(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 628 854**

(51) Int. CI.:

C09C 1/36 (2006.01)
C09C 3/04 (2006.01)
C01G 23/04 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2014 PCT/US2014/027916**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014 WO14143797**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2014 E 14763359 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.05.2017 EP 2864424**

(54) Título: **Producción de un pigmento de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación**

(30) Prioridad:

15.03.2013 US 201361798857 P
12.03.2014 US 201414206899

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
04.08.2017

(73) Titular/es:

TRONOX LLC (100.0%)
3301 NW 150th
Oklahoma City, OK 73134, US

(72) Inventor/es:

GOPARAJU, VENKATA RAMA RAO;
MARSHALL, DAVID F. y
KAZEROONI, VAHID

(74) Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

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

Producción de un pigmento de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación

Los pigmentos de dióxido de titanio se utilizan en relación a formulaciones de recubrimiento (incluyendo formulaciones para pintura y tinta), composiciones del papel, composiciones poliméricas y otros productos. Tales pigmentos se producen en general en forma de polvos con propiedades y características específicas que dependen de su aplicación final.

Los pigmentos de dióxido de titanio pueden producirse ya sea mediante el proceso de sulfato o bien el proceso de cloruro.

En el proceso de sulfato para la producción de dióxido de titanio, se disuelve escoria mineral de titanio en ácido sulfúrico para formar sulfato de titanilo. El sulfato de titanilo se hidroliza entonces para formar dióxido de titanio hidratado. El dióxido de titanio hidratado se calienta en un calcinador para cultivar cristales de dióxido de titanio hasta obtener dimensiones de pigmento.

En el proceso de cloruro para la producción de dióxido de titanio, se alimenta mineral seco de dióxido de titanio en un clorinador junto con coque y cloro para producir un haluro de titanio gaseoso (tal como tetracloruro de titanio). El haluro de titanio producido se purifica y se oxida en un reactor especialmente diseñado a una alta temperatura para producir partículas de dióxido de titanio que tengan un tamaño de partícula deseado. Se añade habitualmente cloruro de aluminio al haluro de titanio en el reactor de oxidación para facilitar la formación de rutilo y controlar el tamaño de partícula. El dióxido de titanio y los productos de reacción gaseosos se enfrían a continuación, y se recuperan las partículas de dióxido de titanio.

Ya sea producidas por el proceso de sulfato o el proceso de cloruro, las partículas de dióxido de titanio producidas se someten habitualmente a etapas de procesamiento adicionales. Por ejemplo, las etapas adicionales de procesamiento utilizadas comúnmente incluyen (a) dispersar las partículas en un medio acuoso para formar una suspensión del pigmento (se utiliza habitualmente un agente de dispersión, tal como un polifosfato); (b) triturar en húmedo la suspensión del pigmento resultante para lograr partículas de dióxido de titanio que tengan un tamaño de partícula predeterminado; (c) precipitar uno o más materiales inorgánicos de óxido metálico hidratado, tal como sílice-ceria, óxido de circonio y/o alúmina sobre las superficies de las partículas de la suspensión de dióxido de titanio triturado en húmedo; (d) flocular las partículas tratadas y recuperar las partículas de dióxido de titanio tratadas con óxido a partir la suspensión acuosa mediante filtración; (e) lavar las partículas filtradas para retirar las sales residuales y las impurezas en las mismas; (f) secar las partículas filtradas lavadas para proporcionar polvo seco del pigmento de dióxido de titanio; y (g) someter a molienda en molino de chorro el pigmento seco. Cualquier aglomerado formado durante los pasos descritos anteriormente se endurece durante la etapa de secado, y habitualmente requieren una molienda de energía intensa para romper los aglomerados hasta un tamaño de partícula deseado.

En la industria de elaboración de pigmentos, la etapa de molienda en molino de chorro se realiza a menudo utilizando ya sea aire comprimido, vapor, o bien gases inertes. Aunque otros pasos de procesamiento se han combinado con la molienda en molino de chorro en un intento de desaglomerar el pigmento a un coste reducido, la abrasividad de tales etapas puede afectar de manera adversa a los revestimientos en el pigmento.

La EP 1 241 139 A1 divulga una suspensión de dióxido de titanio para tinta empleada en sistemas de chorro de tinta.

La EP 0 832 944 A2 divulga un proceso para elaborar un pigmento de dióxido de titanio.

La EP 0 595 471 A2 divulga un proceso para el revestimiento de partículas inorgánicas con sílice amorfa densa.

La invención se define en las reivindicaciones.

Se proporciona un proceso para la producción de un pigmento de dióxido de titanio. El proceso comprende preparar una suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio. El proceso además incluye la desaglomeración de la suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación.

La invención se describirá a continuación en referencia a los dibujos, en los que:

La FIG. 1 representa dos procesos del arte previo para la producción de un pigmento de dióxido de titanio.

La FIG. 2 representa una realización del proceso de la invención para la elaboración de un pigmento de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación.

La FIG. 3 representa un ejemplo de un proceso de producción de un pigmento de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación.

La FIG. 4 representa perfiles de distribución del tamaño de partícula en referencia al Ejemplo 1.

Se proporciona un proceso para la producción de un pigmento de dióxido de titanio. El proceso comprende (a) preparar una suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio; y (b) desaglomerar la suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación. El proceso de la invención puede ser un proceso por lotes o un proceso continuo. Por ejemplo, el proceso de la invención puede incorporarse en un proceso continuo para la producción y el tratamiento (por ejemplo, revestimiento) de partículas de dióxido de titanio.

La suspensión acuosa puede formarse mediante dispersión de las partículas de dióxido de titanio en un medio acuoso para formar una suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio. Puede añadirse un agente de dispersión, tal como un polifosfato, a la suspensión acuosa para facilitar la distribución de las partículas de dióxido de titanio en la misma. Pueden también utilizarse otros tipos de agentes de dispersión.

Por ejemplo, las partículas de dióxido de titanio pueden ser producidas mediante el proceso de sulfato o mediante el proceso de cloruro. En una realización, las partículas de dióxido de titanio se producen mediante el proceso de cloruro. En otra realización, las partículas de dióxido de titanio se producen mediante el proceso de sulfato.

Los métodos para la producción de partículas de dióxido de titanio mediante el proceso de sulfato y el proceso de cloruro son bien conocidas para los expertos en el arte. Por ejemplo, en el proceso de sulfato, se disuelve escoria mineral de titanio en ácido sulfúrico para formar sulfato de titanilo. El sulfato de titanilo se hidroliza a continuación para formar dióxido de titanio hidratado. El dióxido de titanio hidratado se calienta en un calcinador para cultivar cristales de dióxido de titanio hasta lograr dimensiones de pigmento. Por ejemplo, en el proceso de cloruro, se alimenta mineral de dióxido de titanio a un clorinador junto con coque y cloro para producir un haluro de titanio gaseoso (tal como tetracloruro de titanio). El haluro de titanio producido se purifica y se oxida en un reactor especialmente diseñado a una temperatura elevada para producir partículas de dióxido de titanio que tengan un tamaño de partícula deseado. El dióxido de titanio y los productos de reacción gaseosos se enfrían a continuación, y las partículas de dióxido de titanio se recuperan.

