

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

291 224

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1997 - 1105

(22) Přihlášeno: 10.04.1997

(30) Právo přednosti:

13.04.1996 GB 1996/9607743

(40) Zveřejněno: 15.10.1997

(Věstník č. 10/1997)

(47) Uděleno: 14.11.2002

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 15.01.2003

(Věstník č. 1/2003)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁷:

C 01 G 23/053

C 22 B 34/12

(73) Majitel patentu:

TIOXIDE GROUP SERVICES LIMITED, London, GB;

(72) Původce vynálezu:

Russell John Henry, Crosby, GB;

Rochester David Ian, Stockton on Tees, GB;

Burns Kenneth, Leyburn, GB;

Bacon Roger Philip, Darlington, GB;

(74) Zástupce:

Kubát Jan Ing., Přístavní 24, Praha 7, 17000;

(54) Název vynálezu:

Způsob výroby oxidu titaničitého

(57) Anotace:

Způsob výroby oxidu titaničitého spočívá v tom, že se ilmenitová ruda, obsahující oxid titaničitý a oxidy železa redukuje do té míry, že alespoň 92 % hmotn. oxidů železa přítomných ve zredukované ilmenitové rudě je ve formě oxidu železnatého, načež se zredukovaná ilmenitová ruda louží kyselinou sírovou mající hmotnostní koncentraci 80 až 94 % za vzniku roztoku síranu titaničitého a síranů železa, k tomuto roztoku se přidá redukční činidlo v množství, které je ekvivalentní méně než 4,0 % hmotn. kovového železa, vztaženo na obsah železa v ilmenitové rudě, a z roztoku se vysráží hydratovaný oxid titaničitý.

CZ 291224 B6

Způsob výroby oxidu titaničitého

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu výroby oxidu titaničitého, při kterém se oxid titaničitý vysráží s roztoku síranu titaničitého a síranů železa, který je znám jako surový titanový louh a který se získá loužením surového ilmenitu kyselinou sírovou.

10

Dosavadní stav techniky

Ilmenit, který má teoretický vzorec $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$, je významnou surovinou pro přípravu sloučenin titanu, zejména oxidu titaničitého, který se používá jako pigment. Přírodní ilmenitová ruda však obsahuje vedle železa s oxidačním číslem II také železo s oxidačním číslem III.

15

Příprava oxidu titaničitého z ilmenitové rudy spočívá v tom, že se ilmenit louží kyselinou sírovou za vzniku surového titanového louhu, což je roztok síranu titaničitého a síranů železa, načež se získaný roztok s redukuje s cílem převést přítomné železo na železo s oxidačním číslem II. Přitom se v tomto redukčním stupni redukuje určitý podíl titanu na titan s oxidačním stupněm III. Tato redukce má zajistit, že při hydrolyze síranového roztoku za vzniku hydratovaného oxidu titaničitého dojde k vysrážení pokud možno co nejmenšího množství hydratovaného oxidu železitého, a běžně se provádí přidáním odpadního železa. Nevýhodou v tomto případě je, že přípravek železného šrotu má za následek vznik zvýšeného množství síranu železnatého, který je třeba zpracovat nebo likvidovat ekologicky přijatelným způsobem.

20

Hlavním cílem vynálezu je poskytnout hospodárnější a z ekologického hlediska přijatelnější způsob výroby oxidu titaničitého.

30

Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu je způsob výroby oxidu titaničitého, jehož podstata spočívá v tom, že se ilmenitová ruda, obsahující oxid titaničitý a oxidy železa, redukuje do té míry, že alespoň 92 procent hmotn. oxidů železa přítomných ve zredukované ilmenitové rudě je ve formě oxidu železnatého, načež se zredukovaná ilmenitová ruda louží kyselinou sírovou mající hmotnostní koncentraci 80 až 94 % za vzniku síranu titaničitého a síranů železa, k tomuto roztoku se přidá redukční činidlo v množství, které je ekvivalentní méně než 4,0 % hmotn. kovového železa, vztaženo na obsah železa v ilmenitové rudě, a z roztoku se vysráží hydratovaný oxid titaničitý.

