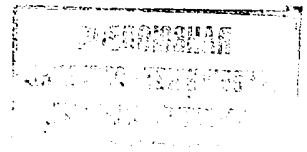




ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



1

- (21) 4656352/26
(22) 28.02.89
(46) 15.07.91. Бюл. № 26
(71) Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья Кольского филиала АН СССР
(72) Л.Г.Герасимова, Д.Л.Мотов, Т.Т.Рыбакова, Б.М.Фрейдин, Н.М.Жданова и Л.А.Сафонова
(53) 669.295(088.8)
(56) Временный технологический регламент производства титано-кальциевого пигмента и кальциево-кремнеземной шпаклевки. Дополнение 1985. Утвержден 24.12.85 директором ПО "Апатит" П.Н.Якимовым.
(54) СПОСОБ ПЕРЕРАБОТКИ СФЕНОВОГО КОНЦЕНТРАТА
(57) Изобретение относится к химической технологии, а именно к способам получения неорганических пигментов, используемых в производстве лакокрасочных материалов. Цель изобретения состоит в повышении сте-

2

пени извлечения титана в титано-кальциевый пигмент и в ускорении процесса. Поставленная цель достигается путем сернокислотного вскрытия сфенового концентрата, выщелачивания спека в две стадии, частичной нейтрализации полученного на первой стадии сернокислотного титанового раствора путем подачи известкового молока со скоростью 5-20 мас. % CaO в 1 мин, термогидролиза суспензии путем нагрева ее до кипения в течение 10-60 мин и выдержки до обеспечения степени осаждения титана 85-90%. Для ускорения процесса после выдержки в суспензию вводят фосфорную кислоту до остаточной концентрации титана в жидкой фазе не более 0,5 г/л по TiO₂. Предложенный способ позволяет на 25% повысить степень извлечения титана, улучшить белизну и разбеливающую способность пигмента. Введение в суспензию фосфорной кислоты ускоряет процесс в среднем в 2,5 раза. 1 з.п.ф-лы.

Изобретение относится к химической технологии, а именно к способам получения неорганических пигментов, используемых в производстве лакокрасочных материалов, бумаги, пластмасс.

Цель изобретения - повышение степени извлечения титана в титано-кальциевый пигмент (ТКП) и в ускорении процесса.

Пример 1. 1 кг сфенового концентрата (TiO₂ - 30%) вскрывают серной кислотой с соблюдением следующих условий: вначале C H₂ SO₄ 67,5%, t 145°C, τ 2,5 ч, Т:Ж - 1:2, а затем C H₂ SO₄ 52,5%, t 130°C, τ 11,5 ч. Общая продолжительность 14 ч. Степень

вскрытия концентрата 95%. Полученный после фильтрации спек подвергают выщелачиванию в две стадии. Для этого спек распульповывают в воде (V суспензии - 1600 мл), нагревают суспензию при 65°C в течение 3 ч, затем ее фильтруют. При этом получают 1425 мл сернокислого титанового раствора с концентрацией TiO₂ 120 г/л, H₂SO₄ / TiO₂ 3,1. Спек после первого выщелачивания вновь выщелачивают (V суспензии 1450 мл), нагревают до 65°C и выдерживают при перемешивании 3 ч, фильтруют с получением сернокислого титанового раствора (V - 1315 мл), содержащего: TiO₂ 65 г/л.

$\frac{\text{H}_2\text{SO}_4}{\text{TiO}_2}$ 2.9. Раствор после первой стадии выщелачивания нейтрализуют известковым молоком (расход CaO из расчета содержания TiO_2 в ТКП 42%), суспензию нагревают до 70-75°C, вводят анатазные "зародыши" и вновь нагревают до кипения, выдерживают 2 ч, добавляют горячую воду (280 мл) и кипятят еще 3,5 ч. После охлаждения суспензию фильтруют, осадок промывают (расход воды из расчета Т:Ж = 1:5); модифицируют поташом (расход K_2CO_3 1% к весу твердой части) и прокаливают при 850°C. Титано-кальциевый пигмент (ТКП) (373,2 г) имеет следующие показатели свойств (содержание TiO_2 - 42%): Б, белизна усл.ед. 94,0, Р, разбеливающая способность, усл.ед. 380, У, укрывистость, г/м² 72, М, маслосъемкость, г/100 г пигм. 34.

