



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2005139494/22, 16.12.2005

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.12.2005

(45) Опубликовано: 10.06.2006

Адрес для переписки:
618400, Пермская обл., г. Березники, ул.
Деменева, 7, кв.3, Ю.П. Кудрявскому

(72) Автор(ы):

Кудрявский Юрий Петрович (RU),
Онорин Станислав Александрович (RU),
Пономарев Владимир Георгиевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

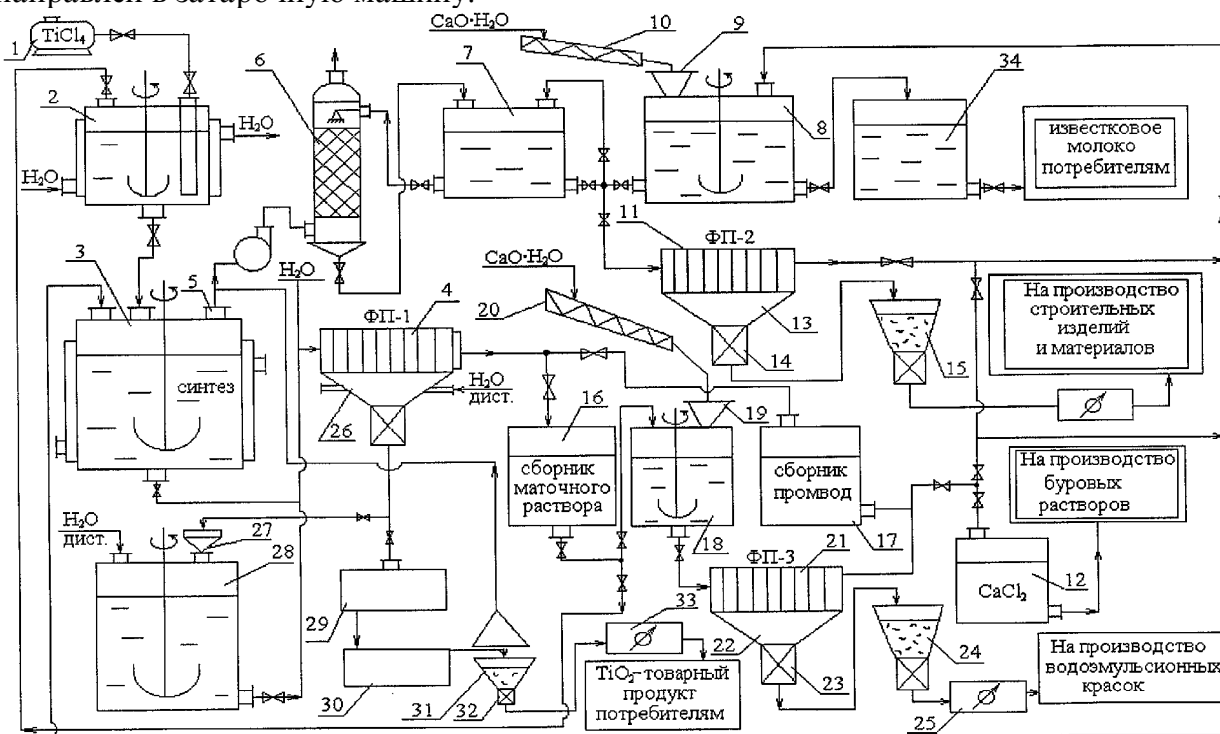
ООО Научно-производственное
предприятие "СТАРТ" (RU)

(54) ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УЧАСТОК ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА

Формула полезной модели

Технологический участок для получения диоксида титана, включающий емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана, реактор для гидролиза тетрахлорида титана и синтеза диоксида титана, фильтровальное оборудование для выделения из суспензии гидратированного диоксида титана, сборник маточных растворов, прокалочную печь, бункер-сборник для товарного диоксида титана и систему его затаривания, отличающийся тем, что емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана снабжена водоохлаждаемой рубашкой и мешалкой, на верхней крышке емкости имеются патрубки, один из которых имеет герметичное соединение с транспортируемой емкостью для тетрахлорида титана, этот патрубок соединен также с трубой для подачи тетрахлорида титана в нижнюю зону емкости под слой раствора ниже уровня мешалки, другой патрубок соединен с баком-сборником маточного раствора, нижний слив раствора тетрахлорида титана из емкости для его приготовления направлен в обогреваемый реактор синтеза диоксида титана, снабженный перемешивающим устройством, патрубок нижнего слива суспензии из реактора синтеза имеет соединение с фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана от маточного раствора, на крышке реактора синтеза имеется патрубок для вывода отходящих газов из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером, имеющим подвижную насадку, орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак соединен с емкостью, снабженной мешалкой для приготовления исходного известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости имеется загрузочный люк для подачи шнековым питателем влажной известковой пасты, выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2, соединенный со сборником фильтрата - очищенного от взвешенных нерастворимых частиц раствора хлорида кальция, корыто фильтр-пресса соединено через разгрузочный люк и клапан со сборным бункером нерастворимого остатка и

затарочным устройством, слив из фильтр-пресса, установленного после реактора синтеза диоксида титана направлен в бак-сборник маточного раствора и бак-сборник промвод, патрубок нижнего слива бака-сборника маточных растворов имеет соединение с емкостью для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана и реактором-нейтрализатором, а патрубок слива из сборника промвод соединен с реактором синтеза и емкостью для приготовления известкового молока, на крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом, соединенным со шнековым питателем известковой пасты, патрубок нижнего слива реактора-нейтрализатора направлен на фильтр-пресс, выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция, а корыто фильтр-пресса ФП-3 через запорное устройство соединено с бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, оксида и карбоната кальция, выход из бункера-сборника через разгрузочный люк направлен в затаривающее устройство, фильтр-пресс ФП-1 установленный после реактора синтеза диоксида титана имеет соединение через корыто фильтр-пресса ФП-1 с загрузочным люком бака-репульпатора, к корыту фильтр-пресса подведена через запорно-регулирующую арматуру линия дистиллированной воды для репульпации осадка гидратированного диоксида титана, выход суспензии из бака-репульпатора направлен на фильтр-пресс ФП-1, на верхней крышке бака-репульпатора имеется патрубок для подвода дистиллированной воды, выход с корыта фильтр-пресса ФП-1 соединен также с последовательно-установленными сушильной камерой, прокалочной печью и бункером-сборником готового продукта TiO_2 , выход из этого бункера-сборника направлен в затарочную машину.



Предлагаемая полезная модель относится к области химической промышленности и гидрометаллургии и может быть использована для переработки тетрахлорида титана с получением диоксида титана высокого качества, пригодного для производства материалов специального назначения, в частности для волоконной оптики.

