



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 212594079 U

(45) 授权公告日 2021. 02. 26

(21) 申请号 202021812351.X

(22) 申请日 2020.08.26

(73) 专利权人 洛阳双瑞万基钛业有限公司

地址 471000 河南省洛阳市新安县铁门镇

(72) 发明人 姜建伟 代应杰 王丽娟 师向伟
高兵

(74) 专利代理机构 洛阳公信知识产权事务所
(普通合伙) 41120

代理人 常晓虎

(51) Int. Cl.

B01D 3/42 (2006.01)

B01D 5/00 (2006.01)

C01G 23/02 (2006.01)

(ESM) 同样的发明创造已同日申请发明专利

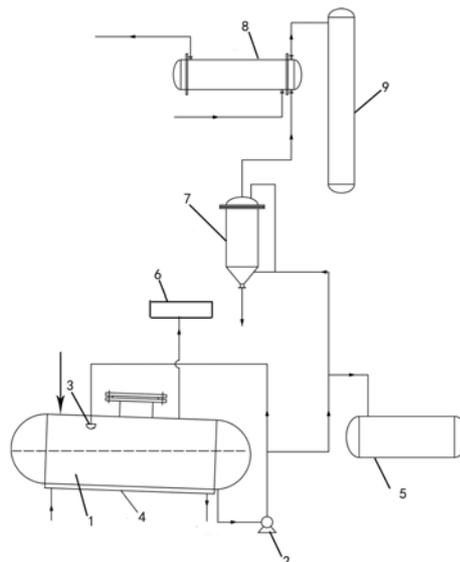
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置

(57) 摘要

一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,该装置包括蒸馏塔、蒸馏塔回流罐、蒸馏塔回流泵和塔顶副产品罐,蒸馏塔回流罐的罐体外部套设有用以对罐体加热并保温的夹套;蒸馏塔回流罐底部的液体出口和蒸馏塔回流泵的进口连接,蒸馏塔回流泵的出口连接有两条管路,第一条管路的主线通过蒸馏塔回流冷却器连接蒸馏塔的液相进口,第一条管路的支线和所述的塔顶副产品罐连接,第二条管路和设置在蒸馏塔回流罐罐内顶部的喷嘴连接,蒸馏塔回流罐顶部和尾气冷凝系统连接。利用本实用新型可以增加低沸点杂质的气相分压,使得更多的低沸点杂质进入气相,再进入尾气冷凝系统进行收集,改善低沸点杂质的分离效果和四氯化钛产品的质量。



1. 一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,包括蒸馏塔、蒸馏塔回流罐、蒸馏塔回流泵和塔顶副产品罐,所述蒸馏塔的液相进口用于待分离混合液的进料;所述蒸馏塔顶部的气相出口通过冷凝器和所述蒸馏塔回流罐进口相连,其特征在于:所述蒸馏塔回流罐的罐体外部套设有用以对罐体加热并保温的夹套,夹套内腔通过管道接入热源;所述蒸馏塔回流罐底部的液体出口和罐体外的蒸馏塔回流泵的进口连接,蒸馏塔回流泵的出口连接有两条管路,第一条管路的主线通过蒸馏塔回流冷却器连接蒸馏塔的液相进口,第一条管路的支线和所述的塔顶副产品罐连接,第二条管路和设置在蒸馏塔回流罐罐内顶部的喷嘴连接;所述第一条管路的主线、支线和第二条管路上分别设有用以控制液体流量的阀门;所述蒸馏塔回流罐顶部还和罐体外的尾气冷凝系统连接,以排出蒸馏塔回流罐液面上方空间的气相混合物。

2. 根据权利要求1所述的一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,其特征在于:所述喷嘴为螺旋喷嘴。

3. 根据权利要求2所述的一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,其特征在于:所述螺旋喷嘴的喷流角度最大为 170° 。

4. 根据权利要求1所述的一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,其特征在于:所述第一条管路的主线上还设有用以截留固体颗粒的过滤器,过滤器位于所述蒸馏塔回流冷却器的上游。

5. 根据权利要求4所述的一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,其特征在于:所述过滤器具有钛粉末烧结滤芯。

