

442620

3

COPIA

PATENTE DE INVENCION

Le A 15 977-Sp.

Int. Cl.<sup>z</sup>: C01G

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR PARTICULAS DE SOLIDOS DE LAS SOLUCIONES DE SULFATO DE TITANILO OBTENIDAS POR DESDOBLAMIENTO DE ILMENITA O ESCORIAS DE TITANIO CON ACIDO SULFURICO.

*Solicitante:* BAYER ANTWERPEN N.V., entidad holandesa, residente en Antwerpen, in Kruisschans, Holanda.

1 Es conocido desdoblar ilmenita o escorias de titanio  
con ácido sulfúrico, eventualmente bajo adición subsiguiente de agua. En  
vista de que tal "solución de desdoblamiento" en la mayoría de los casos  
contiene todavía partículas aún no desdobladas como sólidos - muestra un  
5 aspecto negro, se la llama también "solución negra". Las partículas no  
desdobladas de sólidos en la solución negra deben ser primeramente sepa-  
radas de la solución que contiene titanio, mediante un procedimiento de  
separación. El contenido de sólidos en la solución negra varía, según el  
material de partida, entre 20g/l y 75 g/l.

10 Después de la separación de las partículas de sólidos,  
el sulfato de titanilo presente en la solución negra, puede ser hidrolizado  
en forma conocida a formar dióxido de titanio que, después de la separación  
de la lejía madre (el llamado ácido diluido), es calcinado y molido.

15 La obtención de una solución negra prácticamente  
exenta de sólidos es difícil a causa de la división fina, muchas veces hasta  
coloidal, de los sólidos.

20 La Patente alemana No. 513.291 describe un proce-  
dimiento para la purificación de soluciones al ácido sulfúrico de sulfato  
de titanio en presencia de titanio trivalente, en el cual se enfrían las solu-  
ciones y se las filtran a temperaturas más bajas posibles por nitrotelas  
filtrantes. Ese procedimiento, sin embargo, entre otras causas, debido  
a la observación necesaria del margen desventajoso específico de tempe-  
ratura, no encontró aplicación en la práctica. Mas bien se trata la solu-  
ción de desdoblamiento usualmente en un procedimiento de varias etapas,  
25 tal como se la describe p. ej. en la Patente publicada de la Rep. Fed.

1 Alemana No. 1.767.232, y en "Titanium" de Jelks Barksdale, Edición  
II, 1966, páginas 214-215. Un esquema de ese procedimiento conocido por  
el desdoblamiento de los sólidos de la solución negra está presentado en la  
Figura 1 de la citada literatura, en la cual los números tienen los siguien-  
5 tes significados:

- 1 Suministro de la solución negra,
- 2 Espesador,
- 3 Rebose al filtro-prensa,
- 4 Filtro-prensa,
- 10 5 Paso inferior al filtro-prensa,
- 6 Filtro giratorio,
- 7 Suministro de solución negra prácticamente exenta de sólidos a la  
hidrólisis.

En detalle, la solución negra conteniendo sólidos es  
15 introducida primeramente en uno o varios llamados recipientes de espe-  
samiento, (2), entendiéndose bajo tales grandes recipientes con rebosadero  
en los cuales han de depositarse al grado más amplio posible las partículas  
de sólidos. A fin de aumentar el grado de efecto de estos espesadores,  
usualmente se agregan agentes de floculación, tales como polímeros iónicos,  
20 p.ej. poliacrilatos. El material de rebose tiene, por regla general, todavía  
un contenido de sólidos dentro del margen de 0,50 a 2,00 g/l que es toda-  
vía demasiado elevado para una hidrólisis de la solución negra a formar hi-  
drato de dióxido de titanio. Por esto, el material de rebose es subsiguien-  
temente filtrado, lo que se hace usualmente en un filtro-prensa en que el  
25 contenido de sólidos en la solución negra es reducida hasta 15 a 50 mg/l.

1 El material de paso inferior de los espesadores es  
filtrado mediante un filtro giratorio de vacío (6), con lo que el filtrado re-  
sultante subsiguientemente es filtrado por segunda vez conjuntamente con el  
material de rebose de los espesadores. Antes de la filtración, el filtro gi-  
5 ratorio de vacío es provisto de un revestimiento previo, bajo el cual se  
entiende un recubrimiento con agentes auxiliares de filtración, tales como  
diatomeas, silicatos aluminicos de partículas finas, en espesores de capa  
de 10mm a 80 mm. Estos recubrimientos han de efectuar la filtración del  
material de paso inferior casi infiltrable existente con un contenido de só-  
10 lidos muy elevado de 500 a 1000 g/l.

Tambien el filtro-pressa, en el cual es efectuada la  
filtración del material de rebose y el material filtrado de paso inferior de  
los espesadores, es cargado previamente con agentes auxiliares de filtra-  
ción.

15 Las desventajas de ese procedimiento consisten par-  
ticularmente en que la separación en varias etapas de los sólidos no des-  
doblados en la solución negra requiere mucho tiempo, en que han de aplicar-  
se cantidades importantes de agentes de floculación y en que conjuntamente  
con la filtración un cuidadoso lavado es imposible, por lo que  $TiOSO_4$  que-  
20 da en la torta de filtración.

