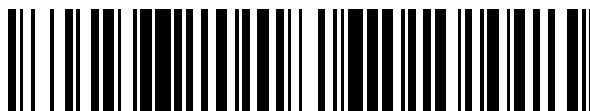


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 528 749**

51 Int. Cl.:

C01G 23/053 (2006.01)

C22B 3/00 (2006.01)

C01G 23/047 (2006.01)

C22B 3/44 (2006.01)

C22B 34/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.05.2011 E 11717274 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.11.2014 EP 2566816**

54 Título: **Floculante para la producción de dióxido de titanio**

30 Prioridad:

04.05.2010 DE 102010019375

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

12.02.2015

73 Titular/es:

SACHTLEBEN PIGMENT GMBH (100.0%)

Rheinuferstrasse 7-9

47829 Krefeld, DE

72 Inventor/es:

OFFERMANN, MARTIN;

RASTELBAUER, MAGNUS y

DYSCHY, SASCHA

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 528 749 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Floculante para la producción de dióxido de titanio

5 La presente invención se refiere a un método para obtener dióxido de titanio mediante el proceso de sulfato, en el cual una materia prima que contiene titanio se digiere con ácido sulfúrico obteniéndose una disolución que lleva sólidos (solución negra), a partir de la cual se prepara el dióxido de titanio en otras etapas sucesivas del proceso, de manera que antes de conducirlos a estas etapas adicionales los sólidos se sedimentan y separan de dicha solución para obtener una solución del producto digerido (solución negra) esencialmente libre de sólidos, efectuando la sedimentación de los sólidos con un agente floculante y un agente coagulante, de manera que el agente floculante contiene un polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o en aminoalquil(met)acrilato y el agente coagulante contiene un polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC).

15 Los procesos de sulfato para la preparación u obtención de dióxido de titanio son conocidos en el estado técnico (véase p.ej. Industrial Inorganic Pigments (editor G. Buxbaum, Wiley-VCH, Weinheim, 3. Edición 2005, página 59 hasta 61) o la Enciclopedia Ullmann de química industrial, 4ª edición, volumen 15 (1979)). En dichos procesos primero se muele el mineral de titanio, por ejemplo ilmenita o escoria de titanio, y luego se hace una mezcla reactiva con ácido sulfúrico. En esta mezcla la reacción de digestión se puede activar de diferente manera. El mineral de titanio (ilmenita o escoria de titanio) se mezcla con un ácido sulfúrico de una concentración aprox. del 65 al 80% en peso y luego en una primera etapa se inicia la reacción de digestión mediante la adición de ácido sulfúrico fumante (oleum) a la mezcla y el calor de reacción resultante, o bien el mineral de titanio (ilmenita o escoria de titanio) se mezcla con un ácido sulfúrico de una concentración aprox. del 86 hasta 96% en peso y luego en una primera etapa se inicia la reacción de digestión mediante la adición de agua o de ácido sulfúrico diluido y el calor de reacción resultante. Como alternativa la reacción de digestión también se puede iniciar calentando la mezcla reactiva. Una vez iniciada la reacción exotérmica, la temperatura de la correspondiente mezcla reactiva aumenta rápidamente a unos 180 hasta 220°C y suele formarse una torta de digestión sólida como masa reactiva. Durante la subsiguiente maduración de esta masa sólida reactiva, como segunda etapa de digestión, la temperatura cae lentamente hasta unos 150°C. Después en una tercera etapa de digestión la masa sólida reactiva se disuelve en ácido sulfúrico diluido y/o en agua formando una solución o suspensión que aún contiene sólidos, la llamada solución negra con contenido de sólidos.

La solución negra tiene una composición distinta según el material de partida utilizado (ilmenita o escoria de titanio). Si se usa ilmenita como materia prima de titanio, la solución negra resultante contiene hierro trivalente (Fe(III)) y nada de titanio trivalente (Ti(III)), sino casi exclusivamente titanio tetravalente (Ti(IV)). El contenido de estas materias depende fundamentalmente de la composición de la ilmenita y en menor magnitud de las condiciones de proceso. Para el posterior procesamiento de la solución del material digerido o solución negra es deseable que el contenido de hierro trivalente (Fe(III)) sea lo más bajo posible, a fin de evitar la inclusión de hierro en la matriz de dióxido de titanio durante la hidrólisis o en una etapa posterior de filtración y lavado. Las impurezas de hierro en la matriz de dióxido de titanio dan lugar a características ópticas no deseadas, por ejemplo en la fabricación de pigmentos, y por tanto son perjudiciales. Por este motivo el hierro trivalente se puede reducir a hierro divalente (Fe(II)) en la solución negra. Esto se logra, por ejemplo, reduciendo el hierro trivalente con hierro metálico, preferiblemente con chatarra de hierro, a hierro divalente, el cual se puede separar más tarde en otras etapas del proceso como sal verde (sulfato ferroso heptahidrato) y/o sal de filtración (sulfato ferroso monohidrato más ácido sulfúrico libre).

