



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103663553 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 26

(21) 申请号 201310665301. 1

(22) 申请日 2013. 12. 09

(71) 申请人 云南新立有色金属有限公司

地址 650100 云南省昆明市西山区春雨路
913 号

(72) 发明人 汪云华 李建军 江书安 杨英
龙翔 李海艳

(74) 专利代理机构 北京清亦华知识产权代理事
务所(普通合伙) 11201

代理人 李志东

(51) Int. Cl.

C01G 23/07(2006. 01)

权利要求书2页 说明书6页 附图1页

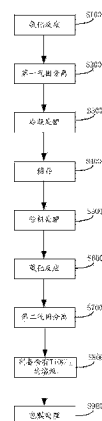
(54) 发明名称

制备二氧化钛的方法

(57) 摘要

本发明公开了制备二氧化钛的方法,其包括:

(1) 氯化反应;(2) 第一气固分离;(3) 冷凝处理;
(4) 四氯化钛存储;(5) 除钒处理;(6) 氧化反应;
(7) 第二气固分离;(8) 制备含有 TiOCl_2 的溶液;
以及(9) 包膜处理。利用该方法能够有效地制备
二氧化钛。



1. 一种制备二氧化钛的方法,其特征在于,包括:

(1) 将含钛矿石、还原剂供给到氯化反应器中,并向所述氯化反应器中供给氧气、空气和氯气,以便在所述氯化反应器中发生氯化反应,并且得到含有四氯化钛气体的氯化反应混合物,其中,所述还原剂为石油焦,所述含钛矿石为高钛渣或金红石钛矿;

(2) 将步骤(1)中得到的氯化反应混合物进行第一气固分离处理,以便得到含有四氯化钛的气体混合物;

(3) 对所述含有四氯化钛的气体混合物进行冷凝处理,以便得到液体粗四氯化钛;

(4) 将步骤(3)中所得到的所述液体粗四氯化钛存储在四氯化钛存储装置中;

(5) 采用矿物油对所述液体粗四氯化钛进行除钒处理,以便对所述液体粗四氯化钛进行精制,以便得到经过精制的精四氯化钛,其中,所述经过精制的四氯化钛中钒的含量为 3ppm 以下;

(6) 将步骤(5)中得到的精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器中,以便在所述氧化反应器中发生氧化反应,以便得到含有二氧化钛和氯气的氧化反应混合物;

(7) 将步骤(6)中得到的所述氧化反应混合物进行第二气固分离,以便分别得到固体二氧化钛和氯气;

(8) 收集所述四氯化钛存储装置中挥发出的四氯化钛,并对所收集的四氯化钛用水进行洗涤,以便得到含有 TiOCl_2 的溶液;以及

(9) 利用所述含有 TiOCl_2 的溶液作为包膜剂对步骤(7)中得到的所述固体二氧化钛进行包膜,以便得到经过包膜的二氧化钛。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在步骤(8)中,对所收集的四氯化钛用水进行洗涤是通过水与所收集的四氯化钛进行逆流接触而进行的。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在步骤(9)中,利用所述含有 TiOCl_2 的溶液作为包膜剂对步骤(7)中得到的所述固体二氧化钛进行包膜进一步包括:

(9-1) 用水对所述固体二氧化钛进行制浆,以便得到二氧化钛浆料,所述二氧化钛浆料的二氧化钛固含量为 300 ~ 850g/L;

(9-2) 将所述二氧化钛浆料与所述含有 TiOCl_2 的溶液混合,并将所得到的混合物加热至 40 ~ 80 摄氏度的温度,并且将所述二氧化钛浆料的 pH 值调节至 8 ~ 12,将所得到的混合物进行搅拌 5 ~ 20 分钟;以及

(9-3) 将经过搅拌的混合物进行干燥,以便获得所述经过包膜的二氧化钛。

4. 根据权利要求 3 所述的方法,其特征在于,在步骤(9-2)中,将所述二氧化钛浆料与所述含有 TiOCl_2 的溶液、以及选自铝酸钠溶液、硫酸铝溶液和硅酸钠溶液的至少之一混合。