6. 根据权利要求5所述的一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,其特征在于:所述过滤器的过滤精度为3微米。

一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置

技术领域

[0001] 本实用新型属于化工生产工艺技术领域,具体涉及一种四氯化钛生产过程中低沸点杂质的气相分离装置。

背景技术

[0002] 沸腾氯化法生产四氯化钛,经过氯化-气固分离-冷凝后得到粗四氯化钛,粗四氯化钛中有大量未反应的二氧化钛、碳颗粒、氯化铝、氯化铌、氯化锆等杂质,该部分杂质呈固态或者液态,沸点与四氯化钛沸点相差悬殊,属于高沸点杂质,可以通过加热蒸馏,从蒸馏塔顶部出料口可有效分离出四氯化钛。同时粗四氯化钛中含有大量四氯化硅、四氯化锡、硫氧化碳、一氯乙酰氯、二氯乙酰氯等杂质,该部分杂质沸点与四氯化钛沸点较为接近,甚至部分杂质沸点与四氯化钛沸点仅相差小于 5°C ,属于低沸点杂质,该部分杂质分离难度极大,对低沸点杂质脱除塔要求极高,需要非常多的塔板才能有效分离,或者通过加大塔顶副产品排出量,来降低塔内低沸点杂质总量,但这样又会造成严重的浪费,减少四氯化钛的产量。

[0003] 目前,在分离四氯化钛中低沸点杂质时,含有低沸点杂质的四氯化钛从蒸馏塔中上部进料,塔底则通过四氯化钛液体再沸提高热量,并产生含有低沸点杂质和四氯化钛的气相混合物,该部分气相混合物经冷凝进入蒸馏塔顶部产品回流罐,再被回流泵分成两部分分别送入蒸馏塔和副产品排出系统。在此过程中,为了提高低沸点杂质的分离效果,需要所述冷凝器的换热面积要足够大,既能满足产品的全部冷凝,又能保证回流到蒸馏塔的回流温度在 40°C 以下,这样就增加了冷凝器的体积和成本。而如果所有产品全部冷凝后回流到蒸馏塔,就必须增加所述气相混合物作为副产品的排出量,这时气相混合物中四氯化钛较多,如果作为副产品直接排出,就会造成四氯化钛的浪费,降低四氯化钛的产量。

[0004] 因此,目前对于四氯化钛中低沸点杂质的分离效果和经济成本均不理想。

实用新型内容

[0005] 本实用新型的目的是提供一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,通过提高蒸馏塔塔顶产品冷凝液的温度,增加低沸点杂质的气相分压,使得更多的低沸点杂质进入气相,再通过泄压管线进入尾气冷凝系统进行收集,这样大大减少塔顶副产品产出量,显著改善四氯化钛产品的质量。

[0006] 为了实现上述目的,本实用新型所采用的技术方案是:一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置,包括蒸馏塔、蒸馏塔回流罐、蒸馏塔回流泵和塔顶副产品罐,所述蒸馏塔的液相进口用于待分离混合液的进料;所述蒸馏塔顶部的气相出口通过冷凝器和所述蒸馏塔回流罐进口相连;所述蒸馏塔回流罐的罐体外部套设有用以对罐体加热并保温的夹套,夹套内腔通过管道接入热源;所述蒸馏塔回流罐底部的液体出口和罐体外的蒸馏塔回流泵的进口连接,蒸馏塔回流泵的出口连接有两条管路,第一条管路的主线通过蒸馏塔回流冷却器连接蒸馏塔的液相进口,第一条管路的支线和所述的塔顶副产品罐连接,第二条

管路和设置在蒸馏塔回流罐罐内顶部的喷嘴连接；所述第一管路的主线、支线和第二管路上分别设有用以控制液体流量的阀门；所述蒸馏塔回流罐顶部还和罐体外的尾气冷凝系统连接，以排出蒸馏塔回流罐液面上方空间的气相混合物。

