



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO 449.625	(10) AI
	(21) FECHA DE PRESENTACION 07 JUL 1976	

PATENTE DE INVENCION

P.- 63.262
JW/EJT/P.3618
Case No. 354

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO 30049/75	(32) FECHA 17.7.75	(33) PAIS G. Bretaña
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C09C	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(64) TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA TRATAR UN PIGMENTO DE DIOXIDO DE TITANIO"		
(71) SOLICITANTE (S) TIOXIDE GROUP LIMITED		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 10 Stratton Street, Londres W1A 4XP, Inglaterra		
(72) INVENTOR (ES) Peter Barry Howard		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		

1 Esta invención se refiere a un procedimiento para el
tratamiento de un pigmento y en particular al tratamiento
de un pigmento de dióxido de titanio.

5 Conforme a la presente invención un procedimiento pa
ra el tratamiento de un pigmento de dióxido de titanio
comprende formar una dispersión acuosa de dióxido de ti-
tanio pigmentario que contiene un compuesto hidrosoluble
(soluble en agua) de fósforo en una cantidad comprendida
10 entre 0,2 y 1,0% en peso expresada como P_2O_5 , añadir a
la dispersión así formada un compuesto ácido hidrosoluble
de aluminio en una cantidad comprendida entre 2,5 y 3,5%
en peso expresada como Al_2O_3 , un compuesto ácido hidroso-
luble de zirconio en una cantidad comprendida entre 0,5 y
15 1,5% en peso expresada como ZrO_2 , un compuesto ácido hi-
drosoluble de titanio en una cantidad comprendida entre
1,5 y 3% en peso expresada como TiO_2 y un compuesto hidro-
soluble de silicio en una cantidad comprendida entre 0,2
y 2,0% en peso expresada como SiO_2 , ajustar el pH de la
20 dispersión a un valor comprendido entre 3,5 y 4,5 y des-
pués añadir a la dispersión un compuesto hidrosoluble de
fósforo en una cantidad comprendida entre 0,2 y 1,0% en
peso expresada como P_2O_5 y un compuesto hidrosoluble de
aluminio de reacción alcalina en una cantidad comprendida
25 entre 0,5 y 1,5% en peso expresada como Al_2O_3 , estando -
basados todos los tantos por ciento en peso en el peso de
 TiO_2 en el pigmento, y añadir a la dispersión un ácido mi-
neral para ajustar el pH a un valor comprendido entre 6,5
y 8 y recuperar el pigmento tratado.

30 La presente invención proporciona un procedimiento -
para el tratamiento de un pigmento de dióxido de titanio

1 de tal modo que llega a asociarse con el pigmento un número de óxidos metálicos hidratados de manera que el pigmento, cuando se incorpora en una pintura, tenga una actividad fotoquímica reducida. El pigmento de dióxido de
5 titanio que se trata mediante el procedimiento de la presente invención, es preferiblemente un pigmento "sulfato", es decir, un pigmento de dióxido de titanio calcinado que se prepara mediante el bien conocido procedimiento del -
"sulfato" que implica la digestión de minerales titaníferos con ácido sulfúrico concentrado para producir una torta de digestión que después se disuelve en agua o ácido
10 diluido. La solución de sulfato de titanio así obtenida, después de un tratamiento de purificación adecuado, se hidroliza en presencia de núcleos de cristalización precipitando una forma hidratada de dióxido de titanio que
15 seguidamente se calcina a temperatura elevada para desarrollar las propiedades pigmentarias del dióxido de titanio.

20 Preferiblemente el pigmento de dióxido de titanio - que se trata mediante el procedimiento de la presente invención es dióxido de titanio de tipo rutilo que contiene por lo menos 95% de su contenido de TiO_2 en forma de rutilo, en oposición a la forma anatasa.

25 Preferiblemente también el pigmento de dióxido de titanio a tratar mediante el procedimiento de la invención, contiene de 0,1 a 0,5% en peso de Al_2O_3 basado en el peso de TiO_2 . Esta alúmina se forma durante el proceso de calcinación como resultado de la adición al pigmento de dióxido de titanio antes de la calcinación, de un compuesto
30 de aluminio tal como el sulfato de aluminio.

