

24476



Int. No. 6016

411832

111832

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.-

RESIDENCIA: WILMINGTON.- Delaware 19898.- USA.-

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR DIOXI-
DO DE TITANIO PIGMENTARIO".-

Prioridad: Patente n.º del.....

MJ/S

411832



1 La presente solicitud es una continuación parcial de la solicitud de patente estadounidense copendiente serie nº 33.101, presentada el 1 de junio de 1960, cuya solicitud, ahora abandonada, es, a su vez, continuación parcial
5 de la solicitud de patente relacionada Serie nº 629.450, presentada el 26 de diciembre de 1956, ahora abandonada.

La presente invención se refiere a la producción de pigmentos de dióxido de titanio y a métodos novedosos para obtener tipos mejorados de esos pigmentos, más
10 particularmente, se refiere a métodos continuos novedosos para producir pigmentos de dióxido de titanio rutilo y por medio de la oxidación en fase de vapor de un halogenuro de titanio tal como el tetracloruro de titanio.

La preparación de dióxido de titanio pigmentario mediante la oxidación del tetracloruro de titanio en
15 estado de vapor con un gas que contiene oxígeno, es bien conocida. Se describe un procedimiento adecuado para ello en las patentes de invención estadounidenses que llevan los números 2.488.439, 2.488.440 y 2.559.638. Es conocido también
20 que desde el punto de vista económico, la producción más favorable se obtiene cuando se utiliza en el gas oxidante una concentración relativamente elevada de oxígeno. Ello se debe en gran parte a las dimensiones mucho menores del equipo necesario para la oxidación dado que los volúmenes de gas se reducen ventajosamente por la cantidad de gas nitrógeno eliminado del sistema cuando se sustituye
25 el aire por oxígeno puro. Otras economías surgen cuando el subproducto cloro de la oxidación se circula hacia la etapa de cloración del mineral de titanio donde se efectúa la manufactura del $TiCl_4$. Sin embargo, a medida que aumenta la
30

411832

20



1 concentración de oxígeno en el gas oxidante utilizando como
reaccionante, y a medida que aumenta la producción de un
reactor dado, el producto pigmentario enfriado del reactor
disminuye marcadamente en su densidad aparente. Ello es muy des
5 ventajoso, dado que requiere un aumento indeseable de las
dimensiones de los equipos requeridos para manipular los
sólidos en las etapas restantes del proceso. En consecuen-
cia, aumentan los costos y se pierden las economías que sur-
gen del aumento de capacidad de la reacción y de la reutili-
10 zación del cloro en el sistema.

Tal como se describe en las patentes a que se
ha hecho referencia, puede efectuarse un control importan-
te en la granulometría y calidad del pigmento de TiO_2 . Así,
según contemplan las patentes de invención estadounidenses
15 nrs. 2.488.439 y 2.488.440, la adición de pequeñas cantida-
des controladas de vapor de agua o formadores de agua hidro-
genados a las sustancias reaccionantes vapor de agua o $TiCl_4$
promueve la nucleación y producción de un pigmento de alta
calidad, especialmente rutilo. Sin embargo, para mayor con-
20 centración de oxígeno y el correspondiente aumento posible
de producción del mismo sistema de reactor, el subtono de
negro de humo (que constituye una medida de la granulome-
tría y de la uniformidad granulométrica) disminuye si se
mantiene constante el agua de nucleación. Si aumenta el agua
25 de nucleación, se logra alguna mejora en el subtono de ne-
gro de humo para niveles correspondientes de producción pe-
ro no suficiente para proporcionar un pigmento satisfacto-
rio bajo cualquier condición. Desventajosamente, este au-
mento del agua de nucleación impone otro aumento en el cos-
30 to del proceso porque se pierde mayor cantidad de cloro por

411832



1 formación de cloruro de hidrógeno. Otros factores determinan
tes incluyen el grado de precalentamiento de los gases reac
cionantes que entran al reactor, las temperaturas de reacción,
la relación espacial del reactor, velocidad de adición de
5 los gases reaccionantes, la rapidez de mezcla de los reac
cionantes y la rapidez de enfriamiento de la mezcla que ha
reaccionado.

Se encuentra entre los objetos de la presente
invención subsanar las desventajas y dificultades encontra
10 das en los métodos conocidos de fase de vapor para producir
pigmentos de dióxido de titanio, especialmente mediante la
oxidación continua de tetracloruro de titanio con un gas
que contiene oxígeno y proporcionar procedimientos novedo
sos y eficaces para obtener tales objetos. Se halla entre
15 los objetos particulares de la presente invención propor
cionar un método mejorado para obtener pigmento de dióxido
de titanio rutilo de alta calidad mediante reacción de oxi
dación en fase de vapor en el cual el uso de un gas que con
tiene oxígeno de alto contenido de oxígeno se utiliza para
20 extender la eficacia y reducir las cantidades de vapor de
agua de nucleación utilizadas, y proporcionar un proceso
continuo para obtener pigmento de dióxido de titanio ruti
lo pigmentario que posee mayor uniformidad en cuanto a gra
nulometría, color, mayor densidad aparente en el proceso
25 y otras cualidades deseadas.

Estos y otros objetos se satisfacen en la pre
sente invención que consiste en producir dióxido de titanio
pigmentario mediante la descomposición en fase de vapor de
un halogenuro de titanio, especialmente tetracloruro de ti
30 tanio, con un gas que contiene oxígeno a temperatura eleva

411832



1 da y en presencia de una cantidad pequeña y regulada de un nucleante de ión metálico, especialmente potasio.

5 En una realización más específica, la presente invención consiste en preparar dióxido de titanio rutilo de calidad pigmentaria haciendo reaccionar continuamente dentro de una zona de reacción cerrada relativamente restringida, mantenida a una temperatura de al menos 800°C y preferentemente dentro de un intervalo de entre aproximadamente 900 y 1.400°C, un gas oxidante precalentado que contiene de 10 a 100% de oxígeno en volumen y tetracloruro de titanio vaporizado precalentado, y efectuar dicha reacción en presencia de pequeñas cantidades de vapor de agua y potasio.

