

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **042064**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2022.12.30**

(51) Int. Cl. **C01G 23/053 (2006.01)**  
**C01G 23/08 (2006.01)**

(21) Номер заявки  
**202290352**

(22) Дата подачи заявки  
**2021.10.27**

---

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА**

---

(31) **2021/0515.2**

(56) **US-A1-20030068268**  
**SU-A1-1778072**  
**RU-C2-2349549**  
**KZ-A-11014**

(32) **2021.05.25**

(33) **KZ**

(43) **2022.11.30**

(96) **KZ2021/065 (KZ) 2021.10.27**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**НЕКОММЕРЧЕСКОЕ  
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО  
"КАЗАХСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ АЛЬ-  
ФАРАБИ" (KZ)**

(72) Изобретатель:  
**Башова Ажар Коспановна,  
Башов Абдуали, Жумабай Фатима  
Мухамбетжанкызы (KZ)**

(57) Изобретение относится к области химии, в частности к способам получения диоксида титана ( $TiO_2$ ), который находит широкое применение в различных отраслях техники и промышленности. Задачей предлагаемого изобретения является разработка способа получения диоксида титана. Поставленная техническая задача достигается химическим растворением титановых электродов в сернокислом растворе после предварительной активации металла (титана) при поляризации катодным импульсным током. При этом титан в дальнейшем продолжает самопроизвольно химически растворяться с образованием сульфата титана (III). К образовавшемуся раствору приливают раствор гидроксида аммония ( $NH_4OH$ ) до полного осаждения гидроксида титана. Реакционную смесь отстаивают, затем осадок отфильтровывают, промывают до полного отсутствия аммоний- и сульфат-ионов и прокачивают при температуре 600-700°C. Сущность способа заключается в том, что в водных растворах серной кислоты титановый электрод предварительно активируют, поляризуя катодным импульсным током с промышленной частотой, равной 50 Гц, затем ток отключают и титан продолжает самопроизвольно химически растворяться, как электроотрицательный металл. Предлагаемый способ позволяет растворять титан с получением диоксида титана при минимальных затратах электрической энергии.

**B1**

**042064**

**042064**

**B1**

Предлагаемое изобретение относится к области химии, в частности к способам получения диоксида титана (TiO<sub>2</sub>), который находит широкое применение в различных отраслях техники и промышленности.

В лакокрасочной промышленности диоксид титана применяется для покрытия изделий из дерева, металлической мебели, рулонных покрытий, бытовой техники и транспортного оборудования. Диоксид титана добавляют в высококачественные или тонкие бумаги, при этом бумага становится яркой и непрозрачной, а также он необходим в фармацевтической, косметической и текстильной промышленности. Диоксид титана в форме анатаза является нетоксичным продуктом и разрешен для применения в качестве пищевого красителя (E171), а также для отбеливания обезжиренного молока.

Наночастицы диоксида титана используются в чувствительных к красителям солнечных элементах ("DSSC"), в новой фотоэлектрической технологии, которая имитирует способ преобразования растениями солнечного света в электрическую энергию. Кроме того, диоксид титана применяется в качестве средства для удаления мышьяка в водоочистных сооружениях, в лечении рака (способность поражать и разрушать раковые клетки). При включении TiO<sub>2</sub> в состав цемента он начинает проявлять самоочищающиеся и очищающие воздух свойства.

Как видно из изложенного, диоксид титана пользуется большим спросом у многих потребителей, в этой связи постоянно должны разрабатываться и совершенствоваться способы получения этого соединения, которые могли бы быть более доступными и недорогими.

Титан обладает высокой химической стойкостью во многих агрессивных средах. Также известно, что при анодной поляризации титановый электрод не растворяется, так как на его поверхности образуется оксидная пленка (Ti<sub>x</sub>O<sub>y</sub>), обладающая вентильными свойствами, в результате в электрохимической цепи прекращается протекание электрического тока.

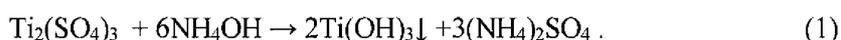
Наиболее близким аналогом к заявленному способу является способ получения диоксида титана (предпатент РК №11014, авторы Башов А. и др., МПК C01G 23/053, опубл. 14.12.2001, бюлл. №12), в котором титановые электроды растворяют, поляризуя промышленным переменным током с частотой 50 Гц в сернокислых растворах. При электролизе наблюдается растворение титановых электродов с образованием ионов трехвалентного титана. Далее к полученному раствору сульфата титана (III) добавляют водный раствор аммиака и образовавшийся осадок гидроксида титана отделяют фильтрацией, сушат и прокачивают при температуре 600-700°C.

Основным недостатком указанного способа является то, что для растворения титана расходуется большое количество электрического тока.

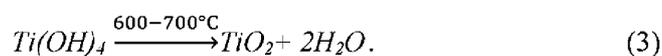
Задачей предлагаемого изобретения является разработка способа получения диоксида титана.

