



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105819471 B

(45)授权公告日 2017. 11. 03

(21)申请号 201610352795.1

(51)Int.Cl.

(22)申请日 2016.05.25

C01D 7/10(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 何云龙

申请公布号 CN 105819471 A

(43)申请公布日 2016.08.03

(73)专利权人 天津渤化永利化工股份有限公司

地址 300452 天津市滨海新区临港经济区

渤海十路3369号

专利权人 天津科技大学

(72)发明人 朱亮 谢智勇 梅述研 沙作良

王彦飞 李治水 杨立斌 聂增来

艾芮玄 吴岩芳

(74)专利代理机构 天津市北洋有限责任专利代

理事务所 12201

代理人 叶青

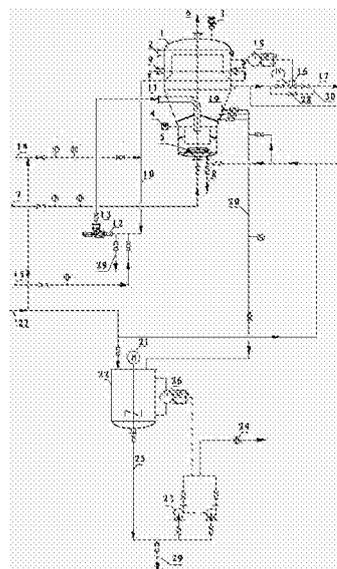
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54)发明名称

一种生产大粒度小苏打的方法

(57)摘要

本发明公开了一种生产大粒度小苏打的方法,包括以下步骤:向反应结晶器中投放晶种;向反应结晶器内通入母液,液位至碱液循环出口为止,控制反应结晶器内的固液比为0.05-0.15:1;向反应结晶器内通入碱液和含有二氧化碳的混合气体进行反应,同时反应结晶器内混合液从碱液循环出口循环至碱液循环入口,建立外循环系统;在外循环系统的作用下,反应得到的小苏打结晶分层悬浮于反应结晶器内部,上层细晶排至生产大系统,下层小苏打晶浆排出,排出的下层小苏打晶浆经稠厚、干燥、分离,得到大粒度小苏打产品。本发明集反应和结晶于一体,且能够连续制备出粒径介于20目-60目之间的大颗粒小苏打产品,低成本,工艺操作简单。



1. 一种生产大粒度小苏打的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 向反应结晶器中投放晶种;所述反应结晶器设置为上宽下窄的锥形结构;

(2) 向反应结晶器内通入母液,液位至碱液循环出口为止,控制反应结晶器内的固液比为0.05-0.15:1;

(3) 向反应结晶器内通入碱液和含有二氧化碳的混合气体进行反应,同时反应结晶器内混合液从碱液循环出口循环至碱液循环入口,建立外循环系统;碱液的进液量为 $0.51\text{m}^3/\text{h}$ - $1\text{m}^3/\text{h}$,混合气体进气量为 $70\text{m}^3/\text{h}$ - $80\text{m}^3/\text{h}$,二氧化碳的含量为35%-100%,外循环系统的液体循环流量与进碱液流量比为10-200:1;

(4) 在外循环系统的作用下,反应得到的小苏打结晶分层悬浮于反应结晶器内部,上层细晶排至生产大系统,下层小苏打晶浆排出,排出的下层小苏打晶浆经稠厚、干燥、分离,得到大粒度小苏打产品。

一种生产大粒度小苏打的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种方法,更具体的说,是涉及一种生产大粒度小苏打的方法。

背景技术

[0002] 作为一种重要的化工产品,小苏打已经应用到了医药化工等生活中的各个领域。近些年来经济的发展,我国已经成为生产小苏打的重要组成国家之一,每年小苏打产量的增速居世界首位。

[0003] 现如今国内的小苏打的应用领域,已由传统的工业,食品行业逐渐扩展到了饲料,医药等其它领域,国内小苏打消费量中,食品工业占比为31.01%;化学工业占比为22.32%;消防工业占比为15.57%;医药行业占比为12.79%;饲料添加剂占比为8.08%,清洗剂,入浴剂,打磨等其它行业占比为10.23%。