Por ejemplo, en el proceso de cloruro, puede añadirse cloruro de aluminio a los reactivos como ayuda para la rutilización y como agente de control del tamaño de partícula, junto con el haluro de titanio (por ejemplo, el tetracloruro de titanio) durante la etapa de oxidación en fase de vapor del proceso de producción. El cloruro de aluminio proporciona alúmina a la estructura reticular del pigmento. También pueden utilizarse otros co-oxidantes. Otros óxidos metálicos hidratados, formados durante la etapa de oxidación, pueden incluirse en el pigmento para diversos propósitos, tales como el control del tamaño de partícula.

La suspensión acuosa formada en la etapa (a) puede comprender de aproximadamente un cinco (5) por ciento en peso a aproximadamente sesenta y cinco (65) por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión acuosa. Por ejemplo, la suspensión acuosa formada en la etapa (a) puede comprender de aproximadamente un 15 por ciento en peso a aproximadamente un 45 por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión acuosa. A modo de ejemplo adicional, la suspensión acuosa formada en la etapa (a) puede comprender de aproximadamente un 25 por ciento en peso a aproximadamente un 40 por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión acuosa.

El proceso de la invención incluye la desaglomeración de la suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio utilizando ultrasonicación. Aunque sin pretender estar sujetos a ninguna teoría de operación en particular, se cree que la ultrasonicación produce cavitaciones y generan ondas de choque colapsando dichas cavitaciones. Las cavitaciones que colapsan conducen a colisiones entre las partículas y dan como resultado la desaglomeración de las partículas de pigmento y la reducción de su tamaño mediante la trituración de las partículas que colisionan.

La etapa de ultrasonicación puede ser realizada por cualquier dispositivo de ultrasonidos adecuado, ya sea en un modo por lotes o en modo continuo.

Por ejemplo, puede utilizarse el dispositivo de ultrasonidos de Hielscher Ultrasound Technology. Cuando se utiliza un dispositivo de este tipo, pueden obtenerse resultados eficaces realizando la etapa de ultrasonicación durante alrededor de 20 a 30 segundos. Pueden utilizarse otros tipos de dispositivos de ultrasonidos además de, o como sustituto de l dispositivo de ultrasonidos UIP2000 comercializado por Hielscher Ultrasound Technology. Debe apreciarse que la etapa de desaglomeración utilizando ultrasonicación puede ser realizada durante más o menos tiempo dependiendo de una cantidad de factores, por ejemplo, si el proceso total se realiza por lotes o de forma continua, la marca, el modelo, y la potencia del dispositivo de ultrasonidos, la composición de la muestra, el volumen a ser desaglomerado y la tasa de flujo de la composición de la muestra que va a ser desaglomerada. A modo de ejemplo, tal como se utiliza y se describe en la presente divulgación, los tiempos para la etapa de ultrasonicación se

establecen en referencia a la utilización del dispositivo de ultrasonicación UIP2000 de Hielscher Ultrasound Technology. Los expertos en el arte podrán ajustar el tiempo para la etapa de desaglomeración utilizando ultrasonicación en base a los factores anteriores, de tal manera que se logre un tamaño de partícula deseado. Tal como se discutirá en mayor detalle en referencia al Ejemplo 1, la distribución del tamaño de partícula antes de la ultrasonicación es bimodal con un mayor tamaño de partícula. El uso de la ultrasonicación desaglomera las partículas, cambiando su tamaño de partícula de bimodal a monodisperso con un menor tamaño medio de partícula que el material alimentado.

Los dispositivos de ultrasonidos habitualmente incluyen un transductor ultrasónico y un sonotrodo. El transductor ultrasónico crea ondas ultrasónicas mediante estimulación eléctrica que se transfieren al medio a ser sometido a sonicación a través del sonotrodo. La potencia de entrada al sonotrodo puede variar por cada dispositivo ultrasónico. Por ejemplo, la potencia de entrada del dispositivo de ultrasonidos UIP2000 comercializado por Hielscher Ultrasound Technology, que tiene una potencia máxima de 2000 Vatios (W) puede variar entre en un 50 por ciento y un 100 por cien de la potencia máxima. Tanto en el modo por lotes como en continuo, el sonotrodo puede sumergirse en la suspensión hasta aproximadamente la mitad de su longitud o según sea sugerido de otro modo por cada fabricante.

Por ejemplo, en el modo por lotes, el sonotrodo del dispositivo de ultrasonidos se coloca habitualmente en el interior de la suspensión en el recipiente que se va a someter a sonicación para desaglomerar las partículas en el interior de la suspensión. Se continúa con la sonicación de la misma muestra de suspensión hasta que se obtiene el tamaño de partícula deseado. Por ejemplo, en el modo en continuo, el sonotrodo del dispositivo de ultrasonidos se coloca habitualmente en el interior de un reactor con célula de flujo para procesar muestras de mayor tamaño durante periodos de tiempo de mayor duración en modo de recirculación. La suspensión alimentada que contiene las partículas que van a ser desaglomeradas se introducirá en el reactor con célula de flujo por un lado, y es expuesta a vibraciones por ultrasonido mecánicas y dejan la célula por el otro lado. El caudal de la suspensión puede ajustarse creando la contrapresión en la salida para una sonicación efectiva hasta que se logra el tamaño de partícula deseado. La temperatura de la célula de flujo puede mantenerse haciendo fluir agua fría o caliente a través de la camisa que rodea la célula de flujo. La temperatura de la célula de flujo puede ajustarse dependiendo de la muestra que va a ser sonicada y de su aplicación. Por ejemplo, tal como se discutirá en mayor detalle en referencia al Ejemplo 1, la temperatura de la célula de flujo se mantuvo a 60 grados Celsius. Debe apreciarse que la descripción de la configuración anterior es ilustrativa de las configuraciones habituales para los dispositivos de ultrasonidos, y la configuración final puede variar por cada aplicación de uso final u otros factores.

Por ejemplo, en la ultrasonicación en el modo por lotes, se sometió a sonicación 2 kilogramos (kg) de una suspensión de dióxido de titanio (con un recubrimiento de óxidos inorgánicos depositados en la misma y lavados) con una densidad de 1,8, en presencia de un dispersante en un vaso de precipitados de cristal de 2 litros durante aproximadamente un minuto al 50 por ciento de amplitud, hasta que aproximadamente de un 60 por ciento a aproximadamente un 80 por ciento de las partículas fueron iguales a o menores de 0,63 micras. La suspensión ultrasonicada se secó posteriormente y se sometió a molienda en molino de chorro.

Por ejemplo, en el modo en continuo, una suspensión de dióxido de titanio con una densidad de 1,8 (la suspensión se obtuvo después de tratar las partículas de dióxido de titanio con óxidos inorgánicos, y de un lavado), que contenía un dispersante, se bombeó a través de una célula de muestra de 100 mililitros (ml) que fue sometida a ultrasonicación de forma continua. Los caudales de la suspensión se ajustaron para alcanzar el tamaño de partícula predeterminado, por ejemplo hasta que aproximadamente de un 60 por ciento a un 80 por ciento de las partículas fueron iguales a o menores de 0, 63 micras. La suspensión sonicada se secó y posteriormente se sometió a molienda en molino de chorro. Debe apreciarse que los ejemplos anteriores tienen propósitos ilustrativos y no pretenden limitar el alcance del proceso inventivo descrito en la presente patente. Los parámetros de procesamiento pueden variar dependiendo de las aplicaciones del uso final del pigmento, del dispositivo de ultrasonidos utilizado y de su potencia, y del modo de procesamiento para la etapa de ultrasonicación.

