



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: 2 784 215

(51) Int. CI.:

C09D 11/037 (2014.01) A61Q 17/04 (2006.01) C09D 11/322 (2014.01) **A61K 8/02** (2006.01) (2008.01) **B01J 35/00** C09D 7/40 (2006.01) C30B 29/32 (2006.01) **C08K 3/22** (2006.01) C30B 7/04 (2006.01) **H01G 9/20** (2006.01) C30B 9/12 (2006.01) **B01J 23/02** (2006.01) C30B 29/60 (2006.01) **B01J 37/03** (2006.01) C09D 7/61 (2008.01) **B01J 23/00** (2006.01) A61K 8/29 (2006.01)

(2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

A61Q 1/02

T3

- 20.11.2014 PCT/EP2014/003099 (86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional:
- (87) Fecha y número de publicación internacional: 25.06.2015 WO15090500
- (96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 20.11.2014 E 14801935 (9)
- 08.01.2020 (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: EP 3084050
 - (54) Título: Método para la producción de escamas monocristalinas de mgtio₃
 - (30) Prioridad:

20.12.2013 EP 13005968

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 23.09.2020

(73) Titular/es:

MERCK PATENT GMBH (100.0%) Frankfurter Strasse 250 64293 Darmstadt, DE

- (72) Inventor/es:
 - SUZUKI, RYUTA
- (74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

DESCRIPCIÓN

Método para la producción de escamas monocristalinas de mgtio3

- 5 [Antecedentes de la invención]
 - 1. Ámbito de la invención

La presente invención se refiere a un método para la producción de escamas monocristalinas de MgTiO₃ en especial como pigmentos.

- 2. Descripción de la técnica relacionada
- Los pigmentos inorgánicos como mica, talco, escamas de vidrio, MIO (óxido de hierro micáceo), etc., se han utilizado durante mucho tiempo en formulaciones como pinturas, películas, composiciones de recubrimiento y cosméticos con diferentes fines, tanto recubiertos como sin recubrir.

Además de las partículas inorgánicas utilizadas normalmente mencionadas arriba, se ha comprobado que las partículas de titanato son útiles para diferentes fines en recubrimientos y composiciones. Los titanatos muestran propiedades eléctricas como piezoelectricidad y conductividad, propiedades mecánicas como extinción por abrasión y reforzamiento, así como propiedades químicas como hidrofilicidad y actividad superficial. Hasta el momento, los titanatos se utilizan en diversas aplicaciones como capacitores cerámicos, fotocatalizadores, semiconductores y materiales de electrodos. Entre los titanatos, son de especial interés titanato de potasio, titanato de bario, titanato de estroncio, titanato de magnesio, titanato de plomo, titanato de aluminio y titanato de litio.

Los polvos de titanato que están compuestos de partículas de titanato en escamas son por su comportamiento de dispersabilidad y orientación comparables a los pigmentos inorgánicos clásicos como mica o talco que muestran una dispersabilidad y orientación naturales excelentes debido a su forma escamosa. Por tanto, se buscan escamas de titanato que puedan utilizarse como pigmentos y agentes de carga.

Por ejemplo, en la publicación de solicitud de patente japonesa no evaluada N.º 05-163117 (documento de patente 1) se describen escamas de hexatitanato de potasio policristalino (K₂Ti₆O₁₃) que contiene iones metálicos que imparten color o están recubiertas de un óxido de metal y se usan como pigmento dilatador o pigmento colorante. El proceso de producción de las escamas policristalinas necesita de al menos dos etapas de calentamiento con temperaturas por encima de los 500 °C.

En la publicación de solicitud de patente japonesa no evaluada N.º 2008-162971 (documento de patente 2) se describen partículas cristalinas laminadas de titanato ($K_{3x}L_{ix}T_{i2-x}O_4$, $K_{2x}Mg_xT_{i2-x}O_4$ o $K_xFe_{x-i2-x}O_4$, con $0.05 \le x \le 0.5$ en cada caso) de tipo lepidocrocita que muestran un rango de tamaño particular y se producen mediante un proceso de crecimiento por fundentes, así como su uso como pigmento brillante y agente de carga. Aquí también, el proceso de producción de las partículas laminadas de titanato necesita al menos dos etapas de calentamiento con temperatura ≥ 800 °C.

