



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **141154** (13) **U**
(51) МПК

C09C 1/36 (2006.01)

C01G 23/053 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО РОЗВИТКУ
ЕКОНОМІКИ, ТОРГІВЛІ ТА
СІЛЬСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2019 08896	(72) Винахідник(и): Вакал Сергій Васильович (UA), Максименко Богдан Олександрович (UA)
(22) Дата подання заявки: 23.07.2019	(73) Власник(и): СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, вул. Римського-Корсакова, 2, м. Суми, 40007 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.03.2020	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.03.2020, Бюл.№ 6	

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПІГМЕНТОГО ДВООКИСУ ТИТАНУ РУТИЛЬНОЇ МОДИФІКАЦІЇ

(57) Реферат:

Спосіб отримання пігментного двоокису титану рутильної модифікації включає стадію солеобробки відмитої від хромофорних домішок пульпи гідратованого двоокису титану (ГДТ) розчинами модифікуючих сполук, введення зародків, що рутильють з подальшим фільтруванням пульпи та її прожарюванням. При цьому стадію солеобробки відмитої від хромофорних домішок пульпи ГДТ проводять у два етапи, спочатку фільтратом, який утворився від солеобробки модифікуючими сполуками пульпи та її фільтрації в попередньому процесі стадії солеобробки, а потім модифікуючими сполуками до співвідношення TiO_2 в суспензії K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %.

UA 141154 U

Корисна модель належить до виробництва сульфатнокислотним способом пігментного двоокису титану із сировини, що містить титан, який застосовують в лакофарбовій, паперовій, текстильній промисловості тощо.

Відомий спосіб одержання пігментного двоокису титану, що включає розкладання сировини сульфатною кислотою, вилуговування плаву, що утворюється, освітлення отриманого титанісульфатного розчину, подальше фільтрування й вилучення з його складу заліза, вакуум-випарювання і гідроліз розчину, фільтрування суспензії гідратованого двоокису титану, що утворилась в результаті гідролізу, відбілювання отриманого осаду, його промивання, солеобробку, прожарювання і поверхневу обробку. При цьому солеобробку проводять модифікуючими сполуками, переважно в парному поєднанні таких елементів, як калій і магній, алюміній і натрій, цинк і натрій в присутності рутилуючих зародків [Патент UK № 1335184, опубл. 1973 р.]. Недоліком цього способу є використання дорогих модифікуючих добавок.

Найбільш близьким аналогом за технічною суттю і результатами, що досягаються, є спосіб отримання пігментного двоокису титану рутильної модифікації [Патент України на винахід № 77257, опубл. 15.11.2006 р.]. За цим способом обробку пульпи гідратованого двоокису титану з концентрацією TiO_2 250-260 г/дм проводять розчинами сполук кальцію і натрію або калію, взятих у співвідношенні до TiO_2 в суспензії для Na_2O і Ca - (0,3-0,28) % і K_2O і Ca - (0,38-0,45) %. Як сполуку натрію використовують хлорид натрію, як сполуку калію - хлорид калію, як сполуку кальцію - хлорид кальцію, після чого вводять рутилуючі зародки, з подальшою фільтрацією пульпи і її прожарюванням.

Недоліком даного способу є те, що після фільтрації пульпи гідратованого двоокису титану фільтрат з вмістом солей, які сприяють поліморфному перетворенню анатазу в рутил, в подальшому не використовують і безповоротно виводять з технологічного процесу, що призводить до зайвих втрат реагентів і здороження пігменту.

В основу корисної моделі поставлена задача зниження собівартості двоокису титану шляхом повторного використання фільтрату, який містить розчини солей, після фільтрації пульпи, що пройшла стадію солеобробки та зменшення відходів при отриманні двоокису титану.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі отримання пігментного двоокису титану рутильної модифікації, який включає стадію солеобробки відмитой від хромофорних домішок пульпи гідратованого двоокису титану (ГДТ) розчинами модифікуючих сполук, введення зародків, що рутилують з подальшим фільтруванням пульпи та її прожарюванням, згідно з корисною моделлю, стадію солеобробки відмитой від хромофорних домішок пульпи ГДТ проводять у два етапи, спочатку фільтратом з залишковою кількістю модифікуючих сполук, який утворився від солеобробки модифікуючими сполуками пульпи та її фільтрації в попередньому процесі стадії солеобробки, а потім модифікуючими сполуками до співвідношення TiO_2 в суспензії K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %.