Pueden combinarse diversas etapas diferentes del proceso con la etapa de ultrasonicación, dependiendo de la aplicación en particular, que incluyen el tamaño de partícula deseado y otras propiedades y características del pigmento. Por ejemplo, el proceso de producción del pigmento de dióxido de titanio puede además comprender la etapa de molienda de la suspensión acuosa de dióxido de titanio para reducir el tamaño de partícula de las partículas de dióxido de titanio. Por ejemplo, puede utilizarse una etapa de molienda en húmedo para lograr un tamaño de partícula predeterminado. La etapa de molienda puede realizarse en un modo por lotes o en modo continuo. La etapa de molienda puede realizarse mediante cualquier metodología de molienda en húmedo conocida en el arte. Por ejemplo, puede utilizarse molienda de medios, incluyendo molienda en molino de perlas, molienda en molino de arena, molienda en molino de bolas, y molienda en molino de bolas de cuarzo.

Debe apreciarse que las etapas del proceso inventivo pueden realizarse en modo por lotes o en continuo y no se requiere que éstas coincidan con el modo de procesamiento de otras etapas. Por ejemplo, la etapa de molienda puede ser en modo por lotes y la etapa de ultrasonicación puede ser en modo continuo, o viceversa, o bien ambas etapas pueden realizarse en el mismo modo de procesamiento.

Por ejemplo, la suspensión de dióxido de titanio es triturada durante el tiempo suficiente para ocasionar que al menos un 50 por ciento de las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula menor que o igual a 0,63 micras (micrómetros o mm). A modo de ejemplo adicional, la suspensión de dióxido de titanio se tritura durante el tiempo suficiente para ocasionar al menos que un 75 por ciento de las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula de menos de o igual a 0,63 micras. Por ejemplo, la suspensión de dióxido de titanio se tritura durante el tiempo suficiente para ocasionar que al menos un 94 por ciento de las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula de menos de o igual a 0,63 micras. Debe apreciarse que la etapa de molienda puede realizarse también durante una cantidad de tiempo predeterminado. Por ejemplo, en otra realización, la etapa de molienda es de aproximadamente 17 minutos. A modo de ejemplo adicional, la etapa de molienda es de aproximadamente 12 minutos. La etapa de molienda puede ser realizada ya sea antes de, o bien después de la etapa de ultrasonicación.

El proceso inventivo para la producción de un pigmento de dióxido de titanio puede además comprender la etapa de tratamiento de las partículas de dióxido de titanio para depositar al menos un recubrimiento de óxido metálico hidratado en las mismas. El recubrimiento o los recubrimientos de óxido metálico hidratado se depositan en las superficies de las partículas de dióxido de titanio para modificar o aumentar las propiedades y características del pigmento para aplicaciones en particular. Por ejemplo, el recubrimiento o los recubrimientos de óxido metálico hidratado pueden depositarse sobre las partículas del pigmento utilizando un proceso de tratamiento en húmedo.

Por ejemplo, las partículas de dióxido de titanio pueden tratarse para depositar al menos un recubrimiento de óxido metálico en las mismas, ya sea antes de o bien después de la etapa de desaglomeración utilizando ultrasonicación. Por ejemplo, el recubrimiento o los recubrimientos de óxido metálico pueden seleccionarse del grupo que consiste en óxidos inorgánicos de aluminio, boro, fósforo, silicio, titanio, circonio y mezclas de los mismos. La adición de sílice puede impartir una mejora en la resistencia a los efectos nocivos de la luz ultravioleta en aplicaciones de uso final y aumentar adicionalmente el poder de cubrición del pigmento. Puede utilizarse alúmina, por ejemplo, para asegurar un procesamiento regular mediante filtración, secado, y molienda en molino de chorro, además de impartir características de dispersibilidad mejoradas al pigmento terminado en aplicaciones de uso final. En muchas aplicaciones, se deposita tanto un recubrimiento de sílice como un recubrimiento de alúmina en las superficies de las partículas de dióxido de titanio. La alúmina se añade a menudo como la capa de tratamiento final.

Otros ejemplos de materiales de recubrimiento que pueden utilizarse incluyen óxidos metálicos e hidróxidos metálicos, tales como alúmina. Otros ejemplos de materiales de recubrimiento que pueden utilizarse incluyen óxidos metálicos e hidróxidos metálicos tales como alúmina, fosfato de aluminio, sílice, óxido de circonio, titania y mezclas de los mismos. Por ejemplo, los recubrimientos de óxido metálico hidratado pueden ser utilizados para mejorar la opacidad, estabilidad de la luz y durabilidad del pigmento, para lograr un equilibrio deseado de opacidad del pigmento y las características de flujo, y/o para mejorar las propiedades de humectabilidad y dispersión del pigmento.

Por ejemplo, puede utilizarse dióxido de silicio (por ejemplo, un recubrimiento denso de dióxido de silicio), por ejemplo, para mejorar la durabilidad y la compatibilidad del pigmento con resinas. El recubrimiento denso de dióxido de silicio puede ser aplicado bajo condiciones de tratamiento en húmedo, con o sin tener óxidos inorgánicos depositados sometidos a tratamiento adicional en húmedo. Puede utilizarse un recubrimiento de óxido de aluminio sobre el recubrimiento de dióxido de silicio, por ejemplo, para mejorar las propiedades de opacidad y la compatibilidad con resinas en aplicaciones para pinturas. Puede utilizarse fosfato de aluminio, sales de fosfato relacionadas y mezclas de los mismos, por ejemplo, una alternativa al dióxido de silicio para proporcionar una durabilidad mejorada de los pigmentos. Se puede depositar un recubrimiento de óxido de aluminio sobre el recubrimiento de fosfato de aluminio, según se ha discutido anteriormente.

Por ejemplo, el óxido metálico hidratado se deposita en las partículas de dióxido de titanio en una cantidad de aproximadamente un 0,5 por ciento en peso hasta aproximadamente un 25 por ciento en peso, en base al peso total de las partículas de dióxido de titanio. A modo de ejemplo adicional, el óxido metálico hidratado se deposita en las partículas de dióxido de titanio en una cantidad de aproximadamente un 0,5 por ciento en peso hasta aproximadamente un 15 por ciento en peso, en base al peso total de las partículas de dióxido de titanio. En aún otro ejemplo, el óxido metálico hidratado se deposita en las partículas de dióxido de titanio en una cantidad de aproximadamente un 0,5 por ciento en peso hasta aproximadamente un 5 por ciento en peso, en base al peso total de las partículas de dióxido de titanio.

El proceso inventivo puede comprender además la etapa de filtrado y la etapa de lavado de las partículas de dióxido de aluminio recubierto. Las partículas de dióxido de titanio con su superficie tratada se recuperan mediante filtrado y lavado para retirar las impurezas iónicas y las sales de las mismas. Por ejemplo, en la etapa de filtración, puede utilizarse un sistema del tipo filtración al vacío o un sistema del tipo filtración a presión. Puede utilizarse cualquier sistema adecuado para el lavado y la recuperación de pigmentos de dióxido de titanio con superficie tratada. Por ejemplo, las etapas de filtrado y lavado pueden realizarse antes de, o después de, la etapa de desaglomeración con ultrasonicación.