15 En una adaptación práctica y preferida de la presente invención que incluye la preparación de acuerdo con la patente de invención estadounidense nº 2.559.638 de un pigmento de TiO_2 que contiene óxido de aluminio, los reaccionantes se cargan en un reactor adecuado de tipo resistente a la corrosión en el cual puede efectuarse fácilmente la mezcla y reacción rápida. La vasija de reacción debe ser de tal diseño, construcción y dimensiones que pueda mantenerse en ella una corriente continua de sustancias reaccionantes y productos de reacción y ejercer tal control sobre las velocidades, regímenes de mezcla, temperaturas y tiempos de retención de reacción utilizados que, en promedio, dichos reaccionantes y productos permanezcan en la zona de reacción durante un período de tiempo relativamente corto y limitado. Tipos utilizables en particular de aparatos reactores, son los descritos en la patente de invención estadounidense nº 2.791.490 de Willcox. El aparato en cues-

20

25

30



411832

1 ción comprende una vasija alargada de mezcla y reacción de
sección transversal relativamente restringida y construida
de un metal de aleación resistente a la corrosión y adecua-
5 damente revestida de un material refractario tal como síli-
ce fundida, magnesia, porcelana, etc. Se realiza así la
mezcla y reacción rápidas cargando separada y continuamente
las sustancias reaccionantes bajo caudales controlados ha-
cia la zona de reacción donde se produce la mezcla y reacción
rápidas cargando una sustancia reaccionante bajo forma de
10 una corriente laminar delgada directamente en la otra sus-
tancia reaccionante y en dirección angular al eje de la co-
rriente de dicha otra sustancia reaccionante. Por ejemplo,
el tetracloruro de titanio anhidro vaporizado precalentado
que contenga aproximadamente 1% de cloruro de amonio en for-
15 ma de vapor, con respecto al TiO_2 producido, puede intro-
ducirse continua y separadamente en la zona de reacción del
aparato, zona que se mantiene dentro del intervalo de tem-
peraturas de 900 a 1400°C. Simultáneamente se carga a tra-
vés de una entrada separada en dicha zona aire precalenta-
20 do enriquecido con vapor de agua en cantidades que varían
de aproximadamente 50 a 100.000 partes por millón (con res-
pecto al TiO_2 producido) y con 0,01 a 400 partes, y parti-
cularmente de aproximadamente 1 a 5.000 partes por millón
(también con respecto al TiO_2 producido) de potasio, incor-
25 porado en el aire bajo forma de una solución acuosa de una
sal de potasio (cloruro, nitrato, sulfato, etc.). El resul-
tado es la mezcla rápida y reacción con formación de un pro-
ducto TiO_2 que contiene pequeñas cantidades de Al_2O_3 . La
suspensión gaseosa que contiene TiO_2 que sale de la reac-
30 ción a una temperatura de aproximadamente 1.150°C es en-



1 friada continua y rápidamente a menos de 600°C para evitar
el aumento indeseable de la granulometría del pigmento de
TiO₂ que, debido a la sinterización de otro modo ocurriría
y afectaría adversamente al poder de ocultación del pigmen-
5 to, la resistencia y a otras propiedades esenciales. Puede
efectuarse convencionalmente el enfriamiento rápido, inclu-
yéndose entre los métodos para ello los que se describen en
la patente de invención estadounidense nº 2.721.626. El
10 TiO₂ pigmentario producido, a una temperatura de aproxima-
damente 75-250°C, que se recupera de la operación de en-
friamiento, se separa de los gases que constituyen los sub-
productos y se somete a un tratamiento relativamente suave
de calcinación al aire a temperaturas que varían de aproxi-
15 madamente 600 a 900°C para eliminar los subproductos resi-
duales de la reacción incluso cloro libre o combinado. El
pigmento resultante se somete luego a un tratamiento con-
vencional de molienda o desintegración en seco, tal como
por ejemplo en un molino de cilindros, molino de martillos
o molino micronizador de energía de fluido. Debido a la ele-
20 vada densidad aparente uniforme del producto pigmentario du-
rante el proceso, esta etapa de molienda se lleva a cabo
más fácil y eficientemente porque dichas irregularidades re-
sultan eliminadas eficazmente y se obtiene como resultado
un pigmento de dióxido de titanio rutilo blanco de calidad
25 general excelente y mejorada. El pigmento posee caracterís-
ticas excelentes de color y textura suave y elevados valo-
res de resistencia a la tinción medidos en ensayos de ras-
pado en aceite de linaza pigmentado de azul marino, alto
poder de ocultación en preparaciones de pintura, textura
30 suave y un alto grado de uniformidad de las partículas de

411832

20



1 pequeñas dimensiones dentro del intervalo de dimensiones
óptimo, según determinación por valores de subtono de negro
de humo.

5 Debido a esta granulometría pequeña y unifor-
me, textura suave y resistencia tintórea inherentemente ele-
vada, color y opacidad, el pigmento se presta fácilmente
para utilizarlo en pinturas, esmaltes, acabados u otras
fórmulas de composiciones de recubrimiento así como deslus-
trante para rayón, nylon u otras sedas o fibras artificia-
10 les o como ingrediente pigmentario esencial en tintas de
impresión, caucho, materiales plásticos y otras aplicacio-
nes. Si el aluminio se halla presente en una cantidad de
0,5 a 2%, calculado en Al_2O_3 con respecto al TiO_2 , el pig-
mento posee propiedades elevadas de resistencia al amarilla-
15 miento y decoloración en el horno, que lo vuelve particu-
larmente adaptable para el uso en esmaltes cocidos tipo re-
frigerador o de alta temperatura, o aplicaciones similares.
Los ejemplos siguientes están destinados a proporcionar
una comprensión más clara del invento.

20 EJEMPLO I

Mediante el empleo de un reactor en fase de
vapor del tipo descrito en la mencionada patente de inven-
ción estadounidense nº 2.791.490 se realiza una serie de
ensayos bajo las condiciones variables tabuladas más ade-
25 lante. El reactor incluía un conducto tubular refractario
en el cual se introducía separadamente un gas adecuado que
contenía oxígeno. El conducto estaba dotado en su pared de
un surtidor en forma de ranura circular a través del cual
se soplabá vapor de tetracloruro de titanio dentro de la
30 comiente de oxígeno gaseoso bajo la forma de una corriente

411832



1 laminar delgada y en dirección perpendicular a la corriente
de oxígeno gaseoso por lo cual tenía lugar una mezcla
y reacción instantánea de las sustancias reaccionantes. Es-
tas últimas se introducían con caudales aproximadamente
5 estequiométricamente equivalentes y en cada caso el gas que
contiene oxígeno (con 10% de exceso de O_2) se precalentaba
a aproximadamente $1000^{\circ}C$ y el vapor de tetracloruro de ti-
tanio se precalentaba a aproximadamente $800^{\circ}C$ para obtener
una temperatura de la zona de reacción, medida por pares
10 termoeléctricos, que varía de aproximadamente 900 a $1400^{\circ}C$
ó de 1.000 a $1.600^{\circ}C$ (cálculo adiabático), según la concen-
tración de oxígeno y el caudal de producción, etc. Diversas
concentraciones y tipos de sales de control, indicadas en
la Tabla I más abajo, se incorporaron a la corriente bajo
15 forma de solución acuosa rociada en la corriente de aire
caliente inmediatamente antes de la zona de reacción. La co-
rriente de producto de reacción reactivo caliente que sale
del reactor se enfriaba rápidamente haciendo pasar la sus-
pensión hacia un conducto tubular alargado asociado, refri-
20 gerado exteriormente, de aproximadamente igual diámetro que
el reactor y en el cual las partículas de TiO_2 sólidas de
mayor tamaño que el TiO_2 presente en la suspensión de reac-
ción, se mezclaban directamente con él. El régimen de re-
frigeración era tal que el enfriamiento rápido inicial re-
25 ducía la temperatura de la corriente de producto de la reac-
ción a razón de aproximadamente $100^{\circ}C$ por segundo. El TiO_2
pigmentario producido se separaba luego de la suspensión
fría por tratamiento en equipos convencionales de separación
entre sólidos y gases, después de lo cual el producto sepa-
30 rado se introdujo en un calcinador rotativo continuo mante-