45 Para poder seguir procesando la solución negra - dado el caso una vez terminada la reducción del hierro trivalente disuelto - hace falta separar los sólidos que contiene y dejarla como una solución o disolución de material digerido exenta de sólidos, la llamada solución negra libre de sólidos. Para ello se eliminan las partículas sólidas que hay en la solución negra, por ejemplo de restos del material de partida que contiene titanio, como mineral no disgregado, y/o de productos secundarios no deseados como hierro o cromo o sales difícilmente solubles. Esto es necesario para obtener el dióxido de titanio con pureza suficiente en las demás etapas y fases del proceso subsiguientes.

Los sólidos se pueden eliminar, por ejemplo, mediante centrifugación, sedimentación o filtración. En general esta separación de los sólidos tiene lugar tras una floculación por adición de agentes floculantes, mediante filtros de vacío o filtros prensa, p.ej. un filtro giratorio de vacío o un filtro prensa de cámaras o membranas.

55 Muchas de las partículas que sedimentan en la solución negra poseen una carga o un momento dipolar. Cuando la repulsión entre partículas individuales es mayor que la fuerza de gravedad, estas partículas no pueden sedimentar en el fondo del recipiente y permanecen en suspensión. Solo la adición de un floculante puede minimizar las fuerzas de repulsión mediante una contracarga correspondiente, haciendo que las partículas individuales se unan entre sí - y también por medio de aglomerados - y sedimenten debido a la fuerza de gravedad. En el estado técnico se conocen floculantes adecuados, que contienen esencialmente polímeros catiónicos basados en acrilamida, sobre todo un copolímero de acrilamida con un acrilato de alquil-amino catiónico, como por ejemplo acrilato de dimetilaminoetil-cloruro de metilo (DMAEA) cuaternario, por ejemplo poli-DMAEA. Los pesos moleculares de estos polímeros suelen estar comprendidos en el intervalo de 2 millones de g/mol hasta más de 10 millones de g/mol.

65

No obstante se ha visto que el residuo sedimentado de la solución negra tiene un espectro de partículas bimodal, es decir, que consta de partículas finas y finísimas. Con los floculantes macromoleculares catiónicos conocidos se floclula preferentemente el residuo con mayor proporción de partículas finas, pero en cambio el resto de partículas más finas queda casi todo suelto. Por tanto los métodos conocidos tienen el inconveniente de que en la práctica, tras la separación de los sólidos, la solución negra lleva un contenido residual de partículas sólidas finas de 1-5 μm de diámetro, que en esta etapa del proceso no puede rebajarse más con los procedimientos habituales. Esta cantidad de partículas finas suele eliminarse en el subsiguiente proceso mediante la separación de la sal verde (sulfato Fe(II) heptahidrato) al cristalizar la solución negra y/o realizando luego una filtración fina. Como consecuencia hay grandes pérdidas cualitativas durante la separación de la sal verde y además menores rendimientos en la filtración fina.

Por consiguiente la presente invención tiene por objeto desarrollar un método mejorado para separar los sólidos de una solución negra, que además sirva para reducir aún más el contenido residual de materia sólida de la solución negra tras el proceso de separación de sólidos (sedimentación).

La presente invención resuelve este planteamiento mediante un método de obtención de dióxido de titanio por el proceso de sulfato, en el cual la floculación de los sólidos contenidos en una solución del producto digerido tiene lugar por adición de al menos un agente floculante y al menos un agente coagulante, siendo el agente floculante un polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o en aminoalquil(met)acrilato y el agente coagulante un polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC).

