(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 203196371 U
(45)授权公告日 2013.09.18

(21)申请号 201320178302.9

(22)申请日 2013.04.10

(73)专利权人 河北诺达化工设备有限公司
地址 050020 河北省石家庄市槐安东路 152 号金源商务广场 A 座 11 楼 1101

(72)发明人 王锋 于少华 史昱

(74)专利代理机构 石家庄众志华清知识产权事务所（特殊普通合伙） 13123
代理人 张明月

(51)Int.Cl.
B01D 9/02(2006.01)
C01B 25/30(2006.01)

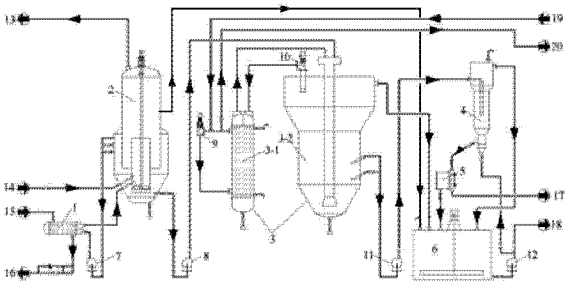
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)实用新型名称

磷酸二氢钾连续结晶装置

(57)摘要

本实用新型公开了一种磷酸二氢钾连续结晶装置，包括依次连通的一级连续闪蒸结晶器、结晶过料泵、二级连续冷却结晶器、结晶出料泵、稠厚器、离心机和母液罐；所述一级连续闪蒸结晶器通过结晶过料泵与二级连续冷却结晶器相连通，所述二级连续冷却结晶器通过结晶出料泵与稠厚器相连通，所述稠厚器和离心机相连通，所述离心机与磷酸二氢钾固体后续处理工段相连通；所述一级连续闪蒸结晶器、二级连续冷却结晶器、稠厚器和离心机各自与母液罐相连通。本实用新型装置产值高、占地面积小、操作稳定可靠、运行能耗和劳动强度低，实现了磷酸二氢钾的增产、增效，极大节省了结晶装置的投资成本，且有效提高了结晶工艺的稳定性和可靠性。



CN 203196371 U

1. 磷酸二氢钾连续结晶装置，其特征在于：包括依次连通的一级连续闪蒸结晶器（2）、结晶过料泵（8）、二级连续冷却结晶器（3）、结晶出料泵（11）、稠厚器（4）、离心机（5）和母液罐（6）；

所述一级连续闪蒸结晶器（2）下部的进料口与待结晶料液进口（14）相连通，一级连续闪蒸结晶器（2）下部的出料口通过结晶过料泵（8）与二级连续冷却结晶器（3）顶部的进料口相连通，所述二级连续冷却结晶器（3）下部的出料口通过结晶出料泵（11）与稠厚器（4）上部的进料口相连通，所述稠厚器（4）下部的出料口和离心机（5）顶部的进料口相连通，所述离心机（5）底部的出料口经产品出口（17）与磷酸二氢钾固体后续处理工段相连通；

所述一级连续闪蒸结晶器（2）中部的排出口、二级连续冷却结晶器（3）和稠厚器（4）上部的溢流口、离心机（5）底部的出液口各自与母液罐（6）顶部的进料口相连通。

2. 根据权利要求 1 所述的磷酸二氢钾连续结晶装置，其特征在于：所述母液罐（6）下部的出料口通过母液泵（12）分别与母液出口（18）和稠厚器（4）底部的反冲口相连通。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的磷酸二氢钾连续结晶装置，其特征在于：所述一级连续闪蒸结晶器（2）为 DTB 真空结晶器，所述一级连续闪蒸结晶器（2）顶部的出气口经二次蒸汽出口（13）与蒸汽冷凝系统相连通，一级连续闪蒸结晶器（2）中部的溢流口通过细晶消除泵（7）与细晶消除器（1）相连通；所述细晶消除器（1）的出料口与一级连续闪蒸结晶器（2）的进料口连通形成一个循环回路；蒸汽经蒸汽入口（15）自细晶消除器（1）顶部的进气口进入，换热后形成的蒸汽冷凝液自细晶消除器（1）底部的出气口排出经蒸汽冷凝水出口（16）与蒸汽冷凝水处理系统连通。

