

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 17802

(54) Procédé d'obtention de sénarmontite et sénarmontite obtenue.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). C 01 G 30/00.

(22) Date de dépôt..... 12 août 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 7 du 19-2-1982.

(71) Déposant : BUREAU DE RECHERCHES GEOLOGIQUES ET MINIERES, établissement public à
caractère industriel et commercial, résidant en France.

(72) Invention de : René Bloise, Geneviève Boissonnade et Georges Morizot.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Harlé et Léchopiez,
21, rue de La Rochefoucauld, 75009 Paris.

1.

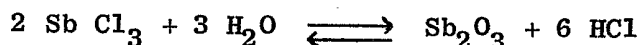
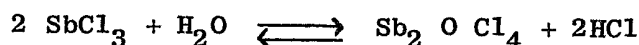
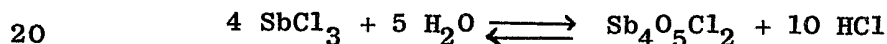
La présente invention concerne un procédé pour l'obtention de sénarmontite photostable et la sénarmontite ainsi obtenue par ledit procédé.

La sénarmontite est l'une des formes polymorphiques du trioxyde d'antimoine. En effet, le trioxyde d'antimoine existe sous deux formes polymorphiques : la forme orthorhombique, stable à haute température, qui est la valentinite, et la forme cubique, stable à basse température, qui est la sénarmontite.

Le trioxyde d'antimoine peut être obtenu par hydrolyse du trichlorure d'antimoine. Suivant les conditions opératoires de l'hydrolyse (dilution du milieu réactionnel, température, proportions des réactifs, etc...) on obtient des oxychlorures d'antimoine ou l'une ou l'autre des formes polymorphiques du trioxyde d'antimoine.

Les réactions suivantes ont été proposées :

[HENTZ & al. J. Chem. Educ. 52(3) p. 189-190 (1975)]



Deux composés définis de formules SbOCl et $\text{Sb}_4\text{O}_5\text{Cl}_2$ ont été mis en évidence lorsque l'hydrolyse est effectuée à température ambiante [LEA et WOOD J. Chem. Soc. 125 p. 137-148 (1924)]. Avant la formation de ces phases stables, des oxychlorures mal définis se forment; il s'agit des composés de formules $\text{Sb}_4\text{O}_3(\text{OH})_3\text{Cl}_3$ et $\text{Sb}_4\text{O}_3(\text{OH})_3\text{Cl}$. Lorsque l'hydrolyse est réalisée en milieu très dilué, on observe la formation de la valentinite (Sb_2O_3) sur laquelle une adsorption d'acide chlorhydrique intervient.

BELLUOMINI et al [Period. Mineral. (Rome) 36 p. 147-195 (1967)] ont étudié les oxychlorures d'antimoine obtenus par hydrolyse à la température ambiante et à l'ébullition. A la température ambiante, deux oxychlorures sont obtenus : $\text{Sb}_4\text{O}_5\text{Cl}_2$ et la phase γ de formule $[\text{Sb}_8\text{O}_8(\text{OH})_4]^{2-}[\text{OH}]_2^{2-} \cdot x\text{H}_2\text{O}$.

Dans le tableau I ci-après on a rassemblé les con-

2.

ditions opératoires qui permettent l'obtention de ces différents composés selon ces auteurs :

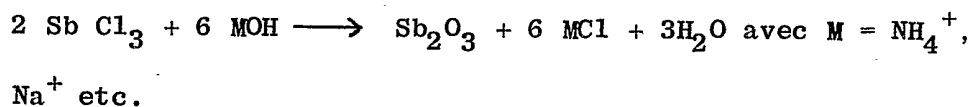
TABLEAU I.

