



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **54843** (13) **U**
(51) МПК (2009)
C01G 23/00
C01G 23/047 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ДВООКИСУ ТИТАНУ ПІГМЕНТНОГО З НЕЗНЕХРОМЛЕНИХ ІЛЬМЕНІТОВИХ КОНЦЕНТРАТІВ

1

(21) u201006407

(22) 25.05.2010

(24) 25.11.2010

(46) 25.11.2010, Бюл.№ 22, 2010 р.

(72) ЛАПІН ЄВГЕН ВАСИЛЬОВИЧ, ВОЛКОВ ВОЛОДИМИР МИКОЛАЙОВИЧ, ДОЛЯ ЛЕОНІД ПЕТРОВИЧ, СТЕПАНІЩЕНКО ВІКТОР ЛЕОНІДОВИЧ, КАРПЦОВ СЕРГІЙ ВОЛОДИМИРОВИЧ, ЛАВРИК ВІРА ІВАНІВНА, ДЕНЩИКОВ ОЛЕГ ВОЛОДИМИРОВИЧ, ШИНКАРЕНКО ВОЛОДИМИР ЛУКИЧ, ДОЛЯ ОЛЕКСІЙ ЛЕОНІДОВИЧ, ВАКАЛ СЕРГІЙ ВАСИЛЬОВИЧ

(73) ВІДКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "СУ-МИХІМПРОМ"

(57) 1. Спосіб одержання двоокису титану пігментного з незнехромлених ільменітових концентратів, що включає сушіння та розмел ільменіту, розкладання незнехромлених ільменітових концентратів сірчаною кислотою шляхом "поштовху реакції" гострою парою, відновлення отриманих розчинів, коагуляцію шламу в розчинах флокулянтном з

2

наступним очищенням розчинів від шламу, кристалізацію, упарювання, гідроліз титанісульфату, фільтрацію, прожарювання, розмел, поверхневу обробку, сушіння, струменевий розмел та упакування, який **відрізняється** тим, що розкладання незнехромлених ільменітових концентратів проводять завчасно підігрітою до температури 40-60°C сірчаною кислотою з кінцевою концентрацією 92%, шляхом "поштовху реакції" гострою парою до температури 80°C з подальшою коагуляцією, з використанням флокулянтів та очищенням розчинів від шламу.

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що подальшу коагуляцію з використанням флокулянтів проводять при кількості їх 0,39-0,4кг/т двоокису титану.

3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що очищення розчинів від шламу проводять з отриманням густини розчинів після очищення на рівні 1,52-1,54г/см³.

Корисна модель відноситься до технології виробництва пігментного двоокису титану з ільменітових концентратів, зокрема, до переробки незнехромлених ільменітових концентратів. Пігмент двоокису титану використовують у лакофарбовій, паперовій, шкіряній, будівельній та інших галузях промисловості.

Відомий спосіб одержання пігментного двоокису титану з ільменітових концентратів, що не містять сполук Cr_2O_3 , який включає сушіння та розмел ільменіту, розкладання ільменітового концентрату, відновлення, очищення на барабанних вакуум фільтрах, кристалізацію, видалення залізного купоросу, упарювання, приготування зародків

двоокису титану анатазної та рутильної модифікації, гідроліз, фільтрацію, відбілювання та сульфування, прожарювання, очищення газу, сухий розмел, поверхневу обробку, сушіння, струменевий розмел, упакування, який обираємо за прототип (див. Деклар. патент №34171 А, МПК C01G23/00, Бюл.№1, 2001р.).

Даний спосіб не дозволяє переробляти ільменіти, наприклад Вольногорського родовища, вміст Cr_2O_3 в яких у 30 разів перевищує норму, для одержання пігментного двоокису титану з пігментними показниками згідно з ТУ У 24.1-05766356-054:2005.

Нами поставлена задача одержання пігментного двоокису титану з незнехромлених ільменіто-

(13) **U**

(11) **54843**

(19) **UA**

вих концентратів, при цьому максимально вивести сполуки хрому з процесу, отримати максимальний ступінь розкладання ільменіту, забезпечити якість продукції відповідно до вимог ТУ У 24.1-05766356-054:2005 та розширити сировинну базу для виробництва пігментного двоокису титану.

Поставлена задача в запропонованому способі одержання пігментного двоокису титану з незнехромлених ільменітових концентратів, що включає сушіння та розмел ільменіту, розкладання незнехромлених ільменітових концентратів сірчаною кислотою, відновлення отриманих розчинів, коагуляцію шламу в розчинах флокулянтном з наступним очищенням розчинів від шламу, кристалізацію, видалення купоросу, упарювання, приготування зародків двоокису титану анатазної та рутильної модифікацію, гідроліз титанілсульфату, фільтрацію, відбілювання та сульфування, прожарювання, очищення газу, сухий розмел, поверхневу обробку, сушіння, струменевий розмел, упакування досягається тим, що згідно з корисною моделлю, розкладання незнехромлених ільменітових концентратів сірчаною кислотою здійснюють шляхом попереднього підігрівання сірчаної кислоти до температури 40-60°C. Реакція проводиться з кінцевою концентрацією кислоти 92% з подальшим "поштовхом реакції" гострою парою при температурі, що не перевищує 80°C, після чого реакція розкладання проходить екзотермічно. Це забезпечує хід реакції таким чином, що значна частина сполук хрому не переходить в розчин, а залишається у шламі. Відновлення отриманих розчинів проводять з використанням обрізі жерсті, що дозволяє проводити процес при температурі 65-68°C та утримувати концентрацію Ti_2O_3 на рівні 2,5-4,5г/дм³, а стадію коагуляції проводять за рахунок використання флокулянтів в кількості 0,39-0,4кг/т двоокису титану з використанням технології відстоювання, при якій густина розчинів після очищення складе 1,52-1,54г/дм³.