40

Výhodně se ilmenitová ruda, obsahující oxid titaničitý a oxidy železa, redukuje do té míry, že alespoň 95 procent hmotn. oxidů železa přítomných ve zredukované ilmenitové rudě je ve formě oxidu železnatého.

45

Výhodně se k roztoku síranu titaničitého a síranů železa přidá jako redukční činidlo železný šrot v množství, které je ekvivalentní méně než 2,0 % hmotn. kovového železa, vztaženo na obsah železa v ilmenitové rudě.

50

Výhodně se k roztoku síranu titaničitého a síranů železa přidá redukční činidlo zvolené z množiny zahrnující zinek, hliník, kyselinu siřičitou a thiosíran sodný.

Výhodně se k roztoku síranu titaničitého a síranů železa přidá redukující činidlo v množství způsobujícím, že se nejvýše 4 % hmotn. přítomného titanu zredukuje do třímocného stavu.

Výhodně je ilmenitovou rudou přírodně se vyskytující ilmenitová ruda a redukce této ilmenitové rudy se provádí způsobem provozovaným v reaktoru s fluidním ložem, v rotační peci nebo ve vícenástějové peci.

- 5 Výhodně se ilmenitová ruda redukuje v atmosféře získané částečným spálením zemního plynu.

Výhodně se k ilmenitové rudě přidá zdroj uhlíku, který poskytuje zdroj tepla a redukční atmosféru při zahřívání ilmenitové rudy.

- 10 Výhodně se ilmenitová ruda redukuje při teplotě 700 až 900 °C.

Výhodně se přírodní ilmenitová ruda redukcí a následným loužením kyselinou sírovou oxiduje do té míry, že se v podstatě veškeré přítomné železo převede do trojmocného stavu.

- 15 Výhodně se přírodní ilmenitová ruda oxiduje zahříváním na teplotu 600 až 1000 °C v přítomnosti kyslíku.

Výhodně se přírodní ilmenitová ruda po redukcí a před následným loužením kyselinou sírovou mele.

20

Výhodně se ilmenitová ruda louží zahříváním v kyselině sírové na teplotu 95 až 120 °C.

Výhodně se ilmenitová ruda louží kyselinou sírovou při hmotnostním poměru kyseliny sírové k ilmenitové rudě rovném 1,4:1 až 2,0:1.

25

Výhodně se vysrážení hydratovaného oxidu titaničitého provede přidáním vody a nastavením hmotnostního poměru železa k titanu v síranu titaničitém, vypočteném jako $\text{Fe}:\text{TiO}_2$, na hodnotu nižší než 0,3:1.

- 30 Výhodně se roztok síranu titaničitého a síranů železa ochladí na teplotu 5 až 35 °C k dosažení krystalizace síranu železnatého.

Výhodně má roztok síranu titaničitého a síranů železa před srážením hydratovaného oxidu titaničitého hmotnostní poměr kyseliny sírové k titanu, vypočítaný jako $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{TiO}_2$, v rozmezí od 1,7:1 do 2,5:1.

35

Výhodně se vysrážení hydratovaného oxidu titaničitého provádí zahřátím roztoku síranu titaničitého a síranů železa na teplotu 80 až 100 °C a přidáním vody.

- 40 Výhodně se srážení hydratovaného oxidu titaničitého provádí zahřátím roztoku síranu titaničitého a síranů železa na teplotu 80 až 110 °C a přidáním suspenze zárodečných krystalů oxidu titaničitého.

