

414455

P.- 54.128

22 JUN



JR/BM/P.253
Case No. 329/335
(cognate)

F.C. 31-V-75

Memoria descriptiva

Int. Cl.: C09C // C01G

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BRITISH TITAN LIMITED

entidad / ~~de nacionalidad~~ británica

con domicilio en Haverton Hill Road, Billingham, Teesside,
Inglaterra

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE DIOXIDO DE TI
TANIO PIGMENTARIO"

(Clase Internacional C01g C09c)



La presente invención consiste en un procedimiento para la producción de dióxido de titanio pigmentario.

El procedimiento más comúnmente usado para la producción de dióxido de titanio pigmentario es mediante el llamado procedimiento "al sulfato", en el que un material de partida titanífero que contiene hierro, tal como la ilmenita, es atacado directamente con ácido sulfúrico concentrado para formar una torta sólida que consiste principalmente en sulfatos de titanio y de hierro. Esta torta se disuelve en agua o en ácido sulfúrico diluido para formar una disolución acuosa ácida de sulfatos de hierro y de titanio. A continuación la disolución se reduce normalmente, por ejemplo con limaduras de hierro, y puede ser concentrada antes de ser sometida a una hidrólisis térmica para precipitar el dióxido de titanio hidratado. Las aguas madres, que contienen sulfato de hierro y ácido sulfúrico, constituyen un producto de desecho y su evacuación presenta considerables dificultades cuando hay que evitar la contaminación del medio ambiente. Al dióxido de titanio hidratado se le adicionan normalmente pequeñas proporciones de otros compuestos antes de la calcinación para formar el deseado dióxido de titanio pigmentario. Después de la calcinación el material se somete a diversos tratamientos tales como molienda, clasificación, recubrimiento y/o molienda final, por ejemplo en un molino de energía hidráulica.

414455

22



Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento mejorado de este tipo, particularmente en relación con los problemas de efluentes asociados con el mismo y/o en relación con la calidad del dióxido de titanio pigmentario producido.

En consecuencia, la presente invención consiste en un procedimiento para la producción de dióxido de titanio pigmentario que comprende convertir un material titanífero que contiene hierro en tetrafluoruro de titanio, hacer reaccionar el tetrafluoruro de titanio con ácido sulfúrico para formar sulfato de titanio, formar de una disolución acuosa ácida de sulfato de titanio, someter la disolución de sulfato de titanio a hidrólisis térmica para precipitar el dióxido de titanio hidratado y después de ello calcinar el dióxido de titanio hidratado.

El material titanífero que contiene hierro empleado como material de partida en el procedimiento de la presente invención es preferiblemente la ilmenita, aunque también pueden ser adecuados otros materiales tales como las escorias de fundición de ilmenita o de leucoxeno. Dichos materiales están normalmente en una forma finamente dividida, y si no lo están suficientemente pueden ser molidos, por ejemplo en molinos de bolas, antes de ser usados en el procedimiento de la presente invención.

El método preferido para convertir el material



titanífero que contiene hierro en tetrafluoruro de titanio es mediante reacción del material titanífero con fluoruro férrico, como se describe y reivindica por ejemplo en la solicitud de Patente Española Nº 412.909. En este procedimiento el fluoruro férrico se calienta con un material titanífero que contiene hierro, tal como la ilmenita, que puede haber sido previamente oxidado o no pero que preferiblemente ha sido previamente oxidado hasta que todo el hierro esté en el estado férrico, a una temperatura en el intervalo desde 500°C hasta 1500°C en aire seco para formar tetrafluoruro de titanio en forma de un vapor que después se condensa y se recupera y óxido férrico (que puede ser convertido en fluoruro férrico por reacción con el fluoruro de hidrógeno obtenido como subproducto en la última fase del procedimiento, como se describe en esta memoria descriptiva). Sin embargo, el tetrafluoruro de titanio puede también ser obtenido por otros procedimientos, por ejemplo por la fluoración del mineral rutilo en un lecho fluidificado.

El tetrafluoruro de titanio, puesto que se recupera en forma de vapor, está relativamente libre de impurezas, particularmente de aquéllas que producirán una decoloración del TiO_2 pigmentario producido como producto final, y así el TiO_2 pigmentario es normalmente de una excelente brillantez y pureza.