Суть корисної моделі полягає в тому, що розкладання незнехромлених ільменітових концентратів (наприклад Вольногорського родовища), що містять до 1,2% Cr_2O_3 починають з попереднього підігрівання кислоти до 40-60°C. Реакція проводиться з кінцевою концентрацією кислоти 92% та подальшим розігріванням реакційної суміші гострою парою (так званий "поштовх реакції"). При цьому оптимальна температура суміші складає не більше 80°C та створюються умови для зберігання хрому в нерозчинному вигляді, що дозволяє виводити його зі шламом при відстоюванні. При кінцевій концентрації кислоти менше 92% та температурі суміші нижче 80°C реакція протікає мляво, час розкладання концентрату різко зростає, знижується ступінь переходу титану з водонерозчинної форми у водорозчинну, збільшуються втрати титану зі шламом, зростає собівартість кінцевої продукції. При кінцевій концентрації кислоти більше 92% та температурі вище 80°C ступінь розкладання не зростає, а кількість сполук хрому, які переходять у розчин збільшується, тому енерговитрати на дода-

ткове розігрівання є необґрунтованими. Отримані розчини відновлюють шляхом прокачування їх через обріз жерсті, відновлення ведеться до концентрації Ti_2O_3 2,5-4,5г/дм³, тим самим в умовах екзотермічної реакції подальше розігрівання розчинів йде тільки на 15-18°C, що запобігає перегріванню розчинів, які відновлюються, відсутня втрата стабільності (стійкість до гідролізу). З метою коагуляції тонко дисперсних часток сполук хрому й кремнієвої кислоти в розчини титанілсульфату, що подаються на відстоювання, додають флокулянт у кількості 0,39-0,40кг/т TiO_2 . Якщо флокулянту добавляти меншу кількість, то не вдасться досягти достатнього ступеня очищення розчинів від нерозчинних домішок, а готовий продукт не відповідатиме вимогам ТУ У 24.1-05766356-054:2005. Збільшення витрати флокулянту вище 0,40кг/т не приносять позитивних результатів. Для втримання густини розчинів після очищення на рівні 1,52-1,54г/см³ використовують технологію відстоювання розчинів замість фільтрації, і в зв'язку з відсутністю взаємодії розчинів із водою ми отримуємо кращі пігментні показники двоокису титану.

Спосіб одержання пігментного двоокису титану з незнехромлених ільменітових концентратів проводиться за такими стадіями: сушіння та розмел ільменіту, розкладання незнехромлених ільменітових концентратів сірчаною кислотою, відновлення отриманих розчинів, коагуляція шламу в розчинах флокулянтном із наступним очищенням розчинів від шламу, кристалізація, видалення купоросу, упарювання, приготування зародків двоокису титану анатазної та рутильної модифікації, гідроліз титанілсульфату, фільтрація, відбілювання та сульфування, прожарювання, очищенням газу, сухий розмел, поверхнева обробка, сушіння, струменевий розмел, упакування.

Приклад 1

Для здійснення реакції спочатку змішують у реакторі 29т ільменітового концентрату та 50,5т 94,8% сірчаної кислоти з доведенням кінцевої концентрації кислоти до 90%, шляхом розбавлення кислоти "поштовховою" водою. Далі проводять підігрівання суміші гострою парою до, і реакція проходить екзотермічно протягом 10-30 хвилин, внаслідок чого реакційна суміш стає твердою. До твердого продукту розкладання додають 1,5т сірчаної кислоти й ведуть вилуджування протягом 7-8 годин. Отриманий розчин відновлюють, додають флокулянт у кількості 0,39кг/т, очищують від домішок відстоюванням та надалі проводять процес без змін

Приклад 2, 3

Виконують аналогічно до прикладу 1, але в прикладі 2 розбавлення ведеться до кінцевої концентрації кислоти 92% та попереднє підігрівання кислоти до 50°C, а в прикладі 3 розбавлення ведеться до кінцевої концентрації кислоти 93% та попереднього підігрівання кислоти до 48°C.

Параметри процесу наведені в таблиці 1. Отримані результати наведені в таблиці 2.

Таблиця 1

Параметри процесу та отримані результати	Номер досліджу		
	1	2	3
Умови досліджу:			
Маса ільменітового концентрату, т	29	29	29
Маса сірчаної (94,8%) кислоти на розкладання, т	50,5	50,5	50,5
Температура попереднього підігрівання кислоти, °С	40	50	48
Кінцева концентрація кислоти, %	90	92	93
Розігрівання реакційної суміші, °С	80	80	80
Тривалість основної реакції (після закінчення підігрівання), хв.	13	11	16
Добавка флокулянту, кг/т TiO ₂	0,39	0,4	0,4

Таблиця 2

Отримані результати	Номер досліджу		
	1	2	3
Ступінь розкладання концентрату, %	84,7	91,5	90,8
Кількість шламу в невідновленому розчині, г/л	52,9	25,1	36,9
Масова частка Cr ₂ O ₃ у шламі, %	2,21	5,6	3,92
Масова частка Cr ₂ O ₃ у розчині, %	0,023	0,04	0,059
Співвідношення Cr ₂ O ₃ /TiO ₂ у розчині, %	0,242	0,385	0,567
Густина розчинів після очищення, г/см ³	1,530	1,535	1,530
Вміст Cr ₂ O ₃ в пасті перед прожарюванням, %	0,0004	0,0003	0,0005

Даний спосіб пройшов випробування на ВАТ "Суміхімпром" в цеху з виробництва двоокису титану, де отримано позитивні показники, що відпо-

відають всім характеристикам відповідно до вимог ТУ У 24.1-05766356-054:2005.