411832



1 nido a la temperatura de 700 a 800°C para eliminar los clo-
 5 ruros absorbidos y ocluidos. El TiO₂ producido pigmentario
 calcinado resultante se sometió luego a un tratamiento de
 molienda por energía de fluido para obtener como producto
 terminado el pigmento blanco de TiO₂.

TABLA I

| Ens. No | % O ₂ en Vol., resto N ₂ | Produc. de TiO ₂ (unid./h) | Comp. K usa do. | Conc.a- ditivo p. millón (1) | Agua nucl. (2) | Densi dad a- parente en proceso | STN (3) |
|---------|--|---------------------------------------|------------------|------------------------------|----------------|---------------------------------|---------|
| 1 | 33 | 125 | ---- | --- | 2 | 20 | 8 |
| 2 | 33 | 125 | KNO ₃ | 6K | 2 | 29 | 10 |
| 3 | 33 | 125 | KNO ₃ | 20K | 2 | 35 | 13 |
| 4 | 37 | 140 | ---- | 0 | 3 | 15 | 7½ |
| 5 | 37 | 140 | KCl | 30K | 3 | 35 | 13 |
| 6 | 37 | 150 | KCl | 47K | 3 | 38 | 14 |
| 7 | 41 | 135 | ---- | 0 | 3,5 | 20 | 7½ |
| 8 | 41 | 135 | KNO ₃ | 12K | 3,5 | 33 | 10½ |
| 9 | 41 | 135 | KNO ₃ | 23K | 3,5 | 36 | 11½ |
| 10 | 41 | 135 | ---- | 0 | 7 | 18 | 9 |
| 11 | 41 | 150 | KCl | 15K | 3 | 35 | 10 |
| 12 | 52 | 190 | ---- | 0 | 4 | 14 | 6½ |
| 13 | 52 | 180 | KCl | 15K | 4 | 23 | 8 |
| 14 | 52 | 180 | KCl | 10K | 3 | 28 | 8 |
| 15 | 52 | 180 | KCl | 15K | 1,5 | 32 | 8 |
| 16 | 52 | 180 | KCl | 10K | 0,2 | 32 | 8 |
| 17 | 100 | 230 | ---- | 0 | 3 | 14 | 2 |
| 18 | 100 | 205 | KCl | 10K | 4 | 28 | 7 |
| 19 | 41 | 135 | ---- | 0 | 3,5 | 20 | 7½ |
| 20 | 41 | 135 | KNO ₃ | 12K | 3,5 | 33 | 10½ |
| 21 | 41 | 150 | KCl | 10K | 2,5 | 32 | 10 |

411832

20



1

TABLA I (continuación)

| | | | | | | | | |
|----|-----|----|-----|---|-------|-----|----|-----|
| | 22 | 41 | 145 | K ₂ SO ₄ | 11K | 3 | 30 | 9 |
| | 23 | 41 | 180 | K ₂ HPO ₄ | 12K | 2,5 | 29 | 10 |
| | 24 | 41 | 170 | KOH | 10K | 2,5 | 23 | 8 |
| 5 | 24A | 52 | 200 | KC ₂ H ₃ O ₂ | 11K | 4 | 27 | 9 |
| | 25 | 52 | 160 | KCl | 3K | 3,5 | 25 | 8 |
| | 26 | 52 | 160 | KCl | 25K | 3,5 | 26 | 8½ |
| | 27 | 52 | 160 | KCl | 75K | 5 | 26 | 10 |
| | 28 | 52 | 160 | KCl | 250K | 7 | 34 | 12½ |
| 10 | 29 | 52 | 160 | KCl | 750K | 7,5 | 38 | 12 |
| | 30 | 41 | 170 | KCl | 0,05K | 2,5 | 23 | 7½ |
| | 31 | 41 | 140 | KCl | 0,1K | 1,5 | 23 | 8 |
| | 32 | 41 | 135 | KCl | 0,1K | 3,0 | 22 | 7½ |
| | 33 | 41 | 135 | KCl | 0,02K | 4,5 | 23 | 8 |
| 15 | 34 | 41 | 135 | KCl | 0,03K | 4,5 | 23 | 9 |
| | 35 | 63 | 160 | KCl | 6K | 3,0 | 27 | 8 |
| | 36 | 63 | 160 | KCl | 6K | 3,0 | 25 | 8 |

20

(1) Con respecto al TiO₂ producido.

(2) Los valores dados multiplicados por 10.000 equivalen a partes por millón con respecto al TiO₂ producido.

(3) Subtono de negro de humo.

EJEMPLO II

25

En otra serie de ensayos se emplearon varios nucleantes de ión metálico, consignados en la siguiente Tabla II, en la producción de un pigmento de TiO₂ en un reactor en fase de vapor de operación continua construido según se describe en el Ejemplo I, para obtener los valores de densidad aparente y subtono de negro de humo (STN) que

30

411832

20 FEB



1 se consignan. En tal operación, una corriente de vapor de
tetracloruro de titanio, calentada a 740°C, se hizo reac-
cionar a 900-1.400°C, con una corriente de aire y oxígeno
5 (equivalente a 43% de O₂ en volúmen) que se había calenta-
do a una temperatura de aproximadamente 1.070°C. El nucle-
ante-ión-metálico se introdujo como solución acuosa en la
corriente de oxígeno gaseoso cargada en el reactor. El oxí-
geno utilizado se encontraba en ligero exceso (20 a 30%)
con respecto a los equivalentes estequiométricos y el TiO₂
10 se producía a razón de 115 unidades de producción por hora.
El vapor de agua total (corriente de nucleación) agregado
a la corriente de aire incluye el agua en la cual estaba
disuelta la sal de nucleación de ión metálico, y se man-
tenía dentro del intervalo de 0,9 y 1,1 kilogramos de H₂O
15 por cada 100 kilogramos de TiO₂ producido.

