(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108341429 A
(43)申请公布日 2018.07.31

(21)申请号 201810330840.2

(22)申请日 2018.04.13

(71)申请人 重庆鹏越科技发展有限公司
地址 401220 重庆市长寿区凤城街道关口友谊村2号

(72)发明人 肖勇 韦异勇 徐征

(74)专利代理机构 北京高沃律师事务所 11569
代理人 刘奇

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

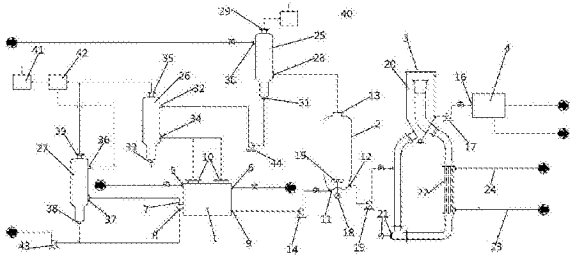
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

一种黑钛液的后处理方法及其使用的装置

(57)摘要

本发明提供了一种黑钛液的后处理方法及其使用的装置，本发明提供的黑钛液的后处理方法采用蒸发浓缩，再依次进行闪蒸结晶、冷却结晶和固液分离，实现了连续化生产，使得更多的硫酸亚铁这一可溶性杂质充分结晶析出分离，提高除杂效率，降低能耗，并且结晶母液铁钛比能够稳定地达到0.25～0.26，且钛浓度为190～220g/L。本发明提供的用于黑钛液后处理的装置，采用闪蒸和冷却两台结晶器配合使用的方式，可达到传统间歇结晶生产工艺5～6台结晶器的产能，提高设备利用率，降低能耗，减小了装置占地面积。



CN 108341429 A

1.一种黑钛液的后处理方法,包括以下步骤:

(1)将黑钛液原液进行蒸发浓缩,得到蒸发浓缩液;所述蒸发浓缩的真空度为-0.08～-0.098MPa;

所述黑钛液原液的温度为50～55℃;以TiO_2计,所述黑钛液原液中钛浓度为125～135g/L;

所述蒸发浓缩液的温度为45～70℃;以TiO_2计,所述蒸发浓缩液中钛浓度为140～170g/L;

(2)将所述步骤(1)得到的蒸发浓缩液进行闪蒸结晶,得到一级晶浆物料;所述闪蒸结晶的绝对压力为2300～2800Pa;

所述闪蒸结晶过程中物料温度稳定在28～38℃;

(3)采用冷却水对所述步骤(2)得到的一级晶浆物料进行冷却结晶,得到二级晶浆物料;所述冷却水的温度为4～11℃;

所述冷却结晶过程中物料温度稳定在15～25℃;

(4)将所述步骤(3)得到的二级晶浆物料进行固液分离,得到结晶母液;以TiO_2计,所述结晶母液中钛浓度为190～220g/L;所述结晶母液中铁钛比为0.25～0.26。

2.根据权利要求1所述的后处理方法,其特征在于,所述步骤(2)得到的一级晶浆物料的温度为28～38℃。

3.根据权利要求1或2所述的后处理方法,其特征在于,所述步骤(2)闪蒸结晶还得到30～35℃的闪蒸二次蒸汽,将所述闪蒸二次蒸汽与15～20℃的水混合冷凝,得到20～25℃的冷凝水;所述闪蒸二次蒸汽和水的质量比为1:(60～120)。

4.根据权利要求3所述的后处理方法,其特征在于,所述步骤(1)蒸发浓缩还得到55～65℃的浓缩二次蒸汽;将所述浓缩二次蒸汽与所述20～25℃的冷凝水混合,得到40～45℃的第二冷凝水;所述浓缩二次蒸汽和20～25℃冷凝水的质量比为1:(30～40)。

5.根据权利要求4所述的后处理方法,其特征在于,所述步骤(1)蒸发浓缩在90～120℃加热蒸汽的作用下进行;所述90～120℃加热蒸汽和黑钛液原液进行热交换后,90～120℃加热蒸汽冷却为65～100℃的汽水混合物;将所述第二冷凝水与所述汽水混合物混合,得到50～55℃的热水;所述第二冷凝水和汽水混合物的质量比为(4～8):1。

6.根据权利要求1所述的后处理方法,其特征在于,所述二级晶浆物料的温度为15～25℃。

7.一种用于黑钛液后处理的装置,其特征在于,包括顺次连通的蒸发浓缩器、一级闪蒸结晶器、二级冷却结晶器和固液分离设备,所述蒸发浓缩器上设置有黑钛液进料口、加热蒸汽入口、加热蒸汽出口、加热蒸汽冷凝水出口、浓缩出料口和浓缩蒸汽出口,所述一级闪蒸结晶器上设置有浓缩进料口、一级结晶出料口和闪蒸蒸汽出口,所述浓缩出料口通过浓缩出料泵与所述浓缩进料口相连通,所述一级结晶出料口通过一级结晶转料泵与所述二级冷却结晶器相连通,所述固液分离设备上设置有晶浆入口,所述二级冷却结晶器通过二级结晶转料泵与所述晶浆入口相连通。

8.根据权利要求7所述的装置,其特征在于,所述蒸发浓缩器为水平管外降膜蒸发浓缩器;所述一级闪蒸结晶器的底部设置有搅拌装置,所述搅拌装置包括相连接的搅拌电机和搅拌叶片;所述二级冷却结晶器包括首尾依次连通的冷却结晶室、循环泵和换热器,所述一

级结晶出料口通过所述一级结晶转料泵与所述冷却结晶室和所述循环泵之间的管路相连通，所述冷却结晶室上设置有二级结晶出料口，所述二级结晶出料口通过所述二级结晶转料泵与所述晶浆入口相连通。