1 Habitualmente antes del tratamiento mediante el pro-
cedimiento de la presente invención el material descarga
do del calcinador de dióxido de titanio pigmentario se -
muele en un proceso de molienda en seco tal como por me-
5 dio de un molino de anillo o de rodillos, o un molino de
martillos. El pigmento que ha de tratarse se transforma
después en una dispersión acuosa usando un compuesto hi-
drosoluble de fósforo como dispersante, tal como por ejem-
plo, una solución de un polifosfato de metal alcalino tal
10 como el hexametáfosfato de sodio, que puede contener tam-
bién un álcali tal como el hidróxido sódico, y después
se muele en húmedo preferiblemente por medio de un molin-
o de arena. La cantidad del compuesto hidrosoluble de
fósforo usado está comprendida entre 0,2 y 1% en peso, -
15 expresada como P_2O_5 , sobre el peso de TiO_2 . Es deseable
que la dispersión acuosa tenga un pH alcalino y las can-
tidades de un álcali, por ejemplo sosa caústica, añadi-
das a la dispersión con el compuesto hidrosoluble de fós-
foro, son tales que producen una suspensión o dispersión
20 acuosa alcalina, por ejemplo una que tiene un pH de apro-
ximadamente 9. Habitualmente la concentración del pigmen-
to de dióxido de titanio en la dispersión al término de
la molienda en húmedo debe ser de 600 a 1000 gramos por
litro, aun cuando esto dependerá de las condiciones par-
25 ticulares del proceso empleadas en una fábrica particular.
Después de la molienda en húmedo, es deseable reducir la
concentración de pigmento de dióxido de titanio en la -
suspensión a un valor comprendido entre 150 y 250 gramos
por litro. Además, la temperatura de la dispersión antes
30 de llevar a cabo las etapas de tratamiento subsiguientes

1 se eleva habitualmente a un valor comprendido entre 40 y
65°C, de preferencia aproximadamente 45°C.

5 A la dispersión acuosa de dióxido de titanio pigmentario que contiene el compuesto hidrosoluble de fósforo se añade entonces un compuesto ácido hidrosoluble de aluminio en una cantidad comprendida entre 2,5 y 3,5% en peso, expresada como Al_2O_3 , sobre el peso de TiO_2 . De preferencia la cantidad de compuesto hidrosoluble de aluminio ésta comprendida entre 2,8 y 3,2% en peso, expresada como Al_2O_3 , sobre el peso de TiO_2 . Cualquier sal ácida hidrosoluble de aluminio que sea hidrolizable formando un óxido de aluminio hidratado, puede ser empleada en el procedimiento de la presente invención, y son ejemplos típicos el cloruro de aluminio, nitrato de aluminio y sulfato de aluminio. Se prefiere la solución acuosa de sulfato de aluminio.

15 Se añade también a la dispersión acuosa que contiene el compuesto hidrosoluble de fósforo, un compuesto ácido hidrosoluble de titanio, y la cantidad del compuesto de titanio está comprendida entre 1,5 y 3% en peso, expresada como TiO_2 sobre el peso de TiO_2 en el pigmento. De preferencia la cantidad de compuesto hidrosoluble de titanio está comprendida entre 1,8 y 2,4% en peso como TiO_2 . Cualquier compuesto ácido hidrosoluble de titanio que sea hidrolizable formando un óxido de titanio hidratado puede ser empleado en el procedimiento de la presente invención, y son ejemplos típicos el tetracloruro de titanio y el sulfato de titanilo. Habitualmente el compuesto de titanio se añadirá en forma de una solución acuosa.