5. 根据权利要求 4 所述的方法,其特征在于,所述硅酸钠溶液的浓度以二氧化硅计为 105g/L,二氧化硅的量为二氧化钛的 3%,

所述硫酸铝的浓度以氧化铝计为 100g/L,氧化铝的量为二氧化钛的 1%,

所述铝酸钠的浓度以氧化铝计为 300g/L,氧化铝的量为二氧化钛的 1%。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,所述氯化反应是在 700 ~ 900 摄氏度的温度下进行的。

7. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,在步骤(3)中,进一步包括:

将所述液体粗四氯化钛的一部分与所述含有四氯化钛的气体混合物接触,以便进行第

一冷却处理 ; 以及

利用冷冻剂对经过第一冷却处理的气体混合物进行第二冷却处理, 以便得到所述液体粗四氯化钛, 其中, 所述冷冻剂为温度 -23 摄氏度的 R507 冷凝介质。

8. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 在步骤(6)中, 在将步骤(5)中得到的精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器中之前, 预先将所述精四氯化钛和氧气分别进行预热处理。

9. 根据权利要求 4 所述的方法, 其特征在于, 预先将所述精四氯化钛和氧气分别预热至不低于 350 摄氏度和不低于 1500 摄氏度。

10. 根据权利要求 1 所述的方法, 其特征在于, 进一步包括 : 将步骤(7)中获得的氯气返回至步骤(1)中进行氯化反应。

制备二氧化钛的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化工领域。更具体地,涉及制备二氧化钛的方法。

背景技术

[0002] 目前生产二氧化钛的方法主要有硫酸法和氯化法。由于硫酸法的流程长,污染严重,产品质量差而逐步被氯化法取代。

[0003] CN 1066043 公开了一种制备金红石型钛白粉的工艺方法,其包括 1),将高钛渣与石油焦均匀混合后放入氯化炉中,通入氯气在 800 ~ 900℃温度下进行沸腾氯化,2),对氯化后得到的粗制四氯化钛进行分离提纯除去、镁、铁、硅和钒等杂质,得到精制四氯化钛,3),制得的精制四氯化钛液体在蒸发器中,转化为气相,并预热至 450 ~ 800℃,4),气相四氯化钛与少量的晶型转化剂气相三氯化铝混合进入氧化炉,氧气经等离子发生器加热进入氧化炉,在 1300 ~ 1500℃温度下,小于 0.1 秒内进行氧化反应生成固相二氧化钛,5),迅速将二氧化钛固体粉末移出反应区并使反应热在迅速移去,收集二氧化钛生成氯气返回氯化炉,6),将收集的二氧化钛颗粒粉末打浆成液体,经两级分选,小于 1 微米的细颗粒二氧化钛再进行后处理,粗颗粒研磨然后再分级,7),使用助剂在 50 ~ 70℃温度下 pH=7 ~ 8 进行包膜后处理,8),将后处理后二氧化钛浆液,经两次过滤,进料含水小于 45%,出料含水小于 1%,9) 在 120 ~ 160℃温度下干燥,超微粉碎,产品平均粒度在 0.3 μm 以下占 70%。

[0004] 然而,目前制备二氧化钛的手段仍有待改进。

发明内容

[0005] 本发明旨在至少解决现有技术中存在的技术问题之一。为此,本发明的一个目的在于提出一种能够有效制备二氧化钛的方法和系统。

[0006] 在本发明的第一方面,本发明提出了一种制备二氧化钛的方法。根据本发明的实施例,该方法包括:(1)将含钛矿石、还原剂供给到氯化反应器中,并向所述氯化反应器中供给氧气、空气和氯气,以便在所述氯化反应器中发生氯化反应,并且得到含有四氯化钛气体的氯化反应混合物,其中,所述还原剂为石油焦,所述含钛矿石为高钛渣或金红石钛矿;(2)将步骤(1)中得到的氯化反应混合物进行气固分离处理,以便得到含有四氯化钛的气体混合物;(3)对所述含有四氯化钛的气体混合物进行冷凝处理,以便得到液体粗四氯化钛;(4)将步骤(3)中所得到的所述液体粗四氯化钛存储在四氯化钛存储装置中;(5)采用矿物油对所述液体粗四氯化钛进行除钒处理,以便对所述液体粗四氯化钛进行精制,以便得到经过精制的精四氯化钛,其中,所述经过精制的四氯化钛中钒的含量为 3ppm 以下;(6)将步骤(5)中得到的精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器中,以便在所述氧化反应器中发生氧化反应,以便得到含有二氧化钛和氯气的氧化反应混合物;(7)将步骤(6)中得到的所述氧化反应混合物进行气固分离,以便分别得到固体二氧化钛和氯气;(8)收集所述四氯化钛存储装置中挥发出的四氯化钛,并对所收集的四氯化钛用水进行洗涤,以便得到含有 TiOCl_2 的溶液;以及(9)利用所述含有 TiOCl_2 的溶液作为包膜剂对步骤(7)中得到的所述