9.根据权利要求8所述的装置，其特征在于，所述换热器分别与低温水上水管道和低温水回水管道相连接。

10.根据权利要求8或9所述的装置，其特征在于，还包括闪蒸二次蒸汽冷凝器、浓缩二次蒸汽冷凝器和加热蒸汽冷凝器，所述闪蒸二次蒸汽冷凝器上设置有闪蒸蒸汽入口、闪蒸不凝气出口、闪蒸冷水入口和闪蒸冷凝水出口，所述闪蒸蒸汽入口与所述一级闪蒸结晶器上的所述闪蒸蒸汽出口相连通，所述浓缩二次蒸汽冷凝器上设置有浓缩冷水入口、浓缩冷凝水出口、浓缩蒸汽入口和浓缩不凝气出口，所述浓缩冷水入口与所述闪蒸冷凝水出口相连通，所述浓缩蒸汽入口与所述蒸发浓缩器的所述浓缩蒸汽出口相连通，所述加热蒸汽冷凝器上设置有加热冷水入口、加热废蒸汽入口、加热热水出口和加热不凝气出口，所述加热冷水入口与所述浓缩冷凝水出口相连通，所述加热废蒸汽入口与所述蒸发浓缩器的所述加热蒸汽出口相连通。

一种黑钛液的后处理方法及其使用的装置

技术领域

[0001] 本发明涉及硫酸法钛白粉生产技术领域，特别是涉及一种黑钛液的后处理方法及其使用的装置。

背景技术

[0002] 钛白粉是现今常用颜料，多采用硫酸法制备钛白粉。在硫酸法钛白粉生产过程中，使用硫酸对钛铁矿或者高钛渣进行消解，所得消解液再进行杂质的去除以及提浓等一系列后处理，即得到主要含有硫酸氧钛、硫酸亚铁以及硫酸的黑钛液；再对黑钛液进行水解即可得到钛白粉。黑钛液中的硫酸亚铁作为一种可溶性杂质需要部分去除，其除去方法通常是利用硫酸亚铁的溶解度受温度影响比较大的特性，将黑钛液降温，使硫酸亚铁以七水合硫酸亚铁结晶的形式析出并得到分离。行业内普遍采用间歇闪蒸结晶工艺或间歇冷却结晶工艺。所得到的结晶母液中的铁钛比指标要求控制在0.35以下，目前国内行业水平普遍在0.28～0.33，更低的铁钛比有利于后续水解反应，但就目前行业的工艺和装备情况来说则需要更多的能源消耗。

[0003] 并且，结晶母液需进一步浓缩以提高溶液总钛浓度至190～230g/L，使之满足后续水解工序质量指标。浓缩所采用的设备多为升膜或降膜式蒸发浓缩器，使用0.1MPa左右的饱和蒸汽作为加热源。

[0004] 如图1和图2所示，分别以方框图的形式展示了目前黑钛液后处理所采用的两种工艺流程。

[0005] 由于以上两种工艺的蒸汽消耗较大，折合每吨产品结晶(使用蒸汽喷射真空泵的闪蒸结晶)与浓缩总的蒸汽单位消耗高达2.3t/t。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于针对现有技术的缺陷和不足，提供一种黑钛液的后处理方法及其使用的装置，本发明的后处理方法以较低的能耗实现铁钛比的降低；并且本发明提供的装置自动化程度高，可实现连续化生产。

[0007] 为实现上述目的，本发明提供了如下方案：

[0008] 本发明提供了一种黑钛液的后处理方法，包括以下步骤：

[0009] (1)将黑钛液原液进行蒸发浓缩，得到蒸发浓缩液；所述蒸发浓缩的真空度为-0.08～-0.098MPa；

[0010] 所述黑钛液原液的温度为50～55℃；以TiO_2计，所述黑钛液原液中钛浓度为125～135g/L；

[0011] 所述蒸发浓缩液的温度为45～70℃；以TiO_2计，所述黑蒸发浓缩液中钛浓度为140～170g/L；

[0012] (2)将所述步骤(1)得到的蒸发浓缩液进行闪蒸结晶，得到一级晶浆物料；所述闪蒸结晶的绝对压力为2300～2800Pa；

[0013] 所述闪蒸结晶过程中物料温度稳定在28～38℃；

[0014] (3)采用冷却水对所述步骤(2)得到的一级晶浆物料进行冷却结晶，得到二级晶浆物料；所述冷却水的温度为4～11℃；

[0015] 所述冷却结晶过程中物料温度稳定在15～25℃；

[0016] (4)将所述步骤(3)得到的二级晶浆物料进行固液分离，得到结晶母液；以TiO_2计，所述结晶母液中钛浓度为190～220g/L；所述结晶母液中铁钛比为0.25～0.26。

[0017] 优选的，所述步骤(2)得到的一级晶浆物料的温度为28～38℃。

[0018] 优选的，所述步骤(2)闪蒸结晶后还得到30～35℃的闪蒸二次蒸汽，将所述闪蒸二次蒸汽与15～20℃的水混合冷凝，得到20～25℃的冷凝水；所述闪蒸二次蒸汽和水的质量比为1：(60～120)。

[0019] 优选的，所述步骤(1)蒸发浓缩后还得到55～65℃的浓缩二次蒸汽；将所述浓缩二次蒸汽与所述20～25℃的冷凝水混合，得到40～45℃的第二冷凝水；所述浓缩二次蒸汽和20～25℃冷凝水的质量比为1：(30～40)。

[0020] 优选的，所述步骤(1)蒸发浓缩在90～120℃加热蒸汽的作用下进行；所述90～120℃加热蒸汽和黑钛液原液进行热交换后，90～120℃加热蒸汽冷却为65～100℃的汽水混合物；将所述第二冷凝水与所述汽水混合物混合，得到50～55℃的热水；所述第二冷凝水和汽水混合物的质量比为(4～8)：1。