[0004] 对于粒度没有要求的食品、医药、工业等领域,我国的消费结构同国外相差不大,而对粒度有一定要求的饲料添加剂、清洗剂、入浴剂、打磨行业等,国内所占消费比例远低于国外。近几年国内的产品结构调整和升级,使得大粒度的小苏打需求量在不断的增长,该领域市场潜能巨大,因此大粒度小苏打的工业化生产成为了当前众多企业紧密关注的热点问题。

[0005] 中国专利CN101185484A公开了“连续控制复分解食品级小苏打生产工艺”,该工艺以氯化钠和碳酸氢铵为原料复分解反应连续性制备出20-300目多种规格小苏打产品。因该反应在一级搅拌反应器当中进行,使得复分解反应和产品结晶粒度的控制较难,粒度分布不均匀,且后续工序当中洗水用量大,生产成本较高。

[0006] 而中国专利CN101696022A公开的“复分解生产食品级小苏打的工艺方法”,虽然相比于专利CN101185484A技术而言,生产成本有所降低,但是采用的却是间歇式生产,规模较小,且产品的粒径也不容易控制。

[0007] 索尔维公司申请的公开号为CN1047839A的专利,采用外加流化床结晶器,碳酸氢钠的饱和溶液经过结晶器再次重结晶,使晶体长大。然而该方法所涉及到的结晶器仅仅起到在晶种的作用下延长结晶时间,增大粒径的作用,结晶器中加入的晶种事先得进行预处理研磨,工艺要求较高,到目前为止还未见国内有工业化应用的报道。

发明内容

[0008] 本发明的目的是为了克服现有技术中的不足,提供一种生产大粒度小苏打的方法,集反应和结晶于一体且能够连续制备出粒径介于20目-60目之间的大颗粒小苏打产品,低成本,工艺操作简单。

[0009] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的。

[0010] 本发明的一种生产大粒度小苏打的方法,包括以下步骤:

[0011] (1) 向反应结晶器中投放晶种;所述反应结晶器设置为上宽下窄的锥形结构;

[0012] (2) 向反应结晶器内通入母液,液位至碱液循环出口为止,控制反应结晶器内的固

液比为0.05-0.15:1;

[0013] (3) 向反应结晶器内通入碱液和含有二氧化碳的混合气体进行反应,同时反应结晶器内混合液从碱液循环出口循环至碱液循环入口,建立外循环系统;碱液的进液量为 $0.51\text{m}^3/\text{h}$ - $1\text{m}^3/\text{h}$,混合气体进气量为 $70\text{m}^3/\text{h}$ - $80\text{m}^3/\text{h}$,二氧化碳的含量为35%-100%,外循环系统的液体循环流量与进碱液流量比为10-200:1;

[0014] (4) 在外循环系统的作用下,反应得到的小苏打结晶分层悬浮于反应结晶器内部,上层细晶排至生产大系统,下层小苏打晶浆排出,排出的下层小苏打晶浆经稠厚、干燥、分离,得到大粒度小苏打产品。

[0015] 与现有技术相比,本发明的技术方案所带来的有益效果是:

[0016] (1) 本发明中,建立的外循环系统使反应结晶器内部的结晶液呈现流动状态,并稀释反应结晶器进料液,延长反应停留时间促使结晶的长大;

[0017] (2) 本发明中,在外循环系统的作用下,通过输入碱液和母液,排出下层小苏打晶浆来共同控制反应结晶器内部晶体颗粒的质量百分含量。

[0018] (3) 本发明中,反应结晶器设置为上宽下窄锥形结构,具备粒度分级功能,粒度较小的小苏打结晶悬浮在反应结晶器中上部,粒度较大的小苏打结晶沉降到反应结晶器的中下部;

[0019] (4) 本发明,无需采用传统意义上的大型碳化塔进行碳化的工艺流程,即可实现产品粒度增大,操作简单,各项指标均达到行业相关标准,工业上能够连续生产粒径处于20目-60目之间的大颗粒小苏打产品。