Nature des différents oxychlorures obtenus selon
les conditions opératoires :

	Température d'hydrolyse	Nature du produit formé	Concentration des ions Cl ⁻ dans le milieu réactionnel
10	25 °C	$\text{Sb}_8\text{O}_8(\text{OH})_4 \cdot (\text{OH})_{2-x} (\text{H}_2\text{O})_{1+x} \cdot 7\text{Cl}_{2+x} =$	0,006 - 0,164
	25 °C	"Y" + $\text{Sb}_4\text{O}_5\text{Cl}_2$	"Y" 0,164 - 0,214
15	100 °C	Sb_2O_3	0,013 - 0,059
	100 °C	$\text{Sb}_8\text{O}_{11}\text{Cl}_2 + \text{Sb}_2\text{O}_3$	0,036 - 0,067
	100 °C	$\text{Sb}_8\text{O}_{11}\text{Cl}_2$	0,079 - 0,109
20	100 °C	$\text{Sb}_8\text{O}_{11}\text{Cl}_2 + \text{Sb}_2\text{O}_5\text{Cl}$	0,120 - 0,177

Lors de l'hydrolyse à la température d'ébullition, on obtient les différents oxychlorures cités précédemment. Cependant, pour de fortes concentrations en ions chlorure, on obtient un oxychlorure de formule $\text{Sb}_8 \text{O}_{11} \text{Cl}_2$ correspondant à la phase γ non hydratée, et pour de faibles concentrations, le trioxyde d'antimoine.

Par ailleurs, on a noté que, pour obtenir un trioxyde d'antimoine sans opérer en milieu très dilué, il fallait se placer en milieu basique, ce qui assure la neutralisation 30 de l'acide chlorhydrique formé au cours de l'hydrolyse; l'équation de la réaction est alors la suivante :



35 Le trioxyde d'antimoine ainsi obtenu est généralement de la valentinite qui est photosensible; elle change de couleur et devient grisâtre lorsqu'elle est exposée à la lumière [Trans. Faraday Soc. 36, p. 433-440 (1940)].

On peut éliminer cette sensibilité par chauffage

3.

sous atmosphère inerte à 400-500°C ou sous vide à 250°C, mais ce traitement thermique entraîne une augmentation de la granulométrie du produit obtenu.

Différents procédés pour l'obtention de trioxyde d'antimoine ont été proposés. A cet effet, on pourra se référer aux brevets ci-après :

- le brevet US 3.676.362 concerne un procédé pour l'obtention de sols d'oxydes métalliques dans des solvants polaires organiques par réaction d'un sel soluble dudit métal avec de l'eau et de l'ammoniaque dans une solution du liquide. Cette réaction fournit un oxyde métallique dans une dispersion colloïdale et un sel d'ammonium insoluble, qui précipité et est éliminé par filtration. Il est indiqué dans ce brevet US 3.676.362 que la quantité d'eau doit être au moins égale à la quantité stoechiométrique requise pour transformer le sel métallique en l'oxyde correspondant, mais elle ne doit pas être en excès important par rapport à la quantité requise pour transformer le sel en hydroxyde métallique. La réaction de précipitation avec l'ammoniaque est réalisée de préférence à une température comprise entre 0 et 100°C. La concentration en ammoniaque doit être inférieure à la concentration nécessaire pour la neutralisation complète de l'anion chlorure. Une partie de l'anion peut en effet être laissée dans la dispersion pour stabiliser les particules colloïdales d'oxydes métalliques et empêcher la formation de gel. Ce procédé permet d'obtenir directement une dispersion d'oxyde métallique dans un solvant organique qui est aussi un solvant de polymères, tels que le polychlorure de vinyle ; son incorporation dans ces polymères, à titre d'agent ignifugeant, peut donc être réalisée de façon simple.

- le brevet FR 72 33.670 (publié sous le n° 2.153.422) et le brevet US 3.944.653 concernent l'obtention de trichlorure d'antimoine de haute pureté. Il est indiqué que le trichlorure d'antimoine ainsi obtenu est un produit intermédiaire idéal pour la transformation directe en oxyde d'antimoine de haute pureté par hydrolyse en solution basique. Cette transformation peut s'effectuer par hydrolyse avec une solution basique aqueuse contenant de l'hydroxyde d'ammonium, un hydroxyde alcalin, un carbonate alcalin ou un compo-

4.

sé similaire capable de réagir avec le trichlorure d'antimoine pour former de l'oxyde d'antimoine solide. L'hydrolyse peut être réalisée à une température comprise entre le point de congélation et le point d'ébullition de la solution aqueuse.