Las cantidades de sales metálicas indicadas y
utilizadas se basan sobre el ión metálico, y varían de 10
a 1000 partes por millón. Se tomaron muestras de la tubería
de descarga refrigerada del reactor que representan los
20 productos obtenidos con diversos niveles de nucleación, y
se calcinaron a la temperatura de 600°C para eliminar el
cloro residual. Antes de realizar estos ensayos, se condu-
jo el ensayo nº 40 de la Tabla en el cual no se hallaba
presente nucleante de ión metálico con el objeto de obtener
25 un nivel básico de subtono de negro de humo y densidad apa-
rente del pigmento. La solución acuosa que contiene el nu-
cleante ión metálico se agregaba a la corriente de aire a
través de una tubería de metal refractario refrigerada por
agua inmediatamente antes de su introducción en el reactor
30 de manera que la solución se introdujera en la corriente de

411832

20



1 aire en un punto cercano a su centro.

TABLA II

| | Ens. No. | Comp. agregado | p.p. millón ión metálico | Densidad aparente en peso. | STN |
|----|----------|---------------------------------|--------------------------|----------------------------|-----|
| 5 | 40 | nada | nada | 24 | 7½ |
| | 41 | LiCl | 50 | 31 | 12 |
| | 42 | LiCl | 200 | 26 | 12 |
| | 43 | LiCl | 1.000 | 25 | 11½ |
| | 44 | NaCl | 10 | 28 | 9½ |
| 10 | 45 | NaCl | 50 | 30 | 11 |
| | 46 | NaCl | 200 | 30 | 12 |
| | 47 | NaCl | 1.000 | 30 | 11½ |
| | 48 | KCl | 10 | 30 | 9½ |
| | 49 | KCl | 50 | 32 | 13 |
| 15 | 50 | KCl | 200 | 33 | 14 |
| | 51 | KCl | 1.000 | 37 | 16 |
| | 52 | RbCl | 10 | 34 | 12 |
| | 53 | RbCl | 50 | 36 | 15 |
| | 54 | RbCl | 200 | 35 | 17 |
| 20 | 55 | RbCl | 1.000 | 41 | 17½ |
| | 56 | CS ₂ CO ₃ | 10 | 26 | 11½ |
| | 57 | CS ₂ CO ₃ | 50 | 27 | 14½ |
| | 58 | CS ₂ CO ₃ | 200 | 30 | 14 |
| | 59 | CS ₂ CO ₃ | 1.000 | 37 | 14½ |
| 25 | 60 | CaCl ₂ | 10 | 32 | 11 |
| | 61 | CaCl ₂ | 50 | 31 | 14½ |
| | 62 | CaCl ₂ | 200 | 30 | 17½ |
| | 63 | CaCl ₂ | 1.000 | 31 | 19 |
| | 64 | SrCl ₂ | 50 | 32 | 12 |
| 30 | 65 | SrCl ₂ | 200 | 33 | 12 |

34476

411832 20



TABLA II (continuación)

| | | | | | |
|---|----|-------------------|-------|----|-----|
| 1 | 66 | SrCl ₂ | 1.000 | 29 | 15 |
| | 67 | BaCl ₂ | 200 | 30 | 10½ |
| | 68 | BaCl ₂ | 1.000 | 30 | 12 |
| 5 | 69 | CeCl ₃ | 10 | 29 | 9½ |
| | 70 | CeCl ₃ | 50 | 29 | 10 |
| | 71 | CeCl ₃ | 200 | 28 | 10½ |
| | 72 | CeCl ₃ | 1.000 | 29 | 11 |

10

EJEMPLO III

15

20

25

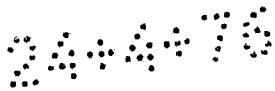
30

En este ejemplo se empleó un reactor construido en general de acuerdo con lo que muestra la patente de invención estadounidense nº 2.791.490, que tenía una zona de reacción cilíndrica de 432 milímetros de diámetro modificada sin embargo, para obtener, según se describe en la patente de invención estadounidense nº 2.915.367, una sección de pared de zona de reacción porosa inmediatamente después del surtidor ranurado de mezcla de manera que pudiera introducirse cloro a través de los poros para evitar precipitación en las paredes de la zona de reacción y obtener refrigeración. Adecuadamente se asociaba al reactor un dispositivo de intercambio de calor que proporcionaba continuamente guijarros calientes capaces de calentar el oxígeno necesario para introducirlo en el reactor a la temperatura de 1.300°C. Los medios para precalentar el reaccionante TiCl₄ e introducir una solución de cloruro de potasio en el gas oxidante se dispusieron juntamente con un dispositivo para agregar cloruro de aluminio al TiCl₄ de acuerdo con el método descrito en la patente de invención estadounidense nº 2.790.704.

- 10 -
411832



1 Inicialmente, se dosificaron en el calefac-
tor de guijarros 1.512 kilogramos por hora de oxígeno co-
mercialmente puro y 2.785 kilogramos por hora de aire seco
5 donde se calentaron a 1.300°C y se hicieron pasar a través
del reactor para calentarlo a la temperatura de trabajo.
Se hizo luego circular a través de la sección porosa de la
pared del reactor cloro a razón de aproximadamente 2.268
kilogramos por hora. Se vaporizó separadamente la sustan-
cia reaccionante tetracloruro de titanio destilado fraccio-
10 nalmente, purificado químicamente y se calentó a 450°C y
se trató con AlCl_3 para obtener 1% de Al_2O_3 sobre el TiO_2
producido, y esta sustancia reaccionante se introdujo a tra-
vés de la entrada en forma de ranura en el reactor a razón
de 11,1 toneladas de TiCl_4 por hora. Se inyectaron 18,1 li-
15 bras por hora de vapor de agua en la corriente de oxígeno-
aire caliente y se roció una solución acuosa que contenía
3,83 gramos de KCl por litro en la corriente de oxígeno ga-
seosa caliente a razón de 8,8 litros por hora. La reacción
con el TiO_4 y oxígeno caliente en la zona de reacción a
20 1.000°C era espontánea. La corriente de producto que conte-
nía TiO_2 pigmentario se enfrió y se recogió el pigmento a
razón de 4,49 toneladas por hora o sea un rendimiento de
99% con respecto al TiCl_4 . Los cloruros residuales se eli-
minaron del pigmento por calcinación en el aire. El produc-
25 to pigmentario resultante era un TiO_2 rutilo pigmentario
de buena calidad que tenía una densidad aparente de 0,48
 g/cm^3 y un subtono de negro de humo (SPN) de 10 en contras-
te con una densidad aparente del producto de 0,288 g/cm^3 y
un valor de subtono de negro de humo de 5 cuando se reali-
30 zaba el proceso sin el empleo del nucleante KCl.