- 45 Přírodní ilmenitové rudy obvykle obsahují 45 až 65 % hmotn. titanu v přepočtu na oxid titaničitý, 5 až 35 % hmotn. železa s oxidačním číslem III, počítáno jako oxid železitý, a 5 až 40 % hmotn. oxidu železnatého, počítáno jako oxid železnatý. pro výrobu oxidu titaničitého se dává přednost ilmenitu s obsahem 55 až 65 % hmotn. oxidu titaničitého a taková surovina obvykle obsahuje 20 až 30 % hmotn. železa s oxidačním číslem III, počítáno jako oxid železitý. Ilmenitová ruda použitá při způsobu podle vynálezu obsahuje nejméně 92 % hmotn. železa s oxidačním číslem II.
- 50 Způsob podle vynálezu je hospodárnější než dosud známé způsoby, zejména vzhledem k tomu, že se při zpracování surového titanového louhu používá buď menší množství nebo nulové množství redukčního činidla. Proto mezi základní znaky způsobu podle vynálezu patří použití ilmenitu, který obsahuje co největší podíl železa s oxidačním číslem II, přičemž je žádoucí, aby alespoň 95 % hmotn. železa obsaženého v ilmenitové rudě mělo oxidační číslo II. Ještě
- 55 výhodnější je, když má oxidační číslo II nejméně 97 hmotnostních procent obsaženého železa.

Za normálních okolností je proto nezbytné redukovat přírodní ilmenitovou rudu dříve než se v postupu podle vynálezu podrobí digesci. Tuto redukci lze uskutečnit kterýmkoliv vhodným způsobem. V typickém případě se ruda zahřívá v redukčním prostředí ve fluidačním reaktoru, v rotační peci, nebo v reaktoru kaskádového typu (*multi-hearth furnace*). Redukční atmosféra potřebná pro proces zahřívání rudy typicky vzniká částečným spalováním zemního plynu za vzniku směsi obsahující vodík, oxid uhelnatý, oxid uhlíčitý a vodní páru a toto spalování rovněž účinně zahřívá rudu. Je možno přidat uhlíkatý zdroj jako práškové uhlí nebo olej pro zajištění zdroje tepla a redukční atmosféry částečným spalováním při zahřevu rudy a uhlíkatého zdroje. Pokud se však takový zdroj použije, je důležité dosáhnout toho, aby v redukované rudě zůstalo jen minimální zbytkové množství uhlíku, protože jinak by po přidání kyseliny sírové mohlo dojít k nebezpečným reakcím.

Ilmenitová ruda se obvykle redukuje při teplotách v rozmezí 700 až 900 °C a nejčastěji při teplotách pod 800 °C.

Složení rudy před redukcí významně ovlivňuje podmínky za kterých k redukcí dochází, ale je potřebné tyto podmínky upravit tak, aby došlo v co největší míře k redukcí železa s oxidačním číslem III na železo s oxidačním číslem II při minimálním vzniku kovového železa nadměrnou redukcí. Všeobecně se toho dosahuje vhodnou úpravou plynného redukčního prostředí a teploty na kterou je ruda zahřívána.

Může být výhodné jako první stupeň procesu zařadit oxidaci přírodní ilmenitové rudy. V takovém případě obvykle přírodní surovina spolu s plynem obsahujícím kyslík zahřívá na teplotu v rozmezí 600 °C až 1000 °C po dobu potřebnou k tomu, aby se prakticky veškeré přítomné železo převedlo na železo s oxidačním číslem III. Oxidovaná ruda je pak redukována výše popsaným postupem tak, aby nejméně 92 hmotnostních procent a raději alespoň 95 hmotnostních procent přítomného železa mělo oxidační stupeň II. Průběh rozkladu rudy je podstatně příznivější, když se přírodní ilmenit nejdříve oxiduje a následně redukuje.

Po redukcí se ilmenit zpravidla mele s cílem zmenšit částice a usnadnit rozklad a vyluhování kyselinou sírovou.

Ilmenit se rozkládá po smíšení s kyselinou sírovou zahříváním, dokud nenastoupí exotermní reakce, zpravidla při teplotě 95 °C až 120 °C. Suspenzi vzniklou rozkladem prochází obvykle plyn zajišťující míchání. Použitá kyselina má přednostně mít koncentraci v rozmezí 80 až 94 hmotnostních procent a doporučený hmotnostní poměr kyseliny k rudě je mezi 1,4:1 až 2,0:1. V důsledku exotermní reakce teplota v suspenzi při digesci stoupne a obvykle dosáhne 180 °C až 220 °C. Reakcí vzniká pórovitý reakční produkt, který se v dalším stupni rozpouští na roztok síranů (surový titanový louh) přidáním vody nebo zředěné kyseliny sírové obsahující až asi 25 hmotnostních procent kyseliny sírové.