[0007] 所述热源为四氯化钛生产中产生的余热蒸汽。

[0008] 所述喷嘴为螺旋喷嘴。

[0009] 所述螺旋喷嘴的喷流角度最大为 170° 。

[0010] 所述第一管路的主线上还设有用以截留固体颗粒的过滤器，过滤器位于所述蒸馏塔回流冷却器的上游。

[0011] 所述过滤器具有钛粉末烧结滤芯。

[0012] 所述过滤器的过滤精度为3微米。

[0013] 本实用新型有益效果是：利用本实用新型的分离装置进行低沸点杂质的气相分离时，通过夹套对蒸馏塔回流罐的加热，可以增大低沸点杂质的气相平衡分压，有利于更多的低沸点杂质从液相混合物中分离出来进入回流罐顶部的空间，并且被强制循环的一部分液相混合物在回流罐顶部被喷嘴雾化喷出，进一步使得雾化后低沸点杂质进入气相，从而使得低沸点杂质在蒸馏塔回流罐顶部的气相浓度提升3-5倍，有利于下一步对气相的低沸点杂质回收；由于一部分液相混合物被强制循环回流到蒸馏塔回流罐内，因此可以降低蒸馏塔塔顶副产品的排出，即可以减少四氯化钛的损失，相对的提高四氯化钛的产量，经试验，塔顶副产品罐内的副产品可减少50%以上；本实用新型对低沸点杂质的分离效果具有明显提高，经检测，分离低沸点杂质后的四氯化钛产品中氧含量可降至0.03%，碳含量可降至0.005%，均低于现有技术中氧含量和碳含量的水平。

附图说明

[0014] 图1为本实用新型的结构示意图；

[0015] 图中标记：1、蒸馏塔回流罐，2、蒸馏塔回流泵，3、喷嘴，4、夹套，5、塔顶产品储罐，6、尾气冷凝系统，7、过滤器，8、蒸馏塔回流冷却器，9、蒸馏塔。

具体实施方式

[0016] 下面结合附图和实施例对本实用新型作进一步的详细说明，但并不作为对实用新型做任何限制的依据。

[0017] 参照附图所示，一种四氯化钛中低沸点杂质的气相分离装置，包括蒸馏塔回流罐1、蒸馏塔回流泵2、塔顶副产品罐5、尾气冷凝系统6、过滤器7、蒸馏塔回流冷却器8和蒸馏塔9。

[0018] 所述蒸馏塔9的中上部设有液相进口，用于待分离的混合液的进料，蒸馏塔9顶部设有气相出口，该气相出口通过管道和冷凝器的进口连接，冷凝器的出口和所述蒸馏塔回流罐1进口连接，蒸馏塔9内混合液因加热沸腾产生的含有低沸点杂质和四氯化钛的气相混合物经气相出口进入冷凝器冷凝成液体，再流入蒸馏塔回流罐1，如图1所示，蒸馏塔回流罐1顶部竖向箭头所示即为冷凝后的液体进入蒸馏塔回流罐1的方向。蒸馏塔9内气相混合物经冷凝进入蒸馏塔回流罐1属于本领域的现有技术，为了图示的简洁，也为了突出本实用新型的改进之处，所述冷凝器未在图1中画出。

[0019] 所述蒸馏塔回流罐1的罐体外套设一个夹套4,夹套4内为空腔,夹套4的两端分别为热源的进口和出口(图1中夹套处箭头所示),所述热源为热蒸汽或热水,优选为四氯化钛生产过程中的余热蒸汽,这样无需额外制备蒸汽,又可以循环利用余热,起到节能降耗的作用。夹套4引入余热蒸汽后,可以对蒸馏塔回流罐1进行加热,一般将罐体内温度加热到120℃,这样可以提高罐内混合液体中低沸点杂质的气相平衡分压(四氯化钛的气相平衡分压变化小于低沸点杂质),使得更多的低沸点杂质以气相形式从混合液中分离出来,提高蒸馏塔回流罐1液面上部空间气相物质中低沸点杂质的含量,进而减少混合液中低沸点杂质的含量。

