



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116534800 A

(43) 申请公布日 2023. 08. 04

(21) 申请号 202310364423.0

(22) 申请日 2023.04.07

(71) 申请人 中船(邯郸)派瑞特种气体股份有限公司

地址 057550 河北省邯郸市肥乡区化工工业聚集区纬五路1号(经营场所:纬五路1号、世纪大街6号)

(72) 发明人 郝少杰 李绍波 商洪涛 郭君 李国伟 姚刚

(74) 专利代理机构 石家庄新世纪专利商标事务所有限公司 13100

专利代理师 张晓佩

(51) Int. Cl.

C01B 7/24 (2006.01)

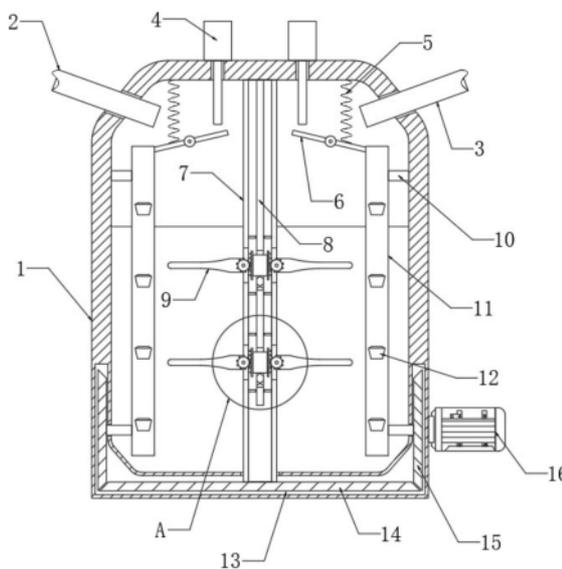
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

一种粗碘制备高纯一氯化碘装置及工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺,包括以下制备步骤:S1、输入粗碘;S2、通入氯气;S3、吸收多余氯气;S4、过滤分离。本发明还公开了一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,包括反应釜,所述反应釜上设有进气管与进料管,所述反应釜内转动设有搅拌轴,且所述搅拌轴中空设置,所述反应釜内顶部固定连接有用往复丝杠,且所述往复丝杠转动设置在搅拌轴内部,所述往复丝杠上设有两处往复螺纹段。本发明通过改善工艺条件及设备,能够充分的将粗碘制备高纯一氯化碘工艺的有效反应时间大大缩短,从现有技术中的8-10小时缩短到1-5小时以内,同时制得的一氯化碘纯度含量高,符合现代工艺生产要求。



1. 一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,包括反应釜(1),所述反应釜(1)上设有进气管(2)与进料管(3),其特征在于,所述反应釜(1)内转动设有搅拌轴(7),且所述搅拌轴(7)中空设置,所述反应釜(1)内顶部固定连接有往复丝杠(8),且所述往复丝杠(8)转动设置在搅拌轴(7)内部,所述往复丝杠(8)上设有两处往复螺纹段,且每个往复螺纹段上均螺纹连接有丝杠螺母(18),所述搅拌轴(7)两侧均开设有摆动槽(20),所述摆动槽(20)内转动连接有搅拌叶(9),且所述搅拌叶(9)侧壁上固定连接有用齿轮(21),所述丝杠螺母(18)的两侧均固定连接有用齿条(19),且所述齿条(19)与齿轮(21)啮合,所述搅拌轴(7)内设有多个密封板(17),且每两个相邻的密封板(17)设置在丝杠螺母(18)上下两侧,所述往复丝杠(8)密封贯穿密封板(17)。

2. 根据权利要求1所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,其特征在于,所述反应釜(1)两侧内壁上分别转动连接有两个传动辊(10),且两个相邻传动辊(10)通过传动带(11)连接,所述传动带(11)的侧壁上固定设有多个料斗(12),且多个所述料斗(12)在传动带(11)上等间距分布,所述反应釜(1)的侧壁开设有驱动槽(13),所述驱动槽(13)内安装有使传动辊(10)转动的转动装置。

3. 根据权利要求2所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,其特征在于,所述转动装置包括转动连接在驱动槽(13)内底部的第一锥齿轮(14),所述驱动槽(13)内还转动连接有两个第二锥齿轮(15),两个所述第二锥齿轮(15)均与第一锥齿轮(14)啮合,各所述第二锥齿轮(15)与相邻的传动辊(10)通过转轴固定连接,所述反应釜(1)的侧壁固定安装有驱动电机(16),所述驱动电机(16)的输出轴与第二锥齿轮(15)固定连接。

