



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 240 975** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) МПК⁷ **C 01 B 15/10, B 01 J 2/16,**
8/24, B 07 B 4/08

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 2002113800/15, 27.05.2002

(24) Дата начала действия патента: 27.05.2002

(43) Дата публикации заявки: 27.01.2004

(45) Дата публикации: 27.11.2004

(56) Ссылки: RU 2164215 C1, 20.03.2001. EP 1044731 A1, 18.10.2000. US 4804146 A, 14.02.1989. SU 1766842 A1, 07.10.1992. RU 2080290 C1, 27.05.1997. RU 2094717 C1, 27.10.1997. RU 2174490 C1, 10.10.2001. US 5955036 A, 21.09.1999.

(98) Адрес для переписки:
429952, Чувашская Республика, г.
Новочебоксарск, ул. Промышленная, 101, ОАО
"Химпром", технический отдел

(72) Изобретатель: Козлов А.И. (RU),
Жариков Л.К. (RU), Ефремов А.И.
(RU), Клементьев Е.А. (RU), Носов Н.А.
(RU), Порошин Ю.А. (RU), Луконин И.С. (RU)

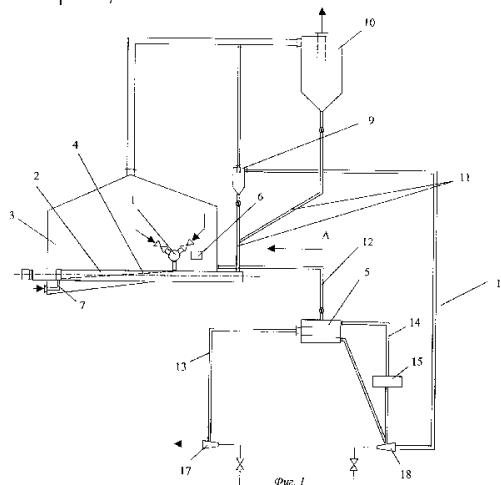
(73) Патентообладатель:
Открытое акционерное общество "Химпром"
(RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОГО ПЕРКАРБОНАТА И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

(57)

Изобретение предназначено для химической промышленности и может быть использовано при получении продуктов бытовой химии, моющих и отбеливающих средств. В двухшнековый смеситель 2 и сушилку кипящего слоя 3 с газораспределительной решеткой 4 загружают затравочные частицы перкарбоната натрия размером 0,1-0,4 мкм. С помощью потока дымовых газов, нагретых до 200°C, в сушилке 3 создают кипящий слой. В реактор 1 подают растворы H_2O_2 и кальцинированной соды. Образовавшийся раствор перкарбоната натрия подают в смеситель 2 для увлажнения затравочных частиц, которые по мере увлажнения интенсивно перемешивают и перемещают. Влажный продукт поступает на решетку 4 сушилки 3. Корпус сушилки 3 имеет переменное сечение по высоте, обеспечиваемое наклоном хотя бы одной боковой стенки под углом 10-20° к вертикали. Переменное сечение изменяет скорость дымовых газов и обеспечивает разделение высушенных частиц по размерам: в верхнем слое - мелкая фракция, в нижнем - крупная. Крупную фракцию выводят из

сушилки 3 по линии 12 и направляют в классификатор 5. Товарную фракцию отбирают по линии 13, крупную по линии 14 подают в мельницу 15, смешивают с мелкой фракцией и по линии 11 подают в смеситель 2 в качестве ретура. Изобретение позволяет повысить долю гранул товарной фракции по отношению к общему количеству гранул, отбираемых из сушилки на классификацию. 2 н.п. ф-лы, 2 ил.





