



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103303946 B

(45) 授权公告日 2015. 02. 04

(21) 申请号 201310243609. 7

(22) 申请日 2013. 06. 19

(73) 专利权人 石家庄天人化工设备集团有限公司

地址 052160 河北省石家庄市藁城市工业东路 004 号

(72) 发明人 张建伟 牛新平 吴利彦 刘晓春
史永良 马文锁 刘晓文 成东江
王荣魁 王东 康勤阁 胡志肖

(74) 专利代理机构 石家庄国域专利商标事务所
有限公司 13112

代理人 胡澎

(51) Int. Cl.

C01D 7/38 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 2620581 Y, 2004. 06. 16,

CN 1059883 A, 1992. 04. 01,

CN 2868987 Y, 2007. 02. 14,

CN 202449866 U, 2012. 09. 26,

审查员 汤继彦

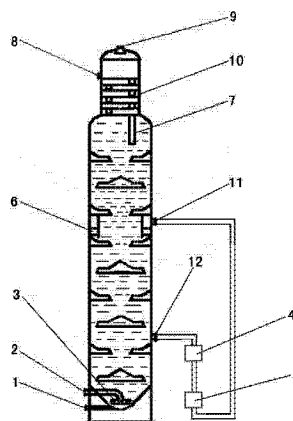
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

碳酸氢钠结晶制取设备和利用该设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法

(57) 摘要

本发明公开了一种碳酸氢钠结晶制取设备, 以及利用该设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法, 本发明所述设备包括一个碳化塔, 其顶部为尾气吸收段, 所述碳化塔自尾气吸收段以下依次分为第一反应区、第二反应区和第三反应区, 在各反应区均设置有若干环形塔板。本发明工艺方法是先进行第一步碳化结晶, 然后将反应液进行晶浆分离, 离开碳化塔并过加氨器加氨, 从而使碳酸氢钠进入不饱和区, 然后在进行水冷降温, 最后再送回碳化塔进行进一步碳化结晶, 这样不仅解决了水冷器结疤的问题, 无需备用冷却器交替作业, 并且所制得的碳酸氢钠结晶晶型好、颗粒大、水分含量低, 也显著降低了后续煅烧工序的能耗。



1. 一种碳酸氢钠结晶制取设备,包括一个碳化塔,其顶部为尾气吸收段,其特征是,所述碳化塔自尾气吸收段以下依次分为第一反应区、第二反应区和第三反应区,在各反应区均设置有若干环形塔板:

在所述第一反应区和第二反应区之间的塔体内侧安装有晶浆分离器,在与所述晶浆分离器对应的塔体侧壁上开设有出液口;

在所述第二反应区和第三反应区之间的塔体侧壁上开设有回液口,在所述出液口与所述回液口之间依次设置有吸氨器和水冷器;

在所述第三反应区的下部侧壁和底壁分别设有二氧化碳进气口和出碱液口。

2. 根据权利要求1所述的碳酸氢钠结晶制取设备,其特征是,所述第一反应区的环形塔板开孔率为0.25~0.5%,所述第二反应区的环形塔板开孔率为0.5~0.75%,所述第三反应区的环形塔板开孔率为0.75~1.0%。

3. 根据权利要求1所述的碳酸氢钠结晶制取设备,其特征是,所述第一反应区、第二反应区和第三反应区分别设置有3-4块环形塔板。

4. 根据权利要求1或3所述的碳酸氢钠结晶制取设备,其特征是,所述第一反应区设有5-7块泡罩塔板。

5. 一种利用权利要求1所述碳酸氢钠结晶制取设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法,其特征是,包括以下步骤:

a)预碳化:二氧化碳由碳化塔下部的进气口通入,上行依次经过第三反应区、第二反应区和第一反应区,到达尾气吸收段;同时由碳化塔顶部加液口供给氨盐水进入尾气吸收段,与二氧化碳接触进行预碳化,得到预碳化液;

b)预碳化液下降进入第一反应区与上行二氧化碳接触碳化得一次碳化液,并开始析出碳酸氢钠结晶,所述碳酸氢钠结晶随一次碳化液进晶浆分离器,分离出的碳酸氢钠结晶作为晶种被留在塔内并向第二反应区沉降,一次碳化液则作为中部取出液由出液口排出;

c)所述中部取出液送至吸氨器加氨,然后过水冷器冷却降温,得低温液,所述低温液经回液口送回碳化塔内;

d)送回碳化塔的低温液,一部分上升进入第二反应区,一部分下降进入第三反应区:上升进入第二反应区的低温液在上升的过程中与上行二氧化碳接触碳化得二次碳化液,同时析出碳酸氢钠在b)步所述晶种上生长,形成较大颗粒的晶种并继续向第三反应区沉降,二次碳化液则进晶浆分离器,同样作为中部取出液由出液口排出;

e)下降进入第三反应区的低温液在下降的过程中与上行二氧化碳接触碳化得三次碳化液,同时析出碳酸氢钠在d)步所述较大颗粒的晶种上继续生长,并随三次碳化液由出碱液口流出,而后过分离机分离得滤液和滤饼,所得滤液回收再利用,所得滤饼即为目标产品—碳酸氢钠结晶。