411832 20



1

Si se variaban las condiciones de este ejemplo empleando una solución de KCl con una concentración de 19 gramos por litro, el TiO_2 producido daba una densidad aparente de $0,56 \text{ g/cm}^3$ y un valor de subtono de negro de humo de 14.

5

10

15

20

25

30

Los valores de subtono de negro de humo (STN) consignados precedentemente, se determinaron siguiendo los métodos descritos en la patente de invención estadounidense nº 2.488.440 utilizando una clasificación o valor de 10 en lugar de 100 como en el caso de dicha patente. Un valor de subtono de negro de humo de 6 representa un pigmento de calidad aceptable, mientras que un producto preferido presenta un valor de subtono de negro de humo del orden de 8-16 ó mayor. "Densidad aparente" es la densidad de un material pigmentario sin compactar, mientras que "en proceso" es el material antes de someterlo a trituration final. Preferentemente, los valores de densidad aparente en proceso de acuerdo con la presente invención varían de $0,32$ a $0,64 \text{ g/cm}^3$. Un material pigmentario que tenga reducida densidad aparente, menor de por ejemplo 15 g/cm^3 da por resultado só lidos de muy difícil manipulación en las etapas de acabado del pigmento, especialmente cuando se emprende el tratamiento con el molino de energía de fluido. Si se obtienen valores más elevados (superiores al intervalo preferido indicado), el producto pigmentario presenta características reducidas de fluidez y por lo tanto puede provocar una obstrucción o detención desventajosa del equipo. Con un material pigmentario que tenga el valor de densidad aparente elevado obtenible de acuerdo con la presente invención y como consecuencia de una muy elevada adición de ión metáli-

411832



1 co de nucleación a la corriente de oxígeno, puede fácilmente
2 emprenderse el recurso al acabado en húmedo y en lugar
3 de un tratamiento de calcinación para eliminar el cloro
4 absorbido y el potasio retenido u otras sales de ión metá-
5 lico, y producir un pigmento que posea características de
6 lustre satisfactorias.

7 Aún cuando en los ejemplos se han descrito
8 realizaciones particulares, la presente invención no se en-
9 cuentra limitada a ellas. Así, aún cuando se ha recurrido
10 a compuestos específicos de potasio y otros metales para
11 proporcionar el nucleante iónico deseado, se contempla en
12 general el empleo de los metales alcalinos sodio, potasio,
13 litio, rubidio y cesio, los metales alcalinotérreos cal-
14 cio, estroncio y bario, y el metal cerio o sus diversas
15 mezclas o combinaciones. De esos metales, se prefieren el
16 potasio, calcio, rubidio y cerio para obtener efectos be-
17 neficiosos óptimos de acuerdo con la presente invención.
18 Esos metales pueden agregarse en su estado elemental bajo
19 forma de vapor, líquido o sólido, o como compuestos diver-
20 sos inorgánicos u orgánicos solubles o insolubles. Por
21 ejemplo, además de los compuestos metálicos solubles en
22 agua mencionados en dichos ejemplos, pueden emplearse los
23 diversos nitratos, halogenuros (cloruros, bromuros, yodu-
24 ros, fluoruros) sulfatos, fosfatos, carbonatos, silicatos,
25 acetatos, alcoholatos, benzoatos, hidróxidos y óxidos de
26 los metales mencionados, o mezclas convenientes y útiles de
27 tales compuestos.

28 La cantidad de compuesto de potasio o de otro
29 ión nucleante metálico que se contempla en el empleo de
30 acuerdo con la presente invención, puede variar. Así, en

34476



411832

20

1 un proceso en el cual el pigmento enfriado procedente del
 reactor se calcina en el aire para eliminar el cloro re-
 5 sidual o se recurre al tratamiento por vía húmeda para eli-
 minar el cloro y potasio residual ocluido u otro metal adi-
 cional que permanece en el pigmento, pueden emplearse can-
 tidades que varían de 0,01 a 10.000 partes por millón, con
 respecto al TiO_2 producido. Una cantidad preferida es la
 que varia de aproximadamente 1 a 5.000 partes en peso con
 respecto al TiO_2 . El tratamiento por vía húmeda o acuosa
 10 arriba mencionado incluye triturar el TiO_2 pigmentario en
 medio acuoso, decantar o filtrar para obtener el pigmento
 sustancialmente libre de sales solubles en agua, especial-
 mente cloro o cloruros.

15 Tal como se ha mencionado, el ión potasio o
 de otro metal que se utiliza como nucleante se agrega pre-
 ferentemente o incorpora en la corriente de oxígeno gaseo-
 so reaccionante introducido en el reactor, ya sea en forma
 de un sólido finamente dividido, bajo forma de solución,
 como solución no acuosa, como sal fundida, o en dispersión
 20 coloidal. Si se desea, puede introducirse directamente en
 la zona de reacción o en las sustancias reaccionantes mez-
 cladas o mientras se están mezclando inmediatamente antes
 de la llama verdadera de la reacción. Algunas veces la pre-
 cipitación de sólidos en las zonas de entrada del reactor
 25 se evita introduciendo un tercer gas inerte entre las co-
 rrientes entrantes al reactor. Esta corriente de gas sepa-
 rador puede servir para transportar los iones metálicos o
 sus compuestos que se utilizan en la presente invención.
 30 Soluciones de diversas sales de estos metales pueden ro-
 ciarse en la corriente gaseosa y conducirse hacia la reac-

411832

20 FEB 1973



1 ción bajo la forma de niebla. También, especialmente en el
caso de halogenuros alcalinos, pueden transportarse como
sólidos finos o humos. Cuando el gas separador es inerte tal
5 como argón puede transportar los metales alcalinos en for-
ma de vapor elemental mediante medios de inyección adecua-
dos o recurriendo a cualquier otro medio deseado. Antes
de la mezcla, preferentemente se agrega a la corriente de
gas oxidante una pequeña cantidad controlada de vapor de
10 agua, que varía desde aproximadamente 50, a 100.000 partes
por millón, con respecto al TiO_2 producido. Toda el agua
utilizada como disolvente para el ión de potasio u otro
metal se considera en la humedad total agregada como agua
para la nucleación. Cualquier compuesto orgánico que con-
15 tenga hidrógeno utilizado como medio líquido, tal como por
ejemplo el benceno, se quema formando agua y actúa también
como agua de nucleación.

