

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



25 EMM
Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

NUMERO	470616
FECHA DE PRESENTACION	- 8 JUN. 1978

10 A1

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
------------------------------	----------	---------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C01G	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DIOXIDO DE TITANIO DE TAMAÑO DE PARTICULA CONTROLADO.

71 SOLICITANTE (S)

DONG HWA TITANIUM INDUSTRIAL CO. LTD.,

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

32, 1-ka, Ulchiro, Chung-ku, Seoul, Corea.

72 INVENTOR (ES)

Kosaki Yoshio, Yagi Katsumi, Kura Yasuo.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar dióxido de titanio y, más particularmente, con un procedimiento mejorado para prepara dióxido de titanio por hidrólisis directa de una solución en ácido sulfúrico de mineral de ilmenita sin concentrar previamente la solución ácida del mineral.

A parte de otros usos, el dióxido de titanio se utiliza mundialmente en cantidades considerables como pigmento para pinturas. Con el fin de lograr una utilización satisfactoria, es importante que el tamaño de partícula del dióxido de titanio se controle cuidadosamente. En consecuencia, la técnica anterior, ha desarrollado procedimientos para controlar el tamaño de partícula del dióxido de titanio derivado de diversas fuentes, tal como el derivado de mineral de ilmenita.

Generalmente, el dióxido de titanio se obtiene a partir del mineral de ilmenita disolviendo el mineral en una cantidad de ácido sulfúrico e hidrolizando entonces la solución para precipitar el dióxido de titanio. Frecuentemente, en estos procesos, y al objeto de separar el sulfato férrico que está presente en la solución, antes de la hidrólisis, la solución se concentra con el fin de que estén más de 200 g/litro de óxido de titanio presente y a continuación se hidroliza la solución concentrada. Este procedimiento de concentrar primero la solución de óxido de titanio antes de la hidrólisis, es particularmente importante debido a que se ha encontrado que sin esta concentración previa, el dióxido de titanio obtenido no es en general de buena calidad ni adecuado para utilizarse como pigmento. puesto que su tamaño de partícula no puede ser controlado.

Por consiguiente, un objeto de la presente invención

es producir dióxido de titanio de un tamaño de partícula cuidadosamente controlado, adecuado para utilizarse como pigmento, empleando una técnica que no solo se traduce en propiedades superiores del dióxido de titanio, sino que también evita la práctica reconocida de la técnica anterior de concentrar primeramente el dióxido de titanio en solución ácida antes de la hidrólisis.

De acuerdo con la presente invención, se obtiene dióxido de titanio de un tamaño de partícula consistente y superior a partir de una solución no concentrada que contiene menos de 180 g/litro de óxido de titanio en una solución de ácido sulfúrico, calentando primeramente la solución no concentrada hasta su punto de ebullición aproximadamente, durante 1-2 horas, hasta que el grado de hidrólisis alcanza un valor comprendido entre 10 y 20% aproximadamente. En este punto, la solución parcialmente hidrolizada de dióxido de titanio se filtra para separar grandes partículas filtrables, blancas, de dióxido de titanio, que se han formado, produciendo con ello un filtrado casi claro. El filtrado obtenido a partir de este proceso de filtración se puede calentar entonces de nuevo para llevar a cabo una hidrólisis adicional, seguido por la adición lenta de una solución en ácido sulfúrico no hidrolizada y no concentrada de dióxido de titanio al filtrado, en un periodo de 5 a 8 horas aproximadamente, mientras se mantiene a la temperatura de la solución en un valor comprendido entre 90°C aproximadamente y el punto de ebullición. Alternativamente, el filtrado casi claro puede no hidrolizarse adicionalmente por calentamiento directo, sino que se puede añadir directamente la solución adicional de ácido sulfúrico, no hidrolizada y no concentrada, de dióxido de titanio, mientras la temperatura se mantiene en la gama

comprendida entre 90°C y el punto de ebullición, durante el periodo de 5-8 horas. Eventualmente, la cantidad total de solución de dióxido de titanio recientemente añadida al filtrado es del orden de 6-8 partes de solución reciente por una parte de filtrado.