附图说明

[0020] 图1是本发明采用的装置结构示意图。

[0021] 图2是图1中气体鼓泡器的结构示意图;

[0022] 图3是本发明生产的小苏打产品粒度和质量百分比分布图;

[0023] 图4是本发明生产的小苏打产品的显微镜 10×40 倍的放大照片;

[0024] 图5是本发明生产的小苏打产品扫描电镜照片。

[0025] 附图标记:1反应结晶器;2备用口;3第一压力表;4温度控制仪表;5气体鼓泡器;6尾气回收管线;7混合气输入管线;8液体排空管线;9碱液循环出口;10碱液循环管线;11碱液循环入口;12第一阀门;13晶浆循环泵;14母液管线;15碱液输入管线;16调节阀;17细晶排出管线;18第一液位联锁控制仪表;19晶浆排出口;20晶浆排出管线;21搅拌器;22稠厚缓冲罐;23晶浆泵;24离心机;25晶浆稠厚管线;26第二液位联锁控制仪表;27冲洗管线;28第二阀门;29残留液体排放管线;30备用管线。

具体实施方式

[0026] 下面结合附图对本发明作进一步的描述。

[0027] 如图1和图2所示,本发明采用的装置,包括设置有备用口2、第一压力表3、温度控制仪表4和气体鼓泡器5的反应结晶器1,所述气体鼓泡器5由烧接管构成,设置为内外双环高度对称结构,且外环设置有二十四均匀分布的鼓泡口,内环设置有十六个均匀分布的鼓泡口。所述反应结晶器1设置为上宽下窄的锥形结构,在循环流体的作用下,粒度较小的

产品浮在反应结晶器1的中上部,粒度较大的产品分布在反应结晶器1的中下部。所述反应结晶器1顶部连接有尾气回收管线6,所述反应结晶器1底部连接有混合气输入管线7和液体排空管线8。所述反应结晶器1的碱液循环出口9均通过碱液循环管线10与碱液循环入口11相连通,所述碱液循环管线10设置有第一阀门12和晶浆循环泵13,所述碱液循环管线10分别与母液管线14和碱液输入管线15相连通,所述碱液循环管线10连通有残留液体排放管线29。所述反应结晶器1的结晶排出口连接有带调节阀16的细晶排出管线17,所述调节阀16的进液口和出液口之间连通有带第二阀门28的备用管线30,所述调节阀16的左右两端均可设置有阀门。所述反应结晶器1连接有控制调节阀16的第一液位连锁控制仪表18。所述反应结晶器1的晶浆排出口19通过晶浆排出管线20连接有带搅拌器21的稠厚缓冲罐22,所述稠厚缓冲罐22底部连接有晶浆稠厚管线25,所述晶浆稠厚管线25连通有残留液体排放管线29,所述晶浆稠厚管线25沿液体输送方向设置有晶浆泵23和离心机24,所述晶浆泵23至少并联设置有两个,所述稠厚缓冲罐22连接有控制晶浆泵23的第二液位连锁控制仪表26,所述晶浆泵23与稠厚缓冲罐22之间通过第二液位连锁控制仪表26控制流量,最终将稠厚后的碳酸氢钠结晶连续输送至离心机24初步脱水。所述母液管线14、碱液输入管线15、液体排空管线8、晶浆排出管线20、细晶排出管线17和稠厚缓冲罐22上部均连接有冲洗管线27,所述冲洗管线27可以是热水冲洗管线,也可以是蒸汽冲洗管线等。另外,根据实际需要本发明中各线路均可设置阀门、流量计和压力表,例如混合气输入管线7、母液管线14、碱液输入管线15、残留液体排放管线29、晶浆排出管线20、冲洗管线27、晶浆稠厚管线25和液体排空管线8等。

