(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106237671 B
(45)授权公告日 2018.09.11

(21)申请号 201610801273.5

(22)申请日 2016.09.05

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106237671 A

(43)申请公布日 2016.12.21

(73)专利权人 攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司
地址 617000 四川省攀枝花市东区桃源街90号

(72)发明人 李亮 李开华 陈爱祥 苗庆东 漆丽华

(74)专利代理机构 成都虹桥专利事务所(普通合伙) 51124
代理人 许泽伟

(51)Int.Cl.
*B01D 21/02*(2006.01)
*B01D 21/24*(2006.01)
*B01D 21/28*(2006.01)
*B01D 21/34*(2006.01)
*C01G 23/02*(2006.01)

(56)对比文件
CN 203370339 U,2014.01.01,全文.
CN 102441549 A,2012.05.09,全文.
CN 204428909 U,2015.07.01,全文.
CN 101805016 A,2010.08.18,全文.
李宏伟等.沉降在四氯化钛生产中的作用.《钛工业进展》.2005,第22卷(第1期),45-46.
杨军.四氯化钛工艺路线的改进对沉降过滤的影响.《天津化工》.2016,第30卷(第1期),35-38.

审查员 郝雅宁

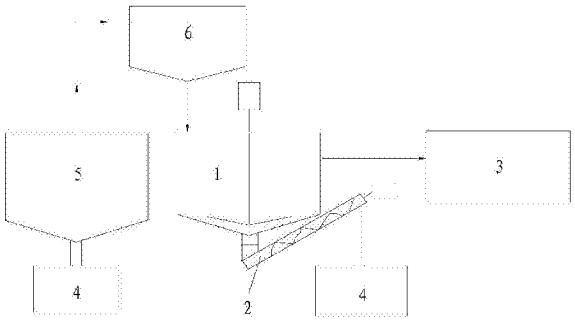
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置和沉降方法

(57)摘要

本发明公开的是钛冶金工业技术领域的一种用于处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置和沉降方法,该装置包括浓密机、位于浓密机底部排料口的螺旋提料机、以及用于盛装沉降后的溶液的清液储罐和收集沉降泥浆的泥浆罐,还包括静置沉降池和计量罐,所述静置沉降池的上部通过管道与计量罐相连,所述计量罐通过管道连接至浓密机,计量罐上设有流量阀可精确控制液体进入浓密机的流速。对于固体杂质含量≥25g/L的溶液首先进行静置沉降处理,然后取上部清液进行连续溢流沉降处理,这种方式可直接处理较高固相物杂质的粗四氯化钛,连续稳定分离粗四氯化钛中的不溶固体杂质,大幅提高了四氯化钛的生产效率和生产质量。




CN 106237671 B

1.处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的沉降方法，包括处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置，该装置包括浓密机(1)、位于浓密机(1)底部排料口的螺旋提料机(2)、以及用于盛装沉降后的溶液的清液储罐(3)和收集沉降泥浆的泥浆罐(4)，还包括静置沉降池(5)和计量罐(6)，所述静置沉降池(5)的上部通过管道与计量罐(6)相连，所述计量罐(6)通过管道连接至浓密机(1)，计量罐(6)上设有流量阀可精确控制液体进入浓密机的流速，其特征是，包括以下步骤：

a、对粗四氯化钛按固体杂质含量进行分类，含量≥25g/L的分为一类，含量＜25g/L的分为一类；

b、含量＜25g/L的溶液，首先将溶液输入计量罐，然后进料至浓密机进行连续溢流沉降处理；

c、含量≥25g/L的溶液，在进行步骤b之前，先将溶液放入静置沉降池进行静置沉降处理，沉降一段时间后将沉降池上部清夜送至计量罐，再按b步骤进行连续溢流沉降处理；

d、连续溢流沉降处理后的清液从浓密机上部溢出，输送至清液储罐，沉降后的泥浆通过沉降池和浓密机底部的螺旋提料机输送至泥浆罐。

2.如权利要求1所述的处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的沉降方法，其特征是：在步骤b中进行连续溢流沉降处理时，从计量罐至浓密机的进料速度控制在1.7～2.1t/h，浓密机搅拌器的旋转速率为0.4～0.8rmp/min。