Технический результат - уменьшение расхода электроэнергии при получении диоксида титана.

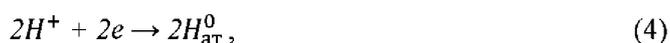
Технический результат достигается химическим растворением титановых электродов в сернокислом растворе после предварительной активации металла (титана) при поляризации катодным импульсным током. При этом титан в дальнейшем продолжает самопроизвольно химически растворяться с образованием сульфата титана (III). К образовавшемуся раствору приливают раствор гидроксида аммония (NH<sub>4</sub>OH) до полного осаждения гидроксида титана - Ti(OH)<sub>3</sub>. Реакционную смесь отстаивают, затем осадок отфильтровывают, промывают до полного отсутствия аммоний- и сульфат-ионов и прокачивают при температуре 600-700°C.



При фильтрации осадка в атмосфере воздуха образуется гидроксид титана (IV), и при его прокаливании формируется диоксид титана:



Как показывают результаты лабораторных исследований, при поляризации катодным импульсным током на поверхности титанового электрода выделяется водород по реакции (4), затем свежесформированный активный атомарный водород взаимодействует с поверхностью титана и формируется гидридная пленка (5):



Слой гидрида на поверхности титана будет в дальнейшем препятствовать образованию оксидов на поверхности титана. Далее титан будет химически самопроизвольно растворяться, как электроотрицательный металл:



Сущность способа заключается в том, что в стеклянном электролизере в водных растворах серной кислоты титановый электрод предварительно поляризуют катодным импульсным током с промышлен-

ной частотой, равной 50 Гц. Через 10 мин ток отключают и далее титан продолжает самопроизвольно химически растворяться по реакции (6).

Пример. Титановый электрод в виде пластины с площадью поверхности, равной  $6 \text{ см}^2$  и графитовый электрод с такой же площадью поверхности погружают в электролизер, приливают 100 мл 20%-ного раствора серной кислоты. Титановый электрод предварительно поляризуют катодным импульсным током в течение 10 мин, плотность тока равна  $800 \text{ А/м}^2$ .

Источником нестационарного тока является ЛАТР и в электрохимическую цепь последовательно к электролизеру присоединяют диод.

В табл. 1 приведено влияние продолжительности опыта на убыль веса титанового электрода ( $\Delta m$ ) после предварительной активации титана катодным импульсным током, и на массу диоксида титана ( $m\text{TiO}_2$ ), образовавшегося после осаждения гидроксидом аммония и прокаливания.

Таблица 1. Влияние продолжительности опыта ( $\tau$ , мин) на убыль веса ( $\Delta m$ ) титанового электрода и на массу образовавшегося диоксида титана ( $m\text{TiO}_2$ )

$\tau$ , мин	30	60	90	120	150	180
$\Delta m$ , г	0,0420	0,0821	0,1259	0,1669	0,2100	0,2513
$m\text{TiO}_2$ , г	0,0705	0,1413	0,2120	0,2822	0,3526	0,4230

При  $\tau_{\text{акт}}=10$  мин,  $\omega(\text{H}_2\text{SO}_4)=20\%$ .

Следует отметить, что без предварительной поляризации катодным импульсным током титан в сернокислом растворе практически не растворяется.

По завершении эксперимента к раствору сульфата титана (III) добавляли гидроксид аммония, после чего образовавшийся гидроксид титана (III) отстаивали и отделяли осадок фильтрацией на воронке Бюхнера, промывали горячей водой до полного отсутствия ионов аммония и сульфат-ионов, сушили и далее прокаливали в муфельной печи при температуре  $600-700^\circ\text{C}$ . Для идентификации полученного соединения были проведены рентгенофазовый и элементный анализы. Полученный продукт идентифицирован как диоксид титана ( $\text{TiO}_2$ ), имеющий белый цвет с желтоватым оттенком с частицами разной формы со средними размерами от 0,8 до 9,0 мкм.

Таким образом, нами показано, что после предварительной обработки катодным импульсным током, поверхность титана активизируется, и в дальнейшем он продолжает самопроизвольно химически растворяться, как электроотрицательный металл. Как показали результаты лабораторных исследований, самопроизвольное растворение титана продолжается в течение 24-х ч и далее. В этой связи можно считать, что предлагаемый способ позволяет растворять титан при минимальных затратах электрической энергии.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения диоксида титана, включающий растворение титанового электрода в сернокислой среде с получением ионов титана (III) и последующим осаждением гидроксида титана раствором гидроксида аммония с дальнейшим отделением и прокаливанием полученного осадка, отличающийся тем, что погруженный в сернокислую среду титановый электрод предварительно поляризуют катодным импульсным током с плотностью тока  $800 \text{ А/м}^2$  и промышленной частотой 50 Гц в течение 10 мин до образования на поверхности титана гидридной пленки, препятствующей образованию оксидов на поверхности титана и тем самым способствующей самопроизвольному растворению титана как электроотрицательного металла, после чего выдерживают в сернокислой среде до завершения самопроизвольного растворения.