Известен технологический участок для получения диоксида титана из тетрахлорида титана (Синтез TiO_2 высокотемпературным парофазным гидролизом $TiCl_4$ // Цветные металлы, 1999, №5, с.78-81) включающий реактор синтеза TiO_2 при 700-1100°C из предварительно диспергированного сжатым воздухом $TiCl_4$ в факеле горящего природного газа - при одновременной подаче в зону термогидролиза - воды и/или паров воды. Установка включает, кроме того, пылевую камеру и циклон, фильтр и бункер готового-целевого продукта (TiO_2), дымосос для отвода отходящих газов (HCl , H_2O , воздух, пылевая фракция TiO_2).

Данный известный технологический участок был построен и эксплуатировался в опытно-промышленном масштабе. Результаты испытаний и опыт, накопленный в процессе работы участка показали, что он дает возможность получать из тетрахлорида титана диоксид титана (рутил и/или анатаз) по основным показателям (дисперсность, маслосъемность, укрывистость, белизна) удовлетворяющий действующим нормам и требованиям, предъявляемым к пигментному диоксиду титана, однако не соответствует одному из главных показателей: величина рН водной суспензии у всех опытных образцов и опытных партий TiO_2 находилась в пределах от 2,2 до 3,0 (по ГОСТ требуется 6,5÷8,0). Для доведения величины

рН водной суспензии до установленных норм, необходима специальная дополнительная обработка TiO_2 - либо «термодесорбция», либо гидрохимическая, т.е. по существу необходима еще одна дополнительная установка, либо дополнительный технологический передел, что существенно усложняет и удорожает весь процесс. Недостатком известного технологического участка является также то, что он не обеспечивает получения диоксида титана, удовлетворяющего по своим свойствам (главным образом по содержанию микропримесей) требованиям, предъявляемым к TiO_2 , используемому в производстве материалов специального назначения, в частности материалов для производства волоконной оптики. Другим недостатком известного технологического участка является то, что в составе участка отсутствует комплекс оборудования для обезвреживания кислых отходящих газов, образующихся в процессе высокотемпературного парофазного гидролиза (пары HCl , воды, CO_2 , воздух, пыль, TiO_2 и др.). Этими же недостатками обладает другой известный технологический участок для получения диоксида титана парофазным гидролизом тетрахлорида титана (См. например: «Влияние модифицирующих добавок на процесс получения диоксида титана методом парофазного гидролиза» // Цветная металлургия, 1999, №2-3, с.29-31; «Технология дехлорирования диоксида титана в псевдоожиженном слое» // Цветная металлургия, 2000, №4, с.30-32).

Из известных аналогов наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемой полезной модели является известный технологический участок для получения диоксида титана (Е.Ф.Беленький, И.В.Рискин. Химия и технология пигментов. Изд. «Химия» Л.О., 1974, с.123-152) - принят за ПРОТОТИП.

Технологический участок для получения диоксида титана по прототипу включает в себя следующее основное баковое и фильтровальное оборудование (без учета

оборудования для дробления, измельчения и разложения, т.е. «вскрытие» ильменитовых концентратов, очистки растворов титанилсульфата от сульфата железа и т.п.):

5 Сборник «чистого» раствора сульфата титана, вакуумные выпарные аппараты, сборник упаренного раствора, напорные баки, сборники и мерники раствора гидроксида натрия, аппарат для приготовления «зародышей» ($\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) из тетраоксида титана, мерник для «зародышей»; скруббер, орошаемый водой, мерники для соляной кислоты и тетраоксида титана, сборники для соляной кислоты и 10 тетраоксида титана, аппарат для гидролиза (реактор синтеза диоксида титана), сборник пульпы (суспензии) после гидролиза, узел для приготовления и подачи древесной муки (с целью улучшения фильтрования $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), система барабанных вакуум-фильтров, сборники фильтратов (кислых сернокислых растворов), 15 прокалочная барабанная вращающаяся печь с пылеулавливающей камерой, холодильный барабан, система улавливания пылевой фракции TiO_2 при разгрузке печи и холодильного барабана, бункер-сборник товарного диоксида титана, система затаривания TiO_2 в мешки, включающая полуавтоматические весы и электрокар.

20 Известный по прототипу «Технологический участок» дает возможность получать диоксид титана, который по всем своим пигментным и физико-химическим свойствам соответствует действующим нормам, требованиям и показателям на «диоксид титана» - пигментный, рутильный и/или анатазной модификации - в зависимости от особенностей технологии, режимов и параметров процессов гидролиза, сушки и 25 прокалки.

Недостатком технологического участка по прототипу является то, что он не обеспечивает получения диоксида титана, пригодного для использования в производстве специальных материалов, в частности волоконной оптики. Это связано с 30 тем, что по содержанию микропримесей (10^{-1} - $10^{-2}\%$) диоксид титана, получаемый на технологическом участке по прототипу отвечает требованиям (по ГОСТ и ТУ) к TiO_2 - пигментному, однако не соответствует требованиям к ТУ-ОСЧ-7-2 и ТУ-ОСЧ-9-2 предъявляемым к TiO_2 для оптического стекловарения, т.е. TiO_2 используемого при 35 производстве волоконной оптики. Другим недостатком участка по прототипу является тот факт, что в составе участка отсутствует необходимое оборудование для обезвреживания и утилизации отходов и промпродуктов производства - отходящих газов, маточных растворов и промвод диоксида титана и т.п.

Предлагаемая полезная модель предназначена для решения задачи 40 экологически-безопасного получения диоксида титана, пригодного для производства материалов специального назначения - для производства волоконной оптики, радиокерамики и др.

Технический результат, который может быть получен при реализации предлагаемой 45 полезной модели заключается в повышении потребительских свойств целевого продукта за счет снижения содержания в нем примесей посторонних элементов, регламентируемых действующими техническими условиями на TiO_2 квалификации ОСЧ - «особо чистый» (ТУ-ОСЧ-7-2 и ТУ-ОСЧ-9-2). Другой технический результат по предлагаемой полезной модели заключается в обеспечении полной утилизации всех 50 отходов и промпродуктов, образующихся в процессе синтеза диоксида титана.