[0021] 优选的，所述二级晶浆物料的温度为15～25℃。

[0022] 本发明还提供了一种用于黑钛液后处理的装置，包括顺次连通的蒸发浓缩器、一级闪蒸结晶器、二级冷却结晶器和固液分离设备，所述蒸发浓缩器上设置有黑钛液进料口、加热蒸汽入口、加热蒸汽出口、加热蒸汽冷凝水出口、浓缩出料口和浓缩蒸汽出口，所述一级闪蒸结晶器上设置有浓缩进料口、一级结晶出料口和闪蒸蒸汽出口，所述浓缩出料口通过浓缩出料泵与所述浓缩进料口相连通，所述一级结晶出料口通过一级结晶转料泵与所述二级冷却结晶器相连通，所述固液分离设备上设置有晶浆入口，所述二级冷却结晶器通过二级结晶转料泵与所述晶浆入口相连通。

[0023] 优选的，所述蒸发蒸发浓缩器为水平管外降膜蒸发浓缩器；所述一级闪蒸结晶器的底部设置有搅拌装置，所述搅拌装置包括相连接的搅拌电机和搅拌叶片；所述二级冷却结晶器包括首尾依次连通的冷却结晶室、循环泵和换热器，所述一级结晶出料口通过所述一级结晶转料泵与所述冷却结晶室和所述循环泵之间的管路相连通，所述冷却结晶室上设置有二级结晶出料口，所述二级结晶出料口通过所述二级结晶转料泵与所述晶浆入口相连通。

[0024] 优选的，所述换热器分别与低温水上水管道和低温水回水管道相连接。

[0025] 优选的，还包括闪蒸二次蒸汽冷凝器、浓缩二次蒸汽冷凝器和加热蒸汽冷凝器，所述闪蒸二次蒸汽冷凝器上设置有闪蒸蒸汽入口、闪蒸不凝气出口、闪蒸冷水入口和闪蒸冷凝水出口，所述闪蒸蒸汽入口与所述一级闪蒸结晶器上的所述闪蒸蒸汽出口相连通，所述浓缩二次蒸汽冷凝器上设置有浓缩冷水入口、浓缩冷凝水出口、浓缩蒸汽入口和浓缩不凝气出口，所述浓缩冷水入口与所述闪蒸冷凝水出口相连通，所述浓缩蒸汽入口与所述蒸发浓缩器的所述浓缩蒸汽出口相连通，所述加热蒸汽冷凝器上设置有加热冷水入口、加热废蒸汽入口、加热热水出口和加热不凝气出口，所述加热冷水入口与所述浓缩冷凝水出口相

连通，所述加热废蒸汽入口与所述蒸发浓缩器的所述加热蒸汽出口相连通。

[0026] 本发明提供的黑钛液的后处理方法采用蒸发浓缩，再依次进行闪蒸结晶、冷却结晶和固液分离，实现了连续化生产，使得更多的硫酸亚铁这一可溶性杂质充分结晶析出分离，提高除杂效率，降低能耗，并且结晶母液铁钛比能够稳定地达到0.25～0.26，且钛浓度为190～220g/L。

[0027] 另外，本发明将闪蒸结晶与冷却结晶两种结晶过程有机结合，既利用了闪蒸结晶能耗低的优势，又利用了冷冻结晶易控制的优势，易得到大颗粒、窄粒径分布晶体的优势。

[0028] 本发明提供的用于黑钛液后处理的装置，采用闪蒸和冷却两台结晶器配合使用的方式，可达到传统间歇结晶生产工艺5～6台结晶器的产能，提高设备利用率，降低能耗，减小了装置占地面积。

[0029] 进一步的，本发明提供的黑钛液连续后处理生产装置中充分利用了物料热量，在完成主工艺过程的同时还利用蒸汽浓缩器、一级闪蒸结晶器和二级冷却结晶器中产生的废蒸汽，产出50～55℃热水，用于偏钛酸二次洗涤用水需求，因此无需再设置专门的热水系统，提高了节水节能效果。

附图说明

[0030] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案，下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍，显而易见地，下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例，对于本领域普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动性的前提下，还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0031] 图1为现有间歇闪蒸结晶与浓缩工艺流程方框图；

[0032] 图2为现有间歇冷却结晶与浓缩工艺流程方框图；

[0033] 图3为本发明黑钛液连续后处理生产装置的整体结构示意图；

[0034] 其中，1-蒸发浓缩器、2-一级闪蒸结晶器、3-二级冷却结晶器、4-固液分离设备、5-黑钛液进料口、6-加热蒸汽入口、7-加热蒸汽出口、8-加热蒸汽冷凝水出口、9-浓缩出料口、10-浓缩蒸汽出口、11-浓缩进料口、12-一级结晶出料口、13-闪蒸蒸汽出口、14-浓缩出料泵、15-一级结晶转料泵、16-晶浆入口、17-二级结晶转料泵、18-搅拌电机、19-搅拌叶片、20-冷却结晶室、21-循环泵、22-换热器、23-低温水上水管道、24-低温水回水管道、25-闪蒸二次蒸汽冷凝器、26-浓缩二次蒸汽冷凝器、27-加热蒸汽冷凝器、28-闪蒸蒸汽入口、29-闪蒸不凝气出口、30-闪蒸冷水入口、31-闪蒸冷凝水出口、32-浓缩冷水入口、33-浓缩冷凝水出口、34-浓缩蒸汽入口、35-浓缩不凝气出口、36-加热冷水入口、37-加热蒸汽入口、38-加热热水出口、39-加热不凝气出口、40-闪蒸真空泵、41-浓缩真空泵、42-浓缩真空冷凝器、43-热水泵、44-转水泵。

