

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 12 (3)



INDUSTRISKE SVOJINE

Izdan 1. Juna 1927.

PATENTNI SPIS BR. 4315

Pierre Piperaut, André Helbronner, Paris i Société Anonyme Compagnie Général des Produits Chimiques de Louvre, Louvre, Francuska.

Postupak za izradu titanovih i cinkovih jedinjenja.

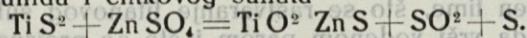
Prijava od 14. novembra 1923.

Važi od 1. oktobra 1925.

Traženo pravo prvenstva od 25. novembra 1922. (Francuska).

Ovaj se pronalazak odnosi na izradu čiste titanove kiseline, jedinjenja titanove kiseline i cink-sulfida, titanove kiseline i cinkovog oksida, titanove kiseline, cink-sulfida i barijumovog sulfata.

Pronalazak se sastoji u tome što se u zatvorenoj peći sagoreva smeša titanovog sulfida i cinkovog sulfata

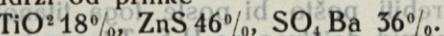


Po izlasku iz peći dobija se jedno sasvim belo jedinjenje koje sadrži od prilike 45% TiO² i 55% ZnS i koje već kao takvo može da se upotrebi za slikarstvo. Kao što gornja formula sa naznačenim stranama pokazuje, nalazimo se u prisustvu jednog molekila sumpora, koji je suvišan; sloga je potrebno da se upotrebi ekvivalent cinkovog sulfata t. j. Zn SO₄ + 1/2 SO₄. Na taj način dobija se jedan beli produkt, koji sadrži 36% TiO² i 64% ZnS.

Ako se — mesto da se radi u zatvorenoj peći — greje u prisustvu vazduha, dobijaju se bela tela jedinjenja ZnO TiO² koja odgovaraju donekle izmenjenim gornjim srazmerama usled zamjenjivanja sumpora kiseonikom. Formiranje ZnO pod ovim uslovima vrši se vrlo lako i na nižoj temperaturi nego sagorevanjem čistog cinkovog sulfata i pri tome ne ostaje nerastvoren sulfat. Na taj način dobijaju se bela tela jedinjenja, čija je formula TiO² ZnO ili TiO², 1.50 ZnO, koja sadrže po 50% i 40% i 60% titanove kiseline i cinkovog oksida.

S druge strane smeša pretvorena u prah

i sasvim homogena od TiS₂ + ZnSO₄ + BaS daje posle sagorevanja belo jedinjenje, koje sadrži od prilike



Najzad kad se titanov sulfid peče na isti način kako se peku i sumporne rude, dobija se čista titanova kiselina. Ovo pečenje može da se sproveđe pomoću samosagorevanja, pošto oslobođena topota služi za prethodnu preradu titanovih ruda. Titanova kiselina dobivena na ovaj način vrlo je različita u pogledu sastava od one, koja se dobija vlažnim putem i bolja je od nje. Treba naglasiti da se u celoj ovoj proceduri postupa suvim putem.

Primera radi može se postupiti na sledeći način:

1. Ilmenit FeO · TiO² pomešan sa ugljenom i sumpornom kiselinom ili piritolom sagoreva u zatvorenom sudu.

2. Dobijeno jedinjenje sačinjeno od raznih titanovih oksida i sulfida gvožđa izlaže se dejstvu razblažene sumporne kiseline, usled čega nastupa oslobođavanje sumporovog vodonika i formiranje sulfata gvožđa, pošto titan ostaje nerastvoren.

3. Kad se ovi titanovi oksidi isperu i dođa im se ugljen, posipaju se hlorom pri temperaturi tamnog usijanja, potom obrazovani titan, održan u stanju pare na niskoj temperaturi prolazi kroz jedan niz praznih sudova na oko 400° istovremeno sa srujom suvog sumpor-vodonika (proizvedenog pod 2), obe se ove radnje mogu vezati

da bi se izbeglo gubljenje H_2S zgušnjavanjem proizvedenog titanovog hlorida u aparatu, koji se održava na oko 100° i u koji će se uvesti sumpor-vodonik.

Titanov sulfid obrazuje se unutra na izlasku iz cevi gde pristižu pare H_2S i $TiCl_4$. Da bi se operacija olakšala ove cevi za reakciju su kratke i praćene komorama za smeštaj titanovog sulfida, s druge strane, oslobođa se hlorna kiselina, koja se ponova daje lako pretvoriti u hlor.