En un primer aspecto la presente invención se refiere por tanto a un método de obtención de dióxido de titanio por el proceso de sulfato que comprende:

- digestión de una materia prima de titanio con ácido sulfúrico para obtener una solución del producto digerido que contiene sólidos, y
- floculación y separación de los sólidos que contiene la solución del producto digerido para obtener una solución de producto digerido prácticamente libre de ellos, de modo que la floculación de los sólidos se realiza por adición de al menos un agente floculante y al menos un agente coagulante, siendo el agente floculante un polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o en aminoalquil(met)acrilato y el agente coagulante un polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC).

El poli-DADMAC es un polímero que se puede preparar por reacción de cloruro de alilo con dimetilamina, dando el cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC), el cual se polimeriza a continuación obteniéndose poli-DADMAC. Este proceso está representado esquemáticamente en la figura 1.

En formas de ejecución preferidas el radical alquilo es un resto de hidrocarburo lineal o ramificado, preferiblemente lineal, de 1-10 átomos de carbono, con preferencia metilo, etilo, propilo, n-butilo e isobutilo y con mayor preferencia etilo o propilo.

En varias formas de ejecución de la presente invención el polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida o en aminoalquil(met)acrilato es un homopolímero o un copolímero con acrilamida o metacrilamida.

En ciertas formas de ejecución de la presente invención el polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida o en aminoalquil(met)acrilato es un homopolímero o un copolímero basado en aminoalquilacrilamida o en acrilato de aminoalquilo.

La aminoalquil(met)acrilamida puede ser por ejemplo una dimetilaminopropilacrilamida (N-(3-dimetilaminopropil)-acrilamida o dimetilaminoetilacrilamida, como por ejemplo dimetilaminopropilacrilamida cloruro de metilo cuaternario o dimetilaminopropilacrilamida sulfato de metilo (cloruro de 3-acrilamidopropiltrimetilamonio o sulfato de 3-acrilamido-propiltrimetilamonio) o dimetilaminoetilacrilamida cloruro de metilo/sulfato de metilo (cloruro de 3-acrilamidoetil-trimetilamonio o sulfato de 3-acrilamidoetiltrimetilamonio) o dimetilaminopropilacrilamida o dimetilaminoetilacrilamida protonizadas con ácido sulfúrico (sulfato de 3-acrilamidopropildimetilamonio o sulfato de 3-acrilamidoetildimetilamonio) o una metacrilamida correspondiente.

En una forma de ejecución el polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida o en aminoalquil(met)acrilato es un homopolímero de dimetilaminopropilacrilamida protonizada con ácido sulfúrico (sulfato de 3-acrilamidopropil-dimetilamonio). Este polímero y su preparación se representan esquemáticamente en la figura 2.

La expresión "cuaternizado" o "cuaternario", tal como se emplea en esta solicitud de patente, se refiere a un átomo tetravalente, preferentemente a un átomo de nitrógeno. Un compuesto cuaternario de este tipo se puede crear, por ejemplo, añadiendo un compuesto electrófilo. En caso de un átomo de nitrógeno el átomo de N cuaternario lleva una carga positiva. "Cuaternización" se refiere por tanto a una reacción química orgánica en la cual se eleva a cuatro el número de enlaces (a radicales orgánicos) de un átomo. Como ejemplo cabe mencionar la transformación de aminas terciarias en aminas cuaternarias por alquilación.

En otras formas de ejecución de la presente invención el aminoalquil(met)acrilato puede ser un acrilato de dimetil-aminoetilo (DMAEA) o un acrilato de dimetilaminopropilo, como p.ej. dimetilaminoetilacrilato cloruro de metilo cuaternario (cloruro de 2-acriloxietiltrimetilamonio) o dimetilaminopropilacrilato cloruro de metilo cuaternario, o un metacrilato correspondiente.

5 En una forma de ejecución el polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida o en aminoalquil(met)acrilato es un copolímero de cloruro de 2-acriloxietiltrimetilamonio con acrilamida, en particular de tipo estadístico. Este copolímero y su preparación se representan esquemáticamente en la figura 3.

10 En ciertas formas de ejecución el floculante también puede ser una mezcla de los polímeros basados en aminoalquil(met)acrilamida o en aminoalquil(met)acrilato anteriormente citados.

Tanto el floculante como el coagulante pueden ser productos polimerizados en disolución. Como alternativa el floculante y/o el coagulante pueden ser un granulado polimérico.

15 El peso molecular de los polímeros catiónicos que constituyen el floculante está comprendido normalmente en el intervalo aproximado de 2 hasta >10 millones de Da (g/mol).