- le brevet FR 74 06.661 (publié sous le n° 2.219.904) concerne l'obtention d'oxyde d'antimoine (III) stable à la lumière, notamment la sénarmontite, par hydrolyse directe du trichlorure d'antimoine en présence d'un agent formateur de complexes d'antimoine, le rapport molaire du trichlorure d'antimoine à l'agent formateur de complexes d'antimoine n'étant pas supérieur à 5. L'acide éthylène-diamine-tétraacétique, l'acide nitrilo-triacétique, l'acide tartrique et les polyols sont cités à titre d'exemples d'agents formateurs de complexes d'antimoine. La réaction d'hydrolyse est réalisée entre le point de congélation et 100°C à un pH compris entre 7 et 10.

- le brevet FR 74 06.662 (publié sous le n° 2.219.905) concerne un procédé pour l'obtention de sénarmontite. Ce procédé consiste à hydrolyser du trichlorure d'antimoine à une température ne dépassant pas 40°C dans un système d'hydrolyse aqueux contenant des ions chlorures libres et ayant un pH compris entre 7 et 10 et à recueillir la sénarmontite à partir du système.

Il est indiqué dans ce brevet que des températures élevées, une faible concentration en ions chlorures et un pH élevé dans le système d'hydrolyse conduisent tous à la formation de valentinite, et que des basses températures, un faible pH et une forte concentration en ions chlorures dans le système d'hydrolyse donnent lieu à la formation de différents oxychlorures d'antimoine. L'hydrolyse est réalisée pendant 10 à 30 minutes.

- le brevet FR 857.234 concerne un procédé pour l'obtention de valentinite par hydrolyse à une température comprise entre le point de congélation et 35°C environ, sous agitation intense jusqu'à ce que le précipité formé devienne finement cristallin et traitement ultérieur du produit d'hydrolyse par des solutions alcalines, par exemple des solutions de carbonate de sodium et éventuellement traitement

5.

subséquent à la chaleur, par exemple à une température comprise entre 350 et 420°C, ce traitement étant avantageusement réalisé à l'abri de l'oxygène.

- le brevet US 2.350.638 concerne également un procédé 5 cédé pour l'obtention de trioxyde d'antimoine sous la forme orthorombique, qui comprend l'hydrolyse du trichlorure d'antimoine, suivie d'un traitement à l'aide d'une solution alcaline puis d'un traitement thermique à une température comprise entre 300 et 450°C en excluant l'oxygène.

10 - la demande de brevet DE-OS 2.545.221 est relative à l'obtention de trioxyde d'antimoine à partir de catalyseurs à base de chlorure d'antimoine V usagé. Le chlorure d'antimoine V, après séparation des produits organiques, est réduit à l'état d'antimoine III, à l'aide d'anhydride sulfureux, d'antimoine, de fer ou de zinc. Le composé d'antimoine III est 15 ensuite soumis à une hydrolyse en milieu réducteur (par exemple en présence d'hydrazine, de bisulfite, d'acide ascorbique) et acide, qui conduit à la formation d'oxychlorure. L'hydrolyse peut être réalisée en présence d'un complexant. L'oxychlorure résultant est ensuite soumis à une hydrolyse basique pour former un oxyde d'antimoine, dont la structure cristalline n'est pas indiquée, mais qui est blanc et d'une 20 qualité "chimiquement pure".

- la demande de brevet DE-OS 2.733.117 concerne un 25 procédé d'extraction pour la récupération de trioxyde d'antimoine à partir de minerais sulfurés et oxydés. Ce procédé comprend notamment une étape d'hydrolyse d'une solution d'antimoine III conduisant à la formation d'oxychlorures, suivie d'un traitement basique.

30 L'état de la technique abondant dans ce domaine montre d'une part que l'on recherche toujours un trioxyde d'antimoine d'une grande pureté et, d'autre part, que des modifications des conditions opératoires de l'hydrolyse du trichlorure d'antimoine ont une grande influence sur les propriétés 35 du produit recherché.