Este procedimiento se traduce en una hidrólisis adicional lenta y consistente del dióxido de titanio, con control del tamaño de partícula resultante. Según la presente invención, y cuando las partículas de dióxido de titanio crecen lentamente en el filtrado, el aumento de tamaño de las partículas es proporcional a la cantidad añadida de solución no concentrada adicional. Las partículas de dióxido de titanio obtenidas según este proceso, se pueden filtrar y lavar fácilmente con agua y proporcionar un índice de color del orden de 1.500 o superior, en contraposición con el valor de 1.250 que se obtiene frecuentemente por los procesos convencionales de la técnica anterior.

EJEMPLO

Un licor madre no concentrado que contiene una solución acuosa de 152,7 g/litro de dióxido de titanio, 3 g/litro de Ti_2O_3 , 71 g/litro de FeO, 92,9 g/litro de ácido sulfúrico libre y 377,3 g/litro de ácido sulfúrico total, se ajusta a una concentración de 130 g/litro de dióxido de titanio y se calienta a 100°C. Bajo un grado de hidrólisis de 18,5 % del dióxido de titanio, se forman grandes partículas de dióxido de titanio. Se interrumpe el calentamiento y después de 90 minutos de enfriamiento, la solución se filtra para separar las grandes partículas de dióxido de titanio formadas. El filtrado obtenido se calienta entonces adicionalmente a una temperatura de unos 90°C, para formar una solución hidrolizada de nucleación. Se colocan 500 ml de esta solución de nucleación en un matraz y se calienta

adicionalmente a unos 90°C, añadiéndose 3 litros de licor madre reciente no concentrado de la misma composición que el licor madre originalmente usado, a los 500 ml de solución de nucleación, en un periodo de 6 horas, goteando lentamente la solución reciente en la solución de nucleación. Durante este periodo de tiempo, la temperatura se mantiene en 90-100°C aproximadamente presentándose una hidrólisis adicional. Al término del periodo de 6 horas, el producto hidrolizado se filtra y se lava con agua, se seca y se calcina para dar dióxido de titanio que tiene un índice de color, medido por un colorímetro, de 1.595. La cantidad final de dióxido de titanio obtenido es de 200 Kg.

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

- REIVINDICACIONES -

1.- Procedimiento para preparar dióxido de titanio de tamaño de partícula controlado, caracterizado porque comprende las etapas de:

5 (a) calentar una solución acuosa de ácido sulfúrico que contiene hasta 200 gramos de dióxido de titanio por litro de solución, hasta que el grado de hidrólisis es de 10 a 20% aproximadamente, para formar partículas de precipitado filtrables;

10 (b) filtrar dicha solución para separar las citadas partículas de dióxido de titanio, obteniéndose un filtrado casi claro;

15 (c) hidrolizar adicionalmente dicho filtrado y añadir lentamente 6-8 partes en volumen de la solución ácida acuosa original de dióxido de titanio por una parte de filtrado; y

(d) recuperar un precipitado hidrolizado que se puede calcinar para dar dióxido de titanio que tiene un índice de color de 1.500 o mayor.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha solución ácida de dióxido de titanio se calienta durante 1-2 horas aproximadamente a una temperatura comprendida entre 90° C y el punto de ebullición aproximadamente.

25 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la hidrólisis adicional se efectúa calentando a una temperatura comprendida entre 90°C y el punto de ebullición aproximadamente y la citada adición de solución ácida acuosa de dióxido de titanio se efectúa en un periodo de 5 a 8 horas.

30 4.- Procedimiento para preparar dióxido de titanio de tamaño de partícula controlado, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid, 8 JUN. 1978

DONG HWA TITANIUM INDUSTRIAL CO., LTD.

J. M. GOMEZ AGUILO Y PUMES

P. P. Firmador: J. Suarez Diaz

