



NORGE

[NO]

**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 133322

(51) Int. Cl.² C 01 G 23/04

(21) Patensøknad nr. 4442/72

(22) Inngitt 04.12.72

(23) Løpedag 04.12.72

(41) Alment tilgjengelig fra 13.06.73

(44) Søknaden utlagt, utlegningsskrift utgitt 05.01.76

(30) Prioritet begjært 10.12.71, Italia, nr. 32207 A/71

(54) Oppfinnelsens benevnelse Fremgangsmåte ved fremstilling av titandioxyd med pigmentegenskaper.

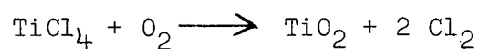
(71)(73) Søker/Patenthaver MONTECATINI EDISON S.p.A.,
31, Foro Buonaparte,
Milano, Italia,
NEW JERSEY ZINC COMPANY, THE,
2045 City Line Road, Bethlehem,
Pa. 18017, USA.

(72) Oppfinner BEDETTI, Gianfranco, Milano,
PIERI, Giovanni, Novara,
DUCATO, Aldo, Novara, Italia,
HELD, Llewellyn John, Palmerton,
Pa., USA.

(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor A-S, Oslo.

(56) Anførte publikasjoner Norsk utl. skrift nr. 130311

Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte ved fremstilling av titandioxyd med pigmentegenskaper, ved i gassfase å omsette titantetraklorid med en oxyderende gass, nærmere bestemt oxygen eller gasser inneholdende oxygen, i overensstemmelse med den følgende reaksjonsligning:



Denne reaksjon utføres i alminnelighet ved temperaturer over 1000°C , fortrinnsvis ved en temperatur mellom 1100 og 1500°C , ved å blande det fordampede og på forhånd oppvarmede titantetraklorid med den oxyderende gass som også er blitt forvarmet. Dersom titandioxydet skal utnytted som pigment, må de ved oxydasjonen av titantetrakloridet

erholdte faste partikler ha en gjennomsnittsdiameter ikke under $0,18 \mu\text{m}$. Gjennomsnittsdiameteren bør i alminnelighet ligge mellom $0,18$ og $0,26 \mu\text{m}$, og innenfor dette område forsøkes det å oppnå et produkt med en bestemt gjennomsnittsdiameter i overensstemmelse med den beregnede bruk av pigmentet. Pigmenter med en gjennomsnittsdiameter av f.eks. $0,20$ - $0,26 \mu\text{m}$ foretrekkes for emaljelakker mens pigmenter med en gjennomsnittsdiameter av $0,18$ - $0,21 \mu\text{m}$ foretrekkes for plaster.

Det er dessuten nødvendig at fordelingskurven for partikkeldiameterne er forholdsvis begrenset til rundt verdien for gjennomsnittsdiameteren.

Det er kjent at når titantetraklorid oxyderes, er det mulig å identifisere forskjellige omvandlingstrinn, som følger: dannelse av faste kim av TiO_2 inne i den gassformige fase (kimdannelsestrinn), vekst av disse kim på grunn av en heterogen omsetning av reaksjonsdeltagere på de faste partiklers overflate og agglomerering som følge av uelastisk kollisjon mellom to eller flere partikler slik at det dannes partikler med større dimensjoner.

Det er også kjent at gjennomsnittsdiameteren og fordelingen av partikkeldiameterne er avhengig av om kimdannelsestrinnet dominerer i forhold til veksttrinnet eller ikke. I det førstnevnte tilfelle dannes et større antall partikler med liten diameter (f.eks. under $0,1 \mu\text{m}$) mens et mindre antall partikler med større diameter dannes dersom veksttrinnet dominerer i forhold til kimdannelsestrinnet. Det er derfor klart at for oppnåelse av partikler med en gjennomsnittsdiameter ikke under $0,18 \mu\text{m}$ må oksydasjonen av TiCl_4 utføres slik at veksttrinnene dominerer i forhold til kimdannelsestrinnet.