El tetrafluoruro de titanio se hace reaccionar con

414455



el ácido sulfúrico de tal manera que se obtiene un sulfato de titanio hidratado sólido y ácido fluorhídrico acuoso. Convenientemente, el ácido sulfúrico es un ácido sulfúrico acuoso que tiene una concentración de entre 20% y 5 95% de H_2SO_4 y preferiblemente uno en el margen de 60% a 90% de H_2SO_4 . La proporción de titanio, expresado como TiO_2 , a ácido sulfúrico está convenientemente en el intervalo 1:1 a 1:3, y preferiblemente en el intervalo 1:1,6 a 1:2,0. Si se emplean proporciones superiores de ácido 10 a titanio se puede necesitar menos ácido para disolver el sulfato de titanio hidratado resultante (para asegurar la proporción más deseable titanio/ácido sulfúrico en la disolución resultante para que sea térmicamente hidrolizada a una pulpa de dióxido de titanio hidratado).

15 La temperatura de reacción puede estar en el intervalo desde 70° hasta 300°C y está preferiblemente en el intervalo 150° a 250°C dependiendo, al menos hasta cierto punto, de la concentración del ácido sulfúrico inicialmente usado.

20 La torta puede ser disuelta en agua ó en ácido sulfúrico diluído y se prefiere emplear suficiente agua o ácido para dar, junto con el ácido retenido en el sulfato de titanio sólido, una disolución acuosa ácida de titanio que tiene un contenido en titanio (expresado como 25 TiO_2) en el intervalo desde 150 a 250 gramos/litro y

414455



particularmente una en el intervalo desde 200 a 300 gramos/litro, y una concentración de ácido sulfúrico en el intervalo desde 300 hasta 600 gramos/litro y particularmente una en el intervalo desde 350 hasta 550 gramos/litro.

5 Es ventajoso filtrar la disolución antes de comenzar la hidrólisis puesto que esto asegura que se eliminan los sólidos no disueltos y se evita la consiguiente contaminación de la pulpa de TiO_2 hidratado.

10 Se ha encontrado deseable, antes de hidrolizar térmicamente la disolución de sulfato de titanio, eliminar el fluoruro del sulfato de titanio todo lo que sea posible puesto que la presencia de una cantidad excesiva de fluoruro puede afectar adversamente al rendimiento en dióxido de titanio hidratado y puede ser necesaria una segunda o incluso una tercera hidrólisis para obtener un elevado rendimiento en dióxido de titanio hidratado después
15 de que el dióxido de titanio hidratado procedente de la hidrólisis previa haya sido separado y recuperado.

20 Cuando se elimina el fluoruro se prefiere que la disolución de sulfato de titanio tenga una proporción de ácido a titanio en el intervalo entre 1 y 3 y preferiblemente en el intervalo entre 1,6 y 2. (El ácido a que se hace referencia en esta memoria es el que puede ser valorado con una base tal como el hidróxido sódico hasta el viraje del naranja de metilo empleado como indicador).

25 Dichas disoluciones son normalmente bastante viscosas. Pre-

414455

22



feriblemente la disolución se calienta, por ejemplo a una temperatura en el intervalo entre 110° y 140°C para eliminar algo del fluoruro en forma de fluoruro de hidrógeno gaseoso. Durante este calentamiento la disolución
5 puede espumarse y su viscosidad puede aumentar, posiblemente después de una disminución inicial, y particularmente si la espuma persiste. En este momento debe reducirse o pararse el calentamiento directo, si se ha aplicado, para impedir o reducir al mínimo la formación de sulfato
10 de titanio anhidro, y se hace pasar vapor de agua a través del líquido. Se prefiere que la temperatura del vapor esté en el intervalo entre 150°C y 220°C y preferiblemente alrededor de 180°C.

A medida que continúa el paso de vapor de agua
15 la viscosidad del líquido puede aumentar y puede producirse una solidificación. Se prefiere que el producto consista en un material cristalino blanco o blanco-parduzco. La formación de un "vidrio" sólido negro por enfriamiento prematuro del producto debe ser evitada, puesto que éste
20 a menudo retiene una cantidad substancial, por ejemplo hasta el 8%, de iones fluoruro que son difíciles de eliminar.