(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 240 975** ⁽¹³⁾ **C2**
 (51) Int. Cl.⁷ **C 01 B 15/10, B 01 J 2/16,**
8/24, B 07 B 4/08

RUSSIAN AGENCY
 FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2002113800/15, 27.05.2002
 (24) Effective date for property rights: 27.05.2002
 (43) Application published: 27.01.2004
 (45) Date of publication: 27.11.2004
 (98) Mail address:
 429952, Chuvashskaja Respublika, g.
 Novocheboksarsk, ul. Promyshlennaja, 101,
 OAO "Khimprom", tekhnicheskij otdel

(72) Inventor: Kozlov A.I. (RU),
 Zharikov L.K. (RU), Efremov A.I.
 (RU), Klement'ev E.A. (RU), Nosov N.A.
 (RU), Poroshin Ju.A. (RU), Lukonin I.S. (RU)
 (73) Proprietor:
 Otkrytoe aktsionernoe obshchestvo "Khimprom"
 (RU)

(54) **METHOD AND APPARATUS FOR MANUFACTURE OF GRANULATED PERCARBONATE**

(57) Abstract:

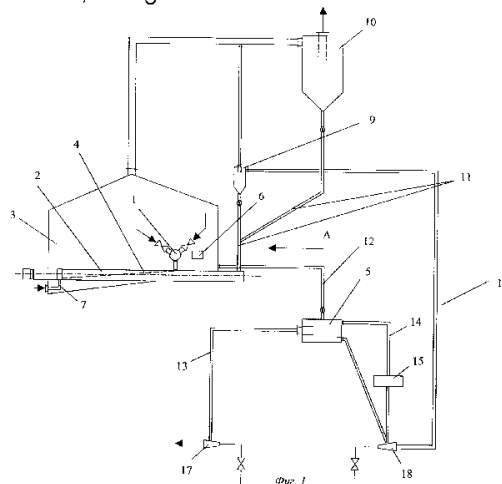
FIELD: industries inorganic synthesis and household chemical goods.

SUBSTANCE: seal percarbonate particles 0.1-0.4 mcm in size are loaded into double-screw mixer 2 and into dryer 3 provided with gas-distribution grate 4. Fluidized bed is formed in fryer 3 by means of flue gases heated to 200°C. Hydrogen peroxide and soda ash solutions are fed into reactor 1 and resulting sodium percarbonate solution is then fed into mixer 2 to moisten seed particles, which, when being moistened, are vigorously stirred and displaced. Wet product is passed on grate 4 of dryer 3. Casing of the latter has variable cross section along its height caused by inclination of at last one of the side walls to an angle 10-20° to vertical. Variable cross section changes velocity of flue gases and provides size separation of the dried particles: fine fraction in upper layer and coarse fraction in lower layer. Coarse fraction is withdrawn from dryer 3 through line 12 and sent to electrifier 5. Commercial fraction is discharged over line 13, whereas coarse fraction is transferred

over line 14 to mill 15 wherein it is combined with fine fraction and fed over line 11 into mixer 2 as recycle.

EFFECT: increased proportion of commercial fraction relative to total amount of granules with drawn from dryer to be classified.

2 cl, 2 dwg



Изобретение относится к химической промышленности, в частности к бытовой химии, и может быть использовано при производстве перкарбоната натрия и других химических продуктов, где процесс синтеза совмещается с гранулированием синтезированного продукта.

Известен способ получения гранулированного перкарбоната натрия, заключающийся в том, что растворы перекиси водорода и соды приводят в контакт с ретуром в виде гранул перкарбоната натрия, перемешивают их и подвергают сушке. Высушенные гранулы разделяют по размерам частиц для получения целевого продукта. При этом в качестве ретура используют тонкодисперсный продукт, унесенный отработанным теплоносителем и отделенный от него в циклоне, мелкую фракцию гранул после их разделения по размерам, а также продукт дробления крупной фракции (патент DE №2250720, кл. С 01 В 15/10, 1973).

Известна также установка для осуществления данного способа, включающая последовательно соединенные систему подачи реагентов, смеситель, сушилку и классификатор (см. там же).

Известен способ получения гранулированного перкарбоната натрия, заключающийся в том, что растворы перекиси водорода и соды или продукт их взаимодействия приводят в контакт с ретуром в виде гранул перкарбоната натрия, перемешивают и подвергают сушке, часть высушенных гранул разделяют по размерам частиц для получения целевого продукта, остальную часть используют в качестве ретура непосредственно после сушки (патент RU 2164215, кл. С 01 В 15/10, 1999 г.).

Известна также установка для осуществления указанного способа, содержащая последовательно соединенные систему подачи реагентов в виде реактора, смеситель и сушилку, сообщенные между собой в зоне выгрузки высушенных гранул, средство для разделения гранул на фракции, линия отвода одной из фракций которого является линией отвода готового продукта (см. там же).

