



10 ES	11 NUMERO 437.754	10 A 1
12	12 FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

16 PRIORIDADES: 16 NUMERO	17 FECHA	18 PAIS
P 24 23 983.6	17 de mayo de 1974	ALEMANIA
19 FECHA DE PUBLICIDAD	20 CLASIFICACION INTERNACIONAL C01G	21 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
22 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACION DE SUSPENSIONES ACUOSAS DE HI- DRATO DE DIOXIDO DE TITANIO		
23 SOLICITANTE (S) BAYER ANTWERPEN N.V.		
24 DOMICILIO DEL SOLICITANTE Antwerpen, Bélgica.		
25 INVENTOR (ES) Dr. Raoul Weiler., Dr. Henri Uwents		
26 TITULAR (ES)		
27 REPRESENTANTE D. JAIME GOMEZ-ACEBO		

Ya se conoce el obtener TiO_2 a partir de minerales de ilmenita o escorias de titanio mediante un desdoblamiento con ácido sulfúrico. Mediante hidrólisis de sulfato de titanio formado se obtiene el hidrato de dióxido de titanio que, después de separar de la lejía madre (ácido diluido), se calcina y se moltura. El hidrato de dióxido de titanio que se obtiene en la hidrólisis es de partícula muy fina, además contiene en la mayoría de los casos sustancias secundarias en tales cantidades que no se puede someter sin ulteriores etapas de purificaciones adicionales al proceso de calcinación. El hidrato de dióxido de titanio precipitado es muy difícil de filtrar, debido a su compresibilidad y particulación fina. Para separar las impurezas del hidrato de dióxido de titanio filtrado es usual volver a suspender la torta de filtrado, en caso dado en presencia de aditivos especiales, y después volver a filtrar. Estas etapas de lavado y de filtración pueden ser en caso dado repetidas (Titanium J. Barksdale, Second Edition, pág. 317 y s.).

El hidrato de dióxido de titanio que se obtiene en la hidrólisis de la solución ácido sulfúrica de sulfato de titanio, que en la mayoría de los casos aún contiene hierro y otras impurezas, se separa generalmente en así llamados filtros de Moore del ácido diluido. Tales filtros de Moore son especialmente adecuados para una filtración lenta y trabajan bajo vacío. Permiten, además, un lavado de la torta de filtración. Más detalles sobre los filtros de Moore conocidos se encuentran, por ejemplo, en D. B. Purchas, Industrial Filtration of Liquids, Second Edition, Leonhard Hill Books, págs. 278 - 279.

A continuación se explica a base del diagrama de flujos (Fig. 1) un procedimiento realizado en la forma usual. Las cifras tienen el siguiente significado: 1 = hidrólisis, 2 = pri

5 mera filtración, 3 = tratamiento del agua de lavado, 4 = blanqueo, 5 = adición de blanqueador, 6 = segunda filtración, 7 = adición de agua de lavado, 8 = adición de productos químicos de ajuste, 9 = ajuste, 10 = filtro giratorio, 11 = horno de calcinación.

En detalle, en la primera etapa (1) se efectúa la hidrólisis de la solución ácido sulfúrica de sulfato de titanilo que contiene hierro, a una temperatura entre 80° y 120°C.

10 El hidrato de dióxido de titanio, que se forma, se separa en la primera etapa de filtración (2) en un filtro de Moore, del ácido diluido, a continuación se puede tratar la torta de filtración con agua de lavado (3). La torta de filtración contiene, si se parte de ilmenita, primeramente aproximadamente un 40 % en peso de hierro (calculado como Fe_2O_3 , referido al sólido TiO_2) si se parte de escoria aproximadamente un 25 % de hierro. Mediante el lavado se puede reducir el contenido de hierro a aproximadamente un 0,1 % en peso de Fe. La separación del sólido diluido del agua de lavado se realiza en forma sencilla a través de la cantidad de líquido del filtrado o bien del agua de lavado. Después de filtrar, y en caso dado lavar, se extrae manualmente, se suspende en agua y se somete a un blanqueo (4) por ejemplo, mediante adición (5) de aluminio, H_2SO_4 a 80°C). La suspensión blanqueada se filtra de nuevo a través de un filtro de Moore (6) y normalmente se trata con agua de lavado (7) hasta que el contenido en hierro de la torta de filtración ha bajado a menos de 40 ppm de Fe_2O_3 . Esta torta de filtración se vuelve a sacar manualmente y se suspende. Mediante adición (8) de distintos productos químicos (tales como, por ejemplo, NaOH, KOH, H_3PO_4 , Sb_2O_3) se puede realizar el ajuste (9) (influenciación dirigida de las propiedades del pigmento en el horno de calcina-