25 Se añade también a la dispersión acuosa que contiene el compuesto hidrosoluble de fósforo un compuesto ácido

30

1 do hidrosoluble de zirconio en una cantidad comprendida
entre 0,5 y 1,5% en peso, expresada como ZrO_2 , sobre el
2 TiO_2 en el pigmento. Preferiblemente la cantidad del -
compuesto ácido de zirconio que se añade está compendi
5 da entre 0,8 y 1,2% en peso, expresada como ZrO_2 , sobre
el peso de dióxido de titanio en el pigmento. Cualquier
sal ácida hidrosoluble de zirconio que sea hidrolizable
formando un óxido de zirconio hidratado puede ser emplea
da en el procedimiento de la presente invención y son -
10 ejemplos típicos el nitrato de zirconio y el sulfato de
zirconio. Habitualmente el compuesto ácido de zirconio
se añade a la dispersión acuosa en forma de una solución
acuosa.

15 Preferiblemente el compuesto hidrosoluble de alumi
nio, el compuesto hidrosoluble de zirconio y el compues
to hidrosoluble de titanio se añaden en forma de una so
lución mixta de los sulfatos de los metales. Tal solución
contiene sulfato de aluminio, sulfato de titanilo y sul
fato de zirconio en ácido sulfúrico, y tiene un pH com
20 prendido entre 0,7 y 1,2. La solución mixta cuando se -
usa, se añade a la dispersión acuosa a lo largo de un pe
ríodo de 15 a 45 minutos, y después de la adición la dis
persión acuosa se agita produciendo una dispersión homo
gánea.

25 Después de la adición de las sales hidrosolubles men
cionadas se añade a la dispersión acuosa un compuesto -
hidrosoluble de silicio en una cantidad comprendida entre
0,2 y 2,0% en peso, expresada como SiO_2 , sobre el peso -
de dióxido de titanio en el pigmento. Preferiblemente la
30 cantidad del compuesto hidrosoluble de silicio que se -

1 añade está comprendida entre 0,3 y 0,7% en peso como -
SiO₂, sobre el peso de dióxido de titanio en el pigmento.
Los compuestos típicos de silicio que pueden ser emploa-
dos son los silicatos de metal alcalino tales como el si-
5 licato de sodio, y habitualmente el compuesto hidrosolu-
ble de silicio se añade en forma de una solución acuosa.

El compuesto hidrosoluble de silicio se añade a lo
largo de un período de 5 a 30 minutos, y una vez termina
da la adición la dispersión se agita durante un período
10 adicional para asegurar la homogeneidad. El pH de la dis-
persión acuosa así obtenida se ajusta después a un valor
comprendido entre 3,5 y 4,5 y se continúa mezclando du-
rante un período adicional comprendido entre 2 y 10 mi-
nutos, según se necesite. Este ajuste del pH se efectúa
15 habitualmente añadiendo a la dispersión acuosa un hidró-
xido o un carbonato alcalino en una cantidad suficiente
para producir el pH deseado. Preferiblemente, el pH de
la dispersión acuosa se ajusta a un valor de aproximada-
mente 4,0.

20 Se piensa que después de la adición de los compues-
tos hidrosolubles de fósforo, aluminio, zirconio, tita-
nio y silicio, y del ajuste del pH a un valor compendi-
do entre 3,5 y 4,5, llega a asociarse con las partículas
pigmentarias de dióxido de titanio un óxido hidratado de
25 aluminio, zirconio, titanio y silicio y un fosfato. Se
cree que durante el proceso las partículas de dióxido de
titanio pigmentario llegan a recubrirse con estos óxidos
hidratados y este fosfato, pero puede ser que también -
precipiten en asociación con el pigmento uno o más sili-
30 catos metálicos.

1 A continuación del ajuste del pH de la dispersión -
a un valor comprendido entre 3,5 y 4,5, se añade a la -
dispersión un compuesto hidrosoluble de fósforo en una -
cantidad comprendida entre 0,2 y 1,0% en peso, expresada
5 como P_2O_5 , sobre el peso de TiO_2 en el pigmento. Los com-
puestos adecuados de fósforo son el ácido fosfórico o sa-
les hidrosolubles de ácido fosfórico, y es particularmen-
te útil un dihidrógeno-fosfato de metal alcalino tal co-
mo el dihidrógeno-fosfato sódico. Preferiblemente la can-
10 tidad de compuesto hidrosoluble de fósforo está compren-
dida entre 0,4 y 0,7% en peso, expresada como P_2O_5 , sobre
el peso de dióxido de titanio en el pigmento, y habitual-
mente el compuesto se añade en forma de una solución acuosa
a lo largo de un período de 5 a 15 minutos, al cabo de
15 lo cual se continúa agitando la dispersión acuosa durante
un período adicional de 2 a 10 minutos.