Поставленная задача решается с достижением вышеуказанного технического результата предлагаемой полезной моделью «Технологическим участком для производства диоксида титана», включающим транспортируемую емкость с

исходным $TiCl_4$ (1), герметично соединенную с емкостью с мешалкой для приготовления исходного («запасного») раствора тетрахлорида титана (2), нижний слив, из которой направлен в обогреваемый реактор синтеза TiO_2 с перемешивающим устройством (3), патрубков нижнего слива суспензии из реактора синтеза несет соединения с фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана ($TiO_2 \cdot nH_2O$) от кислого маточного раствора (4), на крышке реактора синтеза (3) имеется патрубок (5) для вывода отходящих кислых газов (HCl , H_2O , воздух) из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером (6), имеющим подвижную насадку (7), орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак соединен с емкостью (8), снабженной мешалкой для приготовления исходного (100-150 г/дм³ CaO) известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости имеется загрузочный люк, для подачи в нее влажной известковой пасты (пасты оксида кальция) из шнекового питателя (10) и патрубков для введения в емкость промвод. Выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2 (11), соединенный со сборником фильтрата (12) - очищенного от взвешенных - нерастворимых частиц, раствора хлорида кальция; корыто (13) фильтр-пресса (11) соединено через разгрузочный люк и клапан (14) со сборным бункером (15) нерастворимого остатка ($CaCO_3$, CaO , SiO_2 и др.) и атарочным устройством; слив из фильтр-пресса (4), установленного после реактора синтеза диоксида титана (3) направлен в бак-сборник маточного раствора (16) и сборник промвод (18); патрубок нижнего слива бака-сборника (16) имеет соединение с емкостью (2) для приготовления исходного раствора $TiCl_4$ и реактором-нейтрализатором (18), а патрубок слива из сборника промвод (17) соединен с реактором синтеза (3) и емкостью (8) для приготовления известкового молока. На крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом (19), соединенным со шнековым питателем (20) известковой пасты ($CaO \cdot nH_2O$), патрубок нижнего слива реактора-нейтрализатора (18) направлен на фильтр-пресс ФП-3 (21), слив - выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция (12), а корыто (22) фильтр-пресса ФП-3 (21) через запорное устройство (23) соединено со бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, карбоната и оксида кальция (24), выход из которой через разгрузочный люк направлен в затаривающее устройство (25).

Слив приготовленного известкового молока вод из бака (8) соединен - через нижние патрубки и трубопроводы с циркуляционным баком (7) и накопительным баком (34) известкового молока - для его передачи на другие участки и/или для передачи другим потребителям.

Фильтр-пресс (ФП-1), установленный после реактора синтеза диоксида титана имеет соединение через корыто фильтр-пресса (26) и загрузочный люк (27) бака-репульпатора (28); Выход суспензии из бака-репульпатора (28) направлен на фильтр-пресс ФП-1 (4), а на верхней крышке бака-репульпатора (28) имеется патрубок для подвода дистиллированной воды, выход из корыта (26) фильтр-пресса (4) соединен также с последовательно установленными сушильной камерой (29), прокалочной печью (30) и бункером-сборником готового продукта TiO_2 (31), выход из этого бункера-сборника (31) через запорно-регулирующую арматуру (32) направлен в затарочную машину (33).

Анализ признаков известного (прототипа) и предлагаемого технических решений показывает, что общими (идентичными, сходными) признаками в этих технических

решениях являются следующие конструктивные элементы (баковое, фильтровальное и вспомогательное оборудование): в составе технологических участков для производства диоксида титана:

- емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана;
- аппарат (реактор) для гидролиза и синтеза диоксида титана;
- фильтровальное оборудование для выделения из суспензии гидратированного диоксида титана ($\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$);
- сборники фильтратов - кислых маточных растворов;
- прокалочная печь;
- бункер-сборник товарного диоксида титана;
- система затаривания TiO_2 (затарочная машина и т.п.).

Сравнительный анализ совокупности существенных признаков известного (по прототипу) «Технологического

участка для получения диоксида титана» и предлагаемого технического решения показывает, что новым в разработанной полезной модели является то, что емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана снабжена водоохлаждаемой рубашкой и мешалкой, на верхней крышке емкости

имеются патрубки, один из которых имеет герметичное соединение с транспортируемой емкостью для тетрахлорида титана, этот патрубок соединен также с трубой подачи тетрахлорида титана в нижнюю зону емкости под слой раствора, тетрахлорида титана ниже уровня мешалки, другой патрубок соединен с

баком-сборником маточного раствора, нижний слив раствора тетрахлорида титана из емкости для его приготовления направлен в обогреваемый реактор синтеза диоксида

титана, снабженный перемешивающим устройством; патрубок нижнего слива суспензии из реактора синтеза имеет соединение с фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана от маточного раствора, на крышке

реактора синтеза имеется патрубок для вывода отходящих газов из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером, имеющим подвижную насадку, орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак

соединен с емкостью, снабженной мешалкой для приготовления исходного известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости

имеется загрузочный люк для подачи шнековым питателем влажной известковой пасты, выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2,

соединенный со сборником фильтрата - очищенного от взвешенных - нерастворимых частиц раствора хлорида кальция, корыто фильтр-пресса соединено через разгрузочный люк и клапан со сборным бункером нерастворимого остатка и

затарочным устройством, слив из фильтр-пресса, установленного после реактора синтеза диоксида титана направлен в бак-сборник маточного раствора и бак-сборник промвод, патрубок нижнего слива бака-сборника маточных растворов имеет

соединение с емкостью для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана и реактором-нейтрализатором, а патрубок слива из сборника промвод соединен с

реактором синтеза и емкостью для приготовления известкового молока, на крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом, соединенным со шнековым питателем известковой пасты, патрубок нижнего

слива реактора-нейтрализатора направлен на фильтр-пресс, выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция, а корыто фильтр-пресса

ФП-3 через запорное устройство соединено с бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, оксида и карбоната кальция, выход из бункера сборника через разгрузочный люк направлен в затаривающее устройство, фильтр-пресс ФП-1,

установленный после реактора синтеза диоксида титана имеет соединение через корыто фильтр-пресса ФП-1 с загрузочным люком бака-репульпатора, к корыту фильтр-пресса подведена через запорно-регулирующую арматуру линия дистиллированной воды и репульпации осадка гидратированного диоксида титана, выход суспензии из бака-репульпатора направлен на фильтр-пресс ФП-1, на верхней крышке бака-репульпатора имеется патрубок для подвода дистиллированной воды, выход с корыта фильтр-пресса ФП-1 соединен также с последовательно-установленными сушильной камерой, прокалочной печью и бункером-сборником готового продукта TiO_2 , выход из этого бункера-сборника направлен в затарочную машину.

Совокупность перечисленных признаков разработанного технического решения обеспечивает решение поставленной задачи - экологически безопасного получения диоксида титана, пригодного для производства материалов специального назначения - для производства волоконной оптики, радиокерамики и др. При этом достигается технический результат, заключающийся в повышении потребительских свойств целевого продукта за счет снижения содержания в нем примесей посторонних элементов, и обеспечения полной утилизации всех отходов и промпродуктов, образующихся в процессе синтеза диоксида титана.