При таком техническом решении значительны энергозатраты на перемещение ретура, на дробление крупных частиц перкарбоната натрия, на нагрев частиц, улавливаемых в циклоне и возвращаемых с ретуром. Для получения готового продукта из сушилки отбирают менее 1/20 части всех высушенных на сушилке гранул. Из этого количества гранул после классификации в качестве товарного продукта используют лишь частицы размером от 0,1 до 1,0 мм. Крупные гранулы подвергают дополнительному дроблению на мельнице и совместно с частицами мелкой фракции используют в качестве ретура при синтезе и гранулировании перкарбоната натрия.

Технический результат предлагаемых способа и устройства заключается в повышении доли гранул товарной фракции по отношению к общему количеству гранул, отбираемых из сушилки на классификацию.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе получения гранулированного перкарбоната натрия, заключающемся в том, что растворы перекиси водорода и соды или продукт их

взаимодействия приводят в контакт с ретуром в виде гранул перкарбоната натрия, перемешивают, подвергают сушке, часть высушенных гранул разделяют по размерам частиц, а остальную часть высушенных гранул используют в качестве ретура, в процессе сушки гранулы классифицируют по размерам частиц по высоте сушилки таким образом, что мелкие гранулы располагаются преимущественно в верхнем слое высушенных гранул, а крупные преимущественно в нижнем, а на разделение отбирают гранулы из нижнего слоя высушенных гранул.

Такое решение позволяет сократить затраты на отделение товарной фракции от пылевидного продукта, на дробление крупных некондиционных гранул, их классификацию и перемещение. Доля гранул, отбираемых в качестве товарной фракции, по отношению ко всему количеству поступающих на классификацию гранул увеличивается более 1/20 части.

Указанный технический результат достигается также тем, что установка для получения гранулированного перкарбоната натрия, содержащая последовательно соединенные систему подачи реагентов, смеситель, сушилку, средство для разделения гранул на фракции, линия отвода одной фракций которого является линией отвода целевого продукта, средство для возврата части высушенного продукта в смеситель, корпус сушилки имеет переменное сечение по высоте, которое обеспечивается наклоном хотя бы одной стенки корпуса на 10-20° к вертикали.

На фиг.1 показана схема установки для получения гранулированного перкарбоната натрия. На фиг.2 показано сечение сушилки, вид А.

Установка получения гранулированного перкарбоната натрия включает последовательно соединенные систему подачи реагентов в виде реактора 1, двухшнековый смеситель 2, сушилку 3 кипящего слоя с газораспределительной решеткой 4, классификатор 5. Реактор 1 имеет корпус с верхними штуцерами для ввода жидких реагентов и штуцер для вывода реакционной массы с распределителем-оросителем пленочного типа. Смеситель 2 представляет собой двухшнековый транспортер, оснащенный двигателем с регулируемым числом оборотов шнеков. Смеситель 2 примыкает непосредственно к сушилке 3 и сообщен с сушилкой патрубком 6 для ввода высушенных гранул в качестве ретура и патрубком 7. Корпус сушилки 3 имеет переменное сечение по высоте аппарата и снабжен регулируемыми шиберами 8 и 9. Шибера 8 предназначен для отбора части высушенного продукта на разделение по размерам частиц для выделения товарной фракции и из нижних слоев транспортируемого по сушилке продукта. Шибера 9 предназначен для вывода верхних слоев высушенного продукта в смеситель 2 на ретур. Сушилка 3 оснащена газораспределительной решеткой 4 непровального типа, которая выполнена таким образом, что живое сечение убывает по мере сушки и продвижения продукта к зоне выгрузки, что обеспечивает перемещение гранул к месту выгрузки. Переменное сечение

сушилки по высоте аппарата обеспечивает уменьшающуюся по мере продвижения от газораспределительной решетки скорость газового потока. Более мелкие частицы перкарбоната натрия выносятся газовым потоком в верхние слои, а более крупные гранулы скапливаются вблизи газораспределительной решетки. Установка снабжена узлом пылеулавливания, соединенным с сушилкой 3 и включающим каскад аппаратов очистки газов от пыли, из которых сухой пылеобразный перкарбонат натрия после улавливания возвращается в смеситель 2 по линиям 10 и 11 и используется в качестве ретур, а очищенный воздух выбрасывается в атмосферу. Классификатор 5 представляет собой двухступенчатое вибросито, которое соединено линией 12 с сушилкой 3 в зоне выгрузки гранул, из которого по линии 13 отбирается товарная фракция, а крупная фракция по линии 14 подается в мельницу 15, затем соединяется с мелкой фракцией и по линии 16 подается в смеситель 2 в качестве ретур.

