



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ №

(19) **SU** (11) **1630220**

000009
A1

(51) **5 C 01 G 23/00**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4740977/26

(22) 27.09.89

(71) Институт общей и неорганической химии АН УССР

(72) В.В.Шимановская, А.А.Двернякова, В.В.Стрелко, В.Г.Садыков и Л.М.Пашенко

(53) 546.821(088.8)

(56) Горощенко Я.Г. и др. Техническая двуокись титана и ее получение из измельченного ильменита серно-кислотным методом. Киев, 1968, с.94.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВЫХ ЗАРОДЫШЕЙ АНАТАЗНОЙ МОДИФИКАЦИИ

(57) Изобретение относится к химической технологии, а именно к технологии полученных титановых зародышей, используемых в производстве диоксида титана анатазной модификации высокой чистоты. Целью изобрете-

2

ния является повышение химической активности и стабильности титановых анатазных зародышей. Цель достигается путем обработки гидратированного диоксида титана концентрированной серной кислотой при весовом соотношении $TiO_2:H_2SO_4 = 1:(2,1-2,3)$ до получения прозрачного плава, растворения плава, нейтрализации полученного раствора аммиаком до pH 5-7 и подкислении при температуре 55-65°C серной кислотой до pH 1-2. Предлагаемые титановые зародыши обладают большей химической активностью по сравнению с прототипом, при комнатной температуре сохраняются без изменений в течение 20-25 сут, более экономичны при использовании титанового зародыша раствора при гидролизе, позволяют получать диоксид титана высокой степени химической чистоты. 1 табл.

Изобретение относится к химической технологии, в частности к технологии получения титановых зародышей, используемых в производстве диоксида титана анатазной модификации особой чистоты с суммарным содержанием примесей катионов не более 10^{-5} мас.%. Целью изобретения является повышение химической активности и стабильности титановых анатазных зародышей.

Целью изобретения является повышение химической активности и стабильности титановых анатазных зародышей.

Пример 1. К 100 г гидратированного диоксида титана (ГДТ) прибавляют 120 мл концентрированной (96%) серной кислоты (соотношение $TiO_2:H_2SO_4 = 1:2,1$), постоянно пере-

мешивая и нагревая, доводят смесь до получения прозрачного однородного плава. Плав охлаждают на воздухе и приливают 500 мл дистиллированной воды. Получают концентрированный раствор, содержащий 100-120 г/л TiO_2 . Выдерживают раствор при комнатной температуре до полного растворения плава, фильтруют и разбавляют дистиллированной водой до концентрации 50-60 г/л TiO_2 . При температуре 20-25°C и энергичном перемешивании нейтрализуют 10%-ным раствором аммиака до pH 5. Получают густую белую суспензию с концентрацией TiO_2 40-45 г/л. В суспензию при постоянном

(19) **SU** (11) **1630220** **A1**

РГБ

перемешивании и нагревании (до 55-65°C) небольшими порциями вводят разбавленную (1:2) серную кислоту до pH 1. Выдерживают раствор до образования прозрачного однородного слегка опалесцирующего голубым цветом коллоидного раствора. Получают 1300-1500 мл коллоидного раствора гидратированного диоксида титана, содержащего 35-40 г/л TiO_2 . Зародыши обладают анатазной структурой. Для термического гидролиза используют 1-5% анатазных зародышей в пересчете на TiO_2 по отношению к содержанию TiO_2 в гидролизном растворе. В зависимости от количества взятых зародышей получают продукт различной дисперсности, степени гидратации, пористости и др.

Примеры осуществления способа представлены в таблице.

Как видно из приведенных в таблице данных при весовом соотношении $TiO_2:H_2SO_4 < 2,1$ полного растворения ГДТ не достигается, плав приобретает молочно белую окраску, приготовленный из него раствор мутный из-за нерастворенного TiO_2 . Из такого раствора нельзя приготовить стабильные анатазные зародыши.

При избытке концентрированной серной кислоты ($> 2,3$) активность зародышей также снижается.

При нейтрализации аммиаком до pH < 5 (например, pH = 4) не достигается полнота осаждения гидроокиси титана, часть титана остается в ионной форме, концентрация коллоидного Ti будет заниженной, соответственно, активность зародышей снижается. Если проводить нейтрализацию до pH > 7 (например, pH = 8), то происходит коагуляция гидроокиси в крупные агломераты, что ускоряет процесс старения зародышей, т.е. стабильность зародышевого раствора снижается.

