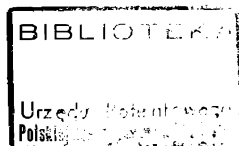


7 listopada 1925 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

C01g 23/06

Nr 2311.

Joseph Blumenfeld
(Londyn, Wielka Brytania).

Kl. ~~12~~ 38.

12 m 23/06

Wyrób wodorotlenku tytanowego.

Zgłoszono 15 stycznia 1924 r.

Udzielono 23 czerwca 1925 r.

Pierwszeństwo: 31 lipca 1923 r. (Wielka Brytania).

Wynalazek niniejszy dotyczy traktowania wodą roztworów tlenku tytanowego w kwasie siarkowym w celu sporządzania wodorotlenku tytanu.

Roztwory podobne otrzymuje się przez działanie kwasem siarkowym na zawierające tytan produkty lub minerały, w rodzaju np. ilmenitu.

Układ chemiczny pomienionych roztworów może się zmieniać w granicach bardzo rozległych. Najważniejsze zmienne stanowią stężenia TiO_2 i H_2SO_4 . Najczęstszymi bywają roztwory zawierające na 1 litr od 100 — 400 g TiO_2 i one to są materiałami wyjściowymi dla otrzymywania wodorotlenku tytanu. Na jedną cząsteczkę TiO_2 zawierają one 1 — $2\frac{1}{2}$ lub nawet więcej cząsteczek H_2SO_4 .

Wykryto obecnie, że wydajność wodorotlenku tytanu, otrzymywanego strącaniem wodą podobnego roztworu (nagrzewanego do $100^\circ C$) w pewnym określonym czasie, podobnie jak jego własności w rodzaju np. stopnia dekantacji, przesączalności, stanu rozdrobnienia ziaren, barwy po wyżarzaniu i t. d., zależy nie tylko od ostatecznego stanu układu, poddawanego traktowaniu wodą, lecz również od pewnych przekształceń wodorotlenku tytanu, jakim podlega tenże przed i podczas osiadanania wodorotlenku tytanu, a także zależna jest od drogi, na jakiej osiąga się ostateczny stan reakcji. W rzeczy samej roztwór TiO_2 w H_2SO_4 , doprowadzony do pożądanego stężenia rozcieńczaniem lub koncentracją, nagrzewa się do punktu wrze-

nia dla wytworzenia hydrolizy i staje się nieprzezroczystym po upływie dłuższego dopiero czasu, gdy jednak zawartość w H_2SO_4 , połączonym z TiO_2 , jeśli pominie się inne zasady, wyrównuje lub przekracza 100 g na litr, otrzymuje się nikłą tylko wydajność wodorotlenku. Ponadto osiągnięty w ten sposób osad, jeżeli się nawet daje przesączyć, czyni to z wielką trudnością.

Wynalazek niniejszy pozwala osiągnąć osad zadawalający pod względem wydajności, przesączalności i innych własności w czasie nader krótkim z roztworów typu wskazanego powyżej o wysokim nawet stężeniu.

Wynalazek polega na wytwarzaniu tlenku lub wodorotlenku tytanowego zapomocą strącania wodnego w drodze dyfuzji związku tytanowego z jednego roztworu w drugi pod wpływem różnicy stężeń, a najwłaściwiej, również i temperatur.

Wynalazek polega również na wytwarzaniu tlenku lub wodorotlenku tytanu strącaniem wodnym w drodze dyfuzji związku tytanowego z jednego roztworu do drugiego, przyspieszanej mieszaniem.

Polega on wreszcie na zastosowaniu wskazanych powyżej procesów w obecności innych substancji, dzięki czemu otrzymuje się osady doskonale zmieszane.

Wogóle metody stosuje się tu następująco:

1) Roztwór siarczanu tytanu, nagrzany do temperatury przekraczającej $60^\circ C$ pokrywa się warstwą zimnej lub gorącej wody, bądź to czystej, bądź zawierającej substancje, sprzyjające procesowi, w rodzaju np. H_2SO_4 , H_3PO_4 , $Al_2(SO_4)_3$, SO_2 lub nawet zawierającej roztwór siarczanu tytanu o innym stężeniu. Ilość dodanego płynu oblicza się w taki sposób, aby wytworzyć zapomocą dyfuzji lub mieszania pożądane stężenie. Płyn wprowadza się w ten sposób, że obie cieczce mogą się mieszać tylko stopniowo, wskutek czego w

ciągu pewnego okresu zachodzi różnica stężeń H_2SO_4 i TiO_2 w różnych miejscach roztworu.