Способ получения гранулированного перкарбоната натрия на данной установке осуществляется следующим образом.

Гранулирование перкарбоната натрия осуществляется путем наращивания слоев продукта на затравочных частицах, которыми заполняются смеситель 2 и сушилка 3. В качестве затравочных частиц (ретур) используют часть высушенных гранул из сушилки, тонкодисперсный продукт, улавливаемый в циклонах и продукт после размолла в мельнице.

В сушилке 3 из частиц перкарбоната натрия потоком горячего воздуха удаляется влага в режиме кипящего слоя. Отработанный воздух по газоходу поступает на узел пылеулавливания 10, и очищенный воздух выбрасывается в атмосферу, а уловленная пыль возвращается в смеситель 2. В смеситель 2 поступает также раздробленный перкарбонат натрия, который смешивается с пылевидным перкарбонатом натрия, образуя затравочные частицы.

В реактор 1 через штуцеры подаются потоки соответствующим образом подготовленных водных растворов кальцинированной соды и перекиси водорода. Полученная при их перемешивании реакционная масса поступает в смеситель 2. В смесителе реакционная масса распределяется по поверхности затравочных частиц перкарбоната натрия и смачивает их. Из смесителя 2 влажные гранулы поступают в сушилку 3.

Газораспределительная решетка 4 сушилки 3 на входном участке имеет увеличенное живое сечение и дополнительный поддув дымовыми газами, что способствует быстрому распределению увлажненного материала по ширине сушилки 3. Повышенное живое сечение газораспределительной решетки 4 на входном участке сушилки 3 препятствует накоплению крупных частиц у входа в сушилку 3. За счет изменения скорости газового потока по высоте сушилки происходит перераспределение частиц высушенного продукта по высоте перемещаемого слоя. Мелкие частицы выносятся газовым потоком в верхние слои движущегося продукта. В нижнем слое,

прилежащем непосредственно к газораспределительной решетке, остаются крупные частицы перкарбоната натрия.

Высушенные гранулы верхнего слоя из сушилки 3 через регулируемый шибер 9 возвращаются в качестве ретур в смеситель 2, а гранулы нижнего слоя через регулируемый шибер 8 поступают в классификатор 5. Из промежуточной части классификатора 5 средняя фракция поступает в инжектор 17, откуда потоком сжатого воздуха направляется в накопитель товарного продукта.

Фракция крупных частиц из классификатора 5 направляется в мельницу 15, откуда после смешения с фракцией мелких частиц потоком сжатого воздуха через инжектор 18 возвращается в смеситель 2.

Способ получения гранулированного перкарбоната натрия включает следующие операции при следующих режимах.

Приготавливают водный раствор кальцинированной соды, стабилизированной полифосфатом натрия и сухим сульфатом магния при 50-70 °С, фильтруют его и смешивают с раствором жидкого стекла при 50-70 °С.

Перкарбонат натрия получают в реакторе 1 путем взаимодействия стабилизированного раствора соды с 30-50%-ным раствором перекиси водорода при мольном соотношении сода: перекись водорода 1,0:1,5.

Далее осуществляется кристаллизация и гранулирование перкарбоната натрия. Для этого раствор перкарбоната натрия подают в смеситель 2, заполненный сухим горячим ретуром. Гранулы ретур смачиваются раствором перкарбоната натрия до влажности 3-5%, перемешиваются, увеличиваются в размере за счет наращивания оболочки и перемещаются к зоне сушки. Образующиеся влажные гранулы непрерывно подаются в сушилку 3 кипящего слоя. Температура газа на входе в сушку 170-400 °С, разрежение в сушилке 0,1-0,5 кПа. В сушилке гранулы сушатся, одновременно разделяясь по гранулометрическому составу по высоте слоя из-за переменной скорости газового потока по высоте аппарата, благодаря его переменному сечению по высоте. Нижняя часть слоя высушенных гранул (от 1 до 5% от всей массы) выводится из сушилки и направляется в классификатор 5. Остальная часть гранул (верхний слой) возвращается в смеситель 2 в качестве ретур сразу после сушилки.