Es deseable que el paso del vapor de agua y el enfriamiento subsiguiente del producto se lleven a cabo de forma que el material resultante contenga tan poco fluoruro como sea posible y ciertamente no más de 1,5% en pe-
25

414455



so (expresado como ión fluoruro). Se prefieren concentraciones por debajo de 1% en peso y parece que por el procedimiento antes mencionado pueden conseguirse concentraciones por debajo de 0,5% e incluso por debajo de 0,1%.

5 Cuando se somete la disolución acuosa ácida de sulfato de titanio a la hidrólisis térmica, la disolución se calienta a una temperatura en el intervalo desde 80°C hasta 150°C, y preferiblemente a su punto de ebullición a presión atmosférica, hasta que substancialmente todo el
10 titanio se ha precipitado en forma de pulpa de dióxido de titanio hidratado. Si se desea, pueden hacerse adiciones de agua y/o de ácido diluído durante la hidrólisis y/o se puede variar la temperatura durante la precipitación para mejorar el producto de la precipitación. Normalmente
15 las condiciones de precipitación serán tales que la precipitación tenga lugar en un periodo de desde 1 a 6 horas y preferiblemente en un periodo de desde 2 hasta 5 horas. No obstante, estos tiempos son para hidrólisis convencionales a presión atmosférica. Las hidrólisis a temperaturas
20 más altas o que implican un retraso durante la hidrólisis, por ejemplo por cese del batido y/o de la agitación durante un cierto periodo, pueden requerir periodos más cortos o más largos para completar la hidrólisis.

25 Pueden ser añadidos, desde luego, núcleos inducidos de anatasa o de rutilo, normalmente preparados ex-

414455



ternamente a partir de una disolución acuosa de tetraclo-
ruro de titanio por ajuste del pH mediante adición de áci-
do o de álcali, a la disolución acuosa ácida de sulfato de
titanio antes o durante la hidrólisis, como es bien cono-
cido en tales hidrólisis en el procedimiento "al sulfato".

Normalmente se adicionan cantidades de nucleos
(expresados como TiO_2) en el intervalo desde 0,1 % a 10 % y
particularmente en el intervalo desde 0,2 % hasta 5 % ba-
sados sobre la cantidad de titanio (expresada como TiO_2).

Después de que el dióxido de titanio hidratado
se ha precipitado, se recupera, normalmente por filtración
o mediante el empleo de una centrífuga, y se lava bien pa-
ra eliminar las sales solubles y otras impurezas. Si se de-
sea, el lavado puede ser precedido por una suspensión de
la pulpa en agua en presencia de un agente reductor tal co-
mo el cinc o el titanio trivalente (como es bien conocido
en el procedimiento al sulfato) puesto que esto ayuda a la
eliminación de las impurezas durante el lavado. Normalmen-
te se usan cantidades de agente reductor en el intervalo
de 0,05 % a 0,5 % en peso sobre el titanio (expresado como
 TiO_2).

Después del lavado de la pulpa y antes de su cal-
cinación se le pueden añadir aquellos compuestos, y en can-
tidades tales, que confieren mejoras al pigmento después
de la calcinación, como por ejemplo fosfatos, metales alca-

414455



linos, sulfatos, alúmina, cinc y/u otros compuestos que se añaden frecuentemente con tales fines a la pulpa obtenida a partir del procedimiento "al sulfato".

5 El material con los aditivos se calcina seguidamente, por ejemplo calentándolo a temperaturas en el intervalo de 700° a 1.000°C durante periodos de tiempo en el intervalo desde 12 horas hasta 24 horas, es decir, en las condiciones que son bien conocidas para las pulpas obtenidas por el procedimiento "al sulfato".

10 Después de la calcinación el dióxido de titanio puede ser sometido a tratamientos conocidos para mejorar sus propiedades pigmentarias subsiguientes, por ejemplo a la molienda por via seca o por via húmeda, a la clasificación, al recubrimiento con óxidos de metales o de metaloides y/o con compuestos orgánicos y, finalmente, a una nueva molienda, normalmente en un molino de energía hidráulica. Alternativamente, después de un recubrimiento por via húmeda el material puede ser sometido a un secado por pulverización y/o a una granulación después del secado.

