

349690



PATENTE DE INVENCIÓN

2. FIVE

Dossier 146 "Dispersion"

## *Memoria Descriptiva*

*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUSPENSIONES ACUOSAS  
DE OXIDO DE TITANIO".

*Solicitante:* FABRIQUES DE PRODUITS CHIMIQUES DE THANN ET  
DE MULHOUSE, entidad francesa, residente en:  
(Haut-Rhin), THANN, Francia.

### COMPENDIO DESCRIPTIVO.

En el nuevo procedimiento, los granos de  
óxido de titanio son puestos en suspensión acuosa  
en presencia de una mezcla de dispersantes conten-  
5. tiva de, al menos, una sal de metal alcalino y, como



mínimo, de una amina orgánica, pudiendo ser a continuación la suspensión acuosa hidroclasificada sin ninguna aportación posterior de un agente floculante. El pigmento en suspensión acuosa sufre a continuación las operaciones clásicas de tratamiento de superficie. Oxido de titanio obtenido por este procedimiento.

5.

MEMORIA DESCRIPTIVA.

La invención se refiere a un procedimiento mejorado de puesta en suspensión acuosa y de hidroclasificación de los pigmentos de óxido de titanio en vista de las operaciones posteriores de recubrimiento conocidas con el nombre de tratamiento de superficie.

10.

La fabricación de óxido de titanio pigmentario mejorado exige que las partículas de pigmento se recubran mediante compuestos minerales y/u orgánicos que se fijan totalmente o en parte sobre estas partículas. El conjunto de las operaciones de selección, preparación y recubrimiento de las partículas pigmentarias, se conoce con el nombre de "tratamiento de superficie" y trata de obtener los pigmentos mejorados. Los productos así obtenidos presentan mejor resistencia a la molienda en pintura, mejor dispersabilidad en los aglutinantes a los cuales se incorporan, mayor brillantez, y propiedades opacificantes y cubrientes incrementadas.

15.

20.

25.

En un tratamiento de superficie es un hecho fundamental eliminar las partículas de óxido o los conglomerados cuya granulometría excede dos micras aproximadamente, ya que la presencia de estas partí-

30.



culas es perjudicial en la mayor parte de las propiedades pigmentarias requeridas para un producto de calidad.

5. El procedimiento de fabricación denominado "al sulfato" proporciona tales partículas sobrepigmentarias o conglomerados, en estado de calcinación a elevada temperatura (750 a 1100°C) del gel de  $TiO_2$ , obtenido por hidrólisis de una solución de sulfato de titanio. La calcinación se realiza en un horno
10. rotativo con tiempos de permanencia de varias horas a elevada temperatura, con lo que las partículas de pigmento corren el riesgo de aglomerarse en cúmulos más o menos sinterizados, lo cual es perjudicial para las cualidades pigmentarias. Un estado posterior
15. de trituración destruye parte de estos conglomerados, pero sin embargo no permite obtener las granulometrías deseadas.

20. Los procedimientos de preparación de óxido de titanio por oxidación de tetrahalogenuros de titanio en fase vapor, pueden proporcionar igualmente partículas de tamaño sobrepigmentario incluso mediante el procedimiento de oxidación y/o mediante operaciones posteriores de desgasificado o de calcinación.

25. Los pigmentos obtenidos por uno u otro procedimiento son generalmente triturados y pueden ser sometidos a una clasificación a groso modo por aire en el transcurso de esta operación de trituración. A continuación se ponen en suspensión acuosa en presencia de dispersantes, en vista al recubrimiento posterior por el o los compuestos minerales y/u orgánicos
- 30.



apropiados.