[0028] 本发明中,所述反应结晶器1具备粒度分级功能。所述反应结晶器1底部相连接的混合气体输入管线7可作为本发明中的气体分布系统,混合气体进入反应结晶器1后,通过气体鼓泡器5均匀的分布在反应结晶器1内部,气液接触更加充分。所述反应结晶器1中上部碱液循环出口9和碱液循环入口11之间连接的带第一阀门12和晶浆循环泵13的碱液循环管线10可作为本发明的外循环系统。所述外循环系统主要是利用外循环的方式使反应结晶器1内部的结晶液呈现流动状态,并稀释反应结晶器1进料液。所述外循环系统,优选管式混合器方式,液体循环流量与进碱液流量比为10-200:1,优选50:1。所述碱液输入管线15、晶浆排出管线20和母液管线14共同构成本发明的固液比调控系统。所述固液比控制系统主要是控制整个反应结晶器1内部晶体颗粒的质量百分含量。所述固液比调控系统,优选在所述外循环系统作用下,通过母液返回的方式来调控反应结晶器1内固液比。所述细晶排出管线17可作为本发明的细晶消除系统,所述细晶消除系统主要是控制整个反应结晶器体系当中的晶体颗粒数量和晶体颗粒粒度大小。所述细晶消除系统,优选从反应结晶器1中上部小颗粒晶体分布区引出一根管线,通过第一液位连锁控制仪表18控制调节阀16,进而控制反应结晶器1的细晶液体流量,自动排出粒度较小的碳酸氢钠细晶。

[0029] 本发明的生产过程:在开车初期,在反应体系当中预先加入晶种,一种是由反应结晶器1的备用口2加入一定数量和粒径的固体小苏打颗粒,打开母液管线14经过碱液循环管线10送入反应结晶器1内部,让母液和固体颗粒充分混合形成晶浆液(此温度下,固体小苏打颗粒被母液溶解的很少),另一种从公司小苏打装置中碳化塔的出碱液口引出一根管线,将带有晶浆的碱液从备用口2引入到反应结晶器1中。晶种添加方式,生产中可根据实际情况选择上述的一种或两种。

[0030] 待反应结晶器1内的液位刚刚没过碱液循环出口9时,打开碱液输入管线15和混合

气输入管线7,让原料和含二氧化碳的混合气体在反应结晶器1内充分反应。所述碱液输入管线15输送的是预先配置成浓度为20tt的溶有碳酸钠净化后的碱液,待体系循环稳定建立之后调整母液进入量。随着反应的进行,体系内部的小苏打晶浆数目在不断的增多,通过外循环管线,可以延长晶浆在反应结晶器1内部的反应和停留时间,使晶体长大;与此同时,在外循环系统的作用下,体系当中较小的细晶悬浮在反应结晶器1的中上部,较大颗粒的小苏打沉降在反应结晶器1的中下部,上部的细晶通过细晶排出管线17排出,达到控制体系内部晶种数目和粒度的目的,排出的细晶流量根据第一液位联锁控制仪表18来自动调节。中下部结晶尺寸较大的晶浆通过晶浆排出管线20排放至稠厚缓冲罐22,晶浆液在稠厚缓冲罐22中稠厚之后,经由晶浆泵23输送至离心机24,最终将离心之后的小苏打湿料进行气流干燥,水分含量达标后,冷却得到小苏打成品。可根据实际需要对本发明小苏打生产过程中的控制参数进行设置。

[0031] 本发明的具体实施过程:

[0032] 第一阶段生产过程(引碳化塔晶浆管线中的晶浆液作为晶种):

[0033] 从公司现有小苏打装置中碳化塔出碱液口引出一根管线,将带有晶浆的碱液从备用口2引入到反应结晶器1中,与此同时打开母液管线14和碱液循环管线10控制整个反应结晶器1内部的固液比为0.05-0.15:1,待液位达到设定值之后,开启碱液输入管线15和混合气输入管线7,碱液的进液量为 $0.51\text{m}^3/\text{h}$ - $1\text{m}^3/\text{h}$,混合气体进气量控制在 $70\text{m}^3/\text{h}$ - $80\text{m}^3/\text{h}$,二氧化碳的含量为35%-100%,使原料间充分反应,反应过程中调整母液输送量,细晶排出液流量由第一液位联锁控制仪表18控制,反应后的晶浆液通过碱液循环管线10不断地进行外部循环,延长在反应结晶器1内的反应和结晶时间。尺寸较大的晶浆液从晶浆排出管线20排出至稠厚缓冲罐22中进行稠厚,经过晶浆泵23送入离心机24,最终将离心之后的小苏打湿料进行气流干燥,水分含量达标后,冷却得到小苏打成品,产品指标达到行业标准。