Реализация полезной модели

Для получения диоксида титана в соответствии с разработанным техническим решением тетрахлорид титана из транспортируемой емкости (1) подают (преимущественно самотеком) в емкость (2) для приготовления исходного раствора $TiCl_4$, в которую предварительно подают часть (30-50%) маточного раствора - из сборника (16), процесс смешения ведут при включенной мешалке и подаче воды в «рубашку» - для охлаждения образующегося раствора и предотвращения преждевременного гидролиза тетрахлорида титана и образования осадка основных солей титана, подачу $TiCl_4$ в емкость (2) ведут по трубе под слой маточного раствора, затем в реактор синтеза TiO_2 (3) подают из сборника (17) промводы, включают обогрев реактора (путем подачи в «рубашку» реактора-синтеза (3) острого пара), включают мешалку и дымосос - для вывода из свободной зоны реактора отходящих газов и их последующего обезвреживания в посадочном скруббере (6); в реактор синтеза (3) при включенной мешалке подают (заливают, закачивают) раствор тетрахлорида титана; В этих условиях в реакторе (3) происходит гидролиз Ti^{4+} с образованием сначала основных солей, гидролизированных ионов $[Ti_p(OH)_q^{(4p-q)+}]$, а затем выделением (до 6÷90%) в твердую фазу осадка гидратированного диоксида титана $TiO_2 \cdot nH_2O$, пульпу (суспензию) выдерживают в реакторе синтеза, одновременно осуществляя удаление выделяющихся «кислых» газов (HCl , H_2O и др.) из верхней (свободной) зоны реактора и их обезвреживания в насадочном скруббере (6), в который подают (закачивают) из циркуляционного бака (8) известковое молоко ($C_{нач. CaO} = 100-150 \text{ г/дм}^3$); для обеспечения высокой - требуемой степени очистки отходящих газов от HCl при максимально возможной степени «срабатывания» известкового молока, циркуляцию известкового молока в системе насадочный скруббер (6) - циркуляционный бак (8) ведут до достижения остаточной концентрации CaO в пульпе 5-20 г/дм^3 , после чего отработанное известковое молоко из циркуляционного бака (8) подают через один из патрубков нижнего слива на фильтр-пресс ФП-2 для отделения нерастворимого остатка (CaO ,

CaCO₃, частично SiO₂ и др.) от раствора хлорида кальция, который после
фильтр-пресса ФП-2 направляют в сборник (12) растворов хлорида кальция, откуда
этот раствор направляют на дальнейшую переработку - выпаривание, с целью
5 получения концентрированных (30-35%) растворов CaCl₂,

реализуемых как «раствор буровой» используемый потребителями для закачки в
нефтяные скважины с целью повышения их дебета. Нерастворимый остаток,
выделенный на фильтр-прессе ФП-2, снимают (выгружают), с рам фильтр-пресса
ФП-2 в корыто (13) фильтр-пресса и через разгрузочный люк и клапан (14)
10 разгружают в сборный бункер (15) откуда его направляют в затарочную машину,
отгружают потребителям, которые утилизируют этот осадок в рецептурах и
композиционных смесях при производстве различных строительных изделий и
материалов.

15 По окончанию гидролиза и синтеза TiO₂, суспензию из реактора синтеза (3)
подают (закачивают) на фильтр-пресс ФП-1, маточный раствор (H₂O, HCl, Ti⁴⁺)
собирают в сборник (16), осадок гидратированного оксида титана TiO₂·nH₂O
выгружают с рам фильтр-пресса (4) в корыто (26) фильтр-пресса; для обеспечения
20 текучести осадка в корыто фильтр-пресса подают дистиллированную воду,
образующую суспензию - репульпированный осадок подают через загрузочный
люк (27) в бак-репульпатор (28), куда предварительно заливают дистиллированную
воду, суспензию перемешивают 0,5-2 часа, затем через патрубок нижнего слива
суспензию из бака-репульпатора направляют (закачивают) на фильтр-пресс ФП-1 (4);
25 фильтрат и промывки направляют в сборник (17), откуда их направляют
(перекачивают); частично в реактор синтеза (3), большую часть промывок передают
(перекачивают) в емкость (8) - бак приготовления известкового молока, куда через
загрузочный люк (9) шнековым питателем подают - при включенной мешалке,
30 влажную (30-60%) известковую пасту (CaO·nH₂O); часть образующегося известкового
молока из емкости (бака) - (8) используют для обезвреживания отходящих газов
процесса синтеза TiO₂, т.е. эту часть получаемого известкового молока используют
непосредственно на технологическом участке для получения TiO₂, другую часть
35 известкового молока (100-150 г/дм³ CaO и до 5-10 г/дм³ CaCl₂) отгружают
потребителям, т.е. используют в других производствах и на других переделах для
очистки отходящих газов, для обезвреживания и нейтрализации кислых сточных вод
и т.п. Операцию репульпации осадка TiO₂·nH₂O проводят 2-4 раза до достижения
40 заданной степени отмытки осадка от HCl, окончательную промывку ведут 2-3
объемами дистиллированной воды, подаваемой непосредственно на фильтр-прессе
ФП-1 (4), все промывки собирают в сборнике (17) и утилизируют затем
вышеописанным образом: используют в процессе синтеза - т.е. подают в
45 реактор-синтез (3) и направляют в бак (8) для нейтрализации HCl и приготовления
известкового молока. Избыточное известковое молоко, не используемое на
технологическом участке для получения диоксида титана накапливают в сборник
емкости 34 и отгружают потребителям.

Промытый осадок диоксида титана с фильтр-пресса ФП-1 (4), из корыта (25)
50 подают сначала в сушильную камеру (29) - для удаления гидратированной воды и
предотвращения разбрызгивания и «вскипания» осадка при прокалке, а затем в
прокалочную печь (30), откуда готовый продукт выгружают в бункер-сборник (31) и
через запорно-регулирующую арматуру (32) направляют в затарочную машину (33) и

затем отгружают потребителям.

Таким образом, совокупность оборудования, входящая в состав разработанного «Технологического участка для получения диоксида титана» обеспечивает получение из $TiCl_4$ диоксида титана, обладающего высокими потребительскими свойствами (за
5 счет низкого содержащего элементов-примесей) и пригодного для использования в производстве волоконной оптики, при этом практически все газообразные, жидкие и твердые отходы производства утилизируются в форме ликвидных (т.е. пользующихся устойчивым спросом у потребителей) товарных продуктов и/или полупродуктов,
10 реализуемых:

- для получения буровых растворов ($CaCl_2$)

- влажной пасты ($TiO_2 \cdot nH_2O$, $CaO \cdot nH_2O$, $CaCO_3$ и др.) реализуемой для получения вододисперсионных (водоэмульсионных) красок

- 15 - нерастворимого остатка, используемого для строительных изделий и материалов

- известкового молока, частично используемого непосредственно на технологическом участке для получения TiO_2 для обезвреживания отходящих газов и
20 частично реализуемых как товарный продукт - для очистки газов и сточных вод других переделов и производств.

