



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810012103.4

[43] 公开日 2008 年 11 月 12 日

[11] 公开号 CN 101302035A

[22] 申请日 2008.6.28

[21] 申请号 200810012103.4

[71] 申请人 常松峰

地址 121000 辽宁省锦州市古塔区世纪新城
12-19 号

[72] 发明人 常松峰

[74] 专利代理机构 锦州辽西专利事务所
代理人 李 辉

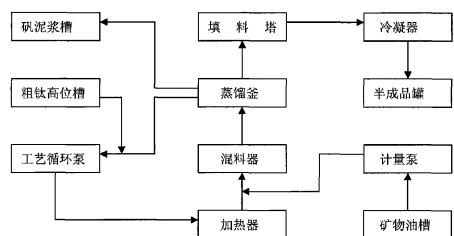
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

TiCL₄ 精制连续除矾工艺及专用设备

[57] 摘要

一种 TiCL₄ 精制连续除矾工艺及专用设备，解决了 TiCL₄ 制造成本偏高，需要经常清洗、更换和补充铜丝，不能实现连续操作，工人劳动强度高，并且造成环境污染的问题。该工艺为：将矿物油与粗 TiCL₄ 按照质量比 1.2 : 1000 - 1.6 : 1000 加入到循环系统中，矿物油与 TiCL₄ 中杂质 VOCL₃ 在 137 - 145℃ 充分接触、反应，生成高沸点物质；利用循环泵使物料强制在循环系统中循环、加热，加热温度 137 - 145℃；将矿物油和粗 TiCL₄ 按照产能要求连续加入到循环系统中，实现连续化生产；进行蒸馏，蒸馏后得到 TiCL₄ 半成品，生成的高沸点物质在蒸馏过程中与其它高沸点杂质一并除掉。该 TiCL₄ 精制连续除矾专用设备是由粗钛高位槽、循环泵、换热器、混料器、蒸馏釜、矾泥浆槽、填料塔、冷凝器、半成品罐、矿物油槽、计量泵构成。



1、一种 TiCL₄ 精制连续除矾工艺，其特征是：

1.1 将矿物油与粗 TiCL₄ 按照质量比 1.2: 1000-1.6: 1000 加入到由蒸馏釜、循环泵、换热器和混料器构成的循环系统中，矿物油与 TiCL₄ 中杂质 VOCL₃ 在 137-145℃充分接触、反应，生成高沸点物质；

1.2 利用循环泵使物料强制在循环系统中循环、加热，加热至 137-145℃；

1.3 以质量比 1.2: 1000-1.6: 1000 将矿物油和粗 TiCL₄ 按照产能要求连续加入到循环系统中，实现连续化生产；

1.4 进行蒸馏，蒸馏后得到 TiCL₄ 半成品，生成的高沸点物质在蒸馏过程中与其它高沸点杂质存留在蒸馏釜内，排泥浆时从蒸馏釜底部一并除掉，达到 TiCL₄ 净化的目的。

2、根据权利要求 1 所述的 TiCL₄ 精制连续除矾工艺，其特征是：反应温度优选 137-139℃。

3、一种 TiCL₄ 精制连续除矾工艺专用设备，其特征是至：由粗钛高位槽、循环泵、换热器、混料器、蒸馏釜、矾泥浆槽、填料塔、冷凝器、半成品罐、矿物油槽、计量泵构成，其中循环泵、换热器、混料器及蒸馏釜组成循环系统，矿物油槽经过计量泵与混料器入口连接，蒸馏釜气相出口与填料塔入口连接，冷凝器连接在填料塔和半成品罐之间，矾泥浆槽入口与蒸馏釜的底部出口连接。

TiCL₄ 精制连续除矾工艺及专用设备

技术领域

本发明涉及一种 TiCL₄ 精制连续除矾工艺及专用设备。

背景技术

TiCL₄ 精制除矾工艺现多采用铜丝除矾，利用铜丝除矾每吨需要消耗大约 5~7 公斤铜丝(400~500 元)。由于铜丝价格比较昂贵，造成 TiCL₄ 制造成本偏高，且铜丝除矾工艺需要经常清洗、更换和补充铜丝，不能实现连续操作。清洗过程增加了工人的劳动强度，并且造成环境污染。

