



(21) 申请号 202310901315.2

(22) 申请日 2023.07.21

(71) 申请人 丹东中和化工厂

地址 118000 辽宁省丹东市振安区楼房镇
东民主村

(72) 发明人 刘勇 滕文军 刘佳钧 祁琳琳
孙巍 王立群 姜东伟 孟笑竹

(74) 专利代理机构 辽宁汇申专利代理事务所
(特殊普通合伙) 21227

专利代理师 徐枫燕

(51) Int. Cl.

C01G 23/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种结晶硫酸钛的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种结晶硫酸钛的制备方法,步骤如下:取90%浓硫酸2-2.5份,并徐徐加入1份98%钛白粉或者2份56%水合二氧化钛,进行放热反应,当温摄氏度达到90-100摄氏度或者140-145摄氏度时,再反应48小时;过滤后,再徐徐加入1份75%-80%的硫酸酸化反应至120-125摄氏度,边加边搅拌,直至得到粘稠的反应产物,冷却结晶,得到硫酸钛晶体。本发明解决了溶解硫酸氧钛的时间长和容易水解的问题,以及直接制备硫酸钛存在成本高、工艺复杂,且产物纯度不高的问题。

1. 一种结晶硫酸钛的制备方法,其特征在于,步骤如下:

取90%浓硫酸2-2.5份,并徐徐加入1份98%钛白粉或者2份56%水合二氧化钛,进行放热反应,当温摄氏度达到90-100摄氏度或者140-145摄氏度时,再反应48小时;过滤后,再徐徐加入1份75%-80%的硫酸酸化反应至120-125摄氏度,边加边搅拌,直至得到粘稠的反应产物,冷却结晶,得到硫酸钛晶体。

2. 根据权利要求1所述的结晶硫酸钛的制备方法,其特征在于,所述步骤中,90%浓硫酸为2份,98%钛白粉为1份,75%硫酸为1份。

3. 根据权利要求1所述的结晶硫酸钛的制备方法,其特征在于,所述步骤中,当加入1份98%钛白粉时,放热反应的温摄氏度达到90-100摄氏度时,再反应48小时。

4. 根据权利要求1所述的结晶硫酸钛的制备方法,其特征在于,所述步骤中,当加入2份56%水合二氧化钛时,放热反应的温摄氏度达到140-145摄氏度时,再反应48小时。

一种结晶硫酸钛的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及硫酸钛技术领域,具体涉及一种结晶硫酸钛的制备方法。

背景技术

[0002] 国内现有的和硫酸钛相似产品是硫酸氧钛,硫酸氧钛采用钛白粉和硫酸反应而得。现有的硫酸钛制作工艺复杂成本比硫酸氧钛高,市场销售价格也比硫酸氧钛高接近1倍,所以硫酸氧钛在市场中的应用比较多。硫酸氧钛是一种无机物,化学式 TiOSO_4 ,具有溶于水,在热水中易水解的性质。用作媒染剂、催化剂、还原剂、染料退色剂等;还可用于电镀。在应用中硫酸氧钛的缺点是容易水解并且溶解太慢。

[0003] 传统生产硫酸钛的工艺中,大多采用液体 H_2SO_4 ,由于 H_2SO_4 的酸性强,且具有脱水性能和氧化性能,导致生产中的副反应多“三废”的排放量大,给环境保护造成很大压力。现有的比如四溴化钛与浓硫酸反应,或由草酸氧钛钾与浓硫酸作用而制得的硫酸钛,在反应过程中溴和钾参与硫酸反应,影响硫酸钛含量,并且制作成本大大提高,影响经济效益。而市场上可购买的硫酸钛,经过测试,存在分子结构不对称,是介于硫酸钛和硫酸氧钛中间的中间体,并非纯硫酸钛,不满足工艺要求。