На классификаторе 5 высушенный продукт разделяется на фракции, из которых выбирают среднюю фракцию в качестве готового продукта. Более крупные частицы поступают на мельницу, после которой смешиваются с более мелкой фракцией и возвращаются в смеситель 2. Товарная фракция отправляется на фасовку.

Ниже представлены примеры осуществления способа.

Пример 1.

Готовят водный раствор кальцинированной соды с добавками стабилизаторов - полифосфата натрия, сульфата магния и жидкого стекла (силиката натрия) следующего состава, мас. %:

Кальцинированная сода 20
Сульфат магния 0,06
Полифосфат натрия 0,2
Силикат натрия 0,8

Вода Остальное
Готовят водный 35%-ный раствор
перекиси водорода.

В двухшнековый смеситель 2 установки получения перкарбоната натрия и сушилку кипящего слоя площадью $2,5 \text{ м}^2$ загружают 800 кг затравочных частиц размером 0,1-0,4 мм, представляющих собой готовый перкарбонат натрия. Создают разрежение в сушилке с помощью вентилятора и в сушилку через газораспределительную решетку подают дымовые газы с температурой 200°C .

В реактор 1 для получения перкарбоната натрия подается раствор перекиси водорода с объемным расходом $116 \text{ дм}^3/\text{ч}$ и раствор кальцинированной соды с объемным расходом $420 \text{ дм}^3/\text{ч}$, где в течение 5-8 с происходит образование перкарбоната натрия. Раствор перкарбоната натрия по специальному распределителю подается в смеситель 2. В смесителе происходит увлажнение затравочных частиц водным раствором перкарбоната натрия до влажности 3 - 8%, интенсивное перемешивание увлажненного перкарбоната натрия и перемещение его к зоне сушки. Через загрузочный патрубок 7 влажный продукт подается на решетку 4 сушилки 3, где происходит сушка перкарбоната натрия в токе дымовых газов. Продольное перемещение продукта по сушилке обеспечивается направленным движением дымовых газов и изменением живого сечения решетки, а разделение на гранулометрический состав по высоте аппарата обеспечивается за счет изменения сечения корпуса сушилки по высоте. Высушенные частицы из нижнего слоя перемещаемого по сушилке продукта выводят из зоны сушки и направляют на классификацию. На классификаторе 5 поток перкарбоната натрия разделяется на три фракции. Частицы фракции более 1,0 мм направляют на дробилку, после которой смешивают с фракцией частиц менее 0,1 мм и возвращают в смеситель 2. Частицы фракции 0,1-1,0 мм отбирают в качестве товарного продукта и отправляют на фасовку. Верхний слой перемещаемого по сушилке продукта направляют в качестве ретура в смеситель 2.

При использовании сушилки с переменным сечением по высоте аппарата с устройством, обеспечивающим отбор нижнего слоя для получения товарной фракции и верхнего слоя для ретура, выход товарной фракции составил 160 кг/ч. При этом на дробление было направлено 0,8 кг/ч гранул размером более 1,2 мм.