Jusqu'à présent, la sénarumontite est obtenue, à la connaissance de la demanderesse, par pyrométallurgie ou par hydrolyse directe du trichlorure d'antimoine, soit en présence d'un agent formateur de complexes d'antimoine, soit à une

6.

température inférieure à 40°C en présence d'ions chlorures libres et à un pH compris entre 7 et 10. Le traitement à basse température nécessite un refroidissement du milieu réactionnel puisque l'hydrolyse est exothermique. L'utilisation d'un agent complexant implique la mise en oeuvre de solutions très diluées pour l'hydrolyse.

On a maintenant trouvé un procédé qui permet d'obtenir facilement et sélectivement de la sénarmontite photostable avec un rendement élevé.

10 Le procédé selon la présente invention pour l'obtention de sénarmontite photostable par hydrolyse directe du trichlorure d'antimoine, consiste à réaliser l'hydrolyse en présence d'un agent oxydant.

On a en effet trouvé que l'hydrolyse basique réalisée en présence d'un agent oxydant en quantités appropriées conduisait à la formation de sénarmontite. La quantité d'agent oxydant à mettre en oeuvre doit être inférieure à la quantité nécessaire pour l'obtention de pentoxyde d'antimoine. On a noté par ailleurs que pour de faibles quantités d'agent oxydant il se forme de la valentinite, puis un mélange de valentinite-sénarmontite, et que pour chaque agent oxydant donné il existe une gamme particulière d'oxydant fournissant de la sénarmontite. Etant donné que ces différents produits se distinguent par leur structure cristallographique, il sera
25 aisé à l'homme de l'art de déterminer, en fonction de conditions opératoires déterminées (température, nature de la solution d'hydrolyse, concentration en SbCl_3 , temps de séjour moyen, etc...) la quantité d'agent oxydant à mettre en oeuvre pour chaque agent oxydant donné.

30 La sénarmontite obtenue selon le procédé de l'invention est photostable, c'est-à-dire que l'indice de jaune Y varie seulement entre 1 et 10 et ne dépasse pas cette limite supérieure après une exposition de 48 heures à un rayonnement ultra-violet.

35 L'indice de jaune permet de déterminer facilement la photosensibilité d'un produit. Il est calculé par la formule ci-après :

$$Y = \frac{I_{\text{ambre}} - I_{\text{bleu}}}{I_{\text{vert}}} \times 100$$

dans laquelle I est l'énergie lumineuse réfléchie par l'échantillon pour diverses bandes de longueurs d'ondes visibles (ambre: bande de 580-595nm; bleu : 460-480 nm et vert : 500-530 nm).

5 Ces énergies lumineuses sont mesurées à l'aide d'un réflectomètre "photovolt 670" (vendu par PARIS-LABO) sur une pastille de trioxyde d'antimoine. On mesure l'indice de jaune Y avant et après exposition à un rayonnement UV. Les échantillons sont soumis à un rayonnement UV à l'aide d'une lampe R 52 type "mineralight" d'une puissance de 55 W (vendue par VILBER LOURMAR)
10 à une distance comprise entre 14 et 18 cm pendant 24 ou 48 heures. Plus l'indice de jaune est faible, plus le produit obtenu est blanc. Cet indice permet de comparer de façon simple les produits entre eux.

A titre d'agent oxydant approprié aux fins de l'invention,
15 tion, on peut citer l'oxygène, l'eau oxygénée, l'hypochlorite de sodium et autres oxydants analogues.

On a trouvé que le potentiel d'oxydo-réduction varie avec la quantité d'oxydant mis en oeuvre, mais présente une phase stationnaire pour une gamme d'agent oxydant, et que cette phase
20 stationnaire correspond à la formation sélective de sénarmontite extrêmement photostable. Lorsque l'agent oxydant mis en oeuvre n'est pas en quantité suffisante pour que le potentiel d'oxydo-réduction se situe dans cette phase, il se forme un mélange de sénarmontite-valentinite ou une sénarmontite dont l'indice de jaune
25 ne varie entre 1 et 10. Par contre, lorsque la quantité d'agent oxydant est telle que le potentiel d'oxydo-réduction soit au-delà de cette phase, il se forme du pentaoxyde d'antimoine.