A la dispersión acuosa así obtenida se añade un com-
puesto hidrosoluble de aluminio de reacción alcalina en
una cantidad comprendida entre 0,5 y 1,5% en peso, expre-
20 sada como Al_2O_3 , basada en el peso de dióxido de titanio
en el pigmento. Preferiblemente la cantidad del compuesto
hidrosoluble de aluminio de reacción alcalina está com-
prendida entre 0,8 y 1,2% en peso de Al_2O_3 . Las sales hi-
25 drosolubles de reacción alcalina, típicas, que por hidrólisis
precipitan un óxido hidratado de aluminio, son los -
aluminatos de metal alcalino tales como el aluminato sódico.
Habitualmente las sales hidrosolubles de aluminio se
añaden en forma de una solución acuosa y si se desea pue-
den contener un álcali tal como el hidróxido sódico. La
30 solución del compuesto de aluminio de reacción alcalina

1 se añade a lo largo de un período de 5 a 20 minutos y -
después de la adición la dispersión acuosa se agita du-
rante un período de 10 a 50 minutos.

5 La dispersión acuosa obtenida después de la adición
del compuesto hidrosoluble de fósforo y del compuesto hi-
drosoluble de aluminio de reacción alcalina, tiene un pH
habitualmente alcalino, y se añade entonces un ácido mi-
neral a la dispersión acuosa para ajustar el pH de la -
dispersión a un valor comprendido entre 6,5 y 8. Por ejem-
10 plo, puede añadirse a la dispersión acuosa ácido sulfúri-
co diluido para producir un pH comprendido entre 6,9 y
7,2. Después de la adición del ácido hasta el pH deseado,
la dispersión se agita para permitir que el pH se estabi-
lice en el valor escogido.

15 La dispersión acuosa se filtra y el pigmento recupe-
rado se lava y se seca. Habitualmente el pigmento se mue-
le después en un molino de energía hidráulica y si se de-
sea puede tratarse con uno o más agentes de recubrimiento
orgánicos tales como una amina, una alcanolamina o un po-
20 liol.

Los pigmentos obtenidos mediante el procedimiento de
la presente invención son particularmente útiles para la
fabricación de pinturas, y cuando se usan en particular
en pinturas oleo-resinosas, tienen una actividad fotoquí-
mica reducida, es decir, desintegración en polvo reducida,
25 retención del brillo mejorada y pérdida reducida de peso
de la película de pintura.

La invención se ilustra en los Ejemplos siguientes:

Ejemplo 1

30 Una muestra de 2.156 g de un pigmento a base de dió-

1 xido de titanio "sulfato", rutilo, molido en seco, adic-
cionado con alúmina (0,13%), se suspendió en 2.326 ml de
agua destilada, se añadieron 154 ml de solución de hexame-
tafosfato sódico (7,0% de P_2O_5) y el pH de la suspensión
5 se elevó a 9,0 mediante la adición de hidróxido sódico -
2,75M. Se añadieron a la suspensión 5.140 ml de arena de
Ottawa y después se molió durante 60 minutos en un reci-
piente de 20 cm de diámetro con discos de 10 x 12,5 cm
(separación 3,8 cm) a 1.890 r.p.m. Se separó la arena del
10 pigmento pasando el pigmento sucesivamente a través de -
un tamiz de 0,149 mm de abertura y después de 0,044 mm,
se tomaron 900 g de la suspensión libre de arena, se di-
luyó a 200 gramos por litro con agua destilada, se agitó
para asegurar una mezcla eficiente durante las adiciones
15 subsiguientes de reactivos, y se calentó a 45°C. El pH en
esta fase era 8,9.

