



[12] 发明专利申请公开说明书

[21]申请号 94102912.3

[51]Int.Cl⁵

C01D 7/00

[43]公开日 1994年9月21日

[22]申请日 94.3.17

[30]优先权

[32]93.3.18 [33]DE[31]P4308610.1

[71]申请人 希尔斯股份公司

地址 联邦德国马尔

[72]发明人 R·希尔德豪尔

K·丹尼克

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 吴大建 杨厚昌

C01D 7/38

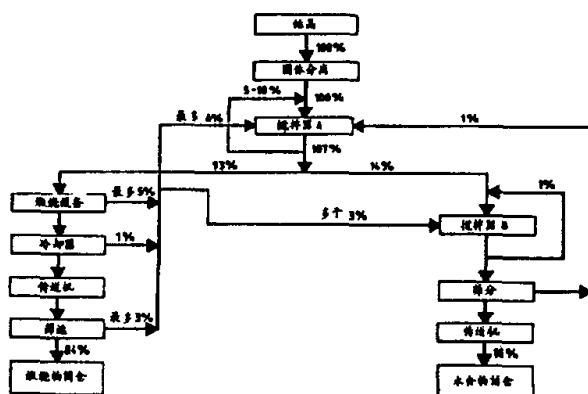
说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 制备碳酸钾的工艺和设备

[57]摘要

碳酸钾煅烧物或水合物制备装置中的粉末或研磨料加入结晶和固体分离后的湿离析盐并混合。有或无混合物循环的搅拌器安装在离析盐的固体分级及煅烧物和水合物制备装置入口之间。碳酸钾水合物的制备时部分煅烧物粉末与离析盐或粉末和离析盐的混合物混合。碳酸钾水合物用搅拌器制备,省去制备碳酸钾水合物的加热干燥装置。本发明免除了粉末返回结晶工艺,解决了大量形成粉末和附聚物的问题,提高了生产能力,产品颗粒结构得到改善。



权 利 要 求 书

1. 碳酸钾煅烧物和/或碳酸钾水合物 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 的制备方法, 其中将含水量(重量比), 高达3%的离析盐 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 干燥, 其特点为: 来自碳酸钾制备过程的粉末与离析盐混合后加入碳酸钾煅烧物或碳酸钾水合物的制备阶段。

2. 如权利要求1的方法, 其特点为: 另外将碳酸钾水合物制备过程中产生的粉末与离析盐混合。

3. 如权利要求1或2的方法, 其特点为: 粉末与离析盐的混合物返回时与来自同离析盐混合之前的煅烧物制备过程中的粉末混合。

4. 如权利要求1-3之一的方法, 其特点为: 将含有或不含部分碳酸钾水合物的离析盐与煅烧物粉末的混合物送至碳酸钾水合物或碳酸钾煅烧物的制备阶段, 也可分流送到这两个阶段。

5. 如权利要求1-4之一的方法, 其特点为: 在碳酸钾水合物的制备过程中, 来自碳酸钾煅烧物制备过程的粉末与离析盐或者与离析盐和粉末的混合物混合。

6. 如权利要求5的方法, 其特点为: 在碳酸钾水合物制备过程中, 煅烧物粉末以单独的混合操作喂入离析盐中并且任何过量的煅烧物粉末分离后向前运送。

7. 用多余水份含量达3%(重量)的离析盐 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 制备碳酸钾煅烧物 K_2CO_3 或碳酸钾水合物 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 的设备, 其特点为: 在分离离析盐的装置和煅烧物或水合物的干燥装置入口之

间安装搅拌器，用于将来自碳酸钾煅烧物或碳酸钾水合物制备过程的粉末与离析盐混合。

8. 如权利要求 7 的设备，其特点为：在如权利要求 7 的搅拌器上游或前部安装搅拌器，用于将碳酸钾煅烧物制备过程中产生的粉末和如权利要求 7 的搅拌器的排出物混合。