发明内容

[0004] 发明目的:本发明提出一种结晶硫酸钛的制备方法,本发明是在硫酸氧钛的基础上提出了硫酸钛的制备方法,其目的是解决了溶解硫酸氧钛的时间长和容易水解的问题,以及直接制备硫酸钛存在成本高、工艺复杂,且产物纯度不高的问题。

[0005] 技术方案:

[0006] 本发明提出一种结晶硫酸钛的制备方法,步骤如下:

[0007] 取90%浓硫酸2-2.5份,并徐徐加入1份98%钛白粉或者2份56%水合二氧化钛,进行放热反应,当温摄氏度达到90-100摄氏度或者140-145摄氏度时,再反应48小时;过滤后,再徐徐加入1份75%-80%的硫酸酸化反应至120-125摄氏度,边加边搅拌,直至得到粘稠的反应产物,冷却结晶,得到硫酸钛晶体。

[0008] 优选的,所述步骤中,90%浓硫酸为2份,98%钛白粉为1份,75%硫酸为1份。

[0009] 优选的,所述步骤中,当加入1份98%钛白粉时,放热反应的温摄氏度达到90-100摄氏度时,再反应48小时。

[0010] 优选的,所述步骤中,当加入2份56%水合二氧化钛时,放热反应的温摄氏度达到140-145摄氏度时,再反应48小时。

[0011] 有益效果:

[0012] 本发明的硫酸钛相对于硫酸氧钛,溶解速度快且不易水解;并且反应条件相对温和,节约反应时间,提高效率,并且产物性状更稳定。本发明的硫酸钛是严格按照硫酸钛反应方程式制作,分子结构对称,按方程式来算能够符合各项指标,制作工艺简单,制作成本低。

具体实施方式

[0013] 以下结合实施例更详细的说明本发明。

[0014] 本发明的硫酸钛是用硫酸和钛白粉水合或二氧化钛在反应过程中加浓硫酸酸化而得。一种结晶硫酸钛的制备方法,步骤如下:

[0015] 取90%浓硫酸2-2.5份,并徐徐加入1份98%钛白粉或者2份56%水合二氧化钛,进行放热反应,当温摄氏度达到90-100摄氏度或者140-145摄氏度时,反应48小时;过滤后,再徐徐加入1份75%-80%的硫酸酸化反应至120-125摄氏度,边加边搅拌,直至得到粘稠的反应物,冷却结晶,得到硫酸钛晶体。

[0016] 用离心机脱酸、粉碎、包装、收率达到51-75%。离心机脱出的酸浓度为80%配料时脱料使用。

[0017] 上述反应的反应式如下:

[0018] $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{TiO}_2 \xrightarrow{\text{放热}} \text{TiOSO}_4$

[0019] $\text{TiOSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \xrightarrow{\text{酸化}} \text{Ti}(\text{SO}_4)_2$

[0020] 在上述反应过程中产生的硫酸雾,采用碳酸氢铵吸收做成硫酸铵化肥,以避免硫酸雾对环境的影响。

[0021] 由于硫酸钛溶于稀酸类,不溶于水,性状稳定,在应用中有效的避免了硫酸氧钛易水解的问题。

[0022] 实施例1

[0023] 取90%浓硫酸2份,加入搪瓷釜中,并徐徐加入98%钛白粉1份,边加热边搅拌,在反应过程中会进行放热,当温摄氏度达到90-100摄氏度时,放置48小时;过滤后,再徐徐加入1份75%硫酸反应至120摄氏度,酸化,边加边搅拌,直至得到的反应物粘稠,冷却结晶,得到硫酸钛晶体。用离心机脱酸、粉碎、包装、收率达到72%。离心机脱出的酸浓度为80%配料时脱料使用。

[0024] 实施例2

[0025] 取90%浓硫酸2.5份,加入搪瓷釜中,并徐徐加入98%钛白粉1份,边加热边搅拌,在反应过程中会进行放热,当温摄氏度达到90-100摄氏度,放置48小时;过滤后,滤液再放入搪瓷釜中,再徐徐加入1份80%硫酸,反应温摄氏度上升至120摄氏度,酸化,边加边搅拌,直至得到的反应物粘稠,冷却结晶,得到硫酸钛晶体,用离心机脱酸、粉碎、包装。收率达到67%,离心机脱出的酸液浓度为80%配料时使用。

