

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權  
 美國 2000年09月18日 09/664,334 有 無

有關微生物已寄存於： 寄存日期： ，寄存號碼：

## 五、發明說明 ( 1 )

### 發明背景

#### 1. 發明範疇

本發明係關於製造及冷卻二氧化鈦的方法，更特別地，係關於其中二氧化鈦及產生的氣體反應產物之冷卻可更有效率地進行之方法。

#### 2. 先前技藝的描述

在利用氯化物方法之二氧化鈦製造中，加熱的氣態四氯化碳及加熱的氧係以高的流速在管狀的反應器中混合。反應器中發生高溫氧化反應，因此產生了微粒狀固態二氧化鈦及氣體反應產物。該二氧化鈦及氣體反應產物可藉由通過一附有洗鍊介質(以除去管狀交換器內壁的沈澱)的管狀熱交換器而被冷卻。目前使用的洗鍊介質是一種微粒狀固體，例如砂、燒結的或壓縮的二氧化鈦、岩鹽或諸如其類。儘管使用洗鍊介質，固態的二氧化鈦及其他管狀交換器內壁的沈澱僅能部份地去除，因此留下的沈澱將減少熱交換器的熱轉換效率。

因此，需要改良的製造及冷卻二氧化鈦的方法，因而在所使用熱交換器中之沈澱可更完全地清除且產生更有效率的冷卻。

### 發明概述

本發明提供一製造及冷卻二氧化鈦之改良方法，其符合上述之需要且克服先前技藝之缺點。本發明之改良方法基本上包含在高溫下將氣體四氯化鈦與氧反應，以產生微粒狀固態二氧化鈦及氣體反應產物的步驟。該產生的微粒二

## 五、發明說明 ( 2 )

氧化鈦及氣體反應產物可藉由在一管狀熱交換器中與冷卻媒介的熱交換而被冷卻。洗鍊介質係經注入熱交換器中，以除去二氧化鈦及熱交換器內壁的其他物質沈澱。為了增加除去壁上的沈澱且因此增加熱交換器中的熱交換效率，該洗鍊介質在通過熱交換器係依循一渦形路徑前進。通過熱交換器之後，該微粒狀二氧化鈦係與氣體反應產物分離。

因此，本發明的一般目的是提供一種製造及冷卻二氧化鈦之改良方法。

本發明之其他及更進一步之目的，特性及優點，係技藝人士藉由結合下列較佳態樣的描述與完成圖示的所顯而易見。

### 圖之簡單敘述

圖1是根據本發明之管狀熱交換器段的切面圖，其包括渦形翼且具有凹槽。

圖2是沿著圖1之2-2線端看過去的圖。

### 較佳態樣的描述

二氧化鈦顏料迄今為止可藉由加熱的氣態四氯化鈦及加熱的氧在高溫下的管狀反應器中反應而製造。該四氯化鈦可包括足夠量的氯化鋁以產生含有重量百分比約0.3%到約3%氧化鋁的金紅石顏料。典型上，四氯化鈦係加熱至從約650°F到約1800°F的溫度範圍，視所使用預加熱元件而異。氧典型上係加熱到從約1750°F到約3400°F的溫度範圍。該氧化反應的溫度在一大氣壓力下典型的是在從約2300°F到

## 五、發明說明 ( 3 )

約2500°F的範圍。該反應產生微粒狀固態二氧化鈦及氣體反應產物。該反應產物立即被引入一延長的管狀熱交換器中，其中反應產物藉由與一冷卻媒介(如冷卻水)的熱交換而冷卻。該延長的管狀熱交換器通常由許多各別的熱交換器段(sections)以螺絲拴住而密封在一起。該熱交換段及熱交換器的整個長度可以視下列因素而廣泛地變化，例如二氧化鈦的產生速率、所欲之出料溫度、熱交換器的直徑等。因此，利用氯化物(例如氧化四氯化鈦的方法)之二氧化鈦商業化產物是利用變化直徑及長度的熱交換器以冷卻反應產物。在一該熱交換器的例子當中，該熱交換段有一7寸的內徑且從約7尺到約16尺長。該延長的管狀熱交換器經常又包括一個從1尺到4尺長的接頭。當通過該延長的管狀熱交換器時，二氧化鈦及氣體反應產物被冷卻到一溫度約1300°F或更低。