发明内容

本发明的目的是要提供一种 TiCL₄ 精制连续除矾工艺及专用设备，该工艺方法生产成本低，可解决换热器堵塞和物料搅拌问题，实现连续化生产，改善工作环境，降低工人的劳动强度。

该 TiCL₄ 精制连续除矾工艺的技术解决方案为：

1.1 将矿物油与粗 TiCL₄ 按照质量比 1.2: 1000~1.6: 1000 加入到由蒸馏釜、循环泵、换热器和混料器构成的循环系统中，矿物油与 TiCL₄ 中杂质 VOCL₃ 在 137~145℃充分接触、反应，生成高沸点物质；

1.2 物料利用循环泵在循环系统中强制循环、加热，加热温度 137~145℃；

1.3 以质量比 1.2: 1000 将矿物油和粗 TiCL₄ 按照产能要求连续加

入到循环系统中，实现连续化生产；

1.4 进行蒸馏，蒸馏、冷凝后得到 $TiCl_4$ 半成品，生成的高沸点物质在蒸馏过程中与其它高沸点杂质存留在蒸馏釜内，排泥浆时从蒸馏釜底部一并除掉，达到 $TiCl_4$ 净化的目的。

上述的 $TiCl_4$ 精制连续除矾工艺，反应温度优选 137-139℃。

该 $TiCl_4$ 精制连续除矾专用设备是由粗钛高位槽、循环泵、换热器、混料器、蒸馏釜、矾泥浆槽、填料塔、冷凝器、半成品罐、矿物油槽、计量泵构成，其中循环泵、换热器、混料器和蒸馏釜组成循环系统，矿物油槽经过计量泵与混料器入口连接，蒸馏釜气相出口与填料塔入口连接，冷凝器连接在填料塔和半成品罐之间，矾泥浆槽入口与蒸馏釜底部出口连接。

本发明的优点是：

1. 降低生产成本，利用矿物油除矾每吨需要消耗矿物油大约 1.2 公斤(8~10 元)，增加电耗 15 千瓦(10 元)，每吨粗 $TiCl_4$ 的处理成本可降低 400 元左右。

2. 改善工作环境，降低劳动程度：本发明所采用的工艺方法完全由 DCS 系统（分散控制系统）控制，操作简单；不用更换铜丝，系统完全密闭，不会造成环境污染，降低工人的劳动程度。

3. 实现连续化生产：由于矿物油与粗 $TiCl_4$ 按一定比例连续加入到系统中，连续出产品，实现了连续化生产，产能可以调整，产品质量优良。

附图说明

图 1 是该 $TiCl_4$ 精制连续除矾专用设备示意图。

具体实施方式

实施例 1

如图 1 所示，该 $TiCl_4$ 精制除矾专用设备是由粗钛高位槽、循环泵、换热器、混料器、蒸馏釜、矾泥浆槽、填料塔、冷凝器、半成品罐、矿物油槽、计量泵构成，其中循环泵、换热器、混料器及蒸馏釜组成循环系统，矿物油槽经过计量泵与混料器入口连接，蒸馏釜气相出口与填料塔入口连接，冷凝器连接在填料塔和半成品罐之间，矾泥浆槽入口与蒸馏釜的底部出口连接。