For å oppnå dette er en del prosesser blitt foreslått for oksydasjon av TiCl_4 , hvor en viss resirkulering av reaksjonsproduktet henimot blandesonen for reaksjonsdeltagerne forekommer. Denne resirkulering av faste partikler fører til en viss innpodning i blandesonen for reaksjonsdeltagerne, dvs. at det i denne tilveiebringes TiO_2 -kim som vokser under dannelse av partikler med større dimensjoner. Det er således blitt foreslått å anvende en radialreaktor (og nærmere bestemt en reaktor hvori en strøm av en reaksjonsdeltager føres hovedsakelig aksialt og en strøm av den annen reaksjonsdeltager hovedsakelig radialt) av den type som er skjematisk vist ved et aksialsnitt på fig. 1. Denne reaktor utgjøres av en sylindrisk kanal 1 som ved sin nedre ende er forbundet med et sylind-

risk reaksjonskammer 2 via en kanal 3 med avkortet kjegleform og som utvides nedad.

Ifølge denne prosess tilføres den forvarmede oxydasjonsgass med spiralformig bevegelse fra toppen og gjennom den øvre sylindriske kanal mens fordampet og på forhånd oppvarmet titantetraklorid innføres gjennom en ringformig spalte 4 i den øvre sylindriske kanal der hvor denne går over i den minste grunnflate til den halvkjegleformede kanal.

Ved denne fremgangsmåte fører imidlertid en resirkulering av produktene (vist på fig. 1 ved hjelp av små piler) ikke til en tilstrekkelig innpodning fordi resirkuleringen er begrenset til en liten sone på nedströmssiden nær spalten, og dette innebærer at det dannes ufullstendig omsatte produkter ved forholdsvis lave temperaturer som ligger nær blandetemperaturen. For å oppnå en mer effektiv resirkulering og derved et produkt med bedre pigmentegenskaper er en annen prosess blitt foreslått som kan utføres ved anvendelse av en radialreaktor av den type som er skjematisk vist ved et aksialsnitt på fig. 2.

Denne reaktor utgjøres av en sylindrisk kanal 1 som ved sin nedre ende er forbundet med et sylindrisk reaksjonskammer 2 via en halvkjegleformig kanal 3.

Ifølge denne prosess tilføres den forvarmede oxydasjonsgass med spiralformig bevegelse fra toppen gjennom den øvre sylindriske kanal mens fordampet og på forhånd oppvarmet titantetraklorid innføres gjennom en ringformig spalte i reaksjonskammeret.

Den varme oxydasjonsgass som kommer inn i reaktorens halvkjegleformige kanal, konsentreres langs veggene på grunn av sentrifugalkraften forårsaket av den spiralformige bevegelse. Samtidig som fluidumet kommer inn i kanalen med avkortet kjegleform, skilles fluidumstrømmene fra hverandre i sonen nærmest reaksjonskammerets akse. Fluidumets bevegelse inne i kanalen som utvides nedad, er derfor spiralformig og rettet nedad nær veggene og spiralformig og rettet oppad i den sentrale sone. På denne måte forekommer en kraftig resirkulering av de faste produkter som dannes på nedströmssiden av tilførselssonen for TiCl_4 , og TiCl_4 trekkes samtidig inn i en oxygenrik sone med en høy temperatur på oppströmssiden av tilførselssonen for TiCl_4 . I denne sone fremmes veksten av de faste produkter i forhold til dannelsen av nye kim med derav følgende dannelselse av et mindre antall TiO_2 -partikler med større diameter.

For ved den i forbindelse med fig. 1 beskrevne prosess å kunne oppnå partikler av titandioxyd med pigmentdimensjoner, er det nødvendig å anvende reaktorer med meget store dimensjoner og dermed med de kjente ulemper som er forbundet med skorpelignende avsetninger og tilstoppinger. Det forekommer ingen ulemper ved den prosess som er beskrevet i forbindelse med fig. 2, men en oppnåelse av den ønskede variasjon av partikkelstørrelsen (gjennomsnittsdiameter og fordeling av partikkeldiameterne) innen pigmentområdet er ikke mulig med en gitt reaktor med fast kapasitet. Den i forbindelse med fig. 1 beskrevne prosess er imidlertid også beheftet med denne ulempe.