Příprava roztoku síranů včetně titanylsulfátu rozkladem ilmenitové rudy může být buď vsádkový (diskontinuální) nebo kontinuální proces.

Postup podle vynálezu je charakterizován skutečností, že v tomto surovém titanovém louhu lze snáze redukovat železo s oxidačním číslem III na železo s oxidačním číslem II než v podobných užívaných procesech. Běžná metoda redukce spočívá v přidání určitého množství železného odpadu. V postupu podle vynálezu se přidávají méně než 4,0 hmotnostní procenta železného odpadu v přepočtu na použitou ilmenitovou rudu, a je výhodné když tato dávka nepřesahuje 2,0 hmotnostní procenta. Optimální by bylo zcela vynechat redukční stupeň, avšak často při rozkladu dochází v určité míře k oxidaci a proto je užití redukčního prostředku nezbytné.

Tento vynález je charakterizován užitím železného odpadu jako redukčního činidla, ale zahrnuje i použití jiných redukčních činidel. Alternativními použitelnými redukčními činidly mohou být

kovový zinek, hliník, kyselina siřičitá a sirnatan sodný. Rovněž lze použít elektrolytickou redukci. Při aplikaci některé z těchto alternativních metod redukce roztoku síranů (titanylu a dalších) má rozsah redukce odpovídat užití méně než 4,0 hmotnostních procent odpadního železa v poměru hmotnosti ilmenitové rudy.

5

Důležité je docílit toho, aby během, po sobě následujících stupňů procesu docházelo v co nejmenší míře k oxidaci iontu železa s oxidačním číslem II na iont železa s oxidačním číslem III. Pokud se užije redukčního stupně, běžně se zajišťuje vznik malého množství titanu s oxidačním číslem III v roztoku. Doporučuje se, aby jeho množství dosáhlo až asi 4 hmotnostních procent přítomného titanu.

10

Obvykle je nezbytné provést čiření roztoku síranů (surového titanového louhu) a to buď před nebo po redukčním stupni (pokud k němu dojde). Zpravidla se použije přídatku flokulantu jako například kyseliny polyakrylové nebo polymethakrylové nebo jejich solí, dále kaseinu nebo klišu a vyvločkováná pevná fáze se před oddělením vyčiřené roztoku nechá usadit.

15

Před vysrážením hydratovaného oxidu titaničitého z vyčiřené roztoku se obvykle odstraní něco síranu železnatého. Toto oddělení síranu železnatého je zvláště důležité v případě použití „Blumenfeldovy“ metody precipitace, při které ke vzniku oxidu titaničitého dochází v důsledku přídatku vody. Při vysrážení „Blumenfeldovou“ metodou je vhodné, když je hmotnostní poměr železa k titanu v roztoku síranů upraven na méně než 0,3:1 při vyjádření jako poměr železa k oxidu titaničitému. Postup podle vynálezu běžně znamená snížení poměru železa k titanu ve srovnání s konvenčními procesy, protože je zapotřebí jen minimálního rozsahu redukce roztoku síranů. Proto se snáze dosáhne nízkého poměru železa k titanu.

25

Krystalizace síranu železnatého se často docílí ochlazením surového titanového louhu na teplotu v rozmezí 5 °C až 35 °C a s výhodou od 5 °C do 15 °C spolu s odpařením vody nebo bez odpaření. Ochlazení se může realizovat například vakuem nebo chladicími hady. Krystalizující síran železnatý se odděluje jakýmkoliv vhodným postupem jako je usazování, filtrace nebo odstředění.