[0026] 实施例3

[0027] 取90%浓硫酸2份,加入搪瓷釜中,徐徐加入2份56%水合二氧化钛,边加边搅拌,在反应过程中会进行放热,当反应温摄氏度上升至140摄氏度,放置48小时;过滤后,将滤液加入搪瓷釜中徐徐加入1份75%硫酸,反应温摄氏度上升至120摄氏度,酸化,边加边搅拌,直至反应粘稠,冷却结晶,用离心机脱酸、粉碎、包装收率达到51%,脱出的酸液配料时使用。

[0028] 实施例4

[0029] 取90%浓硫酸2.5份加入搪瓷釜中,徐徐加入2份56%水合二氧化碳边加边搅拌,反应温摄氏度上升至145摄氏度,放置48小时,过滤后将滤液加入搪瓷釜中,徐徐加入80%硫酸1份,反应温摄氏度上升至125摄氏度,边加边搅拌,直至反应粘稠,冷却结晶,用离心机

脱酸、粉碎、包装收率达到45%，脱出的酸液浓摄氏度为75%，脱出的酸液配料时使用。

[0030] 实施例5:检测方法

[0031] 硫酸钛 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 含量测定:

[0032] 称取0.2-0.3左右上述实施例1-4中任意一个实施例的样品,加入到三角烧瓶中,加入蒸馏水100ml,在电炉上加入至沸腾10分钟,使其完全水解出偏钛酸,取下冷却至常温,加入5滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至稳定的红色为终点。

[0033] 分析结果表述:

[0034] 硫酸钛 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 中总硫酸含量 X_1 (以质量百分数表示)按下式计算:

$$[0035] \quad X_1 = \frac{c \cdot V \cdot 0.049}{G} \times 100$$

[0036] 式中: c ---氢氧化钠标准溶液浓摄氏度, mol/L;

[0037] V ---氢氧化钠标准溶液之用量, mL;

[0038] G ---样品重量, g;

[0039] 硫酸钛 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 含量 X_2 按下式计算:

$$[0040] \quad X_2 = (X_1 - X_3) \cdot 383.76$$

[0041] 式中: X_1 ---硫酸钛中硫酸总含量;

[0042] X_3 ---硫酸钛中游离硫酸含量;

[0043] 383.76---硫酸钛中,与钛结合的硫酸,换算成硫酸氧钛的系数。

[0044] 表示的水分含量 X_4 (以质量百分数表示)按下式:

$$[0045] \quad X_4 = \frac{W}{G} \times 100$$

[0046] 式中: W ---干燥后的重量, g;

[0047] G ---称取样品的重量, g。

[0048] 表1本发明实施例1-4中验证数据

[0049]

	X_1	X_2	X_3	X_4
实施例1	47.52%	98.24%	21.92%	1.79%
实施例2	47.85%	99.74%	21.86%	1.82%
实施例3	48.02%	99.93%	21.98%	1.85%
实施例4	46.74%	99.85%	20.72%	1.83%

[0050] 由表1中数据可知,通过本方法制备的硫酸钛纯度高。

[0051] 实施例6:溶解速度比对试验

[0052] 试验方法:分别取本发明实施例1-4以及硫酸氧钛各20克,本发明制备的硫酸钛加入10%硫酸溶液200克中,硫酸氧钛加入200克水中,相同的搅拌速摄氏度,搅拌至完全溶解,并计时,环境温摄氏度为20摄氏度。

[0053] 试验结果:实施例1用时为260s,实施例2用时为250S,实施例3用时为300s,实施例4用时为320,硫酸氧钛用时为18小时。

[0054] 试验结论:本方法制备的硫酸钛相比于硫酸氧钛大大缩短了溶解时间。