Es necesario mejorar adicionalmente los métodos de producción descritos en estos documentos de patente desde el punto de vista de la eficiencia.

Por ejemplo, las escamas de hexatitanato de potasio (K₂Ti₆O₁₃) obtenidas mediante el método descrito en el documento de patente 1 son policristalinas. Por tanto, su índice de refracción es menor que el de un titanato monocristalino de la misma composición. Adicionalmente, el requisito de una etapa de fusión por calor a alta temperatura y una etapa de calcinación a alta temperatura es laborioso, costoso y causa más complicaciones durante el proceso de producción.

Similar a esto, el proceso de producción para las partículas cristalinas laminadas de titanato de tipo lepidocrocita obtenidas por el método descrito en el documento de patente 2 también requiere dos etapas de calcinación a alta temperatura laboriosas y costosas, lo que causa más complicaciones durante la etapa de producción.

En el documento EP 1148030 A1 (Showa Denko KK [JP]) se describe un método para la producción de partículas mixtas de óxido que contienen titanio de tipo perovskita.

En el documento EP 1415955 A1 (Showa Denko KK [JP]) se menciona un titanato de bario y su método de producción.

En A F M Y Haider y cols., Journal of Physics C: Solid Stete Physics, Institute of Physics Publishing, Bristol, GB, vol. 13, n.º 33, de 30 de noviembre de 1980, páginas 6239-6250, XP020005100, ISSN:0022-3719, DOI:10.108810022-3719/13/33/022 se describen escamas monocristalinas de MgTiO₃.

2

30

35

25

15

40

50

55

60

En Hautefeulille P G, Annales de Chimie et de Physique, Crochard, París, FR, vol. 4, 1 de enero de 1865, páginas 129-176, XP008174146, ISSN: 0365-1444; y Stubica N y cols., Journal of Alloys and compounds, Elsevier Sequoia, Lausanne, CH, vol. 370, n.º 1-2, de 12 de mayo de 2004, páginas 296-301, XP004502537, ISSN:0925-8388, DOI:10.1016/J.Jallcom.2003.09.26, también se describen escamas monocristalinas de MgTiO₃.

Adicionalmente, en el documento JP 2004-010464 A (Kubota KK) se describen escamas cristalinas de MgTiO₃.

Los presentes inventores se centraron en el titanato de magnesio que tiene buenas propiedades dieléctricas, biocompatibilidad y muestran expansión térmica anisotrópica, y desarrollaron un proceso para la producción de partículas de titanato de magnesio que podría utilizarse en varias aplicaciones de pigmentos habituales.

El objetivo de la presente invención es ofrecer un método de producción con coste energético reducido y ofreciendo, de este modo, un método para producir de manera eficaz escamas monocristalinas de MgTiO₃ adecuadas para su uso como pigmentos en diversas aplicaciones, ofrecer escamas monocristalinas de titanato de magnesio producidas por este método, así como mostrar cómo pueden utilizarse.

[Resumen de la invención]

Los inventores han encontrado que los problemas descritos anteriormente pueden resolverse y que las escamas monocristalinas de MgTiO₃ adecuadas para su uso como pigmentos pueden producirse de manera eficaz mezclando un compuesto de fósforo con un compuesto de titanio en presencia de un compuesto de magnesio para formar un precursor de MgTiO₃ y, a continuación, mediante la calcinación del precursor obtenido y completar la presente invención.

La presente invención es la siguiente.