Constituye el objeto de la presente invención un pro-  
cedimiento para la separación de partículas de sólidos de las soluciones de  
sulfato de titanilo obtenidas por el desdoblamiento de ilmenita o escorias de  
titanio con ácido sulfúrico, mediante filtración de la solución de desdobra-  
25 miento en presencia de agentes auxiliares de filtración, cuyo procedimien-

1 to se caracteriza porque se filtra la solución de desdoblamiento conteniendo  
sólidos a presiones de 1 a 16 bares y se la transforma en una torta de fil-  
tración con espesores de capa de 10 a 35 mm y; en el caso dado, se trata  
la torta de filtración directamente sobre el filtro con líquido de lavado en  
5 cantidades de 0,10 a 0,50 m<sup>3</sup> de H<sub>2</sub>O por metro cúbico de filtrado y subsi-  
guientemente se elimina ampliamente de la torta de filtración el agua de la-  
vado por separación bajo presión.

Según el procedimiento de acuerdo con la invención,  
que a diferencia de los procedimientos conocidos no separa la parte de la  
10 suspensión conteniendo los sólidos en forma enriquecida en varias etapas  
mediante un proceso de sedimentación con dos subsiguientes filtraciones,  
sino que sorprendentemente es posible filtrar la solución de desdoblamien-  
to conteniendo sólidos, no obstante su estado finamente dividido y coloidal,  
en un procedimiento de una sola etapa bajo aplicación de presión. Se apli-  
15 can presiones de 1 a 16, preferiblemente de 4 a 10 bares. Además, en  
esta filtración de una sola etapa, el contenido de sólidos de la torta de fil-  
tración, sin más, puede ser ajustado a valores de 50 a 70 % en peso. En  
esta filtración de una sola etapa, el contenido de sólidos en el filtrado pue-  
de ser reducido hasta 15 a 50 mg/l, de modo que el filtrado se presenta en  
20 una forma apropiada para la hidrólisis a formar hidrato de dióxido de tí-  
tanio. Para la realización del procedimiento según la invención, es parti-  
cularmente apropiado un filtro de diafragma, tal como se lo ilustra p. ej.  
en D. B. Purchas, Industrial Filtration of Liquids, segunda Edición,  
Leonard Hill Books, página 225, y se lo describe en las páginas 223 y 227.  
25 Tal dispositivo de filtración tiene cámaras horizontales de filtración que

1 hacen posible cualquier altura de la torta de filtración de 10 a 35 mm.  
La filtración puede ser realizada a presiones de 1 a 16 bares, prete-  
riblemente de 4 a 10 bares. Es preferida una torta de filtración con un  
espesor de capa de 15 a 25 mm.

5 Materiales de tela filtrante apropiados para la filtra-  
ción son p. ej. poliamida, poliéster y polipropileno. Son particularmente  
apropiados materiales de tela filtrante con una permeabilidad D (litros  
de aire/dm<sup>2</sup>/min a  $\Delta p = 20$  mm de columna de agua) de entre aproxima-  
damente 560 y 420.

10 En una forma de realización preferida del procedi-  
miento según la invención, la filtración es combinada con una o varias eta-  
pas de lavado, siendo tratada la torta de filtración directamente sobre el fil-  
tro. En esto, el lavado de la torta de filtración puede ser realizado a pre-  
siones de 1 a 16 bares, preferiblemente de 4 a 12 bares, pudiendo efec-  
15 tuarse el lavado de la torta de filtración existente en forma homogénea y  
prácticamente exenta de grietas, de tal modo que los líquidos de lavado,  
preferiblemente agua, se hacen pasar por la torta de filtración o el filtro  
con velocidades de flujo de 0,1 a 1,2 m/h, preferiblemente de 0,2 a 0,6 m/h.

20 A la solución de desdoblamiento conteniendo sólidos  
que ha de ser filtrada, antes de la filtración, se agregan agentes auxiliares  
de filtración, tales como p. ej. sílicatos aluminicos finamente divididos en  
cantidades de 2 a 10 g/l, preferiblemente de 4 a 8 g/l. Antes de la filtra-  
ción, las superficies de filtro son precargadas con una capa de aproxima-  
mente 1 a 3 mm de agente auxiliar de filtración.

25 En esto, el filtro para la carga previa con agente

1 auxiliar de filtración es tratado primeramente a presiones de 3 a 6 bares  
con una suspensión que consta de filtrado claro y de 5 a 10 g/l de agente  
auxiliar de filtración.

5 Luego, la solución de desdoblamiento conteniendo sólidos a la cual se agrega el agente de filtración en cantidades de 2 a 10 g/l,  
es filtrada a una presión de 4 a 10 bares, debiendo ajustarse la temperatura  
de la solución de desdoblamiento entre 60 y 90°C, preferiblemente entre  
75 y 85°C. A continuación de la filtración, por la torta de filtración se  
10 hace pasar a presión líquido de lavado, de preferencia agua, en cantidades  
de 0,10 a 0,50 m<sup>3</sup>, preferiblemente de 0,20 a 0,40 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O/m<sup>3</sup> de filtrado.