6. 根据权利要求5所述的制取碳酸氢钠结晶的工艺方法,其特征是,步骤a)中所加氨盐水的温度在25-30℃。

7. 根据权利要求5所述的制取碳酸氢钠结晶的工艺方法,其特征是,步骤c)中送回碳化塔的低温液温度在28-34℃。

碳酸氢钠结晶制取设备和利用该设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法

技术领域

[0001] 本发明涉及碳酸氢钠结晶的制取设备及其工艺方法,具体地说是一种碳酸氢钠结晶制取设备和利用该设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法。

背景技术

[0002] 现有联碱法制取碳酸氢钠结晶一般有两种工艺,一种是水冷工艺,所用碳化塔为索尔维碳化塔,这种碳化塔结构复杂,其内置的冷却水管外壁极易结生碳酸氢钠垢,改进后的外冷式碳化塔,其外冷器亦容易结垢生垢,如此生成的碳酸氢钠结晶颗粒细小,难以制得颗粒较大的结晶。另外一种是不冷碳化工工艺,这种工艺不仅所制得的碳酸氢钠结晶质量较好,而且也解决了冷却水管结垢的问题,但因不冷工艺的需要,多采用多塔式分步碳化的方法,存在着碳酸氢钠制取的工艺冗长繁杂、设备投入大、能耗高的问题,而如果采用单塔不冷碳化工工艺,则存在母液循环量大、母液泵电耗高的问题,并且要求母液具备较低的入塔温度,如果是在夏季,夏季仍需多开冰机,从而使得运行能耗高。

发明内容

[0003] 本发明的目的之一就是提供一种碳酸氢钠结晶制取设备,以解决现有的水冷式碳化塔冷却器容易结垢生垢的问题,或者因不冷碳化工工艺需要而导致的设备复杂、投入大及能耗高的问题。

[0004] 本发明的目的之二就是提供一种利用上述制取设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法,以解决现有水冷式工艺方法所制取的碳酸氢钠结晶颗粒细小的问题,或者因不冷碳化工工艺需要导致的工艺冗长繁杂的问题。

[0005] 本发明的目的之一是这样实现的:一种碳酸氢钠结晶制取设备,包括一个碳化塔,其顶部为尾气吸收段,所述碳化塔自尾气吸收段以下依次分为第一反应区、第二反应区和第三反应区,在各反应区均设置有若干环形塔板;

[0006] 在所述第一反应区和第二反应区之间的塔体内侧安装有晶浆分离器,在与所述晶浆分离器对应的塔体侧壁上开设有出液口;

[0007] 在所述第二反应区和第三反应区之间的塔体侧壁上开设有回液口,在所述出液口与所述回液口之间依次设置有吸氨器和水冷器;

[0008] 在所述第三反应区的下部侧壁和底壁分别设有二氧化碳进气口和出碱液口。

[0009] 所述第一反应区的环形塔板开孔率为 0.25-0.5%,所述第二反应区的环形塔板开孔率为 0.5-0.75%,所述第三反应区的环形塔板开孔率为 0.75-1.0%。

[0010] 所述第一反应区、第二反应区和第三反应区分别设置有 3-4 块环形塔板。

[0011] 所述第一反应区设有 5-7 块泡罩塔板。

[0012] 本发明所提供的碳酸氢钠结晶制取设备不仅在单塔内实现了分步碳化过程,完成了原来在三个塔内才能完成的任务,而且水冷器不易结垢,克服了冷却重碱悬浮液带来的

弊病,碳化塔、水冷器可连续长期作业,不需备用。

[0013] 本发明制取设备结构简单,显著降低了设备投资;本发明生产过程中,由于水冷器基本不结疤,因此无需备用冷却器交替作业,且在塔内不设冷却面,所以作业周期长(约 45 天),不必设备用塔,进一步降低了设备投资。

[0014] 本发明的目的之二是这样实现的:一种利用上述碳酸氢钠结晶制取设备制取碳酸氢钠结晶的工艺方法,包括以下步骤:

[0015] a)预碳化:二氧化碳由碳化塔下部的进气口通入,上行依次经过第三反应区、第二反应区和第一反应区吸收,到达尾气吸收段;同时由碳化塔顶部加液口供给氨盐水进入尾气吸收段,与二氧化碳接触进行预碳化,得到预碳化液;

[0016] b)预碳化液下降进入第一反应区与上行二氧化碳接触碳化得一次碳化液,并开始析出碳酸氢钠结晶,所述碳酸氢钠结晶随一次碳化液进晶浆分离器,分离出的碳酸氢钠结晶作为晶种被留在塔内并向第二反应区沉降,一次碳化液则作为中部取出液由出液口排出;

[0017] c)所述中部取出液送至吸氨器加氨,然后过水冷器冷却降温,得低温液,所述低温液经回液口送回碳化塔内;

[0018] d)送回碳化塔的低温液,一部分上升进入第二反应区,一部分下降进入第三反应区:上升进入第二反应区的低温液在上升的过程中与上行二氧化碳接触碳化得二次碳化液,同时析出碳酸氢钠在 b) 步所述晶种上生长,形成较大颗粒的晶种并继续向第三反应区沉降,二次碳化液则进晶浆分离器,同样作为中部取出液由出液口排出;

[0019] e)下降进入第三反应区的低温液在下降的过程中与上行二氧化碳接触碳化得三次碳化液,同时析出碳酸氢钠在 d) 步所述较大颗粒的晶种上继续生长,并随三次碳化液由出碱液口流出,而后过分离机分离得滤液和滤饼,所得滤液回收再利用,所得滤饼即为目标产品—碳酸氢钠结晶。

[0020] 步骤 a) 中所加氨盐水的温度在 25-30℃。

[0021] 步骤 c) 中送回碳化塔的低温液温度在 28-34℃。

[0022] 本发明工艺方法工艺流程简单易操作,且所制备的碳酸氢钠结晶质量好,粒度均匀,结晶平均粒径达 120 μm ,过分离机分离出的碳酸氢钠结晶滤饼水分低(仅为 10% 左右),可以显著降低后续煅烧工序的能耗。

附图说明

[0023] 图 1 是本发明碳酸氢钠结晶制取设备的结构示意图。

[0024] 图中:1、出碱液口,2、进气口,3、二氧化碳分布器,4、水冷器,5、吸氨器,6、晶浆分离器,7、降液管,8、加液口,9、排气口,10、尾气吸收段,11、出液口,12、回液口。

具体实施方式

[0025] 下面通过具体实施例对本发明做进一步说明,但不以任何形式限制本发明。

[0026] 实施例 1:

[0027] 如图 1 所示,本发明所用碳化塔总高 27.87m,塔的顶部为尾气吸收段 10(高 5.77m,内径 2.6m),自尾气吸收段 10 以下依次为第一反应区、第二反应区和第三反应区(三个反应

区总高 22.1m, 内径 4.6m)。

[0028] 尾气吸收段 10 上部侧壁设有加液口 8, 其顶部设有二氧化碳排气口 9, 尾气吸收段 10 与第一反应区之间以降液管 7 相接通。

[0029] 在第一反应区和第二反应区之间的塔体内侧壁上安装有晶浆分离器 6, 在与晶浆分离器 6 对应的塔体侧壁上开设有出液口 11; 在第二反应区和第三反应区之间的塔体侧壁上开设有回液口 12, 在出液口 11 和回液口 12 之间依次设置有吸氨器 5 和水冷器 4, 且吸氨器 5 设置在水冷器 4 的下方; 在第三反应区的下部侧壁上设有二氧化碳进气口 2, 与进气口 2 相接有二氧化碳分布器 3, 在第三反应区的底壁设有出碱液口 1。

[0030] 本发明在塔内不设任何冷却面, 以上第一反应区设有 3 块环形塔板和 7 块泡罩塔板, 其环形塔板的开孔率由上至下依次为 0.25%—0.3%—0.5%, 其泡罩塔板直径为 2380mm, 每块泡罩塔板上设有 25 个泡罩(规格: Dg100), 呈正三角形布置; 第二反应区设有 4 块环形塔板, 其开孔率由上至下依次为 0.5%—0.6%—0.7%—0.75%; 第三反应区设有 3 块环形塔板, 其开孔率由上至下依次为 0.75%—0.85%—1.0%。

[0031] 实施例 2:

[0032] 碳酸氢钠结晶制取工艺流程为:

[0033] a) 在碳化塔底部, 由进气口 2 通入二氧化碳(CO_2 , 浓度为 90~98%), 经二氧化碳分布器 3 均匀分布进入塔内; 在碳化塔顶部, 由加液口 8 供给氨盐水(温度 25-30℃);

