

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C25D 3/54 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810132725.0

[43] 公开日 2008 年 11 月 19 日

[11] 公开号 CN 101307476A

[22] 申请日 2008.7.11

[21] 申请号 200810132725.0

[71] 申请人 哈尔滨飞机工业集团有限责任公司

地址 150066 黑龙江省哈尔滨市平房区友协
大街 15 号

[72] 发明人 于四龙 李连军 万 杰 王朝琳
张 岩

[74] 专利代理机构 中国航空专利中心
代理人 梁瑞林

权利要求书 1 页 说明书 5 页

[54] 发明名称

无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法

[57] 摘要

本发明无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法属于表面处理技术，涉及无氰电镀镉钛工艺中主要成分钛盐的制备方法。其特征在于，制备的步骤如下：药品准备；制备钛盐。本发明能配制出高质量的无氰电镀镉钛技术所需要的钛盐，满足了无氰电镀镉钛技术的要求，便于无氰电镀镉钛技术的推广。

1、无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法,其特征在于,制备的步骤如下:

1.1、药品准备;

硫酸氧钛 ($\text{TiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 工业级;

偏钛酸 (H_2TiO_3) 工业级;

盐酸 (比重 1.19) 化学纯;

硫酸 (比重 1.84) 工业级;

氨水 (1: 1) 化学纯;

1.2、制备钛盐;

1.2.1、制备硫酸氧钛水溶液;称取不小于 500 克的硫酸氧钛放入容器中,加入 3~4 倍重量的去离子水,充分搅拌澄清后得到无色透明硫酸氧钛水溶液,过滤后测量溶液的含钛量,然后存放在干净的密闭的玻璃瓶内备用;

1.2.2、制备氢氧化钛;按无氰电镀镉钛槽液配方所需要的金属钛含量,计算出所需要的硫酸氧钛溶液量,量取所需要的硫酸氧钛溶液,将其放在一个容器内,加入 3~5 倍的去离子水稀释,然后用 1: 1 的氨水缓慢地加入到硫酸氧钛水溶液中,边加边搅拌,这时便有白色氢氧化钛沉淀产生,反应过程中的温度控制在 $0 \sim 10^\circ\text{C}$,加入氨水时,经常用 pH 试纸测定 pH 值,当 pH 值达到 7~8 时停止加氨水,通过过滤得到氢氧化钛沉淀;

1.2.3、提纯氢氧化钛沉淀;将制成的氢氧化钛沉淀,采用虹吸方法用大量去离子水清洗,直到滤去硫酸根离子,直到在清洗水中滴加氯化钡溶液不产生沉淀为止,然后用滤布将氢氧化钛沉淀过滤、挤干;

1.2.4、测量氢氧化钛沉淀的钛含量;要求氢氧化钛沉淀中的钛含量不低于 1.0%,分析方法按 HB5421 进行;

1.2.5、向制成的氢氧化钛沉淀中加入盐酸;将步骤 1.2.3 得到的氢氧化钛用化学纯盐酸溶解,盐酸的比重为 1.19,盐酸加入量为氢氧化钛沉淀重量的 $10\% \pm 1\%$,加入盐酸后,待溶液全部澄清后,经过滤,加入无氰电镀镉钛槽液中。

无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法

技术领域

本发明属于表面处理技术，涉及无氰电镀镉钛工艺中主要成分钛盐的制备方法。

背景技术

对于高强度钢的表面防护，目前多采用含氰的电镀镉钛工艺，以减少氢脆对高强度钢的危害。对于这种电镀技术，其主要功能性成分钛盐决定了工艺的稳定性和可靠性。国内已经出现无氰的电镀镉钛工艺，该工艺取消了剧毒的氰化物，有利于保护环境和操作者的安全。但是，作为电镀配方中的主要成分的钛盐如何制备，现在尚没有公开的文献可以借鉴，而且目前国内没有任何企业生产上述钛盐，使用方只能自行研制，限制了无氰电镀镉钛技术的应用推广。

发明内容

本发明的目的是：提供一种无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法，该方法能配制出高质量的钛盐，满足无氰电镀镉钛技术的要求。

本发明的技术方案是：无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法，其特征在于，制备的步骤如下：

1、药品准备；

硫酸氧钛 ($\text{TiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 工业级；

偏钛酸 (H_2TiO_3) 工业级；

盐酸（比重 1.19） 化学纯；

硫酸（比重 1.84） 工业级；

氨水（1：1） 化学纯；

2、制备钛盐；

2.1、制备硫酸氧钛水溶液；称取不小于 500 克的硫酸氧钛放入容器中，加入 3~4 倍重量的去离子水，充分搅拌澄清后得到无色透明硫酸氧钛水溶液，过滤后测量溶液的含钛量，然后存放在干净的密闭的玻璃瓶内备用；