Subsiguientemente, la torta de filtración es exprimida  
bajo una presión de 10 a 16 bares hasta la sequedad y entonces es descar-  
gada. El filtrado obtenido en esta forma es inmediatamente claro; la capa  
de la torta de filtración es ajustada preferiblemente a una altura de 10 a  
15 20 mm.

El rendimiento de la filtración según el procedimiento  
de acuerdo con la invención, es de entre 0,150 y 0,600 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>/h.

Por el procedimiento según la invención, el rendimien-  
to en sulfato de tianilo puede ser aumentado en 1,5 a 4,5 %. Además, per-  
mite un ahorro de tiempo sobre todo importante y puede renunciarse la adi-  
20 ción de agentes de floculación.

En lo que sigue, se explica el procedimiento según la  
invención a título de ejemplo:

Ejemplo 1:

25 Carga previa: Filtrado claro que contenía 6,5 g/l de agente auxiliar de fil-

tracción en forma de silicatos aluminicos finamente divididos, se hizo pasar a presión por el filtro durante un minuto a una presión de 5 bares. Se emplearon en total 100 ml de filtrado claro conteniendo agente auxiliar de filtración concordantemente con la capacidad de las cámaras de filtración.

Filtración: La solución negra conteniendo 35 g/l de sólidos y 5 g/l de agente auxiliar de filtración, se hizo pasar a la presión de 8 bares y a una velocidad media de flujo de  $1,89 \cdot 10^{-2}$  m/minuto, obteniéndose 450 litros de filtrado. Este proceso duró 9,5 minutos. Subsiguientemente se aumentó la presión durante 3 minutos a 10 bares. La torta de filtración así obtenida que tenía una altura de 15 mm, fue tratada durante 4,85 minutos a una presión de 4,5 bares con 100 litros de agua a una velocidad de flujo de  $8,6 \cdot 10^{-3}$  m/minuto. Luego se aumentó la presión durante un minuto a 15 bares para remover ampliamente el agua de lavado y producir una torta de filtración con aproximadamente un 59 % en peso de sólidos. El tiempo perdido total del dispositivo de filtración durante las referidas operaciones era tan solo de 5,50 minutos.

N O T A

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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Alemania con el nº P 24 54 220.9 de 15 de noviembre de 1.974; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se

solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre:  
PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR PARTICULAS DE SOLIDOS DE LAS  
SOLUCIONES DE SULFATO DE TITANILO OBTENIDAS POR DESDOBLA-  
MIENTO DE ILMENITA O ESCORIAS DE TITANIO CON ACIDO SULFU-  
RICO; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para separar partículas de sólidos  
de las soluciones de sulfato de titanilo obtenidas por des-  
doblamiento de ilmenita o escorias de titanio con ácido sul-  
fúrico, mediante filtración de la solución de desdoblamiento  
en presencia de agentes auxiliares de filtración, caracteri-  
zado porque se filtra la solución de desdoblamiento conte-  
niendo sólidos a presiones de 1 a 16 bares y se la transforma  
en una torta de filtración con espesores de capa de 10 a 35 mm  
y, en el caso dado, se trata la torta de filtración directa-  
mente sobre el filtro con líquido de lavado en cantidades de  
0,10 a 0,50 m<sup>3</sup> de H<sub>2</sub>O por metro cúbico de filtrado y subsi-  
guientemente se elimina ampliamente de la torta de filtración  
el agua de lavado por separación bajo presión.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque la torta de filtración a presiones de 1 a  
16 bares con líquido de lavado a velocidades de flujo de 0,1  
a 1,2 m/h.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2,  
caracterizado porque se ajusta, en la torta de filtración,  
contenidos de sólidos de aproximadamente 50 a 70% en peso.

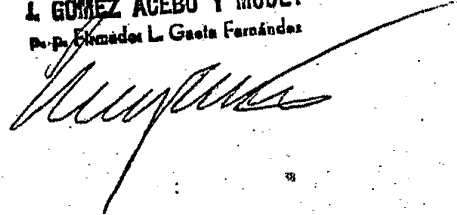
4.- Procedimiento para separar partículas de sólidos  
de las soluciones de sulfato de titanilo obtenidas por  
desdoblamiento de ilmenita o escorias de titanio con ácido  
sulfúrico, tal y como queda sustancialmente descrito en  
la presente Memoria, e ilustrado en el dibujo adjunto.

Esta Memoria consta de 10 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 14 NOV. 1975

BAYER ANTWERPEN N.V.

L. GOMEZ ACEBU Y MOUET  
p. p. Encargado L. Gasta Fernández



*[Handwritten signature]*  
GOMÉZ ACEBU Y MODESTI  
14 NOV 1975

GOMÉZ ACEBU Y MODESTI  
Pa. Firmador: L. Gótzte Fernández

14 NOV 1975

FIG. 1