实施例 2

以产能要求为 3.5 吨/小时粗 $TiCl_4$ 为例，将粗 $TiCl_4$ 打入粗钛高位槽，由粗钛高位槽向由蒸馏釜、循环泵、换热器和混料器构成的循环系统供料至系统充满为止。启动循环泵使物料循环，启动换热器使物料加热至 145℃；按照矿物油与粗 $TiCl_4$ 的质量比 1.6: 1000 将矿物油由矿物油槽经过计量泵计量后加入到混料器入口，使矿物油与 $TiCl_4$ 中杂质 $VOCl_3$ 在临近 $TiCl_4$ 沸点的温度充分接触、反应，生成高沸点物质。补充的粗 $TiCl_4$ 由粗钛高位槽经循环泵入口进入循环系统中，补充的矿物油经过计量泵（按照矿物油与粗 $TiCl_4$ 的质量比 1.6: 1000）进入混料器中，循环过程中循环泵从蒸馏釜内吸料打入换热器入口，经换热器加热到 145℃，经混料器后再流回到蒸馏釜内，物料进行循环加热。蒸馏，物料在蒸馏釜内进行蒸发， $VOCl_3$ 与矿物油反应生成的高沸点物质与其它高沸点杂质则留在蒸馏釜内，并经过蒸

馏釜底部出口排入矾泥浆槽。TiCL₄ 蒸汽经填料塔进入冷凝器冷凝，冷凝液先流回到蒸馏釜进行循环，待取样合格后再进入半成品罐，得到 TiCL₄ 半成品，完成除矾蒸馏过程。

实施例 3

以产能要求为 1.0 吨/小时粗 TiCL₄ 为例，将粗 TiCL₄ 打入高位槽，由粗钛高位槽向由蒸馏釜、循环泵、换热器和混料器构成的循环系统供料至系统充满为止。启动循环泵使物料循环，启动换热器使物料加热至 137°C；按照矿物油与粗 TiCL₄ 的质量比 1.2: 1000 将矿物油由矿物油槽经过计量泵计量后加入到混料器入口，使矿物油与 TiCL₄ 中杂质 VOCL₃ 在高于 TiCL₄ 沸点的温度下充分接触、反应，生成高沸点物质。补充的粗 TiCL₄ 由粗钛高位槽经循环泵入口进入循环系统中，补充的矿物油经过计量泵（按照矿物油与粗 TiCL₄ 的质量比 1.2: 1000）进入混料器中，循环过程中循环泵从蒸馏釜内吸料打入换热器入口，经换热器加热到 137°C，经混料器后再流回到蒸馏釜内，物料进行循环加热。蒸馏，物料在蒸馏釜内进行蒸发，VOCL₃ 与矿物油反应生成的高沸点物质与其它高沸点杂质则留在蒸馏釜内，并经过蒸馏釜底部出口排入矾泥浆槽。TiCL₄ 蒸汽经填料塔进入冷凝器冷凝，冷凝液先流回到蒸馏釜进行循环，待取样合格后再进入半成品罐，得到 TiCL₄ 半成品，完成除矾蒸馏过程。

实施例 4

以产能要求为 2.0 吨/小时粗 TiCL₄ 为例，将粗 TiCL₄ 打入高位槽，由粗钛高位槽向由蒸馏釜、循环泵、换热器和混料器构成的循环系统

供料至系统充满为止。启动循环泵使物料循环，启动换热器使物料加热至 139℃（或 138℃）；按照矿物油与粗 TiCL₄ 的质量比 1.4: 1000 将矿物油由矿物油槽经过计量泵计量后加入到混料器入口，使矿物油与 TiCL₄ 中杂质 VOCL₃ 在高于 TiCL₄ 沸点的温度下充分接触、反应，生成高沸点物质。补充的粗 TiCL₄ 由粗钛高位槽经循环泵入口进入循环系统中，补充的矿物油经过计量泵（按照矿物油与粗 TiCL₄ 的质量比 1.4: 1000）进入混料器中，循环过程中循环泵从蒸馏釜内吸料打入换热器入口，经换热器加热到 139℃，经混料器后再流回到蒸馏釜内，物料进行循环加热。蒸馏，物料在蒸馏釜内进行蒸发，VOCL₃ 与矿物油反应生成的高沸点物质与其它高沸点杂质则留在蒸馏釜内，并经过蒸馏釜底部出口排入矾泥浆槽。TiCL₄ 蒸汽经填料塔进入冷凝器冷凝，冷凝液先流回到蒸馏釜进行循环，待取样合格后再进入半成品罐，得到 TiCL₄ 半成品，完成除矾蒸馏过程。