25

30

35

40

5

10

15

20

- (1) Un método para la producción de escamas monocristalinas de MgTiO₃ según la reivindicación 1.
- (2) El método según la reivindicación 2, en el que está presente un agente fundente en la etapa de mezclado.
- (3) El método según la reivindicación 3, en el que el agente fundente es un compuesto que se selecciona entre uno o más de Na₂SO₄, K₂SO₄, NaCl y KCl.
 - (4) El método según uno cualquiera de los puntos (1) a (3), en el que el método comprende el secado del precursor de MgTiO₃ antes de la etapa de calcinación.
 - (5) El método según uno cualquiera de los puntos (1) a (4), en el que la calcinación se lleva a cabo en una atmósfera que contiene oxígeno.
 - (6) El método según uno cualquiera de los puntos (1) a (5), en el que el compuesto de titanio es un compuesto seleccionado entre uno o más de tetracloruro de titanio, sulfato de titanio, sulfato de titanio y tricloruro de titanio.
 - (7) El método según uno cualquiera de los puntos (1) a (6), en el que el compuesto de magnesio es un compuesto seleccionado entre uno o más de cloruro de magnesio, sulfato de magnesio y carbonato de magnesio.
- 45 (8) El método según uno cualquiera de los puntos (1) a (7), en el que el compuesto de fósforo es un compuesto seleccionado entre uno o más de fosfato trisódico, pentóxido de fósforo, ácido fosforico, ácido fosforoso y fosfato tripotásico.

Según la presente invención, puede ofrecerse un método para producir de manera eficaz escamas monocristalinas de MgTiO₃ que están disponibles para su uso como pigmentos.

[La mejor forma de llevar a cabo la invención]

- En adelante en este documento se describirá en detalle el método para la producción de escamas monocristalinas de MgTiO₃ según la presente invención y las escamas monocristalinas de MgTiO₃ obtenidas por este método. No obstante, la presente invención no se limita a estas realizaciones en particular sino al alcance de las reivindicaciones adjuntas.
- El método para la producción de escamas monocristalinas de MgTiO₃ según una primera realización de la presente invención según la reivindicación 1 (abreviado en adelante como «el método de producción de la presente invención») contiene: «una etapa de mezclado de al menos un compuesto de titanio, un compuesto de magnesio y un compuesto de fósforo en el que se forma un precursor de MgTiO₃» y «una etapa de calcinación del precursor de MgTiO₃ a una temperatura en el rango de 800 a 1400 °C como etapa única de calcinación».

Los inventores han encontrado que las escamas monocristalinas de MgTiO3 adecuadas para su uso como pigmentos pueden producirse de manera eficaz mezclando un compuesto de fósforo con un compuesto de titanio y un compuesto de magnesio para formar un precursor de MgTiO₃ y, a continuación, mediante la calcinación del precursor obtenido en una única etapa de calcinación. Las escamas monocristalinas de MgTiO3 tienen un índice de refracción y lustre altos y, por tanto, son especialmente adecuadas como pigmentos altamente reflectantes, especialmente pigmentos de interferencia, o como sustratos para pigmentos de interferencia. El método de producción de la presente invención permite una producción eficaz de escamas monocristalinas de MgTiO3 de buena calidad con la necesidad de solo una única etapa de calcinación. Por tanto, este método es altamente adecuado para la supresión de costes y esfuerzos de producción. Adicionalmente, pueden producirse escamas monocristalinas de MgTiO3, en las que raramente se producen maclas y coagulaciones, la cristalinidad es alta y es posible el control del diámetro. Por tanto, puede producirse escamas monocristalinas de MgTiO3 con la estructura cristalina de geikielita con un índice de refracción alto.

10

15

30

35

40

45

Aunque no se han aclarado suficientemente los mecanismos detallados para la formación de escamas monocristalinas de MaTiO₃ según la presente invención, los inventores han confirmado que se forman escamas de MaTiO₃ con un compuesto de titanio y un compuesto de magnesio con la coexistencia de iones de fósforo.

En adelante en este documento se describirá en detalle el método de producción de la presente invención según la reivindicación 1.

El método de producción de la presente invención contiene como primera etapa una etapa de mezclado de al menos 20 un compuesto de titanio, un compuesto de magnesio y un compuesto de fósforo, en la que se forma un precursor de MgTiO₃ (abreviado en adelante como «etapa de mezclado»).