[0034] 经检测:得到的产品粒径<120目(粒径 $>125\mu\text{m}$)的质量含量 $>65\%$,80目-120目($125\mu\text{m}$ <粒径 $<180\mu\text{m}$)的质量含量 $>50\%$,40目-80目($180\mu\text{m}$ <粒径 $<420\mu\text{m}$)的质量含量 $>5\%$,<40目(粒径 $>420\mu\text{m}$) $>10\%$ 。

[0035] 第二阶段生产过程(自配晶浆作为晶种):

[0036] 将第一阶段生产的粒径为40-80目小苏打固体颗粒从反应结晶器1的备用口2加入,打开母液管线14和碱液循环管线10控制整个反应结晶器1内部的固液比为5%-15%。待液位达到设定值之后,开启碱液输入管线15和混合气输入管线7,碱液的进液量为 $0.51\text{m}^3/\text{h}$ - $1\text{m}^3/\text{h}$,混合气体进气量控制在 $70\text{m}^3/\text{h}$ - $80\text{m}^3/\text{h}$,二氧化碳的含量为35%-100%,使原料间充分反应,反应过程中调整母液输送量,细晶排出液流量由第一液位联锁控制仪表18控制,反应后的晶浆液通过碱液循环管线10不断地进行外部循环,延长在反应结晶器1内的反应和结晶时间。尺寸较大的晶浆液从晶浆排出管线20排出至稠厚缓冲罐22中进行稠厚,经过晶浆泵23送入离心机24,最终将离心之后的小苏打湿料进行气流干燥,水分含量达标后,冷却得到小苏打成品,产品指标达到行业标准。

[0037] 经检测:得到的产品<80目(粒径 $>180\mu\text{m}$)质量含量 $>75\%$,40目-80目($180\mu\text{m}$ <粒径 $<420\mu\text{m}$)质量含量 $>40\%$,<40目(粒径 $>420\mu\text{m}$) $>35\%$ 。

[0038] 从图3中可以看出,本发明生产出的产品的平均粒径达到了 $363.1\mu\text{m}$ 。另外,从图4和图5可以看出,本发明生产出的产品主要是以棒状形式存在,并且主要是通过结晶的方式

长大,而非后续造粒加工实现粒径的增大。

[0039] 尽管上面结合附图对本发明的功能及工作过程进行了描述,但本发明并不局限于上述的具体功能和工作过程,上述的具体实施方式仅仅是示意性的,而不是限制性的,本领域的普通技术人员在本发明的启示下,在不脱离本发明宗旨和权利要求所保护的范围情况下,还可以做出很多形式,这些均属于本发明的保护之内。