Det tas derfor ved oppfinnelsen sikte på å tilveiebringe en fremgangsmåte ved fremstilling av titandioxyd med pigmentegenskaper som gjør det mulig i overensstemmelse med den beregnede bruk av pigmentet å variere de erholdte partiklers partikkelstørrelse uten å forandre strømmene av titantetraklorid og oxydasjonsgass og den hovedsakelige geometriske utformning av reaktoren (som den øvre sylindriske kanals diameter, reaksjonskammerets diameter, den avkortede kjegleformige kanals høyde og reaksjonskammerets høyde).

Oppfinnelsen angår derfor en fremgangsmåte ved fremstilling av titandioxyd med pigmentegenskaper, i form av partikler med en forutbestemt partikkelstørrelse, hvor fordampet og som regel på forhånd til 400-600°C oppvarmet titantetraklorid oxyderes i en reaktor som i det vesentlige består av en sylindrisk kanal som ved sin nedre ende via en nedad utvidet kanal, fortrinnsvis en kanal med form av en avkortet kjegle, er forbundet med et sylindrisk reaksjonskammer med en diameter D , ved gjennom den øvre sylindriske kanal å lede oxydasjonsgassen som på forhånd er oppvarmet til 1700-2300°C og bibragt en spiralformig bevegelse og har et hvirveltall av 0,2-20, og fremgangsmåten er særpreget ved at titantetrakloridet innføres gjennom en ringformig spalte med en diameter D' i reaktorens avkortet kjegleformige kanal og anordnet slik at forholdet D'/D er lavere enn 1 og lik eller høyere enn 0,20.

Under ellers like betingelser har det vist seg at de erholdte partiklers gjennomsnittsdiameter og variasjonskoeffisient er avhengig av verdien for forholdet D'/D mellom spaltens diameter og reaksjonskammerets diameter. Nærmere bestemt kan disse variasjoner erholdes når dette forhold får stigende verdier fra 0,20 til 1.

Den foreliggende fremgangsmåte kan utføres i en reaktor av den

type som er skjematisk vist ved hjelp av et aksialsnitt på fig. 3 og som består av en sylindrisk kanal 1 med en innvendig diameter d og som ved sin nedre ende er forbundet med et sylindrisk reaksjonskammer 2 med en innvendig diameter D som er større enn d , via en nedad utvidet kanal 3 fortrinnsvis med form av en avkortet kjegle og hvori er dannet en ringformig spalte 4 med en diameter D' .

Den ringformige spalte 4 diameter D' har en slik verdi at forholdet D'/D er lavere enn 1 og lik eller større enn $0,20$. Det er med andre ord to grensestillinger for anordning av spalten, dvs.

- a) en nedre stilling som nærmest sammenfaller med den avkortede kjegles største grunnflate, dvs. i meget kort, men dog en viss, avstand fra den avkortede kjegles største grunnflate (hvor forholdet D'/D vil være lik 1).
- b) En øvre stilling (hvor forholdet D'/D vil være lik $0,20$) nær den avkortede kjegles minste grunnflate.

Spalten kan være utformet i veggen for reaktorens avkortede kjegle i en av de to ovennevnte grensestillinger eller i en hvilken som helst mellomliggende stilling.

Når alle karakteristika for reaktorens geometriske utforming og alle prosessbetingelser er blitt fastlagt, gjøres valget av spaltens stilling avhengig av gjennomsnittsdiameteren for det pigment som skal fremstilles. Med økende D'/D -forhold tiltar også pigmentets gjennomsnittlige diameter. Vinkelen β mellom veggen for den avkortede kjegleformige kanal 3 og reaktorens akse (dvs. halvvinkelen for kjegleinnløpet for den avkortede kjegle) er mellom 5° og 30° .

Den avkortede kjegleformige kanal kan ha en høyde av $0,5$ - 10 ganger det sylindriske reaksjonskammers 2 diameter D . Spaltens innvendige vegger 5 og 6 danner en vinkel α av 0 - 45° med en linje loddrett på reaktorens akse. Spaltens tykkelse og nærmere bestemt avstand mellom de innvendige vegger 5 og 6 er $0,01$ - $0,1$, fortrinnsvis $0,01$ - $0,06$, ganger reaksjonskammerets diameter D .