為了避免二氧化鈦及在氧化反應中其他物質形成之沈澱的形成，洗鍊介質係注入一含有反應產物之管狀熱交換器中。可使用之洗鍊介質之例子包括(但不僅限於此)砂、製成粒狀、且經乾燥及燒結的二氧化鈦及水之混合物，壓縮的二氧化鈦，岩鹽，熔融態鋁土，二氧化鈦及鹽的混合物等。

該洗鍊介質係衝撞熱交換器的內壁，因此除去沈澱。當洗鍊介質除去一些沈澱時，它通常無法除去所有沈澱，所以在熱交換器的內壁仍留有一層沈澱。該留下層沈澱物質會減少反應產物經冷卻、通過熱交換器壁而進入冷卻媒介

## 五、發明說明( 4 )

的熱轉換速率，其將轉而明顯地減少熱交換器的效率且將增加產生二氧化鈦的整體價格，因其要求安裝及維持一較長的熱交換器且需要較大量的洗鍊介質。反應產物冷卻之後，將微粒狀固態二氧化鈦與氣體反應產物與洗鍊介質分離。

本發明基於以下發現：可藉由使該洗鍊介質伴隨一渦形路徑而穿過該熱交換器，因而改良從熱交換器內壁之沈澱之去除。雖然許多技術都可用來使該洗鍊介質依循一渦形路徑通過該熱交換器，一種目前而言較好的技術係在至少一部份的一或多個各別熱交換器段的內壁提供一或多個渦形翼。較佳係該熱交換器段的內徑是7寸到11寸，具有渦形凹槽的2或多個渦形翼，在其間提供8尺比例的二或多個各別熱交換器段。最佳之形式係4到6個具有4到6個渦形凹槽的渦形翼，其間提供渦形比例的熱交換器段。

現參照圖示，一個具有個別7寸內徑且16尺長的熱交換器段係建構一延長的熱交換器以冷卻反應產物，其係經例示及通常標示為數字10。熱交換器段10包括四個渦形翼12，其具有四個凹槽14，因此在其間內在比例擴張超過了8尺。如圖1所示，翼12及凹槽14轉動超過熱交換器10的最初8尺內壁長度。渦形翼及凹槽的轉動速率是一常數且通常在從約2度/寸到約6度/寸的範圍，較佳係約4.5度/寸。如圖2所示，渦形翼12及凹槽14被刻以長方形的切面。一般而言，高度、寬度和渦形翼的轉動速率是使得含有翼的個別熱交換器段超過其最初8尺內壁長、在最大反應流速穿過熱交換

## 五、發明說明 ( 5 )

器段下的最大壓力下降是0.2磅/平方寸。更進一步的要求是洗鍊介質完全沖刷含有渦形凹槽壁的熱交換器段內壁。這些標準係符合例如一個具有16尺長的熱交換器段，7寸的內徑且具有4個刻以相等空間的長方形翼，其超過最初8尺的內壁，其當翼是0.5寸高、1.5寸寬且具有4.3度/寸的轉動速率，並且當洗鍊介質具有特定重量2及0.028寸的粒子大小與在1750°F溫度下的入口氣體反應產物流速是6.6磅/秒時一起被使用。

如所提及的，所有被用來建構延長的熱交換器的熱交換器段可包括渦形翼及凹槽。一般而言，然而，在延長熱交換器中包括渦形翼及凹槽的熱交換器段可藉由一些不含有渦形翼及凹槽的熱交換器段而分開。不含有渦形翼及凹槽的熱交換器段數目係依據在進行的操作情況下、是否這些熱交換器段被洗鍊介質完全清除而定。

翼可由可抗腐蝕合金形成，例如鎳及鉻的合金，或者，其可為陶瓷性抗蝕物質，例如鋁、碳化矽或諸如其類而形成。又，亦可以是中空的，如此冷卻媒介方可使彼等較冷，熱轉換將增加且顏料沈澱將減少。