- Los dispersantes añadidos a la suspensión acuosa de óxido de titanio son generalmente sales de metales alcalinos, tales como el silicato de sodio, metafosfatos y/o polifosfatos de metales alcalinos (por ejemplo, el hexametafosfato de sodio), e hidróxidos; igualmente se utilizan como agentes de dispersión ciertos cuerpos orgánicos, tales como las aminas orgánicas del tipo alcanolamina, en particular una etanolamina, una propanolamina y especialmente una monoisopropanolamina. El peso del dispersante está comprendido generalmente entre 0,05% y 2,5% del peso de bióxido de titanio seco.
5. metafosfatos y/o polifosfatos de metales alcalinos (por ejemplo, el hexametafosfato de sodio), e hidróxidos; igualmente se utilizan como agentes de dispersión ciertos cuerpos orgánicos, tales como las aminas orgánicas del tipo alcanolamina, en particular una etanolamina, una propanolamina y especialmente una monoisopropanolamina. El peso del dispersante está comprendido generalmente entre 0,05% y 2,5% del peso de bióxido de titanio seco.
10. metafosfatos y/o polifosfatos de metales alcalinos (por ejemplo, el hexametafosfato de sodio), e hidróxidos; igualmente se utilizan como agentes de dispersión ciertos cuerpos orgánicos, tales como las aminas orgánicas del tipo alcanolamina, en particular una etanolamina, una propanolamina y especialmente una monoisopropanolamina. El peso del dispersante está comprendido generalmente entre 0,05% y 2,5% del peso de bióxido de titanio seco.

- A continuación el producto en suspensión se somete generalmente a una hidroclasificación en una centrifugadora, a fin de eliminar las partículas más gruesas.
15. A continuación el producto en suspensión se somete generalmente a una hidroclasificación en una centrifugadora, a fin de eliminar las partículas más gruesas.

- A veces se tropieza entonces con una dificultad muy importante debida a que la suspensión produce una pasta de centrifugación muy dura depositada en la periferia de la escudilla de la centrifugadora, lo cual produce un par muy elevado entre la escudilla y el tornillo de extracción, par que da lugar frecuentemente a rupturas de elementos de la centrifugadora y a la detención de la producción.
20. A veces se tropieza entonces con una dificultad muy importante debida a que la suspensión produce una pasta de centrifugación muy dura depositada en la periferia de la escudilla de la centrifugadora, lo cual produce un par muy elevado entre la escudilla y el tornillo de extracción, par que da lugar frecuentemente a rupturas de elementos de la centrifugadora y a la detención de la producción.
25. A veces se tropieza entonces con una dificultad muy importante debida a que la suspensión produce una pasta de centrifugación muy dura depositada en la periferia de la escudilla de la centrifugadora, lo cual produce un par muy elevado entre la escudilla y el tornillo de extracción, par que da lugar frecuentemente a rupturas de elementos de la centrifugadora y a la detención de la producción.

- Con objeto de remediar este inconveniente, se ha propuesto añadir a la suspensión antes de la centrifugación, un agente mineral ácido, tal como el sulfato de aluminio, de circonio y/o el ácido sulfúrico, los cuales, al permitir disminuir la dureza de
30. Con objeto de remediar este inconveniente, se ha propuesto añadir a la suspensión antes de la centrifugación, un agente mineral ácido, tal como el sulfato de aluminio, de circonio y/o el ácido sulfúrico, los cuales, al permitir disminuir la dureza de



la pasta de centrifugación, disminuyen el valor de este par y evitan de este modo la ruptura de elementos de la máquina.

- Sin embargo, estos agentes ácidos producen una refloculación parcial de la suspensión, y, debido a ésto, destruyen el estado dispersado obtenido por los agentes citados anteriormente, y conducen por la misma razón a operar el recubrimiento mineral u orgánico sobre los floculantes y no sobre las partículas elementales, lo cual repercute en el resultado final, en cuanto a la calidad del tratamiento de superficie se refiere. En consecuencia, el presente invento se propone proporcionar un procedimiento de preparación de suspensiones de óxido de titanio pigmentario que asegura, por una parte, una dispersión satisfactoria de los granos de óxido en vista al tratamiento de superficie y permiten, por otra parte, hidroclasificar, si fuese necesario, la dispersión obtenida sin aportación posterior de agentes floculantes que aseguran una marcha regular de la centrifugadora de hidroclasificación.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Con tal fin, la invención se refiere a un procedimiento mejorado de obtención de suspensiones acuosas de óxido de titanio, mediante dispersión seguida o no de una hidroclasificación, que se caracteriza porque los granos de óxido de titanio son puestos en suspensión acuosa en presencia de una mezcla de dispersantes contentiva de, al menos, una sal de metal alcalino y, como mínimo, una amina orgánica, pudiendo ser a continuación la suspensión hidroclasi-
- 25.
- 30.



