



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101759164 B

(45) 授权公告日 2011.08.10

(21) 申请号 200910273167.4

(22) 申请日 2009.12.09

(73) 专利权人 湖北兴福电子材料有限公司  
地址 443007 湖北省宜昌市猗亭区长江路  
29号-6 兴发精细化工园区

(72) 发明人 李国璋 李少平 苗刚 欧阳克银

(74) 专利代理机构 宜昌市三峡专利事务所  
42103

代理人 成钢

(51) Int. Cl.

C01B 25/027(2006.01)

(56) 对比文件

CN 1532140 A, 2004.09.29, 全文.

CN 1962420 A, 2007.05.16, 全文.

CN 1073659 A, 1993.06.30, 全文.

审查员 索大鹏

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

一种高纯黄磷生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种高纯黄磷生产方法,涉及一种黄磷生产方法,通过混合、硅藻土预涂敷、硅藻土预涂敷、过滤、酸洗和水洗的工艺过程获得高纯度黄磷,设备简单,投资小,见效快;黄磷回收率高,达到99%以上;产品纯度高,可达5~6N级。工艺简单,便于操作安全,利于工业化。

1. 一种高纯黄磷生产方法,其特征在于包括以下步骤:

先用氮气吹扫过滤器以制造惰性环境,水封,然后装热水到硅藻土贮罐,在硅藻土贮罐和过滤器之间维持热水循环 20 ~ 30 分钟,将过滤器预热后装 60 ~ 80°C 的热水到上物位并夹套保温,在硅藻土悬浮液槽中加入工业黄磷重量 0.15 ~ 0.28% 的硅藻土,搅拌后,用泵使硅藻土悬浮液在硅藻土贮罐的硅藻土悬浮液槽与过滤器之间循环 50 ~ 60 分钟,使硅藻土涂布在过滤器陶瓷过滤元件表面;

同时,将液态工业黄磷放入装有热水的夹套保温锅内,并加入粉末细度为 0.05 ~ 0.15mm、重量是工业黄磷重量 1.0 ~ 2.0% 活性炭,搅拌 100 ~ 120 分钟后,用泵打入已涂布硅藻土的过滤器中进行过滤;

过滤所得液态黄磷用泵打入装有浓度为 3 ~ 5% 硝酸溶液的带夹套热水保温的酸洗槽内洗涤,控制液态黄磷在硝酸液面以下 50 ~ 60cm 处喷出;

沉降在下部的液态黄磷放入分层槽后用泵打入盛有 60 ~ 80°C RO 热水的水洗槽内洗涤,控制液态黄磷在 RO 热水液面以下 50 ~ 60cm 处喷出,沉降放出得到 5 ~ 6N 级高纯黄磷。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高纯黄磷生产方法,其特征在于:所述的过滤器的滤芯是以刚玉砂或石英砂为主要材质的微孔陶瓷柱型滤管。

## 一种高纯黄磷生产方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种黄磷生产方法,特别是一种高纯黄磷生产方法。

### 背景技术

[0002] 黄磷是磷化工行业一种极重要的基础工业原料,主要用于化工、农药等多个领域。目前,生产高纯黄磷的方法很多,有用化学法和物理法生产高纯黄磷等,这些方法各具利弊,化学法和物理法生产高纯磷酸不安全并对设备腐蚀大,成本高不经济,用浓硫酸或浓硝酸生产危险性大,减压法生产的产品杂质含量高,尚未有一个比较满意的处理方法。长期以来,高纯黄磷生产一直是黄磷生产中的一个难题。

### 发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题是提供一种黄磷生产方法,可以以较简单的工艺,获得高纯黄磷。

[0004] 为解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:一种高纯黄磷生产方法,包括以下步骤:

[0005] 先用氮气吹扫过滤器以制造惰性环境,水封,然后装热水到硅藻土贮罐,在硅藻土贮罐和过滤器之间维持热水循环 20 ~ 30 分钟,将过滤器预热后装 60 ~ 80℃ 的热水到上物位并夹套保温,在硅藻土悬浮液槽中加入工业黄磷重量 0.15 ~ 0.28% 的硅藻土,搅拌 30 分钟后,用泵使硅藻土悬浮液在硅藻土悬浮液槽与过滤器之间循环 50 ~ 60 分钟,使硅藻土涂布在过滤器陶瓷过滤元件表面;

[0006] 同时,将液态工业黄磷放入装有热水的夹套保温锅内,并加入粉末细度为 0.05 ~ 0.15mm、重量是工业黄磷重量 1.0 ~ 2.0% 活性炭,搅拌 100 ~ 120 分钟后,用泵打入已涂布硅藻土的过滤器中进行过滤;

[0007] 过滤所得液态黄磷用泵打入装有浓度为 3 ~ 5% 硝酸溶液的带夹套热水保温的酸洗槽内洗涤,控制液态黄磷在硝酸液面以下 50 ~ 60cm 处喷出;

[0008] 沉降在下部的液态黄磷放入分层槽后用泵打入盛有 60 ~ 80℃ RO 热水的水洗槽内洗涤,控制液态黄磷在 RO 热水液面以下 50 ~ 60cm 处喷出,沉降放出得到 5 ~ 6N 级高纯黄磷。

[0009] 所述的过滤器的过滤元件 - 滤芯是以刚玉砂或石英砂为主要材质的微孔陶瓷柱型滤管。

[0010] 本发明的方法通过混合、硅藻土预涂敷、过滤、酸洗和水洗的工艺过程获得高纯度黄磷,设备简单,投资小,见效快;物理方法活性炭吸附、陶瓷过滤器过滤与化学方法稀硝酸酸洗相结合,使产品回收率为 90%,通过后继磷泥烧酸工序可以实现黄磷回收率达到 99% 以上;产品纯度高,可达 5 ~ 6N 级。工艺简单,便于操作安全,利于工业化。

[0011] 硅藻土涂覆主要在陶瓷过滤管外表面形成过滤层,便于黄磷过滤,避免黄磷过滤过程滤孔堵塞,导致过滤压力升高或不能正常过滤。微孔陶瓷柱型滤管便于黄磷从微米级

的滤孔中通过,将活性炭等大颗粒杂质拦截在滤柱壳外,达到过滤目的。

### 具体实施方式

[0012] 先用氮气吹扫过滤器以制造惰性环境,水封,然后装热水到硅藻土贮罐,在硅藻土贮罐和过滤器之间维持热水循环 20 ~ 30 分钟,将过滤器预热到 60 ~ 80℃后再装 60 ~ 80℃的热水到上物位。在硅藻土悬浮液中加入工业黄磷重量 0.15 ~ 0.28% 的硅藻土,搅拌 30 分钟后,用泵使硅藻土悬浮液在硅藻土悬浮液槽与过滤器之间循环 50 ~ 60 分钟,使硅藻土附在过滤器的过滤管上,为黄磷的过滤做好了准备。与此同时,先将液态工业黄磷放入装有热水的夹层保温锅内,并加入重量是工业黄磷重量 0.5 ~ 1.0% 粉末活性炭,搅拌 100 ~ 120 分钟后,用泵打入附有硅藻土的陶瓷过滤器进行过滤。过滤后的液态黄磷用泵打入装有浓度为 3 ~ 15%、重量为 250 ~ 300Kg 硝酸溶液的带夹套热水保温的酸洗槽内洗涤,沉降在下部的液态黄磷放入分层槽后用泵打入盛有 60 ~ 80℃ RO 热水的水洗槽内洗涤,即得 5 ~ 6N 级高纯黄磷。如此完成一个工艺过程,黄磷回收率在 90%,通过后继磷泥烧酸工序可以实现黄磷回收率达到 99% 以上。

[0013] 过滤器的过滤元件 - 滤芯是以刚玉砂或石英砂为主要材质的微孔陶瓷柱型滤管。