本發明之製造及冷卻微粒狀固態二氧化鈦的改良方法包含以下步驟：加熱的氣態四氯化鈦及加熱的氧在高溫下反應，例如於至少溫度約2200°F下，以產生微粒狀固態二氧化鈦及氣態反應產物。二氧化鈦固體及氣態反應產物藉由通過具有能除去熱交換器內壁沈澱的洗鍊介質的管狀熱交換器而冷卻。當流過該延長的管狀熱交換器時，該洗鍊介

## 五、發明說明( 6 )

質及微粒狀二氧化鈦及氣態反應產物係依循一渦形路徑前進，藉此，洗鍊介質可完全地除去沈澱。於本發明目前較佳之態樣中，該微粒狀二氧化鈦及氣態反應產物係經引發而伴隨一渦形路徑，其可藉由在延長熱交換器的所有或部份空間的內壁中具有一或多個渦形翼。

本發明之一種特定的製造微粒狀固態二氧化鈦的方法係包含以下步驟：(a)在至少溫度約2200°F的溫度範圍下，將氣態四氯化鈦及氧反應以產生微粒狀固態二氧化鈦及氣態反應產物，(b)在管狀熱交換器中以冷卻媒介冷卻產生的微粒狀固態二氧化鈦及氣態反應產物到溫度約1300°F或更低，(c)注入洗鍊介質於熱交換器中，以除去其內壁的沈澱，(d)使該洗鍊介質依循一渦形路徑前進而通過熱交換器，且藉由提供一或多渦形翼於管狀熱交換器的所有或部份內壁，因而增加壁上沈澱之去除，及(e)將微粒狀固態的二氧化鈦從氣體反應產物與洗鍊介質中分離。

為了進一步描述本發明的改良方法，提供下列實施例。

## 實施例

進行一連串的測試以增加利用延長管狀熱交換器以冷卻在氯化物方法中所產生之二氧化鈦及氣態反應產物的效率。熱交換器係經安裝以決定熱轉換的效率且包含許多水套管部份。冷卻水流通過套子，且從含有氯、二氧化鈦顏料及5%到10%氧的反應器中之反應產物流通過管子內部。熱交換器段約16尺長，且藉由輪緣連接在一起。外部的水管稱為跨接線(jumper)，其連接一段水套子與鄰近段的水套子

## 五、發明說明 ( 7 )

。在每一連接線上放置一熱偶，且穿過熱交換器段的總水流量可在段的入口處被測量。在每一個熱交換器段中，從反應產物蒸汽被轉換到水中之熱量可藉由水入口及出口間的溫度差及水的流速而決定。熱交換器段的氣體溫度可從反應器的質量平衡來計算，即利用反應物進料蒸汽而進入反應器的熱量與從該段之反應器流出蒸汽損失的總熱量。由產物蒸汽的溫度及在該段中被轉換到冷卻水的熱量，可計算每一個熱交換器段的溫度轉換係數。

經計算的熱轉換係數之後與公開文獻中對於微粒氣體可獲得之實驗熱轉換相關性做比較。如所預期的，微粒負載氣體的相關性將與清淨氣體不同，但似乎可能的是在熱交換器段中測量的係數與清淨氣體經計算的係數將具有一相關常數比。該結果顯示，對於接近延長熱交換器出口之該段，從實驗相關性經計算的值與實驗上決定的值之間的偏差較其入口處的為大。其似乎可能的是其不同是由於該段的沈澱。然後利用測試開始發展方法以改良接近延長熱交換器出口的熱交換。利用延長熱交換器的最後8段以進行測試。這些所有段的直徑都是7寸，且除了最後一段外，其餘的長度大約是16尺長，該最後段作為一接收器以連接延長熱交換器於收集產物段。該接收段的長度是4尺，且直徑稍微較其他段大。所有測試的結果列於下表。

