

88年6月9日修正
補充

384278

公告本
A4
C4

申請日期	86年12月17日
案號	86119109
類別	colc ³ /of

(以上各欄由本局填註)

384278

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	自鹼金屬或鹼土金屬氰化物製造顆粒的方法
	英 文	Process for the production of granulates from an alkali metal or alkaline earth metal cyanide
二、發明 人 創作	姓 名	(1) 魯迪格·夏特 Schutte, Rudiger (2) 漢克利斯汀·奧特 Alt, Hans-Christian (3) 史帝芬·舒茲 Schulze, Stefan
	國 籍	(1) 德國 (2) 德國 (3) 德國
	住、居所	(1) 德國法蘭克福·昂斯街二二號 Arndtstrasse 22, D-60325 Frankfurt, Germany (2) 德國吉霍森·史賓沙街九號 Spessartstrasse 9, D-63571 Gelnhausen, Germany (3) 德國葛斯科生堡·歐保華街十六號 Oberwaldstrasse 16, D-63538 Grosskrotzenburg, Germany
	代 表 人 姓 名	(1) 武夫剛·偉伯 Weber, Wolfgang 馬特斯·史契夫 Schafer, Matthias
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 提古沙-胡斯股份有限公司 Degussa-Huls Aktiengesellschaft
	國 籍	(1) 德國
	住、居所 (事務所)	(1) 德國馬爾市保羅布門路一號 Paul-Baumann-Strasse 1, DE-45764 Marl, Germany

裝

訂

線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
I P C分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ，☐有 ☐無主張優先權

德國 1996 年 12 月 21 日 196 53 957.9 ☒有主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係關於一種藉由流體化床噴霧造粒製備實質上包含鹼金屬或鹼土金屬氰化物之顆粒（特別是包含氰化鈉、氰化鉀或氰化鈣）之方法，其中一種包含鹼金屬或鹼土金屬氰化物之水溶液或懸浮液被噴至流體化床內鹼金屬氰化物晶核上，及藉由流經流體化床之乾燥氣體流將水蒸發。

鹼金屬氰化物（特別是氰化鈉及鉀）被廣泛用於電鍍浴及作為製備有機氰化合物之原料；藉由含金礦之氰化物瀝濾，可使用氰化鈉或鈣製備金。

當所用之固態 N C N 及 K C N 主要為經壓縮丸或低灰經研磨顆粒，則所謂流體化床噴霧顆粒有著吸引人之增加利益，此種球狀流體化床噴霧顆粒可用 $\text{E P - A 0 6 0 0 2 1 1}$ 及 $\text{E P - A 0 6 0 0 2 8 2}$ 所述方法製備。在這些方法中，鹼金屬氰化物溶液（通常此種溶液之濃度為 20 至 45 重量%）被噴至流體化床噴霧造粒裝置內之鹼金屬氰化物之流體化床上，所加入的水藉由乾燥氣體（其同時為流體化氣體）而蒸發，一旦形成顆粒，則將其自裝置排出，而通常用具有分類作用之排出裝置。在上述二引述方法中，經加熱空氣係作為乾燥氣體。

$\text{E P - A 0 6 0 0 2 1 1}$ 方法之一缺點為該方法以二步驟進行；除了流體化床噴霧造粒裝置外，亦需要流體化床乾燥器。於流體化床進行噴霧造粒之溫度為 60 至 90℃。另一缺點為基於鹼金屬氰化物之毒性，則會有所有廢空氣後處理之不可避免的花費及所造成的能源損失。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(2)

重覆進行該方法，則在所述操作條件下會發生相當的操作問題，及不規則形狀聚集體的形成亦無法避免。

EP-A 0 600 282方法係於較佳為130至300℃之流體化床溫度下操作，且係以二步驟進行。此方法不同於前述方法為可產生很少結塊之完美球狀NaCN或KCN顆粒，另外，此方法無需對於所有廢空氣去毒。

因此，本發明目的為提供一種藉由流體化床噴霧造粒自鹼金屬或鹼金屬氰化物溶液製備鹼金屬及鹼土金屬顆粒的方法。根據較佳具體實例，操作此方法，不但製造最少可能量之廢氣及同時，若可能，使用比先前技藝方法較少之能源消耗。顆粒之品質，特別是相較於第二產品範圍，不會較差。