3.如权利要求1所述的处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的沉降方法，其特征是：在步骤c中对溶液进行静置沉降处理的时间按y＝0.0542x+0.85进行计算，其中，y为静置沉降时间，其单位为h，x为沉降前粗四氯化钛的固体杂质含量，其单位为g/L。

4.如权利要求1所述的处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的沉降方法，其特征是：步骤d中进行连续溢流沉降处理时，应保持螺旋提料机连续工作，转速控制在5～15rmp/min，避免浓密机内底部泥浆堵塞排料管。

# 处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置和沉降方法

## 技术领域

[0001] 本发明涉及钛冶金工业技术领域，尤其涉及一种用于处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置和沉降方法。

## 背景技术

[0002] 金属钛及钛合金由于具有比强度高、密度小、耐高温与低温性能、耐酸碱腐蚀等优异性能，广泛应用于航空航天、能源化工冶金、民用等领域，四氯化钛作为制备氯化钛白、海绵钛的重要中间原料，其生产过程中因钛渣或含钛矿物中杂质元素的同时氯化，使得粗四氯化钛中的杂质含量增加，若粗四氯化钛中杂质若未能得到较好去除，则会以四倍浓度在海绵钛中富集，对海绵钛质量产生极大影响；对于中国攀西地区高钙镁杂质含量的钛渣原料常采熔盐氯化法制备粗四氯化钛，须经沉降除杂、管事过滤器除杂、精制除杂等工序去除$AlCl_3$、$FeCl_3$、$SiCl_4$、VOCl3等杂质以获得质量合格的精四氯化钛用于海绵钛、氯化钛白的生产。

[0003] 目前，国内外对粗四氯化钛沉降的处理方法、研究报道较少。中国发明专利CN103505915A公开了一种四氯化钛沉降槽及提取澄清液体的方法，其重点在于介绍沉降槽的构造。中国发明专利CN103191835A公开了一种包含四氯化钛储罐、机壳、机座、差速器、电机的四氯化钛渣液分离离心机，其目的在于解决现有四氯化钛固液分离过程中密封效果差、设备磨损腐蚀快、运行维护成本高、严重污染环境等技术问题。而试验证明采用沉降槽连续沉降模式难以有效处理固含量较高的粗四氯化钛；离心机虽能在短时间内实现粗四氯化钛中的不溶固相物杂质，但难以实现连续进出料及大规模工业生产。

## 发明内容

[0004] 为弥补现有技术的不足，本发明所要解决的技术问题是：提供一种处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置和沉降方法。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是：处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置，包括浓密机、位于浓密机底部排料口的螺旋提料机、以及用于盛装沉降后的溶液的清液储罐和收集沉降泥浆的泥浆罐，还包括静置沉降池和计量罐，所述静置沉降池的上部通过管道与计量罐相连，所述计量罐通过管道连接至浓密机，计量罐上设有流量阀可精确控制液体进入浓密机的流速。

[0006] 所述浓密机采用容积为55～66$m^3$的型号。

[0007] 处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的沉降方法，包括以下步骤：

[0008] a、对粗四氯化钛按固体杂质含量进行分类，含量≥25g/L的分为一类，含量＜25g/L的分为一类；

[0009] b、含量＜25g/L的溶液，首先将溶液输入计量罐，然后进料至浓密机进行连续溢流沉降处理；

[0010] c、含量≥25g/L的溶液，在进行步骤b之前，先将溶液放入静置沉降池进行静置沉

降处理，沉降一段时间后将沉降池上部清夜送至计量罐，再按b步骤进行连续溢流沉降处理；

[0011] d、连续溢流沉降处理后的清液从浓密机上部溢出，输送至清液储罐，沉降后的泥浆通过沉降池和浓密机底部的螺旋提料机输送至泥浆罐。

[0012] 进一步的是，在步骤b中进行连续溢流沉降处理时，从计量罐至浓密机的进料速度控制在1.7～2.1t/h，浓密机搅拌器的旋转速率为0.4～0.8rmp/min。