(57) Реферат

Предлагаемая полезная модель относится к области химической промышленности
25 и гидрометаллургии и может быть использована для переработки тетрахлорида титана с получением диоксида титана высокого качества, пригодного для производства материалов специального назначения, в частности для волоконной оптики. Предлагаемая полезная модель предназначена для решения задачи экологически-безопасного получения диоксида титана, пригодного для производства
30 материалов специального назначения - для производства волоконной оптики, радиокерамики и др. Технический результат, который может быть получен при реализации предлагаемой полезной модели заключается в повышении потребительских свойств целевого продукта за счет снижения в нем содержания
35 примесей посторонних элементов, регламентируемых действующими техническими условиями на ТЮз квалификации ОСЧ - «особо чистый» (ТУ-ОСЧ-7-2 и ТУ-ОСЧ-9-2). Другой технический результат по предлагаемой полезной модели заключается в обеспечении полной утилизации всех отходов и промпродуктов, образующихся в
40 процессе синтеза диоксида титана. Поставленная задача решается с достижением вышеуказанного технического результата предлагаемой полезной моделью «Технологическим участком для производства диоксида титана». Новым в предлагаемой полезной модели является то, что емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана снабжена водоохлаждаемой рубашкой и мешалкой, на
45 верхней крышке емкости имеются патрубки, а один из которых имеет герметичное соединение с транспортируемой емкостью для тетрахлорида титана, этот патрубок соединен также с трубой подачи тетрахлорида титана в нижнюю зону емкости, под слой раствора, ниже уровня мешалки, другой

50 патрубок соединен с баком-сборником маточного раствора, нижний слив раствора тетрахлорида титана из емкости для его приготовления направлен в обогреваемый реактор синтеза диоксида титана, снабженный перемешивающим устройством; патрубок нижнего слива суспензии из реактора синтеза имеет соединение с

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50

фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана от маточного раствора, на крышке реактора синтеза имеется патрубок для вывода отходящих газов из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером, имеющим подвижную насадку, орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак соединен с емкостью, снабженной мешалкой для приготовления исходного известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости имеется загрузочный люк для подачи шнековым питателем влажной известковой пасты, выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2, соединенный со сборником фильтрата - очищенного от взвешенных -нерастворимых частиц раствора хлорида кальция, корыто фильтр-пресса соединено через разгрузочный люк и клапан со сборным бункером нерастворимого остатка и затарочным устройством, слив из фильтр-пресса, установленного после реактора синтеза диоксида титана направлен в бак-сборник маточного раствора и бак-сборник промвод, патрубок нижнего слива бака-сборника маточных растворов имеет соединение с емкостью для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана и реактором-нейтрализатором, а патрубок слива из сборника промвод соединен с реактором синтеза и емкостью для приготовления известкового молока, на крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом, соединенным со шнековым питателем известковой пасты, патрубок нижнего слива реактора-нейтрализатора направлен на фильтр-пресс, выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция, а корыто фильтр-пресса ФП-3 через запорное устройство соединено с бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, оксида и карбоната кальция, выход из бункера-сборника через разгрузочный люк направлен в затаривающее устройство, фильтр-пресс ФП-1 установленный после реактора синтеза диоксида титана имеет соединение через корыто фильтр-пресса ФП-1 с загрузочным люком бака репульпатора, к корыту фильтр-пресса подведена через запорно-регулирующую арматуру линия дистиллированной воды для репульпации осадка гидратированного диоксида титана, выход суспензии из бака-репульпатора направлен на фильтр-пресс ФП-1, на верхней крышке бака-репульпатора имеется патрубок для подвода дистиллированной воды, выход с корыта фильтр-пресса ФП-1 соединен также с последовательно-установленными сушильной камерой, прокалочной печью и бункером-сборником готового продукта TiO_2 , выход из этого бункера-сборника направлен в затарочную машину.

РЕФЕРАТ**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УЧАСТОК ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ
ДИОКСИДА ТИТАНА**

Предлагаемая полезная модель относится к области химической промышленности и гидрометаллургии и может быть использована для переработки тетрахлорида титана с получением диоксида титана высокого качества, пригодного для производства материалов специального назначения, в частности для волоконной оптики. Предлагаемая полезная модель предназначена для решения задачи экологически-безопасного получения диоксида титана, пригодного для производства материалов специального назначения – для производства волоконной оптики, радиокерамики и др. Технический результат, который может быть получен при реализации предлагаемой полезной модели заключается в повышении потребительских свойств целевого продукта за счет снижения в нем содержания примесей посторонних элементов, регламентируемых действующими техническими условиями на TiO_2 квалификации ОСЧ – «особо чистый» (ТУ-ОСЧ-7-2 и ТУ-ОСЧ-9-2). Другой технический результат по предлагаемой полезной модели заключается в обеспечении полной утилизации всех отходов и промпродуктов, образующихся в процессе синтеза диоксида титана. Поставленная задача решается с достижением вышеуказанного технического результата предлагаемой полезной моделью «Технологическим участком для производства диоксида титана». *Новым* в предлагаемой полезной модели является то, что емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана снабжена водоохлаждаемой рубашкой и мешалкой, на верхней крышке емкости имеются патрубки, а один из которых имеет герметичное соединение с транспортируемой емкостью для тетрахлорида титана, этот патрубок соединен также с трубой подачи тетрахлорида титана в нижнюю зону емкости, под слой раствора, ниже уровня мешалки, другой

патрубок соединен с баком-сборником маточного раствора, нижний слив раствора тетраоксида титана из емкости для его приготовления направлен в обогреваемый реактор синтеза диоксида титана, снабженный перемешивающим устройством; патрубок нижнего слива суспензии из реактора синтеза имеет соединение с фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана от маточного раствора, на крышке реактора синтеза имеется патрубок для вывода отходящих газов из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером, имеющим подвижную насадку, орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак соединен с емкостью, снабженной мешалкой для приготовления исходного известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости имеется загрузочный люк для подачи шнековым питателем влажной известковой пасты, выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2, соединенный со сборником фильтрата – очищенного от взвешенных – нерастворимых частиц раствора хлорида кальция, корыто фильтр-пресса соединено через разгрузочный люк и клапан со сборным бункером нерастворимого остатка и затарочным устройством, слив из фильтр-пресса, установленного после реактора синтеза диоксида титана направлен в бак-сборник маточного раствора и бак-сборник промвод, патрубок нижнего слива бака-сборника маточных растворов имеет соединение с емкостью для приготовления исходного раствора тетраоксида титана и реактором-нейтрализатором, а патрубок слива из сборника промвод соединен с реактором синтеза и емкостью для приготовления известкового молока, на крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом, соединенным со шнековым питателем известковой пасты, патрубок нижнего слива реактора-нейтрализатора направлен на фильтр-пресс, выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция, а корыто фильтр-пресса ФП-3 через запорное устройство соединено с бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, оксида и карбоната

2005139494МПК⁷ C 01G 23/043

C 22 B 34/2

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УЧАСТОК ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА ТИТАНА

Предлагаемая полезная модель относится к области химической промышленности и гидрометаллургии и может быть использована для переработки тетрахлорида титана с получением диоксида титана высокого качества, пригодного для производства материалов специального назначения, в частности для волоконной оптики.