ficada sin aportación posterior de agentes flocculantes.

La invención se refiere igualmente a los pigmentos obtenidos por este procedimiento.

5. Diversas experiencias de laboratorio han permitido medir el grado de dispersión del óxido de titanio en la suspensión, así como la dureza del decantante obtenido después de la centrifugación. Si la cifra que experimenta esta dureza es elevada,
10. se puede esperar a que la intensidad del par desarrollado entre la escudilla y el tornillo de extracción del aparato de hidroclasificación sea importante y conduzca por este motivo a la detención del aparato. El ensayo denominado ensayo 1, permite medir el porcentaje de pigmento que queda en suspensión, y como
15. consecuencia del verdaderamente dispersado, después de la centrifugación en el laboratorio con ayuda de una centrifugadora de cangilones. El ensayo denominado ensayo 2 permite, con ayuda de un penetrómetro medir la dureza de las pastas de centrifugación obtenidas en estas condiciones, correspondiendo las cifras
20. más elevadas a las durezas importantes de esta pasta.

- Los ensayos han sido efectuados con dispersantes clásicos: silicato de sodio, hexametáfosfato de sodio, hidróxido de sodio, trietanolamina, así como con una mezcla dispersante, según la invención, a saber una mezcla de hexametáfosfato de sodio y de trietanolamina, sobre muestras preparadas en las mismas condiciones con óxido de titanio idénticos a la
- 25.
  30. concentración uniforme de 300 g/l. Los ensayos de





Se observará el valor poco elevado de la dureza de la pasta obtenida con la mezcla, según la invención, y la constancia del grado de dispersión para las diferentes proporciones de amina empleadas.

5. Se ha ensayado hidroclicar industrialmente las suspensiones obtenidas con el porcentaje de dispersante que da el grado más elevado de dispersión, según el ensayo 1. Para las cuatro primeras suspensiones, una hidroclicación conveniente ha sido posible obtenerla después de una ligera refloculación de la suspensión por adición de sulfato de aluminio.

10. Por el contrario, las suspensiones de pigmentos preparados, según la presente invención, han podido ser hidroclicadas convenientemente sin aditamento suplementario y sin bloqueo de la centrifugadora. De este modo, se ha obtenido una suspensión que conserva un elevado grado de dispersión antes de la centrifugación, mientras que la refloculación mencionada anteriormente, disminuyó enormemente este grado, lo cual perjudicó la calidad del recubrimiento químico de los granos practicado posteriormente.

15. Es posible obtener grados de dispersión más elevados con ayuda de dispersantes clásicos, que aumentan la energía de agitación en el momento de la puesta en suspensión acuosa del pigmento, pero se comprueba que este aumento de los grados de pigmento dispersado (ensayo 1) corresponde igualmente a un aumento de la dureza de la pasta de centrifugación, obtenida como muestra el siguiente cuadro.

20. Este cuadro da los resultados de los dife-

25.

30.



44

26.

rentes ensayos obtenidos a partir de suspensiones de óxido de titanio en agua, en una concentración de 300 g/litro, en presencia de silicato sódico, cuyos porcentajes están comprendidos entre 0,1 y 1% (expresado en SiO<sub>2</sub>, con respecto al peso de TiO<sub>2</sub> seco) y preparados en cubas idénticas equipadas con agitadores idénticos, pero que giran a velocidades diferentes, siendo los tiempos de agitación iguales para todos los ensayos.

