

温度对复分解法制硝酸钾生产过程的影响

赵启文

(青海大学化学工程系, 青海 西宁 810016)

摘要: 探讨以硝酸铵和氯化钾为原料、复分解法制硝酸钾工艺中, 配料、硝酸钾结晶、氯化铵结晶等处操作温度对产量、质量、操作时间等的影响。

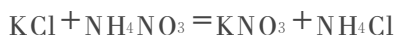
关键词: 温度; 粗硝酸钾; 操作时间

中图分类号: O612.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-858X(2001) 03-0043-03

1 概述

硝酸铵和氯化钾为原料、复分解法制硝酸钾、并副产氯化铵的工艺, 由于原料易得、工艺简单、无“三废”排放、是目前国内中小型硝酸钾生产企业普遍采用的工艺。原理为:

化学反应方程式:



在以水为介质的条件下, 根据氯化钾、硝酸铵、氯化铵、硝酸钾四种盐, 在不同温度下其溶解度的不同, 工艺流程中、通过控制工艺过程各工序温度、使硝酸钾和氯化铵在不同的温度条件下分别结晶析出、分离、最终得到工业级硝酸钾和农用氯化铵两种产品。因此在整个流程中合理的选择操作温度非常重要。本文以硝酸铵和氯化钾复分解法制取硝酸钾的生产过程(流程见图1)为研究对象, 探讨配料、氯化铵结晶、硝酸钾结晶等工序操作温度对生产过程的影响。

2 配料温度对生产过程的影响

按配料温度不同、配料过程分为高温配料和低温配料两种方法。高温法配料是将分离粗硝酸钾结晶后的母液加热到沸点(常压下约为 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$)、在沸点温度下配料。低温法配料是在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的母液中加入

原料、不需要加热, 反应结束后的温度为 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

2.1 配料温度对粗硝酸钾产量的影响

产品硝酸钾中的 K 来源于配料时所加的氯化钾, 在其它条件相同的情况下, 主要决定于氯化钾的溶解度。从工艺条件配料摩尔比为: $n(\text{KCl}) : n(\text{NH}_4\text{NO}_3) = 0.75 \sim 1.1$, 水与干盐(硝酸铵与氯化钾)的摩尔比为 4.23 较合理, 高温法配料完全能够做到。而低温法配料中受溶解度的限制做不到上述配比, 在相同条件下, 氯化钾要少加 $30 \sim 40\%$, 一次循环后得到的粗硝酸钾产量减少 $30 \sim 40\%$ 。

2.2 配料温度对操作时间的影响

生产硝酸钾的中小企业多采用间歇法操作, 其操作时间包括反应时间和加料、升温、降温、卸料、清洗等辅助时间。高温法虽然溶解、反应速率较快, 但溶解量也大。因此高温法和低温法操作时间的差别, 主要决定于升温 and 降温时间。它们跟加热和冷却的能力、设备结构、冷却结晶终点的温度等因素有关。在冷却结晶终点的温度为 $20 \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$, 采用 4 kg/cm^2 的蒸汽加热、水冷、蛇管式和夹套式换热器、换热面积等相同的条件下, 高温法从配料到粗硝酸钾结晶需要 6 小时左右、而低温法需要 2.5 小时左右, 高温法的操作时间是低温法的 2~3 倍。所以可以通过增加循环次数, 来提高低温法粗硝酸钾的产量。