[0020] 所述蒸馏塔回流罐1的罐底设有液体出口,液体出口通过管路和所述的蒸馏塔回流泵2的进口连接,与蒸馏塔回流泵2出口直接连接的管道又通过三通和两条不同管路连接:第一条管路包括主线和支线,主线上沿液体流动方向,设有过滤器7和蒸馏塔回流冷却器8,进入主线的混合液经过过滤器7的过滤后,去除混合液的颗粒物,然后进入蒸馏塔回流冷却器8被冷却到40℃以下,然后再通过所述蒸馏塔9的液相进口进入蒸馏塔9进行再次沸腾气化;所述支线则连接所述的塔顶副产品罐5,进入支线的混合液进入塔顶副产品罐5作为副产品进行收集;第二条管路则连接所述蒸馏塔回流罐1灌顶设置的喷嘴3,即进入第二条管路的混合液被蒸馏塔回流泵2强制循环回蒸馏塔回流罐1,并经喷嘴3雾化喷出,混合液雾化喷出后,在罐内高温环境下可以加速气化,促使混合液中低沸点杂质进入气相,提高气相中低沸点杂质的含量,这样进一步降低罐内混合液中低沸点杂质的含量。所述第一管路的主线、支线和第二管路上分别设有用以控制液体流量的阀门。

[0021] 所述蒸馏塔回流罐1上部的气相可以经管道泄压进入罐体外的尾气冷凝系统6,可凝气体冷凝后由相应容器收集,不凝气体则由抽负系统收集。

[0022] 所述过滤器7的滤芯为钛粉末烧结滤芯,其过滤精度为3微米,过滤器7底部设有排污口,即图1中过滤器7底部的箭头所示。

[0023] 所述的喷嘴3为螺旋喷嘴,优选喷射角度最大为170°的大角度螺旋喷嘴;所述喷嘴3也可以采用其他类型的雾化喷嘴。

[0024] 所述冷却器8采用循环冷却水进行热交换,冷却器上,底部设有循环冷却水的进口,顶部设有循环冷却水的出口,并且进口和出口采用异侧设置,分别位于冷却器8的两端,循环冷却水的流向参见图1中冷却器8上水平方向的箭头。

[0025] 在采用以上分离装置进行四氯化钛中低沸点杂质气相分离时,所述蒸馏塔9为二级蒸馏塔,在二级蒸馏塔之前还设有一级蒸馏塔,一级蒸馏塔主要用于分离四氯化钛中高沸点杂质,分离后,高沸点杂质留在一级蒸馏塔内,含有低沸点杂质的四氯化钛气相混合物经冷凝流入二级蒸馏塔。因此,本实用新型所述蒸馏塔液相进口进入的可以是经一级蒸馏塔分离高沸点杂质后的混合液体,还可以是蒸馏塔回流罐中混合液,在以下气相分离方法的说明中,统一描述为含有低沸点杂质和四氯化钛的液相混合物。

[0026] 利用以上装置对四氯化钛中低沸点杂质进行气相分离的方法包括如下步骤:

[0027] 第一步,含有低沸点杂质和四氯化钛的液相混合物从蒸馏塔9的液相进口进入蒸馏塔9,进行加热沸腾生成含有低沸点杂质和四氯化钛的气相混合物;

[0028] 第二步,经加热沸腾生成的含有低沸点杂质和四氯化钛的气相混合物经蒸馏塔9顶部的气相出口进入冷凝器进行冷凝,成为液相混合物,且此时液相混合物中的低沸点杂

质的含量高于上一步液相混合物中的低沸点杂质的含量,然后,液相混合物从所述冷凝器流出并进入蒸馏塔回流罐1;

[0029] 第三步,蒸馏塔回流罐1被夹套4所加热,使得罐内温度为120℃,在该温度下,蒸馏塔回流罐1内液相混合物中低沸点杂质的气相平衡分压升高,使得更多的低沸点杂质进入到气相中,并充满蒸馏塔回流罐1的液面以上空间,液相混合物中低沸点杂质含量降低,并随液相混合物被蒸馏塔回流泵2抽出;

[0030] 第四步,上一步中,蒸馏塔回流罐1液面以上空间的气相形态的低沸点杂质和其它气相物质通过蒸馏塔回流罐1顶部所连接的泄压管线进入尾气冷凝系统6中,蒸馏回流泵2所抽出的含有低沸点杂质的液相混合物按以下三条路径分配:(1)进入第一管路的主线,并在被过滤及冷却后回流到所述蒸馏塔9;(2)进入第一管路的支线后被送入到塔顶副产品罐5收集;(3)进入第二管路,并回流到蒸馏塔回流罐1,通过所述喷嘴3雾化喷出;