20 Durante la reacción entre el tetrafluoruro de titanio y el ácido sulfúrico (en la formación del sulfato de titanio) se genera fluoruro de hidrógeno y puede ser recuperado, enfriado y absorbido para formar ácido fluorhídrico acuoso o puede ser recuperado como vapor anhidro.

25 El fluoruro de hidrógeno anhidro y/o acuoso puede ser con

414455

22



venientemente recirculado para reaccionar con óxido férrico (formado a partir de la reacción entre ilmenita y fluoruro férrico) para producir más fluoruro férrico con el cual se hace reaccionar más ilmenita, proporcionando así un procedimiento cíclico. El fluoruro férrico producido por la reacción del óxido férrico y de un ácido fluorhídrico más diluido, por ejemplo de alrededor de 40 % o menos, puede estar en forma de hidrato, que se cree ser $\text{FeF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, y éste puede calentarse con fluoruro de hidrógeno acuoso más concentrado o con fluoruro de hidrógeno anhidro para formar fluoruro férrico anhidro y ácido fluorhídrico acuoso, que pueden ser recirculados; el primero para reaccionar con más ilmenita u otro material titanífero que contenga hierro y el último para reaccionar con óxido férrico para formar más fluoruro férrico, bien como hidrato para su subsiguiente deshidratación o bien como producto anhidro para su reacción con más material titanífero que contenga hierro.

El ácido sulfúrico contenido en las aguas madres procedentes de la hidrólisis de las disoluciones de sulfato de titanio es más puro que el ácido análogo formado en el procedimiento normal "al sulfato" (puesto que substancialmente no contiene hierro ni otras impurezas procedentes del material titanífero de partida que contenía hierro) y por lo tanto, puede ser más fácilmente concentrado para su reutilización.



De ordinario en el procedimiento de la presente invención se requiere ácido sulfúrico de dos concentraciones, es decir como un ácido más diluído para disolver el sulfato de titanio hidratado sólido después de la reacción
5 entre el tetrafluoruro de titanio y el ácido sulfúrico y como un ácido más concentrado para reaccionar con el tetrafluoruro de titanio y producir el sulfato de titanio hidratado sólido. El ácido con estas concentraciones puede ser producido bien concentrando parcialmente parte del ácido
10 hasta cierta concentración y concentrando el resto del ácido hasta una concentración mayor o, inversamente, todo el ácido puede ser concentrado a la concentración más alta y una parte diluída para producir el ácido más diluido.

Las impurezas presentes en el ácido pueden ser
15 eliminadas, por ejemplo por contacto con un material cambiador de iones adecuado o por extracción con disolventes, según se desee, antes de la concentración. Tal paso de purificación evita la acumulación de impurezas durante la recirculación.

20 Si se desea, la pulpa de dióxido de titanio hidratado puede ser lavada y neutralizada, por ejemplo con amoníaco, antes de la calcinación, y el sulfato amónico así producido puede ser descompuesto para proporcionar amoníaco gaseoso y ácido sulfúrico. Estos dos compuestos pueden ser recirculados a fases anteriores del procedimiento.
25

414455

22



5 A causa de la purificación obtenida mediante la
formación del tetrafluoruro de titanio en forma de vapor
y su subsiguiente recuperación en ausencia de hierro y de
otras impurezas, la pureza del dióxido de titanio (y de
10 otros compuestos formados durante el procedimiento y recir-
culados) es mucho mayor que la del procedimiento "al sulfa-
to". Además, puesto que substancialmente todos los produc-
tos del procedimiento que no sean el TiO_2 pueden ser recir-
culados, los problemas de la evacuación de los efluentes
15 se reducen mucho o se eliminan.

Los siguientes ejemplos muestran métodos de rea-
lización de la presente invención:

Ejemplo 1

15 Se preparó tetrafluoruro de titanio (200 partes)
por calentamiento de fluoruro férrico y de ilmenita en aire
seco a una temperatura de 850°C durante una hora y por con-
densación del producto gaseoso. Este material se calentó a
20 200°C en un recipiente resistente a ácidos con 177 partes
de ácido sulfúrico al 98 % (un exceso estequiométrico de
10 %) y 29 partes de agua. Se desprendió HF anhidro que se
condensó y recogió. El calentamiento se continuó hasta que
la recuperación del HF fué del 99,5 % de la cantidad teóri-
25 ca.



ca.