Oxydasjonsgassen utgjøres av oxygen eller av en gass som inneholder oxygen, og anvendes i et overskudd i forhold til det tilførte $TiCl_4$. Det anvendes fortrinnsvis $1,05$ - $1,6$ mol O_2 pr. mol $TiCl_4$.

Oxydasjonsgassen oppvarmes som regel til en temperatur av 1700 - $2300^\circ C$ ved hjelp av en hvilken som helst kjent metode, f.eks. ved direkte oppvarming med en hjelpeflamme erholdt ved forbrenning av en blanding av CO og O_2 . Tilførselen av oxydasjonsgassen til reaktoren

finner sted gjennom den øvre sylindriske kanal, og oxydasjonsgassen har en spiralformig bevegelse som er særpreget ved et hvirvelnummer av 0,2-20.

Hvirvelnummeret for en gass som strømmes i en kanal (se f.eks. artikkelen av J. Chedaille, W. Leuckel, A.X. Chesters "Aerodynamic studies carried out on turbulent jets by the International Flame Research Foundation" i the Journal of the Institute of Fuel, 39 (1966) 506-521 kan beregnes ved hjelp av den følgende ligning:

$$S = \frac{2 \cdot G}{d \cdot G_a}$$

hvor S = hvirvelnummer, G = aksialstrømning i forhold til kanalens akse gjennom kanalseksjonen, G_a = aksial utløpsstrøm gjennom kanalseksjonen og d = diameteren for den kanal hvorigjennom gassen strømmes.

Den aksiale strøm G er produktet av strømningsmengden, den lineære hastighet og den aksiale lengde og kan uttrykkes i enhetene $\text{kg m}^2 \text{ sek.}^{-2}$, og utløpsstrømmen G_a er produktet av strømningsmengde og lineær hastighet og kan uttrykkes i enhetene kg m sek.^{-2} . Diameteren d kan uttrykkes i meter.

Tallet S er derfor et dimensjonsløst tall som ikke varierer med det anvendte system av enheter. Når gassen har et hvirveltall tilsvarende 0, foreligger det en ren lineær bevegelse langs kanalens akse, mens for et hvirveltall lik uendelig foreligger det en ren rotasjonsbevegelse (dvs. uten en aksialkomponent). For mellomverdier for hvirveltallet mellom disse to grenser foreligger det både en rotasjonsbevegelse og lineærbevegelse langs kanalens akse, dvs. en spiralformig bevegelse.

Apparater som er egnede for å bibringe gasser en spiralformig bevegelse og som herefter vil bli betegnet som "hvirvelapparater", er velkjente innen teknikken, og som eksempler på disse kan nevnes

- a) et sylindrisk kammer hvori gassen innføres tangensialt (f.eks. sykloner),
- b) et apparat med blader som danner en viss vinkel med kanalens akse og hvorigjennom gassen får strømme (som bladene i en Kaplan-turbin),
- c) små kanaler som danner en vinkel med hovedkanalens akse og hvorigjennom gassen får strømme (som en kanal med snekkeskrue), og
- d) en kanal som inneholder et spiralformig blad og hvorigjennom

gassen får strömme.

Det fordampede og ved hjelp av en hvilken som helst av de kjente metoder til en temperatur av som regel 400-600 C på forhånd oppvarmede titantetraklorid innføres i reaktoren gjennom ringspalten. Forholdet mellom bevegelsesmengden for det innførte TiCl_4 og bevegelsesmengden for den oxyderende gass i den øvre sylindriske kanal er som regel 0,05-1,75.

Som oftest tilsettes et rutiliseringsmiddel, som f.eks. AlCl_3 eller TiCl_3 til det innførte TiCl_4 i en mengde av 0,1-2 vekt% i forhold til det innførte TiCl_4 .

Oppholdstiden for reaksjonsdeltagerne i reaktoren kan være 30 ms-ls.

Inne i reaktoren på nedströmssiden av den øvre sylindriske kanal med en diameter d er gassenes og de av disse medrevne partiklers bevegelse spiralformig og rettet nedad nær veggene, og spiralformig og rettet oppad i den sentrale sone. Denne bevegelse foregår både i den avkortede kjegleformige sone på oppströmssiden av spalten og i sonen på nedströmssiden av spalten inntil en avstand fra denne av 1-3 ganger selve spaltens diameter. I større avstander blir bevegelsen utelukkende spiralformig og nedadrettet.