	Velocidad lineal periférica turbina	% SiO <sub>2</sub> añadido a la suspensión bajo forma de silicato sódico										
		0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1
% TiO <sub>2</sub> dispersado	186 m/mn	0,3	0,3	0,4	22	-	14	-	11	-	-	10
	119 m/mn	0,3	0,3	0,3	11	-	8	-	6	-	-	4
Ensayo 1	43 m/mn	0,3	0,3	0,3	7	-	4	-	3	-	-	1,5
Dureza de la pasta	186 m/mn	440	360	280	290	-	520	-	700	-	710	680
	119 m/mn	540	340	200	240	-	480	-	610	-	500	550
	Ensayo 2	43 m/mn	460	300	190	230	-	300	-	520	-	-

25. Se comprueba en este cuadro que los mejores resultados en el ensayo 1 son obtenidos con velocidades de agitación elevadas (186 m/mn de velocidad lineal en los bordes de ataque de los álabes de la turbina) correspondiendo estos resultados a durezas elevadas medidas en el ensayo 2.

30.



7

5. En estas condiciones se observa que la obtención de una suspensión mejor dispersada con ayuda de dispersantes clásicos merced a medios de agitación poderosos no es técnicamente deseable, no pudiendo ser la suspensión obtenida convenientemente hidroclasificada como consecuencia de la dureza del residuo de centrifugación que ésta trae como consecuencia.

10. Estos resultados se vuelven a dar con todos los dispersantes clásicos citados anteriormente. La obtención de una suspensión perfectamente dispersada con ayuda de los adyuvantes clásicos, conduce a residuos de centrifugación muy duros que no permiten, generalmente, la marcha de una centrifugadora industrial de modo conveniente.

15. En caso de que la suspensión sea preparada con ayuda de una mezcla de dispersantes, según la invención, se comprueba que la dureza de la pasta de centrifugación, es prácticamente independiente de estas condiciones de agitación. Según la naturaleza del

20. óxido de titanio a dispersar, la experiencia ha demostrado que las cantidades favorables respectivas de hexametafosfato de sodio y de trietanolamina están comprendidas entre 0,05 y 3% y 0,05 y 2% en peso con respecto al pigmento. Los resultados particularmente

25. interesantes se obtienen para porcentajes en hexametafosfato de sodio, comprendidos entre 0,3 y 1%, y en trietanolamina entre 0,1 y 0,5%.

30. Aún se ha podido comprobar que el tiempo de espera que separa una operación de puesta en suspensión y de hidroclasificación de la suspensión puede conducir



para los dispersantes clásicos a modificaciones de la calidad de la dispersión medida en el ensayo 1 y de la dureza del residuo de centrifugación medida en el ensayo 2.

5. Estas modificaciones dan lugar, sobre todo, a un perjuicio en la conducta de la hidroclasificación, ya que conducen a una disminución de la calidad de la dispersión obtenida a partir de 4 horas de espera de la suspensión antes de su hidroclasificación.
10. La dureza del residuo tiende por su parte a aumentar aún más este tiempo de espera.

En el caso de que se emplee una mezcla de hexametáfosfato y amina orgánica, tal evolución no se produce, la dispersión conserva todas sus cualidades y, el residuo presenta una dureza menor.

15. Aún se ha podido comprobar que ciertos iones, en particular  $Zn^{++}$ , pueden modificar sensiblemente el comportamiento de suspensiones acuosas de óxido de titanio y las condiciones de hidroclasificación de las citadas suspensiones.
20. Se ha podido comprobar especialmente que la presencia de ciertos iones, en particular  $Zn^{++}$ , era perjudicial para la obtención de suspensiones altamente dispersadas y que estos iones aumentaban notablemente las durezas de los residuos de centrifugación que provocan por este motivo, dificultades en el momento de la hidroclasificación. Los ensayos correspondientes se describen en el ejemplo 3.