Известен технологический участок для получения диоксида титана из тетрахлорида титана (Синтез TiO_2 высокотемпературным парофазным гидролизом TiCl_4 // Цветные металлы, 1999, № 5, с. 78-81) включающий реактор синтеза TiO_2 при 700-1100°C из предварительно диспергированного сжатым воздухом TiCl_4 в факеле горящего природного газа – при одновременной подаче в зону термогидролиза – воды и/или паров воды. Установка включает, кроме того, пылевую камеру и циклон, фильтр и бункер готового-целевого продукта (TiO_2), дымосос для отвода отходящих газов (HCl , H_2O , воздух, пылевая фракция TiO_2).

Данный известный технологический участок был построен и эксплуатировался в опытно-промышленном масштабе. Результаты испытаний и опыт, накопленный в процессе работы участка показали, что он дает возможность получать из тетрахлорида титана диоксид титана (рутил и/или анатаз) по основным показателям (дисперсность, маслосъемность, укрупненность, белизна) удовлетворяющий действующим нормам и требованиям, предъявляемым к пигментному диоксиду титана, однако не соответствует одному из главных показателей: величина рН водной суспензии у всех опытных образцов и опытных партий TiO_2 находилась в пределах от 2,2 до 3,0 (по ГОСТ требуется 6,5÷8,0). Для доведения величины

pH водной суспензии до установленных норм, необходима специальная дополнительная обработка TiO_2 – либо «термодесорбция», либо гидрохимическая, т.е. по существу необходима еще одна дополнительная установка, либо дополнительный технологический передел, что существенно усложняет и удорожает весь процесс. Недостатком известного технологического участка является также то, что он не обеспечивает получения диоксида титана, удовлетворяющего по своим свойствам (главным образом по содержанию микропримесей) требованиям, предъявляемым к TiO_2 , используемому в производстве материалов специального назначения, в частности материалов для производства волоконной оптики. Другим недостатком известного технологического участка является то, что в составе участка отсутствует комплекс оборудования для обезвреживания кислых отходящих газов, образующихся в процессе высокотемпературного парофазного гидролиза (пары HCl , воды, CO_2 , воздух, пыль, TiO_2 и др.). Этими же недостатками обладает другой известный технологический участок для получения диоксида титана парофазным гидролизом тетрахлорида титана (См. например: «Влияние модифицирующих добавок на процесс получения диоксида титана методом парофазного гидролиза»// Цветная металлургия, 1999, № 2-3, с. 29-31; «Технология дехлорирования диоксида титана в псевдооживленном слое»// Цветная металлургия, 2000, №4, с. 30-32).

Из известных аналогов наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемой полезной модели является известный технологический участок для получения диоксида титана (Е.Ф. Беленький, И.В. Рискин. Химия и технология пигментов. Изд. «Химия» Л.О., 1974, с. 123-152) – принят за ПРОТОТИП.

Технологический участок для получения диоксида титана по прототипу включает в себя следующее основное баковое и фильтровальное оборудование (без учета оборудования для дробления, измельчения и

разложения, т.е. «вскрытие» ильменитовых концентратов, очистки растворов титанилсульфата от сульфата железа и т.п.):

Сборник «чистого» раствора сульфата титана, вакуумные выпарные аппараты, сборник упаренного раствора, напорные баки, сборники и мерники раствора гидроксида натрия, аппарат для приготовления «зародышей» ($\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) из тетрахлорида титана, мерник для «зародышей»; скруббер, орошаемый водой, мерники для соляной кислоты и тетрахлорида титана, сборники для соляной кислоты и тетрахлорида титана, аппарат для гидролиза (реактор синтеза диоксида титана), сборник пульпы (суспензии) после гидролиза, узел для приготовления и подачи древесной муки (с целью улучшения фильтрования $\text{TiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), система барабанных вакуум-фильтров, сборники фильтратов (кислых сернокислых растворов), прокалочная барабанная вращающаяся печь с пылеулавливающей камерой, холодильный барабан, система улавливания пылевой фракции TiO_2 при разгрузке печи и холодильного барабана, бункер-сборник товарного диоксида титана, система затаривания TiO_2 в мешки, включающая полуавтоматические весы и электрокар.

Известный по прототипу «Технологический участок» дает возможность получать диоксид титана, который по всем своим пигментным и физико-химическим свойствам соответствует действующим нормам, требованиям и показателям на «диоксид титана» - пигментный, рутильный и/или анатазной модификации – в зависимости от особенностей технологии, режимов и параметров процессов гидролиза, сушки и прокалки.

Недостатком технологического участка по прототипу является то, что он не обеспечивает получения диоксида титана, пригодного для использования в производстве специальных материалов, в частности волоконной оптики. Это связано с тем, что по содержанию микропримесей ($10^{-1} - 10^{-2} \%$) диоксид титана, получаемый на технологическом участке по прототипу отвечает требованиям (по ГОСТ и ТУ) к TiO_2 – пигментному, однако не соответствует требованиям к ТУ-ОСЧ-7-2 и ТУ-ОСЧ-9-2

предъявляемым к TiO_2 для оптического стекловарения, т.е. TiO_2 используемого при производстве волоконной оптики. Другим недостатком участка по прототипу является тот факт, что в составе участка отсутствует необходимое оборудование для обезвреживания и утилизации отходов и промпродуктов производства – отходящих газов, маточных растворов и промвод диоксида титана и т.п.

Предлагаемая полезная модель предназначена для решения задачи экологически-безопасного получения диоксида титана, пригодного для производства материалов специального назначения – для производства волоконной оптики, радиокерамики и др.

Технический результат, который может быть получен при реализации предлагаемой полезной модели заключается в повышении потребительских свойств целевого продукта за счет снижения содержания в нем примесей посторонних элементов, регламентируемых действующими техническими условиями на TiO_2 квалификации ОСЧ – «особо чистый» (ТУ-ОСЧ-7-2 и ТУ-ОСЧ-9-2). Другой технический результат по предлагаемой полезной модели заключается в обеспечении полной утилизации всех отходов и промпродуктов, образующихся в процессе синтеза диоксида титана.