Por ejemplo, el proceso inventivo puede además comprender la etapa de dispersión de las partículas de dióxido de titanio en una suspensión acuosa que comprende de aproximadamente un 30 por ciento hasta aproximadamente un 60 por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión. Por ejemplo, la etapa de dispersión puede ser realizada después de que las partículas de dióxido de titanio sean lavadas y recuperadas. Si fuera necesario o si se desea, cualquier dispersante conocido en el arte puede añadirse a la suspensión acuosa final para impedir cualquier aumento de la viscosidad inducida por la ultrasonicación.

El proceso inventivo puede además incluir una o más etapas para presentar el pigmento terminado en una forma adecuada para su uso final deseado. Por ejemplo, el proceso inventivo puede además comprender secar el pigmento para proporcionar una forma en polvo seco. La etapa de secado puede realizarse utilizando secado al vacío, secado con spin-flash, secado con atomizador, o cualquier técnica de secado conocida en el arte para producir polvos de pigmento de dióxido de titanio.

Por ejemplo, el proceso inventivo puede además comprender la molienda del polvo del pigmento de dióxido de titanio para reducir aún más el tamaño de las partículas del pigmento de dióxido de titanio hasta un tamaño de partícula deseado. Por ejemplo, para aplicaciones de uso final para pinturas, el tamaño de la partícula del pigmento terminado puede encontrarse en un rango de aproximadamente 200 nanómetros (nm) hasta aproximadamente 350 nanómetros (nm).

El tamaño de partícula de las partículas de dióxido de titanio secas puede reducirse a la distribución del tamaño de partícula deseado mediante, por ejemplo, la molienda de las partículas. Por ejemplo, puede emplearse un molino de chorro para la molienda de las partículas. De forma alternativa, las partículas secas pueden reducirse a la distribución del tamaño de partícula deseado mediante técnicas de micronización por vapor, incluyendo por ejemplo, en presencia o ausencia de aditivos funcionales adicionales conocidos en el arte. Por ejemplo, el polvo del pigmento de dióxido de titanio puede ser micronizado a diversas relaciones de vapor con respecto al pigmento, que están un rango de aproximadamente 1,2 (energía menos intensa) hasta aproximadamente 1,8 (energía más intensa). Debería apreciarse que las relaciones de vapor con respecto al pigmento en la micronización pueden variar dependiendo de la aplicación de su uso final. Por ejemplo, al someter a ultrasonicación el pigmento de dióxido de titanio, puede realizarse una molienda en molino de chorro menos intensa y se proporciona un pigmento con propiedades ópticas mejoradas.

En referencia a las figuras, la Figura 1 es una representación gráfica simplificada de dos procesos del arte previo para la producción de pigmentos de dióxido de titanio. Tal como se muestra, las partículas de dióxido de titanio se forman en primer lugar mediante el proceso de sulfato o el proceso de cloruro. En la parte superior marcada como vía A, las partículas de dióxido de titanio se muelen, por ejemplo, se someten a molienda de medios; se trató su superficie; se filtraron; se lavaron y se secaron; y a continuación se sometieron a otro proceso de molienda, por ejemplo molienda en molino de chorro. El recubrimiento del pigmento se mantiene. Si se deseara un rendimiento adicional para la producción, los costes de energía y costes de capital necesarios hacen que dicho rendimiento adicional sea poco factible. En la parte inferior de la Figura 1, marcada como vía B, se trata la superficie de las partículas del pigmento de dióxido de titanio aglomeradas, se filtran, se lavan y se secan, y a continuación se someten a molienda en molino de chorro. Tal como se muestra en la Figura 1, vía B, el pigmento de dióxido de titanio recubierto resultante presenta superficies de dióxido de titanio expuestas. Estas superficies expuestas afectan de forma adversa al pigmento ya que cada partícula no está completamente recubierta en comparación con los pigmentos de la vía A.

La Figura 2 muestra una realización del proceso inventivo para la producción de pigmentos de dióxido de titanio. La realización representada en la Figura 2 está dirigida a un proceso de producción de un pigmento de dióxido de titanio en el que un pigmento de dióxido de titanio aglomerado con su superficie recubierta con óxido hidratado es desaglomerada utilizando ultrasonicación, y posteriormente se seca y es micronizada bajo condiciones menos intensas (ahorrando en ergía), para dar como resultado un pigmento terminado seco con propiedades ópticas mejoradas y una buena durabilidad (resistencia a agentes climáticos).

Tal como se muestra en la Figura 2, las partículas de dióxido de titanio se forman en primer lugar mediante el proceso de cloruro o bien el proceso de sulfato. Entonces se prepara una suspensión acuosa que contiene partículas de dióxido de titanio aglomeradas. El pigmento aglomerado se somete a molienda a continuación en un proceso de molienda en húmedo durante el tiempo suficiente para lograr que las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula predeterminado. Por ejemplo, el tiempo suficiente para lograr que las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula predeterminado donde al menos un 94 por ciento de las partículas tienen un tamaño de partícula de menos de o igual a 0,63 micras. A continuación se trata la superficie del pigmento de dióxido de titanio molido para depositar al menos un recubrimiento de óxido metálico hidratado sobre la misma. Las partículas de dióxido de titanio pueden entonces flocularse o filtrarse y lavarse para retirar cualquier impureza. A continuación, las partículas de dióxido de titanio son desaglomeradas utilizando ultrasonicación. A partir de este momento, el material desaglomerado se seca y opcionalmente se reduce adicionalmente en tamaño mediante la molienda en molino de chorro de las partículas. Tal como se muestra en la Figura 2, debido a la etapa de

ultrasonicación, la etapa de molienda en molino de chorro es menos intensa y se mantiene el recubrimiento o los recubrimientos del pigmento final.

En la Figura 3 se muestra un ejemplo de proceso. En el proceso representado en la Figura 3, se utiliza tanto la ultrasonicación como la molienda en húmedo para moler las partículas del pigmento de dióxido de titanio aglomeradas antes de tratar la superficie de dichas partículas. El uso combinado de la desaglomeración mediante ultrasonicación y molienda en húmedo, da como resultado la reducción en la cantidad de tiempo de molienda en húmedo y en los requerimientos de energía, generando, por lo tanto, el ahorro de costes en el proceso de producción final del pigmento, a la vez que se mantienen las propiedades de dicho pigmento.