En la primera y más sencilla realización de la presente invención, los tipos concretos para el compuesto de titanio, el compuesto de magnesio y el compuesto de fósforo, siempre que sean hidrosolubles, así como un método concreto 25 para el mezclado no se limitan a métodos específicos siempre que pueda formarse el precursor de MgTiO₃. Puesto que la formación de un precursor de MqTiO₃ se producirá incluso si se utiliza titanio puro, el precursor de MqTiO₃ se forma independientemente del tipo de materiales de partida del compuesto de titanio, el compuesto de magnesio y el compuesto de fósforo, respectivamente. En este documento, se considera que el «precursor de MgTiO₃» contiene hidrato de óxido de titanio e hidrato de óxido de magnesio como los principales componentes.

Como segunda etapa, el método de producción según la presente invención comprende una etapa de calcinación del precursor de MgTiO₃ a una temperatura en el rango de 800 a 1400 °C como etapa única de calcinación (abreviado en adelante como «etapa de calcinación»).

La temperatura de calcinación en el presente método de producción normalmente es de al menos 800 °C y, más preferiblemente, al menos 900 °C. También usualmente es como máximo de 1400 °C y, más preferiblemente, como máximo de 1250 °C desde el punto de vista de la producción de una sustancia cristalina. Por tanto, el rango de temperatura más preferido para la etapa única de calcinación es de 900 a 1250 °C.

El tiempo de calcinación se seleccionará adecuadamente según la forma deseada de las escamas monocristalinas de MgTiO₃ (diámetro de partícula, grosor y relación de aspecto). Normalmente es de al menos 5 minutos, preferiblemente al menos 10 minutos y, más preferiblemente, al menos 2 horas. Adicionalmente, este valor normalmente es como máximo de 12 horas, preferiblemente como máximo de 10 horas y, más preferiblemente, como máximo de 5 horas.

La atmósfera de calcinación no se limita a ningún método específico siempre que se forme MgTiO₃. No obstante, para la producción fiable del óxido, la etapa de calcinación se lleva a cabo preferiblemente en una atmósfera que contiene oxígeno.

50 El método concreto para el mezclado del compuesto de titanio, el compuesto de magnesio y el compuesto de fósforo en la etapa de mezclado no se limita a ningún método específico siempre que se mezclen en un medio acuoso ya que el trabajo en solución acuosa es cómodo y fácil de manejar.

La adición del compuesto de magnesio al medio acuoso puede llevarse a cabo antes de la adición del compuesto de 55 titanio, al mismo tiempo que la adición del compuesto de titanio o tras la adición del compuesto de titanio. No obstante, cuando se añade el compuesto de magnesio al medio acuoso antes de la adición del compuesto de titanio, puede aumentar el rendimiento de las escamas de MgTiO₃. Por tanto, se prefiere esta última secuencia.

La adición del compuesto de fósforo al medio acuoso puede llevarse a cabo antes de la adición del compuesto de 60 titanio, al mismo tiempo que la adición del compuesto de titanio o tras la adición del compuesto de titanio. No obstante, cuando se añade el compuesto de fósforo al medio acuoso antes de la adición del compuesto de titanio, puede aumentar el rendimiento de las escamas de MgTiO3. Por tanto, se prefiere esta última secuencia.

El mezclado se lleva a cabo en un medio acuoso y la solución acuosa se mantiene a un valor de pH en la región de 6 a 8 para evitar daños en el crisol debido al gas generado durante la calcinación. Por ejemplo, cuando se añade un compuesto de titanio ácido como tetracloruro de titanio a la solución acuosa que contiene un compuesto de fósforo básico como fosfato trisódico, esta solución se neutraliza por completo o al menos a un grado determinado.

5

10

15

20

25

30

35

45

50

55

60

Además, el valor de pH puede ajustarse entre 6 y 8 añadiendo por separado una solución ácida como ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, o una solución básica como solución acuosa de hidróxido de sodio o carbonato de sodio.

Asimismo, es deseable que la adición del compuesto de titanio se lleve a cabo durante un periodo de tiempo más largo para evitar una variación de pH rápida.