固体二氧化钛进行包膜,以便得到经过包膜的二氧化钛。发明人发现,利用该方法能够有效地制备二氧化钛,进而通过对二氧化钛进行包膜处理,可以遮盖二氧化钛表面的光学活性点,同时改善二氧化钛表面光滑度,从而降低二氧化钛的光学活性及表面活性,增加耐候性、白度及光泽,并且,本发明的该方法成本低,易于控制,无污染。

[0007] 根据本发明的实施例,上述制备二氧化钛的方法还可以具有下列附加技术特征:

[0008] 在本发明的一个实施例中,在步骤(8)中,对所收集的四氯化钛用水进行洗涤是通过水与所收集的四氯化钛进行逆流接触而进行的。由此,有利于四氯化钛与水充分接触,从而反应生成 TiOCl_2 ,进而提高制备含有 TiOCl_2 的溶液的效率。

[0009] 在本发明的一个实施例中,在步骤(9)中,利用所述含有 TiOCl_2 的溶液作为包膜剂对步骤(7)中得到的所述固体二氧化钛进行包膜进一步包括:(9-1)用水对所述固体二氧化钛进行制浆,以便得到二氧化钛浆料,所述二氧化钛浆料的二氧化钛固含量为 $300 \sim 850\text{g/L}$; (9-2)将所述二氧化钛浆料与所述含有 TiOCl_2 的溶液混合,并将所得到的混合物加热至 $40 \sim 80$ 摄氏度的温度,并且将所述二氧化钛浆料的 pH 值调节至 $8 \sim 12$,将所得到的混合物进行搅拌 $5 \sim 20$ 分钟;以及(9-3)将经过搅拌的混合物进行干燥,以便获得所述经过包膜的二氧化钛。由此,使得二氧化钛在最适合的条件下进行包膜处理,有利于提高包膜处理的效率及效果。

[0010] 在本发明的一个实施例中,在步骤(9-2)中,将所述二氧化钛浆料与所述含有 TiOCl_2 的溶液、以及选自铝酸钠溶液、硫酸铝溶液和硅酸钠溶液的至少之一混合。

[0011] 在本发明的一个实施例中,所述硅酸钠溶液的浓度以二氧化硅计为 105g/L ,二氧化硅的量为二氧化钛的 3%,所述硫酸铝的浓度以氧化铝计为 100g/L ,氧化铝的量为二氧化钛的 1%,所述铝酸钠的浓度以氧化铝计为 300g/L ,氧化铝的量为二氧化钛的 1%。由此,能够有效对二氧化钛进行包膜处理。

[0012] 在本发明的一个实施例中,所述氯化反应是在 $700 \sim 900$ 摄氏度的温度下进行的。优选地,氯化反应是在 850 摄氏度的温度下进行的。发明人经过大量实验意外发现,在 850 摄氏度下进行氯化反应,能够以显著优于其他温度的效率生成四氯化钛。

[0013] 在本发明的一个实施例中,在步骤(3)中,进一步包括:将所述液体粗四氯化钛的一部分与所述含有四氯化钛的气体混合物接触,以便进行第一冷却处理;以及利用冷冻剂对经过第一冷却处理的气体混合物进行第二冷却处理,以便得到所述液体粗四氯化钛,其中,所述冷冻剂为温度 -23 摄氏度的 R507 冷凝介质。发明人发现,通过该冷却方法,能够有效地将含有四氯化钛的气体混合物进行冷却,从而实现对四氯化钛的进一步纯化。其中,对于第一冷却处理,能够有效地利用已经得到冷却的液体粗四氯化钛进行冷却,从而降低了生产二氧化钛的生产成本,另外,采用温度 -23 摄氏度的 R507 冷凝介质作为冷冻剂,是发明人通过大量筛选工作而意外获得的,并且发现,其能够以显著优于其他温度和类型的冷凝介质发挥作用。