收稿日期: 2001-05-14

作者简介: 赵启文(1968-), 讲师, 学士, 化学肥及化学反应工程。

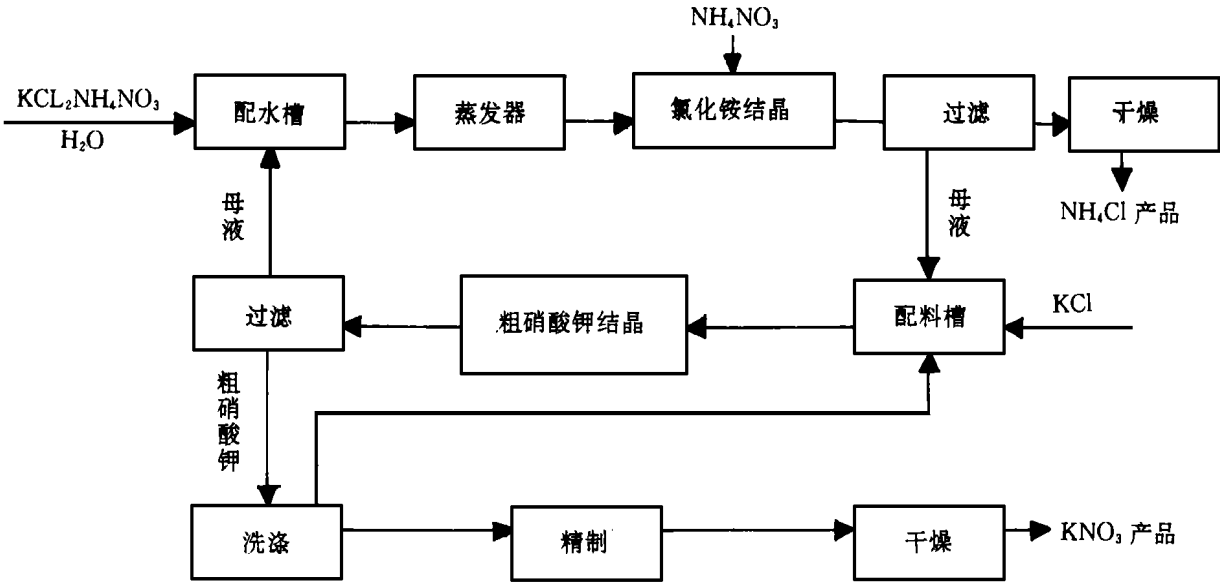


图 1 硝酸铵和氯化钾复分解法制取硝酸钾的工艺流程方框图

Fig. 1 Flowing chart of potassium nitrate production technique by ammonium nitrate and potassium chloride

3 温度对粗硝酸钾结晶的影响

硝酸钾产品最终是通过结晶获取的，晶核的形成速率、生长速度，以及最终晶体的粒度、形状、纯度等都要受到始末温度及降温速率的影响。在料液的饱和程度，冷却方式，粗硝酸钾冷却结晶终点温度等都相同的条件下，高温法冷却温差大、冷却结晶时间长，得到的粗硝酸钾晶体粒度大，有利于后工序的过滤、洗涤，从而提高产品的质量。在实际生产中为缩短冷却时间，高温法有的采用喷雾冷却塔，塔内物料迅速冷却、处在较高的过饱和度，物料由不稳定态快速结晶、生成大量晶核。由于晶核泛滥，同时与料液的接触时间极短(两者在塔内接触时间不到一分钟、降温达 40~50℃)，晶核不能发育成晶形完整的大晶体，所得粗硝酸钾晶体粒度比低温法还小，其结果相反。

4 氯化铵结晶终点温度

氯化铵结晶终点温度直接关系到氯化铵产量及钾的损失量，两者均随结晶终点温度的下降而长高。在蒸发后料液浓度为 62%、硝酸铵投料量为 2.7mol/dm³的条件下，析出氯化铵中的含钾量随温度下降先缓慢上升，当温度降至约 55℃后，显著增加，这是由于已进入硝酸钾的结晶区，硝酸钾与氯化

铵同时析出所致。而氯化铵在 80℃以上析出量较少，此后随温度的下降明显增加，60~55℃范围变化趋缓，低于 55℃后又显著增加，这显然是硝酸钾析出之故。由此可知，氯化铵结晶终点温度不低于 60℃为宜。