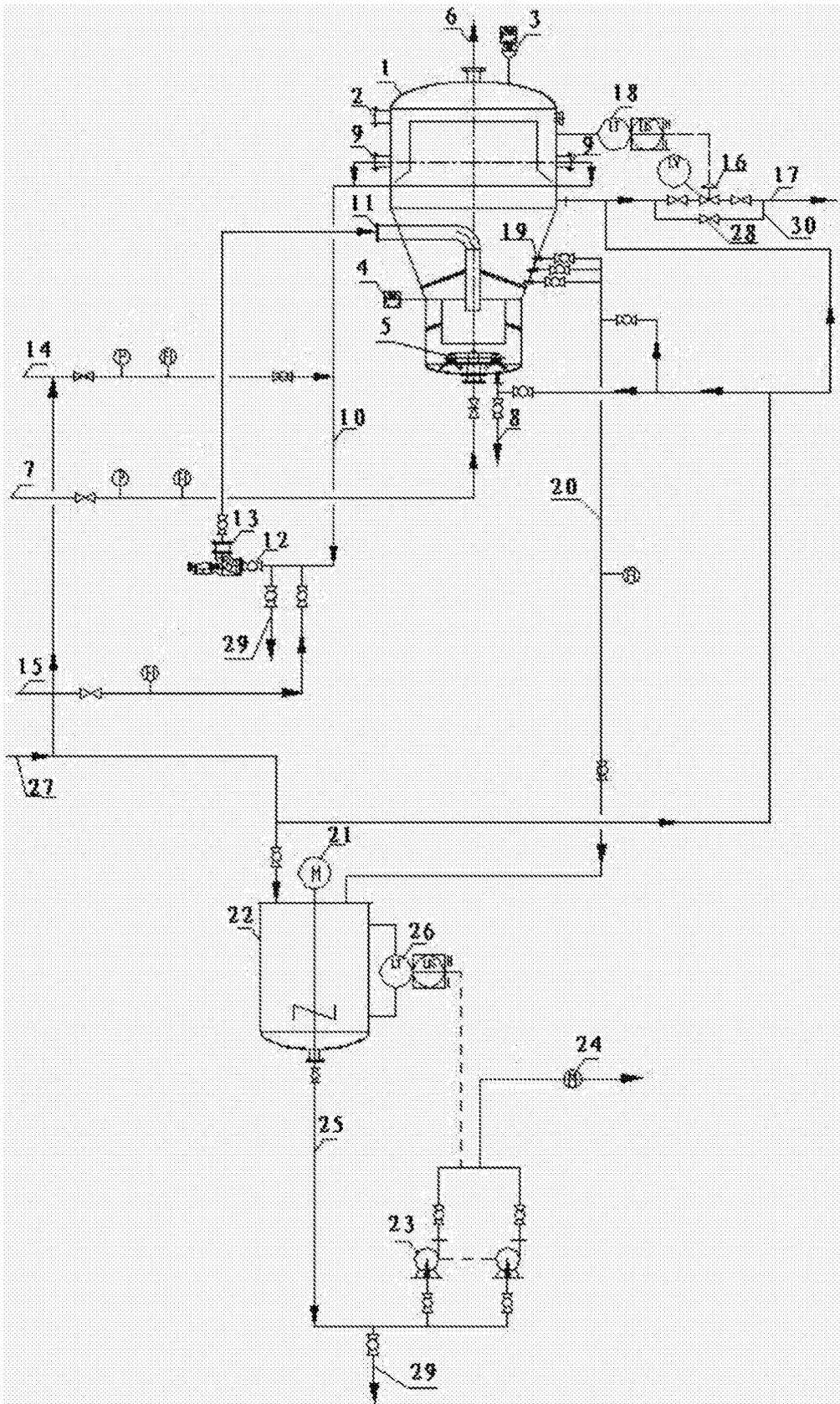


图1

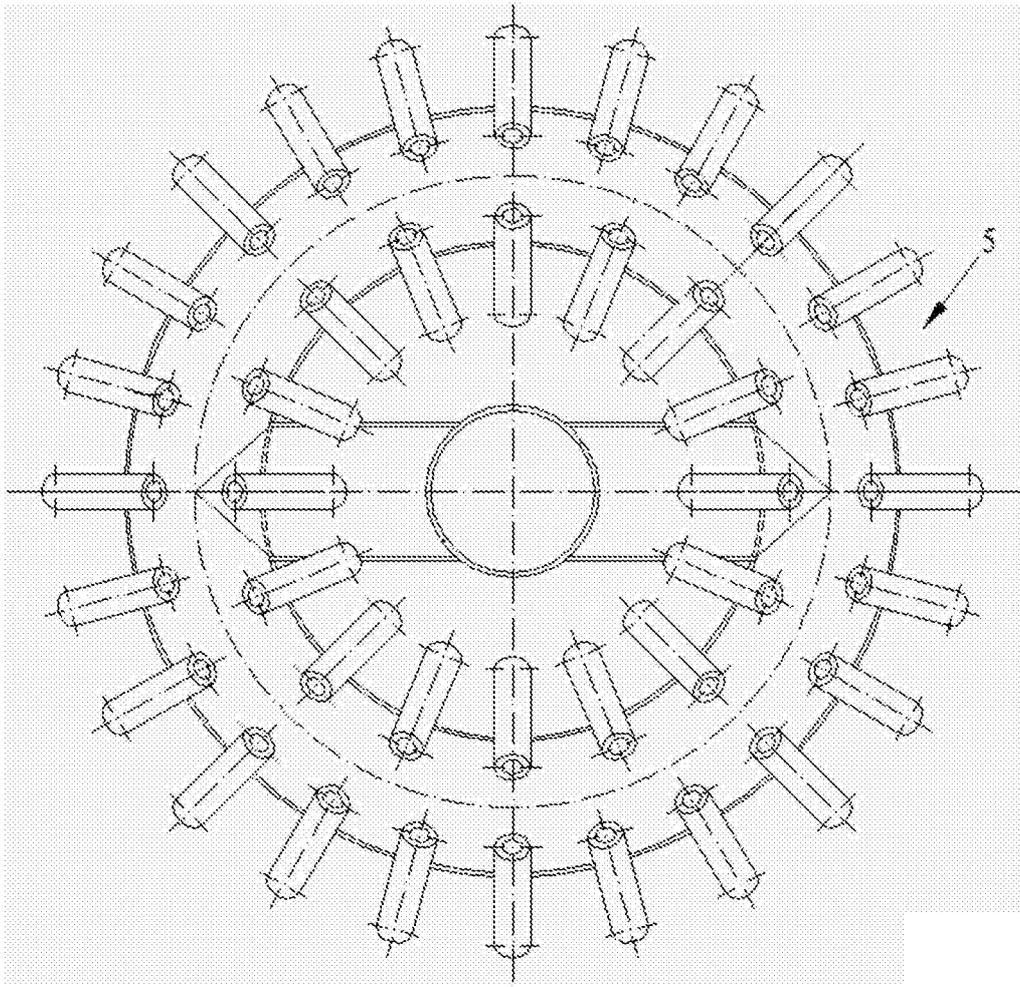


