



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103663380 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 26

(21) 申请号 201310632961. X

(22) 申请日 2013. 12. 02

(71) 申请人 大连高佳化工有限公司

地址 116200 辽宁省大连市普湾新区松木岛
化工园区

(72) 发明人 邵文祖 陈传金 钟文田 卢丹

(51) Int. Cl.

C01B 11/14 (2006. 01)

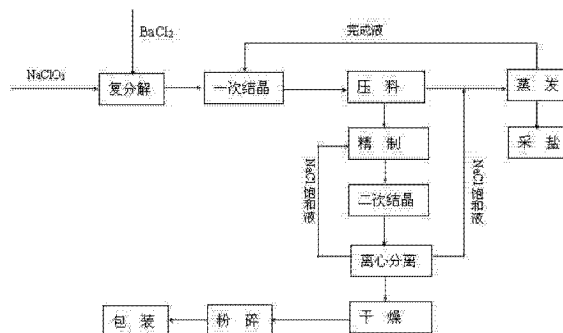
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种氯酸钡生产技术

(57) 摘要

本发明涉及到精细化工领域,具体涉及到一种氯酸钡生产技术,原料用一定浓度的氯酸钠溶液和固态氯化钡进行复分解反应,得到的反应产物进行结晶、压料、精制、离心分离、蒸发、干燥等工艺流程,每道工序都有时间和温度的严格控制。其有益效果为该技术的产产品纯度比国际同类产品高,技术成熟实用,且该生产技术没有三废的排放。



1. 一种氯酸钡生产技术,原料用氯酸钠溶液和固态氯化钡进行复分解反应,其特征在于,工艺流程如下:

(1)复分解工序,将氯酸钠溶液用泵打入计量罐经计量放入复分解反应罐,加热至 75—80℃时,按计算量加入固体氯化钡,同时开动压缩空气搅拌,在 100℃以上的温度条件下反应 40 分钟—1 小时,停止加热和搅拌,静置 10 分钟,由液下泵打入冷却釜冷却结晶,当温度降至 25℃时,停止冷却,进行压料分离,得到氯酸钡粗料,母液进地下贮存槽;

(2)精制工序,将氯酸钡饱和液或水打入精制罐后,加入复分解得到的氯酸钡粗料,同时加热搅拌,使物料全部溶化,测其溶液的比重达到 1.46—1.50 时,停止加热搅拌,静置 10 分钟,由液下泵将溶液送至沉降罐,静置沉降至 70℃时,撇氯酸钡清液至二次冷却结晶釜冷却结晶,温度降至 25℃时,停止冷却,进行离心分离,控制半成品氯化物含量小于 0.45%;

(3)蒸发工序,将精制工序的母液由泵打入计量罐,经计量后进入蒸发器进行减压蒸发,将母液浓缩,比例为 5:2,浓缩后氯化钠析出,经过采盐,完成液送冷却釜冷却结晶、压料分离,采出的盐中控制氯酸钡含量 $\leq 3\%$;

(4)干燥工序,将精制工序和蒸发工序得到的半成品氯酸钡用振筛机通风干燥,出口温度 $< 50^{\circ}\text{C}$,干燥后物料送粉碎机粉碎之后用铁桶包装,包装温度不得高于室温。

2. 根据权利要求 1 所述的一种氯酸钡生产技术,其特征在于,所述的复分解采用的氯酸钠溶液浓度为 630—680g/L。

一种氯酸钡生产技术

技术领域

[0001] 本发明属于精细化工领域,尤其涉及一种氯酸钡生产技术。

技术背景

[0002] 氯酸钡为无色单棱状结晶或白色粉末,作为一种氧化剂,主要用于分析试剂、焰火、绿色炸药、染料、媒染剂等行业。目前世界上生产氯酸钡的厂家并不多,只有美国阿莱德钡化学公司、英国 K`W 化学产品公司生产,以及日本有公司在生产,而在我国其工业化生产由于生产技术不成熟和市场开发等因素还尚属空白。

发明内容

[0003] 针对上述问题,研究开发出一种氯酸钡生产技术,填补了国内生产技术的空白。

[0004] 为实现以上目的,采用以下技术方案:

一种氯酸钡生产技术,原料用氯酸钠溶液和固态氯化钡进行复分解反应,其特征在于,工艺流程如下:

(1)复分解工序,将氯酸钠溶液用泵打入计量罐经计量放入复分解反应罐,加热至 75—80℃时,按计算量加入固体氯化钡,同时开动压缩空气搅拌,在 100℃以上的温度条件下反应 40 分钟—1 小时,停止加热和搅拌,静置 10 分钟,由液下泵打入冷却釜冷却结晶,当温度降至 25℃时,停止冷却,进行压料分离,得到氯酸钡粗料,母液进地下贮存槽;