Tal como se muestra en la Figura 3, las partículas de dióxido de titanio se forman en primer lugar mediante el proceso de cloruro o bien el proceso de sulfato. Se prepara una suspensión acuosa de las partículas de dióxido de titanio. El pigmento aglomerado se muele a continuación en un proceso de molienda en húmedo seguido de una desaglomeración adicional utilizando ultrasonicación, durante el tiempo suficiente para lograr que las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula predeterminado. Debe apreciarse que la etapa de ultrasonicación puede realizarse ya sea antes o bien después de la molienda en húmedo del pigmento en aglomerado. Por ejemplo, el tamaño de partícula predeterminado puede lograrse cuando al menos un 94 por ciento de las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula menor que o igual a 0,63 micras. A continuación, se trata la superficie del pigmento de dióxido de titanio con al menos un recubrimiento de óxido metálico hidratado depositado en la misma. Las partículas de dióxido de titanio pueden entonces flocularse o filtrarse y lavarse para retirar cualquier impureza. Después de eso, el pigmento se seca y opcionalmente se reduce aún más su tamaño mediante molienda adicional, por ejemplo, utilizando molienda en molino de chorro. El uso combinado de la desaglomeración mediante ultrasonicación y molienda en húmedo, previo al recubrimiento de las partículas, tiene como resultado la reducción de la cantidad de tiempo de molienda en húmedo y de los requerimientos de energía, lo que se traduce por tanto en el ahorro de costes en el proceso de producción final del pigmento, a la vez que se mantienen las propiedades de dicho pigmento.

Otra realización, no representada, es la combinación de las realizaciones descritas en referencia a las Figuras 2 y 3, e incluye dos etapas de desaglomeración utilizando las etapas de ultrasonicación y el tiempo de molienda reducido. Por ejemplo, en referencia a la Figura 3, el pigmento aglomerado se somete a molienda en húmedo durante una cantidad reducida de tiempo. Por ejemplo, el tiempo de molienda puede transcurrir durante el tiempo suficiente para lograr que las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula predeterminado. Se realiza una primera etapa de ultrasonicación, según se describe en referencia a la Figura 3, del pigmento aglomerado sin recubrimiento. El pigmento de dióxido de titanio se trata a continuación con al menos un óxido metálico hidratado depositado en el mismo, se recupera y se lava según se ha descrito anteriormente en referencia a la Figura 2. El pigmento lavado y recubierto es desaglomerado utilizando ultrasonicación, según se describe en referencia a la Figura 2. El pigmento se seca posteriormente y se somete a molienda en molino de chorro para proporcionar un pigmento de dióxido de titanio final según se describe en referencia a la Figura 2. Esta realización combinada es capaz de lograr las ventajas y beneficios descritos con respecto tanto a la Figura 2 como a la 3.

Ejemplos ilustrativos

Los siguientes ejemplos proporcionan un detalle adicional y se utilizan para ilustrar las realizaciones descritas de esta divulgación sin intención de limitar o restringir el alcance de la misma. Las concentraciones y porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

Las partículas del pigmento de dióxido de titanio particulado obtenidas a partir de la oxidación en fase de vapor de tetracloruro de titanio, con un contenido de un 1,0 por ciento de alúmina, se dispersaron en agua en presencia de 0,15 por ciento en peso (en base al pigmento) de un dispersante de hexametafosfato de sodio, junto con una cantidad suficiente de hidróxido de sodio para ajustar el pH de la dispersión a un valor de 9,5 o mayor, para lograr una dispersión acuosa con un contenido en sólidos del 35 por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio en base al peso total de la suspensión. La suspensión de dióxido de titanio resultante se somete a molienda en molino de arena durante 17 minutos utilizando una relación de arena de circón con respecto al peso del pigmento de 4 a 1, hasta que se logró un volumen de tamaño medio de partícula en donde más del 94 por ciento de las partículas fueron menores de 0,63 micras (mm o micrómetros), según se determina utilizando el equipo Microtrac X100 Particle Size Analyzer (de Microtrac Inc., Montgomeryville, PA).

La suspensión resultante, diluida al 30 por ciento en peso de las partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión, se calentó a 75°C (grados Celsius) y posteriormente se trató con un 3,0 por ciento, calculado como sílice en peso del pigmento final, de silicato de sodio, se añadió durante 20 minutos como una solución de silicato de sodio acuosa a 250 gramos/litro (SiO_2:Na_2O = 3,5). Mientras se mantenía la temperatura a 75ºC, el pH de la suspensión fue disminuido lentamente a un pH = 5,5 durante un periodo de 55 minutos mediante adición lenta del 36 por ciento de solución acuosa de ácido sulfúrico. A continuación de un periodo de digestión de 15 minutos a un

pH = 7, se añadió alúmina al 2,0 por ciento en peso con respecto al pigmento final, durante 20 minutos como una solución acuosa de aluminato de sodio a 180 gramos/litro, a la vez que se mantuvo el pH de la suspensión entre un valor de 7 y 8,0 mediante la adición concomitante del 36 por ciento de una solución acuosa de ácido sulfúrico. Se añadió una cantidad suficiente de alúmina al 2,0 por ciento para depositar la alúmina hidratada en la superficie de las partículas de dióxido de titanio.

La dispersión se dejó equilibrar a 75°C durante 15 minutos, punto en el cual el pH de la suspensión se reajustó a 5,5, si resultara necesario, antes de la filtración mientras seguía caliente. La torta de filtración resultante se lavó con una cantidad de agua, que había sido precalentada a 60ºC, igual a 1,5 veces el peso estimado del pigmento recuperado.

La torta de filtración semi-sólida lavada, fue re-dispersada posteriormente en agua con agitación, y fue desaglomerada utilizando ultrasonicación con un equipo UIP2000 de Hielscher Ultrasound Technology en un modo de flujo continuo. El material sometido a ultrasonicación se secó en un horno a 110ºC durante la noche, para producir polvo del pigmento seco.

Tal como se muestra en la Figura 4 en la Tabla 1, la distribución del tamaño de partícula del material alimentado es bimodal con un tamaño medio de partícula mayor (Mv). El tamaño de partícula medio de la suspensión del material compuesto ultrasonicado y la suspensión ultrasonicada seca, tienen un tamaño medio de partícula menor que el material alimentado y el tamaño de partícula, que cambió de bimodal a monodisperso tal como se muestra en la Figura 4.

Tabla 1 – Datos del tamaño de partícula de las muestra antes y después de la ultrasonicación

	Mv (µm)	**% pase en µm**			
		1,06	**0,63**	**0,486**	**0,446**
Alimentación (antes de la ultrasonicación)	2,78	45,1	30	15,7	10,4
Suspensión del material compuesto ultrasonicado	0,57	98,2	76,4	29,8	14,8
Suspensión ultrasonicada seca en horno	0,91	84,4	55,9	30,5	22,1

El polvo de pigmento seco obtenido se micronizó por vapor en presencia de 0,35 por ciento en peso en base al pigmento de trimetilolpropano, en diversas relaciones de vapor con respecto al peso del pigmento, con una presión del inyector de vapor ajustada a 146 psi (libras por pulgada cuadrada) y una presión del anillo micronizador ajustada a 118 psi, completando la preparación del pigmento terminado.

Las propiedades ópticas se evaluaron en una pintura de látex acrílico hidrosoluble en una concentración volumétrica del pigmento (CVP) de 21. La muestra del pigmento y un pigmento estándar se incorporaron cada uno en porciones separadas de un vehículo de látex acrílico recién preparado a una CVP del 21 por ciento. Se aplican ambas pinturas, una al lado de la otra, en una tarjeta Leneta. El brillo de las películas secas se mide a partir de la luz reflejada en un ángulo de sesenta grados utilizando un medidor de brillo. El poder colorante de la película seca se determinó como un poder colorante relativo y se calculó a partir de los valores de Y, y el tono de color se determina a partir de los valores de b* medidos con un espectrofotómetro de esfera integradora. Se proporciona a continuación en la Tabla 2 una composición habitual de la pintura realizada con resina de látex acrílico.

