



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 861316

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 29.01.79 (21) 2733236/23-26

(51) М. Кл.³

с присоединением заявки № -

С 01 G 23/047

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.09.81. Бюллетень № 33

(53) УДК 546.824-
-31:548.51
(088.8)

Дата опубликования описания 07.09.81

(72) Авторы
изобретения

И. П. Добровольский, В. А. Тюстин, К. У. Конотопчик,
Р. М. Садыков, В. П. Титов, Н. И. Воробьев, В. В. Печковский,
Н. С. Дяченко, А. Ф. Кузнецов и А. И. Хакенов

(71) Заявитель

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЗАРОДЫШЕЙ РУТИЛА

1

Изобретение касается производства двуокиси титана, в частности способа получения ее в виде рутильных зародышей, используемых преимущественно в пигментной технологии рутильной двуокиси титана.

Известен способ получения рутильных зародышей путем обработки гидроокиси титана смесью соляной и плавиковой кислот [1].

Такие зародыши достаточно эффективны в производстве пигментной двуокиси титана.

Однако недостатком способа их получения является значительная токсичность реакционных растворов, что ухудшает условия труда и приводит к сильной коррозии аппаратуры.

Известен также способ получения зародышей рутила из фосфата титана, осажденного, например, из титанилсульфатных растворов.

Данный способ заключается в разложении фосфата титана щелочью, например гидроокисью натрия, отделения из реакционной суспензии образовавшегося титаната натрия, его промывки и последующей обработке его соляной кислотой при кипячении [2].

2

Недостатком данного способа является длительность процесса разложения и образования титаната натрия составляющая 1-5 ч и большой расход щелочи до 1-5 вес.ч. на каждую часть двуокиси титана в целевом продукте. При этом при уменьшении времени разложения и соответственно при меньшем расходе щелочи значительно уменьшается степень превращения исходного фосфата в титанат натрия. Например, при стехиометрии щелочи к двуокиси титана степень образования титаната натрия не превышает 85%.

Целью изобретения является интенсификация процесса образования титаната натрия в способе получения зародышей рутила при сокращении расхода щелочи.

Поставленная цель достигается описываемым способом получения зародышей рутила путем разложения фосфата титана гидроокисью натрия при нагревании в присутствии медистого или бромистого калия в количестве 5-10 вес.% к двуокиси титана с последующей обработкой полученного титаната натрия соляной кислотой.

Отличие способа состоит в том, что процесс разложения проводят в присут-

ствии вышеописанной добавки, взятой в соответствующем количестве в двуокиси титана. Способ по данному изобретению обеспечивает интенсивное образование титаната натрия в процессе разложения фосфата титана щелочью в течение 10-30 мин при высокой, степени превращения фосфата титана до 99,2-99,3%. Таким образом, процесс образования зародышей ускоряется более чем в 4-6 раз по сравнению с известным при сокращении в 1,5 раза расхода щелочи.

По известному способу для достижения указанной степени превращения фосфата титана требуется порядка 1,5 вес.ч. NaOH на 1 вес.ч. TiO_2 в фосфате титана, в то время как предложенный способ обеспечивает аналогичную степень превращения при равновесовом отношении NaOH и TiO_2 .

Оптимальность предлагаемых количественных значений добавки соли калия определяется необходимой степенью ускоренного превращения фосфата титана, недостижимой вне указанных предельных значений. Это подтверждается следующими примерами.

Пример 1. К 1 л гидролизной кислоты, содержащей 10,2 г/л TiO_2 и 60 г/л $FeSO_4$, добавляют при 80°C 15 мл 85%-ной H_3PO_4 . По истечении 10 мин образовавшийся твердый продукт фильтруют, промывают водой до удаления ионов железа. К 17 г полученного фосфата титана, содержащего 61% TiO_2 и 39% P_2O_5 , добавляют 10 г гидроокиси натрия, растворенной в 100 мл воды (1 в.ч. NaOH на 1 в.ч. TiO_2) и 1 г иодистого калия KI (10,1 вес.% к TiO_2) и нагревают смесь при 90°C в течение 30 мин. Образовавшийся осадок фильтруют и промывают до полного удаления анионов в фильтрате. Промытый осадок, содержащий 81,2% TiO_2 , 18,6% NaOH и 0,2% P_2O_5 репульпируют в растворе соляной кислоты до концентрации 50 г/л TiO_2 и мольного отношения HCl/TiO_2 1,0 и кипятят 1 ч.

Степень превращения фосфата титана в титанат натрия составляет 99,5%.

Эффективность рутилизирующей способности зародышей определяют по степени превращения гидратированной двуокиси титана при ее прокаливании в присутствии этих зародышей. Для этого добавляют 2% последних к гидратированной TiO_2 и прокаливают смесь 30 мин при 850°C. Содержание рутила в прокаленном продукте 98%.

Пример 2. Получение зародышей осуществляют по примеру 1, но при введении 0,5 г KJ.

Разложение фосфата титана в течение 30 минут приводит к образо-

ванию титаната натрия состава в %: 81,3 TiO_2 , 0,4 P_2O_5 и 18,3 NaOH при степени превращения фосфата в последний 99,6%. Полученные зародыши обеспечивают степень рутилизации гидратированной TiO_2 96%.

Пример 3. Процесс осуществляют по примеру 1, но при добавлении в исходную реакционную смесь фосфата титана и гидроокиси натрия 1 г бромистого калия KBr (10 вес.% к TiO_2). Это обеспечивает 99,8%-ную степень превращения фосфата титана в титанат натрия состава: 81,6% TiO_2 , 0,1% P_2O_5 и 18,3% NaOH и степень рутилизации TiO_2 99%.

Пример 4. Процесс по примеру 1, но при введении 5 вес.% KBr к TiO_2 в фосфате титана. Степень превращения фосфата титана в титанат натрия 99,2% при вышеописанной степени рутилизации.

Пример 5. Процесс по примеру 1 с введением 10 вес.% KJ к TiO_2 в фосфате титана. Исходную смесь нагревают при 90°C в течение 12 мин что обеспечивает степень превращения 99,2%.

Пример 6. (сопоставительный по известному способу). К 17 г фосфата титана, содержащего 61% TiO_2 и 39% P_2O_5 добавляют 15 г NaOH, растворенного в 100 мл воды (1,5 в.ч. NaOH на 1 в.ч. TiO_2 в фосфате титана). Смесь нагревают при 90°C в течение 120 мин. Это обеспечивает 99%-ную степень превращения фосфата титана в титанат натрия с содержанием 81,0% TiO_2 , 18,6 NaOH и 0,4 P_2O_5 и содержание титана в прокаленной гидратированной TiO_2 97%.

Изобретение позволяет снизить расход щелочи и время процесса образования зародышей, повысить эффективность последних в превращении гидратированной двуокиси титана в рутильную модификацию.

Формула изобретения

Способ получения зародышей рутила путем разложения фосфата титана гидроокисью натрия при нагревании с последующей обработкой полученного титаната натрия соляной кислотой, отличающийся тем, что, с целью интенсификации процесса образования титаната натрия при сокращении расхода гидроокиси натрия, процесс разложения проводят в присутствии иодистого или бромистого калия в количестве 5-10 вес.% к двуокиси титана.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент США № 2971821, кл. 23-202, опублик. 1961.
2. Патент США № 2505344, кл. 23-202, опублик. 1950.

ВНИИПИ Заказ 6444/3 Тираж 505 Подписное

филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4