



13 DIC. 1930

C/L.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para un certificado de adición, por " Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal número 116.186 " a favor de la r. s. I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT, residente en Frankfurt am Main (Alemania) Mainzerlandstrasse, 28.-

=====

5 En la patente principal se ha descrito un procedimiento de ajustar a la basicidad requerida el sulfato de titanio neutralizando el ácido sulfúrico en exceso mediante hidróxido o carbonato alcalino. Si se parte de lejías fuertemente ácidas, entonces se tiene el inconveniente de que de los caldos concentrados se separa por cristalización lentamente el sulfato de sodio. El contenido de las lejías líquidas curtientes de titanio se altera y si se trabaja con preparado sólido entonces se obtienen sales curtientes ricas en sulfato de sodio.

10

Ahora bien, se ha descubierto que pueden suprimirse en forma sencillísima estos inconvenientes cuando el ácido sulfúrico se neutraliza por medios que conducen a sulfatos difícilmente solubles, sin provocar pérdidas considerables de titanio en la diso-



DIC. 1930

15

lución. Si se agita por ejemplo carbonato de calcio en una disolución sulfúrica de sulfato de titanio, entonces se precipita cuantitativamente el sulfato de calcio. En la literatura se describe que la combinación  $Me^{II} Ti (SO_4)_3$  ( $Me = Ca, Sr, Ba$ ) se descompone por el agua separándose bioxido de titanio. Pero ahora se presenta el hecho nuevo sorprendente de que en el método después descrito introduciendo carbonato de calcio puede ajustarse la basicidad requerida sin que se disocie hidrolíticamente el  $TiO_2$ . En el precipitado originado se contiene algo de sulfato de titanio, que puede recuperarse fácilmente por lavado, por ejemplo por sulfúrico diluido. En forma análoga al carbonato de calcio actúa el de estroncio y más lentamente el de bario. También puede emplearse el carbonato de plomo. Sin embargo el procedimiento aquí descrito no se limita a las bases inorgánicas mencionadas, pudiéndose realizar la precipitación del ácido sulfúrico también por ejemplo con bencidina y regenerar ésta en la forma conocida del sulfato de bencidina.

20

25

30

Naturalmente que también es posible combinar el procedimiento descrito en la patente principal con el aquí explicado, realizando por ejemplo la neutralización hasta un cierto grado con carbonato de calcio y luego ajustando con hidróxido o carbonato de sodio a la basicidad requerida, o también en sucesión inversa.

35

Estas disoluciones contienen entonces  $Na_2SO_4$ , que, como se explica en la patente principal influye favorablemente en el  $p_H$  de la disolución y en su estabilidad respecto a la hidrólisis.

Los siguientes ejemplos indican algunas formas de ejecución del procedimiento.

40

E j e m p l o 1:

45

En una disolución que contiene por litro 127 g  $TiO_2$  y también 450 g de ácido sulfúrico libre y unido al titanio, se introducen agitando 315 g de carbonato de calcio por litro. La disolución separada del precipitado contiene todavía 128 g  $TiO_2$  y 149 g  $H_2SO_4 = 5\%$  de basicidad (designándose 1  $TiO_2$  : 1  $H_2SO_4$  como 0 %



básico y 1  $TiO_2$  : 0  $H_2SO_4$  como 100 por 100 de basicidad). El precipitado se cubre con ácido sulfúrico al 10 %, se extrae éste y se reúne con una disolución reciente. Aquí del  $TiO_2$  prácticamente no se pierde nada.

50

E j e m p l o 2:

A una disolución que contiene por litro 127,5 g  $TiO_2$  y 187,8 g de ácido sulfúrico libre y combinado al titano, se agregan agitando como pasta 70 g de carbonato de calcio por litro. En el filtrado del precipitado originado se encontraron 101,3 g  $TiO_2/L$  y 98,0 g  $H_2SO_4/L = 0,79$  mol  $\frac{H_2SO_4}{TiO_2}$  cal. : 0,77.

55

E j e m p l o 3:

Análogamente al ejemplo 2 se prepara agitando  $SrCO_3$  en una disolución de 176,2 g  $TiO_2/L$  y 269,5 g  $H_2SO_4/L$  otra disolución de 163,2 g/L  $TiO_2$  y 150,3 g/L  $H_2SO_4 = 0,75$  mol  $H_2SO_4$  : 1  $TiO_2$  en números redondos. La disolución se concentra al vacío a 60° C y 12 mm de la columna de mercurio.

60

Así se obtiene un producto sólido, seco, completamente soluble en agua de 41,8 %  $TiO_2$  y 39,0 %  $H_2SO_4$ .

E j e m p l o 4:

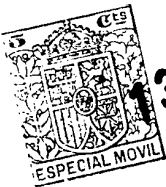
A una disolución que contiene por litro 63,5 g  $TiO_2$  y 225 g de ácido sulfúrico libre y combinado al titano, se agregan 135 g de bencidina por litro y se mezclan íntimamente. La disolución separada del precipitado contiene todavía 77 g  $TiO_2$  y 147 g  $H_2SO_4$  por litro = 1,58 mol.  $H_2SO_4$  : 1  $TiO_2$ .

65

70

E j e m p l o 5:

La disolución obtenida en el ejemplo 2 de 0,79 mol de  $H_2SO_4$  : 1  $TiO_2$  agitándola con 27,8 g  $Na_2CO_3$  se ajusta a una concentración de 68 g  $H_2SO_4$  por litro. Concentrando al vacío a 50° C y



13 DIC. 1930

75

60 mm de la columna de mercurio se obtiene de ellas una sal de 39,5 %  $TiO_2$  26,8 %  $H_2SO_4$  (ácido libre y combinado al titanio), 45,9 %  $H_2SO_4$  total 8,9 % Na y el resto hasta 100 % de agua de cristalización.

80

En el ejemplo 2 se agitan 70 g  $CaCO_3$  equivalentes a 68,6 g  $H_2SO_4$  por litro de disolución de partida. Con la transformación teórica quedan todavía en disolución  $187,8 - 68,6 = 119,2$  g  $H_2SO_4 = 1,215$  mol.  $H_2SO_4$ . A  $127,5$  g  $TiO_2 = 1,59$  mol.  $TiO_2$  corresponden por tanto, si no hay pérdidas en titanio,  $1,215$  mol.  $H_2SO_4 = 0,77$  mol.  $H_2SO_4$ : 1 mol  $TiO_2$  en números redondos. El valor encontrado y calculado previamente no difiere según nuestras experiencias en más de  $+ 0,02$  mol. como máximo. El  $CaCO_3$  se introdujo aquí en forma de una pasta acuosa. Por efecto de esto la lejía extraída del precipitado es más pobre en titanio que la disolución de partida.

85

N                    O                    T                    A.-  
= = = = =

90

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

95

1.- Un procedimiento para la obtención de combinaciones básicas de sulfato de titanio, caracterizado porque de las disoluciones de  $TiO SO_4 - H_2SO_4$  se precipita una parte del ácido sulfúrico en forma de sulfatos poco solubles.

2.- Un procedimiento para la obtención de combinaciones básicas de sulfato de titanio, caracterizado porque se emplea carbonato de calcio para la neutralización.

100

3.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 2, caracterizado porque el ajuste de la basicidad se realiza después de precipitar parcialmente el ácido sulfúrico con carbonato de calcio mediante carbonato alcalino y terreoalcalino.

4.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente prin



3 DIC. 1930

- 5. -

105 cipal número 116.186.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de cinco páginas foliadas y escritas por una sola de sus caras.

Madrid, á 13 de Diciembre de 1930.

Leocadio López y López.-

P.P.=