



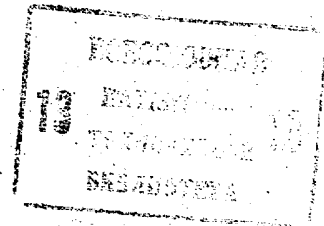
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1036680 A

(51) C 01 B 25/37

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



- (21) 3431992/23-26
(22) 28.04.82
(46) 23.08.83. Бюл. №31
(72) В.Ю. Первушин, В.А. Тютин,
В.П. Титов, Р.М. Садыков и Л.П. Ами-
нева
(53) 661.882.455(088.8)
(56) 1. Патент США № 2505344,
кл.23-202, опублик. 1950.
2. Авторское свидетельство СССР
№ 787362, кл. C 01 B 25/37, 1978.
(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФАТА
ТИТАНА, включающий взаимодействие

сернокислых растворов титана и же-
леза с фосфорной кислотой в присутст-
вии полиэтилсилоксана с последующим
отделением продукта фильтрацией,
промывкой и сушкой, отличаю-
щийся тем, что, с целью повыше-
ния светостойкости и удельной поверх-
ности продукта, смесь реагентов обра-
батывают ультразвуком в течение
0,5-5,0 мин.

2. Способ по п.1, отличаю-
щийся тем, что обработку ульт-
развуком ведут с интенсивностью
1-4 Вт/см и частотой 15-35 кГц.

(19) SU (11) 1036680 A

Изобретение относится к способу получения фосфата титана, который используют в качестве пигмента или наполнителя в производстве бумаги, резины и в светотехнических покрытиях.

Важнейшими характеристиками фосфата титана, используемого в производстве бумаги и резины, являются удельная поверхность, белизна и светостойкость. Практически все пигменты под действием солнечной радиации претерпевают изменения: потемнение, изменение оттенка и цвета. Фосфат титана, как и двуокись титана, сильно поглощает в УФ-области и вследствие этого оказывается недостаточно стойким при длительном облучении.

Известен способ получения фосфата титана путем взаимодействия сернокислых растворов титана и железа (полупродукта производства двуокиси титана с фосфорной кислотой или ее солями с последующим отделением осадка продукта фильтрацией, его промывкой и сушкой. Полученный продукт содержит в качестве примеси 0,5-1% железа и имеет удельную поверхность 40 м²/г [1].

Недостатками способа являются низкая удельная поверхность и повышенное содержание железа, что не позволяет достичь белизны в 94 условных единицы и высокой светостойкости.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемо-

му результату является способ получения фосфата титана путем взаимодействия сернокислых растворов титана и железа (полупродукта производства двуокиси титана) с фосфорной кислотой в присутствии полиэтилсилоксана с последующим отделением осадка продукта фильтрацией, промывкой и сушкой, причем полиэтилсилоксан берут в количестве 0,3-6 мас.%, от веса двуокиси титана. Получают фосфат титана с содержанием железа 0,01%, удельной поверхностью до 140 м²/г и светостойкостью до 0,87 отн. ед. [2].

Недостатком известного способа являются недостаточно высокие удельная поверхность и светостойкость.

Цель изобретения - повышение удельной поверхности и светостойкости фосфата титана.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения фосфата титана, заключающемуся во взаимодействии сернокислых растворов титана и железа с фосфорной кислотой и присутствии полиэтилсилоксана с последующим отделением продукта фильтрацией, промывкой и сушкой, в процессе взаимодействия реакционную смесь обрабатывают ультразвуком в течение 0,5-5 мин, при интенсивности ультразвука 1-4 Вт/см² и частоте 15-35 кГц.

Влияние ультразвуковой обработки и ее характеристик на физико-технические показатели получаемого фосфата приведено в таблице.