9. 如权利要求 7 或 8 之一的设备，其特点为：所用的搅拌器设计成搅拌螺杆。

10. 如权利要求 7-9 之一的设备，其特点为：一或多台搅拌器的下游，安装煅烧物或水合物制备过程的干燥装置入料口，或者安装部分液流进入上述两装置的计量进料斗。

11. 如权利要求 7-10 之一的设备，其特点为；使用的碳酸钾水合物制备装置是搅拌器，用于将碳酸钾煅烧物制备过程中产生的粉末与离析盐或者与离析盐和来自如权利要求 6-8 之一的搅拌器排出物的粉末的混合物混合。

12. 如权利要求 11 的设备，其特点为：如权利要求 6-9 之一的搅拌器是用作碳酸钾水合物制备装置的单一搅拌器，在该搅拌器的下游安装碳酸钾水合物的风力分级和筛选装置。

说明书

制备碳酸钾的工艺和设备

在从饱和器溶液中结晶出来后，碳酸钾开始以离析盐 (Schleudersalz) 的形式从母液中分离出来，这就是 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ ，含其他成分达 3% (重量百分比)，通常含水高达 2% 重量百分比。从此，碳酸钾水合物 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 可经缓慢干燥来分离；而碳酸钾煅烧物可在更高的干燥温度下，在剧烈搅动的产物床中分离。作为商业化产品，按照要求，这两种物质的颗粒大小从 0.1 - 3.0mm 或达到 1.5mm。

用来干燥碳酸钾水合物和煅烧物的现有的分隔式干燥装置，通常安装在平行的生产线上，每一个都在下游设有筛选或筛分，研磨和整装装置。离析盐经计量进料斗喂入煅烧物或水合物的干燥装置，或以部分液流进入二者的干燥装置。

在干燥期间，特别是对煅烧物来说，在使用旋转炉或流化床干燥时，由于水合物的破裂或摩擦形成大量的粉末，这些粉末不能进一步利用，必须返回结晶阶段再行溶解。

另外，有大量附聚物 (Agglomeraten) 形成，尤其在煅烧阶段。这是因为在干燥期间，随着粘性母液的不同数量和离析盐的变化的颗粒尺寸分布导致粘附和结块。这些附聚物，在干燥时不会被搅拌破碎，因此必须进行分离，重新溶解。

根据温度和操作步骤，返回并再溶解的粉末及附聚物约占产物

的 20%。

这需要高昂的费用进行分离和筛选。返回的结果是,设备的生产能力减小,能耗增加。特别是煅烧情况下,由于附聚物和粉末粘结设备而导致停产。为生产碳酸钾水合物, DD 26 64 902 (GDR 经济专利) 曾建议将煅烧筒中未经处理的排出物与离析盐混合。然而,分析离析盐变化的水含量的费用昂贵。这样的水合物的制备方法虽有所改进,但并未解决大量粉末和附聚物生成的弊病。

因此,在碳酸钾水合物和碳酸钾煅烧物的制备过程中,目标是:减少或阻止粉末和附聚物的形成,利用粉末和附聚物生产产品。

现已发现,煅烧物制备过程中形成的粉末可在制备煅烧物和/或水合物之前与离析盐混合;并进一步发现,甚至来自碳酸钾水合物制备过程中的粉末也可与离析盐混合。

在这种情况下,所有产生的粉末均被开发利用。如果需要,甚至被研磨的煅烧物和水合物的附聚物也能与离析盐混合。

本发明工艺和设备详见以下说明。

大部分颗粒尺寸在 0.1mm 以下的煅烧粉末与离析盐混合可完全改变离析盐的结构,显著改善干燥期间的流动性和性状。特别是对碳酸钾煅烧物的情况来说更是如此。粉末覆盖离析盐颗粒表面,阻止颗粒结块。在粉末和离析盐混合后,其混合物由附着有大量极小粉尘或粉末的粘合层离析物颗粒构成,粉尘可吸收离析盐中多余的游离水。就可得到的煅烧物粉末量而言,在煅烧物粉尘和离析盐的混合物中,可使颗粒保持全部碳酸钾水合物的水份,其中任何多余的煅烧物粉末实际上保持无水状态,可以分离后添加到混合物中再利用。