Se añadieron 370 ml de una solución ácida mixta de
sulfato de aluminio, ortosulfato de zirconio y sulfato -
de titanilo (7,3% de Al_2O_3 , 2,4% de ZrO_2 y 5,4% de TiO_2)
20 en la proporción de 12,33 ml por minuto y se mezcló du-
rante 10 minutos. En esta fase el pH era 1,1. Se añadie-
ron 45 ml de una solución de silicato sódico (10,0% de
 SiO_2 y 3,18% de Na_2O) en la proporción de 9 ml por minu-
to y se mezcló durante 5 minutos. El pH en esta fase era
25 1,2.

Se ajustó el pH de la suspensión a 4,0 con hidróxi-
do sódico 2,75 M durante 10 minutos y después se mezcló
durante otros 5 minutos. Se añadieron 45 ml de solución
de dihidrógeno-fosfato sódico (10,0% P_2O_5) en la propor-
30 ción de 9 ml por minuto y se mezcló durante 5 minutos.

1 El pH en esta fase era 3,8. Se añadieron 99 ml de solu-
ción de aluminato sódico cáustico (9,1% de Al_2O_3 y 19,4%
de Na_2O) en la proporción de 9,9 ml por minuto y se mez-
cló durante 30 minutos. El pH en esta fase era 8,4. El
5 pH de la suspensión se redujo a 7,0 con ácido sulfúrico
1,9 M y se mantuvo en este pH durante 15 minutos mezclan-
do.

10 El dióxido de titanio tratado se recogió por filtra-
ción. La torta de filtro se lavó dos veces con agua des-
tilada, se volvió a suspender en agua destilada, se vol-
vió a filtrar y se lavó de nuevo dos veces. El pigmento
se secó durante 16 horas a $105^{\circ}C$ y después se molió con
energía hidráulica en un micronizador de aire de labora-
torio de 15 cm.

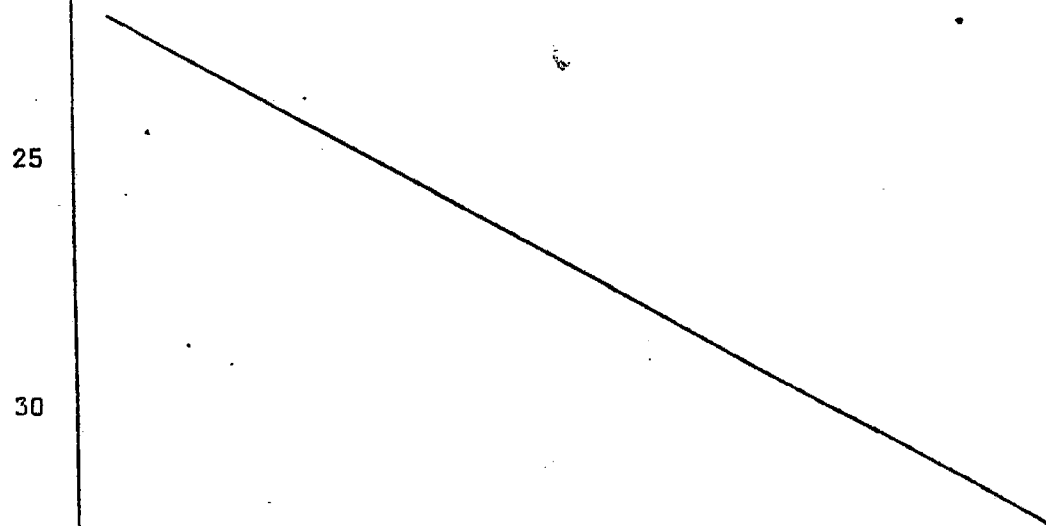
15 El pigmento así obtenido se incorporó en una pintura
de secado en estufa a base de una resina acrílica termo-
plástica con una proporción de pigmento:aglutinante de -
0,5:1. Se prepararon paneles de acero inoxidable recubier-
tos, se calentaron a $120^{\circ}C$ durante 30 minutos, y se ensa-
20 yaron en un Aparato medidor de las condiciones atmosféri-
cas de Marr durante períodos de tiempo diversos. Se toma-
ron la duración expresada como lectura del brillo (G) y
la proporción de desprendimiento de polvo (C).