Tabla 2 – Acrílico brillante exterior CVP 21%

	Lbs (libras)	Gals (Galones)
Disolvente	50,08	5,77
Dispersante	10,01	1,18
Agente humectante	5,26	0,63
antiespumante	0,98	0,14

Tabla 2 (continuación)

	Lbs (libras)	Gals (Galones)
Agua	12,02	1,19
TiO2	250,38	7,30
Agua	28,17	3,57
Agua	40,89	4,90
Resina de látex acrílico	544,47	62,12
Biocida	0,97	0,11
Antiespumante	0,97	0,14
coalescente	18,32	2,31
Agua	42,25	5,07
Espesante	45,32	5,43
Ajuste del pH	1,03	0,14
	1051,10	100,00

Para ayudar a determinar el grado de integridad del recubrimiento de óxido hidratado, se determinó la actividad fotocatalítica del pigmento utilizando la técnica documentada en T. I. Brownbridge y J. R. Brand, "Photocatalytic Activity of Titanium Dioxide Pigment," Surface Coatings Australia, Septiembre de 1990, páginas 6-11 (artículo presentado en la 32nd Annual SCAA Convention, Perth, Wash., Septiembre de 1990), según se referencia y se describe en la patente de Estados Unidos 5,730,796. Esto implica las etapas de: (1) colocar aproximadamente 0,2 g (gramos) del producto de TiO_2 en aproximadamente 40 ml (mililitros) de isopropanol de grado espectroscópico; (2) exponer la suspensión de TiO2 / isopropanol a luz ultravioleta; (3) monitorizar la formación de acetona en la composición de ensayo en el tiempo; (4) determinar, mediante un análisis de regresión lineal, una tasa lineal de formación de acetona en la composición de ensayo; y (5) multiplicar el valor de la tasa calculada por un factor de 1000. El valor resultante, descrito como el gradiente de la actividad fotocatalítica de alta sensibilidad (HSPCA, por sus siglas en inglés), es proporcional a la respuesta fotocatalítica de l pigmento ante la exposición a la luz ultravioleta, y proporciona una medida de rendimiento ante efectos climáticos acelerados de los recubrimientos o plásticos que incorporan el producto del pigmento. Los valores menores indican una supresión mayor de la actividad fotocatalítica inherente del pigmento de dióxido de titanio, y por lo tanto una mayor durabilidad, o una mayor resistencia a la de coloración, donde ambos de el los son el resultado directo de la integridad mejorada del recubrimiento de óxido hidratado sobre las partículas del pigmento.

La Tabla 3 proporciona los datos del procedimiento descrito anteriormente para un pigmento de dióxido de titanio terminado formado con la utilización de ultrasonicación (indicado como “Ejemplo 1 – ultrasonicación”). La tabla 3 además incluye resultados comparativos de dos muestras de pigmento terminado. La primera muestra comparativa se preparó utilizando el mismo procedimiento descrito anteriormente, excepto porque la ultrasonicación no se realizó (indicado como “Ejemplo comparativo 1A – sin ultrasonicación”). Un ejemplo ilustrativo del proceso de producción de la primera muestra comparativa se representa en la Figura 1 a lo largo de la vía A.

La segunda muestra comparativa se preparó utilizando el mismo procedimiento descrito anteriormente, pero en lugar de la ultrasonicación, las muestras de suspensión se molieron en molino de perlas utilizando un equipo DCP-12 SF Draiswerke, NJ (indicado como “Ejemplo comparativo 1B- triturado utilizando molino de perlas").

Tabla 3 – La comparación de las propiedades del pigmento terminado obtenido mediante micronización a diversas relaciones de vapor con respecto al pigmento.

	Ejemplo 1 – ultrasonicación			**Ejemplo comparativo 1A – sin ultrasonicación**			**Ejemplo comparativo 1B – triturado utilizando molino de perlas**		
Relación de vapor con respecto al pigmento	1,2	1,5	1,8	1,2	1,5	1,8	1,2	1,5	1,8
Brillo WB	58	61	65	57	59	63	61	62	64
Fuerza colorante	107	108	108	107	109	109	106	107	108
HSPCA	2.6	2,6	2,9	2,4	2,9	2,6	8	9	11

Tal como se muestra en la tabla 3, la desaglomeración utilizando ultrasonicación mejora las propiedades ópticas del pigmento y la micronización puede realizarse bajo condiciones menos intensas. Tal como se muestra en la Tabla 3 anterior, los valores del brillo del material ultrasonicado son mejores que los del material no ultrasonicado (Ejemplo comparativo 1A) a la misma relación de vapor con respecto al pigmento. En referencia a la Tabla 3, la muestra ultrasonicada micronizada a una relación de vapor con respecto al pigmento de 1,5, muestra un valor del brillo de 61 en comparación con el Ejemplo 1A, que muestra un valor de brillo de 59. Para lograr aproximadamente el mismo valor de brillo en el Ejemplo comparativo 1A, la relación sin ultrasonicación de vapor con respecto al pigmento necesita incrementarse. Como resultado, el exceso de vapor se encuentra ahora disponible para suministrar más pigmento a través del micronizador y así lograr un mayor rendimiento para el proceso de producción y además ahorrar en el consumo de energía y en costes.

También como se muestra en la Tabla 3, los valores de HSPCA inferiores indican que la durabilidad se mantiene en el material ultrasonicado mientras que la durabilidad del Ejemplo comparativo 1B se vio afectado de forma adversa debido a la molienda con perlas como resultado del desprendimiento del recubrimiento de óxido hidratado durante una molienda intensa en molino de perlas. Por consiguiente, la ultrasonicación no afecta de forma adversa al pigmento con superficie recubierta con óxido hidratado.

Ejemplo 2

El producto intermedio del pigmento de dióxido de titanio particulado, obtenido a partir de la oxidación en fase de vapor de tetracloruro de titanio, que contenía un 1,0 por ciento de alúmina, se dispersó en agua en presencia de 0,5 por ciento en peso (en base al pigmento) de dispersante de hexametafosfato de sodio, junto con una cantidad suficiente de hidróxido de sodio para ajustar el pH de la dispersión a un valor de 9,5 o mayor, para lograr una dispersión acuosa con un contenido en sólidos de un 35 por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio en base al peso total de la suspensión. La suspensión de dióxido de titanio resultante se sometió a molienda en molino de arena durante 12 minutos en lugar del periodo estándar de 17 minutos, utilizando una relación de arena de circón con respecto al peso del pigmento de 4 a 1, y posteriormente se sometió a ultrasonicación hasta lograr un volumen de tamaño de partícula medio en donde más del 94 por ciento de las partículas eran menores de 0,63 micras, según se determinó utilizando un equipo Microtrac X100 Particle Size Analyzer (de Microtrac Inc., Montgomeryville, PA) y los datos se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4 – Datos de tamaño de partícula de muestras de descarga de molino de arena

	% pase en		
	0,63 µm	**0,63 µm**	**0,486 µm**
Molienda en molino de arena durante 17 minutos	94,6	52,7	29,6
Molienda en molino de arena durante 12 minutos – sin ultrasonicación	91,2	43,5	22,8
Molienda en molino de arena durante 12 minutos – seguido de ultrasonicación	94,1	52	29,3

La Tabla 4 demuestra que la molienda mediante una etapa de ultrasonicación permite una reducción del tiempo de molienda de 5 minutos a la vez que se mantiene la calidad del pigmento. La molienda en molino de arena se realizó en el modo por lotes y la etapa de ultrasonicación se realizó bajo el modo de flujo continuo.