Поставленная задача решается с достижением вышеуказанного технического результата предлагаемой полезной моделью «Технологическим участком для производства диоксида титана», включающим транспортируемую емкость с исходным $TiCl_4$ (1), герметично соединенную с емкостью с мешалкой для приготовления исходного («запасного») раствора тетрахлорида титана (2), нижний слив, из которой направлен в обогреваемый реактор синтеза TiO_2 с перемешивающим устройством (3), патрубок нижнего слива суспензии из реактора синтеза несет соединения с фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана ($TiO_2 \cdot nH_2O$) от кислого маточного раствора (4), на крышке реактора синтеза (3) имеется патрубок (5) для вывода отходящих кислых газов (HCl , H_2O , воздух) из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером (6),

имеющим подвижную насадку (7), орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак соединен с емкостью (8), снабженной мешалкой для приготовления исходного ($100-150 \text{ г/дм}^3 \text{ CaO}$) известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости имеется загрузочный люк, для подачи в нее влажной известковой пасты (пасты оксида кальция) из шнекового питателя (10) и патрубков для введения в емкость промвод. Выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2 (11), соединенный со сборником фильтрата (12) – очищенного от взвешенных - нерастворимых частиц, раствора хлорида кальция; корыто (13) фильтр-пресса (11) соединено через разгрузочный люк и клапан (14) со сборным бункером (15) нерастворимого остатка (CaCO_3 , CaO , SiO_2 и др.) и затарочным устройством; слив из фильтр-пресса (4), установленного после реактора синтеза диоксида титана (3) направлен в бак-сборник маточного раствора (16) и сборник промвод (18); патрубок нижнего слива бака-сборника (16) имеет соединение с емкостью (2) для приготовления исходного раствора TiCl_4 и реактором-нейтрализатором (18), а патрубок слива из сборника промвод (17) соединен с реактором синтеза (3) и емкостью (8) для приготовления известкового молока. На крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом (19), соединенным со шнековым питателем (20) известковой пасты ($\text{CaO} \cdot n\text{H}_2\text{O}$), патрубок нижнего слива реактора-нейтрализатора (18) направлен на фильтр-пресс ФП-3 (21), слив – выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция (12), а корыто (22) фильтр-пресса ФП-3 (21) через запорное устройство (23) соединено со бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, карбоната и оксида кальция (24), выход из которой через разгрузочный люк направлен в затаривающее устройство (25).

Слив приготовленного известкового молока вод из бака (8) соединен – через нижние патрубки и трубопроводы с циркуляционным баком (7) и накопительным баком (34) известкового молока – для его передачи на другие участки и/или для передачи другим потребителям.

Фильтр-пресс (ФП-1), установленный после реактора синтеза диоксида титана имеет соединение через корыто фильтр-пресса (26) и загрузочный люк (27) бака-репульпатора (28); Выход суспензии из бака-репульпатора (28) направлен на фильтр-пресс ФП-1 (4), а на верхней крышке бака-репульпатора (28) имеется патрубок для подвода дистиллированной воды, выход из корыта (26) фильтр-пресса (4) соединен также с последовательно установленными сушильной камерой (29), прокалочной печью (30) и бункером-сборником готового продукта TiO_2 (31), выход из этого бункера-сборника (31) через запорно-регулирующую арматуру (32) направлен в затарочную машину (33).

Анализ признаков известного (прототипа) и предлагаемого технических решений показывает, что *общими* (идентичными, сходными) признаками в этих технических решениях являются следующие конструктивные элементы (баковое, фильтровальное и вспомогательное оборудование): в составе технологических участков для производства диоксида титана:

- емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана;
- аппарат (реактор) для гидролиза и синтеза диоксида титана;
- фильтровальное оборудование для выделения из суспензии гидратированного диоксида титана ($TiO_2 \cdot nH_2O$);
- сборники фильтратов – кислых маточных растворов;
- прокалочная печь;
- бункер-сборник товарного диоксида титана;
- система затаривания TiO_2 (затарочная машина и т.п.).

Сравнительный анализ совокупности существенных признаков известного (по прототипу) «Технологического участка для получения диоксида титана» и предлагаемого технического решения показывает, что *новым* в разработанной полезной модели является то, что емкость для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана снабжена водоохлаждаемой рубашкой и мешалкой, на верхней крышке емкости

имеются патрубки, один из которых имеет герметичное соединение с транспортируемой емкостью для тетрахлорида титана, этот патрубок соединен также с трубой подачи тетрахлорида титана в нижнюю зону емкости под слой раствора, тетрахлорида титана ниже уровня мешалки, другой патрубок соединен с баком-сборником маточного раствора, нижний слив раствора тетрахлорида титана из емкости для его приготовления направлен в обогреваемый реактор синтеза диоксида титана, снабженный перемешивающим устройством; патрубок нижнего слива суспензии из реактора синтеза имеет соединение с фильтр-прессом ФП-1 для отделения осадка гидратированного диоксида титана от маточного раствора, на крышке реактора синтеза имеется патрубок для вывода отходящих газов из свободной зоны реактора, патрубок имеет соединение со скруббером, имеющим подвижную насадку, орошаемую из циркуляционного бака известковым молоком, циркуляционный бак соединен с емкостью, снабженной мешалкой для приготовления исходного известкового молока и нейтрализации промвод диоксида титана, на крышке емкости имеется загрузочный люк для подачи шнековым питателем влажной известковой пасты, выход из циркуляционного бака направлен также на фильтр-пресс ФП-2, соединенный со сборником фильтрата – очищенного от взвешенных – нерастворимых частиц раствора хлорида кальция, корыто фильтр-пресса соединено через разгрузочный люк и клапан со сборным бункером нерастворимого остатка и затарочным устройством, слив из фильтр-пресса, установленного после реактора синтеза диоксида титана направлен в бак-сборник маточного раствора и бак-сборник промвод, патрубок нижнего слива бака-сборника маточных растворов имеет соединение с емкостью для приготовления исходного раствора тетрахлорида титана и реактором-нейтрализатором, а патрубок слива из сборника промвод соединен с реактором синтеза и емкостью для приготовления известкового молока, на крышке реактора-нейтрализатора имеется люк с загрузочным конусом, соединенным со шнековым питателем известковой пасты, патрубок нижнего

слива реактора-нейтрализатора направлен на фильтр-пресс, выход из которого направлен в сборную емкость раствора хлорида кальция, а корыто фильтр-пресса ФП-3 через запорное устройство соединено с бункером-сборником влажной пасты смеси оксигидрата титана, оксида и карбоната кальция, выход из бункера сборника через разгрузочный люк направлен в затаривающее устройство, фильтр-пресс ФП-1, установленный после реактора синтеза диоксида титана имеет соединение через корыто фильтр-пресса ФП-1 с загрузочным люком бака-репульпатора, к корыту фильтр-пресса подведена через запорно-регулирующую арматуру линия дистиллированной воды и репульпации осадка гидратированного диоксида титана, выход суспензии из бака-репульпатора направлен на фильтр-пресс ФП-1, на верхней крышке бака-репульпатора имеется патрубок для подвода дистиллированной воды, выход с корыта фильтр-пресса ФП-1 соединен также с последовательно-установленными сушильной камерой, прокалочной печью и бункером-сборником готового продукта TiO_2 , выход из этого бункера-сборника направлен в затарочную машину.

Совокупность перечисленных признаков разработанного технического решения обеспечивает решение поставленной задачи – экологически безопасного получения диоксида титана, пригодного для производства материалов специального назначения – для производства волоконной оптики, радиокерамики и др. При этом достигается технический результат, заключающийся в повышении потребительских свойств целевого продукта за счет снижения содержания в нем примесей посторонних элементов, и обеспечения полной утилизации всех отходов и промпродуктов, образующихся в процессе синтеза диоксида титана.