30

Po vyčiření a případném oddělení síranu železnatého se roztok síranů (surový titanový louh) zpracuje na hydratovaný kyslíčník titaničitý. Koncentraci roztoku a poměr kyseliny k titanu lze upravit před vysrážením hydratovaného oxidu titaničitého. Síran titanylu má zpravidla před precipitací hmotnostní poměr kyseliny k titanu vyjádřený jako poměr kyseliny sírové k oxidu titaničitému v rozmezí 1,7:1 až 2,5:1. Je výhodné, když je tento hmotnostní poměr kyseliny sírové k oxidu titaničitému v rozmezí 1,8:1 až 2,0:1. Koncentrace obsaženého síranu titanylu obvykle odpovídá 100 g až 250 g oxidu titaničitého na litr.

35

Roztok titanylsulfonátu se konvertuje na hydratovaný oxid titaničitý kterýmkoliv vhodným způsobem. Typická metoda je označována jako postup „Blumenfeld“ a spočívá v tom, že se roztok zahřívá na teplotu obvykle v rozmezí 80 až 100 °C, načež se přidá voda. Alternativní běžně používaná metoda je známa jako postup „Mecklenburg“. Roztok síranu titanylu se v něm zahřívá na teplotu zpravidla mezi 80 °C a 110 °C a následuje vložení suspenze připravených zárodků oxidu titaničitého, které jako krystalizační centra indikují vysrážení.

45

Po vysrážení se hydratovaný oxid titaničitý oddělí a zpracovává konvenčními postupy. Oxid titaničitý pro barvářské účely se připravuje loužením a promýváním filtračního koláče, po kterém následuje kalcinace podněcující vznik částic barviva, obvykle za přítomnosti kalcinačních přísad, jež regulují krystalizaci pigmentu. Po kalcinaci je možno opatřit povrchy těchto částic povlakem např. anorganického oxidu a/nebo organické sloučeniny. Oxid titaničitý vhodný pro jiné aplikace než jako barvivo se může připravit usušením promytého filtračního koláče.

50

V některých postupech se po vysrážení a oddělení oxidu titaničitého izoluje z roztoku s použitím výše popsaných postupů síran železnatý. Reziduální štěpná kyselina je buď běžnými způsoby

55

recirkulována pro použití jako surová kyselina sírová, nebo neutralizována pro skládkování např. v podobě sádry.

Postup podle vynálezu je výhodný, protože umožňuje přípravu roztoku síranů (surového titanového louhu) s nízkým poměrem železa k titanu. Proto lze využít existující výrobní zařízení efektivněji a docílit účinnější izolace železa jako užitečného produktu, např. v podobě zelené skalice (heptahydrát síranu železnatého). Přitom vzniká méně vedlejších produktů v podobě sloučenin železa. V důsledku toho je proces hospodárnější a přijatelnější z hlediska ochrany prostředí než užívané postupy.

Příklady provedení vynálezu

Vynález charakterizují následující příklady:

Příklad 1

Přírodní ilmenit obsahující 56 hmotnostních procent titanu v přepočtu na oxid titaničitý, 23 hmotnostních procent železa s oxidačním číslem III v přepočtu na oxid železitý a 21 hmotnostních procent železa s oxidačním číslem II v přepočtu na oxid železnatý se oxiduje zahříváním v proudu vzduchu v rotační peci při 800 °C po dobu jedné hodiny. Produkt obsahuje 97,2 hmotnostních procent železa s oxidačním číslem III. Okysličená ruda se pak redukuje při 800 °C po dobu 1 hod. ve fluidní vrstvě v redukčním prostředí složeném z 3,2 objemových % oxidu uhelnatého, 12,9 % oxidu uhličitého, 8,3 % vodíku a 24 % vody, přičemž zbytek představuje dusík. Redukovaná ruda se ochladí na teplotu prostředí. Po redukcii má 97,5 procent železa přítomného v rudě oxidační číslo II a její složení je 57,2 % hmotnostních oxidu titaničitého, 1,2 % oxidu železitého a 41,6 % oxidu železnatého.