La torta sólida formada en el recipiente de reacción se trituró y se disolvió en ácido sulfúrico diluido para obtener una disolución que contenía 260 gramos/litro (expresado como TiO_2) y 460 gramos/litro de ácido sulfúrico.

La disolución se sembró con 2 % en peso (expresado como TiO_2 sobre TiO_2) de núcleos inductores de rutilo, preparados adicionando hidróxido sódico a $TiCl_4$ acuoso para formar un líquido blanco lechoso, y la mezcla se hirvió durante 3 horas para precipitar la pulpa de dióxido de titanio hidratado.

La pulpa de dióxido de titanio hidrato se separó por filtración y las aguas madres se sembraron de nuevo y se hirvieron para precipitar más dióxido de titanio hidratado. Esta pulpa se separó por filtración, se combinó con la producida en la primera hidrólisis, se lavó, se filtró y se calcinó a $900^{\circ}C$ para obtener un dióxido de titanio pigmentario, 98,5 % del cual estaba en forma de rutilo, que era de excelente brillantez y de un tamaño de cristales muy uniforme. El rendimiento total en TiO_2 (calculado sobre TiF_4) fué de 80 %.

El HF recuperado de la reacción inicial entre el TiF_4 y el H_2SO_4 se dividió en dos partes, una de las cuales se diluyó con agua para dar HF acuoso al 40 %. Este se mez

414455

22 JUN 1963



cló con óxido férrico (obtenido de la reacción entre fluoruro férrico e ilmenita) y se calentó para obtener fluoruro férrico hidratado con gran rendimiento. Este fluoruro férrico hidratado se calentó con el resto de HF anhidro para formar fluoruro férrico anhidro y HF acuoso, que se separó por destilación, se condensó y se recuperó.

Ejemplo 2

Se disolvió tetrafluoruro de titanio sólido (preparado por reacción de fluoruro férrico con ilmenita previamente oxidada a unos 850°C) en ácido sulfúrico al 87 % para formar una disolución viscosa que tenía una proporción ácido/titanio de 1,8:1. Esta disolución se calentó progresivamente hasta 140°C durante cuyo tiempo disminuyó la viscosidad y se produjo un vigoroso espumado a medida que se desprendía el HF. Como la espuma persistía, la viscosidad empezó a aumentar y se detuvo el calentamiento.

Seguidamente se pasó vapor de agua a 180°C a través del líquido hasta que el líquido se solidificó en un sólido cristalino de color blanco cremoso que, en el análisis, se encontró que contenía 0,5 % de fluoruros (expresado como iones fluoruro).

El material cristalino se disolvió en agua para dar un líquido acuoso que contenía una concentración de ti

414455



5 tanio (expresada como TiO_2) de 260 g/litro y una concentra-
ción total de ácido sulfúrico de 468 g/litro. Esta disolu-
ción, en la hidrólisis térmica por ebullición durante 3,5
horas en presencia de núcleos preparados externamente obte-
nidos como se ha descrito en el Ejemplo 1, formó TiO_2 hi-
dratado sólido con un rendimiento de 99 %. El material era
de excelente blancura y en la calcinación como se ha des-
crito en el Ejemplo 1 dió un dióxido de titanio que conte-
nía 98,5 % de rutilo. La calidad del producto era por lo
10 menos igual a la del producido según el Ejemplo 1.

 La presente solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en Gran Bretaña, el 18 de Agosto de 1972, bajo el
Nº 38536/72 (provisional) y 18 de Enero de 1973, con el
Nº 2614/73 (provisional), se acoge a los beneficios del
15 Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

20 Los puntos de invención propia y nueva, que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente
de Invención en España, por VEINTE años, son los que se re-
cogen en las reivindicaciones siguientes:

 1ª.- Un procedimiento para la producción de dióxi-
25 do de titanio pigmentario que comprende convertir un mate-

12.6.73.