Selon une variante particulièrement préférée du procédé de l'invention, on réalise l'hydrolyse basique de tri-
30 chlorure d'antimoine en présence d'un agent oxydant en quantité suffisante pour que le potentiel d'oxydo-réduction du milieu d'hydrolyse soit dans la phase stationnaire. La sénarmontite obtenue dans ces conditions préférées est extrêmement photostable, c'est-à-dire que son indice de jaune Y est
35 de l'ordre de 2,5 à 3 et ne dépasse pas 7 environ après une exposition aux UV de 48 heures.

La quantité d'agent oxydant à mettre en oeuvre selon le procédé préféré de l'invention sera déterminée par es-

sai préalable pour chaque agent oxydant selon le mode opératoire qui consiste :

- à mesurer le potentiel d'oxydo-réduction à l'aide d'une électrode de platine et d'une électrode de référence au calomel saturé d'un milieu d'hydrolyse constitué d'une solution aqueuse de trichlorure d'antimoine et d'une solution basique donnée contenant des quantités croissantes de l'agent oxydant considéré, à une température donnée,
- à établir une courbe donnant le potentiel d'oxydo-réduction en fonction du rapport agent oxydant/trichlorure d'antimoine.

La quantité d'agent oxydant à mettre en oeuvre correspond à la quantité nécessaire pour que le potentiel d'oxydo-réduction soit dans sa phase stationnaire, ce qui se traduit par un plateau de la courbe précitée faisant ainsi apparaître la fourchette de la quantité à utiliser de l'agent oxydant particulier considéré.

Il sera aisé à l'homme de l'art d'établir pour chaque milieu d'hydrolyse et pour un agent oxydant donné, la courbe donnant le potentiel d'oxydo-réduction en fonction du rapport molaire agent oxydant/trichlorure d'antimoine.

A titre indicatif, on précisera que lorsque l'agent oxydant est l'eau oxygénée et la solution basique est une solution ammoniacale, la quantité d'eau oxygénée peut varier entre 0,4 et 5% en poids à une température d'hydrolyse comprise entre 0 et 100°C par rapport au poids du trichlorure d'antimoine. Lorsque la solution est une solution sodique, la quantité d'eau oxygénée à mettre en oeuvre sera comprise entre 1,4 et 8% en poids par rapport au poids du trichlorure d'antimoine.

Lorsque l'agent oxydant est de l'hypochlorite de sodium et la solution basique une solution d'ammoniaque, la quantité appropriée aux fins de l'invention est comprise, à 40°C, entre 5% et 15% en poids par rapport au poids du trichlorure d'antimoine.

Le trichlorure d'antimoine mis en oeuvre selon l'invention peut être obtenu par un procédé quelconque, par exemple par le procédé d'extraction sélective décrit dans le brevet FR

76.08.963 au nom de la demanderesse.

L'hydrolyse selon l'invention est une hydrolyse basique, qui est réalisée à l'aide d'une solution appropriée, telle que par exemple une solution d'ammoniaque, une solution sodique, une solution de carbonate de sodium ou toute solution
5 analogue, de préférence une solution d'ammoniaque.

Le procédé selon l'invention peut être mis en oeuvre à une température quelconque comprise entre 0°C et 100°C. Le pH du milieu d'hydrolyse, mesuré à la température ambiante,
10 peut varier entre 7 et 12 environ.

La présente invention va être décrite maintenant plus en détail par les exemples illustratifs ci-après, lesquels ne présentent cependant aucun caractère limitatif.

EXEMPLES

15 On a utilisé du trichlorure d'antimoine obtenu par le procédé décrit dans le brevet FR 76.08.963.

Dans un réacteur thermostaté à 20, 40 ou 80°C et sous une agitation de 330 t/min on a introduit en continu une solution aqueuse de trichlorure d'antimoine (0,343 M/h ou 0,363
20 M/h) en même temps qu'une solution d'ammoniaque contenant l'agent oxydant. La quantité de réactif a été fixée de manière à ce que la concentration en Sb_2O_3 (taux de solide) soit de 50 g/l. La pulpe a été soutirée, en continu, après un temps de séjour moyen de 30 minutes ou une heure, puis filtrée. Le gâteau de filtration a ensuite été lavé à l'eau chaude et séché
25 à 110°C.