Характеристики ультразвуковой обработки

Физико-технические показатели фосфата титана

Продолжительность, мин	Интенсивность, Вт/см ²	Частота, кГц	Удельная поверхность, м ² /г	Светостойкость, отн.ед.
0,25	1,5	22	140	0,88
0,50	1	15	170	0,92
0,50	1	35	185	0,95
5,0	1	15	195	0,95
5,0	1	35	180	0,96
0,5	4	15	190	0,95
0,5	4	35	175	0,96
5,0	4	15	180	0,96
5,0	4	35	170	0,96
5,5	2,5	22	200	0,94
2,5	2,5	8	130	0,87
2,5	2,5	44	125	0,96
2,5	0,5	22	130	0,86
2,5	4,5	22	110	0,96

Из данных, приведенных в таблице, следует, что продолжительность обработки ультразвуком 0,5-5 мин при

интенсивности 1-4 Вт/см² и частоте 15-35 кГц обеспечивает получение фосфата титана с удельной поверхнос-

тью 170-195 м²/г и светостойкостью 0,92-96 отн.ед. При времени обработки менее 0,5 мин, интенсивности 1 Вт/см² и частоте менее 15 кГц удельная поверхность - менее 140 м²/г, а светостойкость - 0,86-0,88 отн.ед. При времени обработки более 5 мин удельная поверхность увеличивается незначительно, а светостойкость не улучшается.

Увеличение светостойкости в предлагаемых интервальных параметрах обусловлено тем, что в поле ультразвуковых колебаний молекулы полиэтил-силосана вступают во взаимодействие с поверхностью частиц фосфата титана с образованием защитной светостойкой кремнийсодержащей пленки.

Пример 1. К 50 мл раствора сульфата титана, содержащего 20 г/л двуокиси титана и 20 г/л окиси железа, при 25°C добавляют полиэтил-силосан в количестве 1 мас.% от веса двуокиси титана. После тщательного перемешивания к раствору добавляют в течение 0,5 мин ортофосфорную кислоту из расчета 1 г 100%-ной кислоты на 1 г двуокиси титана в растворе. Во время добавления фосфорной кислоты реакционную смесь обрабатывают ультразвуком интенсивностью 1 Вт/см² и частотой 15 кГц. В качестве источника ультразвука используют низкочастотный ультразвуковой диспергатор УЗДН-1. Полученную суспензию фильтруют, осадок отмывают водой до отсутствия железа в фильтрате и сушат при 200°C. Полученный фосфат титана имеет удельную поверхность 170 м²/г, светостойкость 0,92 отн.ед. и содержание железа 0,01%.

Светостойкость определяют путем ускоренных испытаний при искусственном освещении ртутно-кварцевой лампой ПРК в течение 24 ч. Величину светостойкости рассчитывают по формуле $S = \frac{P_{обл}}{P_0}$, где $P_{обл}$ и P_0 - коэффициенты отражения облученного и необлученного образцов фосфата титана соответственно.

Пример 2. Выполняют аналогично примеру 1, но фосфорную кислоту добавляют в течение 5 мин. В течение этого времени реакционную смесь обрабатывают ультразвуком интенсивностью 1 Вт/см² и частотой 15 кГц. После фильтрации суспензии, отмывки осадка водой и сушки продукта получают фосфат титана, имеющий удельную поверхность 195 м²/г, светостойкость 0,95 отн.ед. и содержание железа 0,009%.

Пример 3. Выполняют аналогично примеру 1, но фосфорную кислоту добавляют в течение 5 мин, и в течение этого времени реакционную смесь обрабатывают ультразвуком интенсивностью 4 Вт/см² и частотой 35 кГц. Полученный после фильтрации промывки и сушки фосфат титана имеет удельную поверхность 170 м²/г, светостойкость 0,96 отн.ед. и содержание железа 0,01%.

Изобретение позволяет повысить светостойкость до 0,92-0,96 относительных единиц и удельную поверхность фосфата титана, используемого в производстве бумаги и светотехнических покрытиях, до 170-195 м²/г.

Составитель Г. Целищев

Редактор О. Юрковецкая Техред И. Гайду Корректор А. Ильин

Заказ 5925/22

Тираж 471

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4