25 Los resultados fueron comparados con los de un con-
trol que era una pintura semejante que contenía un pig-
mento de dióxido de titanio que poseía propiedades acep-
tables y tenía un recubrimiento de óxido de titanio hidra-
tado (1% en peso como TiO_2), alúmina hidratada (2,5% de
30 Al_2O_3 en peso) y sílice hidratada (1,5% de SiO_2) y prepa-
rado mediante un método convencional.

1 El pigmento se incorporó también en una pintura de se-
cado en estufa a base de un sistema de resina acrílica ter-
moestable con una proporción de pigmento/aglutinante de -
1,0:1,0. Se prepararon paneles de acero inoxidable recubier-
5 tos, se calentaron a 120°C durante 30 minutos y se ensaya-
ron en un Aparato medidor de las condiciones atmosféricas
de Marr. Se determinaron la duración expresada como lectu-
ra del brillo (G) y la proporción de desprendimiento de -
polvo. Se prepararon y ensayaron como control pinturas se-
10 mejantes que contenían un pigmento de dióxido de titanio
con un recubrimiento de óxido de titanio hidratado (1% en
peso como TiO_2), alúmina hidratada (2,5% de Al_2O_3 en peso)
y sílice hidratada (1,5% de SiO_2).

15 El pigmento fue ensayado también para determinar su
brillo al secar en estufa después de calentar a diferentes
temperaturas en un sistema de secado en estufa alquídico/
urea-formaldehído, y se comparó con los obtenidos usando un
pigmento de dióxido de titanio recubierto con alúmina, 6%
como Al_2O_3 , y 1 a 2% de TiO_2 .

20 Los resultados de estos ensayos se indican a continua-
ción.



1

TABLA 1

Duración en resina acrílica termoplástica

Después de un tiempo (Horas)

Ejemplo	Ensayo	Inicial	250	500	750	1000	1250
1	G	97	86	90	81	76	71
	C	10	9	9	9	9	9
Control	G	93	92	88	70	57	38
	C	10	9	9	9	9	8

5

TABLA 2

Duración en resina acrílica termoestable

Después de un tiempo (Horas)

Ejemplo	Ensayo	Inicial	250	500	750	1000	1250
1	G	90	83	73	55	48	22
	C	10	9	9	9	9	9
Control	G	90	84	49	31	19	11
	C	10	9	9	8	7	6

10

15

TABLA 3

Ejemplo	Brillo al secar en estufa	
	Plan normal 120°C	Plan de sobre calentamiento 180°C
1	75,5	21,0
Control	67,0	16,5

20

25

Ejemplo 2

Una muestra de 2.156 g de pigmento a base de TiO_2 "sulfato", rutilo, molido en seco, se suspendió en 2.355 ml de agua destilada. A la suspensión se añadieron 154 ml de solución de hexametáfosfato sódico (7% de P_2O_5) y 5.140 ml de arena de Ottawa. La suspensión se molió con arena -

30

1 durante 60 minutos en un recipiente de 20 cm de diámetro
con discos de 10 x 12,5 cm de diámetro (separación 3,8 -
cm) a 1890 r.p.m. La arena se separó del pigmento pasan-
do la suspensión sucesivamente a través de un tamiz de -
5 0,149 mm de abertura y después de 0,044 mm.

La suspensión libre de arena se diluyó a 4,54 litros a
220 g/l de TiO_2 con agua destilada, se agitó para asegurar
una mezcla eficiente durante las adiciones de reactivos sub-
siguientes, y se calentó a 45°C. El pH en esta fase era 8,5.