15
20
25
30

ción). A continuación se concentra la suspensión de hidrato de dióxido de titanio ajustada mediante un filtro giratorio (10) a un contenido en sólidos de aproximadamente un 38 % en peso (base de TiO_2) y en el horno de calcinación (11) se recuece a temperaturas entre $600^{\circ}C$ y $1200^{\circ}C$ al clínquer de TiO_2 terminado en forma de anatas o rutilo.

Por la patente francesa 1 422 120 es conocido separar el hidrato de dióxido de titanio después de la hidrólisis en un filtro de Moore o en un filtro giratorio y tratar la torta de filtración en el filtro con distintos líquidos de lavado para retirar así las impurezas. El contenido en hierro se puede reducir aquí a través de la adición de líquido de lavado, que contiene iones de titanio (III), a valores de 40 ppm y menos. A continuación se puede conducir la torta de filtración después de un ajuste adecuado para la calcinación directamente al horno de calcinación.

Las desventajas de este procedimiento consisten especialmente en que tanto la filtración como también los distintos procesos de lavado son muy lentos y que además, el hidrato de dióxido de titanio, antes del recocido, solo se puede llevar a contenidos en sólidos de un 35 a 40 % en peso de TiO_2 . En el proceso de recocido a continuación se consumen, por lo tanto, grandes cantidades de energía para la evaporación del agua en exceso.

Objeto de la presente invención es un procedimiento para la elaboración de suspensiones acuosas de hidrato de dióxido de titanio en una o varias etapas de filtración y de lavado, en caso dado bajo realización de un blanqueo, ulterior graduación de las propiedades del pigmento y calcinación del hidrato de dióxido de titanio parcialmente deshidratado, que se carac-

veriza porque la suspensión de hidrato de dióxido de titanio se filtra a presiones de 1 bar hasta 16 bar y se transforma en una torta de filtración homogénea, prácticamente libre de grietas con espesores de capa desde 10 mm hasta 35 mm.

5 Según el procedimiento de la presente invención, que a diferencia del procedimiento conocido no realiza el filtrado en vacío, sino bajo aplicación de presión, es sorprendentemente posible filtrar el hidrato de dióxido de titanio a pesar de su constitución de partícula fina y compresabilidad, más rápidamente que hasta ahora. Además, el contenido en sólidos del hidrato de dióxido de titanio se puede aumentar, sin más, a valores de 45 a 55 % en peso. Especialmente adecuado para la realización del procedimiento de la presente invención es un filtro de membrana tal y como está ilustrado por ejemplo en D. B. Purchas,
10 Industrial Filtration of Liquids, Sec, Edition, Leonhard Hill Books, pág. 225 y descrito en las páginas 223 a 227. Un dispositivo de filtro de estos tiene cámaras de filtración horizontales que permiten una torta de filtración arbitraria de 10 mm a 35 mm. La filtración se puede efectuar a presiones desde 1 bar
15 hasta 16 bar, preferentemente desde 3 a 6 bar.

