

121784



FEB. 1931

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE

PATENTE DE INVENCION

EN

ESPAÑA

por veinte años

a favor de Lucien PELLERREAU, Maurice JACMART y
Guenhail LE BRIS,

residentes respectivamente en 125 rue Saint Genés
Burdeos, 4 rue Lechapellier, Burdeos y 57 rue Gravel,
en Levallois Perret (FRANCIA)

por "Procedimiento de fabricación de oxido de titanio
puro y de pigmentos a base de oxido de titanio"

Incorvando el derecho de prioridad de la patente francesa
nº 690,348 de 21 de febrero de 1930.-

.....



El ataque de la ilmenita por el acido sulfúrico concentrado, aunque facil, presenta, sin embargo, dificultades en la practica; ciertos autorres preconizan, para activar esta operación, el añadir bien oleum o bien sulfato o bisulfito de sodio, ó aun la mezcla de los dos, bajo forma de nitrocake ó bisulfito de sodio.

5

Inutil es decir que viene a ser añadir pura y simplemente bisulfito de sosa porque $SO_4 Na_2 + SO_4 H_2 = 2 SO_4 Na H$.

10

La fusion con el bisulfito de sosa no es de aconsejar, porque, ademas de la temperatura elevada a que es preciso operar, hay que tener en cuenta la cantidad de bisulfito a emplear : tres o cuatro veces el peso de mineral.

15

La fusión a los alcalis o a los carbonatos alcalinos en presencia de un reductor ó no, no es practica. Aparte de la dificultad de tener aparatos que resistan largo tiempo el ataque de los alcalis en fusión, hay alli una formación de acido ortotitanico, soluble en los acidos diluidos, en particular en $SO_4 H_2$, como los autorres han encontrado en sus investigaciones.

20

No ocurre lo mismo cuando operando con carbonato de sosa, en presencia de carbón, se evita el fundir y el transformar el hierro al estado metálico.

25

Los autores operan asi:

La ilmenita, finamente pulverizada, se mezcla con carbonato de sosa Solvay y polvo de antracita en proporcion de:

30

Ilmenita100 partes



Carbonato80 partes

Carbón50 " .

35 Esta mezcla debe ser bien homogénea; se trata en un horno giratorio a 800 grados .El producto todavía al rojo, a su salida del horno, cae en agua fría, operación que tiene por objeto desagregar la masa sin tener necesidad de trituración .

40 El acotamiento de sales solubles, carbonato, sosa, silicato, aluminato de sosa, se hace en caliente a 80 grados, empleando lejías débiles, (8 á 10 grados Beaumé) procedentes de ataques últimos, (se sabe que los carbonatos son mas solubles en agua solución alcalina que en agua pura). Esta operación se hace en toneles giratorios provistos de bolas .

45 Los lavados se repiten dos a tres veces, de manera que se obtenga una solución que marque 30 a 32 grados del aerometro Beaumé .

50 Esta solución es carbonatada por medio de gases procedentes de un horno, ricos en ácido carbonico, que son enfriados y lavados .Se suspende la carbonatación al primer depósito de alumina (cuando el mineral la contiene) ; de otra suerte, se prosigue a reflujo de modo que se transforme todo el carbonato poco soluble .Este bicarbonato calcinado dá CO_2 puro que puede recogerse y $CO_3 Na_2$ que vuelve a pasar a fabricación : se recupera de este modo alrededor de 70% del $CO_3 Na_2$ empleado.

60 Los autores hacen notar que no han lavado hasta neutralidad, teniendo esto por objeto precipitar el ácido titanico que queda en solución en las aguas madres



de la hidrolisis, y al mismo tiempo impedir la solubilidad del acido ortotitanico.

La eliminaci3n del hierro se hace tratando el residuo por las aguas madres de la hidrolisis. Estas aguas, ricas en acido sulfurico permiten una separaci3n facil y poco costosa del hierro.

El hierro en estado de oxido (FeO) es muy soluble en el $SO_4 H_2$ diluido. Esta operaci3n se hace en caliente, en toneles giratorios y se repite varias veces: Se desprende acido sulfurico que se puede recoger. Finalmente se pasa al filtro prensa, se lava y se seca a 100/110 grados.

Se obtiene un polvo gris, encerrando poco hierro (5 a 6%) TiO_2 , carb3n y eventualmente silice y zircon. Se ataca a 150/180 grados por el acido sulfurico a 60 grados, en proporci3n tal que para una parte en peso de TiO_2 se toma 1,2 partes de acido.

La disoluci3n de TiO_2 se hace muy rapidamente; se eleva la temperatura a 200/225 grados de manera que el acido sulfurico ataca al carb3n y produce gas sulfuroso, que reduce el titanio bajo la forma titanosa y el hierro al estado ferroso.

Los autores hacen notar que la operaci3n de reducci3n es asi suprimida y ademas que el acido titanico disuelve integral y rapidamente.

Tras de enfriamiento, se vuelve a tratar por agua tibia a 45/50 grados para obtener soluciones de titanio a 200/250 gramos por litro. Estas soluciones son agitadas y presentan un aspecto turbio que proviene de peque1as partes coloidales en suspension. Para depo-



sitarlas se emplean los medios clasicos de coagulación o mas facilmente se les deja reposar en cubas de paredes lisas.

95 Finalmente estas soluciones son hidrolisadas, teniendo cuidado de añadir solución nueva y caliente a 20 grados a medida que se tenga siempre el hierro en estado ferroso. La acidez será neutralizada parcialmente, bien por el carbonato de sosa si se quiere tener un producto puro, bien por el carbonato de barita, en el caso de que se deseen obtener pigmentos.

100

N o t a

Se reivindicana, como propios y nuevos para que sean objeto de patente de invención en España por veinte años, con la reivindicación de la patente francesa n.º 690,348 de 21 de Febrero de 1930, los puntos siguientes:

105

1.- Procedimiento de fabricación de oxido de titanio puro y de pigmentos a base de oxido de titanio, caracterizado por la rapida desagregación del mineral .

110

2.- Procedimiento de fabricación de oxido de titanio y de pigmentos a base de oxido de titanio, segun la reivindicación 1, caracterizado por la eliminación del hierro y al mismo tiempo su transformación en sulfato de hierro, recuperando asi el acido empleado .

115

3.- Procedimiento de fabricación de oxido de titanio y pigmentos a base de oxido de titanio, segun las reivindicaciones 1 y 2, que se caracteriza por ponerse en solución integral el oxido de titanio caracte-

120



121784

rizado por su forma titanosa, no necesitando a continuación ninguna reducción.

125

4.- Procedimiento de fabricación de óxido de titanio y de pigmentos a base de óxido de titanio, según las reivindicaciones 1, 2, y 3 caracterizado por el mantenimiento del hierro en estado ferroso.

130

5.- Procedimiento de fabricación de óxido de titanio y pigmentos a base de óxido de titanio, según las reivindicaciones 1, 2, 3, y 4 caracterizado por obtenerse con él un rendimiento muy elevado de TiO_2 (80%) y un producto particularmente puro.

6.- PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE OXIDO DE TITANIO PURO Y DE PIGMENTOS A BASE DE OXIDO DE TITANIO"

Todo conforme se describe en la memoria que antecede, y se reivindica en su nota.

Esta memoria consta de seis hojas escritas á máquina por una sola cara.

Madrid 20 de Febrero de 1931

P.Á.