具体实施方式

[0035] 下面将结合本发明实施例中的附图，对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

[0036] 本发明提供了一种黑钛液的后处理方法，包括以下步骤：

[0037] (1)将黑钛液原液进行蒸发浓缩，得到蒸发浓缩液；所述蒸发浓缩的温度在130℃以下，所述蒸发浓缩的真空度为-0.08～-0.098MPa；

[0038] 所述黑钛液原液的温度为50～55℃；以TiO_2计，所述黑钛液原液中钛浓度为125～135g/L；

[0039] 所述蒸发浓缩液的温度为45～70℃；以TiO_2计，所述黑蒸发浓缩液中钛浓度为140～170g/L；

[0040] (2)将所述步骤(1)得到的蒸发浓缩液进行闪蒸结晶，得到一级晶浆物料；所述闪蒸结晶的绝对压力为2300～2800Pa；

[0041] 所述闪蒸结晶过程中物料温度稳定在28～38℃；

[0042] (3)采用冷却水对所述步骤(2)得到的一级晶浆物料进行冷却结晶，得到二级晶浆物料；所述冷却水的温度为4～11℃；

[0043] 所述冷却结晶过程中物料温度稳定在15～25℃；

[0044] (4)将所述步骤(3)得到的二级晶浆物料进行固液分离，得到结晶母液；以TiO_2计，所述结晶母液中钛浓度为190～220g/L；所述结晶母液中铁钛比为0.25～0.26。

[0045] 本发明将黑钛液原液进行蒸发浓缩，得到蒸发浓缩液。在本发明中，所述所述黑钛液原液的温度为50～55℃，优选为51～52℃；以TiO_2计，所述黑钛液原液中钛浓度为125～135g/L，优选为126～130g/L，进一步优选为126～128g/L。在本发明中，所述黑钛液原液中铁钛比为0.78～0.82；所述铁钛比以黑钛液原液中铁离子和TiO_2的质量比计。本发明对所述黑钛液原液的来源没有特殊要求，采用本领域技术人员所熟知的硫酸法制备钛白粉过程中水解处理前的黑钛液。

[0046] 在本发明中，所述蒸发浓缩的温度优选在130℃以下，进一步优选为90～120℃；在本发明中，所述蒸发浓缩的温度通过90～120℃加热蒸汽提供；所述加热蒸汽和黑钛液原液进行热交换后，所述加热蒸汽冷却为65～100℃的汽水混合物；所述汽水混合物中水为加热蒸汽与黑钛液原液经热交换作用得到的冷凝水，所述汽水混合物中汽为加热蒸汽与黑钛液热交换后剩余的废蒸汽。本发明对所述加热蒸汽的来源没有特殊要求，采用本领域技术人员所熟知的满足温度要求的蒸汽即可。在本发明中，所述蒸发浓缩的真空度为-0.08～-0.098MPa(绝对压力为20～2kPa)，优选为-0.085～-0.095MPa；所述蒸发浓缩的时间优选为30～45min，进一步优选为40～41min。在本发明中，本发明在所述蒸发浓缩过程中实现黑钛液原液中钛浓度的提高，以TiO_2计，所述黑蒸发浓缩液中钛浓度为140～170g/L，优选为145～160g/L。并且，本发明经所述蒸发浓缩过程所述黑钛液原液与90～120℃加热蒸汽之间产生热交换，有浓缩二次蒸汽的产生，随着浓缩二次蒸汽的产生带走黑钛液原液的热量，得到的蒸发浓缩液的温度为45～70℃，优选为48～65℃。

[0047] 所述蒸发浓缩后，本发明将所述蒸发浓缩液进行闪蒸结晶，得到一级晶浆物料。在本发明中，所述闪蒸结晶的绝对压力为2300～2800Pa，优选为2400～2600Pa；所述闪蒸结晶的时间为55～60min，优选为56～59min。本发明在所述绝对压力条件下，生成闪蒸二次蒸汽，带走所述蒸发浓缩液的一部分热量，使得闪蒸结晶过程中物料温度稳定在28～38℃，优选为30～35℃。本发明在该稳定物料温度下，物料会发生过饱和进行发生结晶，实现闪蒸结晶，得到一级晶浆物料。在本发明中，所述一级晶浆物料的温度优选与闪蒸结晶过程中物料

温度一致，进一步优选为28～38℃，更优选为30～35℃。

[0048] 在本发明中，所述闪蒸结晶优选还得到30～35℃的闪蒸二次蒸汽，进一步优选为32～34℃。

[0049] 本发明优选将所述闪蒸二次蒸汽与15～20℃的水混合冷凝，得到20～25℃的冷凝水。本发明对所述15～20℃的水的来源没有特殊要求，采用本领域技术人员所熟知的满足温度要求的水即可；所述水的温度进一步优选为16～18℃。在本发明中，所述闪蒸二次蒸汽和水的质量比优选为1：(60～120)，进一步优选为1：(70～110)，更优选为1：(80～100)。本发明得到的冷凝水的温度进一步优选为22～24℃。

[0050] 在本发明中，前述技术方案所述蒸发浓缩优选还得到55～65℃的浓缩二次蒸汽，所述浓缩二次蒸汽的温度进一步优选为58～62℃。得到冷凝水和浓缩二次蒸汽后，本发明优选将所述浓缩二次蒸汽与闪蒸二次蒸汽冷凝得到的冷凝水混合，得到40～45℃的第二冷凝水，所述二次冷凝水的温度进一步优选为42～44℃。在本发明中，所述浓缩二次蒸汽和冷凝水的质量比优选为1：(30～40)，进一步优选为1：(32～35)。