On a réalisé différents essais dans les conditions opératoires ci-dessus en utilisant des quantités variées d'agent oxydant. Pour chaque essai, on a noté le pH et le potentiel d'oxydo-réduction de la solution d'hydrolyse, ainsi
30 que la nature cristalline du précipité formé par diffraction aux rayons X et l'indice de jaune de ce précipité. Les résultats obtenus ainsi que les quantités de réactifs sont indiqués dans le tableau II ci-après.

35 On a établi sur la figure 1 annexée la courbe donnant le potentiel d'oxydo-réduction (ordonnées) en fonction du rap-

port molaire $H_2O_2/SbCl_3$ dans le milieu d'hydrolyse. On constate que le potentiel d'oxydo-réduction décroît et augmente légèrement à mesure que la quantité d'agent oxydant croît, puis décroît, devient stationnaire et croît. En considérant les

5 résultats du tableau I on constate que, lorsque la quantité d'agent oxydant mis en oeuvre correspond à un potentiel d'oxydo-réduction dans la phase stationnaire, le produit obtenu est de la sénarmontite extrêmement photostable. Lorsque la quantité

10 d'agent oxydant correspond à la phase décroissante du potentiel d'oxydo-réduction qui précède immédiatement la phase stationnaire, on obtient de la sénarmontite photostable, c'est-à-dire dont l'indice de jaune est compris entre 1 et 10 et ne dépasse pas cette limite après une exposition de 48 heures aux UV.

Sur la figure 2, on a tracé la courbe donnant l'indice

15 de jaune du produit obtenu (après un temps d'exposition aux UV de 24 heures) en fonction du rapport molaire $H_2O_2/SbCl_3$. On constate que lorsque la quantité d'agent oxydant correspond à la phase stationnaire du milieu d'hydrolyse, l'indice de jaune Y est faible et pratiquement stable. Il en résulte que le pro-

20 duit obtenu est photostable.

La granulométrie du produit obtenu selon l'essai 46 a été déterminée : 50% en poids du produit obtenu avait une granulométrie inférieure à $2,8 \mu m$, ce qui définit le diamètre moyen des particules.

25 En suivant le mode opératoire défini ci-dessus on a réalisé des essais en utilisant :

1 - de l'eau oxygénée comme agent oxydant et de la soude comme solution basique et

2 - de l'hypochlorite de sodium et de l'ammoniaque comme solu-

30 tion basique.

Les conditions opératoires et les résultats obtenus sont également consignés dans le tableau II.

TABLEAU II OBTENTION DE SENARMONTITE

Conditions expérimentales :			pH :	V :	Rendement de l'hydrolyse % :	Caractéristiques :	Indice de jaune Y :		Diamètre moyen des particules :
T°C :	temps de séjour moyen (heures) :	% molaire oxydant : SbCl_3 :		mV/E. CS :			durée d'exposition :	48 h :	
							0 h :	24h :	
oxydant-eau oxygénée base ammoniacale :									
80	1	200	-	-	-	produit amorphe vers pentoxyde	3,0	7,0	8,0
80	0,5	10,2	7,5	+ 14	99,1	sénarmontite	3,0	4,0	7,0
40	0,5	36,7	7,4	+45	99,1	produit amorphe	2,5	3,0	3,0
40	0,5	28,6	7,5	+25	99,2	sénarmontite peu cristallisée	2,0	3,5	4,0
40	0,5	20,4	7,8	+13	99,2	sénarmontite peu cristallisée	2,5	3,8	4,5
40	0,5	14,3	7,5	+14	99,4	sénarmontite	2,8	4,1	4,5
40	0,5	10,2	7,5	+ 14	99,4	sénarmontite	3,0	4,2	4,5
40	0,5	6,1	7,5	+ 18	99,4	sénarmontite	3,0	5,0	7,0
40	0,5	3,2	7,5	+ 32	99,6	sénarmontite	3,1	9,0	9,0
									inférieur au μm