Según la presente invención, el «medio acuoso» indica el medio que comprende principalmente agua del grifo o agua purificada y también puede ser una solución acuosa que comprende otro componente además del agua pura, como agua desionizada.

Según una segunda realización de la presente invención, se prefiere que el agente fundente se añada a los materiales de partida mencionados anteriormente antes de la etapa de calcinación. En este documento, el «agente fundente» indica un tipo de compuesto, en especial una sal de metal, que funciona como medio de disolución en el denominado «proceso de crecimiento por fundentes», que lleva a la formación de MgTiO₃ a partir del precursor de MgTiO₃ en la etapa de calcinación.

Para que sea útil como agente fundente en el proceso de producción según la presente invención, las sales de metal correspondientes deberán mostrar una temperatura de fusión no menor de 800 °C pero no debe alcanzar o exceder la temperatura de fusión del MgTiO₃ resultante. Además, tienen que ser hidrosolubles. Son ejemplos de sales de metal Na₂SO₄, K₂SO₄, NaCl y KCl, solas o como combinación de dos o más de ellas, donde KCl puede utilizarse solo en combinación con al menos una de las otras sales mencionadas. Desde el punto de vista de coste y disponibilidad inmediata, se prefieren Na₂SO₄ y K₂SO₄, y Na₂SO₄ es especialmente preferida.

Puesto que la adición de un agente fundente influye sobre el proceso de crecimiento del cristal de los pigmentos resultantes, la cantidad utilizada de agente fundente se seleccionará apropiadamente según la forma deseada de las escamas monocristalinas de MgTiO₃ (diámetro de partícula, grosor y relación de aspecto). La relación entre el número molar de agente fundente y el número molar del átomo de Ti en el compuesto de titanio utilizado (número molar de agente fundente/número molar del átomo de Ti en el compuesto de titanio), es de al menos 1,0 y, más preferiblemente, al menos 3,0. Adicionalmente, este valor es como máximo 30 y, más preferiblemente, como máximo 10. En caso de una relación de menos de 1,0, el efecto del tratamiento salino podría ser insuficiente. Por otro lado, si la relación excediera del valor de 30, no se producirá ninguna mejora adicional en la formación de escamas y será necesario una etapa de lavado a mayor escala para su posterior eliminación.

La adición del agente fundente a la mezcla de materiales de partida puede llevarse a cabo antes de la adición del compuesto de titanio, al mismo tiempo que la adición del compuesto de titanio o tras la adición del compuesto de titanio. No obstante, cuando el agente fundente se añade después de la adición del compuesto de titanio, puede aumentar el rendimiento de las escamas de MgTiO₃. Por tanto, se prefiere especialmente esta última secuencia.

El método de producción según la presente invención puede también contener preferiblemente otras etapas, además de la etapa de mezclado y la etapa de calcinación. Esto pertenece a las siguientes etapas:

- etapa de secado del precursor de MgTiO₃, para obtener un polvo de la mezcla de sales fundida antes de la etapa de calcinación (abreviado en adelante como «etapa de secado 1»). La temperatura de la etapa de secado 1 está preferiblemente en el rango de 70 a 180 °C, aunque el método no se limita a este rango.
- para eliminar impurezas como cloruros, sulfatos, etc., del producto obtenido en la etapa de calcinación, una etapa de tratamiento del producto obtenido en la etapa de calcinación con agua caliente (abreviado en adelante como «etapa de lavado»); el agua caliente utilizada en la etapa de lavado no se limita a ningún tipo específico, no obstante se prefiere agua purificada y agua desionizada. Aquí, la temperatura del agua está preferiblemente en el rango de 40 a 100 °C. Esta etapa de lavado es indispensable en caso de que se utilice un agente fundente para el presente método de producción.
- para separar las escamas de MgTiO₃ de la solución que contiene impurezas disueltas tras la etapa de lavado, una etapa para filtrar y separar los sólidos no disueltos (las escamas de MgTiO₃) tras la etapa de lavado (abreviado en adelante como «etapa de filtración») y
- para secar las escamas de MgTiO₃, una etapa de secado de las escamas de MgTiO₃ (abreviado en adelante como «etapa de secado 2»). Esta etapa de secado se realiza preferiblemente en un rango de temperatura de 20 a 180 °C, aunque el presente proceso no se limita a este rango.