20 El peso molecular de los polímeros que constituyen el coagulante está comprendido usualmente en el intervalo < 2,5 millones de Da (g/mol), por ejemplo en el intervalo de 10.000-2.000.000 g/mol.

25 En ciertas formas de ejecución según el método de la presente invención el floculante y el coagulante o ambos se emplean en solución acuosa. En una solución acuosa de este tipo la concentración del floculante pueden ser del 0,05 - 0,3% en peso, preferiblemente de un 0,1% en peso respecto al peso total de la solución. La concentración del coagulante en la solución acuosa puede estar comprendida en el intervalo de 0,05 – 1% en peso y preferiblemente puede ser de un 0,1% en peso respecto al peso total de la solución.

30 En ciertas formas de ejecución según el método de la presente invención el floculante y el coagulante se usan en una relación aproximada de 2:1 hasta 20:1, preferiblemente de 10:1.

35 En una forma de ejecución del método de la presente invención el floculante se puede añadir en forma de solución acuosa (0,1% en peso) a la solución del producto digerido, en una proporción aproximada de 1 – 5% en volumen respecto al volumen de la solución del producto digerido. La proporción de coagulante (solución acuosa al 0,1% en peso) añadida a la solución del producto digerido puede ser aproximadamente del 0,1 – 1% en volumen respecto al volumen de la solución del producto digerido. En otras formas de ejecución la proporción de floculante añadida a la solución del producto digerido es del 0,0001 hasta 0,01% en peso respecto a la masa de la solución del producto digerido. La proporción de coagulante añadido a la solución del producto digerido puede ser por ejemplo del 0,00001 hasta 0,01% en peso.

40 En ciertas formas de ejecución del método el coagulante se agrega a la solución del producto digerido que contiene sólidos antes que el floculante. En otras formas de ejecución el coagulante y el floculante se agregan a la solución del producto digerido simultáneamente.

45 En formas de ejecución especiales de la presente invención el coagulante también se puede añadir a la solución del producto digerido después que el floculante.

Según una de las reivindicaciones los sólidos floculados se pueden separar de la solución negra mediante un tanque de flujo inferior y/o un tanque de rebosamiento.

50 La materia prima de titanio utilizada en el proceso de la presente invención puede ser, por ejemplo, un mineral de titanio como la ilmenita o escorias de titanio o mezclas de ambas.

55 Además de la etapa de floculación, el método de la presente invención puede incluir una etapa de reducción en la cual el hierro trivalente existente en la solución del producto digerido se reduce agregando un agente reductor como por ejemplo hierro metálico. Entonces la solución de producto digerido reducida con contenido de sólidos (solución negra) se somete luego a la etapa de floculación.

60 En el proceso de la presente invención la floculación puede efectuarse a temperatura elevada. Así, en una forma de ejecución la temperatura de la solución de producto digerido durante la floculación es aproximadamente de 40 -90°C, con preferencia de unos 70°C.

65 En otro aspecto, la presente invención se refiere también a un agente de floculación combinado para flocular los sólidos contenidos en una solución resultante de digerir con ácido sulfúrico una materia prima de titanio según el método del sulfato para la obtención de dióxido de titanio, de modo que el agente de floculación combinado lleva un polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o aminoalquil(met)acrilato y un polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC).

En ciertas formas de ejecución de la presente invención el polímero catiónico también se puede elegir entre los homopolímeros y copolímeros arriba descritos, basados en aminoalquil(met)acrilamida y aminoalquil(met)acrilato.

5 El polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida o aminoalquil(met)acrilato, el polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC) o ambos pueden ser, por ejemplo, productos polimerizados en disolución. En tal caso el agente de floculación combinado está en forma de una solución líquida que, si es preciso, se puede diluir con un disolvente adecuado, como por ejemplo agua, antes de usarla. Como alternativa uno de los componentes o ambos pueden ser granulados poliméricos utilizables en forma sólida o, si es necesario, disueltos en un disolvente apropiado.

10 Según una forma de ejecución el agente de floculación combinado también puede ser una solución acuosa de los citados polímeros. Entonces esta solución acuosa puede estar lista para el uso, es sea con un contenido aproximado de 0,05 hasta 1% de los polímeros, o en forma de un concentrado que debe diluirse con agua antes del uso.

15 Según una forma de ejecución, en el agente de floculación combinado la relación másica del polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida o aminoalquil(met)acrilato respecto al polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC) es aproximadamente de 2:1 hasta 20:1, con preferencia de 10:1.