4. 根据权利要求 3 所述的磷酸二氢钾连续结晶装置，其特征在于：所述二级连续冷却结晶器（3）由外冷器（3-1）和 Oslo 结晶器（3-2）构成，所述一级连续闪蒸结晶器（1）下部的出料口通过结晶过料泵（8）与 Oslo 结晶器（3-2）顶部的中央降液管相连通，Oslo 结晶器（3-2）上部的溢流口与母液罐（6）顶部的进料口相连通，Oslo 结晶器（3-2）通过设置于其顶端的结晶循环泵（10）与外冷器（3-1）顶端的进料口相连通；所述外冷器（3-1）顶端的出料口与 Oslo 结晶器（3-2）顶端的中央降液管连通形成一个循环回路；外冷器（3-1）下部和上部的同侧分别设置进水口和出水口，所述进水口和所述出水口通过冷却水循环泵（9）相连通。

磷酸二氢钾连续结晶装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及磷酸二氢钾的生产装置，尤其涉及一种磷酸二氢钾的结晶装置。

背景技术

[0002] 磷酸二氢钾是一种重要的化学品，在农业、工业、医药及食品等行业都有着广泛的应用。在工业上，磷酸二氢钾可用作缓冲剂、培养剂、制偏磷酸钾的原料、发酵助剂以及酿造酵母的培养剂、强化剂、膨松剂等；在农业上，磷酸二氢钾是一种高浓度的高效磷钾复合肥；在医药上，磷酸二氢钾可用于使尿酸化、作营养剂等；在食品上，磷酸二氢钾可用作合成清酒的调味剂。

[0003] 目前，我国生产磷酸二氢钾的工艺方法主要有中和法、萃取法、复分解法及离子交换法等。上述制备方法的共同点为：首先通过反应制得磷酸二氢钾溶液，然后将所得溶液经浓缩、结晶、离心分离、干燥等步骤得到最终产品。其中，浓缩、结晶、离心分离、干燥等步骤均属于分离、提纯磷酸二氢钾的工艺过程，而在该工艺过程中，结晶步骤为其核心步骤。

[0004] 现有的磷酸二氢钾的结晶装置所采用的结晶设备多以简单的搅拌罐式结晶器为主，该结晶装置存在以下缺点：1）单台处理量相对较小：搅拌罐式结晶器所需的冷量由夹套及内部盘管换热提供，由于换热面积相对较小，使得其的降温速率受到限制，从而造成结晶过程的时间较长，单台搅拌罐式结晶器单位时间内的处理量较小；因此，在大型生产时，需要大量的搅拌罐式结晶器，厂房占地面积庞大；2）搅拌罐式结晶器换热面积较小，因此要求换热两侧的介质保持一个较合理的温差，结晶过程中需要对冷却介质的温度及流量不断地进行调整以满足生产要求；而该要求会很容易导致操作中物料与换热面接触部位局部过冷，物料结到换热面上，进而使得搅拌罐式结晶器的传热效果变差，最终引致操作后续处理的劳动量加大；3）搅拌罐式结晶器在操作过程中，物料容易发生泄露和飞溅，操作现场环境比较恶劣；4）搅拌罐式结晶器通常以间歇方式进行操作，这种操作方式需要大量的人员，操作成本较高；5）由于人员与人员间的业务素质存在差异，所以整体结晶操作及产品的稳定性差，不同批次的产品质量可能存在差异。

[0005] 由于现有磷酸二氢钾生产中的结晶装置存在上述缺点，使得整个磷酸二氢钾生产装置的产能相对较小、运行成本偏高，且占地面积大。

发明内容

[0006] 本实用新型需要解决的技术问题是提供一种连续稳定运行、产能高、运行成本低的磷酸二氢钾结晶装置。

[0007] 为解决上述技术问题，本实用新型所采用的技术方案是：

[0008] 磷酸二氢钾连续结晶装置，包括依次连通的一级连续闪蒸结晶器、结晶过料泵、二级连续冷却结晶器、结晶出料泵、稠厚器、离心机和母液罐；

[0009] 所述一级连续闪蒸结晶器下部的进料口与待结晶料液进口相连通，一级连续闪蒸结晶器下部的出料口通过结晶过料泵与二级连续冷却结晶器顶部的进料口相连通，所述二