Частичную нейтрализацию раствора со второй стадии выщелачивания (1315 мл) ведут известковым молоком со скоростью подачи 15 мас.% CaO в минуту (расход известкового молока из расчета содержания TiO_2 в ТКП 42%), суспензию нагревают до кипения за 30 мин и выдерживают при кипении до степени осаждения титана 87,5%. Продолжительность выдержки при кипении 5,5 ч. Суспензию охлаждают, фильтруют (скорость фильтрации 260 л/м² · ч), осадок промывают водой (Т:Ж = 1:5) и модифицируют поташом (~1% к весу твердой части), а затем прокаливают при 850°C с получением ТКП (176,8г) со следующими свойствами (содержание TiO_2 42%): Б, усл. ед. 95,8; Р, усл.ед. 500; У, г/м² 69,1; М, г/100пигм. 33,2.

Извлечение титана в ТКП от исходного в концентрате 81,8%.

Пример 2. 1 кг сфенового концентрата перерабатывают аналогично примеру 1, но суспензию при кипении выдерживают до содержания титана в жидкой фазе 0,5 г/л по TiO_2 . Продолжительность выдержки 17 ч. Суспензию охлаждают, фильтруют (скорость фильтрации 150 л/м² · ч), осадок промывают водой (Т:Ж = 1:5) и модифицируют поташом (1% K_2CO_3 к весу твердой части), а затем прокаливают при 850°C с получением ТКП (200 г) со следующими свойствами (содержание TiO_2 42%): Б, усл. ед. 94,0; Р, усл. ед. 480; У, г/м² 69,0; М, г/100 г пигм. 33,5.

Извлечение титана в ТКП от исходного в концентрате 84,85%.

Пример 3. 1 кг сфенового концентрата перерабатывают аналогично примеру 1. Суспензию выдерживают при кипении до степени осаждения титана 87,5%. Продолжительность выдержки при кипении - 5,5 ч.

Затем вводят 17,0 г H_3PO_4 до достижения остаточной концентрации титана в жидкой фазе 0,5 г/л по TiO_2 . Суммарное извлечение титана при этом из раствора составляет 100%. Суспензию охлаждают, фильтруют (скорость фильтрации 260 л/м² · ч), осадок модифицируют поташом (расход K_2CO_3 1% к весу твердой части), а затем прокаливают при 850°C с получением 202 г ТКП со следующими свойствами (содержание TiO_2 42,0%): Б, усл. ед. 95,5; Р, усл. ед. 500; У, г/м² 68,2; М, г/100 г пигм. 32,4.

Извлечение титана в ТКП 85% от исходного в концентрате.

Пример 4. 1 кг сфенового концентрата перерабатывают аналогично примеру 1. Частичную нейтрализацию раствора со второй стадии выщелачивания (1315 мл) ведут известковым молоком со скоростью его подачи 5 мас.% CaO в 1 мин, суспензию нагревают до кипения за 10 мин и выдерживают при кипении до степени осаждения титана 85% (продолжительность выдержки 4 ч), затем вводят фосфорную кислоту до достижения остаточной концентрации титана в жидкой фазе 0,3 г/л по TiO_2 . Суспензию охлаждают, фильтруют (скорость фильтрации 300 л/м² · ч), осадок промывают (Т:Ж = 1:5), модифицируют (расход K_2CO_3 1% к весу твердой части) и прокаливают при 850°C с получением ТКП (202 г) со следующими свойствами (содержание TiO_2 42,0%): Б, усл.ед. 96,0; Р, усл.ед. 400, У, г/м² 70; М, г/100 г пигм. 35,0.

Извлечение титана в ТКП 85% от исходного в концентрате.