TABLEAU II (suite)

Conditions expérimentales : pH				Rendement :		Caractéristiques :		Indice de jaune Y		Diamètre :	
				de l'hydrolyse %				durée d'exposition		moyen des particules :	
T° C	temps de séjour moyen	% molaire oxydant	(heures)					0 h : 24 h : 48 h			
				SbCl ₃							
oxydant = eau oxygénée											
base = ammoniac											
40	0,5	2,5	7,5	+20		sénarmontite et valentinite		22,0	29,0	31,0	
40	0,5	1,5	7,5	+21		valentinite et sénarmontite		20,0	33,0	36,0	
40	0,5	0,7	7,5	+35	99,9	valentinite et sénarmontite		14,0	28,0	28,5	
40	0,5	0,35	7,7	+1,2	99,9	sénarmontite		9,0	14,5	15,5	
40	0,5	0,25	7,6	+58	99,9	valentinite		8,8	14,5	15,5	
40	0,5	0	7,6	+73	99,9	valentinite		2,9	17,0	19,0	
20	0,5	10,2	7,7	+53	99,8	sénarmontite		3,0	4,0	4,5	3,2 µm

TABLEAU II (suite)

Conditions expérimentales: pH			Rendement		Caractéristiques		Indice de jaune Y		Diamètre	
T°C	temps de séjour moyen (heures)	% molaire oxydant $\frac{Sb}{I_3}$	de l'hydrolyse %				durée d'exposition		de l'hydrolyse %	des particules
							0 h : 24 h : 48 h			
oxydant = eau oxygénée base = soude										
40	0,5	5	8,5	- 40:99,9	valentinite	4	7	8		
40	0,5	10	7,4	-95 :99,9	sénarmontite	7	17	19		
oxydant = hypochlorite de sodium base = ammoniac										
40	0,5	5	7,5:-103		valentinite	6	15	20		
40	0,5	10	7,5:-160		valentinite	7	13	15		
40	0,5	15	7,4:+ 5		sénarmontite	3	5	7		3,5µm

REVENDICATIONS

1. Procédé pour l'obtention de sénarmontite par hydrolyse directe du trichlorure d'antimoine à l'aide d'une solution basique, caractérisé en ce que ladite hydrolyse est
5 réalisée en présence d'un agent oxydant.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la quantité d'agent oxydant est suffisante pour que le potentiel d'oxydo-réduction du milieu d'hydrolyse soit dans sa phase stationnaire.

10 3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'agent oxydant est l'oxygène, l'eau oxygénée, l'hypochlorite de sodium ou un agent oxydant analogue.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendica-
15 tions 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent oxydant est l'eau oxygénée et la solution basique est une solution ammoniacale, en ce qu'on utilise l'eau oxygénée en une quantité comprise entre 0,4 et 5 % en poids par rapport au poids du trichlorure d'antimoine et en ce que la température d'hydrolyse
20 est comprise entre 0 et 100°C.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent oxydant est de l'eau oxygénée, ^{et} la solution basique une solution sodique, et en ce qu'on utilise entre 1,4 et 8 % d'eau oxygénée par rapport au
25 poids du trichlorure d'antimoine, la température d'hydrolyse étant d'environ 40°C.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'agent oxydant est l'hypochlorite de sodium ^{et} la solution basique est une solution
30 d'ammoniaque, ^{et} en ce que l'agent oxydant est utilisé en une quantité comprise entre 5 et 15 % par rapport au poids du trichlorure d'antimoine.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'hydrolyse est réalisée
35 à une température comprise entre 0 et 100°C.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le pH, mesuré à la température ambiante, est compris entre 7 et 12.

9. Sénarmontite obtenue par le procédé selon l'une

15.