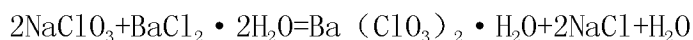
(2)精制工序,将氯酸钡饱和液或水打入精制罐后,加入复分解得到的氯酸钡粗料,同时加热搅拌,使物料全部溶化,测其溶液的比重达到 1.46—1.50 时,停止加热搅拌,静置 10 分钟,由液下泵将溶液送至沉降罐,静置沉降至 70℃时,撇氯酸钡清液至二次冷却结晶釜冷却结晶,温度降至 25℃时,停止冷却,进行离心分离,控制半成品氯化物含量小于 0.45%;

(3)蒸发工序,将精制工序的母液由泵打入计量罐,经计量后进入蒸发器进行减压蒸发,将母液浓缩,比例为 5:2,浓缩后氯化钠析出,经过采盐,完成液送冷却釜冷却结晶、压料分离,采出的盐中控制氯酸钡含量 $\leq 3\%$;

(4)干燥工序,将精制工序和蒸发工序得到的半成品氯酸钡用振筛机通风干燥,出口温度 $< 50^{\circ}\text{C}$,干燥后物料送粉碎机粉碎之后用铁桶包装,包装温度不得高于室温。

[0005] 所述的复分解采用的氯酸钠溶液浓度为 630—680g/L。

[0006] 工作依据的化学原理为:



本发明的有益效果:该技术的產品纯度比国际同类产品高,技术成熟实用,且该生产技术没有三废的排放。

附图说明

[0007] 图 1 为本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0008] 下面结合具体实施例来说明本发明的设计方案,所采用的原材料指标如下:

主要原材料指标

名称	指标名称	规格	备注
氯酸钠	纯度 (%) $\geq$	99.0	
	氯酸钾 (%) $\leq$	0.3	
	氯化钠 (%) $\leq$	0.06	
氯化钡	含量 (%) $\geq$	98.0	特级
	硫化物 (%) $\leq$	0.02	
	氯化钙 (%) $\leq$	0.1	
氢氧化钡	工业品		

用泵将蒸馏水打入溶化槽约为 4/5 处,开直接蒸汽加热,同时加入氯酸钠 1 吨,开压缩空气直接搅拌。再加入氢氧化钡 3g/L,当温度达到 70℃时,测比重,当温度达到 80℃以上停止加热和搅拌,用泵打入净化槽进行沉淀。将净化液打入压滤机,溶液流入精制槽得到精制液,此溶液供复分解反应用。

[0009] 用泵将 1m³ 精制氯酸钠溶液打入复分解反应罐内,氯酸钠溶液要求在 630—680g/L,打开直接蒸汽阀进行加热到 70℃—80℃时,向罐内均匀地加入氯化钡,使其充分反应,由液下泵打入冷却釜冷却结晶,当温度降至 25℃时,停止冷却,进行压料分离,得到氯酸钡粗料,母液进地下贮存槽。

[0010] 将粗料 500—550 公斤加入精制罐内,打入 0.6m³ 的氯酸钡饱和液,打开直接蒸发阀,加热精制,使物料全部溶化为止,测其比重达到 1.46—1.50 时,停止加热搅拌,静置 10 分钟,由液下泵将溶液送至沉降罐,静置沉降至 70℃时,撇氯酸钡清液至二次冷却结晶釜冷却结晶,温度降至 25℃时,停止冷却,进行离心分离。

[0011] 将精制工序的母液由泵打入计量罐,经计量后进入蒸发器进行减压蒸发,将母液浓缩,比例为 5:2,浓缩后氯化钠析出,经过采盐,完成液送冷却釜冷却结晶、压料分离。

[0012] 得到的样品氯酸钡进行粒度测试:

目数	>50	60	70	80	120	130	160	<200
%	31.20	19.25	17.70	12.75	9.95	5.00	2.60	1.62

从表中看,颗粒较粗,但通过镜下观察可以看出,粗颗粒多为粘结所致,并非原本结晶过粗的原因。从总体分布上看,60-160 目占总体的 67.25%。经粉碎后,100 目筛余物为 0.53%。

[0013] 氯酸钡堆积比重测试:取样品的料样,在烘干箱烘干后,采用 100ml 量筒和工业天平测定。结果为,粉碎前:d=1.457;粉碎后 d=1.575。

[0014] 样品的技术指标与国外同类产品比较:

项目	国外	样品
纯度[Ba (ClO ₃) ₂ ·H ₂ O]%	99.50	99.54
水分%	5.53	5.58
铁 (Fe) %	0.002	0.004
色相	0.01	0.01
细度 (100 目筛余物) %	11.54	0.53

从反应原理看,氯酸钠和氯化钡摩尔比为 2:1。但实际配比确定,要考虑某种物料过量,以确保反应完全。

[0015] 实施例 1

采用氯化钡过量,从氯化钡过量 10% 做到过量 2% 其对粗料的影响程度的影响如下表:

编 组 号	氯化钡过 量%	复分解组料 (%)		完成液组料 (%)		回收盐 (%)	
		NaCl	Ba (ClO ₃) ₂ ·H ₂ O	NaCl	Ba (ClO ₃) ₂ ·H ₂ O	NaCl	Ba (ClO ₃) ₂ ·H ₂ O
1	9.01	5.04	88.27	11.44	68.75	56.46	4.00
2	9.01	8.62	97.10	8.77	78.86	51.10	10.51
3	6.31	6.84	89.10	11.59	81.56	72.50	4.55
4	5.62	8.02	91.88	8.02	77.66	90.24	1.34
5	5.62	12.19	77.27	11.33	70.37	89.15	3.51
6	5.62	14.85	66.01	29.68	36.86	57.95	9.56
7	4.98	10.40	76.84	14.85	75.73	78.37	9.28
8	4.98	10.70	71.45	19.89	56.29	87.37	0.43
9	4.98	15.16	55.29	19.29	56.96	95.10	1.09
10	4.66	20.78	98.00	19.29	69.36	92.10	—
11	3.05	14.56	60.03	23.76	68.00	103.90	—
12	2.48	10.10	73.04	17.05	78.30	91.23	1.09
均	5.35	11.44	78.69	16.25	68.23	80.45	4.55

从表中数据看出,氯化钡过量不宜过高,对复分解粗料无不利影响,但对蒸发采盐不利。当液料中氯化钡含量过高时,直接影响到相图的变化,导致在蒸发过程中使相当部分的钡离子以氯化钡形式析出,影响了采盐的正常进行。

[0016] 实施例 2

将氯酸钠过量,从 10% 做到 5% 对粗料的影响程度的影响如下表:

编 组 号	氯化钠过 量%	复分解组料 (%)		完成液组料 (%)		回收盐 (%)	
		NaCl	Ba(ClO ₃) ₂ ·H ₂ O	NaCl	Ba(ClO ₃) ₂ ·H ₂ O	NaCl	Ba(ClO ₃) ₂ ·H ₂ O
1	11.59	19.62	81.74	16.05	75.38	84.39	4.00
2	11.19	10.91	77.90	17.33	78.93	91.08	2.93
3	10.97	8.62	83.82	14.21	83.13	89.19	2.62
4	10.84	16.55	65.49	19.53	71.37	80.21	5.96
5	10.71	10.98	72.79	17.62	74.12	93.99	2.49
6	10.03	11.55	76.65	17.84	78.85	82.89	4.96
7	9.88	11.26	79.95	16.50	90.59	93.17	5.02
8	6.76	3.76	88.45	10.10	87.46	87.15	5.07
9	5.55	9.45	72.96	17.75	74.17	90.97	2.33
10	5.34	3.60	86.10	13.33	81.37	83.24	4.91
11	5.22	11.55	85.36	16.65	81.03	68.05	3.86
12	4.90	13.08	69.46	17.28	72.96	77.63	2.68
均	8.58	10.92	78.37	16.16	79.19	85.00	3.89

从上表数据看出,氯酸钠过量对粗料影响不明显,但对蒸发回收盐的影响较为显著。

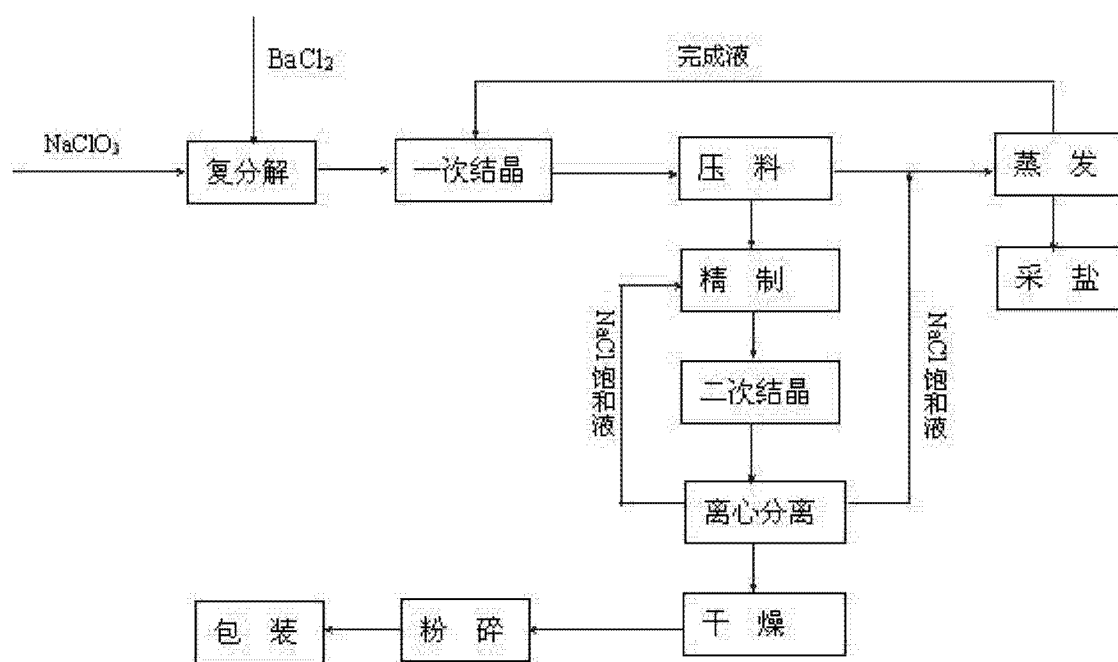


图 1