El ión de potasio u otro metal o el compuesto
agregado puede utilizarse además o en lugar de la nuclea-
ción por agua. Dado que en el caso del potasio ese catión
20 es el agente eficaz, pueden emplearse compuestos que tienen
varios aniones. Preferentemente se emplea un anión inorgáni-
co u orgánico que no posea efecto colorante indeseable so-
bre el dióxido de titanio, dado que normalmente el producto
deseado es del color más blanco y más estable obtenible.
25 Por ejemplo, cuando se utiliza K_2CrO_4 como fuente de ión
potasio, puede lograrse un pigmento de dióxido de titanio
con un matiz amarillento. Por consiguiente, aún cuando es-
tos tipos de compuestos son utilizables, no se emplean cuan-
do se desea evitar esa coloración indeseable.

30 Aún cuando la presencia de vapor de agua no



411832

20

1 es esencial para producir pigmentos buenos cuando se uti-
lizan los agentes de acuerdo con la presente invención, el
empleo de soluciones acuosas de las sales solubles prefe-
5 rentemente unos cloruros proporcionan un medio excelente
de controlar las propiedades del producto y compensar las
variaciones en otras condiciones del proceso que ocurren
a pesar de la cuidadosa vigilancia. Por ejemplo, la canti-
dad de una solución salina dada que se utiliza, puede va-
riarse para mantener constante el valor del subtono de ne-
10 gro de humo; Para obtener un control más exacto sin variar
la cantidad de agua utilizada, pueden suministrarse dos so-
luciones salinas de concentración diferente, y mezclarlas
a voluntad bajo consumo de agua constante. Estas soluciones
se preparan cuidadosamente, en general, con agentes puros.
15 Sin embargo, puede tolerarse la presencia de otras sustan-
cias que no sean perjudiciales. También son eficaces las
mezclas de sales. Las soluciones y salmueras naturales que
contengan las sales de metales alcalinos y alcalinotérreos
que estén libres de iones colorantes, pueden utilizarse
20 una vez clarificadas de limo y otros residuos.

Aún cuando se han mencionado gases oxidantes
específicos, en general se contempla el empleo de oxígeno,
aire, aire enriquecido con oxígeno, o mezclas de oxígeno o
aire con varios gases inertes tales como nitrógeno, CO₂ y
25 similares. Estos gases preferentemente contienen cantida-
des controladas de vapor de agua que varían de 0,1 a 3% ó
de por ejemplo, 0,05 a 10%, con respecto al volúmen total
de reaccionantes gaseosos introducidos en la zona de reac-
ción y de acuerdo con lo que describe la patente de inven-
30 ción estadounidense nº 2.488.439. Si se utilizan los medios

411832

20



1 oxidantes, el proceso opera preferentemente con cantidades
de gas oxidante suficientes para proporcionar un producto
gaseoso que contiene aproximadamente 30% en volúmen de Cl_2 ,
cuando se utiliza aire como fuente de oxígeno, y 90-95%
5 cuando se emplea oxígeno gaseoso.

Normalmente la reacción de oxidación se con-
duce a presiones sustancialmente atmosféricas, pero, si se
desea, puede recurrirse a presiones super o sub atmosféri-
cas. El periodo de tiempo de retención de sustancias reac-
10 cionantes y productos de reacción dentro de la zona de reac-
ción es también importante para la producción de productos
de calida pigmentaria. En general, el tiempo de retención
de todos los reaccionantes dentro de la zona de mezcla y
reacción no debe exceder de aproximadamente 5 segundos ni
15 ser menor de aproximadamente 0,01 segundo, encontrándose
la duración preferida para obtener un pigmento de TiO_2 de
óptima calidad dentro del intervalo de 0,05 a 1 segundo.

El tetracloruro de titanio utilizado incluye
preferentemente un material anhidro de alta pureza libre
20 de contaminantes indeseables tales como vanadio, hierro,
cobre, etc., con el objeto de asegurar la producción del
pigmento que presente características excepcionalmente ele-
vadas de blancura y lustre.

La acción de nucleación del potasio y los
25 otros metales mencionados en cantidades muy pequeñas en la
corriente de oxígeno gaseoso difiere de la del agua y en al-
gunos aspectos complementan al agua que se halla presente
en la sustancia reaccionante. No solamente se obtiene de
esa manera el efecto ventajoso del agua aisladamente sobre
30 las propiedades del pigmento, incluso la resistencia tintó-

411832



1 rea, poder de ocultación, color, lustre, sino que también
se ejerce un efecto controlable sobre el tamaño final de
las partículas de pigmento según demuestran los valores
5 datos de subtono de negro de humo y densidad aparente en
proceso. Por ejemplo, se ha descubierto que para un conjun-
to dado de condiciones al aumentar la adición de agua, la
densidad aparente en proceso disminuye mientras que aumen-
ta cuando aumenta la adición de ión de potasio u otro me-
tal.

10 Aun cuando el procedimiento se ha descrito
haciendo referencia a la mezcla y reacción de corrientes
de oxígeno y tetracloruro de titanio vaporizado en un reac-
tor del tipo de conducto con utilización de un surtidor de
ranura circular para introducir una sustancia reaccionante
15 en el seno de la otra, es simplemente preferible para ob-
tener una mezcla y reacción sustancialmente instantáneas.
Se contempla el uso de otras formas y medios de mezcla con-
tinua para efectuar la reacción deseada. Por ejemplo, las
sustancias reaccionantes, después de agregar separadamente
20 o incorporar de otro modo el reactivo de ión metálico que
se desea, de acuerdo con la realización preferida, pueden
mezclarse en la intersección angular de dos o más tubos
que introducen las sustancias reaccionantes en una cámara
de reacción tubular y, si se desea, esta mezcla de las sus-
25 tancias reaccionantes puede conducirse con ayuda de panta-
llas adecuadas y cuando las sustancias reaccionantes emer-
gen en corrientes simultáneas hacia esa cámara de reacción.

30 La acción de los nucleantes de ión metálico
y sus diversos compuestos utilizados en la presente inven-
ción se ha descrito frecuentemente como nucleación. No es

411832

20 FEB



1 esta necesariamente la manera en que afectan a las particu-
las de pigmento. La nucleación es un concepto clásico del
control de la dimensión de las partículas y probablemente
desempeña un papel en este caso especialmente cuando los
5 metales se encuentran en estado iónico. Es posible también
que estas sustancias actúen como inhibidores del crecimien-
to. Aún cuando se cree que si bien estos iones pueden es-
tar presentes, las sales pueden disociarse a la temperatu-
ra de reacción y llevar a cabo su función en forma de áto-
10 mos libres, como catalizadores de radicales libres. En am-
bos casos, el modo de operar no perjudica a su utilidad en
el proceso de acuerdo con lo que se reivindica en la pre-
sente invención.