[0031] 第五步,上一步中,回流到蒸馏塔9的液相混合物重复第一步到第四步的过程,回流到蒸馏塔回流罐1的液相混合物重复第三步和第四步的过程,最终完成低沸点杂质从四氯化钛中的分离。

[0032] 低沸点杂质分离完成判断标准是:经过数次循环后,从蒸馏塔9塔底的液体出料口取样进行检测,当四氯化钛样品中氧含量为0.03%,碳含量为0.005%时,即完成了低沸点杂质的分离。在现有技术中,四氯化钛中经低沸点杂质分离后,氧含量为0.04%,碳含量为0.005%,因此,采用本实用新型后,明显提高了四氯化钛的质量。

[0033] 以上实施例仅用以说明本实用新型的技术方案而非对其进行限制,所属领域的普通技术人员应当理解,参照上述实施例可以对本实用新型的具体实施方式进行修改或者等同替换,这些未脱离本实用新型精神和范围的任何修改或者等同替换均在申请待批的权利要求保护范围之内。

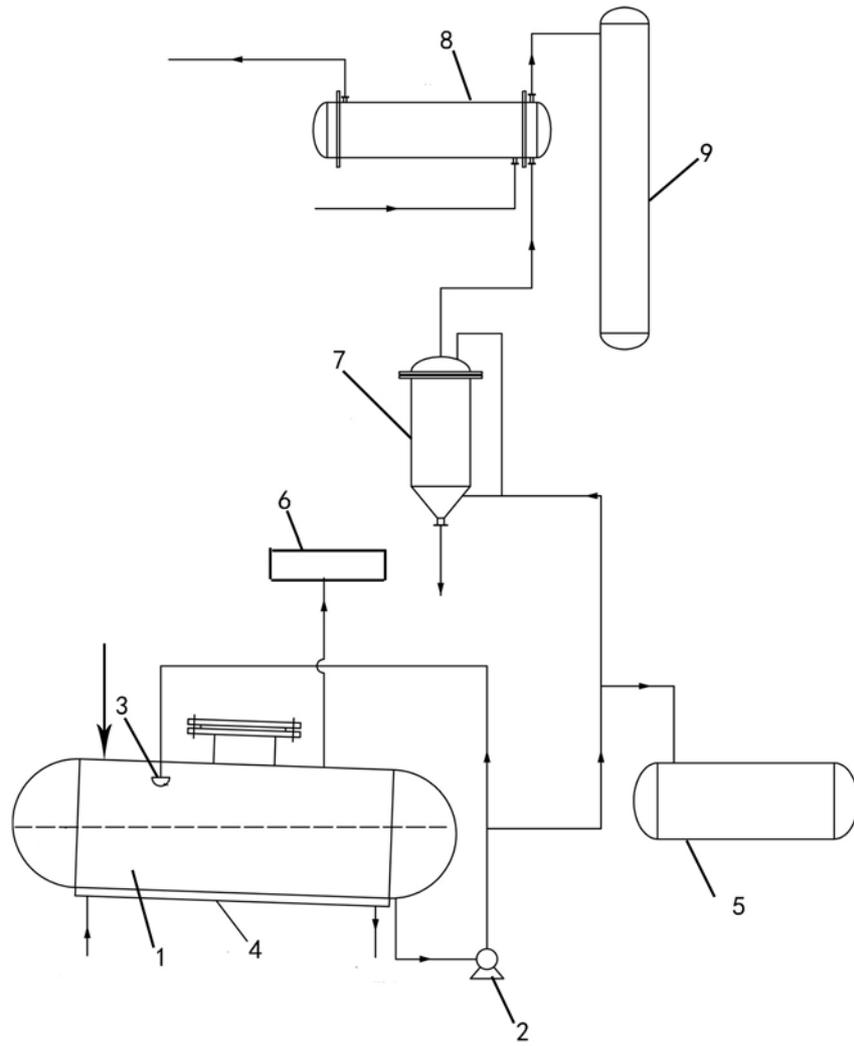


图1