[0014] 在本发明的一个实施例中,在步骤(6)中,在将步骤(5)中得到的精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器中之前,预先将所述精四氯化钛和氧气分别进行预热处理。在本发明的一个实施例中,预先将所述精四氯化钛和氧气分别预热至不低于 350 摄氏度和不低于 1500 摄氏度。由此,可以进一步提高制备二氧化钛的效率,降低制备二氧化钛的成本。发明人发现,通过将精四氯化钛和氧气分别预热至不低于 350 摄氏度和不低于 1500 摄氏度,可

以显著有效地降低制备二氧化钛的成本。当温度过高时,预热所需要的成本会显著增加,而当温度过低时,则在氧化反应器中会消耗过多的能量。

[0015] 在本发明的一个实施例中,进一步包括:将步骤(7)中获得的氯气返回至步骤(1)中进行氯化反应。发明人发现,通过第二气固分离后得到的氯气,能够直接用于氯化反应,从而降低了生产二氧化钛的成本,减少了污染。

[0016] 本发明的附加方面和优点将在下面的描述中部分给出,部分将从下面的描述中变得明显,或通过本发明的实践了解到。

附图说明

[0017] 本发明的上述和/或附加的方面和优点从结合下面附图对实施例的描述中将变得明显和容易理解,其中:

[0018] 图1是根据本发明一个实施例的制备二氧化钛的方法的流程示意图;

[0019] 图2是根据本发明一个实施例的制备二氧化钛的系统的结构示意图。

具体实施方式

[0020] 下面详细描述本发明的实施例,所述实施例的示例在附图中示出,其中自始至终相同或类似的标号表示相同或类似的元件或具有相同或类似功能的元件。下面通过参考附图描述的实施例是示例性的,仅用于解释本发明,而不能理解为对本发明的限制。

[0021] 在本发明中,除非另有明确的规定和限定,术语“相连”、“连接”、“固定”等术语应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以根据具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0022] 需要说明的是,术语“第一”、“第二”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此,限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括一个或者更多个该特征。

[0023] 在本发明的第一方面,本发明提出了一种制备二氧化钛的方法。参考图1,根据本发明的实施例,该方法包括:

[0024] S100:氯化反应

[0025] 在该步骤中,将含钛矿石、还原剂供给到氯化反应器中,并向所述氯化反应器中供给氧气、空气和氯气,以便在所述氯化反应器中发生氯化反应,并且得到含有四氯化钛气体的氯化反应混合物,其中,所述还原剂为石油焦,所述含钛矿石为高钛渣或金红石钛矿。具体地,四氯化钛气体的生产主要是向氯化反应器内连续不断的添加钛矿(高钛渣或金红石)还原性物质(石油焦),并连续不断的向反应器内通入氧气、压缩空气、 Cl_2 ;且温度在 850°C 时(高钛渣或金红石)和氯气连续发生反应持续生成 TiCl_4 气体,反应方程式为: $2\text{TiO}_2+3\text{C}+4\text{Cl}_2=2\text{TiCl}_4+2\text{CO}+\text{CO}_2$ 。在本发明的一个实施例中,所述氯化反应是在 $700\sim 900$ 摄氏度的温度下进行的。优选地,氯化反应是在 850 摄氏度的温度下进行的。发明人经过大量实验意外发现,在 850 摄氏度下进行氯化反应,能够以显著优于其他温度的效率生成四氯化钛。

[0026] S200 :第一气固分离

[0027] 在该步骤中,将前面步骤中所得到的氯化反应混合物进行第一气固分离处理,以便得到含有四氯化钛的气体混合物。根据本发明的实施例,进行第一气固分离的方法和装置可以是本领域中任何已知的手段。由此,能够将未反应的钛矿石、石油焦以及其他固体杂质去除。