5 硝酸钾结晶终点温度

硝酸钾冷却结晶的终点温度、严重制约着硝酸钾的产量。图二为硝酸铵和氯化钾反应生产硝酸钾的反应体系、在不同温度下的溶解度多温相图。从图中可知，温度越低硝酸钾的结晶区越大，溶解度越小。也就是生产操作中硝酸钾冷却结晶的终点温度越低、硝酸钾的产量越大。但人工制冷成本太高，而工业生产中大多采用水冷。水冷要受到自然条件的限制，一般控制在 20~25℃，特别是在气温较高的夏季，结晶槽冷却温度达到 30℃左右时，冷却温度梯度变小，冷却速率急剧下降，每降 1℃所需时间和冷却水量增加很多。在 55~20℃范围内测定的硝酸钾产量与冷却结晶终点温度之间的关系如图三所示。从图中可以看出，硝酸钾大量析出的温度范围在 30~40℃。因而在生产中，可以考虑适当提高硝酸钾冷却结晶终点温度，以缩短冷却操作时间，通过增加循环次数来提高产量。

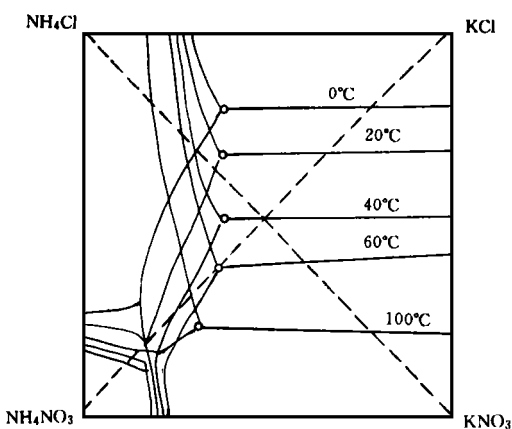


图 2 $\text{KCl} + \text{NH}_4\text{NO}_3 = \text{KNO}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$
体系的溶解度多温相图

Fig. 2 Solubility phase diagram of the system
 $\text{KCl} + \text{NH}_4\text{NO}_3 = \text{KNO}_3 + \text{NH}_4\text{Cl}$

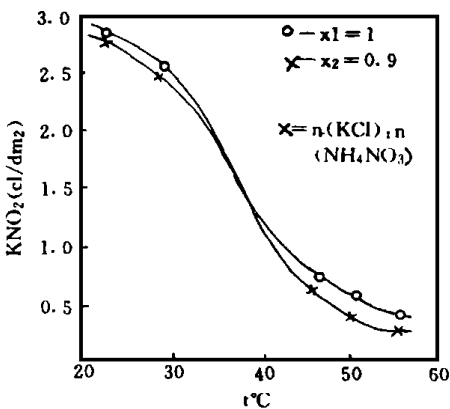


图 3 硝酸钾结晶终点
温度对产量的影响

Fig. 3 Effect of the final crystallization temperature
on production of potassium nitrate

6 小结

复分解法生产硝酸钾的工艺流程中,操作温度的高低对产品产量、质量影响很大。选择合理的操作温度,既要使每一次循环争取较大的产量,也要考虑缩短操作时间、增加循环次数,力求生产总的最佳化。

参考文献:

[1] 向建敏,贺小平,等.循环法生产硝酸钾的工艺研究[J].无机盐工业,1995,(3):7-12.

[2] 李天文,张天来,等.复分解法硝酸钾生产中的相图分析[J].盐湖盐与化工,2001,(2):7-11.

Effect of Temperature Production Process of the Potassium Nitrate by Metathetical Method

ZHAO Qi-wen

(Chemical Department of Qinghai University, Xining 810008, China)

Abstract: This paper discusses effects of operation temperature on yield· Quality and operation time in process of compound· Potassium nitrate and ammonium chloride crystallization ect· Which use ammonium nitrate and potash chloride to produce potassium nitrate with metathetical method·

Key words: Crude potassium nitrate; Temperature; Operation time