Det ved hjelp av den foreliggende fremgangsmåte erholdte titandioxyd har utmerkede pigmentegenskaper og består i det vesentlige fullstendig av rutil og har en snever partikkelstørrelsesfordeling. Den gjennomsnittlige partikkeldiameter er som oftest 0,18-0,26 μm og variasjonskoeffisienten 25-35%.

Som et mål for den gjennomsnittlige partikkeldiameter benyttes det "aritmetiske middel", $\bar{d}_{10}$, som kan uttrykkes som følger:

$$\bar{d}_{10} = \frac{1}{n} \sum d_i f_i$$

hvor n er det samlede antall målte partikler (for de foreliggende forsøksdata var n 2000), d_i er en gitt partikkels diameter, og f_i er frekvensen, dvs. antallet partikler med en diameter av d_i .

Dette aritmetiske middel er definert f.eks. i "Particle size - Theory and Industrial Applications" av Richard D. Cadle, Reinhold Pub. Co., New York, 1965.

Som et mål for partikkelstørrelsesfordelingen benyttes "den prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient." Med dette uttrykk

133322

8

menes det følgende prosentforhold:

$$v = \frac{s}{\bar{d}_{10}} \times 100$$

hvor s er standardfordelingsavviket som tilsvarende kvadratroten av variansen (variansen for en fordeling tilsvarende midlet av kvadratet av avvikene fra gjennomsnittet). Det er velkjent at standardavviket er et mål for den gjennomsnittlige utbredelse av fordelingen. $\bar{d}_{10}$ er det ovennevnte aritmetiske middel.

Denne "prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient" er definert f.eks. i "Statistical Methods in research and production with special reference to the chemical industry" av Owen L. Davies, Oliver and Boyd, London 1963.

Det ved hjelp av den foreliggende fremgangsmåte erholdte pigment har dessuten en utmerket farvekraft. Farvekraftverdiene ble bestemt ved hjelp av New Jersey Zinc-metoden beskrevet i boken "Paints, varnishes, lacquers and colors" - Gardner Lab., Bethesda, Maryland, USA - (s. 52 av 12. utgave, mars 1962), av H.A. Gardner og G.G. Sward. Den regulære farvekraft (RFK) bestemmes med lg TiO_2 som skal undersøkes. lg TiO_2 blandes med 0,82 g ricinusolje og med en på forhånd bestemt mengde sort pigment (av 1 del sort pulver og 7 deler kalsiumcarbonat). Den homogeniserte prøve sammenlignes med en standardprøve. Mengden av sort pigment som ble anvendt for å oppnå likhet mellom den prøve som skal undersøkes og standardprøven, gir et mål for farvekraften. Den prøvemethode som betegnes som fortynnet farvekraft (FFK), utføres på lignende måte, med en utgangsblanding av 0,15g TiO_2 og 0,85g CaCO_3 . Forskjellen mellom den regulære farvekraft og den fortynnede farvekraft og de grå blandingers farvetone gir informasjon om pigmentets partikkelstørrelse.

Den foreliggende fremgangsmåte er spesielt fordelaktig ved at den muliggjør fremstilling av et pigment i form av partikler med ønsket partikkelstørrelse, uten å måtte variere hverken reaksjonsdeltagerstrømmene eller den anvendte reaktors dimensjoner. I et anlegg i teknisk målestokk kan det ovennevnte formål lett oppnås takket være en første utførelsesform av den foreliggende fremgangsmåte, ved å anvende en enkelt reaktor av beskrevet type som har en avkortet kjegleformig kanal som utgjøres av et gitt antall deler som kan monteres eller demonteres i forskjellige stillinger slik at

den ringformige spaltes stilling kan forskyves uten å måtte variere de andre reaktordimensjoner.

Ifølge en ytterligere utførelsesform av den foreliggende fremgangsmåte kan det anvendes en enkelt reaktor av den beskrevne type som har en avkortet kjegleformig kanal som er forsynt med to eller flere ringformige spalter, fortrinnsvis 2-5, hvorav hver er særpreget ved et forskjellig forhold D'/D . TiCl_4 tilføres gjennom en av spaltene som er valgt slik at det fås et pigment i form av partikler med ønsket partikkelstørrelse.