20 t této redukované ilmenitové rudy se smísí s kyselinou sírovou s koncentrací 89 % hmotnostních při hmotnostním poměru kyseliny k rudě 1,4:1. Směs se zahřívá na 120 °C, kdy nastoupí exotermní reakce a teplota se nechá vystoupit na 190 °C. Reakční hmota se na této teplotě 190 °C udržuje po dobu 1 hod., potom se reakční produkt ochladí a rozpustí v 32 t vody a 20 krychlových metrech zředěné kyseliny sírové (obsahující 265 g kyseliny sírové na litr). Rozpouštění se dokončí udržováním směsi po dobu 5 hod. na 65 °C, po kterém se 96 % hmotnostních titanu obsaženého v rudě nalézá v roztoku. Je nesnadné zabránit oxidaci části iontů železa s oxidačním číslem II během digesce a proto má výsledný roztok z rozkladu a loužení ilmenitu (surový titanový louh) následující složení:

40	síran titanylu	22,0 t
	síran železitý	2,0 t
	síran železnatý	16,5 t
	kyselina sírová	7,7 t
	voda	54,8 t.

45 K tomuto surovému titanovému louhu se přidá 0,28 t kovového železa, které redukuje prakticky všechny síran železitý na síran železnatý a také redukuje 2 % obsaženého titanu na titan s oxidačním číslem III.

50 Tento roztok síranů se zahřeje vodní párou na 90 °C a přidají se 2 krychlové metry suspenze krystalizačních center oxidu titaničitého obsahující 45 g oxidu titaničitého na litr a výsledná směs se 3 hodiny vaří při 105 °C až do vysrážení hydratovaného oxidu titaničitého. Ten se oddělí filtrací, promyje a kalcinuje běžnými postupy.

55

Příklad 2

Přírodní ilmenit shodný s ilmenitem použitým v příkladu 1 se redukuje za stejných podmínek jako v příkladu 1.

5

20 t této redukované ilmenitové rudy se smísí s kyselinou sírovou s koncentrací 89 hmotnostních procent při hmotnostním poměru kyselin 1,4:1 a podrobí se rozkladu a převodu do vodného roztoku podobným způsobem, jaký byl popsán v příkladu 1 s tím rozdílem, že vsádkový reaktor je míchán vhněným dusíkem. produktový roztok (surový titanový louh) z tohoto rozkladu má následující složení:

10

síran titanylu	22,0 t
síran železitý	0,6 t
síran železnatý	17,6 t
15 kyselina sírová	8,0 t
voda	54,7 t.

K tomuto roztoku síranů se přidá 0,11 t kovového železa, které redukuje prakticky veškerý síran železitý na síran železnatý a rovněž redukuje 2 % obsaženého titanu na titan s oxidačním číslem III.

20

Surový titanový louh se zahřívá na 90 °C a přidají se 2 metry krychlové suspenze krystalizačních center oxidu titaničitého obsahující 45 g oxidu titaničitého na litr a výsledná směs se po dobu 3 hodin vaří při 105 °C až do vysrážení hydratovaného oxidu titaničitého. ten se oddělí filtrací, promývá a kalcinuje běžnými metodami.

25

Průmyslová využitelnost

30 Zvýšení účinnosti redukce ilmenitové rudy při výrobě titanové běloby podle vynálezu může při značném rozsahu výroby této komodity přinést významné úspory, protože lze očekávat snížení nákladů na redukční činidlo, zvýšení produkce na existujícím výrobním zařízení a omezení ekologických škod.

35

PATENTOVÉ NÁROKY

40

1. Způsob výroby oxidu titaničitého, **v y z n a č e n ý t í m**, že se ilmenitová ruda, obsahující oxid titaničitý a oxidy železa, redukuje do té míry, že alespoň 92 % hmotn. oxidů železa přítomných ve zredukované ilmenitové rudě je ve formě oxidu železnatého, načež se zredukovaná ilmenitová ruda louží kyselinou sírovou mající hmotnostní koncentraci 80 až 94 % za vzniku roztoku síranu titaničitého a síranů železa, k tomuto roztoku se přidá redukční činidlo v množství, které je ekvivalentní méně než 4,0 % hmotn. kovového železa, vztaženo na obsah železa v ilmenitové rudě, a z roztoku se vysráží hydratovaný oxid titaničitý.

