



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 865785

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 17.01.80 (21) 2871057/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.09.81. Бюллетень № 35

Дата опубликования описания 23.09.81

(51) М. Кл.³

С 01 В 17/90

(53) УДК 661.254
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

В.П.Титов, В.В.Печковский, В.А.Тюстин, А.Ф.Кожевников,
В.Ф.Майданик, В.П.Вершинин и В.В.Мещеряков

(71) Заявитель

-

(54) СПОСОБ РЕГЕНЕРАЦИИ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ

1

Изобретение относится к способам очистки серной кислоты, являющейся отходом производства двуокиси титана.

Известен способ регенерации гидролизной серной кислоты, заключающийся в том, что в исходную кислоту вводят изопропиловый спирт в количестве 6-7%, затем охлаждают ее до 4-7°C, отделяют выпавший осадок, а фильтрат подвергают упариванию при 120°C и повторному охлаждению до 40°C с последующим введением в него осадка выпавших солей и фильтрацией [1].

Недостатком этого способа является его многостадийность, а также малая скорость фильтрации (123 л/м²ч).

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ регенерации серной кислоты путем упаривания отходов производства двуокиси титана в присутствии осадителей Na₂SO₄ или K₂SO₄. При этом примесные ионы хрома, железа и алюминия выпадают в виде двойных комплексных солей Na₂Cr₂(SO₄)₄·24 H₂O; Na₂Al₂(SO₄)₄·24 H₂O; Na₂Fe₂(SO₄)₄·24 H₂O, которые отделяются фильтрованием. Присут-

2

ствующие ионы титана в количестве 1,0-1,5 мас.% в осадок не выпадают [2].

5 Однако невозможность выделения титана в осадок ограничивает область применения очищенной кислоты.

Цель изобретения - удаление примесных ионов титана из гидролизной кислоты.

10 Поставленная цель достигается тем, что в исходную регенерируемую кислоту вводят смесь сульфата натрия и фосфорной кислоты, взятых в весовом соотношении 1:0,1-0,4.

15 Кроме того, раствор сульфата натрия в фосфорной кислоте вводят в количестве 3-7 вес.%.

20 При уменьшении указанных количеств не обеспечивается достаточная степень очистки, увеличение же этих количеств не приводит к повышению степени очистки.

25 При совместном введении растворов сульфата натрия и фосфорной кислоты в гидролизную на стадии упаривания происходит образование труднорастворимых сульфатов и фосфатов. Выпавший осадок соединений титана, хрома, алюминия и железа легко отделяется фильтрованием.

30

Пример 1. В 10 л гидролизной кислоты, содержащей, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,7; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 1,7; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 8,6 и TiOSO_4 1,1 вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,1 в количестве 1 мас. %. После упаривания кислоты до 65% осадок выпавших солей отфильтрован. Скорость фильтрации 190 л/м² ч.

Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,2; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,8; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,1 и TiOSO_4 0,9.

Пример 2. В 10 л гидролизной кислоты того же состава вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,1 в количестве 3 мас. %. После упаривания кислоты до 65% осадок выпавших солей отфильтрован. Скорость фильтрации 190 л/м² ч.

Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,05; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,4; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,06 и TiOSO_4 0,6.

Пример 3. Отличается от примера 2 тем, что в гидролизную кислоту вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,1 в количестве 5 мас. %. Скорость фильтрации 200 л/м² ч.

Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,01; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,3; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,02 и TiOSO_4 0,4.

Пример 4. Отличается от примера 2 тем, что в гидролизную кислоту вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,1 в количестве 7 мас. %. Скорость фильтрации 200 л/м² ч.

Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ следы; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,2; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,01 и TiOSO_4 0,4.

Пример 5. Отличается от примера 2 тем, что в гидролизную кислоту вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,1 в количестве 10 мас. %. Скорость фильтрации 200 л/м² ч.

Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ следы; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,2; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,01 и TiOSO_4 0,4.

Пример 6. Отличается от примера 2 тем, что в гидролизную кислоту вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,3 в количестве

5 мас. %. Скорость фильтрации 210 л/м² ч.

Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,01; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,2; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,02 и TiOSO_4 0,1.

5 **Пример 7.** Отличается от примера 2 тем, что в гидролизную кислоту вводят раствор Na_2SO_4 в H_3PO_4 при соотношении 1:0,5 в количестве 7 мас. %. Скорость фильтрации 210 л/м² ч.

10 Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ следы; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,2; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,01 и TiOSO_4 0,05.

15 **Пример 8.** (сравнительный). В 10 л гидролизной кислоты вводят Na_2SO_4 в количестве 7 мас. %. После упаривания кислоты до 65% осадок выпавших солей отфильтрован. Скорость фильтрации 180 л/м² ч.

20 Содержание в фильтрате, мас. %: $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ следы; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,2; $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 0,02 и TiOSO_4 1,1.

25 Использование изобретения позволяет удалить примесные ионы титана из раствора и тем самым значительно расширить область применения регенерированной серной кислоты.

Формула изобретения

30 1. Способ регенерации серной кислоты из отходов производства двуокиси титана путем упаривания ее в присутствии осадителя - сульфата натрия с последующим отделением выпавших солей, отличающийся тем, что, с целью одновременного удаления примесных ионов титана, сульфат натрия используют в смеси с фосфорной кислотой в весовом соотношении

35 1:0,1-0,4, соответственно.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что раствор сульфата натрия в фосфорной кислоте вводят в количестве 3-7 вес. %.

40 Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 461055, кл. С 01 В 17/90.

2. Авторское свидетельство СССР № 292886, кл. С 01 В 17/90, 1969.

Составитель Л. Темирова
Редактор Г. Кацалап Техред И. Асталюш Корректор Г. Решетник

Заказ 7972/32 Тираж 508 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