级连续冷却结晶器下部的出料口通过结晶出料泵与稠厚器上部的进料口相连通，所述稠厚器下部的出料口和离心机顶部的进料口相连通，所述离心机底部的出料口经产品出口与磷酸二氢钾固体后续处理工段相连通；

[0010] 所述一级连续闪蒸结晶器中部的排出口、二级连续冷却结晶器和稠厚器上部的溢流口、离心机底部的出液口各自与母液罐顶部的进料口相连通。

[0011] 本发明的进一步改进在于：所述母液罐下部的出料口通过母液泵分别与母液出口和稠厚器底部的反冲口相连通。

[0012] 本发明的进一步改进在于：所述一级连续闪蒸结晶器为 DTB 真空结晶器，所述一级连续闪蒸结晶器顶部的出气口经二次蒸汽出口与蒸汽冷凝系统相连通，一级连续闪蒸结晶器中部的溢流口通过细晶消除泵与细晶消除器相连通；所述细晶消除器的出料口与一级连续闪蒸结晶器的进料口连通形成一个循环回路；蒸汽经蒸汽入口自细晶消除器顶部的进气口进入，换热后形成的蒸汽冷凝液自细晶消除器底部的出气口排出经蒸汽冷凝水出口与蒸汽冷凝水处理系统连通。

[0013] 本发明的进一步改进在于：所述二级连续冷却结晶器由外冷器和 Oslo 结晶器构成，所述一级连续闪蒸结晶器下部的出料口通过结晶过料泵与 Oslo 结晶器顶部的中央降液管相连通，Oslo 结晶器上部的溢流口与母液罐顶部的进料口相连通，Oslo 结晶器通过设置于其顶端的结晶循环泵与外冷器顶端的进料口相连通；所述外冷器顶端的出料口与 Oslo 结晶器顶端的中央降液管连通形成一个循环回路；外冷器下部和上部的同侧分别设置进水口和出水口，所述进水口和所述出水口通过冷却水循环泵相连通。

[0014] 由于采用了上述技术方案，本实用新型取得的技术进步是：

[0015] 本实用新型磷酸二氢钾连续结晶装置，装置产值高、占地面积小、操作稳定可靠、运行能耗少、操作所需劳动强度低，克服了现有磷酸二氢钾生产结晶装置的相应缺点，实现了磷酸二氢钾的增产、增效，极大节省了结晶装置的投资成本，且有效提高了结晶工艺的稳定性和可靠性。

[0016] 本实用新型磷酸二氢钾连续结晶装置主要包括一级连续闪蒸结晶器和二级连续冷却结晶器，首先采用一级连续闪蒸结晶器有效降低待结晶料液的温度，然后再利用二级连续冷却结晶器对待结晶料液进行进一步的有效结晶，极大减小了结晶器的热负荷，有助于减小结晶器的换热面积，最终实现了结晶装置占地面积的减小和投资的降低。本实用新型中一级连续闪蒸结晶器能将待结晶料液的温度控制在 60℃～ 65℃的范围内，二级连续冷却结晶器能将待结晶料液的温度控制在 40℃以下。

[0017] 本实用新型所述母液罐下部的出料口通过母液泵分别与母液出口和稠厚器底部的反冲口相连通，可解决稠厚器中固液双相流体由于固体沉降而造成的堵塞问题，使得系统能够连续稳定的运行。

[0018] 本实用新型所述的一级连续闪蒸结晶器为 DTB 真空结晶器，DTB 真空结晶器属于典型的晶浆内循环型结晶器。此结晶器内循环所需的压头非常低，使螺旋桨得以在较低的转速下工作，从而大大减少了叶轮对晶体的碰撞所带来的二次成核。这使得此结晶器能产生较大粒度的晶体。待结晶料液在 DTB 真空结晶器的螺旋桨的推动下形成一个循环回路，使得料液在 DTB 真空结晶器内均匀混合，晶体生长环境良好，可使得大部分晶体从待结晶料液中沉降、分离出来。含有细晶的料液自 DTB 真空结晶器的溢流口排出，消除了细晶对晶

体粒度生长的影响，实现了对晶体粒度的控制。DTB 结晶器的上部有足够的汽液分离空间，能有效地防止雾沫夹带。

[0019] 本实用新型所述的一级连续闪蒸结晶器外部设置了细晶消除器，含有细晶的料液在细晶消除器中被蒸汽加热使细晶溶解，然后再次进入 DTB 真空结晶器中参与循环，极大提高了待结晶料液的结晶回收率。