При температуре $< 55^\circ C$ процессы кристаллизации замедляются, а при $t > 65^\circ C$ возможно протекание процесса гидролиза коллоидного раствора с образованием нерастворимого осадка. Если повышать кислотность суспензии до pH < 1 , то происходит растворение коллоидных форм титана, зародыши теряют активность. При снижении кис-

лотности до pH > 2 частицы гидроокиси титана в растворе не достигают коллоидных размеров, часть гидроокиси остается в агрегированном состоянии, уменьшается стабильность зародышевого раствора, ускоряются самопроизвольные процессы коагуляции зародышевых частиц.

Предлагаемые титановые зародыши обладают большей химической активностью по сравнению с прототипом. Так в хлоридных растворах в присутствии предлагаемых зародышей полный гидролиз протекает за 3-3,5 ч (на "аммиачных" (прототип) за 4-5 часов) и степень гидролиза достигает 97-98,5% (на "аммиачных" не выше 95,1%). Предлагаемые титановые зародыши обладают большей стабильностью во времени, при комнатной температуре они сохраняются 20-25 сут без изменений. Более высокая концентрация по TiO_2 (35-40 г/л) по сравнению с зародышами полученными по прототипу (20 г/л) позволяет снизить расход титанового зародышевого раствора при гидролизе.

Использование особоочищенных зародышей позволяет получить качественно новый продукт - диоксид титана высокой степени химической чистоты (на уровне 10^{-5} мас.% содержание примесей), который находит применение в производстве волокнистой и призматической оптики, керамических диэлектрических материалов и др., где требования к чистоте продукта очень высокие.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения титановых зародышей анатазной модификации, включающий приготовление сернокислого раствора титана, разбавление и нейтрализацию его аммиаком, нагрев, перемешивание и охлаждение, отличающийся тем, что, с целью повышения химической активности и стабильности титановых анатазных зародышей, гидратированный диоксид титана обрабатывают концентрированной серной кислотой при весовом соотношении $TiO_2:H_2SO_4 = 1:(2,1-2,3)$ до получения прозрачного плава, растворяют плав, нейтрализуют полученный раствор аммиаком до pH 5-7 и при 55-65°C подкисляют полученную суспензию серной кислотой до pH 1-2.

| При- мер | Приготовление зародышей | | | | | | Характеристика зародышей |
|-------------|-------------------------|-----------------------------|---|---|---|-------------------------|--|
| | кол-во TiO_2 , г | кол-во H_2SO_4 , мл | Весовое соотно- шение TiO_2 : H_2SO_4 | Нейтра- лизация 10% NH_4OH , рН | Подкис- ление разбавл. H_2SO_4 , рН | Темпе- ратура, °C | |
| 1 | 100 | 120 | 2,1 | 5 | 1 | 55 | Активные, стабильные, хи- мически чистые |
| 2 | 110 | 130 | 2,3 | 7 | 2 | 65 | " |
| 3 | 105 | 125 | 2,2 | 6 | 1,5 | 60 | " |
| 4 | 105 | 140 | 2,04 | 5 | 2 | 65 | Активность низкая, мало коллоидных форм Ti. |
| 5 | 100 | 115 | 2,0 | 6 | 1 | 60 | Активность низкая. Не обра- зуется 100% анатаз. |
| 6 | 100 | 120 | 2,01 | 4 | 1 | 60 | Активность низкая. Нет пол- ноты осаждения гидроокиси. |
| 7 | 110 | 130 | 2,3 | 8 | 2 | 65 | Стабильность низкая, коагу- ляция гидроокиси. Химическая чистота низкая. |
| 8 | 100 | 120 | 2,1 | 5 | 1 | 60 | Активность низкая, раство- рение коллоидных форм титана. |
| 9 | 110 | 130 | 2,3 | 7 | 3 | 65 | Стабильность низкая, агре- гирование гидроокиси. |
| 10 | 110 | 120 | 2,1 | 5 | 1 | 70 | Активность и стабильность низкие. Образование нераст- воримого осадка. |
| 11 | 110 | 130 | 2,3 | 7 | 2 | 50 | Замедленное созревание за- родышей. |

Составитель Н. Куцева

Редактор А. Кондрахина

Техред М. Дидык

Корректор И. Эрдейи

Заказ 689/ДСП

Тираж 148

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101

