

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

C01g 23/06

Nr 2896.

Joseph Blumenfeld
(Londyn, Wielka Brytania).

Kl. ~~12~~ 38.

12 n 23/06

Sposób wytwarzania kwasu tytanowego.

Zgłoszono 14 stycznia 1924 r.

Udzielono 15 września 1925 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy swoistej metody wyrobu kwasu tytanowego, wolnego od żelaza, bezpośrednio z zawierających tytan produktów lub rud np. ilmenitu.

Sposób niniejszy wyróżniają znamiona następujące:

a) Obróbka materiału pierwotnego, użytego w nadmiarze, kwasem siarkowym 70—90 % -ym w temperaturze pomiędzy 150 i 180° C włącznie.

b) Wyciąganie, po ochłodzeniu otrzymanej masy, ograniczoną ilością wody w temperaturze 40—70° C (najwłaściwiej 60° C); ilość wody dobiera się w ten sposób, aby po ochłodzeniu 80 %, zawartego w masie, żelaza wykrystalizowało się w postaci siarczanu żelazawego.

c) Uzyskany roztwór utrzymuje się w

temperaturze, w jakiej siarczan żelazawy nie krystalizuje się.

d) Odmętnianie (klarowanie) zapomocą ścinania substancyj zawieszonych.

e) Odmętniony roztwór, zawierający żelazo zredukowane do stanu soli żelazawej, ochładza się do temperatury krystalizacji siarczanu żelazawego.

f) Roztwór, z którego przeważająca część żelaza została usunięta, poddaje się obróbce uwadniania, celem uzyskania kwasu tytanowego.

g) Kwas tytanowy wyźarza się w atmosferze utleniającej.

h) Kwas siarkowy odzyskuje się z siarczanu jakimkolwiek znany sposóbem; otrzymuje się on w stanie technicznie czystym.

5.) Otrzymywanie kwasu siarkowego, zawartego w płynie macierzystym hydrolizy, zapomocą stężania lub przetwarzania w siarczany o wartości handlowej.

Dla urzeczywistnienia niniejszego sposobu, rudy, zawierające tytan np. ilmenit, stanowiący praktycznie tytanian żelazawy ($Fe Ti O_3$), zadaje się kwasem siarkowym o stężeniu nie przekraczającym 90%. Rudę ogrzewa się z tym kwasem siarkowym (najwłaściwiej z wień Glovera, a więc z kwasem o stężeniu około 80%) w temperaturze około 160° C. Ilość kwasu siarkowego oblicza się w ten sposób, aby na jedną część Ti_2 przypadało 1,2 do 1,8 części H_2SO_4 . W praktyce stosuje się nadmiar rudy. W pewnym wypadku stosunek wynosił 1,2 części kwasu siarkowego na 1 część rudy. Użytkana w tej operacji masa zawierała mieszaninę siarczanych żelazawego i żelazowego, siarczany tytanowego, siarczany tytanowego i rudy nieruszonej. Po ostygnięciu mieszaninę obrabia się w temperaturze nie przekraczającej 60° C ograniczoną ilością wody, stopniowo dodawanej. W pewnym wypadku szczególnym do 100 kg obrabianej rudy dodawano 150 kg wody, przyczem otrzymano roztwór, który po krystalizacji siarczany żelazawego zawierał około 20% TiO_2 , czyli 160 do 220 g TiO_2 na litr.

Dla usunięcia zapomocą krystalizacji możliwie największej ilości żelaza w stanie związków żelazawych, redukuje się sól żelazową zapomocą dodatku żelaza w stanie rozdrobnionym przed lub po odmetnieniu.

Otrzymany w ten sposób stężony roztwór zawiera części stałe w postaci zawiesiny, niełatwo dającej się zlać (dekantować) i trudno się przesączającej. Można wprowadzić zlać lub przesączyć pomieniony roztwór, rozcieńczając go, zawsze jednak otrzymuje się bardzo tylko małą ilość skryształizowanego siarczany żelazawego. Z drugiej znowu strony rzeczą jest ważną, ze względu na obróbkę dalszą, uzyskanie roztworu w stanie czystym i wolnym od zawie-

siny stałej. Wykryto, że można usunąć bez rozcieńczania stałą zawiesinę z pomienionego roztworu zapomocą ścinania, co się osiąga obróbką koloidem mineralnym lub organicznym, w rodzaju np. nierozpuszczalnego siarczku mineralnego (CuS , As_2S_3 i t. d.) lub kazeiny, albuminu, kleju rybiego lub t. p. ciał.