4. 根据权利要求3所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,其特征在于,所述反应釜(1)内壁上还转动连接有两个振动板(6),所述振动板(6)通过弹簧(5)连接在反应釜(1)内顶部,所述反应釜(1)上端固定安装有伸缩气缸(4),所述伸缩气缸(4)的伸缩端密封贯穿反应釜(1)内顶部并延伸至其内。

5. 根据权利要求4所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,其特征在于,所述振动板(6)与反应釜(1)的转动连接处位于振动板(6)的中心位置,且所述弹簧(5)与伸缩气缸(4)的伸缩端分别设置在振动板(6)两侧。

6. 一种利用权利要求1-5任一项所述粗碘制备高纯一氯化碘装置的工艺,其特征在于,包括以下制备步骤:

S1、将粗碘原料输入至反应容器内,并保证温度在35℃—55℃之间;

S2、氯气:粗碘摩尔比1-1.2:1,向反应容器通入氯气,同时进行搅拌,迫使粗碘与氯气混合均匀,反应及搅拌时间为1-5小时;

S3、吸收多余氯气,将反应容器内气体抽至吸收容器内,利用碱液吸收多余氯气;

S4、过滤分离,将得到的混合反应产物过滤分离后,收集液态的一氯化碘。

7. 根据权利要求6所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺,其特征在于,所述步骤S1中,采用的粗碘原料需保证干净无杂质,同时投料温度为45℃。

8. 根据权利要求7所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺,其特征在于,步骤S2中,氯气:粗碘摩尔比为1.05:1,搅拌时间2.5小时。

9. 根据权利要求7所述的一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺,其特征在于,所述步骤S3中,吸收氯气的碱液采用氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的质量浓度为2%-5%。

一种粗碘制备高纯一氯化碘装置及工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及化工技术领域,尤其涉及一种粗碘制备高纯一氯化碘装置及工艺。

背景技术

[0002] 一氯化碘是一种重要的基础化工原料,可作为碘化试剂,作为苯环上的碘代,当代制备工艺过程中,一般采用粗碘作为生产原料,并通入氯气进行反应即可得到一氯化碘产物。

[0003] 而在目前一氯化碘制备的工艺流程中,需要在通入氯气后,在启动反应容器内的搅拌装置,以使反应物充分混合完全。这种加工方式效率较低,原因如下:由于搅拌装置的叶片在转动过程中,各层高度的叶片只能搅动每一层的粗碘原料,而氯气大部分都处于粗碘原料上方,因此氯气难以与下侧的粗碘原料接触并反应,故在目前的设备及工艺条件下,一般需要8-10小时才能反应完全,反应时间长效率低下。据此,本申请提出一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺及装置。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提出的一种反应效率高的粗碘制备高纯一氯化碘装置及工艺。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用了如下技术方案:

[0006] 本发明提出了一种粗碘制备高纯一氯化碘装置,包括反应釜,所述反应釜上设有进气管与进料管,所述反应釜内转动设有搅拌轴,且所述搅拌轴中空设置,所述反应釜内顶部固定连接有待复丝杠,且所述待复丝杠转动设置在搅拌轴内部,所述待复丝杠上设有两处待复螺纹段,且每个待复螺纹段上均螺纹连接有丝杠螺母,所述搅拌轴两侧均开设有摆动槽,所述摆动槽内转动连接有搅拌叶,且所述搅拌叶片侧壁上固定连接有齿轮,所述丝杠螺母的两侧均固定连接有齿条,且所述齿条与齿轮啮合,所述搅拌轴内设有多个密封板,且每两个相邻的密封板设置在丝杠螺母上下两侧,所述待复丝杠密封贯穿密封板。

[0007] 优选地,所述反应釜两侧内壁上分别转动连接有两个传动辊,且两个相邻传动辊通过传动带连接,所述传动带的侧壁上固定设有多个料斗,且多个所述料斗在传动带上等间距分布,所述反应釜的侧壁开设有驱动槽,所述驱动槽内安装有使传动辊转动的转动装置。

[0008] 优选地,所述转动装置包括转动连接在驱动槽内底部的第一锥齿轮,所述驱动槽内还转动连接有两个第二锥齿轮,两个所述第二锥齿轮均与第一锥齿轮啮合,各所述第二锥齿轮与相邻的传动辊通过转轴固定连接,所述反应釜的侧壁固定安装有驱动电机,所述驱动电机的输出轴与第二锥齿轮固定连接。