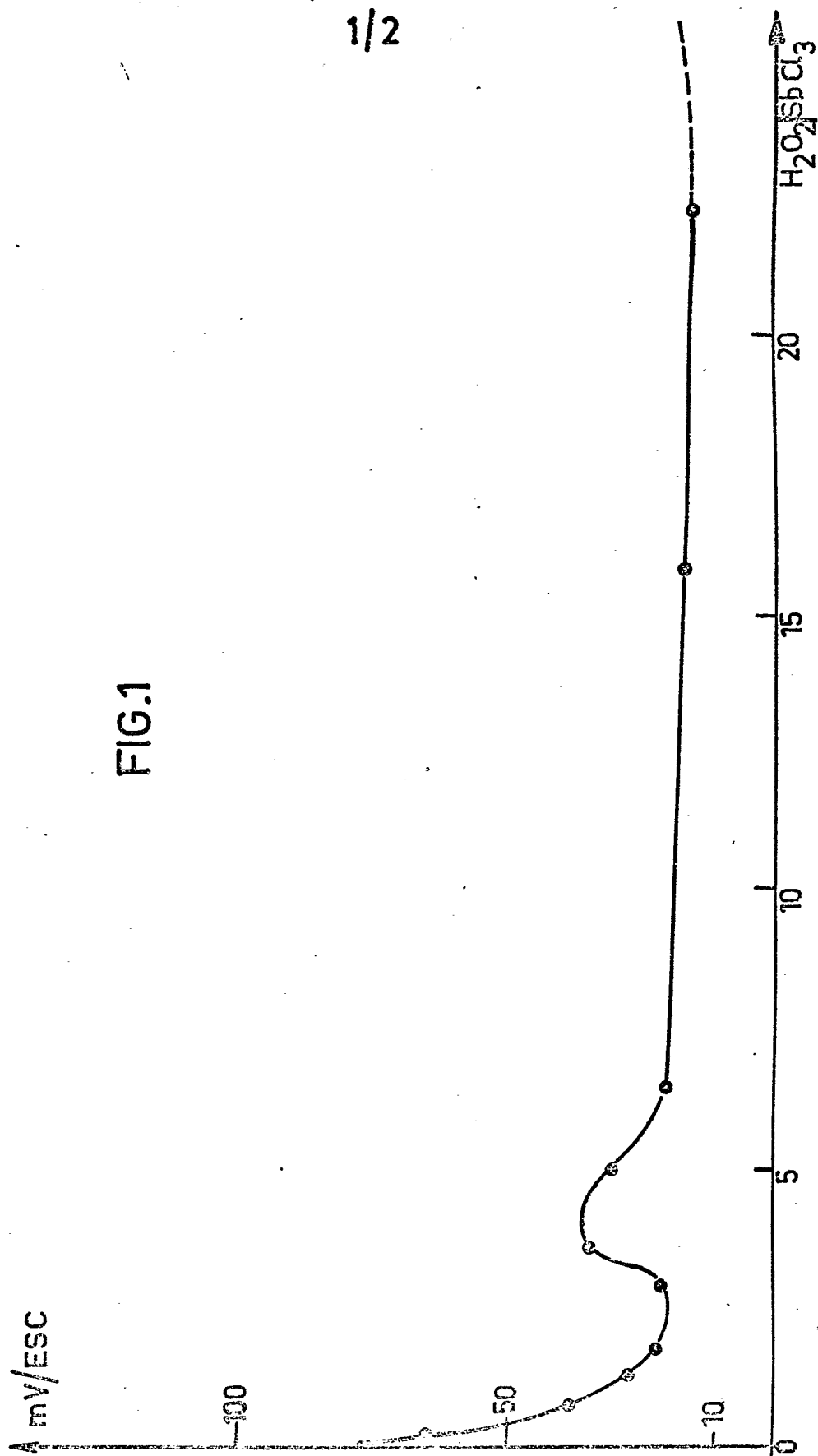
quelconque des revendications 1 à 7.

10. Sénarmontite selon la revendication 9, caractérisée en ce que son indice de jaune Y varie entre 1 et 10 et ne dépasse pas cette limite supérieure après une exposition de 48 heures à un rayonnement ultra-violet.

11. Sénarmontite selon l'une des revendications 9 ou 10, caractérisée par un indice de jaune compris entre 2,5 et 3 et en ce que cet indice ne dépasse pas 7 après une exposition de 48 heures à un rayonnement ultra-violet.

1/2

FIG. 1



2/2

FIG. 2