使用一種藉由流體化床噴霧造粒製備實質上包含鹼金屬或鹼土金屬氰化物顆粒（特別是NaCN、KCN及Ca(CN)₂顆粒）之方法可達成本發明目的，其中一種包含鹼金屬或鹼土金屬氰化物水溶液或懸浮液在流體化床噴霧造粒裝置內被噴至鹼金屬或鹼土金屬氰化物晶核之流體化床上，藉由流經於流體化床溫度110至350℃之流體化床之乾燥氣體流（該氣體入口溫度150至500℃）蒸發水，及用已知方式自該裝置排出顆粒，該方法之特徵在於過熱蒸汽係作為乾燥氣體。

附屬申請項係根據本發明方法之較佳具體實例。

雖然從其他應用，如煤乾燥（c. f. Coal Handling and

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明(3)

Utilization Conference, Sydney, 19 . - 21 . 06 .
1990 p p . 184 - 188 , C. J. Hamilton " Steam
Fluidized Bed Drying of Coal ") , 用蒸汽操作流體化床為
已知的, 但是此種操作方式迄今並未被建議用於自其溶液
製備鹼金屬氰化物或鹼土金屬氰化物顆粒上, 原因在於怕
氰化物之水解而增加甲酸鹽的形成, 此為結晶 NaCN 時
眾所皆知的問題, 例如。令人驚訝地發現到在本發明方法
中, 在造粒過程中, 鹼金屬或鹼土金屬氰化物顆粒之甲酸
鹽含量並未改變。本發明方法由於使用過熱蒸汽, 而非空
氣, 作為乾燥及流體化氣體, 因此沒有 CO_2 問題及沒有高
碳酸鹽含量的問題。根據本發明製得之顆粒之組成與溶解
於所使用溶液中之物質實質上相符。

加至噴霧造粒器之過熱蒸汽之溫度較佳為 200 至
450 °C, 特別是 300 至 400 °C。此處過熱蒸汽係作
為乾燥氣體及流體化氣體, 此外, 過熱氣體亦可作為藉由
二流體噴嘴將溶液噴霧之推進劑, 及作為具有分類排出顆
粒之造粒器之分類用氣體。

根據較佳具體實體, 鹼金屬氰化物水溶液之含量較佳
10 至 45 重量%, 特別是 20 至 45 重量% 及特別佳為
40 至 45 重量%。加至造粒器之過熱蒸氣之比需使流體
化床之溫度維持為 150 至 250 °C, 特別是 180 至
220 °C。被噴霧溶液亦可包含有效量之添加劑及/或輔
助物質, 以調整至所應用領域所需性質。

發現到藉由將鹼金屬氫氧化物加至用於噴霧之鹼金屬

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(4)

氰化物溶液中(氫氧化物加入量相對於鹼金屬氰化物為約1至5重量%，特別是1.5至3重量%)，可在流體化床噴霧造粒過程中簡易地控制鹼金屬氰化物之平均粒徑。鹼金屬氫氧化物用量增加，則顆粒尺寸增加。在具有粒徑1至2 mm之NaCN顆粒中，若用於噴霧之NaCN溶液中NaOH含量從1.5重量%增加至2.5重量%(相對於NaCN)，則NaCN顆粒粒徑增加至約3至4 mm。再者，較低之鹼金屬氫氧化物，即相對於用於噴霧之鹼金屬氰化物溶液至少1重量%，可避免顆粒之脫色(灰色至黑色)。

關於流體化床噴霧造粒之實際實施可參考H. Uhlemann in Chem.-Ing. Technik 62 (1990), pp. 822-834及EP-A 0 600 282。為了使顆粒順利地形成，流體化床溫度、噴霧速率及流體化床中晶核本體密度間須互相調整：這些參數可以最適化方式決定之。若晶核數目維持固定，則達到穩定的流體化床，若晶核數目太低，則可加入微細分割物質(來自造粒器之粉塵分離器下游及/或造粒器本身所產生者，如粉塵)以增加之，另一種可行方法為述於上文之藉由鹼金屬氫氧化物含量而控制之。造粒器較佳為連續地操作，顆粒被連續地或者至少週期性地自裝置排出，較佳係藉由配置於造粒器或造粒器下游具有分類作用之排出裝置排出。

根據本發明方法之較佳具體實例，過熱蒸汽係於封閉迴路循環，及只有將隨著噴霧溶液或懸浮液所加入之水之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(5)