El compuesto de titanio que se utiliza como material de partida para el presente método de producción es hidrosoluble. Pueden usarse compuestos orgánicos de titanio así como compuestos inorgánicos de titanio, aunque claramente se prefieren los compuestos inorgánicos de titanio. El uso de compuestos inorgánicos de titanio hidrosolubles hace que el proceso de producción sea sencillo y fácil de manejar, en combinación con que no es necesario utilizar aparatos caros y protección frente a explosiones. Los compuestos inorgánicos de titanio son preferiblemente sales inorgánicas de titanio. Son ejemplos de sales de titanio: tetracloruro de titanio, oxisulfato de titanio, sulfato de titanio y tricloruro de titanio. No obstante, desde el punto de vista de coste y disponibilidad inmediata, se prefieren tetracloruro de titanio y sulfato de titanio. Aquí, los tipos del compuesto de titanio utilizado no se limitan a un tipo y pueden usarse a la vez al menos dos tipos. La cantidad utilizada del compuesto de titanio debe seleccionarse de manera adecuada según la cantidad deseado que se vaya a producir de escamas monocristalinas de MgTiO₃. Como relación del número molar del átomo de Ti en las escamas monocristalinas de MgTiO₃/número molar en el compuesto de titanio utilizado (número molar del átomo de Ti en las escamas monocristalinas de MgTiO₃/número molar del átomo de Ti del compuesto de titanio), normalmente esta es de al menos 0,3, preferiblemente al menos 0,4 y más preferiblemente al menos 0,5. Adicionalmente, este valor normalmente es como máximo 0,9, preferiblemente como máximo 0,95 y, más preferiblemente, como máximo 1,0.

10

15

20

35

40

50

Como compuesto de magnesio se utilizan también compuestos de magnesio hidrosolubles, en especial sales inorgánicas de magnesio. Son ejemplos de sales de magnesio útiles: cloruro de magnesio, sulfato de magnesio y carbonato de magnesio. No obstante, desde el punto de vista de coste y disponibilidad inmediata, se prefiere cloruro de magnesio. Aquí, los tipos de compuesto de magnesio utilizado no se limitan a un tipo y pueden usarse a la vez al menos dos tipos.

La cantidad utilizada del compuesto de magnesio debe seleccionarse de manera adecuada según la cantidad deseada que se vaya a producir de escamas monocristalinas de MgTiO₃. Como relación del número molar del átomo de Mg en las escamas monocristalinas de MgTiO₃ con respecto al número molar en el compuesto de magnesio utilizado (número molar del átomo de Mg en las escamas monocristalinas de MgTiO₃/número molar del átomo de Mg del compuesto de magnesio), normalmente es de al menos 0,3, preferiblemente al menos 0,4 y más preferiblemente al menos 0,5. Adicionalmente, este valor normalmente es como máximo 0,9, preferiblemente como máximo 0,95 y, más preferiblemente, como máximo 1.0.

Como compuesto de fósforo, pueden enumerarse compuestos de fósforo como ácido fosfórico, fosfatos, ácido fosfórico condensado y fosfato condensado, y puede utilizarse cualquiera de ellos siempre que sea hidrosoluble. Entre ellos, desde el punto de vista del coste y disponibilidad inmediata, se prefieren fosfato trisódico, pentóxido de fósforo, ácido fosfórico, ácido fosforoso y fosfato tripotásico. El fosfato trisódico es especialmente preferido. Aquí, los tipos del compuesto de fósforo utilizado no se limitan a un tipo y pueden usarse a la vez al menos dos tipos.