[0028] S300 :冷凝处理

[0029] 在该步骤中,对所述含有四氯化钛的气体混合物进行冷凝处理,以便得到液体粗四氯化钛。在本发明的一个实施例中,在该步骤中,进一步包括:将所述液体粗四氯化钛的一部分与所述含有四氯化钛的气体混合物接触,以便进行第一冷却处理;以及利用冷冻剂对经过第一冷却处理的气体混合物进行第二冷却处理,以便得到所述液体粗四氯化钛,其中,所述冷冻剂为温度-23 摄氏度的 R507 冷凝介质。发明人发现,通过该冷却方法,能够有效地将含有四氯化钛的气体混合物进行冷却,从而实现对四氯化钛的进一步纯化。其中,对于第一冷却处理,能够有效地利用已经得到冷却的液体粗四氯化钛进行冷却,从而降低了生产二氧化钛的生产成本,另外,采用温度-23 摄氏度的 R507 冷凝介质作为冷冻剂,是发明人通过大量筛选工作而意外获得的,并且发现,其能够以显著优于其他温度和类型的冷凝介质发挥作用。

[0030] S400 :存储

[0031] 在该步骤中,将前面步骤所得到的所述液体粗四氯化钛存储在四氯化钛存储装置中。

[0032] S500 :除钒处理

[0033] 在该步骤中,采用矿物油对所述液体粗四氯化钛进行除钒处理,以便对所述液体粗四氯化钛进行精制,以便得到经过精制的精四氯化钛,其中,所述经过精制的四氯化钛中钒的含量为 3ppm 以下。

[0034] S600 :氧化反应

[0035] 在该步骤中,将前面步骤中得到的精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器中,以便在所述氧化反应器中发生氧化反应 $\text{TiCl}_4 + \text{O}_2 = \text{TiO}_2 + 2\text{Cl}_2$,以便得到含有二氧化钛和氯气的氧化反应混合物。在本发明的一个实施例中,在将所得到的精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器中之前,预先将所述精四氯化钛和氧气分别进行预热处理。在本发明的一个实施例中,预先将所述精四氯化钛和氧气分别预热至不低于 350 摄氏度和不低于 1500 摄氏度。由此,可以进一步提高制备二氧化钛的效率,降低制备二氧化钛的成本。发明人发现,通过将精四氯化钛和氧气分别预热至不低于 350 摄氏度和不低于 1500 摄氏度,可以显著有效地降低制备二氧化钛的成本。当温度过高时,预热所需要的成本会显著增加,而当温度过低时,则在氧化反应器中会消耗过多的能量。

[0036] S700 :第二气固分离

[0037] 将前面步骤中得到的所述氧化反应混合物进行第二气固分离,以便分别得到固体二氧化钛和氯气。在本发明的一个实施例中,进一步包括:将前面步骤中获得的氯气返回至氯化反应步骤中进行氯化反应。发明人发现,通过第二气固分离后得到的氯气,能够直接用于氯化反应,从而降低了生产二氧化钛的成本,减少了污染。

[0038] S800 :制备含有 TiOCl_2 的溶液

[0039] 收集前面所述的四氯化钛存储装置中挥发出的四氯化钛,并对所收集的四氯化钛用水进行洗涤,以便得到含有 TiOCl_2 的溶液。由此,可以将四氯化钛存储装置中挥发出的四氯化钛回收利用,达到节能减耗的目的。在本发明的一个实施例中,对所收集的四氯化钛用水进行洗涤是通过水与所收集的四氯化钛进行逆流接触而进行的。由此,有利于四氯化钛与水充分接触,从而反应生成 TiOCl_2 ,进而提高制备含有 TiOCl_2 的溶液的效率。

[0040] S900:包膜处理

[0041] 利用上述步骤中获得的含有 TiOCl_2 的溶液作为包膜剂对前面经第二气固分离得到的所述固体二氧化钛进行包膜,以便得到经过包膜的二氧化钛。由此,能够有效地对固体二氧化钛进行包膜,同时回收利用了四氯化钛存储装置中挥发出的四氯化钛,达到减少能耗、保护环境的目的。