[0020] 本实用新型所述的二级连续冷却结晶器由 Oslo 结晶器和外冷器组成，该设置方式将过饱和度产生的区域和晶体生产区域分开设置，所得二次清液通过结晶循环泵在 Oslo 结晶器和外冷器间形成一个强制的外循环，使得晶体在 Oslo 结晶器内的循环液中流化悬浮，为晶体生产提供了较好的条件，能够生产出粒度较大而均匀的晶体。Oslo 结晶器属于清液或半清液外循环型结晶器，大大地减小了晶体结壁的可能性，增加了设备的利用率，延长了设备寿命。外冷器的换热管内流体的流速能达到 1.5 ～ 1.8m/s，传热系数较大，抗结垢性能好，便于在连续操作状态下切换清洗。

[0021] 本实用新型占地面积较小，是搅拌罐式结晶器的装置占地面积的 1/5 ～ 1/10。

附图说明

[0022] 图 1 为本实用新型的磷酸二氢钾连续结晶装置的示意图。

[0023] 其中，1、细晶消除器；2、一级连续闪蒸结晶器；3、二级连续冷却结晶器；3-1、外冷器；3-2、Oslo 结晶器；4、稠厚器；5、离心机；6、母液罐；7、细晶消除泵；8、结晶过料泵；9、冷却水循环泵；10、结晶循环泵；11、结晶出料泵；12、母液泵；13、二次蒸汽出口；14、待结晶料液进口；15、蒸汽入口；16、蒸汽冷凝水出口；17、产品出口；18、母液出口；19、冷却水入口；20、冷却水出口。

具体实施方式

[0024] 下面结合实施例对本实用新型做进一步详细说明：

[0025] 实施例 1

[0026] 如图 1 所示，磷酸二氢钾连续结晶装置包括一级连续闪蒸结晶器 2、结晶过料泵 8、二级连续冷却结晶器 3、结晶出料泵 11、稠厚器 4、离心机 5 和母液罐 6。

[0027] 所述二级连续冷却结晶器 3 由 Oslo 结晶器 3-2 和外冷器 3-1 构成，外冷器 3-1 和结晶器 3-2 相互连通。

[0028] 所述一级连续闪蒸结晶器 2 为 DTB 真空结晶器，通过蒸发溶剂方式对前序工段来的待结晶料液进行初步降温、结晶。DTB 真空结晶器下部的进料口通过管道与待结晶料液进口 14 相连通；DTB 真空结晶器下部的出料口通过管道经结晶过料泵 8 与 Oslo 结晶器 3-2 顶部的中央降液管连通；DTB 真空结晶器顶部的出气口通过管道与二次蒸汽出口 13 相连通；DTB 真空结晶器中部的溢流口通过管道经细晶消除泵 7 与细晶消除器 1 的进料口连通；DTB 真空结晶器中部的排出口通过管道与母液罐 6 的进料口连通。

[0029] 所述结晶消除器 1 的出料口通过管道与 DTB 真空结晶器 2 下部的进料口连通；蒸汽经蒸汽入口 15 沿管道自细晶消除器 1 顶部的进气口通入细晶消除器 1 的壳侧，用于对结晶消除器 1 管程的物料进行加热，蒸汽通过细晶消除器 1 后转变为蒸汽冷凝水，并从细晶消除器 1 底部的蒸汽出口排出后经蒸汽冷凝水出口 16 进入蒸汽冷凝水处理系统。

[0030] 所述 Oslo 结晶器 3-2 下部的出料口通过管道经结晶出料泵 11 与稠厚器 4 上部的进料口连通；Oslo 结晶器 3-2 上部的溢流口通过管道与母液罐 6 连通；Oslo 结晶器 3-2 顶部的上直管通过结晶循环泵 10 经管道与外冷器 3-1 的进料口连通。

[0031] 所述外冷器 3-1 的出料口通过管道与 Oslo 结晶器 3-2 顶部的中央降液管连通；外冷器 3-1 同侧的下部和上部分别设置进水口和出水口，冷却水经冷却水入口 19 沿管道自外冷器 3-1 下部的进水口进入外冷器 3-1 的壳侧，用于对外冷器 3-1 管程内的物料进行降温，换热后的冷却水自外冷器 3-1 上部的出水口排出，并沿管道经冷却水出口 20 进入冷却水处理系统。冷却水通过冷却水循环泵 9 在外冷器 3-1 的壳侧循环。