414455

22



73

rial titanífero que contiene hierro en tetrafluoruro de titanio, hacer reaccionar el tetrafluoruro de titanio con ácido sulfúrico para formar sulfato de titanio, formar una disolución acuosa ácida de sulfato de titanio, someter la disolución de sulfato de titanio a una hidrólisis térmica para precipitar dióxido de titanio hidratado y posteriormente calcinar el dióxido de titanio hidratado.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª en el que el tetrafluoruro de titanio se forma por reacción de fluoruro férrico con ilmenita.

3ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª ó 2ª en el que el tetrafluoruro de titanio se hace reaccionar con ácido sulfúrico acuoso que tiene una concentración en el intervalo desde 20 % hasta 95 %.

4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª en el que el ácido sulfúrico acuoso tiene una concentración en el intervalo desde 60 % hasta 90 %

5ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la proporción de titanio (expresado como TiO_2) a ácido sulfúrico está en el intervalo desde 1:1 a 1:3.

6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 5ª en el que la proporción de titanio a ácido sulfúrico está en el intervalo desde 1:1,6 a 1:2,0.

7ª.- Un procedimiento según cualquiera de las rei

12.6.73.



vindicaciones precedentes en el que el tetrafluoruro de ti
tanio y el ácido sulfúrico se hacen reaccionar juntos a una
temperatura en el intervalo desde 70°C hasta 300°C.

5 8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª
en el que el tetrafluoruro de titanio y el ácido sulfúrico
se hacen reaccionar juntos a una temperatura en el interva
lo desde 150°C hasta 250°C.

10 9ª.- Un procedimiento según cualquiera de las rei
vindicaciones precedentes en el que se forma una disolución
acuosa de sulfato de titanio que contiene titanio (expresa-
do como TiO_2) en una concentración en el intervalo desde
150 hasta 350 gramos/litro y ácido sulfúrico en el interva
lo desde 300 hasta 600 gramos/litro.

15 10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 9ª
en el que la disolución acuosa de sulfato de titanio contie
ne titanio (expresado como TiO_2) en el intervalo desde 200
hasta 300 gramos/litro y ácido sulfúrico en el intervalo des
de 350 hasta 550 gramos/litro.

20 11ª.- Un procedimiento según cualquiera de las rei
vindicaciones precedentes en el que los fluoruros se elimi-
nan de la disolución de sulfato de titanio haciendo pasar
vapor de agua a través de la disolución calentada.

25 12ª.- Un procedimiento según la reivindicación 11ª
en el que la proporción titanio/ácido (como ha sido defini-
da) de la disolución está en el intervalo de 1 a 3.

12.6.73.

414455



13ª.- Un procedimiento según la reivindicación 12ª en el que la proporción está en el intervalo de 1,6 a 2.

5 14ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 11ª a 13ª en el que la disolución se calienta a una temperatura en el intervalo desde 110°C hasta 140°C.

15ª.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 11ª a 14ª en el que el vapor de agua está a una temperatura en el intervalo entre 150°C hasta 220°C.

10 16ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la disolución de sulfato de titanio contiene menos de 1 % en peso de iones fluoruro.

15 17ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la disolución de sulfato de titanio se hidroliza por calentamiento a una temperatura en el intervalo desde 80°C hasta 150°C durante un periodo de desde 2 hasta 5 horas.

20 18ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la disolución de sulfato de titanio se hidroliza en presencia de desde 0,2 % hasta 5 % de núcleos (expresado como TiO_2 sobre TiO_2).

25 19ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el fluoruro de hidrógeno liberado durante la reacción entre el tetrafluoruro de titanio y el ácido sulfúrico se hace reaccionar con óxido férrico

12.6.73



co para formar fluoruro férrico.

20ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que el ácido sulfúrico en las aguas madres de la hidrólisis de la disolución acuosa ácida de sulfato de titanio se purifica por medio de extracción con disolventes y/o por contacto con una resina cambiadora de iones.

21ª.- Un procedimiento para la producción de dióxido de titanio pigmentario.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

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

15

Madrid,

22 JUN. 1973

P.A.

Alberto de Eizaburu
Per *[Signature]*

12.6.73.
MJP