Реализация полезной модели

Для получения диоксида титана в соответствии с разработанным техническим решением тетрахлорид титана из транспортируемой емкости (1) подают (преимущественно самотеком) в емкость (2) для приготовления исходного раствора $TiCl_4$, в которую предварительно подают часть (30-50 %)

маточного раствора – из сборника (16), процесс смешения ведут при включенной мешалке и подаче воды в «рубашку» - для охлаждения образующегося раствора и предотвращения преждевременного гидролиза тетрахлорида титана и образования осадка основных солей титана, подачу $TiCl_4$ в емкость (2) ведут по трубе под слой маточного раствора, затем в реактор синтеза TiO_2 (3) подают из сборника (17) промводы, включают обогрев реактора (путем подачи в «рубашку» реактора-синтеза (3) острого пара), включают мешалку и дымосос – для вывода из свободной зоны реактора отходящих газов и их последующего обезвреживания в посадочном скруббере (6); в реактор синтеза (3) при включенной мешалке подают (заливают, закачивают) раствор тетрахлорида титана; В этих условиях в реакторе (3) происходит гидролиз Ti^{4+} с образованием сначала основных солей, гидролизованных ионов $[Ti_p(OH)_q^{(4p-q)+}]$, а затем выделением (до 60÷90 %) в твердую фазу осадка гидратированного диоксида титана $TiO_2 \cdot n H_2O$, пульпу (суспензию) выдерживают в реакторе синтеза, одновременно осуществляя удаление выделяющихся «кислых» газов (HCl , H_2O и др.) из верхней (свободной) зоны реактора и их обезвреживания в насадочном скруббере (6), в который подают (закачивают) из циркуляционного бака (8) известковое молоко ($C_{нач. CaO} = 100-150 \text{ г/дм}^3$); для обеспечения высокой - требуемой степени очистки отходящих газов от HCl при максимально возможной степени «срабатывания» известкового молока, циркуляцию известкового молока в системе насадочный скруббер (6) – циркуляционный бак (8) ведут до достижения остаточной концентрации CaO пульпе $5-20 \text{ г/дм}^3$, после чего отработанное известковое молоко из циркуляционного бака (8) подают через один из патрубков нижнего слива на фильтр-пресс ФП-2 для отделения нерастворимого остатка (CaO , $CaCO_3$, частично SiO_2 и др.) от раствора хлорида кальция, который после фильтр-пресса ФП-2 направляют в сборник (12) растворов хлорида кальция, откуда этот раствор направляют на дальнейшую переработку – выпаривание, с целью получения концентрированных (30-35 %) растворов $CaCl_2$,

реализуемых как «раствор буровой» используемый потребителями для закачки в нефтяные скважины с целью повышения их дебета. Нерастворимый остаток, выделенный на фильтр-прессе ФП-2, снимают (выгружают), с рам фильтр-пресса ФП-2 в корыто (13) фильтр-пресса и через разгрузочный люк и клапан (14) разгружают в сборный бункер (15) откуда его направляют в затарочную машину, отгружают потребителям, которые утилизируют этот осадок в рецептурах и композиционных смесях при производстве различных строительных изделий и материалов.

По окончании гидролиза и синтеза TiO_2 , суспензию из реактора синтеза (3) подают (закачивают) на фильтр-пресс ФП-1, маточный раствор (H_2O , HCl , Ti^{4+}) собирают в сборник (16), осадок гидратированного оксида титана $TiO_2 \cdot nH_2O$ выгружают с рам фильтр-пресса (4) в корыто (26) фильтр-пресса; для обеспечения текучести осадка в корыто фильтр-пресса подают дистиллированную воду, образующую суспензию – репульпированный осадок подают через загрузочный люк (27) в бак-репульпатор (28), куда предварительно заливают дистиллированную воду, суспензию перемешивают 0,5-2 часа, затем через патрубок нижнего слива суспензию из бака-репульпатора направляют (закачивают) на фильтр-пресс ФП-1 (4); фильтрат и промывки направляют в сборник (17), откуда их направляют (перекачивают); частично в реактор синтеза (3), большую часть промывок передают (перекачивают) в емкость (8) – бак приготовления известкового молока, куда через загрузочный люк (9) шнековым питателем подают – при включенной мешалке, влажную (30-60 %) известковую пасту ($CaO \cdot nH_2O$); часть образующегося известкового молока из емкости (бака) – (8) используют для обезвреживания отходящих газов процесса синтеза TiO_2 , т.е. эту часть получаемого известкового молока используют непосредственно на технологическом участке для получения TiO_2 , другую часть известкового молока ($100-150 \text{ г/дм}^3 \text{ CaO}$ и до $5-10 \text{ г/дм}^3 \text{ CaCl}_2$) отгружают потребителям, т.е. используют в других производствах и на других переделах для очистки отходящих газов, для обезвреживания и нейтрализации кислых сточных вод

и т.п. Операцию репульпации осадка $TiO_2 \cdot nH_2O$ проводят 2-4 раза до достижения заданной степени отмывки осадка от HCl , окончательную промывку ведут 2-3 объемами дистиллированной воды, подаваемой непосредственно на фильтр-прессе ФП-1 (4), все промывы собирают в сборнике (17) и утилизируют затем вышеописанным образом: используют в процессе синтеза – т.е. подают в реактор-синтез (3) и направляют в бак (8) для нейтрализации HCl и приготовления известкового молока. Избыточное известковое молоко, не используемое на технологическом участке для получения диоксида титана накапливают в сборник емкости 34 и отгружают потребителям.

Промытый осадок диоксида титана с фильтр-пресса ФП-1 (4), из корыта (25) подают сначала в сушильную камеру (29) – для удаления гидратированной воды и предотвращения разбрызгивания и «вскипания» осадка при прокалке, а затем в прокалочную печь (30), откуда готовый продукт выгружают в бункер-сборник (31) и через запорно-регулирующую арматуру (32) направляют в затарочную машину (33) и затем отгружают потребителям.

Таким образом, совокупность оборудования, входящая в состав разработанного «Технологического участка для получения диоксида титана» обеспечивает получение из $TiCl_4$ диоксида титана, обладающего высокими потребительскими свойствами (за счет низкого содержащего элементов-примесей) и пригодного для использования в производстве волоконной оптики, при этом практически все газообразные, жидкие и твердые отходы производства утилизируются в форме ликвидных (т.е. пользующихся устойчивым спросом у потребителей) товарных продуктов и/или полупродуктов, реализуемых:

- для получения буровых растворов ($CaCl_2$)
- влажной пасты ($TiO_2 \cdot nH_2O$, $CaO \cdot nH_2O$, $CaCO_3$ и др.) реализуемой для получения вододисперсионных (водоэмульсионных) красок

- нерастворимого остатка, используемого для строительных изделий и материалов
- известкового молока, частично используемого непосредственно на технологическом участке для получения TiO_2 для обезвреживания отходящих газов и частично реализуемых как товарный продукт – для очистки газов и сточных вод других переделов и производств.

Технологический участок для получения диоксида титана