 En una forma de realización preferente del procedimiento de la presente invención se combina la filtración con una o varias etapas de lavado, tratándose la torta de filtración directamente sobre el filtro. El lavado de la torta de filtración se
20 puede realizar a presiones desde 1 a 16 bar, preferentemente desde 4 a 10 bar. En el procedimiento representado en el esquema de flujos, según la figura 1, se pueden realizar las etapas de filtración, que se realizan bajo aplicación de un filtro de Moore o giratorio, también empleando un filtro de membrana. En la
25 forma de realización preferente del procedimiento de la presente
30

invención se pueden reunir dos etapas de filtración consecuti-
vas o bien todas las etapas de filtración que son necesarias se-
gún el procedimiento del esquema de flujos representado. El la-
vado del lodo de hidrólisis del hidrato de dióxido de titanio
5 que se presenta en forma homogénea y prácticamente libre de grietas,
se puede realizar aquí pasando los líquidos de lavado a ve-
locidades de flujo de 0,1 m/h hasta 1 m/h, preferentemente des-
de 0,3 hasta 0,7 m/h a través de la torta de filtración o bien
el filtro. Al agua de lavado se le puede dosificar titanio (III)
10 en forma conocida, encontrándose la concentración en el agua de
lavado entre unos 0,8 hasta 4 de Ti^{3+}/l .

Debido a la reducida humedad residual con la que se
obtiene el hidrato de dióxido de titanio después de la filtra-
ción y el lavado en el procedimiento de la presente invención
15 se puede lograr en el ulterior proceso de recocido una ganancia
en energía de un 25 a 30 % y un mayor rendimiento. El conteni-
do en hierro se puede ajustar además, sin más, a valores infe-
riores a 25 ppm. Sobre el filtro se puede realizar, sin más,
la etapa de procedimiento mencionada en el esquema de flujos
20 bajo el punto "ajuste". Para ello se prepara la torta de fil-
tración mediante adición de los productos químicos conocidos pa-
ra el "ajuste" para la siguiente etapa de calcinación.

A continuación explica el procedimiento de la presen-
te invención en forma de ejemplo.

25 Ejemplo 1

En el esquema de flujos de la figura 1 se sustituyó
solo el filtro giratorio (10) por un filtro de membrana. El ci-
clo de filtración se presentó como sigue:

30 Filtración a 4 bar	Duración 2 minutos
Prensado a 16 bar	" 3 minutos

Soplado para secar a 4 bar	Duración	1 minuto
Tiempo muerto total del aparato	"	<u>3,5 minutos</u>
		9,5 minutos

5 El rendimiento de filtración para anatas se encontraba en 120 a 130 kg/m²h con una superficie de filtración de 2,5 m² (a base de TiO₂), para rutilo fué el rendimiento en un 20 % más bajo. El contenido en sólidos ascendió para natas aproximadamente a un 50 % en peso, para rutilo a un 48,5 % en peso.

10 El espesor óptimo de la torta de filtración era de 15 a 25 mm.

Ejemplo 2

En el esquema de flujos se sustituyó el filtro de Moore (6) y el filtro giratorio (10) por un filtro de membrana.

Ciclo de filtración:	Duración
15 Filtración a 4 - 4,5 bar	2,5 minutos
Lavado a 6-8 bar, velocidad de flujo 0,38 m/h	10,0 minutos
Prensado a 16 bar	3 minutos
Soplado para secar a 4-4,5 bar	0,5 minuto
Tiempo muerto total del aparato	<u>3,5 minutos</u>
20	19,5 minutos

25 Entre filtración y lavado no se prensó. El rendimiento de filtración para anatas era de 44,2 kg/m²h; para rutilo en un 20 % más bajo. El espesor óptimo de la torta de filtración era de 15 - 25 mm. El contenido en Fe de la torta era de 20 ppm, el contenido en materia sólida como en el ejemplo 1.