4. Ovaj titanov sulfid se peče bilo sam bilo izmešan kao što je gore rečeno i da je čistu titanovu kiselinu TiO_2 ili jedinjenje ($TiO_2 \cdot Zn$) ($TiO_2 \cdot ZnO$) ($TiO_2 \cdot ZnS$ $BaSO_4$).

Ova fabrikacija može da se vrši i samo u jednoj peći na četiri sprata. U donjem delu peće se titanov sulfid iznad smeše rude i sumpor ugljenika u zatvorenoj peći, iznad toga će se vršiti napad hlorom i najzad na gornjem delu titanovog tetrahlorida rastvaraće se pomoću sumpornog vodonika. U svima spratovima održavaće se temperatura koja odgovara svakoj pojedinoj reakciji.

Mesto titanovog tetrahlorida može se upotrebiti tetrafluorid koji se lakše radi, koji ključa na 280° i daje fluornu kiselinu koja se može vrlo lako povratiti i ponova ući na ovaj ciklus. Brom se takođe može upotrebiliti pošto bi posle toga titanov te-trabromid dejstvao na H_2S . Titanov bromid se proizvodi lako kad se podje od titanove kiseline dobivene po § 1; ona ključa na 230° ali može da ostane u tečnom stanju i na oko 100° i ima mnogo manji napon nego hlorna kiselina; uz to brom se može ponova lako uhvatiti.

Prema lokalnim prilikama može se operisati sa mešovitim telima, fluor i hlor, ili brom i hlor u kojim je telima jedan od elemenata zamjenjen molekularno drugim, na pr.: titanov hlorobromid $TiBrCl_3$ rađen sa H_2S daje hlornu i bromnu kiselinu i željeni sulfid.

Prema lokalnim prilikama može se operisati sa mešovitim telima, fluor i hlor, ili brom i hlor u kojim je telima jedan od elemenata zamjenjen molekularno drugim, na pr.: titanov hlorobromid $TiBrCl_3$ rađen sa H_2S daje hlornu i bromnu kiselinu i željeni sulfid.

5. Doprinosi i rezultanti sačinjeni su na sljede-

će tablici rezultanti su rezultanti sumporne kiseline sa sumpornom kiselinom i sumpornom kiselinom sa sumpornom kiselinom.

6. Kada se ovu rezultantu okreći i do-

da im se uključi poslednja polovina opreza-

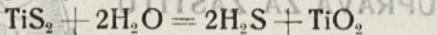
temperaturni izmudor u rezultatu, to je rezultat

sudjelova na oko 400° izotermne sa sit-

jom sumpor-vodonika (potiskanog u

pod § 2), ope se ove rezultate mogu dobiti

Ako jednovremeno hoće da se izrađuje i čista titanova kiselina i ostala opisana jedinjenja, izložiće se dejstvu vodene pare titanov sulfid pa zatim pošto se izvadi suvišak vode pustiće se da sumpor-vodonik dejstvuje na $TiCl_4$.



Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu titanovog sulfida naznačen time, što se pomoću H_2S vrši reakcija na tetrafluorid, hlorid i titanov bromid.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se rastvaranje titanovog sulfida vrši pomoću cinkovog sulfata.

3. Postupak po zahtevima 1 i 2, naznačen time, što se kombinuju sledeće operacije: a) formiranje fluorida, hlorida i titanovog bromida; b) rastvaranje proizvoda pod a) pomoću H_2S ; c) rastvaranje titanovog sulfida stvorenog pod b) pomoću cinkovog sulfata u zatvorenoj peći ili suvim vazduhom; d) raslvaranje titanovog sulfata stvorenog pod b) pulem pečenja.

4. Postupak po zahtevima 1—3, naznačen time, što se ruda prethodno izlaže dejstvu ugljen-disulfita a potom izlaže i dejstvu sumporne kiseline i time, što se dobiveni sumpor-vodonik iskoristiće.

5. Postupak po zahtevima 1—4, naznačen time, što se raslvaranje titanovog sulfida vrši vodenom parom i što se proizvedeni H_2S iskoristiće.

6. Postupak po zahtevima 1—5, naznačen time, što se dešava regeneracija međuproducta HCl , HF , HBr .

7. Postupak po zahtevima 1—6, naznačen time, što se njime dobijaju dvojne smeše od TiO_2 , ZnS ; trojne smeše TiO_2 , ZnS , $BaSO_4$ i dvojne smeše TiO_2 , ZnO .