La cantidad utilizada del compuesto de fósforo se seleccionará adecuadamente según la forma deseada de las escamas monocristalinas de MgTiO₃ (diámetro de partícula, grosor y relación de aspecto). Como relación entre el número molar del compuesto de fósforo y el número molar del átomo de Ti en el compuesto de titanio utilizado (número molar del compuesto de fósforo/número molar del átomo de Ti en el compuesto de titanio), es de al menos 0,01, preferiblemente al menos 0,1 y, más preferiblemente, al menos 1,0. Adicionalmente, este valor es como máximo 10, preferiblemente como máximo 7,0 y, más preferiblemente, como máximo 5,0.

45 Según el presente proceso de producción, pueden producirse de manera eficaz escamas monocristalinas de MgTiO₃ de alta calidad.

Ahora se describirán en detalle las escamas monocristalinas de MgTiO₃ producidas mediante el método de la presente invención. Normalmente tienen las formas, tamaños y estructura cristalina descritos a continuación, aunque estas características no se limitan a los valores mostrados.

El diámetro de partícula medio de las escamas monocristalinas de MgTiO $_3$ es de al menos 10 μ m, preferiblemente al menos 20 μ m. Y este valor es como máximo 100 μ m y, más preferiblemente, como máximo 90 μ m.

- Tan pronto como el diámetro de partícula medio de las escamas de MgTiO₃ está dentro de la región mencionada anteriormente, es posible obtener un pigmento con lustre alto. Aquí, «diámetro de partícula medio» se expresa un diámetro de un círculo que se corresponde con la longitud o anchura mayor de la escama, e indica el valor medio obtenido a partir de la distribución del tamaño de partícula en función del volumen.
- 60 El grosor de las escamas normalmente es de al menos 0,1 μm, preferiblemente al menos 0,2 μm. Y este valor normalmente es como máximo de 0,5 μm y, más preferiblemente, como máximo 0,4 μm. Siempre que el grosor esté dentro de esta región, puede producirse un brillo nacarado en las escamas de MgTiO₃ resultantes, opcionalmente en combinación con color de interferencia, dependiendo del grosor real de las escamas.

La relación de aspecto de las escamas normalmente es de al menos 20, preferiblemente al menos 40 y este valor normalmente es como máximo de 200 y, preferiblemente, como máximo 100. Una relación de aspecto elevada da lugar a una buena orientación y, por tanto, a un lustre alto de las escamas de MgTiO₃ resultantes en cualquier capa de recubrimiento a la que se añadan.

La estructura cristalina de las escamas de MgTiO₃ según la presente invención es monocristalina y de tipo geikielita. Esta estructura cristalina muestra la formación de un óxido mixto auténtico en lugar de un óxido de titanio corregido con Mg, según el proceso de producción de la presente invención.

Mediante el método de producción según la presente invención, pueden producirse escamas monocristalinas de MgTiO₃ que son adecuadas como pigmentos, tanto recubiertos como sin recubrir, en especial para pinturas, tintas, composiciones de recubrimiento, plásticos o cosméticos. Adicionalmente, puesto que las escamas monocristalinas de MgTiO₃ obtenidas mediante el método de la presente invención muestran un alto índice de refracción, buen lustre, buenas propiedades dieléctricas, así como expansión térmica anisotrópica, también pueden utilizarse como fotocatalizadores, material principal para células solares sensibilizadas por colorante, absorbentes UV y repelentes de agua, por nombrar solo algunas aplicaciones.

[Breve descripción de las figuras]

FIG. 1 es una imagen de microscopia electrónica de barrido (MEB) de la superficie de las escamas monocristalinas de MgTiO₃ obtenidas mediante el método de producción según una realización de la presente invención.

FIG. 2 es un diagrama de flujo en el que se muestra el método de producción de escamas monocristalinas de MgTiO₃ según una realización preferida de la presente invención.

En adelante en este documento, la presente invención se describirá con más detalle en referencia a un ejemplo; no obstante, la presente invención no se limita a este ejemplo.