图2

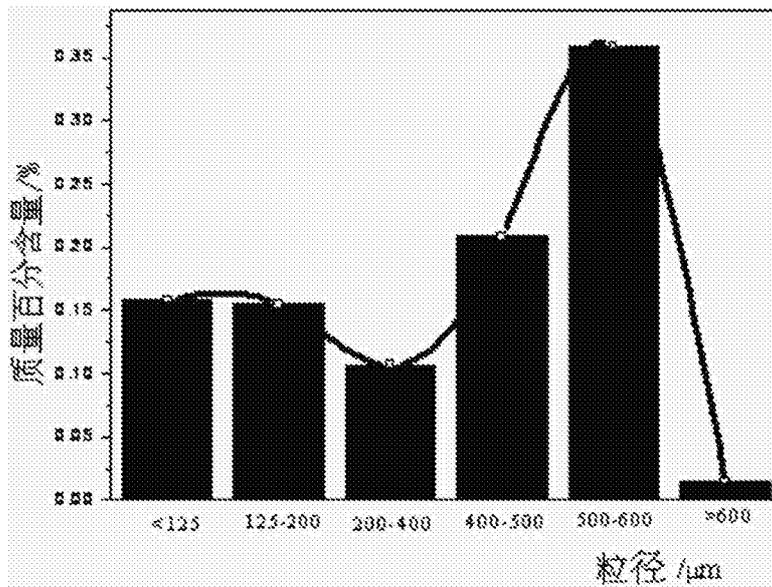


图3