При цьому масова доля фільтрату, що використовується на першому етапі сольової обробки, складає від 10 % до 90 % відносно загальної маси фільтрату.

Використання заявленого способу з усіма істотними ознаками, включаючи відмінні, дозволяє забезпечити умови поліморфного перетворення анатазу в рутил і одночасно знизити собівартість двоокису титану завдяки тому, що значно зменшується кількість солей, які застосовуються для сольової обробки пульпи ГДТ. Тому як солеобробка проходить в два етапи - на першому етапі проводять обробку відмитой від хромофорних домішок пульпи фільтратом з залишковою кількістю модифікуючих сполук, який утворився після фільтрації порції пульпи, що пройшла солеобробку в попередньому процесі отримання двоокису титану та є відходом виробництва. В фільтраті кількість модифікуючих сполук K_2O - 0,046 %, та Ca - 0,057 %. Після обробки пульпи ГДТ фільтратом, на другому етапі достатньо провести солеобробку незначною кількістю розчинами модифікуючих сполук до співвідношення TiO_2 в суспензії K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %. Використання способу дозволяє зменшити кількість модифікуючих сполук, тим самим знизити собівартість готової продукції, а також, завдяки повторному використанню фільтрату після солеобробки модифікуючими сполуками пульпи ГДТ зменшити кількість стічних вод.

Солеобробку промитой від сполук заліза та хромофорних домішок пасти гідратованого двоокису титану проводять в два етапи. На першому етапі пасту обробляють в реакторі сольової обробки фільтратом, який є відходом з етапу фільтрації солеобробленої пасти ГДТ модифікуючими сполуками, взятим в кількості від 10 до 90 % від загальної маси фільтрату. Зниження кількості фільтрату, який застосовується в процесі солеобробки, менше 10 % не дозволяє ефективно використовувати розчини солей K_2O та CaO , тому що розчини знаходяться у мізерній кількості і витрати на створення системи повторного використання установки перевищують їх економію. Збільшення кількості фільтрату, який повторно застосовується в процесі солеобробки, більше 90 % потребує додаткового контролю показників фільтрату, тому

що в перший період фільтрування пульпи не відбувається стабілізація якості фільтрату, що не дозволяє ефективно використовувати розчини солей K_2O та CaO . До одержаної пульпи ГДТ в реактор сольової обробки додається вода до досягнення концентрації двоокису титану 250 г/дм^3 . На другому етапі солеобробки до пульпи ГДТ додають модифікуючі сполуки до співвідношення TiO_2 в суспензії K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %. Потім до одержаної пульпи додають суспензію зародків, що рутилують, і воду для одержання заданої маси суспензії. Оброблену солями пульпу фільтрують. Після фільтрації утворюється паста солеобробленої ГДТ з вмістом рідкої фази 35 % і фільтрат з масовою часткою K_2O - 0,046 %, та Ca - 0,057 %. Пасту ГДТ відправляють на стадію прожарювання в прожарювальну піч, а фільтрат, що утворився, в кількості від 10 % до 90 % повертають на перший етап стадії солеобробки в наступному процесі отримання двоокису титану для застосування при обробці порції ГДТ.

Суть корисної моделі пояснюється конкретним прикладом виконання з солеобробкою розчинами K_2O та Ca .