20 Las reivindicaciones y los ejemplos contienen más formas de ejecución de la presente invención. Los siguientes ejemplos sirven para ilustrar la presente invención, pero sin limitarla a estas formas de ejecución concretas.

Ejemplos

25 Se llevó a cabo una comparación entre varios agentes floculantes catiónicos disponibles en el comercio en cuanto a su capacidad de floculación y sedimentación. Para ello una solución de ilmenita reducida se floculó respectivamente con los floculantes Sedipur CF 8501 (BASF AG) y Drewfloc K 4000 (antes: Praestol Titan 100 M (Ashland)) y además con floculantes alternativos, y luego se determinaron los volúmenes de sedimento y los contenidos de sólido en los sobrenadantes. Se emplearon los siguientes floculantes y coagulantes disponibles comercialmente:

30 Sedipur CF 8501 (BASF): copolímero estadístico fuertemente catiónico de acrilamida y acrilato de dimetilamino-etilo (DMAEA) cloruro de metilo cuaternario en forma de granulado, peso molecular aproximado 3-5 millones de g/mol, aprox. 80% de carga catiónica.

Sedipur CL 920 (BASF): polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC) como producto polimerizado en disolución, peso molecular máx. 2 millones de g/mol.

35 Drewfloc K 4000 (antes: Praestol Titan 100 M (Ashland)): polielectrolito fuertemente catiónico de dimetilamino-propilacrilamida (DIMAPA) protonizado con ácido sulfúrico, como producto polimerizado en disolución, peso molecular 6 - 8 millones de g/mol, aprox. 100 % de carga catiónica.

Praestol 185 K (Ashland): polielectrolito fuertemente catiónico de bajo peso molecular basado en un derivado cuaternario de ácido acrílico; cloruro de 1-propanaminio-N,N,N-trimetil-3-[(1-oxo-2-propenil)amino].

40 Amerfloc 487 (antes: Praestol 187K (Ashland)): polielectrolito fuertemente catiónico de bajo peso molecular basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC), peso molecular máx. 500.000 g/mol.

Praestol 190 K (Ashland): copolímero policuaternario fuertemente catiónico de bajo peso molecular basado en metanamina (metilamina) y epiclorhidrina. Sedipur NF 104 (BASF): floculante no iónico.

45 (Sedipur CL 950 / 951 (BASF)): copolímero de epiclorhidrina y dimetilamina, peso molecular aprox. 50.000 g/mol (CL 950) o 200.000 g/mol (CL 951).

Tabla 1 – Resultados analíticos de la solución inicial de ilmenita empleada

Mineral	Fecha	Sólidos [g/l]	Densidad [g/ml]	TiO ₂ [%]	TiO ₂ [g/l]	Ti ³⁺ [g/kg]	Acidez total [%]	FeSO ₄ [%]	IA	FeZ
Ilmenita	22.02.2010	13	1,6	10	161	6	19	22	1,9	2,2

50 Se temperaron respectivamente a 60°C ± 1,5°C en una probeta 1000 ml de la disolución inicial de ilmenita, se le añadieron las cantidades de coagulante (al 0,1%) indicadas en la tabla 2 y se incorporaron volteando 5 veces la probeta. Después se agregó la cantidad de floculante (al 0,1%) indicada en la tabla 2 y se incorporó volteando 15 veces la probeta. Como controles se usaron soluciones a las que solo se les había añadido el floculante.

55

Tabla 2 – Floculantes y coagulantes

Nº	Coagulante		Floculante	
	Producto	Adición	Producto	Adición
A	Sedipur CL 920	3,5 ml	Sedipur CF 8501	35 ml
B	Sedipur CL 920	7,0 ml	Sedipur CF 8501	35 ml
C			Sedipur CF 8501	35 ml
D			Drewfloc K 4000 (antes Praestol Titan 100 M)	35 ml
E	Amerfloc 487 (antes Praestol 187 K)	3,5 ml	Drewfloc K 4000	35 ml
F	Amerfloc 487	7,0 ml	Drewfloc K 4000	35 ml
G	Sedipur CL 950	7,0 ml	Sedipur CF 8501	35 ml
H	Sedipur CL 951	7,0 ml	Sedipur CF 8501	35 ml
I	Sedipur NF 104	7,0 ml	Sedipur CF 8501	35 ml
J	Praestol 185 K	7,0 ml	Drewfloc K 4000	35 ml
K	Praestol 190 K	7,0 ml	Drewfloc K 4000	35 ml