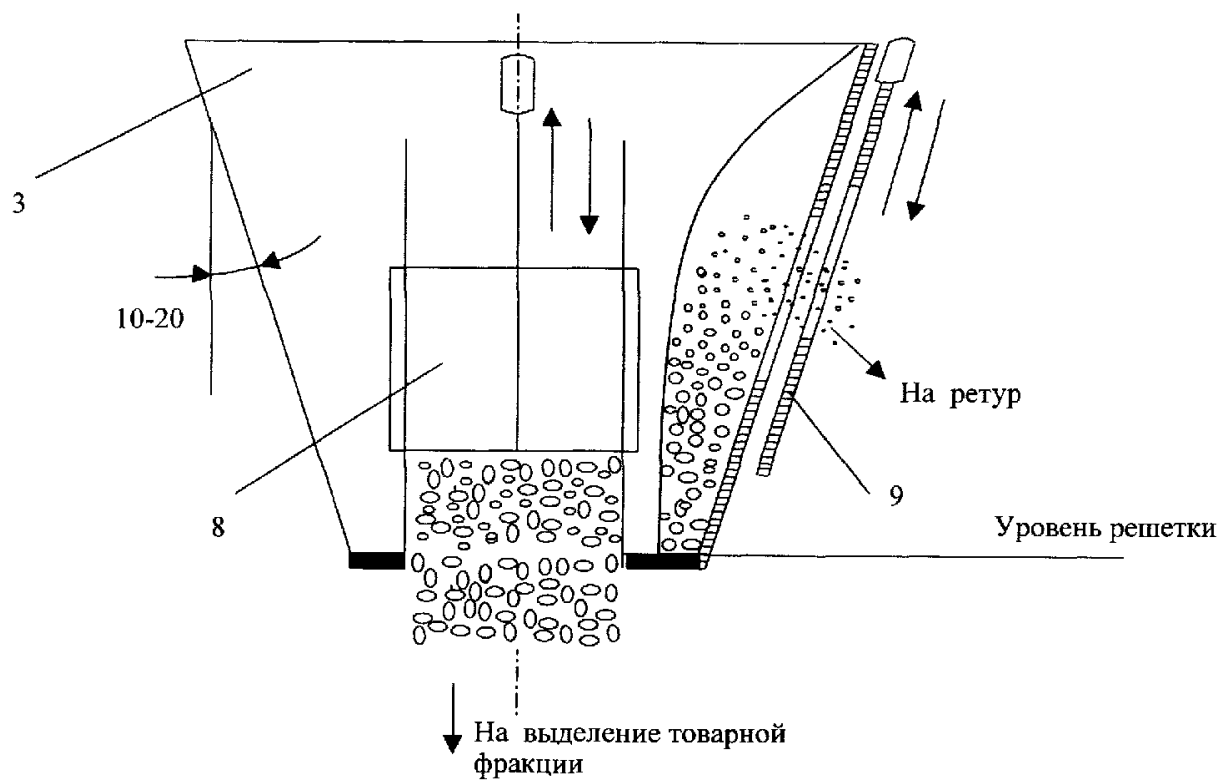
При использовании сушилки того же типа, но с углом наклона боковой стенки менее 10° , при тех же технологических параметрах снижается выход товарной фракции до 155 кг/ч. При этом на дробление отправляется некондиционный сухой перкарбонат натрия в количестве более 8 кг/ч. При использовании сушилки того же типа, но с углом наклона боковой стенки более 20° затрудняется перемещение продукта к выгрузке сушилки.

Таким образом, применение сушилки с переменным сечением по высоте аппарата и углом наклона боковой стенки 10° - 20° к вертикали совместно с устройством, позволяющим отбирать нижний слой высушенного перкарбоната натрия для выделения из него товарного продукта, приближает гранулометрический состав отбираемой части высушенного продукта к гранулометрическому составу товарной фракции и тем самым позволяет сократить энергозатраты на дробление крупных частиц, сепарацию и перемещение ретур.

Формула изобретения:

1. Способ получения гранулированного перкарбоната натрия, заключающийся в том, что растворы перекиси водорода и соды или продукт их взаимодействия приводят в контакт с ретуром в виде гранул перкарбоната натрия, перемешивают и подвергают сушке, часть высушенных гранул разделяют по размерам частиц для получения целевого продукта, а остальную часть высушенных гранул используют в качестве ретура, отличающийся тем, что в процессе сушки гранулы перкарбоната натрия классифицируют по высоте сушилки по размерам частиц таким образом, что мелкие гранулы располагаются преимущественно в верхнем слое высушенных гранул, а крупные - преимущественно в нижнем, а на разделение отбирают гранулы из нижнего слоя высушенных гранул.

2. Установка для получения гранулированного перкарбоната натрия, содержащая последовательно соединенные систему подачи реагентов, смеситель, сушилку, сообщенную со смесителем в зонах подачи влажных гранул и выгрузки сухих гранул и средство для разделения гранул на фракции, линия отвода одной из фракций которого является линией отвода целевого продукта, отличающаяся тем, что корпус сушилки имеет переменное сечение по высоте, которое обеспечивается наклоном хвоста бы одной боковой стенки корпуса под углом $10-20^\circ$ к вертикали.



ФИГ 2