



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106831402 A

(43)申请公布日 2017.06.13

(21)申请号 201611211401.7

(22)申请日 2016.12.24

(71)申请人 句容亿格纳米材料厂

地址 212400 江苏省镇江市句容市白兔镇
后庄村

(72)发明人 潘峥嵘

(74)专利代理机构 南京申云知识产权代理事务
所(普通合伙) 32274

代理人 高春涛

(51) Int. Cl.

C07C 51/42(2006.01)

C07C 59/265(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种柠檬酸钠的精制方法

(57)摘要

本发明公开了一种柠檬酸钠的精制方法,该方法包括如下步骤:(1)将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;(2)在与步骤(1)同样的压力条件下进行过滤,缓慢减压冷却结晶;(3)固液分离,得到固体物;(4)将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,得到二水合柠檬酸钠成品。本发明具有以下优点:生产过程易控制,操作流程简单,采用该方法制备的柠檬酸钠纯度高,得率高,色泽洁白,杂质少,产品质量稳定。

1. 一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,该方法包括如下步骤:
 - (1) 将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;
 - (2) 在与步骤(1)同样的压力条件下进行过滤,缓慢减压冷却结晶;
 - (3) 固液分离,得到固体物;
 - (4) 将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,得到二水合柠檬酸钠成品。
2. 根据权利要求1所述的一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,所述二水合柠檬酸钠粗品与水的质量比为10~12:1。
3. 根据权利要求1所述的一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,所述水为去离子水。
4. 根据权利要求1所述的一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,步骤(1)中,压力为1~2MPa。
5. 根据权利要求1所述的一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,步骤(1)中,温度为60~80℃。
6. 根据权利要求1所述的一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,步骤(2)中,缓慢减压的步骤为:按照每小时减0.01~0.02MPa。
7. 根据权利要求1所述的一种柠檬酸钠的精制方法,其特征在于,步骤(4)中,干燥的真空度为-0.09~-0.08MPa,温度50~70℃,干燥时间为3~6h。

一种柠檬酸钠的精制方法

技术领域

[0001] 本发明是一种化学品的提纯方法,具体说是一种柠檬酸钠的精制方法。

背景技术

[0002] 柠檬酸钠二水合物呈白色粉末状,用作食品添加剂,电镀工业用络合剂、缓冲剂,医药工业用于制造抗凝血药,轻工业用作洗涤剂的助剂等。常温及空气中稳定,在湿空气中微有溶解性,在热空气中产生风化现象。加热至150℃失去结晶水。为了得到纯度高的柠檬酸钠,通常的做法是溶解、过滤、脱色、常温常压浓缩,结晶、干燥;但是所得到的产物颜色发黄,这对于产品的质量大打折扣,而且得率低并产生大量母液,如果母液回用,会造成成品进一步发黄,如果母液不回用,又会浪费原材料,产生大量的有机废液,污染环境。在《盐城工学院学报》2010年03月底23卷第1期中一篇关于《柠檬酸钠的应用与制备方法研究》一文中指出,柠檬酸钠具有水溶性好,对水中的钙离子、镁离子等金属离子具有优良的螯合能力;而且在柠檬酸钠投料结束时,反应液的pH值必须控制在10.0以上;对于浓缩前溶液pH值的调整中,实验表明,浓缩蒸馏前溶液的pH值直接影响产品质量,然后溶液pH值随着蒸馏的进行不断变化,很难控制,结晶得到的产品酸碱度极不稳定,因此调控pH值是比较关键的一步。对于脱色步骤中所采用的脱色剂活性炭的用量也是严格控制的,否则得到的产品颜色为浅黄色或微黄色。

发明内容

[0003] 为了克服现有技术的不足,本发明的目的在于提供一种操作简单、色泽洁白、的率高的柠檬酸钠的精制方法。

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:一种柠檬酸钠的精制方法,该方法包括如下步骤:

- (1) 将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;
- (2) 在与步骤(1)同样的压力条件下进行过滤,缓慢减压冷却结晶;
- (3) 固液分离,得到固体物;
- (4) 将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,得到二水合柠檬酸钠成品。