Ifølge en ytterligere utførelsesform av den foreliggende fremgangsmåte kan denne gjennomføres i et visst antall reaktorer av den beskrevne type som alle har samme form og dimensjoner og som er forskjellige fra hverandre hva gjelder stillingen for den ringformige spalte (dvs. verdien for forholdet D'/D) og som kan velges og anvendes på forskjellig tid for å oppnå det ønskede resultat.

Eksempel 1

Det ble anvendt en reaktor av den på fig.3 viste type. Dens karakteristika var som følger: den øvre sylindriske kanals innvendige diameter $d = 35 \text{ mm}$, vinkelen $\beta = 10^\circ$, reaksjonskammerets lengde $= 1397 \text{ mm}$, reaksjonskammerets innvendige diameter $D = 150 \text{ mm}$.

En ringspalte med en diameter D' av 67 mm (dvs. et forhold $D'/D = 0,45$), en tykkelse av 3 mm og en vinkel α av 30° var blitt utspart i den avkortede kjegleformige kanal av reaktoren.

$90,5 \text{ Nm}^3/\text{h}$ oxydasjonsgass som på forhånd var oppvarmet til en temperatur av ca. 2050°C , ble innført i reaktoren gjennom den øvre sylindriske kanal og hadde et hvirveltall av $0,80$.

Oxydasjonsgassen var erholdt ved forbrenning av CO med O_2 og inneholdt ca. $62 \text{ volum\%}$ oxygen.

390 kg/h TiCl_4 som inneholdt ca. $1 \text{ vekt\%}$ AlCl_3 som rutiliseringsmiddel og som hadde en temperatur av 447°C , ble innført gjennom ringspalten.

Hastigheten for det innførte TiCl_4 i spalten var 62 m/s og dets bevegelsesmengde ca. $25.600 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}}$.

Oxydasjonsgassens hastighet i den øvre sylindriske kanal var 520 m/s og dens bevegelsesmengde ca. $32.000 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}}$.

Forholdet mellom bevegelsesmengden for TiCl_4 og for oxydasjonsgassen var ca. 0,80.

Reaksjonsdeltagernes oppholdstid i reaktoren var ca. 114 ms.

Gassen og reaksjonsproduktene ble hurtig avkjølt til en temperatur av 500°C etterat de hadde forlatt reaktoren, og derefter ble titandioxyd separert fra de gassformige forbindelser.

Efter 4 timer og 35 minutter ble 606 kg fullstendig rutilisert TiO_2 og i form av partikler med en gjennomsnittsdiameter av $0,20\ \mu\text{m}$ oppsamlet. Den prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient var 29%, den regulære farvekraft 1620 med blåtone 4 og den fortynnede farvekraft 1710 med blåtone 3.

Eksempel 2

Det ble anvendt en reaktor av den på fig. 1 viste type. Den eneste forskjell var at ringspalten hadde en diameter D' av 125 mm (dvs. et forhold $D'/D = 0,83$).

Hastigheten for det innførte TiCl_4 i spalten var 33 m/s, dets bevegelsesmengde ca. $13.700 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}}$ og forholdet mellom bevegelsesmengden for TiCl_4 og oxydasjonsgassen ca. 0,43. Under opprettholdelse av de samme øvrige betingelser som i eksempel 1 ble efter 4 timer og 35 minutter 590 kg fullstendig rutilisert titandioxyd oppsamlet i form av partikler med en gjennomsnittlig diameter av $0,22\ \mu\text{m}$.

Den prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient var 30%, den regulære farvekraft 1650 med blåtone 3 og den fortynnede farvekraft 1740 med blåtone 2.

Eksempel 3

Det ble anvendt en reaktor av den type som er beskrevet i eksempel 1. Den eneste forskjell var at reaktoren hadde en ringspalte med en diameter D' av 148 mm (dvs. et forhold $D'/D = 0,98$).