[0032] 所述稠厚器 4 下部的出料口通过管道与离心机 5 顶部的进料口连通；稠厚器 4 上部的溢流口通过管道与母液罐 6 连通。

[0033] 所述离心机 5 底部的排液口通过管道与母液罐 6 顶部的进料口相连通；离心机 5 底部另一侧的出料口通过管道经产品出口 17 与磷酸二氢钾固体后续处理工段连通。

[0034] 所述母液罐 6 下部的出料口通过管道经母液泵 12 分别与稠厚器 4 底部的反冲口和母液出口 18 连通。

[0035] 本实用新型的生产流程为：

[0036] 所述待结晶料液经待结晶料液进口 14 沿管道自 DTB 真空结晶器下部的进料口进入 DTB 真空结晶器，并进入 DTB 真空结晶器的导流筒的底部，到达导流筒底部的待结晶料液在 DTB 真空结晶器内的螺旋桨的推动下沿导流筒上升，待上升至 DTB 真空结晶器的上部后，待结晶料液在 DTB 真空结晶器内的液面处进行闪发、冷却，并逸出二次蒸汽；逸出的二次蒸汽自 DTB 真空结晶器顶部的出气口排出，并沿管道经二次蒸汽出口 13 进入蒸汽冷凝系统；经闪发、冷却后的料液沿 DTB 真空结晶器的导流筒与挡板之间的环形通道回流至 DTB 真空结晶器的底部，并再次被吸入导流筒内，形成一个循环回路。随着循环的不断进行，DTB 真空结晶器内的料液开始结晶，待结晶料液的浓度自下而上逐渐降低，DTB 真空结晶器下部的待结晶料液的浓度不断增大，并在 DTB 真空结晶器的下部形成一次晶浆，在 DTB 真空结晶器的上部形成一次清液。

[0037] 所述一次清液自 DTB 真空结晶器中部的排出口排出并沿管道进入母液罐 6。在 DTB 真空结晶器内的一次清液和一次晶浆之间存在一个澄清区域，该区域内的料液内含有细晶，所述含有细晶的料液自 DTB 真空结晶器中部的溢流口溢出，并沿管道经细晶消除泵 7 自细晶消除器 1 的进料口进入细晶消除器 1 的管程内；蒸汽经蒸汽入口 15 沿管道自细晶消除器 1 顶部的进气口进入细晶消除器 1 的壳侧，并与含细晶的料液进行热交换，蒸汽经换热变为蒸汽冷凝水自细晶消除器 1 的出气口排出，并经蒸汽冷凝水出口 16 进入蒸汽冷凝水处理系统；含细晶的料液经换热后其内所含的细晶被消除，消除细晶后的料液自细晶消除器 1 的出料口排出，并沿管道再次通入一级连续闪蒸结晶器 2 的进料口内，在导流筒底部与待结晶料液 14 相混合后参与 DTB 真空结晶器 2 内部料液的循环。所述一次晶浆自 DTB 真空结晶器下部的出料口排出。

[0038] 自 DTB 真空结晶器底部的出料口排出的一次晶浆沿管道经结晶过料泵 8 后被泵入 Oslo 结晶器 3-2 顶部的中央降液管内；一次晶浆沿中央降液管到达 Oslo 结晶器 3-2 内腔的底部，并自 Oslo 结晶器 3-2 的底部开始缓慢上升，上升过程中穿过流态化的结晶床层，在结晶床层中开始结晶，并在此处逐渐形成二次晶浆和二次清液；二次清液继续向上运动至