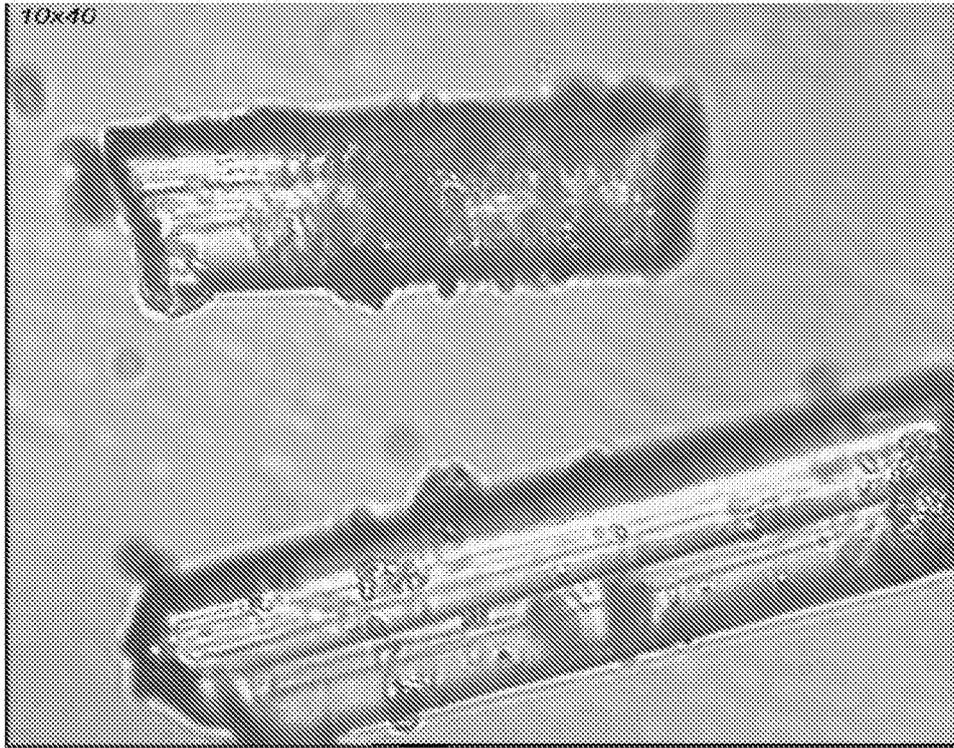


图4

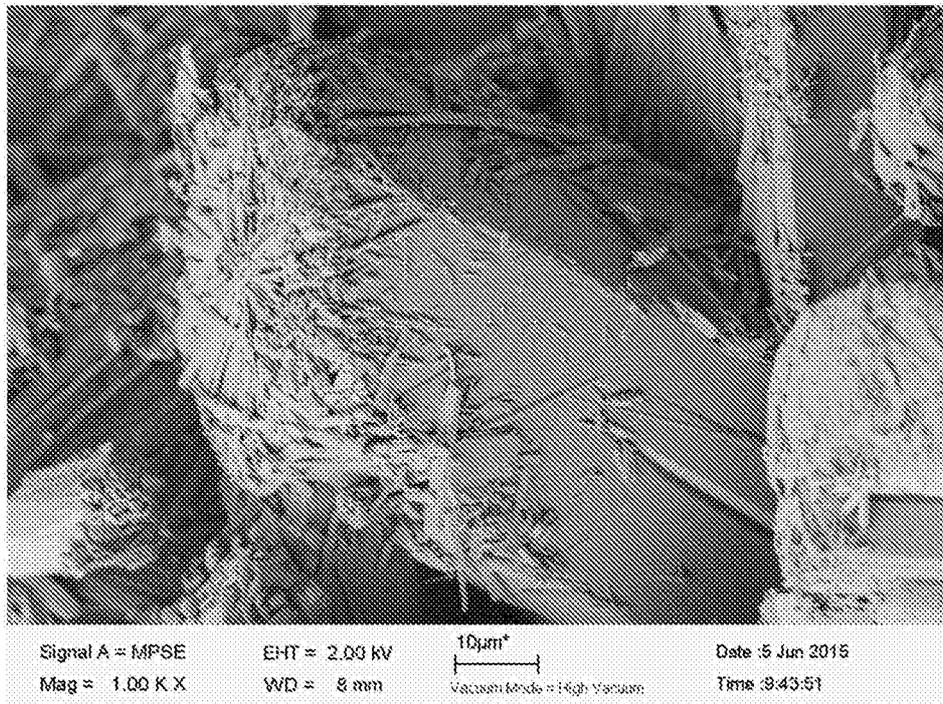


图5