15 Las ventajas del invento son numerosas, por-
que se obtienen una sustitución mayor de oxígeno con propie-
dades comparables del producto, producciones mayores en los
equipos existentes, limitados por el volúmen de sustancias
inertes que deben ser calentadas, refrigeradas y transpor-
tadas. Además, se obtiene economía mucho mayor en la cons-
20 trucción del aparato y mucho mayor versatilidad con lo que
respecta a la producción de un reactor dado. Se obtiene fá-
cilmente un aumento de los valores de subtono de negro de
humo hasta niveles hasta ahora inalcanzables sin aumentos
severos del costo. Debido a que el agua de nucleación pue-
25 de ser reducida considerablemente a causa del empleo de po-
tasio u otros metales de nucleación, que se considera nove-
doso, se forma mucho menos ácido clorhídrico y resulta una
economía de cloro debido a que se evita una pérdida muy
apreciable de cloro. Esto resulta especialmente cierto
30 cuando se opera con velocidades de oxígeno relativamente ele

411832

20



1973

1 vadas. Otra ventaja reside en el control que se efectúa de
la densidad aparente en proceso. Ello permite la produc-
ción de un producto más uniforme con respecto al subtono
de negro de humo, densidad aparente e indirectamente lus-
5 tre, que no se obtiene cuando se recurre solamente a la nu-
cleación realizada con agua. Así, se logra una simplifica-
ción de los problemas del control operativo en el enfria-
miento del producto de reacción, separación de los gases
subproductos de la reacción, alimentación del equipo de
10 molienda, y reducción de los costos de producción. También
la adición separada del aditivo y el vapor de nucleación
permite controlar el subtono de negro de humo y la densidad
independientemente según sea necesario de acuerdo con las
especificaciones de calidad y condiciones operativas. Fi-
15 nalmente, se evitan las dificultades de transporte y obtu-
ración del aparato causadas por una densidad aparente re-
ducida.

En resumen, la Patente de Introducción que se solicita, deberá recaer sobre las siguientes:

20

REIVINDICACIONES

25

30

1. Un procedimiento para producir dióxido de titanio pigmentario que presenta propiedades mejoradas de densidad aparente en proceso y subtono de negro de humo, que consiste en hacer reaccionar tetracloruro de titanio y un gas que contiene oxígeno en fase de vapor a una temperatura en la zona de reacción de al menos 800°C, en presencia de aproximadamente 50 a 100.000 partes por millón, con respecto al TiO_2 producido, de vapor de agua, y de aproximadamente 0,01 a 10.000 partes por millón, con respecto al TiO_2 , de un nucleante de ión metálico seleccionado den-

411832

20



1 tro del grupo consistente en sodio, potasio, litio, rubidio,
 dio, cesio, calcio, bario, estroncio y cerio, y recuperar
 luego el pigmento de dióxido de titanio resultante.

5 2. Un procedimiento para producir dióxido
 de titanio rutilo pigmentario que presenta propiedades me-
 joradas de densidad aparente en proceso y subtono de negro
 de humo, que consiste en hacer reaccionar tetracloruro de
10 titanio y un gas que contiene oxígeno dentro de una zona de
 reacción cerrada a unas temperaturas que varían desde apro-
 ximadamente 800 a 1.400°C, en presencia de aproximadamente
 50 a 100.000 partes por millón, con respecto al TiO_2 pro-
 ducido, de vapor de agua y desde aproximadamente 1 a 5.000
15 partes por millón con respecto a dicho TiO_2 de un nucleante
 de ión metálico seleccionado dentro del grupo consisten-
 te en sodio, potasio, litio, rubidio, cesio, calcio, bario,
 estroncio y cerio y recuperar luego el pigmento de dióxido
 de titanio resultante.

20 3. Un procedimiento para producir pigmento
 de dióxido de titanio que presenta propiedades mejoradas
 de densidad aparente en proceso y subtono de negro de humo
 que consiste en hacer reaccionar en fase de vapor, en pre-
 sencia de aproximadamente 0,1% a 3%, con respecto al TiO_2 ,
 de vapor de agua, tetracloruro de titanio y un gas que con-
25 tiene oxígeno como sustancias reaccionantes, efectuando di-
 cha reacción a una temperatura de 800 a 1.400°C, incorpo-
 rando a una de las sustancias reaccionantes, antes de di-
 cha reacción de 0,01 a 10.000 partes por millón, con res-
 pecto al TiO_2 , de un compuesto formador de nucleante de
30 ión metálico de un metal seleccionado dentro del grupo con-
 sistente en sodio, potasio, litio, rubidio, cesio, calcio,



411832²⁰

1 bario, estroncio y cerio, y recuperar luego el pigmento de dióxido de titanio resultante.

5 4. Un procedimiento para producir pigmento de dióxido de titanio rutilo que presenta propiedades me-
5 joradas de densidad aparente en proceso y subtono de negro de humo, que consiste en hacer reaccionar en fase de vapor, en presencia de aproximadamente 0,1 por ciento a 3 por cien-
10 to con respecto al TiO_2 de vapor de agua, tetracloruro de titanio y un gas que contiene oxígeno, efectuar dicha reac-
15 ción a unas temperaturas que varían de 900 a 1.400°C, in-
corporar a dicha sustancia reaccionante oxígeno gaseoso an-
tes de dicha reacción desde aproximadamente 1 a 5.000 par-
tes por millón, con respecto al pigmento de TiO_2 producido,
de un nucleante de ión de potasio, y recuperar luego el
pigmento de dióxido de titanio producido.

20 5. Un procedimiento para producir pigmento de dióxido de titanio rutilo que presenta propiedades me-
25 joradas de densidad aparente en proceso y subtono de negro de humo, que consiste en hacer reaccionar en fase de vapor, en presencia de aproximadamente 0,1 por ciento a 3 por cien-
to con respecto al TiO_2 de vapor de agua, tetracloruro de titanio y un gas que contiene oxígeno a unas temperaturas que varían de 900 a 1.400°C incorporando antes de dicha
reacción en dicha sustancia reaccionante oxígeno gaseoso
de aproximadamente 1 a 5.000 partes por millón, con res-
pecto al pigmento de TiO_2 producido, de un nucleante de
ión calcio, y recuperar luego el pigmento de dióxido de ti-
tanio producido.

30 6. Un procedimiento para producir pigmento de dióxido de titanio rutilo que presenta propiedades mejora



411832

1 das de densidad aparente en proceso y subtono de negro de
humo que consiste en hacer reaccionar en fase de vapor, en
presencia de aproximadamente 0,1 por ciento a 3 por ciento
con respecto al TiO_2 de vapor de agua, tetracloruro de ti-
5 tanio y un gas que contiene oxígeno a unas temperaturas que
varian de 900 a 1.400°C, incorporando antes de dicha reac-
ción a dicho reaccionante oxígeno gaseoso desde aproxima-
damente 1 a 5.000 partes por millón, con respecto al pig-
mento de nucleante de ión cerio, y recuperar luego el pig-
10 mento de dióxido de titanio producido.

