

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

C07C 55/07

C07C 51/41

C07C 51/02

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 97110656.8

[45]授权公告日 1999年12月15日

[11]授权公告号 CN 1047381C

[22]申请日 97.5.22 [24]颁证日 99.10.16

[21]申请号 97110656.8

[73]专利权人 李安民

地址 030024 山西省太原市工业大学化工系

共同专利权人 李 忠

[72]发明人 李安民 李 忠

[56]参考文献

CN8702067A 1988. 4.27 CO7C51/41

JP50-28415B 1975. 9.16 CO7C55/06

审查员 唐铁军

[74]专利代理机构 山西省专利服务中心

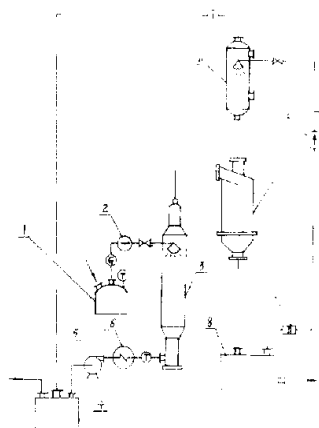
代理人 王金锁

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺及设备

[57]摘要

本发明涉及一种三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺及设备,用氮气作为载热体来加热已经熔融了的甲酸钠,甲酸钠在流化床中的停留时间控制在20秒内,脱氢产物草酸钠在流化床中的停留时间控制在10秒内,然后进入旋风分离器中分离,分离后的气体进入洗涤塔进行洗涤,最后排入草酸钠贮槽。该工艺实现了连续化生产,提高了草酸钠的收率。可直接得到草酸钠水溶液。



ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1、一种三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺，其特征是：(1)、将氮气、空气或脱硫后的烟道气加热至 $430^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 作为载热介质，经鼓风机从流化床的底部通入，自下而上通过流化床；

(2)、将甲酸钠在熔融锅中熔化并预热至 $200^{\circ}\text{C}\sim 250^{\circ}\text{C}$ ，然后将熔融状态的甲酸钠用压力泵打入流化床上部；

(3)、在流化床内甲酸钠通过喷头以喷雾状喷淋下来，与上升的高温气流逆流接触，甲酸钠在流化床中的停留时间控制在20秒以内，脱氢产物草酸钠在流化床中的停留时间控制在10秒以内；

(4)、脱氢产物草酸钠被上升气流迅速带出流化床进入旋风分离器中分离；

(5)、离开旋风分离器的气体进入洗涤塔中用清水或草酸钠水溶液进行洗涤和冷却；

(6)、从洗涤塔下来的洗涤液进入旋风分离器顶部，通过旋风分离器然后排入草酸钠贮槽。

2、根据权利要求1所述的三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺的设备，其特征是由熔融锅(1)、加压泵(2)、流化床(3)、气柜(4)、鼓风机(5)、加热炉(6)、旋风分离器(7)、贮槽(8)、过滤器(9)、循环水泵(10)和洗涤塔(11)所组成；熔融锅(1)通过管道经加压泵(2)和流化床(3)接通，气柜(4)通过管道经鼓风机(5)、加热炉(6)与流化床(3)接通，流化床(3)通过管道与旋风分离器(7)接通，旋风分离器(7)的上端与洗涤塔(11)接通，旋风分离器(7)的下端与贮槽(8)接通，贮槽(8)通过管道经过滤器(9)、循环水泵(10)与洗涤塔(11)接通。

说明书

三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺及设备

本发明三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺及设备属于有机化学领域，涉及羧酸盐制备，具体来说是一种草酸钠及草酸的生产工艺及设备。