Po upływie dostatecznego czasu od wprowadzenia koloidu, stała zawiesina ścina się i osadza na dnie odnośnego naczynia gęstą warstwą. Następnie można zwyczajnem zlewaniem uzyskać 90% roztworu zupełnie jasnego.

Do roztworu, podlegającego zlewaniu, dodaje się na litr 0,2 do 0,4 g albuminu i roztwór ten utrzymuje w temperaturze, w jakiej nie zachodzi krystalizacja siarczany żelazawego, albo na zmianę 0,5 do 1,0 g na litr kwasu arsenawego w roztworze i następnie nasycy siarkowodorem. W obu wypadkach ścinanie zachodzi nader szybko i po kilku godzinach roztwór staje się praktycznie jasnym.

Przy stygnięciu otrzymują się bardzo czyste kryształy siarczany żelazawego.

Kryształy te po oddzieleniu od płynu macierzystego można spożytkowywać bezpośrednio.

Można również otrzymywać kwas siarkowy bądźto zapomocą destylacji, bądź rozkładu podwójnego, bądź w jakikolwiek inny sposób. Tak np. roztwór tytanu, otrzymany w ten sposób i zawierający na litr 200 g TiO_2 , głównie w postaci siarczany tytanowego, poddaje się obróbce uwadniającej w jakikolwiek sposób dla uwolnienia kwasu tytanowego od żelaza. Obecność substancji organicznych w osadzie, otrzymanym zapomocą hydrolizy, może wywierać pewien niepożądany wpływ na barwę przetworu ostatecznego. Wykryto bowiem, że w temperaturze wyżarzania zachodzi redukcja TiO_2 , a ślady tlenków niższych wpływają nader niekorzystnie na pożądaną białosć tlenku. Niedogodność tę usuwa się,

prowadząc wyżarzanie w atmosferze utleniającej np. w prądzie powietrza.

Kwas siarkowy z płynu macierzystego hydrolizy uzyskuje się zapomocą stężenia, przeprowadzenia w odpowiedni siarczan lub jakkolwiek inaczej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wyciągania związków tytanu z jego rud dla wytwarzania kwasu tytanowego, znamienny tem, że rudę w nadmiarze obrabia się kwasem siarkowym o stężeniu 70—90%, najkorzystniej 80% (kwas z wież Glovera), w temperaturze około 150°—180° C, utrzymywanej aż do zakończenia reakcji; chłodzeniem i wyciąganiem siarczanu tytanowego w warunkach wystarczająco silnie redukujących, ilością wody tylko wystarczającą do wytworzenia roztworu, zawierającego około 20% TiO_2 , (t. j. 160—220 g TiO_2 na litr) i zredukowaniem wszystkich rozpuszczonych soli żelazowych na sole żelazawe.

2. Sposób wyciągania związków tytanu z jego rud zapomocą obróbki kwasem siarkowym według zastrz. 1, znamienny odmetnieniem otrzymanego stężonego roztwo-

ru, najkorzystniej przed krystalizacją siarczanu żelazawego zapomocą ścinania zawiesiny stałej koloidami mineralnymi lub organicznymi.

3. Sposób otrzymywania kwasu tytanowego według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że kwas tytanowy otrzymany obróbką hydrolityczną wyżarza się w ośrodku utleniającym np. w prądzie powietrza.

4. Sposób odzyskiwania kwasu siarkowego, użytego do wyciągania związków tytanu z jego rud według zastrz. 1 i 2, znany regeneracją kwasu siarkowego z otrzymanego siarczanu żelazawego sposobami znanymi zapomocą destylacji lub przetwarzania w inne siarczany.

5. Sposób odzyskiwania kwasu siarkowego, użytego do wyciągania związków tytanu z jego rud, według zastrz. 1 i 2, znamienny regeneracją kwasu siarkowego z płynu macierzystego, otrzymywanego wskutek uwadniania roztworu tytanowego znanymi sposobami zapomocą stężania lub przetwarzania w inne siarczany.

Joseph Blumenfeld.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.