蒸氣所形成之過多蒸汽排出迴路。循環之蒸汽，一旦又過熱，則再被加入噴霧造粒器中。排出之蒸汽可用不同之方式進一步處理，例如，藉由冷凝器及滌氣器之組合或者冷凝器及真空蒸發器之組合的方式。在封閉蒸汽迴路及其變革之具體實例中，可製得高品質之碱金屬氰化物或碱土金屬氰化物顆粒，無甲酸鹽及碳酸鹽形成，製造特別少廢氣，及特別有利之優點在能源的消耗上，投資成本比用乾燥空氣者少很多。

本發明方法之特別方便之具體實例示於圖 1 / 1，其以圖式方式示出一工廠之主要組成元件。

經由管線 (2) 將欲製造顆粒之晶核加入流體化床噴霧造粒器 (1)，一旦藉由流體化床底部 (1.1) 之下方加入過熱蒸汽而在反應器內產生流體化床，欲被用於噴霧之碱金屬或碱土金屬氰化物溶液經由管線 (3) 加至噴霧裝置 (1.2)，通常一或二流體噴嘴被配置於流體化床之內或之上，過熱蒸汽經由管線 (4) 加入較佳係作為用於藉二流體噴嘴噴霧之推進劑。顆粒一旦形成則經由裝配於反應器內之分類裝置 (1.3) 及排出管線 (20) 排出。來自離開造粒器 (1) 之蒸汽的粉塵於粉塵分離器 (21) 移除，該粉塵分離器通常為過濾器或旋風分離器，蒸汽然後經由氣體循環鼓風機 (8) 加至配置於燃燒室 (6) 之加熱線圈 (6.1)，在該處蒸汽被過熱之，然後再回至流體化床噴霧造粒器 (1)。燃料氣體經由線 (5) 及燃燒空氣 (其藉由空氣加熱器 (16) 過熱之)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

經由管線(15)供至燃燒室(6)，燃料氣體經由管線(7)離開燃燒室。圖1/1中，另一加熱線圈(6.2)位於燃燒室內以從冷凝液製造蒸汽，此蒸汽被加至分類器(1.3)作為分類氣體(另一種方式係經由管線(4)加入)。過多之蒸汽(自封閉迴路排出者)在冷凝器(10)及滌氣裝置(9)之組合中加以滌氣及冷凝，冷凝液或水經由管線(11)及氫氧化鈉經由管線(12)供至滌氣器，氫氧化鈉係作為氰化氫之吸收劑，滌氣液經由泵(14)及熱交換器(22)循環，來自滌氣循環之包含氰化物之冷凝液經由管線(13)排出，經由管線(18)所加入之冷卻水流經冷卻器(17)及由管線(19)離開系統，水之循環(其可用於冷凝過熱之蒸汽)包含預熱器(16)、冷卻器(17)、熱交換器(22)及冷凝器(10)。

此方法所產生之廢氣只有烟道氣，其之能源含量係用於燃燒室以過熱循環蒸汽，若需要，另外的蒸汽會被產生及使用，例如，用於操作真空蒸發器之蒸汽噴嘴鼓風機。藉由利用來自裝置、噴霧反應器上游由對應氫氧化物水溶液或懸浮液及氣態或液態氰化氫製造碱金屬或碱土金屬氰化物溶液所產生之中和熱，可進一步節省能源的消耗。由於操作上少量廢氣的產生，使本方法在能源消耗及資本投資的需求上比先前技藝有著相當程度地減少，另外，本方法在未增加第二產物下，卻可製得具有優異物性之顆粒。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(7)

實例

根據圖 1 / 1 用半工業化工廠以製備氰化鈉顆粒。

使用具有 NaCN 含量為 430 g/l 之 NaCN 溶液， 7 g 之 NaOH / 1 先另外加至此溶液中，噴霧速率為 120 kg/h 。

造粒器用過熱蒸汽操作：加入溫度 380°C ，量 $1000 - 1200 \text{ m}^3/\text{h}$ 。

蒸汽在約 200°C 離開造粒器，流體化床之溫度在 200 及 220°C 間（視溫度計之位置而定）。

製得無色 NaCN 顆粒，其之甲酸鹽和碳酸鹽含量與所使用溶液之值比較沒改變，超過 90% 顆粒之直徑為 1 至 2 mm 。

將 NaCN 溶液中之 NaOH 含量增加至 10 g/l ，則顆粒直徑上升為 3 至 4 mm 。

主要元件對照表

1	流體化床噴霧造粒器
1.1	流體化床底部
1.2	噴霧裝置
1.3	分類裝置
2	管線
3	管線
4	管線
5	管線

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

五、發明說明(8)