5 Después de 30 minutos de incubación en una estufa a 60°C se determinó la altura de sedimentación y se sacó un alícuota de 50 ml (a la altura de aprox. 800 ml de la probeta). El alícuota extraído se filtró a través de una membrana filtrante de 0,45 µm; el residuo de la filtración se lavó, y se secó y calcinó a 900°C durante una hora para determinar gravimétricamente el resto de sólidos. Cada una de las pruebas A-F se realizó por triplicado. Las pruebas G-K solo se efectuaron una vez. Los valores medios de estas tres pruebas y los resultados de las pruebas individuales están representados gráficamente en las figuras 4 y 5.

10 Los resultados representados en las figuras 4 y 5 demuestran que el residuo sólido de la solución del producto digerido se puede reducir notablemente, es decir en todos los casos por debajo del 5%, mediante el empleo de los agentes de floculación combinados de la presente invención. En cambio las pruebas comparativas con un floculante habitual, es decir sin coagulante, presentan malos valores del contenido residual de sólidos, superiores al 9% y casi del 13%.

20 Asimismo, la comparación con los agentes de floculación combinados en los cuales se utilizan otros coagulantes distintos del poli-DADMAC (pruebas G-K) demuestra que el contenido de sólidos en la solución del producto digerido resulta mucho más elevado respecto a los floculantes combinados que llevan aditivos de poli-DADMAC. Además, en comparación con las pruebas de floculación efectuadas exclusivamente con floculantes (C+D) la medición de las pruebas G-I da valores de residuo sólido casi 4 veces mayores.

REIVINDICACIONES

1. Método para preparar dióxido de titanio por el proceso de sulfato que comprende:
 - digestión de una materia prima de titanio con ácido sulfúrico para obtener una solución del producto digerido que contiene sólidos, y
 - floculación y separación de los sólidos que contiene la solución del producto digerido para obtener una solución de producto digerido prácticamente libre de ellos, caracterizado porque la floculación de los sólidos se realiza por adición de al menos un agente floculante y al menos un agente coagulante, siendo el agente floculante un polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o en aminoalquil(met)acrilato y el agente coagulante un polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC).
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente floculante contiene un polímero catiónico basado en un copolímero de acrilamida y una aminoalquil(met)acrilamida o aminoalquil(met)acrilato.
3. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente floculante contiene un polímero catiónico basado en un homopolímero de aminoalquil(met)acrilamida o aminoalquil(met)acrilato.
4. Método según una de las reivindicaciones 1-3, caracterizado porque la aminoalquil(met)acrilamida se elige del grupo formado por dimetilaminopropilacrilamida (DIMAPA), dimetilaminopropilmetacrilamida, dimetilaminoetilacrilamida y dimetilaminoetilmecacrilamida y mezclas de las mismas.
5. Método según una de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque el aminoalquil(met)acrilato se elige del grupo formado por acrilato de dimetilaminoetilo (DMAEA), metacrilato de dimetilaminoetilo, acrilato de dimetilaminopropilo y metacrilato de dimetilaminopropilo y mezclas de los mismos.
6. Método según la reivindicación 4, caracterizado porque la dimetilaminopropilacrilamida (DIMAPA) es una dimetilaminopropilacrilamida protonizada con ácido sulfúrico o cuaternizada con cloruro de metilo o sulfato de metilo.
7. Método según la reivindicación 5, caracterizado porque el acrilato de dimetilaminoetilo (DMAEA) es acrilato de dimetilaminoetilo cloruro de metilo cuaternario (cloruro de 2-acriloxietiltrimetilamonio).
8. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente floculante y el agente coagulante se usan en una relación de 2:1 hasta 20:1.
9. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente floculante se añade a la solución del producto digerido en una proporción del 0,0001 - 0,01% en peso respecto al peso de la misma.
10. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el agente coagulante se añade a la solución del producto digerido en una proporción del 0,0001 - 0,01% en peso respecto al peso de la misma.
11. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de la solución del producto digerido durante la etapa de floculación es de 40 – 90°C.
12. Método según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la floculación de los sólidos de la solución del producto digerido que los contiene se lleva a cabo durante 15 – 60 minutos.
13. Agente de floculación combinado para flocular los sólidos que contiene una solución resultante de digerir una materia prima de titanio con ácido sulfúrico para la obtención de dióxido de titanio mediante el proceso de sulfato, caracterizado porque el agente floculante contiene un polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o aminoalquil(met)acrilato y un polímero catiónico basado en poli(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC).
14. Agente de floculación combinado, según la reivindicación 13, caracterizado porque el polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o aminoalquil(met)acrilato contiene un copolímero de acrilamida y un (met)acrilato de aminoalquilo.
15. Agente de floculación combinado según, la reivindicación 13, caracterizado porque el polímero catiónico basado en aminoalquil(met)acrilamida y/o aminoalquil(met)acrilato contiene un homopolímero de una aminoalquil(met)acrilamida.
16. Agente de floculación combinado según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la relación másica del polímero catiónico basado en acrilamida respecto al polímero catiónico basado en poli-(cloruro de dialildimetilamonio) (poli-DADMAC) es de 2:1 hasta 20:1 en el agente de floculación combinado.