Hastigheten for det innførte TiCl_4 i spalten var $27,4\ \text{m/s}$, dets bevegelsesmengde ca. $11.500 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}}$ og forholdet mellom bevegelsesmengden for TiCl_4 og for oxydasjonsgassen ca. 0,36. Under opprettholdelse av de samme øvrige betingelser som beskrevet i eksemplene 1 og 2 ble efter 5 timer og 30 minutter 761 kg fullstendig rutilisert titandioxyd oppsamlet i form av partikler med en gjennomsnittlig diameter av $0,24\ \mu\text{m}$.

Den prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient var 35%, den

regulære farvekraft 1700 med blåtone 1 og den fortynnede farvekraft 1720 med blåtone 1.

Eksempel 4

Det ble anvendt en reaktor av den på fig. 3 viste type. Den hadde følgende data: innvendig diameter d i den øvre sylindriske kanal = 25 mm, vinkel $\beta = 11^\circ$, reaksjonskammerets lengde = 1474 mm og reaksjonskammerets innvendige diameter $D = 150$ mm.

En ringspalte med en diameter D' av 35 mm (dvs. et forhold $D'/D = 0,23$), en tykkelse av 2 mm og en vinkel α av 30° ble utspart i reaktorens avkortede kjegleformige kanal.

33 Nm³/h på forhånd til en temperatur av ca. 1700°C oppvarmet oxydasjonsgass med et hvirveltall av 0,85 ble gjennom den øvre sylindriske kanal innført i reaktoren.

Oxydasjonsgassen var erholdt ved forbrenning av CO med O₂ og inneholdt ca. 71 volum% oxygen.

170 kg/h TiCl₄ som inneholdt 1 vekt% AlCl₃ som rutiliseringsmiddel og som hadde en temperatur av 500°C, ble innført gjennom ringspalten. Hastigheten for det innførte TiCl₄ i forbindelse med spalten var 63 m/s og dets bevegelsesmengde ca. $10.700 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}}$.

Oxydasjonsgassens hastighet i den øvre sylindriske kanal var 130 m/s og dens bevegelsesmengde ca. $6450 \frac{\text{kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{m}}{\text{s}}$.

Forholdet mellom bevegelsesmengden for TiCl₄ og for oxydasjonsgassen var ca. 1,66.

Reaksjonsdeltagernes oppholdstid i reaktoren var ca. 276 ms.

Gassene og reaksjonsproduktene ble hurtig avkjølt til en temperatur av 500°C efter hvert som de kom ut av reaktoren, og titandioxydet ble derefter skilt fra de gassformige forbindelser.

Efter 6 timer ble 380 kg fullstendig rutilisert TiO₂ og med utmerkede pigmentegenskaper oppsamlet. Partiklenes gjennomsnittlige diameter var 0,20 μm.

Den prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient var 35%, den regulære farvekraft 1650 med blåtone 1 og den fortynnede farvekraft 1650 med blåtone 1.

Eksempel 5

En reaktor lignende den som er beskrevet i eksempel 4, ble

133322

12

anvendt. Den eneste forskjell var at ringspalten hadde en diameter D' av 100 mm (dvs. et forhold $D'/D=0,67$).

Hastigheten for $TiCl_4$ i forbindelse med spalten var 22 m/s, dets bevegelsesmengde ca. $3.800 \frac{kg}{h} \cdot \frac{m}{s}$ og forholdet mellom bevegelsesmengden for $TiCl_4$ og for oxydasjonsgassen ca. 0,59. Under de samme øvrige betingelser som beskrevet i eksempel 4 ble efter 178 timer 11400 kg fullstendig rutilisert titandioxyd oppsamlet i form av partikler med en gjennomsnittlig diameter av $0,23 \mu m$.

Den prosentuelle tallmessige variasjonskoeffisient var 33%, den regulære farvekraft 1630 med blåtone 1 og den fortynnede farvekraft 1670 med blåtone 1.