- 6 燃燒室
- 6 . 1 加熱線圈
- 6 . 2 加熱線圈
- 7 管線
- 8 氣體循環鼓風機
- 9 滌氣裝置
- 1 0 冷凝器
- 1 1 管線
- 1 2 管線
- 1 3 管線
- 1 4 泵
- 1 5 管線
- 1 6 預熱器
- 1 7 冷卻器
- 1 8 管線
- 1 9 管線
- 2 0 排出管線

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

泉

四、中文發明摘要(發明之名稱： 自鹼金屬或鹼土金屬氰化物製造顆粒的方法)

本發明係關於一種藉由流體化床噴霧造粒自氰化物水溶液製備實質上包含鹼金屬或鹼土金屬氰化物之顆粒之方法。

根據本發明，過熱蒸汽被用作乾燥氣體，蒸汽較佳於封閉迴路內循環，及只有過多之蒸汽被排出及冷凝。本方法產生廢氣少及可製得高品質顆粒。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

英文發明摘要(發明之名稱： Process for the production of granulates an)
alkali metal or alkaline earth metal cyanide

This invention relates to a process for the production of granulates substantially comprising an alkali metal or alkaline earth metal cyanide from an aqueous solution of the cyanide by fluidised bed spray granulation.

According to the invention, superheated steam is used as the drying gas. Steam is preferably circulated in a closed circuit and only excess steam is discharged and condensed. The process produces little waste gas and results in high quality granulates.

民國 88 年 9 月呈

384278

修正

年 月 日
86.9.18 補充

六、申請專利範圍

公告本

1. 一種藉由流體化床噴霧造粒製備實質上包含碱金屬氰化物之顆粒（特別是 NaCN 及 KCN 顆粒）的方法，其中在流體化床噴霧造粒裝置中包含碱金屬氰化物之水溶液或懸浮液被噴至碱金屬氰化物晶核之流體化床上，藉由乾燥氣體之蒸汽流經溫度為 110 至 350℃ 之流體化床而蒸發水，該氣體入口溫度為 150 至 500℃，以及用已知方式自裝置排出顆粒，

其特徵在於使用溫度為 200 至 450℃ 之過熱蒸汽作為乾燥氣體。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中噴霧造粒係於流體化床溫度 150 至 250℃（特別是 180 至 220℃）下進行。

3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中過熱蒸汽在封閉迴路中循環，及實質上只有從蒸發形成之過熱蒸汽自迴路排出。

4. 如申請專利範圍第 3 項之方法，其中離開流體化床之蒸汽流經一粉塵分離器，其被分成二分流，第一分流流經燃燒室及所製得過熱蒸汽被再用作乾燥氣體，第二分流（其實質上對應於過多蒸汽的品質）係自迴路排出，及被滌氣及／或冷凝。

5. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中相對於碱金屬氰化物之 1 至 5 重量%（較佳為 1.5 至 3 重量%）碱金屬氫氧化物被加至用於噴霧之碱金屬氰化物溶液中以製備碱金屬氰化物顆粒。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