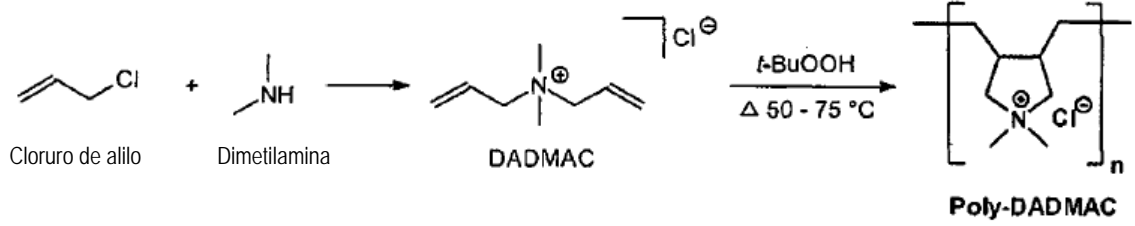


Figura 1

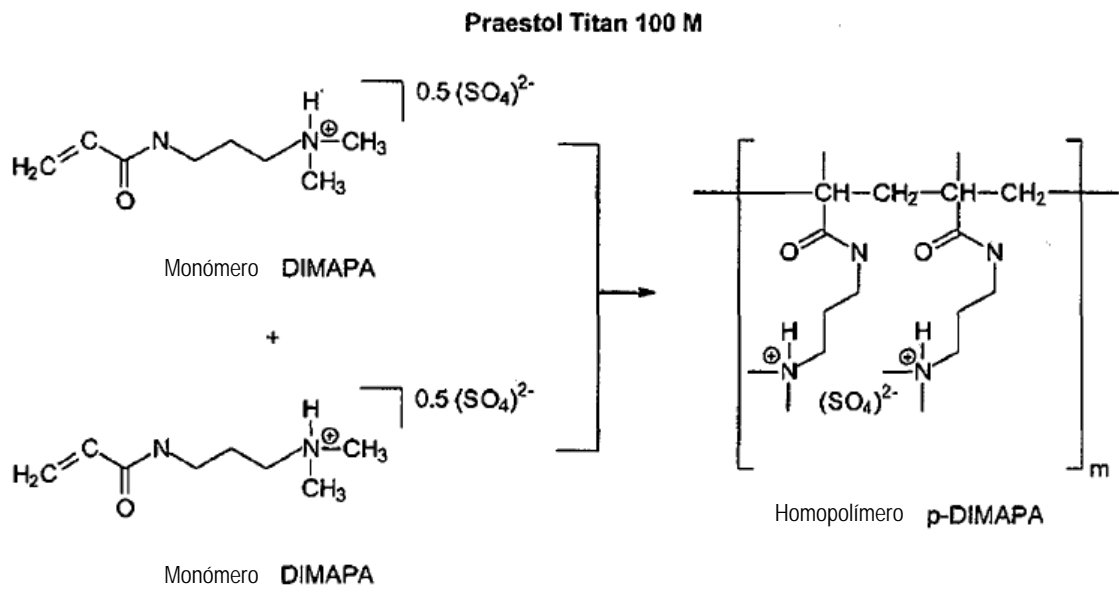


Figura 2