25. Igualmente es conocido que para obtener una dispersión de elevada calidad, es preferible descon-
- 30.



gestionar el pigmento de las sales solubles que contiene, ésto especialmente en el caso del óxido de titanio preparado por el procedimiento al sulfato.

La eliminación de las sales solubles puede efectuarse

5. mediante lavado, seguido de una filtración o por cualquier medio apropiado. Se comprueba que los residuos de centrifugación dados por las suspensiones preparadas con ayuda de óxidos de titanio lavados, presentan durezas especialmente inferiores a las dadas por las suspensiones de los mismos óxidos no lavados y preparados en las mismas condiciones. El ejemplo nº 4 ilustra estas comprobaciones.

Los ejemplos siguientes son dados a título ilustrativo.

15. EJEMPLO 1 -

Un pigmento de óxido de titanio contentivo de 0,8% de ZnO, triturado en seco, con ayuda de un triturador de péndulos, es dispersado en agua para obtener una concentración de 300 g/l en  $TiO_2$ . Esta suspensión se divide en dos partes iguales. Se añaden a las muestras de la primera fracción cantidades crecientes de silicato de sodio para obtener concentraciones en  $SiO_2$  con respecto al peso de pigmento seco, que varían desde 0,1 a 1%. De la misma manera, se añaden a las muestras de la segunda fracción una cantidad de hexametafosfato de 0,4% y, cantidades crecientes de trietanolamina que varían desde 0 a 1%. El tiempo y la velocidad de agitación, han sido en ambos casos de 10 minutos para un litro de suspensión

20. con una velocidad periférica lineal de la turbina de

25.

30.

186 metros/minuto.

Naturaleza del o de los dispersantes.	Ensayo 1 % pigmento que quedado dispersado Ensayo 2 dureza de la pasta	% SiO <sub>2</sub> bajo forma SiO <sub>3</sub> Na <sub>2</sub> /peso de pigmento										
		0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1
Silicato de sodio	Ensayo 1	0,3	0,3	0,4	21	19	15	-	11	-	-	10
	Ensayo 2	440	440	340	180	-	70	-	85	-	-	60
		% TEA añadido										
		0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1
Hexametafosfato	Ensayo 1	27	33	34	34	-	35	-	34	-	-	34
0,4% TEA	Ensayo 2	180	60	40	35	< 29	< 29	< 29	< 29			< 29

20. Como puede comprobarse en el cuadro, el grado de dispersión obtenido merced al empleo de la mezcla hexametafosfato de sodio y trietanolamina es siempre superior a los resultados obtenidos con la suspensión dispersada al silicato de sodio o al hexametafosfato de sodio, tomado separadamente.

25. Las durezas de las pastas depositadas por centrifugación favorecen la mezcla dispersiva, según la invención.

EJEMPLO 2 -

30. Se ha preparado una suspensión acuosa de



320 g/l de óxido de titanio obtenido por vía sulfúrica, que contiene 0,27% de  $Al_2O_3$ . Se ha añadido a esta suspensión 0,4% de hexametáfosfato, 0,15% de monoetanolamina y 0,15% de trietanolamina. Después de la agitación en una cuba con ayuda de una turbina, las muestras tomadas han sido sometidas a los ensayos 1 y 2.

El ensayo 1 indica 41% de óxido de titanio que queda dispersado.

10. El ensayo 2 indica una dureza de 35.

A continuación esta suspensión es hidroclásificada a través de una centrifugadora Bird alimentada a razón de 7 m<sup>3</sup>/hora. El porcentaje de residuo separado por la centrifugadora, es del 20 al 25%. El par registrado permanece constante y relativamente bajo, durante toda la duración de la hidroclásificación. El pigmento dispersado es a continuación tratado superficialmente de un modo clásico, con ayuda de sulfato de aluminio. Después de la neutralización, lavado, secado y micronización, el pigmento es sometido a diversos controles pigmentarios. Estos muestran que las propiedades de dispersabilidad, resistencia a la molienda, brillantez y poder colorante, son superiores a los de un producto que haya sido dispersado al silicato de sodio y tratado superficialmente en las mismas condiciones.

