



## Effective purifying oil for crude titanium tetrachloride

■ In a study aimed at finding the most effective purifying oil for crude titanium tetrachloride, Nynas' researchers obtained near perfection from one mineral oil and promising results from a hybrid biogenic oil.

Used daily in many applications and in different forms, titanium is part of everyday life. About 95% of all titanium is utilised as titanium dioxide to produce white pigment for paints, plastics, paper, etc. Titanium dioxide is also how it occurs in nature, where titanium is found in several different minerals.

"Most of the metal chloride impurities can be removed from the crude TiCl<sub>4</sub> by distillation. However, vanadium chloride 98i and especially vanadium oxychloride (VOC13), are particularly challenging, as their boiling points are very similar to that of TiCl<sub>4</sub>", explains Anna Eriksson, Technical Manager at Nynas.

As a result, the chlorination process needs to be followed by a purification step in which reagents bind to the impurities. In industry, organic reagents such as mineral or vegetable oil are often used in the purification process.

"The mechanism of organic reagents is still unclear, but the hypothesis is that the impurities and the oil form complexes of higher boiling point than the desired TiCl<sub>4</sub>, enabling them to be removed", says Anna Eriksson.

To test the hypothesis and to assess the purifying performance of different oils, Nynas' researchers devised a study that included several mineral oils of varying

degrees of refinement, a vegetable oil, and the company's hybrid biogenic Nytex BIO oil.

"The results show that oils with higher solvency perform better in the purification process. They also point towards a very poor performance of severely refined oils, which supports the hypothesis that the vanadium impurities tend to form complexes with aromatic and alkene components in the oil. Hydrogenated paraffinic Group II oil seems not to 'attract' the vanadium containing impurities at all, and is therefore ineffective in

this process", says Anna Eriksson. The removal of impurities in crude TiCl<sub>4</sub> is especially important, as their presence would impact the quality of the TiO<sub>2</sub> pigment and the hardness of the titanium metal.

The purification potency varied greatly between the different mineral oils, and there is a clear tendency of better performance with oils of a higher solvent power, in the graph indicated in yellow by low aniline points. With its excellent solvent power, Nytex 8150 proved very effective, reaching close to 100% purification. Both biogenic oils also performed well, with Nytex BIO offering the added advantage of not being based on food crops.

## Efficace olio purificante per il tetracloruro di titanio grezzo

■ In uno studio finalizzato al reperimento dell'olio purificante di maggior efficacia per il tetracloruro di titanio grezzo, i ricercatori di Nynas hanno ottenuto quasi la perfezione da un olio minerale e risultati promettenti da un olio biogenico ibrido. Utilizzato quotidianamente in molte applicazioni e in forme differenti, il titanio fa parte della vita quotidiana di tutti noi. Circa il 95% di tutto il titanio viene utilizzato come biossido di titanio per la produzione del pigmento bianco per pitture, plastica, carta e altri. Il biossido di titanio è anche quel che si trova in natura, mentre il titanio è presente in diversi minerali fra loro differenti.

"La maggior parte delle impurità del cloruro di metallo può essere rimossa dal TiCl<sub>4</sub> grezzo mediante distillazione. Tuttavia, il cloruro di vanadio 98i e in particolare l'ossicloruro di vanadio (VOC13) sono particolarmente critici in quanto il loro punto di ebollizione è molto simile a quello del TiCl<sub>4</sub>", ha spiegato Anna Eriksson, Responsabile Tecnico di Nynas.

Di conseguenza, il processo di clorurazione deve essere seguito da una fase di purificazione in cui i reagenti si legano alle impurità. In ambito industriale, i

reagenti organici come gli oli minerali e vegetali vengono spesso utilizzati nel processo di purificazione.

"Il meccanismo dei reagenti organici non è ancora stato ben compreso, ma l'ipotesi è che le impurità e l'olio formino complessi con punto di ebollizione superiore a quello richiesto di TiCl<sub>4</sub>, permettendone

Characteristics Caratteristiche	UNIT	Method ASTM Metodo ASTM	NYTEX 8150	NYFLEX 820	PAR Gr II	Vegetable Oil Olio vegetale	"NYTEX BIO"
Density Densità	kg/m <sup>3</sup>	D4052	919	907	875	920	930
Viscosity at 40 °C Viscosità a 40 °C	mm <sup>2</sup> /s	D445	150	96	110	35	150
Viscosity at 100 °C Viscosità a 100 °C	mm <sup>2</sup> /s	D445	10.5	8,6	12	8	12
Aniline Point Punto di anilina	oc	D611	86	95	124	<RT	57
Type Tipo			Severely hydrotreated Naphthenic Oil Olio naftenico altamente idrottrattato	Severely hydrotreated Naphthenic Oil Olio naftenico altamente idrottrattato	Severely hydrotreated Paraffinic Oil Olio paraffinico altamente idrottrattato	Conventional Vegetable oil Olio vegetale comune	Mineral/Biogenic hybrid oil Olio ibrido minerale/Biogenico

la rimozione", ha aggiunto Anna Eriksson. Per sperimentare l'ipotesi e valutare la prestazione purificatrice di diversi oli, i ricercatori di Nynas hanno progettato uno studio che includesse svariati oli minerali con differenti gradi di purezza, un olio vegetale e l'olio biogenico ibrido Nytex BIO, prodotto dall'azienda. "I risultati dimostrano che gli oli a solvenza maggiore offrono una prestazione migliore nel processo di raffinazione. Essi indicano anche la prestazione molto scarsa di oli altamente raffinati, a sostegno dell'ipotesi che il vanadio puro tende a formare nell'olio complessi formati da componenti aromatici e alchene. L'olio del Gruppo II idrogenato paraffinico non sembra 'attirare' le impurità del vanadio ed è quindi inefficace in questo processo", ha continuato. La rimozione delle impurità nel TiCl<sub>4</sub> grezzo è particolarmente importante in quanto la loro presenza impatterebbe la qualità del pigmento TiO<sub>2</sub> e la durezza del metallo titanio. Il potere purificatore varia grandemente fra i differenti oli minerali e si osserva una chiara tendenza ad una migliore prestazione degli oli dotati di potere solvente superiore, indicato con il colore giallo nel grafico dai punti dell'anilina bassi. Grazie al suo eccellente potere solvente, Nytex 8150 si è dimostrato molto efficace, raggiungendo la purificazione quasi al 100%. Entrambi gli oli biogenici hanno offerto prestazioni soddisfacenti, e Nytex BIO ha offerto il vantaggio aggiuntivo di non essere ricavato da colture di prodotti alimentari.