(Ejemplo 1)

5

20

25

30

35

Se añaden 5,6 g de fosfato de sodio en 1600 g de agua desionizada y se agita mientras se calienta a 95 °C. Dentro de esta solución, se añade una cantidad total de 210 g de solución de tetracloruro de titanio (que incluye 64 g de tetracloruro de titanio y 10 g de dicloruro de magnesio, 32,0 % de concentración en agua) durante un periodo de dos horas mientras se ajusta el pH con una solución acuosa de hidróxido de sodio (concentración del 32,0 %). Tras añadir toda la solución de tetracloruro de titanio, el pH se eleva a 7. Además, se añaden 130 g de sulfato de sodio con agitación. Después de esto, se seca la solución resultante y, finalmente, se calcina a 1000 °C durante dos horas. Tras enfriar, el producto obtenido se lava con agua caliente con agitación para eliminar el cloruro y el sulfato de sodio, y se obtienen las escamas de MgTiO₃.

- 40 Las escamas de MgTiO₃ obtenidas tienen un diámetro de partícula medio de 30 μm y, la mayoría de ellas muestran forma circular o hexagonal. A partir del análisis mediante difracción de rayos X, la superficie principal de la escama muestra la orientación (100) y la estructura cristalina es de tipo geikielita. Adicionalmente, el análisis mediante microscopia electrónica confirmó que son monocristales.
- Las escamas monocristalinas de MgTiO₃ obtenidas mediante el método de producción según la presente invención pueden utilizarse como pigmentos para pinturas, tintes, composiciones de recubrimiento, plásticos y cosméticos, y como fotocatalizadores, material principal para células solares sensibilizadas por colorante, absorbentes UV o repelentes de agua.

REIVINDICACIONES

1. Método para la producción de escamas monocristalinas de MgTiO₃ que tienen un diámetro de partícula en el rango de 10 a 100 μm, según un equivalente del diámetro circular correspondiente, mediante las siguientes etapas:

5

10

20

30

40

- 1. mezclar al menos un compuesto de titanio hidrosoluble, un compuesto de magnesio hidrosoluble y un compuesto de fósforo hidrosoluble en un medio acuoso a un valor de pH en el rango de 6 a 8, en el que la relación entre el número molar del compuesto de fósforo y el número molar del átomo de Ti en el compuesto de titanio está en el rango de como mínimo 0,01 a como máximo 10,0, mediante el cual se forma un precursor de MgTiO₃, y
- 2. calcinar el precursor de MgTiO₃ a una temperatura en el rango de 800 a 1400 °C como etapa única de calcinación.
- 2. Método según la reivindicación 1, en el que está presente un agente fundente en la etapa de mezclado que es una sal de metal que muestra una temperatura de fusión no menor de 800 °C y no alcanza la temperatura de fusión del MgTiO₃ resultante, a una relación entre el número molar del agente fundente y el número molar del átomo de Ti en el compuesto de titanio en el rango de como mínimo 1,0 y como máximo 30, y en el que el producto obtenido en la etapa de calcinación se trata con agua a una temperatura en el rango de 40 a 100 °C.
 - **3.** Método según la reivindicación 2, en el que el agente fundente es un compuesto seleccionado entre uno o más de Na₂SO₄, K₂SO₄, NaCl y KCl, a condición de que se use KCl en combinación con al menos uno de Na₂SO₄, K₂SO₄ y NaCl.
- **4.** Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el método comprende el secado del precursor de MgTiO₃ previo a la etapa de calcinación.
 - 5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la calcinación se lleva a cabo en una atmósfera que contiene oxígeno.
 - **6.** Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el compuesto de titanio es un compuesto seleccionado entre uno o más de tetracloruro de titanio, sulfato de titanio, sulfato de titanio y tricloruro de titanio.
- 7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el compuesto de magnesio es un compuesto seleccionado entre uno o más de cloruro de magnesio, sulfato de magnesio y carbonato de magnesio.
 - **8.** Método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el compuesto de fósforo es un compuesto seleccionado entre uno o más de fosfato trisódico, pentóxido de fósforo, ácido fosfórico, ácido fosforoso y fosfato tripotásico.

FIG. 1



