

Gr. 2753/Sp

PATENTE ESPAÑOLA

MEMORIA

N 5-3013

153013

descriptiva sobre "Procedimiento para descolorar (4)cloruro titánico"

POR

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

DE

Frankfurt a/Main

ALEMANIA

153013

PATENTE DE INVENCION

Gr.2753/Sp. Lev.



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para descolorar (4)cloruro titánico".

Solicitantes: I.G.Farbenindustrie Aktiengesellschaft
domiciliados en Frankfurt a/Main, Alemania.

El (4)cloruro titánico, obtenido por cloruración de primeras materias titánicas, no es en general suficientemente puro para destinarlo directamente a su ulterior empleo, por ejemplo elaborando con él pigmentos titánicos. Las primeras materias titánicas, tales como ilmenita, rutilo, silicatos titánicos y otras, contienen casi siempre cantidades más o menos grandes de metales que sufren también la cloruración y dan color al (4)cloruro titánico. Como tal metal, que imprime al (4)cloruro titánico tonalidades amarillas hasta rojo-paraas, hemos de citar especialmente la vanadina.

Se sabe que estos colores no pueden eliminarse simplemente por destilación. Por el contrario es preciso realizar un tratamiento especial. Generalmente se agita el (4)cloruro titánico con amalgama sódica, destilando



después. Las impurezas quedan en la amalgama. De este modo se obtiene realmente un producto de destilación completamente incoloro, pero el procedimiento resulta caro por el precio elevado de la amalgama sódica y además trae consigo considerables pérdidas de titanio.

20. Asimismo se propuso eliminar las impurezas por medio de ebullición con cloruros titánicos de menor peso molecular, por ejemplo (3)cloruro o (2)cloruro titánico. Pero, en este procedimiento se necesitan grandes excesos de los costosos cloruros titánicos de menor peso molecular, así como duraciones de tratamiento de varias horas en el refrigerador de retorno, si se desea conseguir una descoloración apreciable. La descoloración completa, necesaria en vista del empleo del (4)cloruro titánico para la obtención de pigmentos, no puede conseguirse, o solo muy difícilmente, según este procedimiento.

30. Ahora bien; se ha descubierto que se obtiene de un modo muy sencillo un producto completamente incoloro, tratando (4)cloruro titánico a temperaturas mayores de 700° C., con pequeñas cantidades de oxígeno, suficientes para reducir las impurezas. Con ello se ha descubierto un procedimiento que por un lado no hace preciso un tratamiento bastante largo del producto con una materia adicional costosa, y por otra parte no trabaja con grandes pérdidas de titanio. Puede combinarse este procedimiento en forma sencilla con una destilación del tetracloruro, o con el mismo procedimiento de desintegración.

35. En detalle, el modo de trabajar es el siguiente:
El cloruro bruto, impuro, obtenido por
45. cloruración de las primeras materias, se hace pasar en forma de vapor, junto con pequeñas cantidades de hidrógeno, por un tubo calentado a más de 700° C., convenientemente a unos 800 - 1000° C. Resultó que, aun tratándose de productos intensamente amarillos, son ya perfectamente
50. suficientes, cantidades de hidrógeno que, según su peso, se



- encuentran en el orden de centésimos de por ciento del (4)cloruro titánico. Durante este tratamiento, los componentes colorantes se reducen con pequeñas fracciones del mismo tetracloruro, separándose en forma de productos sólidos.
55. El vapor arrastra gran parte de los productos de reacción sólidos y podrá ser separado fácilmente de ellos mediante filtración, ya sea en la fase de vapor, o bien después de la condensación, mediante destilación subsiguiente u otras medidas. Las pérdidas que se producen por reacción de una pequeña parte del (4)cloruro titánico, son muy escasas. Dosificando convenientemente el hidrógeno, serán del orden de algunos porcientos.
60. Convenientemente podrá combinarse el procedimiento con la desintegración de las materias primas, calentándose los vapores de (4)cloruro titánico que salen de los aparatos de cloruración, directamente a 800°C., cargados de hidrógeno y solo condensáncolos después. De esta manera se podrá ahorrar un nuevo calentamiento del (4)cloruro titánico para fines de la purificación.
65. Contrariamente a los procedimientos antes mencionados y hasta ahora empleados para eliminar las impurezas colorantes, en el procedimiento según la invención no es preciso someter el cloruro bruto condensado primero a un tratamiento de larga duración en estado líquido y después a una destilación. La reacción con el hidrógeno se desarrolla extraordinariamente rápida y sencilla y la mezcla: hidrógeno - tetracloruro, podrá por tanto conducirse con gran velocidad a través de un horno relativamente corto.
70. El (4)cloruro titánico así obtenido es incoloro y transparente. Es también extraordinariamente puro, así que las impurezas por metales extraños podrán comprobarse por vía espectroscópica todo lo más en cantidades de milésimas de por ciento o por debajo de este valor.
- 75.
- 80.



85.

EJEMPLO:

Mediante tratamiento de una arcilla rica en TiO_2 con fosgeno, se obtiene un (4)cloruro titánico que posee un color rojo-pardo. Este color del producto es en primer lugar debido a una proporción de 0'14 % de vanadina.

90.

Dicho producto se destila en la corriente de hidrógeno, en una instalación de aparatos donde se calienta la mezcla de vapor de $TiCl_4$ e hidrógeno en la curva ascendente, mediante calefacción exterior sobre un trayecto corto, hasta 850° C., precipitándola en la curva descendente en un refrigerador y filtrando seguidamente después.

95.

Se ajusta la corriente de oxígeno de tal modo que a 100 partes en peso de (4)cloruro titánico correspondan 0'016 partes en peso de hidrógeno. El producto sólido de reacción, arrastrado por la corriente de vapor y que

100.

sigue su movimiento después de la condensación del vapor de tetracloruro, se filtra excluyendo cuidadosamente la humedad del aire. El producto de filtración es (4)cloruro titánico, claro como el agua, incoloro, en el que solo se podrán comprobar indicios de vanadina (como máximo 0'001 %). El rendimiento de $TiCl_4$ asciende a 97%.

105.

Si se calienta la mezcla : tetracloruro-hidrógeno solamente hasta temperaturas inferiores a 700° C., el (4)cloruro titánico conserva un color amarillo. Lo propio sucede si se trata el vapor de tetracloruro sin hidrógeno, en forma por lo demás idéntica.

110.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente

115.

indicadas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el mismo corresponde a una patente presentada en Alemania con fecha 7 de junio de 1940, bajo el nº J 67 176 IVb/12 i, acogiéndose, por lo

120.

tanto, a los beneficios que conceden los Convenios

153013



- 5 -

Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención, por veinte años en España : "Procedimiento para descolorar (4)cloruro titánico"; caracterizándose porque se calienta el (4)cloruro titánico en forma de vapor, junto con pequeñas cantidades de hidrógeno, suficientes para reducir las impurezas de cloruros sólidos, hasta temperaturas de 700º C., por lo menos, preferentemente a unos 800-1000º C., separándolo de las impurezas que se precipitan en forma sólida.

"Procedimiento para descolorar (4)cloruro titánico"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de cinco hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 29 de mayo de 1941.

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft:

Por Poner de J. GOMEZ ACEBO

153013