Oslo 结晶器 3-2 的上直段，在上升过程中二次清液的浓度继续降低，到达上直段后所述二次清液内已基本不含晶体。

[0039] 进入 Oslo 结晶器 3-2 的上直段的一部分二次清液被结晶循环泵 10 强制送入到外冷器 3-1 的管程内，冷却水自冷却水入口 19 沿管道经外冷器 3-1 的进水口进入外冷器 3-1 的壳侧，并与二次清液进行间壁换热以移走二次清液中的热量，并使二次清液产生过饱和，所述冷却水通过冷却水循环泵 9 在外冷器 3-1 内循环运行，换热后的冷却水自外冷器 3-1 的出水口排出并沿管道自冷却水出口 20 进入冷却水处理系统。换热后的二次清液自外冷器 3-1 的出料口排出，并再次进入 Oslo 结晶器 3-2 顶部的中央降液管与一次晶浆混合，形成一个循环回路。Oslo 结晶器 3-2 的上部设置一溢流口，自溢流口溢出的一部分二次清液排入母液罐 6，所得二次晶浆自 Oslo 结晶器 3-2 的下部的出料口排出。外冷器 3-1 配备有清洗系统，可长期有效地保证外冷器 3-1 的正常运转。

[0040] 自 Oslo 结晶器 3-2 下部的出料口排出的二次晶浆沿管道由结晶出料泵 11 泵入稠厚器 4 中，二次晶浆在稠厚器 4 中进一步消除过饱和度后被分离为三次晶浆和三次清液。所得三次清液自稠厚器 4 上部的溢流口溢出，并沿管道进入母液罐 6。所得三次晶浆自稠厚器 4 下部的出料口排出，然后沿管道从离心机 5 顶部的进料口进入离心机 5，三次晶浆在离心机 5 中被分离为磷酸二氢钾固体和离心液。所得磷酸二氢钾固体自离心机 5 底部的出料口排出，并沿管道经产品出口 17 进入磷酸二氢钾固体干燥、包装工序；离心液自离心机 5 底部的排液口排出，并沿管道进入母液罐 6。

[0041] 母液罐 6 内的母液自母液罐 6 下部的排液口排出，并经母液泵 12 分别经母液出口 18 进入母液处理系统和经稠厚器 4 底部的反冲口进入稠厚器 4。

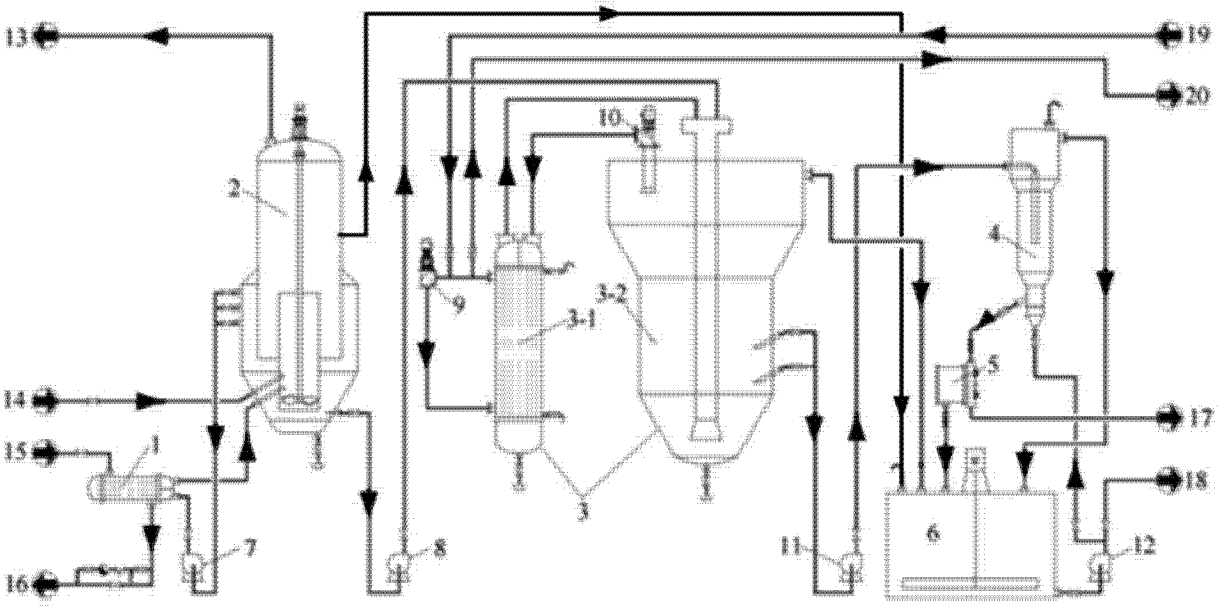


图 1