7. Un procedimiento para producir pigmento
de dióxido de titanio rutilo que presenta propiedades mejo-
radas de densidad aparente en proceso y subtono de negro
de humo, que consiste en hacer reaccionar en fase de vapor,
15 en presencia de aproximadamente 0,1% a 3% , con respecto
al TiO_2 , de vapor de agua y desde aproximadamente 1 a 5.000
partes por millón, con respecto al TiO_2 , de potasio como
cloruro de potasio, tetracloruro de titanio y un gas que
contiene oxígeno a temperaturas que varían de 900 a 1400°C
20 y recuperar luego el pigmento de dióxido de titanio produ-
cido.

8. Un procedimiento para producir dióxido
de titanio rutilo que presenta propiedades mejoradas de
densidad aparente y subtono de negro de humo que consiste
25 en descomponer dentro de una zona de reacción cerrada, man-
tenida a una temperatura desde 800 a 1.400°C, tetracloruro
de titanio calentado vaporizado que contiene aproximadamen-
te 1%, con respecto al TiO_2 producido, de cloruro de alumi-
nio, con un gas oxidante caliente que contiene 10 a 100%
30 en volúmen de oxígeno, con respecto al volúmen total de gas

411832

20 FEB 1950



1 oxidante, desde 50 a 100.000 partes por millón de vapor de
agua, efectuar dicha descomposición en presencia de 1 a
5.000 partes por millón, con respecto al dióxido de tita-
nio, de un nucleante de ión metálico seleccionado dentro
5 del grupo consistente en sodio, potasio, litio, rubidio,
cesio, calcio, bario, estroncio y cerio, retirar rápida-
mente los productos de reacción formados en dicha zona y
someterlos a enfriamiento rápido, separar el producto de
reacción de TiO_2 enfriado de los gases subproductos, eli-
10 minar el cloro ocluido del producto TiO_2 separado y frio,
y recuperar el dióxido de titanio rutilo producido.

9. Un procedimiento para producir dióxido
de titanio rutilo que presenta propiedades mejoradas de den-
sidad aparente en proceso y subtono de negro de humo que
15 consiste en descomponer dentro de una zona de reacción ce-
rrada, mantenida a una temperatura de 800 a 1.400°C, tetra-
cloruro de titanio, vaporizado caliente que contiene apro-
ximadamente 1 por ciento, con respecto al TiO_2 producido,
de cloruro de aluminio, con un gas oxidante caliente que
20 contiene 10 a 100 por ciento en volúmen de oxígeno, con
respecto al volúmen total de gas oxidante, de 50 a 100.000
partes por millón de vapor de agua y 1-5.000 partes por
millón, con respecto al dióxido de titanio, de un nuclean-
te de ión metálico seleccionado dentro del grupo consisten-
25 te en sodio, potasio, litio, rubidio, magnesio, cesio, ba-
rio, estroncio y cerio, retirar rápidamente de dicha zona
de reacción los productos que allí se forman y someterlos
a enfriamiento rápido, separar el producto TiO_2 frio y los
gases subproductos de la reacción, calcinar al aire el TiO_2
30 producido separado a una temperatura de aproximadamente 600

411832

20



1 a 900°C y enfriar luego y recuperar el pigmento de óxido de
titanio rutilo producido.

5 10. Un procedimiento para producir dióxido de
titanio rutilo que consiste en cargar separada y continua-
mente en una zona de reacción mantenida a unas temperatu-
ras que varían desde aproximadamente 800 a 1.400°C para
su mezcla y reacción rápidas, una corriente de tetracloru-
ro de titanio caliente vaporizada que contiene aproximada-
mente 1%, con respecto al TiO_2 producido, de cloruro de
10 aluminio, y una corriente caliente de un gas oxidante que
contiene aproximadamente 10 a 100% en volumen de oxígeno,
con respecto al volumen total de dicho gas oxidante, desde
50 a 100.000 partes por millón de vapor de agua y desde
aproximadamente 1 a 10.000 partes por millón, con respec-
to al TiO_2 , de un nucleante de ión metálico seleccionado
15 dentro del grupo consistente en sodio, potasio, litio, ru-
bidio, cesio, calcio, bario, estroncio y cesio, enfriar
rápidamente el producto de reacción resultante que contie-
ne TiO_2 al descargarlo desde dicha zona, separar el pro-
ducto TiO_2 enfriado de los subproductos gaseosos de la
20 reacción, eliminar el cloro producto de la reacción ocu-
rido del TiO_2 separado y enfriado sometiendo dicho TiO_2 a
tratamiento en medio acuoso, y recuperar el dióxido de ti-
tanio pigmentado resultante producido.

25 11. Un procedimiento para producir TiO_2 pig-
mentario que tiene propiedades mejoradas con respecto a su
densidad aparente en proceso y subtono de negro de humo que
consiste en hacer reaccionar en fase de vapor dentro de una
zona de reacción cerrada a unas temperaturas que varían de
30 900 a 1.400°C y en presencia de 0,1 a 3%, con respecto al



411832

20

1 TiO_2 de vapor de agua nucleante, $TiCl_3$ con un gas que con-
tiene oxígeno a cuyo gas se ha agregado desde 1 a 5.000
partes por millón, también con respecto al TiO_2 , de un nu-
cleante de potasio, y recuperar el TiO_2 resultante produ-
5 cido.

12. Un procedimiento para producir TiO_2 pig-
mentario que tiene propiedades mejoradas con respecto a la
densidad aparente en proceso y subtono de negro de humo
que consiste en hacer reaccionar en fase de vapor, dentro
10 de una zona de reacción cerrada a temperaturas que varían
de 900 a 1.400°C y en presencia de desde 0,1 a 3% con res-
pecto a dicho TiO_2 , de vapor de agua nucleante, $TiCl_4$ que
contiene aproximadamente 1 por ciento, con respecto al
 TiO_2 , de cloruro de aluminio, con un gas que contiene oxí-
15 geno a cuyo gas se ha agregado de 1 a 5.000 partes por mi-
llón, también con respecto a dicho TiO_2 , de un nucleante
de potasio, y luego terminar por vía húmeda y recuperar el
 TiO_2 resultante producido.

13. Se reivindica por último, como objeto
20 sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que
se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR DIOXIDO DE
TITANIO PIGMENTARIO".

Todo conforme queda descrito y reivindicado
25 en la presente Memoria descriptiva que consta de treinta
páginas mecanografiadas.

Madrid, 20 Febrero 1973
BERNARDO UNGRIA

P. B.

30