[0051] 在本发明中，前述技术方案所述蒸发浓缩过程中90～120℃加热蒸汽冷却为65～100℃的汽水混合物，所述汽水混合物的温度进一步优选为70～110℃。得到第二冷凝水和汽水混合物后，本发明将所述第二冷凝水与所述汽水混合物混合，得到50～55℃的热水。在本发明中，所述第二冷凝水和汽水混合物的质量比优选为(4～8)：1，进一步优选为(5～7)：1。在本发明中，所述汽水混合物中的废蒸汽先与第二冷凝水混合产生一定温度的热水，再与所述汽水混合物中的冷凝水混合，得到50～55℃的热水。本发明将所述热水用作偏钛酸二次洗涤用水，提高了蒸汽的能量利用率。

[0052] 得到一级晶浆物料后，本发明采用冷却水对所述一级晶浆物料进行冷却结晶，得到二级晶浆物料。在本发明中，所述冷却水的温度为4～11℃，优选为5～10℃。本发明优选采用所述冷却水通过间壁换热的方式实现对所述一级晶浆物料的降温，带走所述一级晶浆物料的热量，使得物料的温度稳定在15～25℃，优选为18～24℃。在本发明中，经降温的物料会产生过饱和，进而发生结晶，得到二级晶浆物料；所述二级晶浆物料的温度优选与冷却结晶过程中的物料温度一致，进一步优选为15～25℃，更优选为18～24℃。在本发明中，所述冷却结晶的时间优选为55～60min，进一步优选为58～60min；所述冷却结晶的时间指自冷却水对所述一级晶浆进行降温至完成结晶得到二级晶浆物料的时间。

[0053] 得到二级晶浆物料后，本发明将所述二级晶浆物料进行固液分离，得到结晶母液。本发明对所述固液分离的方式没有特殊要求，采用本领域技术人员所熟知的以能实现晶体和液体的分离即可。在本发明中，以TiO_2计，所述结晶母液中钛浓度为190～220g/L，优选为200～215g/L；所述结晶母液中铁钛比为0.25～0.26；所述铁钛比以黑钛液原液中铁离子和TiO_2的质量比计。

[0054] 在本发明中，所述晶体母液满足钛白粉制备过程中水解用黑钛液的要求，可用于水解制备钛白粉。

[0055] 在本发明中，所述蒸发浓缩、闪蒸结晶、冷却结晶和固液分离顺次连续进行；本发明优选连续将黑钛液原液以15～64m^3/h的物料输送速度通入到用于蒸发浓缩结晶的装置中进行蒸发浓缩，并以同样的物料输送速度将所得到的蒸发浓缩液送入用于闪蒸结晶的装置中，与在先通过闪蒸结晶得到的留存在闪蒸结晶装置中的一级晶浆物料混合继续进行闪

蒸结晶，通过控制闪蒸结晶装置的容积与蒸发浓缩液每小时输送至闪蒸结晶装置内的体积比大于1，使得留存在闪蒸结晶装置中一级晶浆物料体积远远大于再次输入的待处理物料体积，两者混合后物料体系的状态不会有太大变化，利于闪蒸结晶和真空系统稳定运行。本发明优选将闪蒸结晶得到的一级晶浆物料输送入用于冷却结晶的装置中，与在先通过冷却结晶得到的留存在用于冷却结晶装置中的二级晶浆物料混合，继续进行冷却结晶，通过控制冷却结晶装置的容积与一级晶浆物料每小时输送至冷却结晶装置内的体积比大于1，使得留存在冷却结晶装置中一级晶浆物料体积远远大于再次输入的待处理物料体积，两者混合后物料体系的状态不会有太大变化，利于冷却结晶。本发明优选将所述二级晶浆物料送入用于固液分离的装置中，进行固液分离，不断得到晶体母液。在本发明中，所述一级晶浆物料输送至冷却结晶装置的速度和二级晶浆物料输送至固液分离装置的速度优选与黑钛液原液输送至蒸发浓缩结晶装置的速度相等。

[0056] 本发明的另一目的在于针对现有技术的缺陷和不足，提供一种连续生产、自动化程度高、产品质量好以及节约能源的黑钛液连续后处理生产装置。

[0057] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂，下面结合附图和具体实施方式对本发明提供的装置作进一步详细的说明。

[0058] 如图3所示，本发明还提供一种黑钛液连续后处理生产装置，包括蒸发浓缩器1、一级闪蒸结晶器2、二级冷却结晶器3和固液分离设备4，蒸发浓缩器1上设置有黑钛液进料口5、加热蒸汽入口6、加热蒸汽出口7、加热蒸汽冷凝水出口8、浓缩出料口9和浓缩蒸汽出口10，一级闪蒸结晶器2上设置有浓缩进料口11、一级结晶出料口12和闪蒸蒸汽出口13，浓缩出料口9通过浓缩出料泵14与浓缩进料口11相连通，一级结晶出料口12通过一级结晶转料泵15与二级冷却结晶器3相连通，固液分离设备4上设置有晶浆入口16，二级冷却结晶器3通过二级结晶转料泵17与晶浆入口16相连通。

[0059] 在本发明的实施例中，所述蒸发浓缩器1中黑钛液进料口5位于蒸发浓缩器1的侧面顶端，便于待处理黑钛液的注入；所述蒸发浓缩器优选含有1个黑钛液进料口。

[0060] 在本发明的实施例中，所述浓缩出料口9位于蒸发浓缩器1的侧面底端与黑钛液进料口5分别处于对侧面，便于蒸发浓缩液的顺畅流出；所述蒸发浓缩器优选含有1个浓缩出料口。

[0061] 在本发明的实施例中，所述加热蒸汽入口6位于所述蒸发浓缩器1的侧面顶端与黑钛液进料口分别处于对侧面，便于加热蒸汽能够与进入蒸发浓缩器1中的待处理黑钛液均能充分接触，提高蒸发浓缩效率；所述蒸发浓缩器优选含有1个加热蒸汽入口。