Пример 5. 1 кг сфенового концентрата перерабатывают аналогично примеру 1. Частичную нейтрализацию раствора со второй стадии выщелачивания (1315 мл) ведут известковым молоком со скоростью его подачи 20 мас.% CaO в 1 мин, суспензию нагревают до кипения за 60 минут и выдерживают при кипении до степени осаждения титана - 90% (продолжительность выдержки 7 ч), затем вводят фосфорную кислоту до достижения остаточной концентрации титана 0,5 г/л по TiO_2 . Суспензию охлаждают, фильтруют (скорость фильтрации 200 л/м² · ч), осадок промывают водой (Т:Ж = 1:5), модифицируют (расход K_2CO_3 1% к весу твердой части) и прокаливают при 850°C с получением ТКП (202 г) со следующими свойствами (содержание TiO_2 42,0%): Б, усл.ед. 94,0; Р, усл. ед. 450; У, г/м² 65,8; М, г/100 г пигм. 31,2.

Извлечение титана в ТКП 85% от исходного в концентрате.

Пример 6. 1 кг сфенового концентрата перерабатывают аналогично примеру 1, а раствор, полученный на второй стадии выщелачивания, перерабатывают с соблюдением условий, характерных для первой стадии, т.е. после частичной нейтрализации суспензию нагревают до 70-75°C, вводят анатазные "зародыши", повышают температуру до кипения и выдерживают в этих условиях 3 ч, разбавляют горячей водой (20% от первоначального объема) и кипятят еще 3,5 ч. Степень осаждения титана при этом составляет 91,0%. Суспензию охлаждают, фильтруют (скорость фильтрации 300 л/м² · ч), осадок промывают, модифицируют поташом (расход K₂CO₃ 1% к весу твердой части) и прокаливают при 850°C с получением ТКП (197 г) со следующими свойствами (содержание TiO₂ 42%): Б, усл. ед. 95,5; Р, усл. ед. 150; У, г/м² 110; М, г/100 г пигм. 35,5.

Извлечение титана в конечный продукт 82,7% от исходного в концентрате.

При частичной нейтрализации раствора известковым молоком со скоростью его подачи менее 5 мас. % СаО в 1 мин и при нагревании полученной суспензии до кипения в течение более 60 мин снижается извлечение основного компонента – титана за счет значительных механических потерь, вызванных ухудшением фильтруемости гидролизной суспензии, а также заметно снижаются показатели пигментных свойств ТКП. Ведение частичной нейтрализации со скоростью более 20 мас. % СаО в 1 мин и нагревание полученной суспензии до кипения в течение менее 10 мин практически не оказывают влияния на извлечение титана, но значительно ухудшаются пигментные свойства ТКП. Выдержка суспензии при кипении до степени осаждения титана < 85% по TiO₂ приводит к снижению извлечения

титана в ТКП и ухудшению фильтруемости суспензии, более 90% – требует значительного увеличения продолжительности процесса.

При введении в суспензию фосфорной кислоты до содержания титана более 0,5 г/л по TiO₂ наблюдается снижение извлечения титана в ТКП.

Как видно из примеров, предложенный способ позволяет повысить степень извлечения титана в ТКП до 85% (по известному 60%). Белизна полученного пигмента в среднем на 2 усл. ед. выше, а разбеливающая способность на 100 усл. ед. больше, чем у пигмента, полученного по известному способу.

Кроме того, введение в суспензию фосфорной кислоты позволяет ускорить процесс в среднем в 2,5 раза.

Формула изобретения

1. Способ переработки сфенового концентрата, включающий его серноокислотное вскрытие, выщелачивание спека в две стадии, частичную нейтрализацию известковым молоком полученного на первой стадии серноокислотного титанового раствора и термогидролиз суспензии с получением титано-кальциевого пигмента, отличающийся тем, что, с целью повышения степени извлечения титана в титано-кальциевый пигмент, частичную нейтрализацию раствора ведут со скоростью подачи известкового молока 5-10 мас. % СаО в 1 мин, а термогидролиз суспензии осуществляют путем нагрева ее до кипения в течение 10-60 мин и выдержки до обеспечения степени осаждения титана 85-90%.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что, с целью ускорения процесса, после выдержки в суспензию вводят фосфорную кислоту до остаточной концентрации титана в жидкой фазе не более 0,5 г/л по TiO₂.

Редактор М. Недолуженко Составитель Н. Куцева
Техред М. Моргентал Корректор Т. Палий

Заказ 2236 Тираж 416 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

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