### 測試1

利用矽砂當作洗鍊介質以進行控制測試。該反應器的產物速率被設在即使熱轉換速率有重大改變時亦可被維持的

## 五、發明說明 ( 8 )

層次。決定經測量的熱轉換係數與理論上熱轉換係數的比。該結果顯示實際上係數與理論上係數之間的差隨著氣體移入延長熱交換器中而增加。

### 測試2

在第二個測試中，在熱交換器段的中間放入一元件以切線方向引入氮氣於該段中。反應器以約130到150磅/分鐘的速率產生二氧化鈦顏料。在幾分鐘的週期中，大約200標準立方尺的氮氣被引入於該段中。該結果是熱轉換可測量地改良，在其入口點的整個產物冷卻流入蒸汽時。熱轉換的增加歸因於更有效的磨拭，而非以下兩個因素的干擾：第一，根據從氮氣注入點之100段直徑蒸汽流入時，可觀察到熱轉換的增加。計算及發表的資料顯示任何熱轉換的增加是因為干擾快速的減少，且在約20管直徑蒸汽流入中完全消失<sup>1,2</sup>。第二個因素是，當使用較好的洗鍊介質時，在氮氣流停止後，有時可觀察到繼續有熱轉換的增加。

### 測試3

可藉由結塊未精煉的顏料以製造一種二氧化鈦洗鍊介質，以熱對待該物質以產生適合的堅硬物質且之後篩選該物質以產生與使用的砂砂相似的粒子大小比例。將該洗鍊介質注入反應器前。該測試結果與測試1的結果相似。

### 測試4

具有渦形翼的熱交換器段且如圖1及2顯示的凹槽被安裝在第6號的熱交換器段中。該熱交換器段包括渦形翼及凹槽的部份是該段的前8尺。洗鍊介質與測試3所使用的是一樣

## 五、發明說明 ( 9 )

的，且產物速率與測試1及3大約是相同的。該結果顯示對於第7號段蒸汽立刻順流入第6號的平均熱轉換係數比測試3中的第7號段平均熱轉換係數高很多。對於第8號(其從渦形翼及凹槽端是32尺或55管直徑)的平均熱轉換係數比測試3中的第8號平均熱轉換係數稍微高一點。

### 測試5

具有渦形翼及凹槽的熱交換器段被安裝在第11號段中，且進行與測試4相似的測試。該結果顯示可獲得重大的改良，即使第13號段從第11號段端是26尺長或超過47管直徑。

### 附加測試

利用具有陶瓷物質的渦形翼進行與測試5相似的測試。對於具由陶瓷物質的第12號及第13號段，其熱轉換結果與測試5相同。在包括翼的段中的熱轉換視翼的使用物質之傳導性及翼的設計而定。在其他測試的設定中，當不具渦形翼的熱交換器被操作時，氣體出了袋形過濾器的溫度可被決定。之後翼被安裝第11號段且產生的速率增加直到氣體出了袋形過濾器的溫度到達相同溫度。不具翼的結果是，97噸/天的產生速率，其導致369°F的出口溫度，且具有翼的是，119噸/天的產生速率，其導致363°F的出口溫度。“因康耐”(INCONEL™)翼操作超過30小時。在該翼尚未發現可測量的磨損，且粗略的顏料品質是優良的。在翼上未發現任何沈澱。

該測試的結果顯示渦形翼及凹槽增加洗鍊介質的有效性。值得相信的是，當氣體到達延長熱交換器端時，實際上

## 五、發明說明 ( 10 )

對理論上熱轉換係數比的減少是因為在接近熱轉換器端沈澱的增加。其與翼在第11號位置比在第6號位置更有效的結果一致。計算顯示利用先前描述的測試的產生速率，其穿過150尺渦形翼的壓力掉落與同樣狀態的平滑管比較僅是幾磅/平方寸。因為此原因，四個包括8尺渦形翼部份的熱交換器段中的二個可以在延長熱交換器中利用空間被分開一些距離。如果翼的價格許可，也可在延長熱交換器中使用連續渦形翼。該結果又顯示可以合金，如“因康耐”(INCONEL™) 600或陶瓷物質如碳化矽、鋁或組合陶瓷來製造渦形翼。如果耗損或化學侵蝕成為問題時，陶瓷的使用是有利的。

參考文獻

1. A.H. Algifri, R.K. Bhardwaj, Y.V.N.Rao; "Heat transfer in turbulent decaying swirl flow in a circular pipe," Int. J. Heat & Mass Transfer, Vol. 31(8), pp. 1563-1568 (1988).
2. N. Hay, P.D. West; "Heat transfer in free swirling flow in a pipe," Trans ASME J. Heat Transfer, 97, pp. 411-416 (1975).