10 Se añadieron 705 ml de una solución ácida de sulfato
de aluminio, nitrato de zirconio y sulfato de titanilo -
(4,3% de Al_2O_3 , 1,4% de ZrO_2 , 3,6% de TiO_2) en la propor-
ción de 35 ml por minuto. La suspensión se mezcló durante
10 minutos y el pH al término de esta fase era 0,9.

15 Se añadieron 23,3 g de una solución de silicato po-
tásico (21,3% de SiO_2) en la proporción de 2,3 gramos por
minuto y se mezcló durante 10 minutos. El pH al término de
esta fase era 1,0.

El pH de la suspensión se cambió en 10 minutos a pH
20 4,0 con KOH 3,6M y se mezcló durante 5 minutos.

Se añadieron 70 ml de hexametáfosfato sódico (7% de
 P_2O_5) en la proporción de 15 ml por minuto y la suspensión
se mezcló durante 10 minutos. El pH al término de esta fa-
se era 4,1.

25 Se añadieron 143 ml de aluminato sódico cáustico - -
(8,2% de Al_2O_3 y 19,4% de Na_2O) en la proporción de 7,6 ml
por minuto y la suspensión se mezcló durante otros 20 mi-
nutos. El pH al término de esta fase era 10,0.

El pH de la suspensión se cambió en 30 minutos a pH
30 7,0 con ácido sulfúrico al 10% v/v.

1 El pigmento de dióxido de titanio tratado se separó
de la suspensión por filtración, se lavó dos veces con -
agua destilada, se volvió a suspender en agua destilada,
se filtró otra vez y se lavó dos veces adicionado con -
5 trietanolamina (0,4% sobre el TiO_2) y después se secó a
105°C durante 16 horas. El pigmento seco se molió por e-
nergía hidráulica en un micronizador por vapor de agua de
laboratorio de 20 cm.

10 El pigmento así obtenido se ensayó como se ha descri-
to en el Ejemplo 1 (con adición de color para secado en
estufa).

Los resultados se indican en las Tablas siguientes:

TABLA 4

Duración en resina acrílica termoplástica

Después de un tiempo (Horas)

Ejemplo	Ensayo	Inicial	250	500	750	1000	1250
2	G	88	81	66	59	56	49
	C	10	10	10	10	9	9
Control	G	86	84	45	34	9	2
	C	10	10	10	9	6	6

TABLA 5

Duración en resina acrílica termoestable

Después de un tiempo (Horas)

Ejemplo	Ensayo	Inicial	250	500	750	1000	1250
2	G	87	80	72	50	24	11
	C	10	10	10	9	9	9
Control	G	88	74	46	20	9	4
	C	10	10	10	6	6	6

TABLA 6

Ejemplo	Brillo al secar en estufa		Color al secar en estufa	
	Plan normal 120°C	Plan de sobre calentamiento 180°C	Antes de exposi-- ción a - radiación UV	Después de ex- posición a ra- diación UV (1 hora)
2	76,0	19,0	+1/4	+1/4
Control	67,0	16,5	norm*	norm*

*norm = normal

+ 1/4 = mejorado

REIVINDICACIONES

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 recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento para tratar un pigmento de dióxido de titanio, que comprende formar una dispersión acuosa de dióxido de titanio pigmentario que contiene un compuesto hidrosoluble de fósforo en una cantidad comprendida entre 0,2 y 1,0% en peso expresada como P_2O_5 , añadir a la dispersión así formada un compuesto ácido hidrosoluble de aluminio en una cantidad comprendida entre 2,5 y 3,5% expresada como Al_2O_3 , un compuesto ácido hidrosoluble de zirconio en

1 una cantidad comprendida entre 0,5 y 1,5% en peso expresada como ZrO_2 , un compuesto ácido hidrosoluble de titanio en una cantidad comprendida entre 1,5 y 3% en peso expresada como TiO_2 y un compuesto hidrosoluble de silicio en una cantidad comprendida entre 0,2 y 2,0% en peso expresada como SiO_2 , ajustar el pH de la dispersión a un valor comprendido entre 3,5 y 4,5 y después añadir a la dispersión un compuesto hidrosoluble de fósforo en una cantidad comprendida entre 0,2 y 1,0% en peso expresada como P_2O_5 y un compuesto hidrosoluble de aluminio de reacción alcalina en una cantidad comprendida entre 0,5 y 1,5% en peso expresada como Al_2O_3 , estando basados todos los tantos por ciento en peso en el peso de TiO_2 en el pigmento, y añadir a la dispersión un ácido mineral para ajustar el pH a un valor de 6,5 a 8, y recuperar el pigmento tratado.