目前，国内生产草酸钠的工艺是间歇法，其过程在间歇脱氢锅中进行。方法是将干燥的甲酸钠投入间歇脱氢锅中，锅底用炉火加热，物料逐渐升温，当温度上升至脱氢温度大约 310°C 时，开始脱氢，同时升温加快，当温度达到 400°C 左右时，甲酸钠急剧脱氢，由于脱氢过程放热，物料温度也急剧上升，随即脱氢过程完毕。降温后，人工将产物移出锅外，准备再一次投料。这种方法的优点是设备简单、投资少。但由于加热不匀，靠近锅壁面附近的物料很容易过热分解或碳化，其次因为升温时间过长，付产物多，收率低，通常只有 80% 至 85% 。能耗和物料损耗均较大。另外，高温操作、工作条件差、劳动强度大，甲酸钠和草酸钠又有一定的毒性。在操作中粉尘飞扬，对工人健康有极大的影响。

国外为了提高脱氢收率并使脱氢过程连续化，采用的链条式连续脱氢装置，链条是由特殊材料制成的，目的是防止物料粘连。物料通过喷嘴以喷雾状均匀的平摊在经过加热温度约为 $400\sim 450^{\circ}\text{C}$ 的链条上，受热升温后脱氢，随后物料从链条上剥离，脱氢完毕，链条继续循环运转。这种方法的优点是实现了脱氢连续化，提高了脱氢收率。缺点是设备投资大，从国外引进一台这样的设备，约需 3000 万元。同时由于它的链条是由特殊材料制成的，到目前为止，我国还不能自行制备这样的设备。

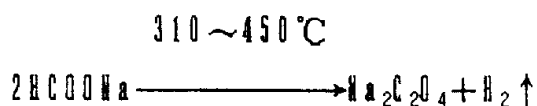
为了提高脱氢收率，并实现脱氢过程连续化，国内外专家均在研究新式的脱氢设备，从目前已公开的专利来看，有两类具有代表性的连续脱氢工艺及设备，一类是转鼓连续脱氢工艺及设备。它是将物料均匀的喷涂在经过加热，具有一定温度的转鼓表面，物料在转鼓表面实现脱氢，然后用刮刀将脱氢产物从转鼓上移走，转鼓连续不断的转动，以实现过程的连续化，这种工艺的优点是实现了脱氢连续化，也可使脱氢收率有所提高，但缺点是设备结构复杂，要求设备制作精度高，工业上难以实现，至今未实现工业化。另一类也叫流化床连续脱氢，但其工艺和设备完全不同于本发明，它是将煤气燃烧后形成的烟气作

为热源，热气流自下而上通过流化床，气体从物料的间隙窜过并将物料吹离床层，从而形成流化床。物料在流化床中脱氢以后从下料管中离开流化床。此方法的优点也是实现了连续化，也可使脱氢收率提高，但缺点有三，其一是操作弹性小、不易操作，其二是用煤气直接加热，其中的硫对脱氢过程有毒化作用，其三是脱氢以后的产物不能及时降温，可能会导致物料分解或碳化。

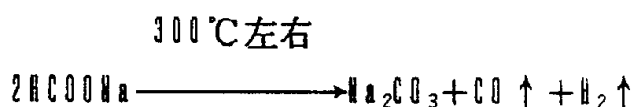
本发明的目的在于改进传统生产工艺，提高脱氢收率，并克服上述现有技术存在的不足，从而提供一种三相流化床双循环连续脱氢工艺及设备。

本发明的目的可以通过以下措施来实现：

本发明三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺及设备是以甲酸钠为原料，连续脱氢制备草酸钠的新工艺。这个反应的化学式如下：



反应在 $310 \sim 450^{\circ}\text{C}$ 之间进行，最佳反应温度在 420°C 左右，而在物料升温过程中，尤其在 300°C 左右很容易产生副反应。



因而必须采取措施使物料快速升温，迅速越过 300°C 左右这个阶段，用尽可能短的时间达到脱氢温度 420°C 左右。此外，脱氢过程是一放热过程，脱氢后物料温度仍会继续上升，而脱氢后生成的草酸钠在高温下容易分解和碳化。所以脱氢后的产物草酸钠应立即离开高温区并立即降温，才能避免分解和碳化。

三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠的工艺，(1)、将氮气、空气或脱硫后的烟道气加热至 $430^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 作为载热介质，经鼓风机从流化床的底部通入，自下而上通过流化床；

