

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(21) **202290352** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки  
2022.11.30

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

(22) Дата подачи заявки  
2021.10.27

---

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА**

---

(31) 2021/0515.2

(32) 2021.05.25

(33) KZ

(96) KZ2021/065 (KZ) 2021.10.27

(71) Заявитель:

**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<sub>2</sub>), 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 сернокислном 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. Реакционную смесь отстаивают, затем осадок отфильтровывают, промывают до полного отсутствия аммоний- и сульфат-ионов и прокаливают 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.

**A1**

**202290352**

**202290352**

**A1**

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА**  
**ТИТАН ДИОКСИДИН АЛУ ТӘСЛИ**  
**METHOD FOR OBTAINING TITANIUM DIOXIDE**

Предлагаемое изобретение относится к области химии, в частности, к способам получения диоксида титана ( $\text{TiO}_2$ ), 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  $\text{TiO}_2$  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 недорогостоящими.

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 ( $Ti_xO_y$ ), обладающая вентильными свойствами, в результате в электрохимической цепи прекращается протекание электрического тока.

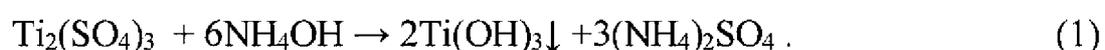
Наиболее близким аналогом к заявленному способу является способ получения диоксида титана (Предпатент РК №11014, авторы Баешов А. и др., МПК C01G 23/053, опубл. 14.12.2001, бюлл. №12), в котором титановые электроды растворяют, поляризуя промышленным переменным током с частотой 50 Гц в сернокислых растворах. 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 прокаливают при температуре 600-700°C.

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

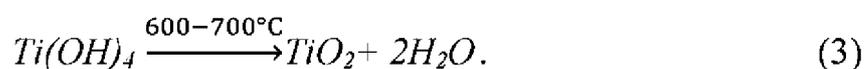
Задачей предлагаемого изобретения является разработка способа получения диоксида титана.

Технический результат – уменьшение расхода электроэнергии при получении диоксида титана.

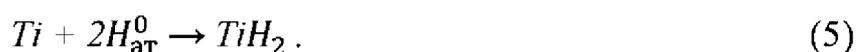
Технический результат достигается химическим растворением титановых электродов в сернокислом растворе после предварительной активации металла (титана) при поляризации катодным импульсным током. При этом титан в дальнейшем продолжает самопроизвольно химически растворяться с образованием сульфата титана (III). К образовавшемуся раствору приливают раствор гидроксида аммония ( $NH_4OH$ ) до полного осаждения гидроксида титана -  $Ti(OH)_3$ . Реакционную смесь отстаивают, затем осадок отфильтровывают, промывают до полного отсутствия аммоний- и сульфат-ионов и прокаливают 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 свежесформованный активный атомарный водород взаимодействует с поверхностью титана и формируется гидридная пленка (5):



Слой гидроксида 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 промышленной частотой, равной 50 Гц. Через 10 минут ток отключают и далее титан продолжает самопроизвольно химически растворяться по реакции (6).

Пример. Титановый электрод в виде пластины с площадью поверхности, равной 6 см<sup>2</sup> 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 минут, плотность тока равна 800 А/м<sup>2</sup>.

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

В таблице 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 ( $m\text{TiO}_2$ ) при  $\tau_{\text{акт}} = 10$  мин,  $\omega(\text{H}_2\text{SO}_4) = 20\%$

$\tau$ , 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

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°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 часов 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 минут 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.

**ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ**  
(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

**202290352**

**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:**

**C01G 23/053 (2006.01)**

**C01G 23/08 (2006.01)**

Согласно Международной патентной классификации (МПК)

**Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:**

Просмотренная документация (система классификации и индексы МПК)

C01G 23/04-C01G 23/08

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, используемые поисковые термины)  
ЕАПАТИС, WIPO Patentscope, Espacenet (Worldwide collection)

**В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ**

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	US 2003/0068268 A1 (SAKATANI YOSHIAKI, KOIKE HIRONOBU, SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED), 10.04.2003, весь документ	1
A	SU 1778072 A1 (САМОЙЛОВА Г. Г. И ДР), 30.11.1992, весь документ	1
A	RU 2 349 549 C2 (ВОЛКОВ В.Л., ЗАХАРОВА Г.С.), 20.03.2009, весь документ	1
D,A	KZ 11014 A (БАЕШОВ А.Б. И ДР.), 26.05.2000, весь документ	1

последующие документы указаны в продолжении

\* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

«E» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

«O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

«X» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

«Y» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: **01/06/2022**

Уполномоченное лицо:

Заместитель начальника отдела механики,  
физики и электротехники

 Д.Ф. Крылов