[0062] 在本发明的实施例中，所述加热蒸汽出口7和加热蒸汽冷凝水出口8并列位于蒸发结晶器1的侧面底端，同时均与加热蒸汽入口6处于对侧面，其中加热蒸汽出口7高于加热蒸汽冷凝水出口8，便于加热蒸汽与待处理黑钛液进行热交换后形成的冷凝水充分被输出；所述蒸发结晶器优选含有1个加热蒸汽出口和1个加热蒸汽冷凝水出口。

[0063] 在本发明的实施例中，浓缩蒸汽出口10位于所述蒸发浓缩器1的上顶面，便于浓缩蒸汽充分排出；所述蒸发浓缩器优选含有2个浓缩蒸汽出口。

[0064] 在黑钛液连续后处理生产装置进行工作时，将加热蒸汽由加热蒸汽入口6导入蒸发浓缩器1内用于与黑钛液进行间壁式热交换，加热蒸汽的温度控制在130℃以下，进一步优选为90～120℃；待蒸发浓缩器1内压力稳定后，将待处理的黑钛液连续地、匀速地送入蒸

发浓缩器1，在所述蒸发浓缩器中浓缩，形成蒸发浓缩液，浓缩得到的黑钛液总钛浓度提升至140～170g/L，蒸发浓缩液的温度为45～70℃自浓缩出料口9输出。

[0065] 将自浓缩出料口输出的蒸发浓缩液通过浓缩出料泵14通过浓缩进料口11连续泵送至一级闪蒸结晶器2，并与一级闪蒸结晶器2中预先制备的28～38℃的黑钛液混合，控制一级闪蒸结晶器2内液面上方保持绝压2300～2800Pa的操作压力，物料在该压力下闪蒸，产生的二次蒸汽带走输入物料的能量，使结晶器内物料温度保持在28～38℃，冷却后的物料产生过饱和度并开始结晶。

[0066] 一级闪蒸结晶器2内得到的一级晶浆物料由一级晶料出口12连续地被一级结晶转料泵15采出并通过二级冷却结晶器进料口(图中未标注)送至二级冷却结晶器3中，并与二级冷却结晶器3中预先制备的15～25℃的黑钛液混合，通过与换热器22内的冷却水发生间壁式传热，使结晶器内物料温度稳定在15～25℃，换热后的物料产生过饱和度并开始结晶。

[0067] 二级冷却结晶器3内的物料由二级结晶转料泵17通过晶浆入口16连续送入固液分离设备4中，分离晶体后的母液连续送入水解工序的原料储罐；固液分离设备4具体可以为转盘式抽滤机、转鼓式离心机、卧式螺旋离心机、烛式过滤器或它们的组合。

[0068] 本发明中蒸发浓缩器优选为水平管外降膜蒸发浓缩器，水平管外降膜蒸发浓缩器与普遍使用的竖管降膜蒸发浓缩器不同，其被蒸发溶液是在水平管外降膜蒸发浓缩器的换热管外表面成膜状分布，而在换热管内加热蒸汽的温度控制在130℃以下。

[0069] 在本发明的实施例中，一级闪蒸结晶器2的底部设置有搅拌装置，搅拌装置包括相连接的搅拌电机18和搅拌叶片19；二级冷却结晶器3包括首尾依次连通的冷却结晶室20、循环泵21和换热器22，一级结晶出料口12通过一级结晶转料泵15与冷却结晶室20和循环泵21之间的管路相连通，冷却结晶室20上设置有位于冷却结晶室20下端的二级结晶出料口(图中未标出)，二级结晶出料口通过二级结晶转料泵17与晶浆入口16相连通，其中，上述二级冷却结晶器3采用配备有循环泵21和管壳式换热器22的强制外循环式结晶器，即在循环泵21的推动下，物料进入管壳式换热器22，并与4～11℃冷却水通过间壁换热的方式移走输入物料热量，使二级冷却结晶器3内的物料温度稳定在15～25℃，换热后的物料产生过饱和度并开始结晶。

[0070] 本发明中换热器22分别与低温水上水管道23和低温水回水管道24相连接。

[0071] 为了对蒸发浓缩器1和一级闪蒸结晶器2中产生的二次蒸汽进行有效的利用，本发明实施例中，所述装置还包括闪蒸二次蒸汽冷凝器25、浓缩二次蒸汽冷凝器26和加热蒸汽冷凝器27，闪蒸二次蒸汽冷凝器25上设置有闪蒸蒸汽入口28、闪蒸不凝气出口29、闪蒸冷水入口30和闪蒸冷凝水出口31，闪蒸蒸汽入口28与一级闪蒸结晶器2上的闪蒸蒸汽出口13相连通，浓缩二次蒸汽冷凝器26上设置有浓缩冷水入口32、浓缩冷凝水出口33、浓缩蒸汽入口34和浓缩不凝气出口35，浓缩冷水入口32与闪蒸冷凝水出口31相连通，浓缩蒸汽入口34与蒸发浓缩器1的浓缩蒸汽出口10相连通，加热蒸汽冷凝器27上设置有加热冷水入口36、加热废蒸汽入口37、加热热水出口38和加热不凝气出口39，加热冷水入口36与浓缩冷凝水出口33相连通，加热废蒸汽入口37与蒸发浓缩器1的加热蒸汽出口7相连通。

[0072] 在本发明的实施例中，所述闪蒸二次蒸汽冷凝器25中闪蒸蒸汽入口28位于所述闪蒸二次蒸汽冷凝器25侧面中间位置；所述闪蒸二次蒸汽冷凝器优选含有1个闪蒸蒸汽入口。在本发明的实施例中，所述闪蒸不凝气出口29位于所述闪蒸二次蒸汽冷凝器25的上顶面，

