

Винахід належить до виробництва пігментного діоксиду титану, який використовується в лакофарбовій та інших галузях промисловості. Відомо, що на кінцевій стадії виробництва для зменшення фотохімічної активності поверхня діоксиду титану покривається (модифікується) неорганічними сполуками, а для поліпшення диспергування пігменту в лакофарбових системах поверхня покривається (модифікується) також органічними сполуками [1, 2, 3]. Із неорганічних сполук найбільш часто використовують сполуки кремнію і алюмінію, а із органічних сполук - триетаноламін.

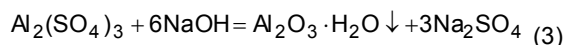
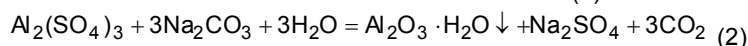
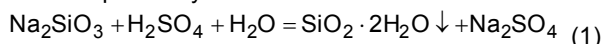
Так, при одержанні пігментного діоксиду титану марки Р-ОЗ по ГОСТ 9808-84, суспензія тонкої фракції з масовою концентрацією 140-160 г/дм³ нагрівається до 60-70°C, потім в суспензію подається на протязі 10-15 хвилин розчин рідкого скла з масовою концентрацією 100 г/дм³ SiO₂ з розрахунку осідання на поверхні діоксиду титану 1,0% SiO₂. Суспензія перемішується 15-20 хвилин. Потім проводиться повільна нейтралізація суспензії розчином сірчаної кислоти з масовою концентрацією 190 г/дм³ H₂SO₄ в три стадії для зниження рН до 8,8-9,2; 7,8-8,1; 6,9-7,2 з витримкою 10-20 хвилин відповідно після кожної стадії. Після чого подається розчин сірчанокислого алюмінію з масовою концентрацією 100 г/дм³ Al₂O₃ з розрахунку осідання на поверхні пігменту 3,0% Al₂O₃. Подача розчину проводиться на протязі 10-15 хвилин з наступним перемішуванням на протязі 15-20 хвилин. Оброблена суспензія нейтралізується розчином кальцованої соди з масовою концентрацією 100 г/дм³ Na₂CO₃ до рН=4,0-4,5; при цьому розчин подається невеликими порціями з постійним перемішуванням на протязі 50-60 хвилин. Частково нейтралізована суспензія перемішується 30-40 хвилин, після чого проводиться остаточна нейтралізація на протязі 40-60 хвилин до рН=6,9-7,1 розчином їдкого натрію з масовою концентрацією 100 г/дм³ NaOH. Нейтралізована суспензія перемішується 50-60 хвилин і відправляється на двостадійну промивку діоксиду титану від водорозчинних солей. Після третьої стадії фільтрації в пасту додається 0,1% триетаноламіну від TiO₂. Оброблена паста поступає в розпилювальну сушарку, потім висушений пігмент поступає на пароструминне розмелювання і упакування [4].

Описаний спосіб модифікування діоксиду титану при отриманні пігмента марки Р-ОЗ по ГОСТ 9808-84 є прототипом.

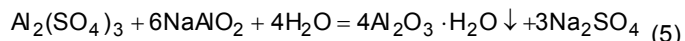
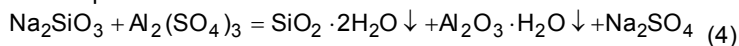
Недоліком способу по прототипу є використання п'яти неорганічних реагентів, що потребує додаткового обладнання. Крім того, по прототипу утворюється значна кількість водорозчинних солей, що ускладнює відмивання пігменту від солей.

Зазначені недоліки по прототипу усуваються запропонованим способом модифікування, коли нейтралізація рідкого скла здійснюється сульфатом алюмінію і надлишок сульфату алюмінію нейтралізується алюмініатом натрію. По запропонованому способу кількість неорганічних речовин на обробці зменшується з п'яти до трьох і істотно (суттєво) зменшується кількість водорозчинного сульфату натрію, який необхідно відмити. Це видно на реакціях (1-3 і 4-5) при умові однакової кількості сполук кремнію та алюмінію, що осаджуються.

По прототипу:



Запропонований спосіб:



Як зазначалось вище, модифікування здійснюється з метою зменшення фотохімічної активності діоксиду титану. З'ясувалось, що при модифікуванні запропонованим способом фотохімічна активність діоксиду титану зменшується більше, ніж при модифікуванні по прототипу.

Нижче подані приклади одержання модифікованого пігменту по прототипу та запропонованим способом.