2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la dispersión acuosa de dióxido de titanio pigmentario se forma a partir de dióxido de titanio calcinado.

3ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª ó 2ª, en el que el dióxido de titanio tiene por lo menos 95% de su contenido de TiO_2 en la forma rutilo.

4ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, en el que el dióxido de titanio contiene de 0,1 a 0,5% en peso de Al_2O_3 basado en el peso de TiO_2 .

5ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, en el que la dispersión acuosa que contiene el compuesto hidrosoluble de fósforo se muele en húmedo.

6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 5ª, en

1 el que la dispersión acuosa contiene adicionalmente un -
álcali en cantidad suficiente para hacer alcalina la dis-
persión acuosa.

5 7ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones 5ª
ó 6ª, en el que la concentración de dióxido de titanio -
pigmentario en la dispersión acuosa al término de la mo-
lienda está comprendida entre 600 y 1000 gramos por li-
tro.

10 8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª, en
el que la dispersión acuosa se diluye después de moler en
húmedo a una concentración comprendida entre 150 y 250 -
gramos por litro de TiO_2 .

15 9ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones anteriores, en el que la cantidad del compuesto
ácido hidrosoluble de aluminio que se añade a la disper-
sión acuosa está comprendida entre 2,8 y 3,2% en peso ex-
presada como Al_2O_3 .

20 10ª.- Un procedimiento según la reivindicación 9ª, en
el que el compuesto ácido de aluminio es sulfato de alumi-
nio.

25 11ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones anteriores, en el que el compuesto ácido hidro-
soluble de zirconio se añade a la dispersión acuosa en una
cantidad comprendida entre 0,8 y 1,2% en peso expresada -
como ZrO_2 .

30 12ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones anteriores, en el que el compuesto ácido hidro-
soluble de titanio se añade a la suspensión en una cantidad
comprendida entre 1,8 y 2,4% en peso, expresada como TiO_2 .

13ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivin-

1 dicaciones anteriores, en el que el compuesto ácido hidrosoluble de aluminio, titanio y zirconio se añade a la dispersión acuosa en forma de una solución acuosa mixta.

5 14ª.- Un procedimiento según la reivindicación 13ª, en el que la solución acuosa mixta contiene sulfato de aluminio, sulfato de titanilo y sulfato de zirconio y tiene un pH comprendido entre 0,7 y 1,2.

10 15ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el compuesto hidrosoluble de silicio se añade en una cantidad comprendida entre 0,3 y 0,7% en peso, expresada como SiO_2 .

16ª.- Un procedimiento según la reivindicación 15ª, en el que el pH de la dispersión acuosa se ajusta después a un valor de aproximadamente 4.

15 17ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que después del ajuste del pH de la dispersión acuosa a un valor comprendido entre 3,5 y 4,5, se añade a la dispersión acuosa el compuesto hidrosoluble de fósforo en una cantidad comprendida entre 0,4 y 0,7% expresada como P_2O_5 .

20 18ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la cantidad del compuesto alcalino hidrosoluble de aluminio está comprendida entre 0,8 y 1,2% en peso, expresada como Al_2O_3 .

25 19ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el pigmento tratado, después de recuperación, se muele en un molino de energía hidráulica.

30 20ª.- Un procedimiento según la reivindicación 19ª, en el que el pigmento se trata con una amina, una alcan-

1 lamina o un poliol durante la molienda.

21ª.- "Un procedimiento para tratar un pigmento de dióxido de titanio".

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

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

Madrid, 07 JUL 1976

P. A.

10

Alberto de Cárdenas
por Poder

15

20

25

30

ARS.