.

9° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido mineral que contiene titanio, las etapas que consisten en mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de un ácido orgánico, en separar el precipitado formado y en calcinarlo.

10° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de una solución de ácido sulfúrico que contiene titanio, las etapas que consisten en mezclar dicha solución a una temperatura elevada con una solución de ácido oxálico, en separar el precipitado formado y en calcinarlo.

11° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido mineral que contiene titanio, las etapas que consisten en disolver un ácido orgánico en la expresada solución y en agregar después la solución resultante al agua caliente.

12° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido sulfúrico que contiene titanio, las etapas que consisten en disolver ácido oxálico en dicha solución, y en agregar después la solución resultante al agua caliente.

13° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido mineral que contiene titanio, las etapas que consisten en disol-



ver un compuesto de ácido orgánico en la expresada solución, y en agregar después la solución resultante al agua caliente.

14° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en agregar dicha solución a una solución diluida de un ácido orgánico a una temperatura elevada.

15° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en agregar dicha solución a una solución diluida de un compuesto de ácido orgánico a una temperatura elevada.

16° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en agregar dicha solución a una solución diluida de un ácido oxálico a unos 90°C.

17° - En la precipitación de compuestos de titanio por hidrólisis de un ácido mineral que contiene titanio, la etapa que consiste en agregar lentamente dicha solución a una solución diluida de un ácido orgánico a una temperatura elevada, manteniendo entretanto esencialmente constante la temperatura de la solución resultante y agitándola.

18° - En la producción de compuestos de titanio de una solución de ácido sulfúrico que contiene titanio y agentes dispersores solubles, la etapa que consiste en precipitar el titanio de ella como sulfato básico.

19° - En la producción de compuestos de titanio de una solución de ácido sulfúrico que contiene titanio y un ácido orgánico, la etapa que con-



siste en precipitar de ella el titanio como sulfato
básico.

20 - Mejoras en los métodos de fabricar
compuestos de titanio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria
que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas
por una sola cara.

Madrid, 22 de marzo de 1929.

P. A.

Alberto ...
D. ...