## 表

測量與理論上熱轉換係數的比

測試數	1	2	3	4	5
二氧化鈦產生 速率，噸/天	104	-	108	105	108
渦形亦及凹槽 (8'部份)的位置	無	無-氮 在第8號注入	無	第6號	第11號

## 五、發明說明 ( 11 )

熱交換段 第6號比	0.8	-	0.81	-	0.81
熱交換段 第7號比	0.73	-	0.75	0.86	0.72
熱交換段 第8號比	0.57	-	0.61	0.64	0.57
熱交換段 第9號比	0.58	-	0.62	0.62	0.55
熱交換段 第10號比	0.52	-	0.58	0.56	0.56
熱交換段 第11號比	0.50	-	0.58	0.49	-
熱交換段 第12號比	0.39	-	0.46	0.44	0.61
熱交換段 第13號比	0.42	-	0.53	0.40	0.67

因此，本發明係充份修正以實現所述之目的及到達原本之結果及優點。雖然，熟悉此項技術者可進行許多改變，此等改變係包含於後附申請專利範圍中所定義之本發明之精神。

## 四、中文發明摘要(發明之名稱：製造及冷卻二氧化鈦之方法)

一種製造二氧化鈦的改良方法，其中氣態四氯化鈦與氧係於高溫下反應，以產生微粒狀固態二氧化鈦及提供氣態反應產物。該二氧化鈦及氣體反應產物可藉由通過一附有洗鍊介質(scouring medium)(以除去管狀交換器內壁的沈澱)的管狀熱交換器而被冷卻。藉由本發明，該微粒狀洗鍊介質、微粒狀二氧化鈦固體及氣體反應產物於通過管狀熱交換器時係成為依循一渦形路徑前進，而使得該洗鍊介質更能完全清除沈澱，且二氧化鈦及氣體反應產物可更有效率地被冷卻。

## 英文發明摘要(發明之名稱：PROCESS FOR PRODUCING AND COOLING TITANIUM DIOXIDE)

An improved process for producing titanium dioxide wherein gaseous titanium tetrachloride and oxygen are reacted at a high temperature to produce particulate solid titanium dioxide and gaseous reaction products is provided. The titanium dioxide and gaseous reaction products are cooled by passing them through a tubular heat exchanger along with a scouring medium for removing deposits from the inside surfaces of the tubular heat exchanger. By this invention, the particulate scouring medium, the particulate titanium dioxide and the gaseous reaction products are caused to follow a spiral path as they flow through the tubular heat exchanger whereby the scouring medium more thoroughly removes the deposits and the titanium dioxide and gaseous reaction products are cooled more efficiently.

## 六、申請專利範圍

1. 一種製造二氧化鈦的方法，其中氣態四氯化鈦及氧係在高溫下反應，以產生微粒狀固態二氧化鈦及氣態反應產物，且該二氧化鈦及氣體反應產物係藉由通過一附有洗鍊介質以除去管狀熱交換器內壁的沈澱的管狀熱交換器而冷卻，其改良處該方法包含使該洗鍊介質、該微粒狀固態二氧化鈦及該氣體反應產物通過該管狀熱交換器時，係依循一渦形路徑前進。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該洗鍊介質係選自製成粒狀且經乾燥及燒結的二氧化鈦及水之混合物，壓縮的二氧化鈦，岩鹽，熔融態鋁土，二氧化鈦及鹽的混合物所組成之群組。
3. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該洗鍊介質係一製成粒狀、經乾燥及燒結的二氧化鈦及水混合物。
4. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該洗鍊介質、該微粒狀固態二氧化鈦及該氣體反應產物通過該管狀熱交換器時，係藉由在所有或部份的該管狀熱交換器的內壁提供一或多個渦形翼，而依循一渦形路徑前進。
5. 根據申請專利範圍第4項之方法，其中該一或多個渦形翼之轉動速率係基於該熱交換器之增加長度之每吋2度到6度。
6. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該用來在該管狀熱交換器中冷卻該微粒狀固態二氧化鈦及氣體反應產物的熱交換媒介是水。