便于对闪蒸不凝气的收集;所述闪蒸二次冷凝器优选含有1个闪蒸不凝气出口。在本发明的实施例中,所述闪蒸冷水入口30位于所述闪蒸二次蒸汽冷凝器的侧面上端;所述闪蒸二次冷凝器优选含有1个闪蒸冷水入口。在本发明的实施例中,所述闪蒸冷凝水出口位于所述闪蒸二次冷凝器下底面,便于闪蒸冷凝水的顺利排出;所述闪蒸二次蒸汽冷凝器优选含有1个闪蒸冷凝水出口。

[0073] 在本发明的实施例中,所述浓缩二次蒸汽冷凝器26中浓缩冷水入口32位于所述浓缩二次蒸汽冷凝器26的侧面上端,便于浓缩冷凝水自上向下流经浓缩二次蒸汽冷凝管;所述浓缩二次蒸汽冷凝器优选含有1个浓缩冷水入口。在本发明的实施例中,所述浓缩冷凝水出口33位于所述浓缩二次蒸汽冷凝器26的下底面,便于冷凝水向加热蒸汽冷凝器27中的转移;所述浓缩二次蒸汽冷凝器优选含有1个浓缩冷凝水出口。在本发明的实施例中,所述浓缩蒸汽入口34为于浓缩二次蒸汽冷凝器26的侧面下端,便于蒸汽自下而上流经浓缩二次蒸汽冷凝器;所述浓缩二次蒸汽冷凝器优选含有1个浓缩蒸汽入口。在本发明的实施例中,所述浓缩不凝气出口35位于所述浓缩二次蒸汽冷凝器26的上顶面,便于不凝气的充分排出。

[0074] 在本发明的实施例中,所述加热蒸汽冷凝器27中加热冷水入口36位于所述加热蒸汽冷凝器27的侧面上端,所述加热蒸汽冷凝器优选含有1个加热冷水入口。在本发明的实施例中,所述加热废蒸汽入口37位于所述加热蒸汽冷凝器27的侧面下端;所述加热蒸汽冷凝器优选含有1个加热废蒸汽入口。在本发明的实施例中,所述加热热水出口38位于所述加热蒸汽冷凝器27的下底面,便于热水的流出;所述加热蒸汽冷凝器优选含有1个加热热水出口。在本发明的实施例中,所述加热不凝气出口39位于所述加热蒸汽冷凝器27的上顶端;所述加热蒸汽冷凝器优选含有1个加热热水出口。

[0075] 其中,一级闪蒸结晶器2中产生的二次蒸汽通过管路进入闪蒸二次蒸汽冷凝器25中,并在进入闪蒸二次蒸汽冷凝器25中冷水(优选的为20℃)的作用下产生冷凝水,随后冷凝水进入浓缩二次蒸汽冷凝器26中,并与蒸发浓缩器1中产生的二次蒸汽再次产生冷凝水,冷凝水进入加热蒸汽冷凝器27中,并与蒸发浓缩器1中产生的加热废蒸汽再次产生具有一定温度的热水;加热蒸汽冷凝器27产生的热水与蒸发浓缩器1浓缩过程中产生的冷凝水(即加热蒸汽与待处理黑钛液换热产生的冷凝水)相混合,产生符合温度要求的热水(50～55℃),并将热水送出系统并全部用作偏钛酸二次洗涤用水,提高了蒸汽的能量利用率。

[0076] 本发明中闪蒸不凝气出口29与闪蒸真空泵40相连接,浓缩不凝气出口35和加热不凝气出口39均与浓缩真空泵41相连接,其中,不凝气由闪蒸真空泵40、浓缩真空泵41抽出并排向大气;浓缩真空泵41和闪蒸真空泵40可选用罗茨式真空泵、螺杆式真空泵、往复式真空泵、爪式真空泵、油封机械泵、液环式真空泵以及水喷射真空泵等气体输送型真空泵中的一种或由多种真空泵串联形成的机组。

[0077] 为了提高浓缩二次蒸汽冷凝器26和加热蒸汽冷凝器27中产生的不凝气的利用率,本发明中浓缩不凝气出口35和加热不凝气出口39与浓缩真空泵41之间设置有浓缩真空冷凝器42,浓缩真空冷凝器42的冷凝水出口与加热冷水入口36相连通,即通过浓缩真空冷凝器42对浓缩二次蒸汽冷凝器26和加热蒸汽冷凝器27中产生的不凝气进行二次冷凝,产生的冷凝水通入加热蒸汽冷凝器27中,与浓缩二次蒸汽冷凝器26产生的冷凝水一起对蒸发浓缩器1中产生的加热废蒸汽进行冷凝;浓缩真空冷凝器42可以为蒸发式冷凝器、列管式换热器22、板式换热器22、螺旋板式换热器22、直接接触式换热器22等,优选为蒸发式冷凝器,其无

需公用循环水系统的支持，节能节水。

[0078] 为了提高热水集水效率，本发明中加热热水出口38与热水泵43相连接，热水泵43与蒸发浓缩器1的加热蒸汽冷凝水出口8相连接。

[0079] 为了提高转水效率，本发明中闪蒸冷凝水出口31与浓缩冷水入口32之间设置有转水泵44。

[0080] 为了进一步说明本发明，下面结合实施例对本发明提供的黑钛液的后处理方法进行详细地描述，但不能将它们理解为对本发明保护范围的限定。

[0081] 实施例1

[0082] 在蒸发浓缩器中通入温度在130℃以下的加热蒸汽，用于与黑钛液原液进行热交换，同时控制蒸发浓缩器内绝对压力稳定在20kPa水平，将待处理的钛浓度125g/L且铁钛比为0.78的黑钛液连续地、匀速地送入蒸发浓缩器，形成蒸发浓缩液，浓缩得到的黑钛液总钛浓度提升至140g/L，浓缩出料温度为45℃。