(2)、将甲酸钠在熔融锅中熔化并预热至 $200^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ ，然后将熔融状态的甲酸钠用压力泵打入流化床上部；

(3)、在流化床内甲酸钠通过喷头以喷雾状喷淋下来，与上升的高温气流逆流接触，甲酸钠在流化床中的停留时间控制在20秒以内，脱氢产物草酸钠在流化床中的停留时间控制在10秒以内；

(4)、脱氢产物草酸钠被上升气流迅速带出流化床进入旋风分离器中分离；

(5)、离开旋风分离器的气体进入洗涤塔中用清水或草酸钠水溶液进行洗涤和冷却；

(6)、从洗涤塔下来的洗涤液进入旋风分离器顶部，通过旋风分离器然后排入草酸钠贮槽。

三相流化床双循环连续脱氢生产草酸钠工艺的设备是：由熔融锅(1)、加压泵(2)、流化床(3)、气柜(4)、鼓风机(5)、加热炉(6)、旋风分离器(7)、贮槽(8)、过滤器(9)、循环水泵(10)和洗涤塔(11)所组成；熔融锅(1)通过管道经加压泵(2)和流化床(3)接通，气柜(4)通过管道经鼓风机(5)、加热炉(6)与流化床(3)接通，流化床(3)通过管道与旋风分离器(7)接通，旋风分离器(7)的上端与洗涤塔(11)接通，旋风分离器(7)的下端与贮槽(8)接通，贮槽(8)通过管道经过滤器(9)、循环水泵(10)与洗涤塔(11)接通。

本发明的优点：

1、实现了连续化生产，提高了劳动生产率，改善了生产条件和劳动环境；

2、由于气相和原料甲酸钠液滴在流化床中充分接触，接触面积大，传热速度快，原料升温速度快，时间短，快速跃过副反应温度区，减少了副产物的生成，提高了产物草酸钠的收率；

3、甲酸钠在流化床中脱氢以后生成的草酸钠彭松状固体颗粒，被气流迅速带出流化床高温区，减少了产物草酸钠的分解，提高了产物草酸钠的收率；

4、由于采用了气液两相双循环，整个系统无三废排放；

5、用水直接洗涤离开旋风分离器的气体，不仅提高了产物收率，且得到草酸钠水溶液，可直接进入下一工段即铅化工段，省略了草酸钠溶解工序；

6、洗涤塔出来的草酸钠水溶液进入旋风分离器，不仅降低了物料温度，减少了产物分解，提高了产物收率，而且提高了旋风分离器的效率。

附图说明如下：

图1是本发明的工艺设备原理图，其中1是甲酸钠熔化锅，2是加压泵，3是流化床，4是气柜，5是鼓风机，6是加热炉，7是旋风分离器，8是贮槽，9是过滤器，10是循环水泵，11是洗涤塔

下面结合附图通过实施例进一步详述：

年产1000吨草酸钠生产装置，将氮气加热至430℃，作为载热介质，经鼓

风机从流化床底部通入，流化床总高度6 m，其中脱氢段高4 m，进、出口段高各1 m，脱氢段直径0.5 m，进、出口段直径均为0.3 m，气体在流化床中的速度为11 m/s。进、出口段气速均为15 m/s，将甲酸钠在预热熔化锅中熔化并预热至250℃，然后将熔融状态的甲酸钠用加压泵打入流化床上部，通过喷头以喷雾状喷淋下来，与上升的高温气体逆流接触，气固混合比为5，可在20秒钟之内将物料加热至脱氢温度，脱氢产物草酸钠为蓬松状固体颗粒，比重小，被上升气流迅速带出流化床进入旋风分离器，旋风分离器可选用CLT/A-5.0型，固体草酸钠沉降在旋风分离器的下部，气体从旋风分离器上部出来后，从洗涤塔的下部进入，洗涤塔采用空塔，直径0.6 m，高3 m，在洗涤塔中气体与从上部喷头喷洒下来的洗涤水或草酸钠稀溶液逆流接触，将其中的草酸钠洗涤下来，洗涤液直接进入旋风分离器，从旋风分离器的下部排入贮槽中，洗涤液在贮槽中静置沉降后，一部分进入铅化工段，一部分经过滤器和循环泵循环使用，并向系统补充新鲜水。