La suspensión resultante se diluyó hasta un 30 por ciento en peso de partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión, calentada a 75ºC y posteriormente tratada con un 3,0 por ciento, calculado como sílice en peso del pigmento final, de silicato de sodio, añadido durante 20 minutos como una solución acuosa de silicato de sodio a 250 gramos/litro (SiO_2:Na_2O = 3,5). A la vez que se mantiene la temperatura a 75ºC, el pH de la suspensión fue reducido lentamente a un pH = 5,5 durante un periodo de 55 minutos mediante la adición lenta de un 36 por ciento de una solución acuosa de ácido sulfúrico. Tras de un periodo de digestión de 15 minutos a un pH = 7, se añadió alúmina al 2,0 por ciento, en peso del pigmento final, durante 20 minutos como una solución acuosa de aluminato de sodio a 180 gramos/litro, a la vez que se mantuvo el pH de la suspensión entre un valor 7 y 8,0 mediante la adición concomitante de un 36 por ciento de una solución acuosa de ácido sulfúrico.

Se dejó equilibrar la dispersión a 75ºC durante 15 minutos, punto en el cual el pH de la suspensión se reajustaría a 5,5, si fuera necesario, previamente a la filtración cuando aún esté caliente. La torta de filtración resultante se lavó con una cantidad de agua, que había sido precalentada a 60ºC, igual a 1,5 veces el peso estimado del pigmento recuperado.

La torta de filtración semi-sólida lavada se secó posteriormente en un horno a 110ºC durante la noche. El polvo de pigmento seco obtenido se micronizó con vapor en presencia de un 0,35 por ciento en peso en base al pigmento de trimetilolpropano, a una relación de vapor con respecto al pigmento de 1,8, con la presión del inyector de vapor ajustada a 146 psi y la presión del anillo micronizador ajustada a 118 psi, completando así la preparación del pigmento terminado. El producto final obtenido se caracterizó y los datos se presentan en la Tabla 5 y se indican como “Ejemplo 2 – molienda en molino de arena durante 12 minutos y ultrasonicación”.

Tabla 5 – Propiedades del pigmento terminado

Atributos	**Ejemplo 2** Molienda en molino de arena durante 12 minutos y ultrasonicación	**Ejemplo comparativo 2A** Molienda en molino de arena durante 17 minutos y sin ultrasonicación
Tamaño de partícula; % pase a 0,63 µm	95	94
Brillo WB	66	65
Fuerza colorante	106	106
Área de superficie(m^2/g)	13	13

La tabla anterior indica que las propiedades del pigmento no se ven influenciadas por el método de molienda, pero el ahorro en energía y en coste se logra mediante la combinación de la molienda en molino de arena y la ultrasonicación.

Los procesos descritos se adaptan bien para realizar los objetos y lograr los propósitos y ventajas mencionadas anteriormente, además de las inherentes a los mismos. Aunque las realizaciones preferidas y los ejemplos se han descrito en la presente memoria para los propósitos de esta divulgación, otras realizaciones de la presente divulgación resultarán obvias para los expertos en el arte a partir de la consideración de esta especificación o de la práctica de los contenidos divulgados en la presente patente. De este modo, la anterior descripción se considera simplemente un ejemplo, estando el alcance de la misma definido por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la producción de un pigmento de dióxido de titanio, donde el proceso comprende las etapas de:

(a) preparar una suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio;

(b) molienda de la suspensión acuosa de partículas de dióxido de titanio;

(c) después de la etapa (b), tratar las partículas de dióxido de titanio para depositar al menos un recubrimiento de óxido metálico hidratado sobre las mismas; y

(d) después de la etapa (c), desaglomerar las partículas recubiertas utilizando ultrasonicación.

2. Proceso según la reivindicación 1, en donde las partículas de dióxido de titanio se producen mediante el proceso de sulfato o bien mediante el proceso de cloruro.

3. Proceso según la reivindicación 1, que además comprende:

filtrar y lavar las partículas de dióxido de titanio recubiertas.

4. Proceso según la reivindicación 1 o 3, que además comprende:

previamente a la etapa de desaglomeración, dispersar las partículas de dióxido de titanio en un medio acuoso para proporcionar una suspensión que comprende de aproximadamente un 30 por ciento hasta aproximadamente un 60 por ciento en peso de dichas partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión.

5. Proceso según la reivindicación 1, que además comprende:

secar las partículas de dióxido de titanio desaglomeradas para proporcionar polvo seco de un pigmento de dióxido de titanio.

6. Proceso según la reivindicación 5, que además comprende:

molienda del polvo seco del pigmento de dióxido de titanio.

7. Proceso según la reivindicación 1, en donde la suspensión acuosa formada en la etapa (a) comprende de aproximadamente un cinco por ciento en peso a aproximadamente un 65 por ciento en peso de dichas partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión acuosa.

8. Proceso según la reivindicación 7, en donde la suspensión acuosa formada en la etapa (a) comprende de aproximadamente un 15 por ciento en peso a aproximadamente un 45 por ciento en peso de dichas partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión acuosa.

9. Proceso según la reivindicación 7, en donde la suspensión acuosa formada en la etapa (a) comprende de un 25 por ciento en peso a aproximadamente un 40 por ciento en peso de dichas partículas de dióxido de titanio, en base al peso total de la suspensión acuosa.

10. Proceso según la reivindicación 1, en donde el óxido metálico hidratado se selecciona del grupo que consiste en aluminio, boro, fósforo, silicio, titanio y circonio.

11. Proceso según la reivindicación 1 o 8, en donde el óxido metálico hidratado se deposita sobre dichas partículas de dióxido de titanio en una cantidad de aproximadamente un 0,5 por ciento en peso hasta aproximadamente un 25 por ciento en peso en base al peso total de dichas partículas de dióxido de titanio.

12. Proceso según la reivindicación 1, en donde dicha suspensión se tritura para ocasionar que al menos un 94 por ciento de partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula de menos de o igual a 0,63 micras.

13. Proceso según la reivindicación 1, en donde la etapa de desaglomeración utilizando ultrasonicación se realiza para ocasionar que las partículas de dióxido de titanio tengan un tamaño de partícula predeterminado.