[0013] 进一步的是，在步骤c中对溶液进行静置沉降处理的时间按y＝0.0542x+0.85进行计算，其中，y为静置沉降时间，其单位为h，x为沉降前粗四氯化钛的固体杂质含量，其单位为g/L。

[0014] 进一步的是，步骤d中进行连续溢流沉降处理时，应保持螺旋提料机连续工作，转速控制在5～15rmp/min，避免浓密机内底部泥浆堵塞排料管。

[0015] 本发明的有益效果是：通过在传统的浓密机外加设静置沉降池和计量罐，对于固体杂质含量≥25g/L的溶液首先进行静置沉降处理，然后取上部清液进行连续溢流沉降处理，这种方式可直接处理较高固相物杂质的粗四氯化钛，连续稳定分离粗四氯化钛中的不溶固体杂质，大幅提高了四氯化钛的生产效率，有效避液体输送过程因杂质含量较高带来的管道堵塞，同时也极大降低了粗四氯化钛精制过程中蒸馏釜电阻丝烧损频率。

## 附图说明

[0016] 图1是本发明装置的结构示意图。

[0017] 图中标记为，1-浓密机，2-螺旋提升机，3-清液储罐，4-泥浆罐，5-静置沉降池，6-计量罐。

## 具体实施方式

[0018] 以下通过附图和具体实施方式对本发明作进一步描述。

[0019] 如图1所示，本发明处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的装置，包括浓密机1、位于浓密机1底部排料口的螺旋提料机2、以及用于盛装沉降后的溶液的清液储罐3和收集沉降泥浆的泥浆罐4，还包括静置沉降池5和计量罐6，所述静置沉降池5的上部通过管道与计量罐6相连，所述计量罐6通过管道连接至浓密机1，计量罐6上设有流量阀可精确控制液体进入浓密机的流速。传统工艺在进行四氯化钛沉降处理时大多只通过浓密机进行溢流沉降处理，但对于固体杂质含量较高的溶液，单靠浓密机沉降效果不好。本发明通过设置静置沉降池先对溶液进行初步沉降，然后再进行溢流沉降，可大大提高溢流沉降效果，并且通过计量罐对流速进行精确控制，能实现连续溢流沉降，生产效率和质量都有明显提高。根据实际生产情况，一般采用容积为55～66$m^3$的型号，沉降效果好，生产效率高。

[0020] 处理含有较高固相物杂质的粗四氯化钛的沉降方法，包括以下步骤：

[0021] a、对粗四氯化钛按固体杂质含量进行分类，含量≥25g/L的分为一类，含量＜25g/L的分为一类；

[0022] b、含量＜25g/L的溶液，首先将溶液输入计量罐，然后进料至浓密机进行连续溢流沉降处理；

[0023] c、含量≥25g/L的溶液，在进行步骤b之前，先将溶液放入静置沉降池进行静置沉

降处理，沉降一段时间后将沉降池上部清夜送至计量罐，再按b步骤进行连续溢流沉降处理；

[0024] d、连续溢流沉降处理后的清液从浓密机上部溢出，输送至清液储罐，沉降后的泥浆通过沉降池和浓密机底部的螺旋提料机输送至泥浆罐。

[0025] 经过长期试验分析后发现，只有当固体杂质含量低于25g/L时，直接用浓密机进行溢流沉降才能达到有效的沉降效果，对于固体杂质含量高于25g/L的，应先进行静置沉降处理，使部分固体杂质沉降到池底，然后再对上部的清液进行溢流沉降处理，如此才能达到预期的沉降效果。