说明书附图

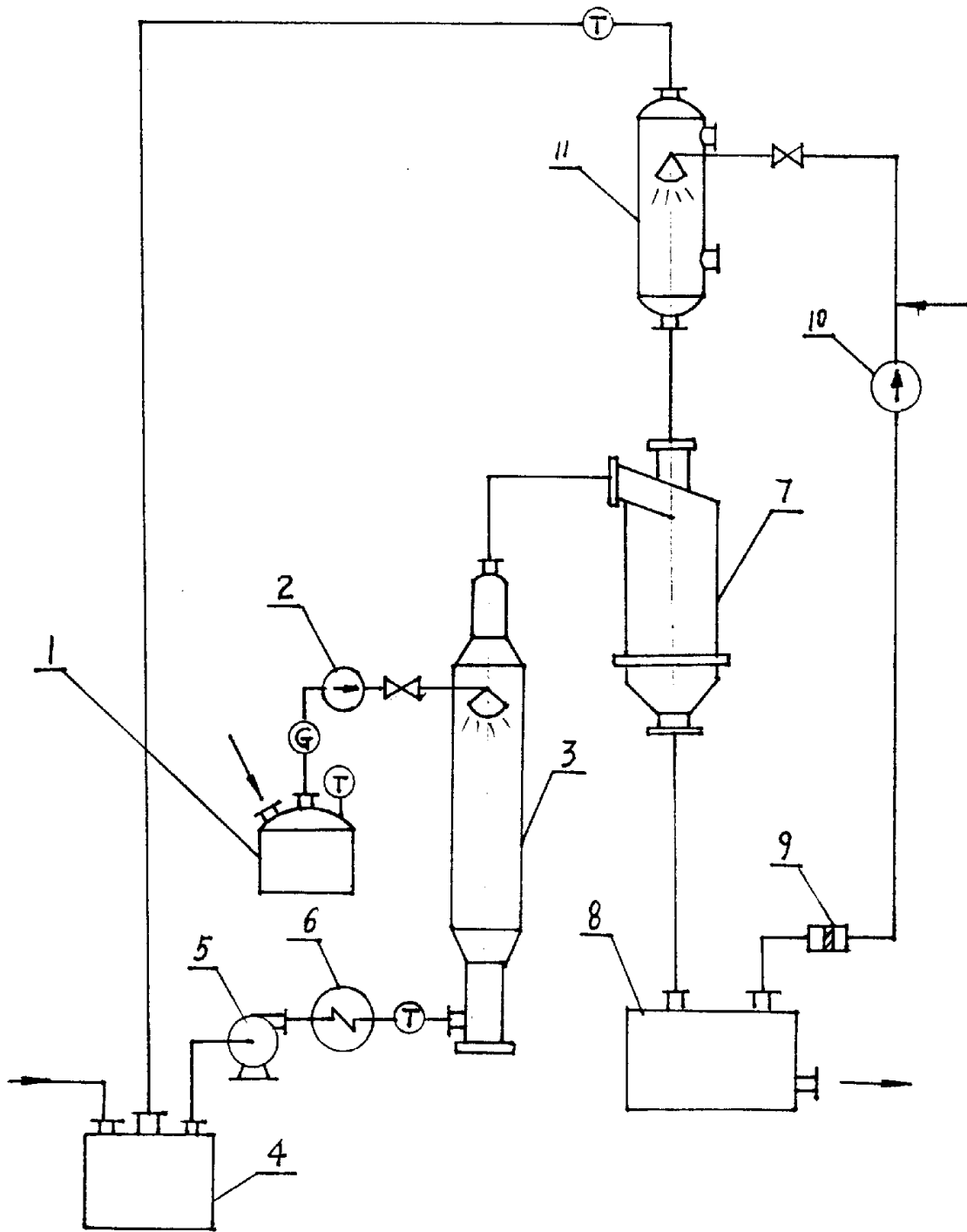


图1