



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 50450

(13) A

(51) 6 C23G1/36

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ТРАВІЛЬНИХ РОЗЧИНІВ ВІД ТИТАНУ

1

2

(21) 2002010340

(22) 14 01 2002

(24) 15 10 2002

(46) 15 10 2002, Бюл. № 10, 2002р

(72) Єрмаков Анатолій Олександрович, Андріанов
Анатолій Михайлович(73) ФІЗИКО-ХІМІЧНИЙ ІНСТИТУТ
ІМ О В БОГАТСЬКОГО НАН УКРАЇНИ

(57) Спосіб очищення травільних розчинів від титану, що включає введення в розчин солі калію з наступним відокремлюванням гексафторотитанату калію, який відрізняється тим, що як соль калію використовують біфторид калію, який вводять у відпрацьований травільний розчин до молярного співвідношення $K:Ti$ не менше 3:1 і перемішують при кімнатній температурі

Винахід відноситься до способів очищення відпрацьованих травільних розчинів від титану і може бути використано для регенерації травільних розчинів.

В процесі взаємодії травільного розчину з титановими сплавами утворюється гексафторотитанова кислота H_2TiF_6 . Коли у розчині накопичується 30г/л титану, розчин втрачає властивість травлення (див. Бухтиаров В.Е., Ионнообменные методы в анализе металлов и сплавов М. Металлургия, 1982, с. 74).

Відомо спосіб регенерації травільного розчину титану електродіалізом (див. Усова В.В. и др. Травление титана и его сплавов М., Металлургия, 1984, с. 103). Цей спосіб не застосовується внаслідок великої енергоємності.

Найменш енерговмісткий прийом оснований на виділенні титану у вигляді малорозчинних солей за рахунок одержання будь-яким способом пересиченого розчину з подальшим відокремлюванням осаду, який випав з маточного розчину. Розчин уявляє собою регенований травитель (див. Усова В.В. и др. Травление титана и его сплавов М., Металлургия 1984, с. 101).

Найбільш близьким по технічній суті і досягаемому результату до винаходу, що заявляється, є спосіб очищення травільних розчинів від титану шляхом осадження гексафторотитанату калію з суміші відпрацьованих розчинів, які містять соляну, азотну і фтористоводневу кислоту. Спосіб включає додавання до 1л розчину 128г кристалічного азотнокислого калію. Розчин перемішують і залишають на ніч. Осад гексафторотитанату калію відфільтровують (див. Бухтиаров В.Е., Ионнообменные методы в анализе металлов и сплавов,

М., Металлургия, 1982, с. 81). Даний спосіб обрано прототипом.

Прототип збігається з винаходом, що заявляється, у наявності спільної задачі і спільних ознак:

- введення у відпрацьований травільний розчин солі калію,
- відокремлювання гексафторотитанату

Але цей спосіб забезпечує невелику ступінь осадження титану, а саме 27 - 41,9%.

В основу винаходу поставлено задачу створити спосіб очищення травільних розчинів від титану в якому за рахунок заміни солі калію і ведення процесу при певному молярному співвідношенні $K:Ti$, забезпечити підвищення ступіні осадження титану з відпрацьованого травільного розчину.

Поставлена задача вирішена в способі очищення травільних розчинів від титану, що включає введення в розчин солі калію і наступне відокремлювання гексафторотитанату калію тим, що як соль калію використовують біфторид калію, який вводять у відпрацьований травільний розчин до молярного співвідношення $K:Ti$ не менше 3:1 і перемішують при кімнатній температурі.

Тривалість перемішування - не менше 2-х годин.

Новим у винаході, що заявляється, є те, що

- як соль калію використовують біфторид калію
- біфторид калію вводять у відпрацьований травільний розчин до молярного співвідношення $K:Ti$ не менше 3:1

Автори експериментально виявили, що в ряду солей калію, які містять аніони мінеральних кислот, що входять до складу травільних розчинів титану (фторид, нітрат, сульфат), найбільший осаджуючий ефект виявляє біфторид калію. З науко-

(13) A

(11) 50450

(19) UA

во-технічної і патентної літератури такий висновок зробити не можливо

Спосіб здійснюють слідуючим чином

У відпрацьований травильний розчин вводять при перемішуванні необхідну кількість кристалічного біфториду калію, яка забезпечує молярне співвідношення $K : Ti$ не менше 3 : 1. Суміш періодично перемішують при кімнатній температурі протягом 2-х годин. Осад гексафторотитанату калію, який утворився, відокремлюють фільтруванням. У фільтраті визначають вміст титану. Після коректування маточний розчин може бути використаний для повторного застосування.

Досліди проводили з відпрацьованим травильним розчином, який вміщував 700см³/л HNO₃ (d = 1,4г/см³), 200см³/л HF (d = 1,13г/см³) і 31,0г/л Ti (наведено вихідний вміст кислот). Загальний вміст кислот в розчині ~ 12моль/л (вихідний - 14моль/л).

Приклад 1. До 250мл відпрацьованого травильного розчину, який містить 31г/л (0,647моль/л) титану додають при перемішуванні 37,9 біфториду калію для утворення молярного співвідношення $K : Ti = 3 : 1$.

Періодично суміш перемішують струшуванням при кімнатній температурі. Через 2 години відфільтровують осад гексафторотитанату калію. У фільтраті визначали концентрацію титану - 6,8г/л. Ступінь осадження титану - 78,1%.

Приклади 2 - 4 здійснювали аналогічно Прикладу 1, але при різних співвідношеннях $K : Ti$. Результати наведені в Таблиці.

Вплив параметрів на ступінь осадження титану з відпрацьованих травильних розчинів

№№ приклади	Осаджувач	Молярне співвідношення	Рівновагова концентрація Ti (г/л)	Ступінь осадження Ti(%)
1	KF * HF (біфторид калію)	3 : 1	6,8	78,1
2	-	2 : 1	10,5	66,1
3	-	4 : 1	6,8	78,1
4	-	5 : 1	6,8	78,1
5	KMO ₃	2 : 1	22,5	27,4
6	KMO ₃	3 : 1	18,0	41,9

Приклади 5 і 6 ілюструють спосіб очищення травильних розчинів від титану по прототипу. Дані наведені в Таблиці.

Як видно з даних таблиці зміна молярного співвідношення $K : Ti$ у меншу сторону (Приклад №2) приводить до зниження ступеню осадження титану на 12%. Зміна молярного співвідношення $K : Ti$ в більшу сторону, наприклад, 4 : 1 - Приклад №3 і 5 : 1 - Приклад №4 не впливають на ступінь осадження титану.

Зміна солі калію (Приклади №№5 і 6) призводять до значного зниження ступеню осадження титану.

Таблиця