## 六、申請專利範圍

7. 根據申請專利範圍第4項之方法，其中該管狀熱交換器是由許多連接在一起的熱交換器段而製成。
8. 根據申請專利範圍第7項之方法，其中少於全部的該熱交換器段係包括該渦形翼。
9. 一種製造微粒狀二氧化鈦的改良方法，其包含以下步驟：
  - (a) 在至少溫度2100°F的溫度下，將氣態四氯化鈦及氧反應以產生微粒狀固態二氧化鈦及氣態反應產物；
  - (b) 在管狀熱交換器中，以冷卻媒介冷卻該產生的微粒狀固態二氧化鈦及氣態反應產物到溫度1300°F或更低；
  - (c) 注入洗鍊介質於熱交換器中以除去其內壁的沈澱；
  - (d) 使該洗鍊介質依循一渦形路徑前進而通過該熱交換器；及
  - (e) 將該微粒狀固態二氧化鈦從該洗鍊介質與該氣體反應產物中分離。
10. 如申請專利範圍第9項之方法，其中該洗鍊介質係選自製成粒狀、且經乾燥及燒結的二氧化鈦及水混合物，壓縮的二氧化鈦，岩鹽，熔融態鋁土，二氧化鈦及鹽的混合物所組成之群組。
11. 根據申請專利範圍第10項之方法，其中該洗鍊介質係一製成粒狀且經乾燥及燒結的二氧化鈦及水混合物。
12. 根據申請專利範圍第9項之方法，其中該洗鍊介質、該微粒狀固態二氧化鈦及該氣體反應產物流通過該管狀

## 六、申請專利範圍

熱交換器時，係藉由在所有或部份的該管狀熱交換器的內壁提供一或多個渦形翼，而依循一渦形路徑前進。

13. 根據申請專利範圍第12項之方法，其中該渦形翼之轉動速率係基於該熱交換器之增加長度之每吋2度到6度。
14. 根據申請專利範圍第9項之方法，其中該冷卻媒介是冷卻水。
15. 根據申請專利範圍第12項之方法，其中該管狀熱交換器是由許多連接在一起的熱交換器段而製成。
16. 根據申請專利範圍第15項之方法，其中少於全部的該熱交換器段係包括該渦形翼。