P a t e n t k r a v

Fremgangsmåte ved fremstilling av titandioxyd med pigmentegenskaper i form av partikler med en forutbestemt partikkelstørrelse, hvor fordampet og som regel til en temperatur av $400-600^{\circ}C$ forvarmet titantetraklorid oxyderes i en reaktor som i det vesentlige utgjøres av en sylindrisk kanal som ved sin nedre ende via en nedad utvidet kanal som fortrinnsvis har avkortet kjegleform, står i forbindelse med et sylindrisk reaksjonskammer med en diameter D , idet det gjennom den øvre sylindriske kanal innføres en oxydasjonsgass som er forvarmet til $1700-2300^{\circ}C$ og har en spiralformig bevegelse og et hvirveltall av 0,2-20, k a r a k t e r i s e r t v e d a t titantetrakloridet innføres gjennom en ringspalte med en diameter D' i reaktorens avkortede kjegleformige kanal og anordnet slik at forholdet D'/D er under 1 og lik eller større enn 0,20.

133322

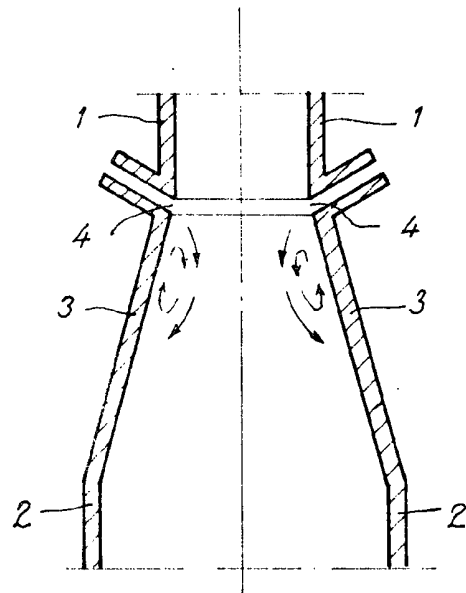


FIG. 1

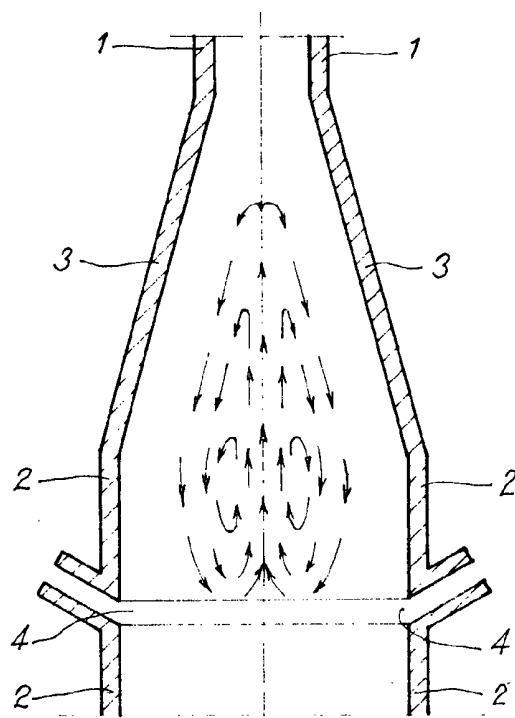


FIG. 2

133322

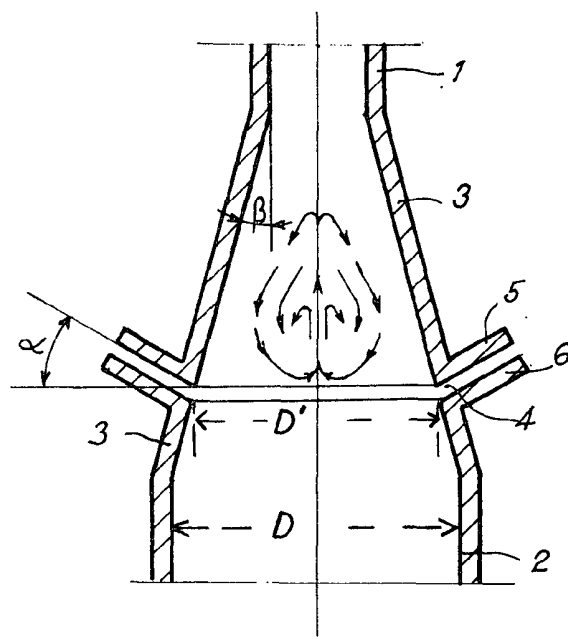


FIG. 3