[0042] 在本发明的一个实施例中,利用上述步骤中获得的含有 TiOCl_2 的溶液作为包膜剂对前面经第二气固分离得到的所述固体二氧化钛进行包膜进一步包括:(9-1)用水对所述固体二氧化钛进行制浆,以便得到二氧化钛浆料,所述二氧化钛浆料的二氧化钛固含量为 $300 \sim 850\text{g/L}$; (9-2)将所述二氧化钛浆料与所述含有 TiOCl_2 的溶液混合,并将所得到的混合物加热至 $40 \sim 80$ 摄氏度的温度,并且将所述二氧化钛浆料的 pH 值调节至 $8 \sim 12$,将所得到的混合物进行搅拌 $5 \sim 20$ 分钟;以及(9-3)将经过搅拌的混合物进行干燥,以便获得所述经过包膜的二氧化钛。由此,可获得包膜层致密,结合牢固,各指标优异的二氧化钛产品。

[0043] 在本发明的一个实施例中,在步骤(9-2)中,将所述二氧化钛浆料与所述含有 TiOCl_2 的溶液、以及选自铝酸钠溶液、硫酸铝溶液和硅酸钠溶液的至少之一混合。

[0044] 在本发明的一个实施例中,所述硅酸钠溶液的浓度以二氧化硅计为 105g/L ,二氧化硅的量为二氧化钛的 3%,所述硫酸铝的浓度以氧化铝计为 100g/L ,氧化铝的量为二氧化钛的 1%,所述铝酸钠的浓度以氧化铝计为 300g/L ,氧化铝的量为二氧化钛的 1%。由此,能够有效对二氧化钛进行包膜处理。

[0045] 在本发明的第二方面,本发明提出了一种制备二氧化钛的系统。参考图 2,根据本发明的实施例,该系统包括:氯化反应器 100、第一气固分离装置 200、冷凝装置 300、四氯化钛存储装置 400、精制装置 500、氧化反应器 600 以及第二气固分离装置 700。根据本发明的实施例,氯化反应器 100 设置有钛矿石入口、还原剂入口、氧气入口、空气入口和氯气入口,以便将含钛矿石、还原剂供给到所述氯化反应器中,并向所述氯化反应器中供给氧气、空气和氯气,以便在所述氯化反应器中发生氯化反应,并且得到含有四氯化钛气体的氯化反应混合物,其中,所述还原剂为石油焦,所述含钛矿石为高钛渣或金红石钛矿。第一气固分离装置 200 与氯化反应器 100 相连,用于对所述氯化反应混合物进行气固分离处理,以便得到含有四氯化钛的气体混合物。冷凝装置 300 与第一气固分离 200 装置相连,用于对所述含有四氯化钛的气体混合物进行冷凝处理,以便得到液体粗四氯化钛。四氯化钛存储装置 400 与冷凝装置 300 相连,用于存储所述液体粗四氯化钛。精制装置 500 与四氯化钛存储装置 400 相连,并且适于采用矿物油对所述液体粗四氯化钛进行除钒处理,以便对所述液体粗四氯化钛进行精制,以便得到经过精制的精四氯化钛,其中,所述经过精制的四氯化钛中钒的含量为 3ppm 以下。氧化反应器 600 与精制装置 500 相连,并且设置有氧气入口,用于将所述精四氯化钛与氧气供给到氧化反应器 600 中,以便在氧化反应器 600 中发生氧化反应,以

便得到含有二氧化钛和氯气的氧化反应混合物。第二气固分离装置 700 与氧化反应器 600 相连,用于对氧化反应混合物进行气固分离,以便分别得到固体二氧化钛和氯气。利用该系统,能够有效地实施前述制备二氧化钛的方法。

[0046] 在本发明的一个实施例中,所述冷凝装置进一步包括:逆流冷却单元,所述逆流冷却单元设置有氯化反应混合物入口和液体四氯化钛入口,以便在所述逆流冷却单元中将所述液体粗四氯化钛的一部分与所述含有四氯化钛的气体混合物逆流接触,以便进行第一冷却处理;以及管式换热器,所述管式换热器与所述逆流冷却单元相连,并且利用冷冻剂对经过第一冷却处理的气体混合物进行第二冷却处理,以便得到所述液体粗四氯化钛,其中,所述冷冻剂为温度 -23 摄氏度的 R507 冷凝介质。发明人发现,通过该冷却方法,能够有效地将含有四氯化钛的气体混合物进行冷却,从而实现对四氯化钛的进一步纯化。其中,对于第一冷却处理,能够有效地利用已经得到冷却的液体粗四氯化钛进行冷却,从而降低了生产二氧化钛的生产成本,另外,采用温度 -23 摄氏度的 R507 冷凝介质作为冷冻剂,是发明人通过大量筛选工作而意外获得的,并且发现,其能够以显著优于其他温度和类型的冷凝介质发挥作用。