В діючому виробництві відбирається суспензія тонкої фракції перед модифікуванням з масовою концентрацією 150 г/дм³ TiO₂ і температурою 65°C. Суспензію ділять на дві частини по 200 см³. Першу частину суспензії при перемішуванні і температурі 65°C обробляють за прототипом. До суспензії з вмістом 30 г TiO₂, доливають розчин рідкого скла з масовою концентрацією 100 г/дм³ SiO₂ в кількості 3 см³, що відповідає 1% SiO₂ до TiO₂. Суспензія перемішується 15 хвилин, потім повільно нейтралізується розчином сірчаної кислоти з масовою концентрацією 190 г/дм³ H₂SO₄ в три стадії до рН 8,8-9,2; 7,8-8,1 та 6,9-7,2 з витримкою 15 хвилин після кожної стадії. Після чого подається розчин сульфату алюмінію з масовою концентрацією 100 г/дм³ Al₂O₃ в кількості 9 см³, що відповідає 3% Al₂O₃ до TiO₂, і перемішується на протязі 15 хвилин. Потім, повільно, на протязі 55 хвилин нейтралізується розчином соди з масовою концентрацією 100 г/дм³ Na₂CO₃ до рН = 4,0 - 4,5.

Після часткової нейтралізації суспензія перемішується 35 хвилин, після чого проводиться остаточна нейтралізація на протязі 50 хвилин до рН=6,9-7,1 розчином їдкого натру з масовою концентрацією 100 г/дм³ NaOH. Нейтралізована суспензія перемішується 55 хвилин і відфільтровується на лійці Бюхнера. Одержана паста розпулюється хімічною водою до концентрації 200 г/дм³ TiO₂, нагрівається до 65°C, перемішується 15 хвилин і відфільтровується на лійці Бюхнера. Одержану пасту знову розпулюють хімічною водою до концентрації 200 г/дм³ TiO₂, нагрівають до 65°C, перемішують 15 хвилин і відфільтровують на лійці Бюхнера. В одержану пасту з вмістом 30 г TiO₂ додається 0,03 г триетаноламіну, що відповідає 0,1% триетаноламіну до TiO₂, та ретельно змішується. Оброблена паста висушується в сушильній шафі при 105°C до вмісту вологи не більше 0,5%, підлягає розмелюванню та аналізу. Пігментні показники визначаються за ГОСТом 9808-84, фотохімічна активність визначається по зміні повної кольорової відмінності ΔЕ до і після опромінювання ультрафіолетового променями суміші діоксиду титану з гліцерином [2, 5]. Фізико-хімічні показники отриманого пігменту подані в таблиці.

До другої частини суспензії об'ємом 200 см³ і масовою концентрацією 150 г/дм³ TiO₂ при температурі 65°C і перемішуванні додають розчин рідкого скла з масовою концентрацією 100 г/дм³ SiO₂ в кількості 3 см³, що відповідає 1% SiO₂ до TiO₂. Суспензію перемішують 15 хвилин, потім повільно нейтралізують розчином сульфату алюмінію з масовою концентрацією 100 г/дм² Al₂O₃ три стадії до рН 8,8-9,2; 7,8-8,1 та 6,9-7,2 з витримкою 15 хвилин після кожної стадії. Загальне витрачення сульфату алюмінію на нейтралізацію до рН=7,0 складає 0,4 см³,

що відповідає 0,13% Al_2O_3 до TiO_2 . Потім повільно на протязі 15 хвилин доливається надлишок сульфату алюмінію до $\text{pH}=4$ в кількості $2,6 \text{ см}^3$, що відповідає 0,87% Al_2O_3 до TiO_2 . Суспензію перемішують 15 хвилин, потім додають на протязі 50 хвилин розчин алюмінату натрію з масовою концентрацією 300 г/дм^3 Al_2O_3 до $\text{pH}=6,9-7,1$ в кількості 2 см^3 , що відповідає 1,9% Al_2O_3 до TiO_2 . Дозування TiO_2 і Al_2O_3 як і за прототипом складає відповідно 1% та 3%. Суспензію перемішують 50 хвилин і далі доводять до готового пігменту, як описано в прикладі 1. Фізико-хімічні показники пігменту подані в таблиці.