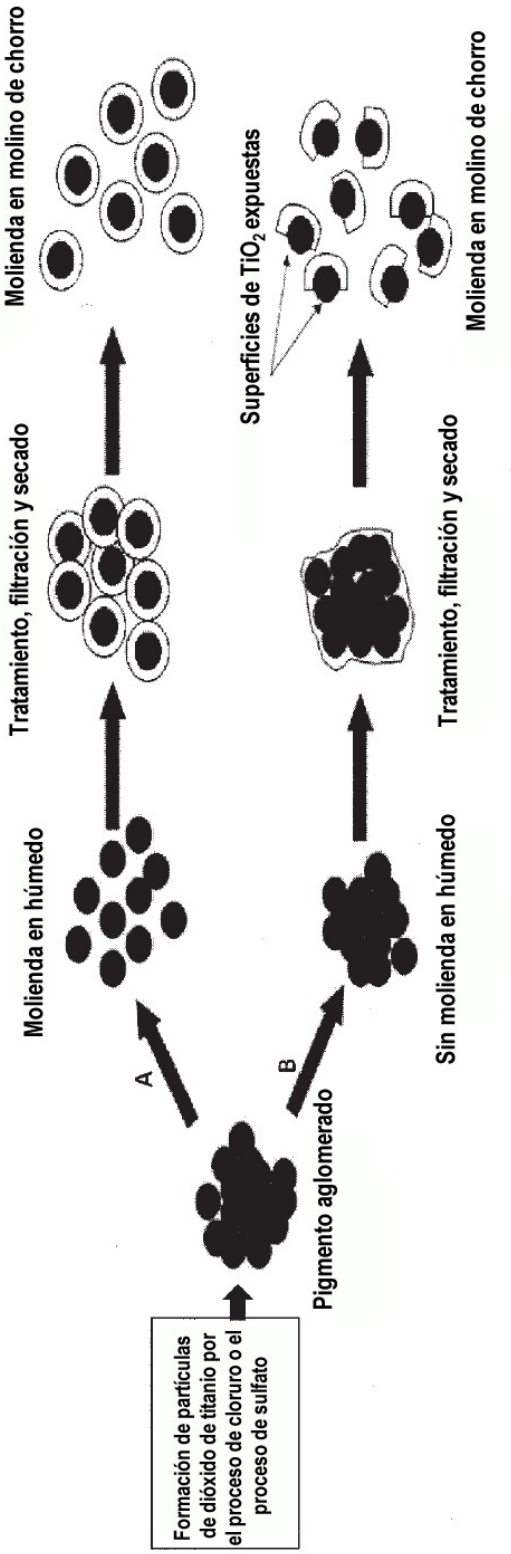

Fig. 1 [ARTE PREVIO]

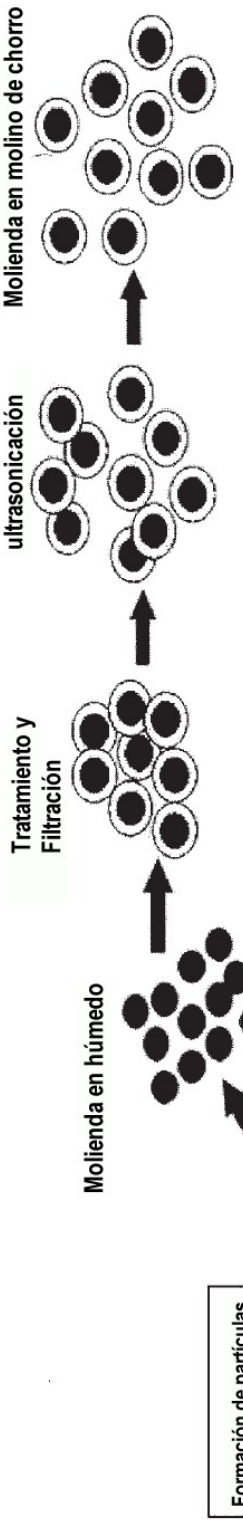

Fig. 2

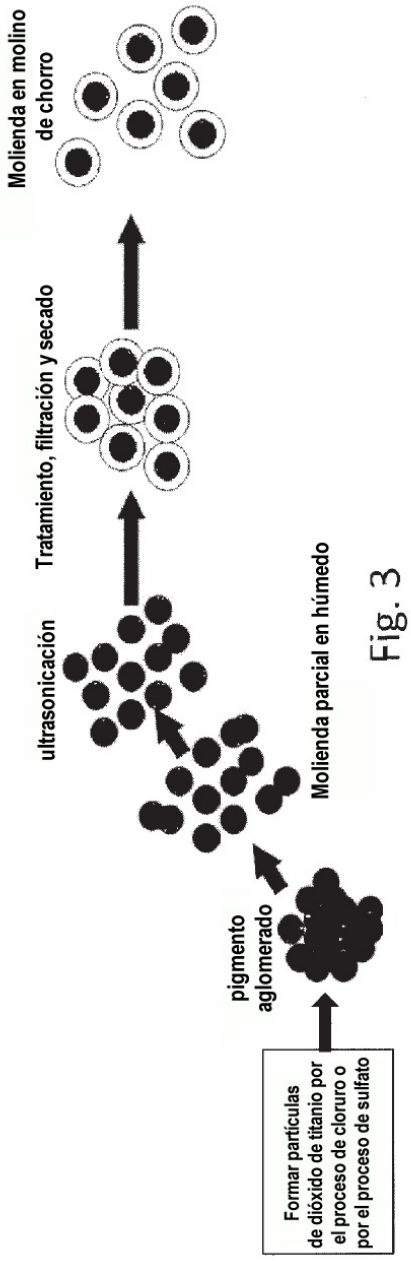
Molienda en molino de chorro
Tratamiento, filtración y secado
ultrasonicación
Molienda parcial en húmedo
pigmento aglomerado
Formar partículas de dióxido de titanio por el proceso de cloruro o por el proceso de sulfato

Fig. 3

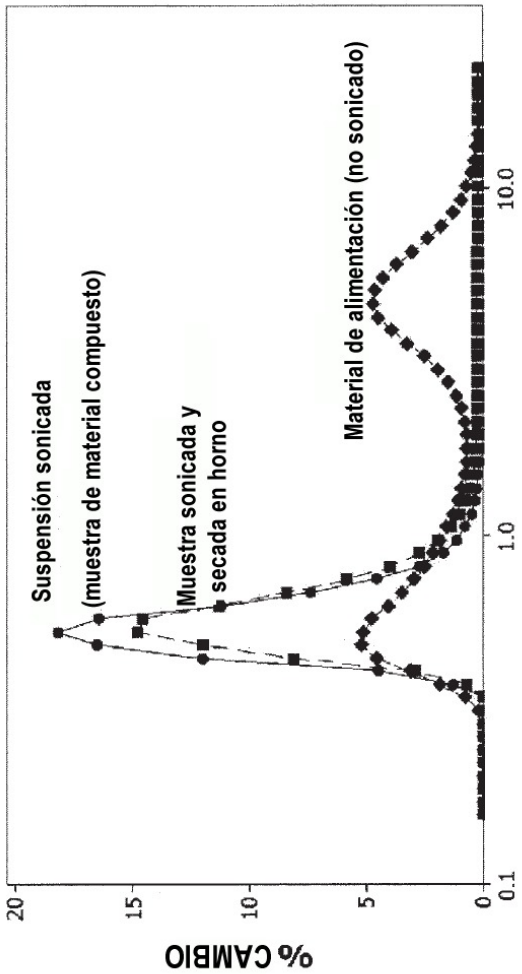
Suspensión sonicada
(muestra de material compuesto)
Muestra sonicada y secada en horno
Material de alimentación (no sonicado)
% CAMBIO
20
15
10
5
0
0.1
1.0
10.0
Tamaño de partícula (micras)

Fig. 4