2.2、制备氢氧化钛;按无氰电镀镉钛槽液配方所需要的金属钛含量,计算出所需要的硫酸氧钛溶液量,量取所需要的硫酸氧钛溶液,将其放在一个容器内,加入3~5倍的去离子水稀释,然后用1:1的氨水缓慢地加入到硫酸氧钛水溶液中,边加边搅拌,这时便有白色氢氧化钛沉淀产生,反应过程中的温度控制在0~10℃,加入氨水时,经常用pH试纸测定pH值,当pH值达到7~8时停止加氨水,通过过滤得到氢氧化钛沉淀;

2.3、提纯氢氧化钛沉淀;将制成的氢氧化钛沉淀,采用虹吸方法用大量去离子水清洗,直到滤去硫酸根离子,直到在清洗水中滴加氯化钡溶液不产生沉淀为止,然后用滤布将氢氧化钛沉淀过滤、挤干;

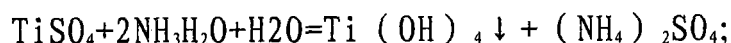
2.4、测量氢氧化钛沉淀的钛含量;要求氢氧化钛沉淀中的钛含量不低于1.0%,分析方法按HB5421进行;

2.5、向制成的氢氧化钛沉淀中加入盐酸;将步骤1.2.3得到的氢氧化钛用化学纯盐酸溶解,盐酸的比重为1.19,盐酸加入量为氢氧化钛沉淀重量的10%±1%,加入盐酸后,待溶液全部澄清后,经过滤,加入无氰电镀镉钛槽液中。

本发明的优点是:能配制出高质量的无氰电镀镉钛技术所需要的钛盐,满足了无氰电镀镉钛技术的要求,便于无氰电镀镉钛技术的推广。

具体实施方式

下面对本发明做进一步详细说明。本发明的制备原理是:用工业硫酸氧钛,先将硫酸氧钛配制成水溶液,然后加氨水,生成钛盐,再将沉淀物和盐酸作用制备成氯氧钛,以用于电镀,其化学反应式如下:



本发明无氰电镀镉钛用钛盐的制备方法,其特征在于,制备的步骤如下:

1、药品准备;

硫酸氧钛 ($\text{TiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 工业级;

偏钛酸 (H_2TiO_3) 工业级;

盐酸 (比重 1.19) 化学纯;

硫酸 (比重 1.84) 工业级;

氨水 (1:1) 化学纯;

2、制备钛盐;

2.1、制备硫酸氧钛水溶液;称取不小于 500 克的硫酸氧钛放入容器中,加入 3~4 倍重量的去离子水,充分搅拌澄清后得到无色透明硫酸氧钛水溶液,过滤后测量溶液的含钛量,然后存放在干净的密闭的玻璃瓶内备用;

2.2、制备氢氧化钛;按无氰电镀镉钛槽液配方所需要的金属钛含量,计算出所需要的硫酸氧钛溶液量,量取所需要的硫酸氧钛溶液,将其放在一个容器内,加入 3~5 倍的去离子水稀释,然后用 1:1 的氨水缓慢地加入到硫酸氧钛水溶液中,边加边搅拌,这时便有白色氢氧化钛沉淀产生,反应过程中的温度控制在 0~10℃,加入氨水时,经常用 pH 试纸测定 pH 值,当 pH 值达到 7~8 时停止加氨水,通过过滤得到氢氧化钛沉淀;

2.3、提纯氢氧化钛沉淀;将制成的氢氧化钛沉淀,采用虹吸方法用大量去离子水清洗,直到滤去硫酸根离子,直到在清洗水中滴加氯化钡溶液不产生沉淀为止,然后用滤布将氢氧化钛沉淀过滤、挤干;

2.4、测量氢氧化钛沉淀的钛含量;要求氢氧化钛沉淀中的钛含量不低于 1.0%,分析方法按 HB5421 进行;

2.5、向制成的氢氧化钛沉淀中加入盐酸;将步骤.2.3 得到的氢氧化钛用化学纯盐酸溶解,盐酸的比重为 1.19,盐酸加入量为氢氧化钛沉淀重量的 10%±1%,加入盐酸后,待溶液全部澄清后,经过滤,加入无氰电镀镉钛槽液中。

实施例 1。

2、制备钛盐;

2.1、制备硫酸氧钛水溶液;称取 812 克的硫酸氧钛放入容器中,加入 3.5 倍重量的去离子水,充分搅拌后,静置 24 小时,澄清后得到无色透明硫酸氧钛水溶液,过滤后测量溶液的含钛量,然后存放在干净的密闭的玻璃瓶内备用;