[0026] 进一步的，在步骤b中进行连续溢流沉降处理时，从计量罐至浓密机的进料速度控制在1.7～2.1t/h，浓密机搅拌器的旋转速率为0.4～0.8rmp/min。经过多次试验后得出，按照1.7～2.1t/h的进料速度以及0.4～0.8rmp/min的转速进行控制，能保证浓密机的连续运行，沉降效果好，同时可以保证底部泥浆具有良好的流动性，便于排出。

[0027] 在步骤c中对溶液进行静置沉降处理的时间按y＝0.0542x+0.85进行计算，其中，y为静置沉降时间，其单位为h，x为沉降前粗四氯化钛的固体杂质含量，其单位为g/L。静置沉降时间也是经过长期使用和试验得出的结论，按照这个时间进行沉降处理，能达到最佳的沉降效果和生产效率。

[0028] 步骤d中进行连续溢流沉降处理时，应保持螺旋提料机连续工作，转速控制在5～15rmp/min，避免浓密机内底部泥浆堵塞排料管。螺旋提升机主要是用于间歇性的对泥浆进行清理，排料周期为2次/天～4次/天，当未进行排料操作时，提料螺旋进行连续正转操作，转速为5～15rmp/min，避免浓密机内底部泥浆堵塞排料管。

[0029] 下面通过实施例对本发明进一步说明。

[0030] 实施例1

[0031] 对固含量低于25g/L的粗四氯化钛进行连续溢流沉降，其控制参数及沉降前后结果如表1所示：

[0032] 表1连续溢沉降前后固含量变化情况

[0033]

| 样品 | 搅拌器转速/ r.min$^{-1}$ | 螺旋正转转速/r.min$^{-1}$ | 进料量/t.h$^{-1}$ | 螺旋反转周期 | 沉降前固含量/g/L | 沉降后固含量/ g/L |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0.5 | 13 | 1.7~2 | 2 天 | 6.35 | 3.62 |
| 2 | 0.5 | 8.5 | 1.7~2 | 2 天 | 5.99 | 3.80 |
| 3 | 0.5 | 5 | 1.7~2 | 2 天 | 5.60 | 3.72 |
| 4 | 0.5 | 0 | 1.7~2 | 2 天 | 5.40 | 3.99 |

[0034] 连续溢流沉降过程控制浓密机搅拌器转速为0.5rmp/min，进料量为1.7～2t.h$^{-1}$，沉降后粗四氯化钛固含量平均降低2g/L，其值均可≤4g/L。

[0035] 实施例2

[0036] 首先对固体杂质含量大于25g/L的粗四氯化钛进行单独静置沉降处理，结果如表2所示，样品A、B、C、D沉降前的固体杂质含量分别为323g/L、221g/L、59.5g/L、25.5g/L，分静置沉降15h、8h、5h、1.5h后粗四氯化钛的上部清夜固含量明显降低，均可≤10g/L。

[0037] 表2粗四氯化钛静置沉降前后固含量及成分

[0038]

| | 样品 | 固含量/g/L | $FeCl_3$/% | $SiCl_4$/% | $VOCl_3$/% | $AlCl_3$/% |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 沉降前 | A | 323 | 1.5414 | 0.0076 | 0.1467 | 0.9247 |
| | B | 221 | 1.8391 | 0.0017 | 0.0477 | 0.3639 |
| | C | 59.5 | 0.1259 | 0.0005 | 0.0506 | 0.0201 |
| | D | 25.5 | 0.1589 | 0.0045 | 0.0532 | 0.0257 |
| 沉降后上清夜 | A | 9.1 | 0.0115 | 0.0345 | 0.1874 | 0.0005 |
| | B | 7.6 | 0.0110 | 0.0167 | 0.1099 | 0.0005 |
| | C | 6.0 | 0.0106 | 0.0260 | 0.1432 | 0.0005 |
| | D | 5.9 | 0.0102 | 0.0218 | 0.1456 | 0.0005 |

