



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102757018 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 31

(21) 申请号 201210276366. 2

(22) 申请日 2012. 08. 06

(71) 申请人 福州大学

地址 350108 福建省福州市闽侯县上街镇大学城学园路 2 号福州大学新区

(72) 发明人 旷戈 谢文菊

(74) 专利代理机构 福州元创专利商标代理有限公司 35100

代理人 蔡学俊

(51) Int. Cl.

C01B 7/19 (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种萤石粉生产氟化氢的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种萤石粉生产氟化氢的方法,该方法为:将萤石粉与三氧化硫、水蒸汽在流化状态下反应,反应产生的气体经过降温除尘,清除高沸点杂质处理后,获得净化后的氟化氢气体。本发明可大大降低萤石粉生产氟化氢的能耗,反应过程不需要外界供热,并为放热反应,需要移出热量,反应器容积小,效率高,可以大大降低氟化氢的生产成本。

1. 一种萤石粉生产氟化氢的方法,其特征在于:将萤石粉与三氧化硫、水蒸汽在流化状态下反应,反应产生的气体经过降温除尘,清除高沸点杂质处理后,获得净化后的氟化氢气体。

2. 根据权利要求1所述的萤石粉生产氟化氢的方法,其特征在于:所述的萤石粉为酸级萤石粉,其中 CaF_2 含量 $\geq 60\%$, 颗粒大小 $\leq 0.15\text{mm}$, 萤石粉中 CaF_2 与三氧化硫的摩尔比为 1.2-0.7:1。

3. 根据权利要求1所述的萤石粉生产氟化氢的方法,其特征在于:所述的萤石粉为干燥的萤石粉或者是未干燥的含水湿萤石粉。

4. 根据权利要求1所述的萤石粉生产氟化氢的方法,其特征在于:三氧化硫以气体的形式进入有萤石粉的流化反应器,三氧化硫气体温度 $\leq 150^\circ\text{C}$ 。

5. 根据权利要求1所述的萤石粉生产氟化氢的方法,其特征在于:所述的水蒸汽由湿萤石粉经高温汽化产生、或者是液体水送入高温反应器后汽化产生,水蒸汽与三氧化硫的摩尔比为 2.5-0.8:1。

6. 根据权利要求5所述的萤石粉生产氟化氢的方法,其特征在于:反应器内的温度范围为 200°C - 350°C 。

一种萤石粉生产氟化氢的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工技术领域,具体涉及一种萤石粉生产氟化氢的方法。

背景技术

[0002] 氟化氢是氟化学工业最基础的原料,在有机和无机氟化物领域都有重要的应用,是制取元素氟、各种氟致冷剂、氟树脂、氟橡胶和各种含氟中间体及精细化学品的最基本原料。传统生产氟化氢的工艺都是将硫酸和萤石粉混合以浆状和糊状形式在回转窑中反应。该反应所需的热量是由窑外面的外部加热系统提供的。该反应的反应物是粘性的,特别容易粘在回转窑内壁上,因此热量很难渗透进去,所以需要供给大量的热,而且反应装置比较庞大。

[0003] 为提高反应器的传热效率以及消除液体硫酸与萤石粉反应易粘的问题,减少能耗,寻求新工艺迫在眉睫。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种萤石粉生产氟化氢的方法,本发明可大大降低萤石粉生产氟化氢的能耗,反应过程不需要外界供热,并为放热反应,需要移出热量,反应器体积小,效率高,可以大大降低氟化氢的生产成本。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

一种萤石粉生产氟化氢的方法,将萤石粉与三氧化硫、水蒸汽在流化状态下反应,反应产生的气体经过降温除尘,清除高沸点杂质处理后,获得净化后的氟化氢气体。

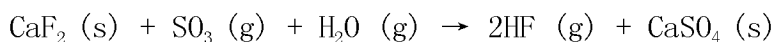
[0006] 所述的萤石粉为酸级萤石粉,其中 CaF_2 含量 $\geq 60\%$,颗粒大小 $\leq 0.15\text{mm}$,萤石粉中 CaF_2 与三氧化硫的摩尔比为 $1.2-0.7:1$ 。所述的萤石粉为干燥的萤石粉或者是未干燥的含水湿萤石粉。

[0007] 三氧化硫以气体的形式进入有萤石粉的流化反应器,三氧化硫气体温度 $\leq 150^\circ\text{C}$ 。

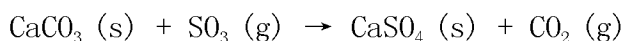
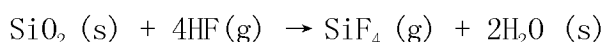
[0008] 所述的水蒸汽由湿萤石粉经高温汽化产生、或者是液体水送入高温反应器后汽化产生,水蒸汽与三氧化硫的摩尔比为 $2.5-0.8:1$ 。反应器内的温度范围为 $200^\circ\text{C}-350^\circ\text{C}$ 。

[0009] 本发明涉及的反应如下:

主反应



副反应



本发明的有益效果:

(1) 该工艺为气固反应,反应极其迅速,反应效率高。

[0010] (2) 该工艺为气固反应,在流化床反应器中进行,相对于传统的庞大的回转炉反应器,装置极其紧凑,同等规模反应设备大小不及回转窑的 5%。

[0011] (3) 该工艺过程为放热反应,不需外部加热,大大降低了能耗,降低了生产成本。

附图说明

[0012] 图 1 为本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0013] 一种萤石粉生产氟化氢的工艺的步骤为:

将萤石粉与三氧化硫、水蒸汽在流化状态下反应,反应产生的气体经过降温除尘等清除高沸点杂质处理后,获得净化后的氟化氢气体。

[0014] 所述的萤石粉为酸级萤石粉,其中的 CaF_2 含量 $\geq 60\%$,颗粒大小为 $\leq 0.15\text{mm}$,为干燥的萤石粉或者是未干燥的含水湿萤石粉,加入到流化反应器中进行反应,萤石粉中 CaF_2 与三氧化硫的摩尔比为 $(1.2-0.7):1$ 。

[0015] 所述的三氧化硫以气体的形式进入有萤石粉的流化反应器,三氧化硫气体温度 $\leq 150^\circ\text{C}$ 。

[0016] 所述的反应器中的水蒸气由湿萤石粉进料带入后由于反应器高温汽化产生、或者是进入液体水送入高温反应器后汽化产生,进入的水量与三氧化硫的摩尔比为 $(2.5-0.8):1$,水进入反应器后将与三氧化硫反应形成硫酸后再与萤石粉反应获得氟化氢气体。

[0017] 所述的反应器为流化态的气固反应器,气体为通入的三氧化硫、水蒸汽、空气、和反应产生的氟化氢气体等,固体为萤石粉以及反应产生的硫酸钙粉,反应器内控制的温度范围为 $:200^\circ\text{C} - 350^\circ\text{C}$,反应过程为放热反应过程,不需要外界供给热量,多余的反应热通过反应器内的换热装置移出。

[0018] 实施例 1

三氧化硫气体进入流化反应器的温度为 50°C ,液体水喷入流化床反应器,水量与三氧化硫的摩尔比为 $:2.5:1$,萤石粉颗粒的平均直径为 0.15mm , CaF_2 含量 90% ,加入到反应器中,萤石粉中 CaF_2 与三氧化硫的摩尔比为 $0.7:1$,反应器反应过程需要移出热量,控制反应器内的温度范围为 $:200^\circ\text{C}$,反应产生气体经过除尘降温除高沸点杂质后,获得纯度 90% 以上的氟化氢气体。

[0019] 实施例 2

三氧化硫气体进入流化反应器的温度为 80°C ,液体水以湿萤石粉带水的形式带入流化床反应器,水量与三氧化硫的摩尔比为 $:0.8:1$,萤石粉颗粒的平均直径为 0.1mm , CaF_2 含量 95% ,加入到反应器中,萤石粉中 CaF_2 与三氧化硫的摩尔比为 $1.0:1$,反应器反应过程需要移出热量,控制反应器内的温度范围为 $:250^\circ\text{C}$,反应产生气体经过除尘降温除高沸点杂质后,获得氟化氢气体。

[0020] 实施例 3

三氧化硫气体进入流化反应器的温度为 40°C ,液体水喷入流化床反应器,水量与三氧化硫的摩尔比为 $:2.0:1$,萤石粉颗粒的平均直径为 0.05mm , CaF_2 含量 60% ,加入到反应器中,萤石粉中 CaF_2 与三氧化硫的摩尔比为 $1.1:1$,反应器反应过程需要移出热量,控制反应器内的温度范围为 $:300^\circ\text{C}$,反应产生气体经过除尘降温除高沸点杂质后,获得氟化氢气体。

[0021] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,凡依本发明申请专利范围所做的均等变化与修饰,皆应属本发明的涵盖范围。

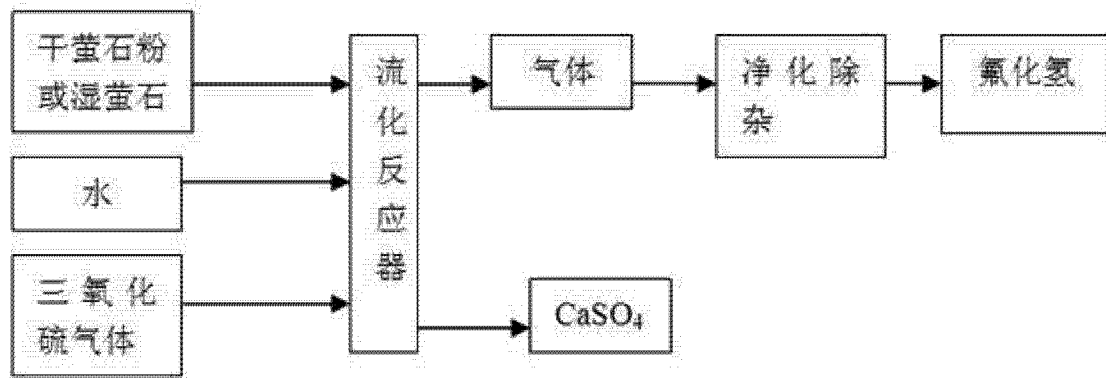


图 1