粉末颗粒自身结块问题可将离析盐和煅烧物粉末的预处理混合

物部分返回而加以避免，其中不同数量甚至大量的粉末能被混合物吸收。

为制备离析盐和粉末的混合物，根据本发明，在离析盐的下游安装一台搅拌器或混合器（图中的搅拌器 A）以进行固体分离。在此搅拌器中，离析盐、煅烧物粉末、水合物粉末等与离析盐剧烈混合。

已经发现，被分离的煅烧物粉末可在极短时间内与离析盐反应。碳酸钾水合物制备过程中形成的粉末，虽然数量很少，也能改善离析盐的流动性。如果需要，特别是在煅烧物情况下，其研磨附聚物也可加到搅拌器 A 中。

搅拌器 A 有一个回料口，借此可使粉末与粉末和离析盐的混合物在位于搅拌器 A 的上游的单独搅拌器中混合或者在和离析盐混合之前在搅拌器 A 的前部混合。粉末颗粒的结块可因返回搅拌器 A 而避免并且不同量的甚至大量的粉末被吸收。

优选的是，搅拌器 A 既可构造成一个可部分逆混的搅拌螺杆，或者构造成一个带有剪切旋转臂，并使待混合料向出口运动的混合槽。

搅拌器 A 的排出物可任选喂入煅烧物制备或水合物制备阶段，也可以经计量进料斗分流后送到两个装置中。

根据本发明，粉末或可能是研磨物质的混合，特别是煅烧物粉末与离析盐的混合，带来了惊人的益处，即过去出现的大量的附聚物和结块可降到极小比例，因此研磨原料，特别是来自煅烧阶段的附聚物和结块研磨料不再起根本性的作用。在煅烧阶段并同样在水合物制备阶段，一旦二装置因粉末返回搅拌器 A 而处于平衡，就只形成残留量的粉末，基本上没有附聚物形成。本发明的工艺和设备避免了由

于结块而造成的停产。

在水合物制备过程中特别有利的是，当使用足够量的煅烧物粉末与离析盐反应时，复杂的连续湿度测定及原料流混合比例的后续计算就成为多余。

根据本发明，在搅拌器 A 中，煅烧物粉末的任何按要求过量都是允许的。

在本发明方法的具体实施方案中，部分煅烧物粉末可任选直接喂入碳酸钾水合物的制备过程中，与离析盐或者与离析盐和粉末的混合物混合，所说混合物是搅拌器 A 中用来制备碳酸钾水合物的部分排出物。

为此，在设备的具体实施方案中，可任选安装搅拌器（图中搅拌器 B），这是专为搅拌器 A 的需要而设置的。在搅拌器 B 的下游，无粘性的粉末通过筛选或筛分而被分离。这种粉末主要由煅烧物组成，数量很少，并送入搅拌器 A 中。

在分离了粉末后，令人吃惊的是，搅拌器 B 中的混合物全是碳酸钾水合物，所以搅拌器 B 就替代了迄今需要的水合物制备装置。以前的水合物制备工艺所需要的复杂的加热干燥装置完全被淘汰。

因此，制备碳酸钾水合物的装置大大简化，事实上仅由一个无需加热的搅拌器构成。而且粉末量减少，结块被避免。

在方法和设备的进一步具体实施方案中，只需一个用于碳酸钾水合物制备的混合操作装置，并以设备中搅拌器 A 的形式设置。

碳酸钾水合物的干燥装置和搅拌器 B 也被淘汰。搅拌器 A 排出的部分液流或全部液流用于碳酸钾水合物的制备，水份完全结合成为 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 的结晶水。这样，将过量的煅烧物粉末或碳酸钾

水合物粉末加入到搅拌器 A 中, 粉末的加入量应使颗粒确实具有的组成和结晶结构为 $K_2CO_3 \cdot 1.5H_2O$ 。过量的煅烧物粉末不粘附表面, 不反应, 保持为能被分离和循环利用的粉末状态。因此, 为制备碳酸钾水合物, 搅拌器 A 只需直接连着风力分级器和筛网。

本发明既改善了颗粒的表面特性, 也大大改善了所有物流和产品的流动性和可测性。

本发明的工艺路线和设备用图表举例说明如下, 其中:

图 1 表示制备碳酸钾的流程图,

图 2 表示搅拌器,

图 3 表示碳酸钾的颗粒结构图。

图 1 中流程图显示, 离析盐首先从碳酸钾母液中结晶和固体分离, 接着是煅烧物干燥装置和水合物制备的混合装置 B。按照本发明, 搅拌器 A 安装在固体分离与煅烧物和水合物制备装置的入口之间, 离析盐和按照本发明的工艺来自煅烧物和水合物干燥装置的所有循环利用的产品和粉末, 沿箭头方向喂入搅拌器 A 中。

流程图用实例表示了一个稳定平衡态, 其中各物质的重量百分比, 以离析盐 = 100% 为基准, 得出的比例为, 煅烧产物占 84%, 水合产物占 16%。煅烧物粉末的总量最多为 8-9%, 如对剧烈搅动的流化床干燥来说, 优选为 6-7%。

图 2 展示搅拌器 A 的实例。其中, 任选的循环混合产物在 (1) 处传送到搅拌器 A 中, 粉末从 (2) 加入, 离析盐从 (3) 加入, 而在 (4) 处, 混合物按比例分配给煅烧物装置和水合物装置。

图 3a 表示按以前工艺制备的不规整的粒子截面。

图 3b 表示根据本发明而制备的颗粒表面结构, 其表面粘附有非

常细小的粉尘颗粒。

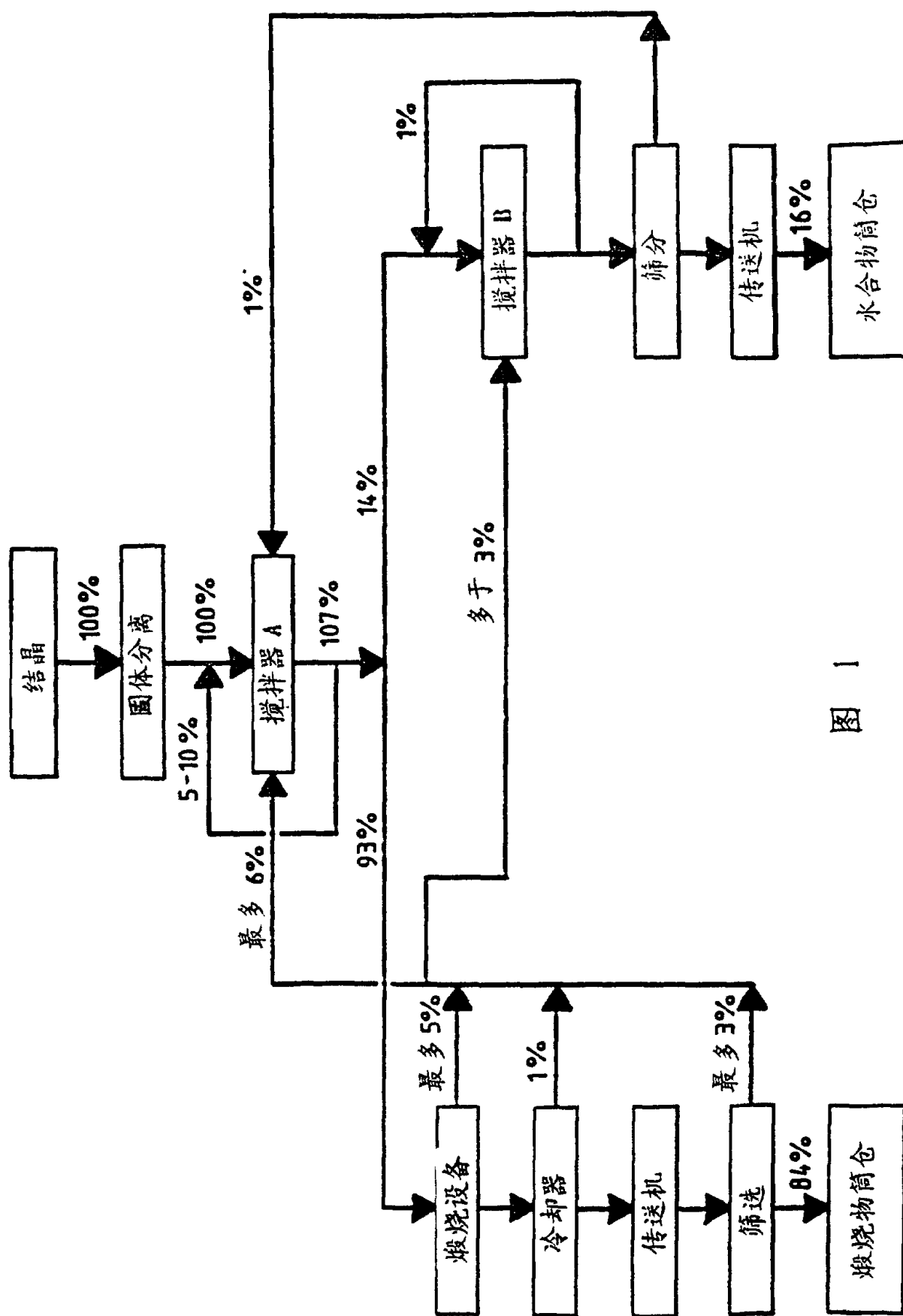


图 1

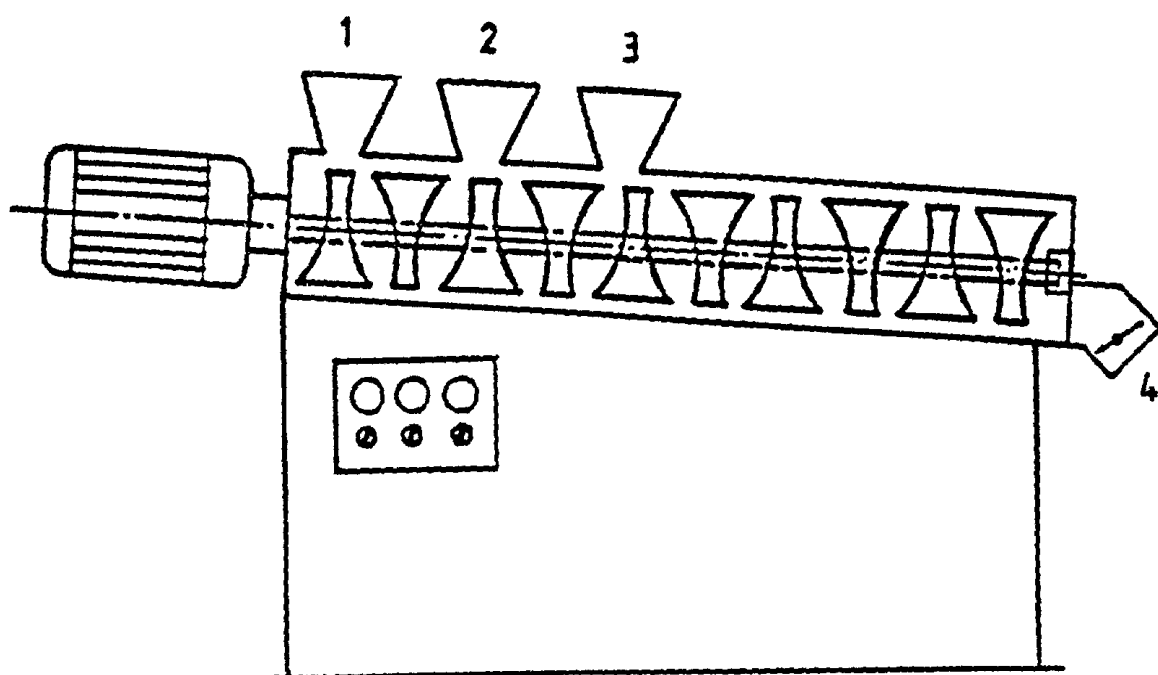


图 2

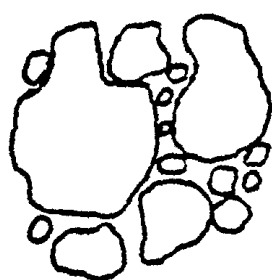


图 3a

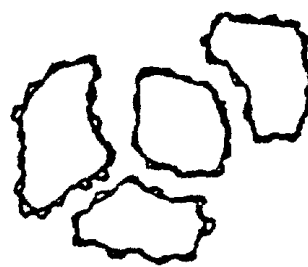


图 3b