[0039] 采用静置沉降后粗四氯化钛清夜进行连续溢流沉降，进一步降低粗钛固含量，其结果如表3所示：

[0040] 表3连续溢沉降前后固含量变化情况

[0041]

| 样品 | 搅拌器转速/ $r.min^{-1}$ | 螺旋正转转速/$r.min^{-1}$ | 进料量/$t.h^{-1}$ | 螺旋反转周期 | 沉降前固含量/g/L | 沉降后固含量/ g/L |
|---|---|---|---|---|---|---|
| A | 0.7 | 13 | 1.8 | 2 天 | 9.1~10 | 4.00 |
| B | 0.7 | 13 | 2 | 2 天 | 7.6~9.0 | 3.87 |
| C | 0.7 | 13 | 2 | 3 天 | 6.0~6.7 | 3.76 |
| D | 0.7 | 13 | 2 | 3 天 | 5.9~7.0 | 3.83 |

[0042] 连续溢流沉降后粗四氯化钛固含量均可≤4g/L。静置沉降与连续溢流沉降相结合可有效处理较高固体杂质含量的粗四氯化钛，实现固液有效分离。

[0043] 以上两个实施例充分说明本装置和沉降方法可有效处理高固含量的四氯化钛，所得粗四氯化钛清夜中固相物含量≤4g/L。采用该方法处理后所得的粗四氯化钛可大幅提高生产效率、有效避液体输送过程因杂质含量较高带来的管道堵塞、极大降低粗四氯化钛精制过程中蒸馏釜电阻丝烧损频率，具有很好的实用性和应用前景。

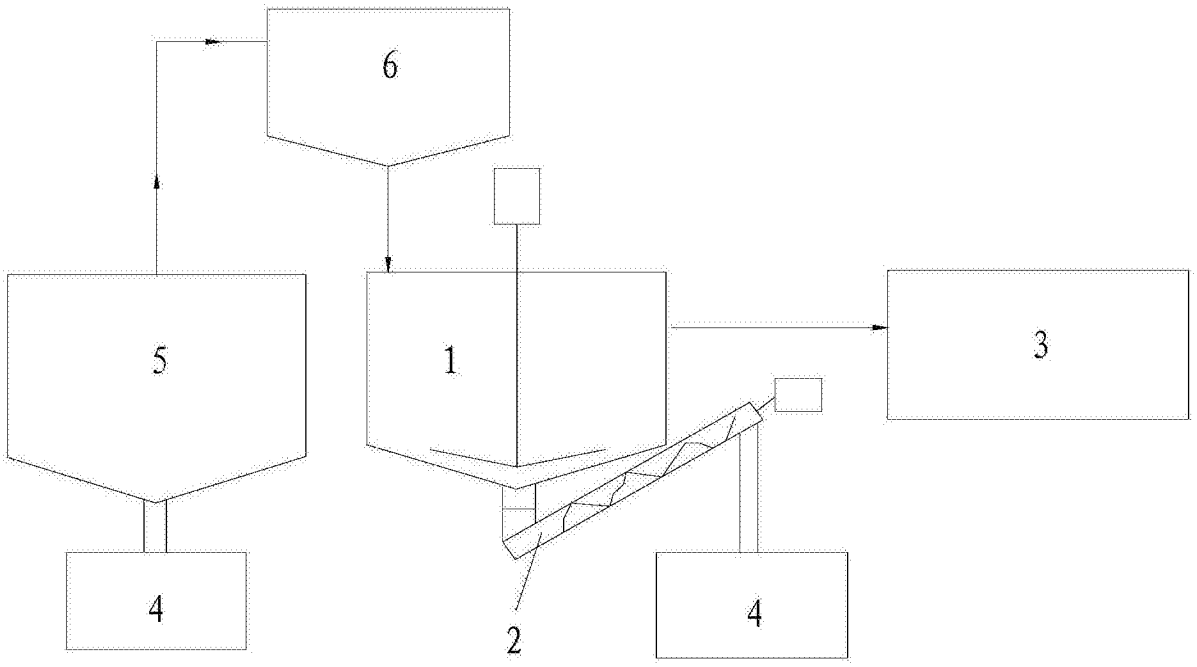



图1