25.

### EJEMPLO 3 -

Se han preparado dos series de suspensiones acuosas en 300 g/l de pigmento, la primera a partir de un pigmento B contentivo de 0,6% de óxido de Zn,

30.



la segunda a partir de un pigmento exento de ZnO.  
Cada suspensión ha sido dividida en varias partes en las que se ha añadido o bien cantidades variables de silicato o bien cantidades variables de trietanolamina, en presencia de una determinada cantidad de hexametafosfato de sodio.

5.

% de SiO<sub>2</sub> añadido / Peso de pigmento

0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6 0,7 0,8 0,9 1

Pigmento A sin ZnO	% TiO <sub>2</sub> Ensayo 1	26	39	32	30	-	27	-	22		15
-----------------------	--------------------------------	----	----	----	----	---	----	---	----	--	----

Pigmento A sin ZnO	dureza Ensayo 2	150	80	60	60	-	60	-	-	-	60
-----------------------	--------------------	-----	----	----	----	---	----	---	---	---	----

Pigmento B con 0,6 % ZnO	% TiO <sub>2</sub> Ensayo 1	0,3	0,3	0,4	21	19	15	-	11	-	10
--------------------------------	--------------------------------	-----	-----	-----	----	----	----	---	----	---	----

Pigmento B con 0,6 % ZnO	Dureza Ensayo 2	440	400	340	180	-	70	-	-	-	60
--------------------------------	--------------------	-----	-----	-----	-----	---	----	---	---	---	----

% trietanolamina añadida / Peso de pigmento

0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6 0,7 0,8 0,9 1

Pigmento A sin ZnO (NaPO <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> 0,1 %	% TiO <sub>2</sub> Ensayo 1	39	41	41	41	-	40	40	40	-	40
---	--------------------------------	----	----	----	----	---	----	----	----	---	----

Pigmento A sin ZnO (NaPO <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> 0,1 %	dureza Ensayo 2	90	50	40	35	< 29	< 29	< 29	< 29	< 29	< 29
---	--------------------	----	----	----	----	------	------	------	------	------	------

Pigmento B con ZnO (NaPO <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> 0,4 %	% TiO <sub>2</sub> Ensayo 1	27	33	34	34	-	35	-	34	-	34
---	--------------------------------	----	----	----	----	---	----	---	----	---	----

Pigmento B con ZnO (NaPO <sub>3</sub> ) <sub>6</sub> 0,4 %	dureza Ensayo 2	180	60	40	35	< 29	< 29	< 29	< 29	< 29	< 29
---	--------------------	-----	----	----	----	------	------	------	------	------	------



5. En el caso de la suspensión al silicato de sodio, se comprueba que el pigmento A se dispersa más fácilmente que el pigmento B. Paralelamente las durezas de los residuos de centrifugación, son particularmente menos elevadas en el caso del pigmento A que en el caso del pigmento B para porcentajes en  $\text{SiO}_2$  inferiores a 0,5%. En lo que respecta a las suspensiones tratadas con la mezcla, según la invención se comprueba que la presencia de iones  $\text{Zn}^{++}$  no presenta efectos fatales, sensibles en la calidad de la dispersión y en la dureza de la pasta de centrifugación.
- 10.

EJEMPLO 4 -

15. Una cantidad de un pigmento de óxido de titanio, denominado pigmento A, ha sido parcialmente descongestionado de las sales solubles que contienen mediante un lavado con agua. El pigmento que resulta se denomina pigmento B.