2.2、制备氢氧化钛;按无氰电镀镉钛槽液配方所需要的金属钛含量,计算出所需要的硫酸氧钛溶液量,量取所需要的硫酸氧钛溶液,将其放在一个容器内,加入 5 倍的去离子水稀释,然后将 1:1 的 3000 毫升氨水溶液缓慢地加入到硫酸氧钛水溶液中,边加边搅拌,这时便有白色氢氧化钛沉淀产生,反应过程中的温度控制在 7℃左右。加入氨水时,经常用

pH 试纸测定 pH 值, 当 pH 值达到 7.4 时停止加氨水, 通过过滤得到氢氧化钛沉淀;

2.3、提纯氢氧化钛沉淀 8.6 千克。

2.4、测量氢氧化钛沉淀的钛含量; 氢氧化钛沉淀中的钛含量为 1.2%,

2.5、向制成的氢氧化钛沉淀中加入盐酸; 将步骤. 2.3 得到的氢氧化钛用化学纯盐酸溶解, 盐酸的比重为 1.19, 盐酸加入量为氢氧化钛沉淀重量的 $10\% \pm 1\%$, 加入 0.86 千克盐酸后, 待 4 小时溶液全部澄清后, 经过滤, 加入无氰电镀镉钛槽液中。

实施例 2

2、制备钛盐;

2.1、制备硫酸氧钛水溶液; 称取不小于 500 克的硫酸氧钛放入容器中, 加入 3 倍重量的去离子水, 充分搅拌后, 静置 24 小时, 澄清后得到无色透明硫酸氧钛水溶液, 过滤后测量溶液的含钛量, 然后存放在干净的密闭的玻璃瓶内备用;

2.2、制备氢氧化钛; 按无氰电镀镉钛槽液配方所需要的金属钛含量, 计算出所需要的硫酸氧钛溶液量, 量取所需要的硫酸氧钛溶液, 将其放在一个容器内, 加入 3.8 倍的去离子水稀释, 然后将 1: 1 的 1850 毫升氨水溶液缓慢地加入到硫酸氧钛水溶液中, 边加边搅拌, 这时便有白色氢氧化钛沉淀产生, 反应过程中的温度控制在 5°C 左右。加入氨水时, 经常用 pH 试纸测定 pH 值, 当 pH 值达到 7.8 时停止加氨水, 通过过滤得到氢氧化钛沉淀;

2.3、提纯氢氧化钛沉淀 5.29 千克。

2.4、测量氢氧化钛沉淀的钛含量; 氢氧化钛沉淀中的钛含量为 1.16%,

2.5、向制成的氢氧化钛沉淀中加入盐酸; 将步骤. 2.3 得到的氢氧化钛用化学纯盐酸溶解, 盐酸的比重为 1.19, 盐酸加入量为氢氧化钛沉淀重量的 $10\% \pm 1\%$, 加入 0.53 千克盐酸后, 待溶液 6 小时全部澄清后, 经过滤, 加入无氰电镀镉钛槽液中。

实施例 3。

2、制备钛盐;

2.1、制备硫酸氧钛水溶液; 称取不小于 350 克的硫酸氧钛放入容器

中, 加入 3.5 倍重量的去离子水, 充分搅拌后, 静止 24 小时, 澄清后得到无色透明硫酸氧钛水溶液, 过滤后测量溶液的含钛量, 然后存放在干净的密闭的玻璃瓶内备用;

2.2、制备氢氧化钛; 按无氰电镀镉钛槽液配方所需要的金属钛含量, 计算出所需要的硫酸氧钛溶液量, 量取所需要的硫酸氧钛溶液, 将其放在一个容器内, 加入 5 倍的去离子水稀释, 然后将 1: 1 的 1300 毫升氨水溶液缓慢地加入到硫酸氧钛水溶液中, 边加边搅拌, 这时便有白色氢氧化钛沉淀产生, 反应过程中的温度控制在 3℃左右。加入氨水时, 经常用 pH 试纸测定 pH 值, 当 pH 值达到 7.5 时停止加氨水, 通过过滤得到氢氧化钛沉淀;

2.3、提纯氢氧化钛沉淀 3.75 千克。

2.4、测量氢氧化钛沉淀的钛含量; 氢氧化钛沉淀中的钛含量为 1.15%,

2.5、向制成的氢氧化钛沉淀中加入盐酸; 将步骤. 2.3 得到的氢氧化钛用化学纯盐酸溶解, 盐酸的比重为 1.19, 盐酸加入量为氢氧化钛沉淀重量的 10%±1%, 加入 0.38 千克盐酸后, 待溶液 5.5 小时全部澄清后, 经过滤, 加入无氰电镀镉钛槽液中。。