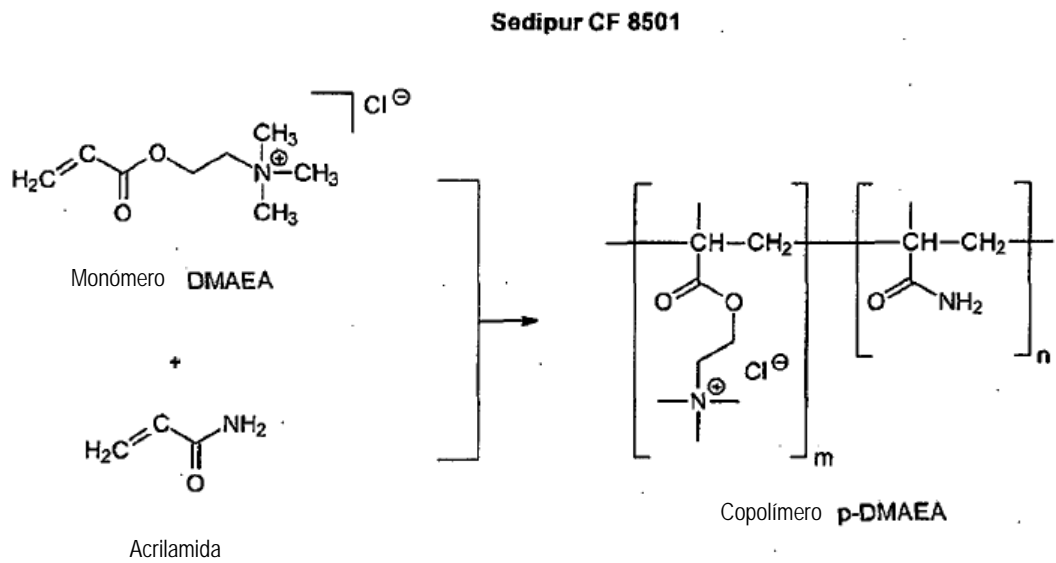


Figura 3

Figura 4

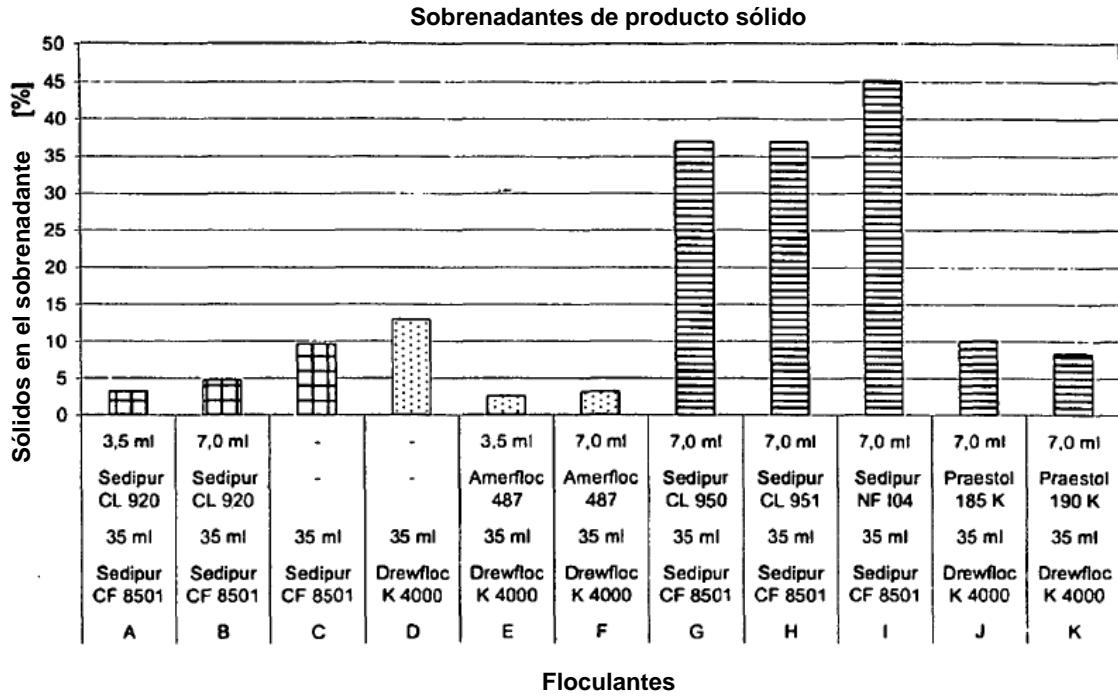


Figura 5