[0047] 在本发明的一个实施例中,进一步包括:精四氯化钛预热装置,所述精四氯化钛预热装置与所述精制装置和所述氧化装置相连,以便预先将所述精四氯化钛进行预热处理;氧气预热装置,所述氧气预热装置与所述氧化装置相连,以便预先对所述氧气进行预热处理。由此,可以进一步提高制备二氧化钛的效率,降低制备二氧化钛的成本。发明人发现,通过将精四氯化钛和氧气分别预热至 350 摄氏度以上不低于 1500 摄氏度,可以显著有效地降低制备二氧化钛的成本。当温度过高时,预热所需要的成本会显著增加,而当温度过低时,则在氧化反应器中会消耗过多的能量。

[0048] 在本发明的一个实施例中,所述第二气固分离装置与所述氯化反应器相连,用于将所获得的氯气返回至所述氯化反应器中进行氯化反应。发明人发现,通过第二气固分离后得到的氯气,能够直接用于氯化反应,从而降低了生产二氧化钛的成本,减少了污染。

[0049] 在本说明书的描述中,参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任何一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

[0050] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,本领域的普通技术人员可以理解:在不脱离本发明的原理和宗旨的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由权利要求及其等同物限定。

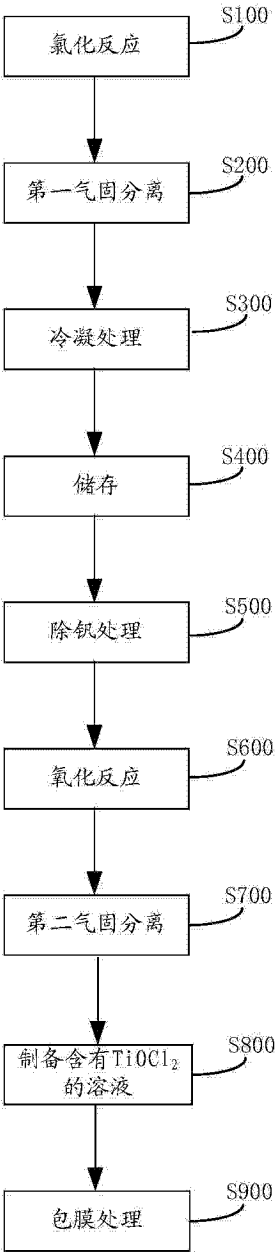


图 1

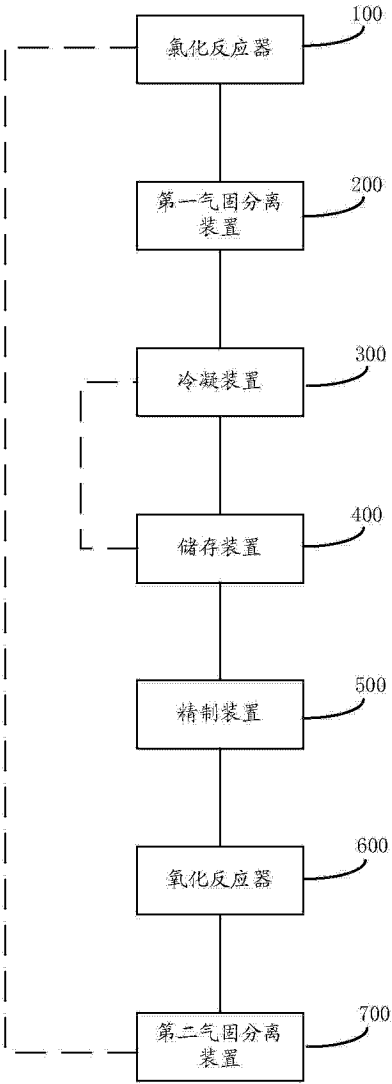


图 2