公告本

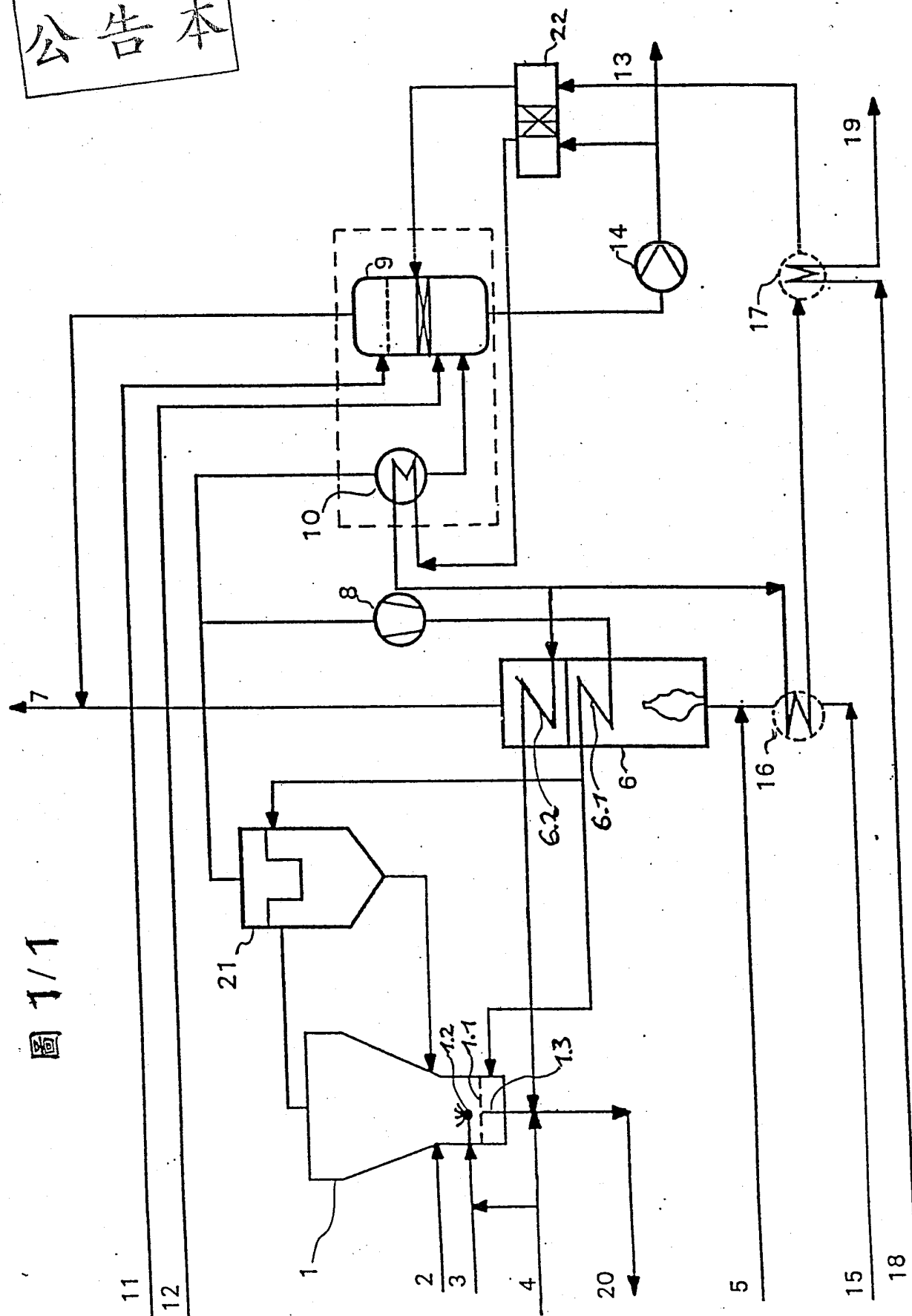


圖 1/1

民國 88 年 9 月呈

384278

修正

年 月 日
86.9.18 補充

六、申請專利範圍

公告本

1. 一種藉由流體化床噴霧造粒製備實質上包含碱金屬氰化物之顆粒（特別是 NaCN 及 KCN 顆粒）的方法，其中在流體化床噴霧造粒裝置中包含碱金屬氰化物之水溶液或懸浮液被噴至碱金屬氰化物晶核之流體化床上，藉由乾燥氣體之蒸汽流經溫度為 110 至 350℃ 之流體化床而蒸發水，該氣體入口溫度為 150 至 500℃，以及用已知方式自裝置排出顆粒，

其特徵在於使用溫度為 200 至 450℃ 之過熱蒸汽作為乾燥氣體。

2. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中噴霧造粒係於流體化床溫度 150 至 250℃（特別是 180 至 220℃）下進行。

3. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中過熱蒸汽在封閉迴路中循環，及實質上只有從蒸發形成之過熱蒸汽自迴路排出。

4. 如申請專利範圍第 3 項之方法，其中離開流體化床之蒸汽流經一粉塵分離器，其被分成二分流，第一分流流經燃燒室及所製得過熱蒸汽被再用作乾燥氣體，第二分流（其實質上對應於過多蒸汽的品質）係自迴路排出，及被滌氣及／或冷凝。

5. 如申請專利範圍第 1 項之方法，其中相對於碱金屬氰化物之 1 至 5 重量%（較佳為 1.5 至 3 重量%）碱金屬氫氧化物被加至用於噴霧之碱金屬氰化物溶液中以製備碱金屬氰化物顆粒。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線