[0083] 将蒸发浓缩液通过浓缩出料泵连续泵送至一级闪蒸结晶器中，并与一级闪蒸结晶器2中预先制备的28～38℃的黑钛液混合，控制一级闪蒸结晶器内液面上方保持绝压2300Pa的操作压力，物料在该压力下闪蒸，产生的二次蒸汽带走输入物料的能量，使结晶器内物料温度保持在28～38℃，冷却后的物料产生过饱和度并开始结晶，得到一级晶浆物料。一级闪蒸结晶器内的物料连续地被一级结晶转料泵采出并送至二级冷却结晶器中，并与二级冷却结晶器中预先制备的15～25℃的黑钛液混合，使结晶器内物料温度稳定在15～25℃，换热后的物料产生过饱和度并开始结晶，得到二级晶浆物料。将二级结晶物料由二级结晶转料泵连续送入固液分离设备中，分离晶体后的母液的钛浓度达到190g/L，铁钛比为0.26，连续送入水解工序的原料储罐。

[0084] 实施例2

[0085] 在实施例1进行过程中，一级闪蒸结晶过程中产生温度为30～35℃的闪蒸二次蒸汽与温度为15～20℃的原水，按照1:(60～120)的质量比直接接触，闪蒸二次蒸汽被冷凝，冷凝水与原水混合，由此得到20～25℃水；该水又与蒸发浓缩产生的55～65℃浓缩二次蒸汽以(30～40):1的质量比直接接触，制备得到40～45℃水；所得40～45℃水又与蒸发浓缩产生的温度为60～100℃的废蒸汽生混合，得到50～55℃的热水。该热水全部作为后续生产过程中偏钛酸二次洗涤操作的洗涤用水。

[0086] 由以上实施例可知，本发明提供的黑钛液的后处理方法能耗低，并且能够将黑钛液的铁钛比降低至0.25～0.26，有利于后续水解制备钛白粉的高效进行。

[0087] 本发明中应用了具体个例对本发明的原理及实施方式进行了阐述，以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想；同时，对于本领域的一般技术人员，依据本发明的思想，在具体实施方式及应用范围上均会有改变之处。综上所述，本说明书内容不应理解为对本发明的限制。

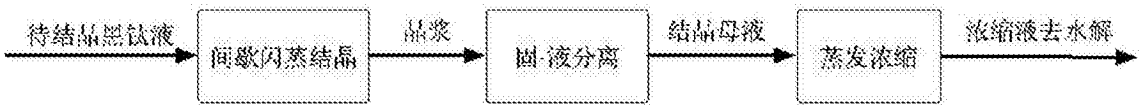

待结晶黑钛液
间歇闪蒸结晶
晶浆
固-液分离
结晶母液
蒸发浓缩
浓缩液去水解

图1

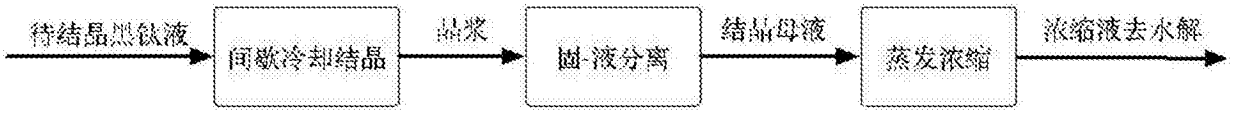

待结晶黑钛液
间歇冷却结晶
晶浆
固-液分离
结晶母液
蒸发浓缩
浓缩液去水解

图2

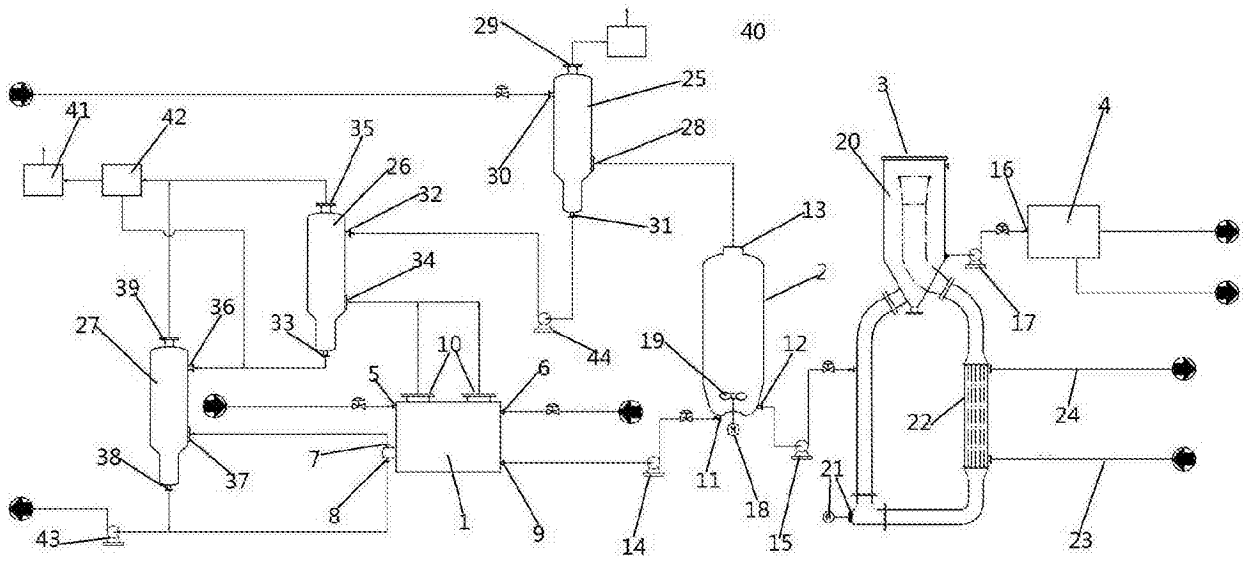

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44

图3