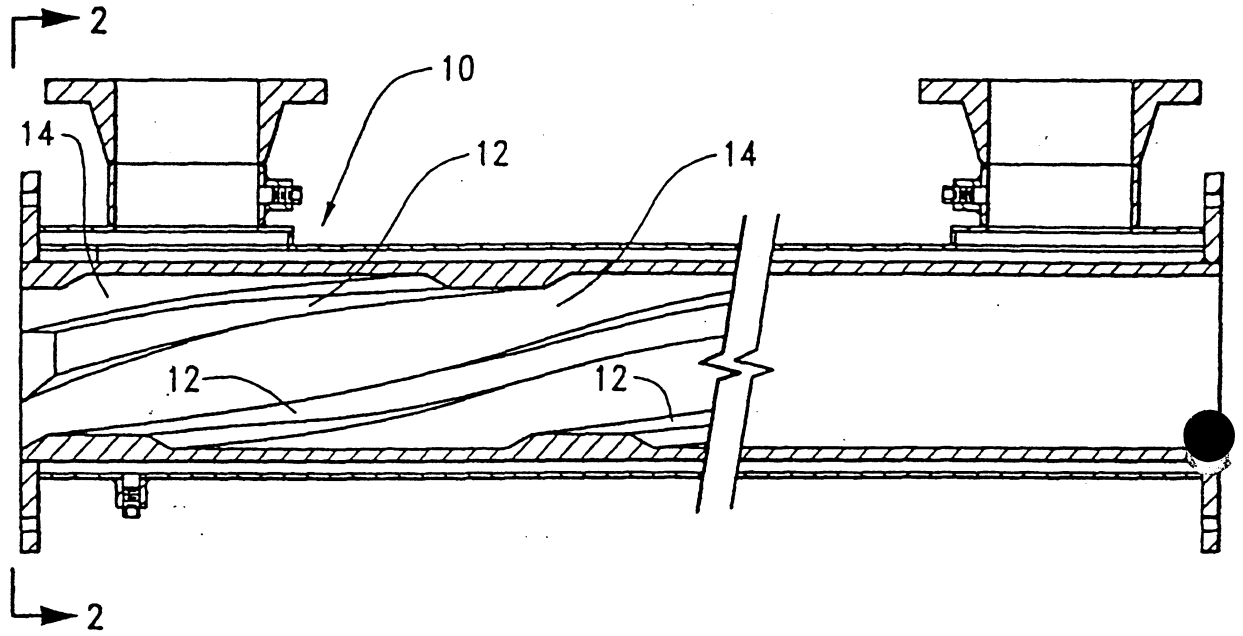


圖 1

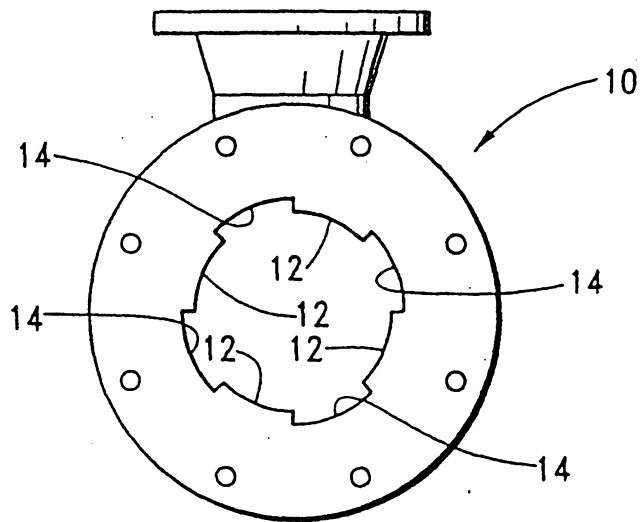


圖 2

# 公告本

申請日期	90.09.19.
案號	090122995
類別	C01G23/07

(以上各欄由本局填註)

A4  
C4

修正  
補充  
92年6月19日

中文說明書替換本(92年6月)

發 明 專 利 說 明 書		593154
一、發明 名稱	中 文	製造及冷卻二氧化鈦之方法
	英 文	PROCESS FOR PRODUCING AND COOLING TITANIUM DIOXIDE
二、發明 創作人	姓 名	1.威廉 A. 優伊爾 WILLIAM A. YUILL 3.哈利 E. 福林 HARRY E. FLYNN 2.查爾斯 A. 納塔利 CHARLES A. NATALIE 4.比塔 菲利培 BITA FILLIPI
	國 籍	1.美國 2.美國 3.美國 4.美國
住、居所	住、居所	1.美國奧克拉荷馬州奧克拉荷馬市西北第二百二十二街7021號 2.美國奧克拉荷馬州艾德蒙市海瑟史東路2309號 3.美國奧克拉荷馬州艾德蒙市栗子巷1001號 4.美國奧克拉荷馬州彭卡市卡迪諾路2304號
	代 表 人 姓 名	詹姆士 B. 瓦辛頓 JAMES B. WORTHINGTON
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商克爾瑪基化學LLC公司 KERR-MCGEE CHEMICAL LLC
	國 籍	美國
住、居所 (事務所)	住、居所 (事務所)	美國奧克拉荷馬州奧克拉荷馬市羅伯S.克爾大道123號
	代 表 人 姓 名	詹姆士 B. 瓦辛頓 JAMES B. WORTHINGTON

裝 訂 線