[0005] 进一步地,所述二水合柠檬酸钠粗品与水的质量比为10~12:1,所述水为去离子水。采用去离子水,可以减少最终产物中的杂质离子。

[0006] 进一步地,步骤(1)中,压力为1~2MPa。

[0007] 进一步地,步骤(1)中,温度为60~80℃。

[0008] 进一步地,步骤(2)中,缓慢减压的步骤为:按照每小时减0.01~0.02MPa。

[0009] 进一步地,步骤(4)中,干燥的真空度为-0.09~-0.08MPa,温度50~70℃,干燥时间为3~6h。

[0010] 有益效果:与现有技术相比,本发明具有以下优点:生产过程易控制,操作流程简单,采用该方法制备的柠檬酸钠纯度高,得率高,色泽洁白,杂质少,产品质量稳定,废液量

少。

具体实施方式

[0011] 下面通过具体的实施例对本发明进一步说明,应当指出,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干变型和改进,这些也应视为属于本发明的保护范围。

[0012] 实施例1:一种柠檬酸钠的精制方法,该方法包括如下步骤:

(1)将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;其中,二水合柠檬酸钠粗品与水的质量比为10:1,所述水为去离子水;压力为1MPa,温度为60℃;

(2)在与步骤(1)同样的压力温度条件下用袋式过滤机过滤,然后再缓慢减压冷却结晶;缓慢减压的步骤为:按照每小时减0.02MPa;

(3)减至常压后,固液分离,得到固体物;

(4)将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,干燥的真空度为-0.08MPa,温度70℃,干燥时间为6h;得到二水合柠檬酸钠成品,得率87.4%。

[0013] 将二水合柠檬酸钠成品经GB6782-86的检测方法检测后,其含量为99.95%;色泽洁白,成品呈结晶状粉末。

[0014] 实施例2:一种柠檬酸钠的精制方法,该方法包括如下步骤:

(1)将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;其中,二水合柠檬酸钠粗品与水的质量比为12:1,所述水为去离子水;压力为2MPa,温度为80℃;

(2)在与步骤(1)同样的压力温度条件下进行用袋式过滤机过滤,然后再缓慢减压冷却结晶;缓慢减压的步骤为:按照每小时减0.01MPa;

(3)减至常压后,固液分离,得到固体物;

(4)将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,干燥的真空度为-0.09MPa,温度50℃,干燥时间为3h;得到二水合柠檬酸钠成品,得率93.2%。

[0015] 将二水合柠檬酸钠成品经GB6782-86的检测方法检测后,其含量为99.93%;色泽洁白,成品呈结晶状。

[0016] 实施例3:一种柠檬酸钠的精制方法,该方法包括如下步骤:

(1)将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;其中,二水合柠檬酸钠粗品与水的质量比为11:1,所述水为去离子水;压力为1.5MPa,温度为70℃;

(2)在与步骤(1)同样的压力温度条件下进行用袋式过滤机过滤,然后再缓慢减压冷却结晶;缓慢减压的步骤为:按照每小时减0.015MPa;

(3)减至常压后,固液分离,得到固体物;

(4)将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,干燥的真空度为-0.083MPa,温度60℃,干燥时间为5h;得到二水合柠檬酸钠成品,得率91.8%。

[0017] 将二水合柠檬酸钠成品经GB6782-86的检测方法检测后,其含量为99.97%;色泽洁白,成品呈结晶状。

[0018] 实施例4:一种柠檬酸钠的精制方法,该方法包括如下步骤:

(1)将二水合柠檬酸钠粗品用少量水进行加压加温溶解,得到柠檬酸钠水溶液;其中,

二水合柠檬酸钠粗品与水的质量比为10.8:1,所述水为去离子水;压力为1.3MPa,温度为65℃;

(2)在与步骤(1)同样的压力温度条件下进行用袋式过滤器过滤,然后再缓慢减压冷却结晶;缓慢减压的步骤为:按照每小时减0.012MPa;

(3)减至常压后,固液分离,得到固体物;

(4)将固体物送入真空旋转干燥器中进行干燥,干燥的真空度为-0.088MPa,温度60℃,干燥时间为4h;得到二水合柠檬酸钠成品,得率90.6%。

[0019] 将二水合柠檬酸钠成品经GB6782-86的检测方法检测后,其含量为99.96%;色泽洁白,成品呈结晶状。