45

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č e n ý t í m**, že se ilmenitová ruda, obsahující oxid titaničitý a oxidy železa, redukuje do té míry, že alespoň 95 % hmotn. oxidů železa přítomných ve zredukované ilmenitové rudě je ve formě oxidu železnatého.

50

3. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č e n ý t í m**, že se k roztoku síranu titaničitého a síranů železa přidá jako redukční činidlo železný šrot v množství, které je ekvivalentní méně než 2,0 % hmotn. kovového železa, vztaženo na obsah železa v ilmenitové rudě.

55

4. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se k roztoku síranu titaničitěho a síranů železa přidá redukční činidlo zvolené z množiny zahrnující zinek, hliník, kyselinu siřičitou a thiosíran sodný.
5. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se k roztoku síranu titaničitěho a síranů železa přidá redukující činidlo v množství způsobujícím, že se nejvýše 4 % hmotn. přítomného titanu zredukuje do třímocného stavu.
- 10 6. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že ilmenitovou rudou je přírodně se vyskytující ilmenitová ruda a redukce této ilmenitové rudy se provádí způsobem provozovaným v reaktoru s fluidním ložem, v rotační peci nebo ve vícenístějové peci.
- 15 7. Způsob podle nároku 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že ilmenitová ruda se redukuje v atmosféře získané částečným spálením zemního plynu.
8. Způsob podle nároku 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že k ilmenitové rudě se přidá zdroj uhlíku, který poskytuje zdroj tepla a redukční atmosféru při zahřívání ilmenitové rudy.
- 20 9. Způsob podle nároku 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že ilmenitová ruda se redukuje při teplotě 700 až 900 °C.
- 25 10. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se přírodní ilmenitová ruda před redukcí a následným loužením kyselinou sírovou oxiduje do té míry, že se v podstatě veškeré přítomné železo převede do trojmocného stavu.
11. Způsob podle nároku 10, **v y z n a ě n ý t í m**, že se přírodní ilmenitová ruda oxiduje zahříváním na teplotu 600 až 1 000 °C v přítomnosti kyslíku.
- 30 12. Způsob podle nároku 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že se přírodní ilmenitová ruda po redukcí a před následným loužením kyselinou sírovou mele.
13. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se ilmenitová ruda louží zahříváním v kyselině sírové na teplotu 95 až 120 °C.
- 35 14. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se ilmenitová ruda louží kyselinou sírovou při hmotnostním poměru kyseliny sírové k ilmenitové rudě rovném 1,4:1 až 2,0:1.
- 40 15. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se vysrážení hydratovaného oxidu titaničitěho provede přidáním vody a nastavením hmotnostního poměru železa k titanu v síranu titaničitěm, vypočteném jako $\text{Fe}:\text{TiO}_2$, na hodnotu nižší než 0,3:1.
16. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se roztok síranu titaničitěho a síranů železa ochladí na teplotu 5 až 35 °C k dosažení krystalizace síranu železnatěho.
- 45 17. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že roztok síranu titaničitěho a síranů železa má před srážením hydratovaného oxidu titaničitěho hmotnostní poměr kyseliny sírové k titanu, vypočítaný jako $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{TiO}_2$, v rozmezí od 1,7:1 do 2,5:1.
- 50 18. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se vysrážení hydratovaného oxidu titaničitěho provádí zahřátím roztoku síranu titaničitěho a síranů železa na teplotu 80 až 100 °C a přidáním vody.

19. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že se srážení hydratovaného oxidu titaničitého provádí zahřátím roztoku síranu titaničitého a síranů železa na teplotu 80 až 110 °C a přidáním suspenze zárodečných krystalů oxidu titaničitého.

5

Konec dokumentu

10