Сольову обробку відмітої від хромофорних домішок пульпи гідратованого двоокису титану проводять у два етапи. На першому етапі промиту від сполук заліза і хромофорних домішок пасту гідратованого двоокису титану, що містить $3625 \text{ кг } TiO_2$, репульпують в реакторі сольовий обробки фільтратом, що утворився в попередньому процесі отримання двоокису титану, взятому в кількості 10000 кг і в якому містяться сполуки K_2O - $4,6 \text{ кг}$, Ca - $5,7 \text{ кг}$. До одержаної пульпи ГДТ додають воду до досягнення постійної маси пульпи 17255 кг , що забезпечує концентрацію двоокису титану 250 г/дм^3 . На другому етапі солеобробки додають необхідну кількість солей, щоб досягти встановленого співвідношення до TiO_2 в пульпі K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %. Кількість модифікуючих добавок повинна становити: солей калію $2,65 \text{ кг } K_2O$, кальцію $3,36 \text{ кг } Ca$. Для цього в суспензію додають 132 л розчину сполуки калію і 84 л сполуки кальцію. Обробку закінчують додаванням в пульпу 1200 л суспензії зародків, що рутилують, і води, якої не вистачає до постійної маси суспензії 19380 кг . Оброблену солями і зародками пульпу фільтрують. Після фільтрації утворюється 5580 кг пасту ГДТ з вмістом рідкої фази 35 % і 13800 кг фільтрату з масовою часткою сполук K_2O - 0,046 %, та Ca - 0,057 %. Частику фільтрату, в кількості 10000 кг , що становить 72,4 % від загальної маси, повертають в наступний процес отримання двоокису титану для сольової обробки. На стільки і зменшується безповоротне виведення фільтрату з технологічного процесу.

Витрати солей калію при цьому становлять $2,65 \text{ кг } K_2O$ та кальцію $3,36 \text{ кг } Ca$.

Для порівняння наведемо приклад отримання двоокису титану рутильної модифікації за способом, що взятий як найближчий аналог, для підтвердження економічного ефекту.

Промиту від сполук заліза і хромофорних домішок пасту гідратованого двоокису титану, що містить $3625 \text{ кг } TiO_2$, репульпують водою в реакторі сольової обробки до масової концентрації двоокису титану 250 г/дм^3 . Обсяг пульпи, що утворюється, складає $14,5 \text{ м}$ або 17255 кг . У пульпу додають розчини сполук калію і кальцію, взятих у співвідношенні до TiO_2 в суспензії: K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %. Цьому співвідношенню відповідають $362,5 \text{ л}$ розчину з масовою концентрацією 20 г/дм^3 K_2O і $226,5 \text{ л}$ розчину сполук з масовою концентрацією 40 г/дм^3 Ca . Обробку закінчують додаванням в пульпу 1200 л суспензії зародків, що рутилують. Маса утвореної пульпи 19380 кг . У рідкій фазі пульпи масова частка з'єднань K_2O складає 0,046 %, з'єднань Ca - 0,057 %. Пульпу фільтрують на рамному фільтр-пресі. Після фільтрації утворюється 5580 кг пасту ГДТ з вмістом рідкої фази 35 % і 13800 кг фільтрату з масовою часткою з'єднань K_2O - 0,046 %, і Ca - 0,057 %. Отриману пасту ГДТ прожарюють, а фільтрат безповоротно виводять з технологічного процесу сольової обробки. Витрати солей на обробку пульпи одного реактора становлять $7,25 \text{ кг } K_2O$ і $9,06 \text{ кг } Ca$.

В порівнянні з найближчим аналогом, в способі, що заявляється, витрати солей на обробку пульпи одного реактора зменшується:

K_2O на $7,25 - 2,65 = 4,6 \text{ кг}$;

Ca на $9,06 - 3,36 = 5,7 \text{ кг}$.

Використання способу, що пропонується, знижує собівартість двоокису титану завдяки зменшенню кількості солей, що використовуються для обробки пульпи, та повторному використанню фільтрату.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб отримання пігментного двоокису титану рутильної модифікації, що включає стадію солеобробки відмітої від хромофорних домішок пульпи гідратованого двоокису титану (ГДТ) розчинами модифікуючих сполук, введення зародків, що рутилують з подальшим фільтруванням пульпи та її прожарюванням, який **відрізняється** тим, що стадію солеобробки

відмитої від хромофорних домішок пульпи ГДТ проводять у два етапи, спочатку фільтратом, який утворився від солеобробки модифікуючими сполуками пульпи та її фільтрації в попередньому процесі стадії солеобробки, а потім модифікуючими сполуками до співвідношення TiO_2 в суспензії K_2O - 0,2 % і Ca - 0,25 %.

- 5 2. Спосіб отримання пігментного двоокису титану рутильної модифікації за п. 1, який **відрізняється** тим, що масова доля фільтрату, що використовується на першому етапі сольової обробки, складає від 10 % до 90 % відносно загальної маси фільтрату.

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Міністерство розвитку економіки, торгівлі та сільського господарства України,
вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601