20. Cada uno de estos pigmentos ha sido puesto en suspensión acuosa en presencia de silicato sódico (0,3%  $\text{SiO}_2$  con respecto al peso de pigmento), de hexametáfosfato de sodio (0,5% con respecto al peso de pigmento), o de una mezcla según la invención, (0,4% de hexametáfosfato de sodio y 0,2% de trietanolamina).



24 ENF. 1938

Adyuvante	Pigmento	Tratamiento experimental por el pigmento antes de la dispersión	% TiO <sub>2</sub> Ensayo 1	Dureza Ensayo 2
SiO <sub>2</sub> 0,3 %	A	nada	21	300
SiO <sub>2</sub> 0,3 %	B	lavado	33	100
hexametáfosfato de Na 0,5 %	A	nada	33	70
hexametáfosfato de Na 0,5 %	B	lavado	34,4	54
Mezcla { hexametáfosfato de Na 0,4 % (TEA 0,2 %	A	nada	33	< 29
Mezcla { hexametáfosfato de Na 0,4 % (TEA 0,2 %	B	lavado	36,5	< 29

25. El cuadro adjunto permite comprobar la ventaja que presenta la combinación dispersante hexametáfosfato y amina orgánica que permite obtener una dispersión satisfactoria y una dureza menor del residuo de centrifugación obtenido a partir de suspensiones preparadas con ayuda de TiO<sub>2</sub> calcinado, y que no ha experimentado una operación de lavado a fin de eliminar las sales solubles.

30. Los diversos ejemplos descritos muestran el interés del procedimiento según la invención. Para una



24 ENE 1968

dureza de la pasta de centrifugación aproximadamente constante y de valor relativamente débil, en todo caso aceptable para la buena marcha de la hidroclasificación, se obtienen grados de dispersión elevados. La

5.

mezcla de dispersantes utilizada, permite la presencia de iones, tales como  $Zn^{++}$ , sin descenso notable de las calidades de la suspensión y sin aumento sensible de la dureza de la pasta de centrifugación.

10.

Aunque la invención haya sido descrita a propósito de una forma de realización particular, quede bien entendido que no se limita a esta forma de realización, sino que pueden aportarse diversos cambios y modificaciones sin por ello salirse ni del marco, ni del espíritu de la invención.

15.

- 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 indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia, con fecha 17 de febrero de 1967, bajo el nº PV.95.435, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUSPENSIONES ACUOSAS DE OXIDO DE TITANIO"; caracterizándose por lo siguiente:

20.

25.

30.



5. 1ª.- Procedimiento para obtener suspensiones acuosas de óxido de titanio, mediante dispersión seguida o no de una hidroclasificación, caracterizado porque los granos de óxido de titanio, se ponen en suspensión acuosa en presencia de una mezcla de dispersantes contentiva de, al menos, una sal de metal alcalino y, como mínimo, una amina orgánica, hidroclasificándose, a continuación, la suspensión sin aportación posterior de un agente floculante.
10. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como sal de metal alcalino se emplea preferentemente un fosfato o un polifosfato alcalino, tal como el hexametafosfato de sodio o un tripolifosfato.
15. 3ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque el porcentaje de sal de metal alcalino, se halla comprendido entre 0,05 y 3% en peso, con respecto al peso de bióxido de titanio, según la naturaleza del pigmento considerado y de preferencia entre 0,3 y 1%.
20. 4ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como amina orgánica, se emplea una amina, tal como la monoetanolamina o la trietanolamina.
25. 5ª.- Procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 4ª, caracterizado porque el porcentaje de amina se halla comprendido entre 0,05 y 2% en peso, con respecto al peso de bióxido de titanio y de preferencia entre 0,1 y 0,5%.
30. 6ª.- Procedimiento para obtener suspensiones

24 ENE



acuosas de óxido de titanio; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veinte hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

24 ENE 1968

FABRIQUES DE PRODUITS CHIMIQUES DE  
THANN ET DE MULHOUSE,

GOMEZ ACEBO Y MODET

p. Firmado: F. Hernández Ruiz