[0034] 氨盐水在尾气吸收段 10 与 CO_2 接触, 发生预碳化, 得到预碳化液。

[0035] b) 预碳化液下降进入第一反应区与上行 CO_2 接触发生碳化反应, 得一次碳化液, 并开始析出碳酸氢钠结晶, 碳酸氢钠结晶随一次碳化液进晶浆分离器 6 分离后, 一次碳化液作为中部取出液由出液口 11 排出, 碳酸氢钠结晶作为晶种留在塔内沉降进入第二反应区。

[0036] c) 中部取出液随后进入吸氨器 5 加氨, 使其中的 HCO_3^- 与 NH_3 反应转化 CO_3^{2-} , 从而使中部取出液中未结晶析出的碳酸氢钠进入不饱和状态, 然后再过水冷器 4 降温至 28~34℃ 以移除部分热量, 得低温液, 低温液由回液口 12 回流至塔内后, 一部分上升进入第二反应区, 一部分下降进入第三反应区, 进入第二反应区的低温液与上行 CO_2 接触发生碳化反应得二次碳化液, 同时析出碳酸氢钠在 b) 步所得晶种上继续生长, 形成较大颗粒的晶种并继续向第三反应区沉降, 二次碳化液则进晶浆分离器 6 分离后, 同样作为中部取出液由出液口 11 流出。

[0037] 以上步骤 b) 和步骤 c) 所提到的中部取出液的即为一次碳化液和二次碳化液的混合液, 通过流量控制将其温度控制在 45-50℃; 中部取出液经吸氨器 5 加氨后, 通过调整加氨量将其温度上升控制在 5-10℃。

[0038] d) 下降进入第三反应区的低温液在下降的过程中与上行二氧化碳接触发生碳化反应得三次碳化液, 同时析出碳酸氢钠在 c) 步所得较大颗粒的晶种上继续生长, 并随三次碳化液由出碱液口 1 以流出, 而后过分离机分离得滤液和滤饼, 所得滤液回收再利用, 所得滤饼即为目标产品—碳酸氢钠结晶。

[0039] 以上由出碱液口 1 流出的三次碳化液, 通过氨盐水流入量 / 三次碳化液流出量控制和 CO_2 供给量调节, 将其温度控制在 40-45℃。

[0040] 经检测, 所得碳酸氢钠结晶含水率在 10% 左右, 所排出的尾气中二氧化碳含量为 1-1.5%, 而采用现有工艺制备的碳酸氢钠结晶含水率普遍在 18-20% 左右。

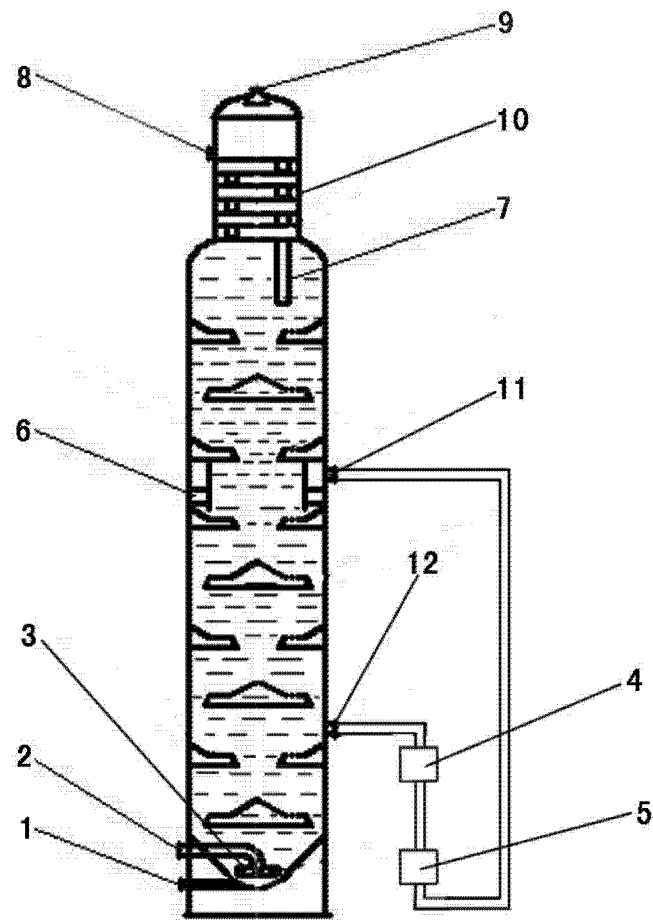


图 1