2) Według innej odmiany wynalazku roztwór stęży się parowaniem lub wrzeniem, przyczem można go doprowadzić do stanu gęstej pasty. Po usunięciu należytej ilości wody, zależnie od celu, roztwór miesza się z mniejszą, równą lub większą ilością wody od tej, jaka była usunięta. Jeden z płynów powinien posiadać wówczas temperaturę powyżej $60^\circ C$, najwłaściwiej stężony roztwór. Woda może być czysta lub zawierać pewne domieszki, np. sól tytanową lub temu podobne związki. Stosunek obu płynów dobiera się w ten sposób, aby uzyskać pożądaną koncentrację zarówno co do TiO_2 , jak H_2SO_4 w stanie ostatecznym po dokładnem zmieszaniu. Mieszanie należy dokonywać bardzo szybko, aby wodorotlenek tytanu nie osiadł dostrzegalnie przed osiągnięciem jednorodności roztworu, przy ciągłym nagrzewaniu.

W obu wypadkach strącanie wodne wykańcza się w temperaturze bliskiej punktu wrzenia roztworu i w stałej objętości. Wydatek osadu osiąga 85 — 95% w ciągu niewielu godzin w pierwszym wypadku, a w czasie mniejszym nawet niż w godzinę w wypadku drugim. Pod względem różnych wskazanych powyżej własności, jako to: przesączalności, a również stateczności płynu macierzystego w rozcieńczeniu nowy produkt stoi wysoko.

Te same metody nadają się również w wypadku strącania wodorotlenku w obecności innych substancji ($BaSO_4$, $CaSO_4$, SiO_2 i temu podobne związki), z jakimi zamierza się dokładnie go mieszać. Substancje dodatkowe można wytwarzać oddzielnie albo w tym samym aparacie, w którym się odbywa uwadnianie.

Przykład 1. Roztwór zawierający:

TiO_2 225 g na litr

Fe 50

H_2SO_4 łącznie 440

naгрzewa się do 95 — 98° i pokrywa warstwą zimnej wody w ilości około 20% objętości roztworu. Mieszanie cieczy ułatwia się ożywionym ruchem. Ciecz stopniowo mętnieje, poczem opada osad. Po upływie kilku godzin osiąga się wydajność wodorotlenku tytanowego około 94%.

Przykład II. Roztwór zawierający:

TiO_2	180 g na litr
Fe	42
$H_2 SO_4$	460

stęża się do połowy przez odparowywanie, przyczem utworzony krystalicznie jasny osad nabiera konsystencji pasty. Wprowadza się ją w podwójną objętość wody, tak iż ostateczna koncentracja wynosi 300 — 310 g H_2SO_4 na litr. Wodę tę doprowadza się uprzednio do stanu wrzenia, a mieszanie wykonuje się w ten sposób, aby uniknąć bezpośredniego ścinania (osiadania) przez przedłużenie mieszania z 3 do 5 minut. Podtrzymuje się temperaturę wrzenia, zapobiegając parowaniu, w ciągu mniej więcej pół godziny, przyczem uzyskuje się 85 — 95% wodorotlenku tytanowego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Wytwarzanie tlenku lub wodorotlenku tytanowego, znamienne strącaniem wodą w drodze dyfuzji soli tytanowych z jednego roztworu do drugiego pod wpływem różnicy stężeń, a niekiedy również i temperatur.

2. Wytwarzanie tlenku lub wodorotlenku tytanowego, znamienne strącaniem wodą w drodze dyfuzji soli tytanowych z jednego roztworu do drugiego, według zastrz. 1, przyspieszanej przez mieszanie.

3. Wytwarzanie tlenku lub wodorotlenku tytanowego, znamienne strącaniem wodą w drodze dyfuzji soli tytanowych z jednego roztworu do drugiego, według zastrz. 1 lub 2, w obecności innych substancji, dzięki czemu powstają dokładnie zmieszane osady.

Joseph Blumenfeld.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.