Ejemplo 3

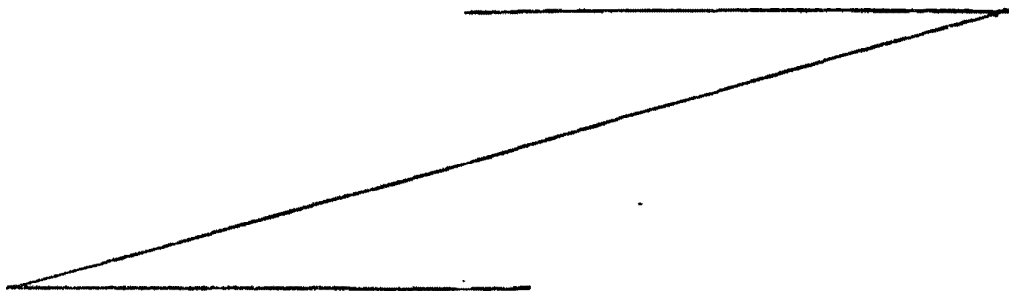
30 Después de la hidrólisis se realizó la filtración en una etapa en el filtro de membrana. El contenido en hierro de la suspensión de partida era de un 22 % en peso (expresado como Fe₂O₃ referido a TiO₂). El ciclo de filtración se desarrolló co

no sigue:

	Duración
Filtración a 6 bar	10 minutos
Lavado I (agua) a 6 bar, velocidad de flujo m/h: 0,56	10 minutos
5 Prensado intermedio a 6 bar	4 minutos
Lavado II (agua + Yi-II-plus) a 6 bar velocidad de flujo m/h	46 minutos
Prensado a 16 bar	3 minutos
Soplado para secar a 4 bar	1 minuto
10 Tiempo muerto total del aparato:	<u>3,5 minutos</u>
	77,5 minutos

El rendimiento de filtración para rutilo era de 8 kg/m²h con una superficie de filtro 2,5 m²; para anatas era de 10 a 15 kg/m²h. En la segunda etapa de lavado (lavado II) se ajustó en el agua de lavado una concentración de 1,6 g de Ti-III-plus/1. La cantidad de Ti-III plus dosificada ascendió a 40 g. El contenido en hierro en la torta de filtración después de soplar para secar era de 25 ppm, el contenido en sólidos de un 50%. El espesor óptimo de la torta era de 15 a 25 mm.

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



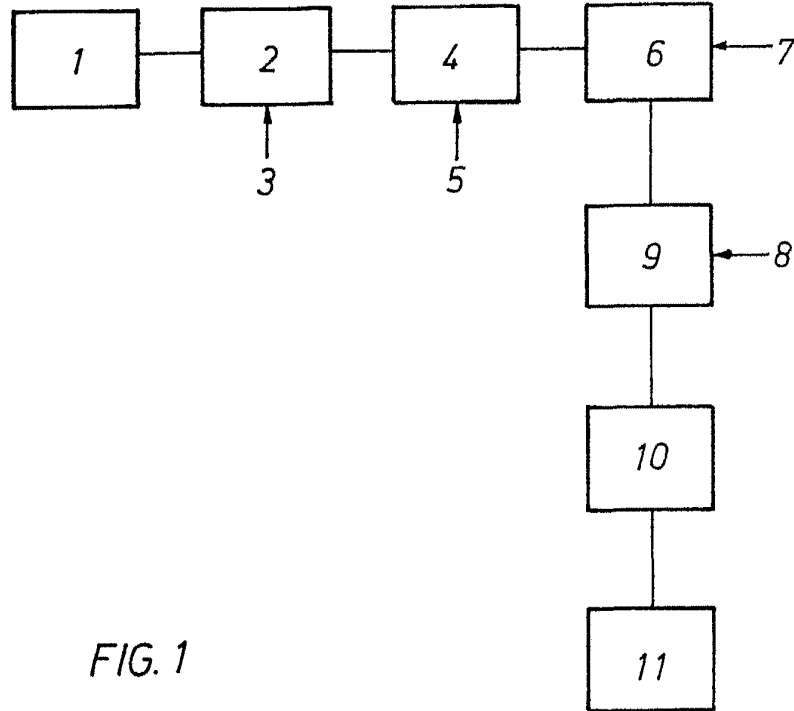


FIG. 1

ESCALA
VARIABLE

Madrid 17 MAYO 1975

J. GOMEZ TORRES Y MOJER
D. J. Elvador L. Gesta Formación