Суспензію тонкої фракції з масовою концентрацією 140 г/дм^3 TiO_2 і об'ємом 60 м^3 при перемішуванні нагрівають гострою парою до 60°C , потім додають із мірника рідке скло з масовою концентрацією 100 г/дм^3 SiO_2 в кількості $0,84 \text{ м}^3$, що відповідає 1% SiO_2 до TiO_2 . Суспензію перемішують 15 хвилин, потім повільно нейтралізують розчином сульфату алюмінію з масовою концентрацією 100 г/дм^3 , Al_2O_3 в три стадії до pH 8,8; 7,8 та 6,9 з витримкою 10 хвилин після кожної стадії. Загальне витрачання сульфату алюмінію на нейтралізацію до $\text{pH}=6,9$ складає 0,13% Al_2O_3 до TiO_2 . Потім повільно доливають надлишок сульфату алюмінію до $\text{pH}=4$ в кількості $0,73 \text{ м}^3$, що відповідає 0,87% Al_2O_3 до TiO_2 . Суспензію перемішують 15 хвилин, потім додають на протязі 50 хвилин розчин алюмінату натрію з масовою концентрацією 300 г/дм^3 Al_2O_3 до $\text{pH}=6,9$ в кількості $0,56 \text{ м}^3$, що відповідає 2% Al_2O_3 до TiO_2 . Суспензію перемішують 50 хвилин і далі доводять до готового пігменту, як описано в прикладі 1.

Дозування SiO_2 та Al_2O_3 до TiO_2 , як і за прототипом, складає відповідно 1% та 3%. Фізико-хімічні показники пігменту подані в таблиці.

Суспензію тонкої фракції з масовою концентрацією 160 г/дм^3 і об'ємом 60 м^3 при перемішуванні нагрівають гострою парою до 70°C , потім додають із мірника рідке скло з масовою концентрацією 100 г/дм^3 SiO_2 в кількості $0,96 \text{ м}^3$, що відповідає 1% SiO_2 до TiO_2 . Суспензію перемішують 20 хвилин, потім повільно нейтралізують розчином сульфату алюмінію з масовою концентрацією 100 г/дм^3 Al_2O_3 в три стадії до pH 9,2; 8,1; 7,2 з витримкою 20 хвилин після кожної стадії. Загальне витрачання сульфату алюмінію на нейтралізацію до $\text{pH}=7,2$ складає 0,14% Al_2O_3 до TiO_2 . Потім повільно доливають надлишок сульфату алюмінію до $\text{pH}=4,5$ в кількості $0,83 \text{ м}^3$, що відповідає 0,86% Al_2O_3 до TiO_2 . Суспензію перемішують 20 хвилин, потім додають на протязі 60 хвилин розчин алюмінату натрію з масовою концентрацією 300 г/дм^3 Al_2O_3 до $\text{pH}=7,1$ в кількості $0,64 \text{ м}^3$, що відповідає 2% Al_2O_3 до TiO_2 . Суспензію перемішують 60 хвилин і далі доводять до готового пігменту, як описано в прикладі 1. Дозування SiO_2 та Al_2O_3 до TiO_2 , як і за прототипом, складають відповідно 1% та 3%. Фізико-хімічні показники пігменту подані в таблиці.

Таблиця

Фізико-хімічні показники модифікованого пігменту марки Р-ОЗ по ГОСТ 9808-84

№ п/п	Назва показників	Норма, вищий сорт	Результати випробування			
			за прототипом приклад	Запропонований спосіб		
			1	2	3	4
1.	Масова частка діоксиду титану (%), не менше	90	91,9	91,8	92,2	92,3
2.	Масова частка рутильної форми (%), не менше	97	98	98	99	98
3.	Масова частка літучих речовин (%), не менше	0,5	0,3	0,3	0,4	0,3
4.	Масова частка речовин, розчинних у воді (%), не більше	0,2	0,2	0,12	0,13	0,12
5.	pH водної суспензії	6,5-8,0	7,5	7,2	7,3	7,2
6.	Залишок на ситі із сіткою 0045 (%), не більше	0,01	0,005	0,003	0,002	0,005
7.	Вибілююча здатність, умовні одиниці, не менше	1800	1870	1890	1870	1890
8.	Покривання, г/м^2 , не більше	35	32	30	31	30
9.	Диспергування (мкм), не більше	15	15	13	13	14
10.	Білізна, умовні одиниці, не менше	96	96,2	96,3	96,2	96,5
11.	Фотохімічна активність, АЕ	-	0,8	0,6	0,5	0,6

Як видно з таблиці, запропонований спосіб модифікування діоксиду титану при отриманні марки Р-ОЗ по ГОСТ 9808-84 за якісними показниками не поступається способу за прототипом, а за показниками "водорозчинні солі" і "фотохімічна активність" перевищує зазначений спосіб. Крім того, в запропонованому способі зменшується кількість реагентів при модифікуванні з п'яти до трьох і зменшується обладнання та трудозатрат.

Література:

- Беленький Є.Ф., Рискін І.В. "Хімія і технологія пігментів", Л., 1974.
- Горощенко Я.Г. "Хімія титану", Київ, "Наукова думка", 1970.
- Горощенко Я.Г. "Хімія титану", ч. 2, Київ, "Наукова думка", 1972.
- Проекти титанового цеху №3, архів ДАК "Титан".
- Патент ФРН, 1211348, 26.08.1961.