[0009] 优选地,所述反应釜内壁上还转动连接有两个振动板,所述振动板通过弹簧连接在反应釜内顶部,所述反应釜上端固定安装有伸缩气缸,所述伸缩气缸的伸缩端密封贯穿反应釜内顶部并延伸至其内。

[0010] 优选地,所述振动板与反应釜的转动连接处位于振动板的中心位置,且所述弹簧

与伸缩气缸的伸缩端分别设置在振动板两侧。

[0011] 本发明还提供一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺,包括以下制备步骤:

[0012] S1、输入粗碘,将粗碘原料按需要生产的计量输入至反应容器内,并保证温度在35℃—55℃之间;

[0013] S2、通入氯气,根据生产计量(氯气:碘摩尔比=1-1.2:1),向反应容器通入氯气,同时进行搅拌,迫使粗碘与氯气混合均匀,反应及搅拌时间为1-5小时;

[0014] S3、吸收多余氯气,将反应容器内气体抽至吸收容器内,利用碱液吸收多余氯气;

[0015] S4、过滤分离,将得到的混合反应产物过滤分离后,可收集液态的一氯化碘。

[0016] 优选地,所述步骤S1中,采用的粗碘原料需保证干净无杂质,避免有机物杂质混入,同时优选投料温度为45℃,防止碘升华。

[0017] 优选地,所属步骤S2中,化学计量数(氯气:碘摩尔比=1.05:1),搅拌时间2.5小时。

[0018] 优选地,所述步骤S3中,吸收氯气的碱液可采用氢氧化钠溶液,所述氢氧化钠溶液的质量浓度为2%-5%。

[0019] 本发明具有以下有益效果:

[0020] 1、通过设置往复丝杠、丝杠螺母、齿条及齿轮等部件,可在搅拌轴带动搅拌叶转动过程中,还能够使得搅拌叶上下摆动,如此能够促使反应釜内各层粗碘原料能够上下流动、换位,如此可不断将下层粗碘原料翻动至上层,大大提高了氯气与粗碘原料的反应效率。

[0021] 2、通过设置传动辊、传动带及料斗,能够在本装置的运行过程中,通过传动带不断运转,利用传动带上的料斗不断将反应釜内部各处粗碘原料翻动至反应釜内顶部,并在较高位置洒下,一方面,提高反应釜各处的粗碘原料与氯气的反应效率,另一方面,也能够增大粗碘原料与氯气的接触面积,进一步加快反应速度;

[0022] 3、通过设置振动板,能够在伸缩气缸及弹簧的共同作用下,持续作用于料斗上,既能够将料斗内的粗碘原料倾倒完全,同时也增大粗碘原料的抛洒面积以加快反应效率。

附图说明

[0023] 图1为本发明提出的一种粗碘制备高纯一氯化碘装置的结构示意图;

[0024] 图2为图1中的A处结构放大示意图;

[0025] 图3为一种粗碘制备高纯一氯化碘装置的传动辊、传动带、料斗、振动板及弹簧的侧面结构示意图。

[0026] 图中:1反应釜、2进气管、3进料管、4伸缩气缸、5弹簧、6振动板、7搅拌轴、8往复丝杠、9搅拌叶、10传动辊、11传动带、12料斗、13驱动槽、14第一锥齿轮、15第二锥齿轮、16驱动电机、17密封板、18丝杠螺母、19齿条、20摆动槽、21齿轮。

具体实施方式

[0027] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。

[0028] 一种粗碘制备高纯一氯化碘工艺,包括以下制备步骤:

[0029] S1、输入粗碘,将粗碘原料按需要生产的计量输入至反应容器内,并保证温度在35

℃—55℃之间；

[0030] S2、通入氯气，根据生产计量(氯气:碘=1-1.2:1)，向反应容器通入氯气，同时进行搅拌，迫使粗碘与氯气混合均匀，反应及搅拌时间为1-5小时；

[0031] S3、吸收多余氯气，将反应容器内气体抽至吸收容器内，利用碱液吸收多余氯气；吸收氯气的碱液可采用氢氧化钠溶液，所述氢氧化钠溶液的质量浓度为2%-5%。

[0032] S4、过滤分离，将得到的混合反应产物过滤分离后，可收集液态的一氯化碘。

[0033] 通过改变反应条件，可获得以下实施例：

[0034] 实施例一：投入氯气、粗碘原料计量比为1:1，投料温度55℃，则6小时充分反应完全，获得含量为99.82%的一氯化碘；

[0035] 实施例二：投入氯气、粗碘原料计量比为1.1:1，投料温度35℃，则3小时充分反应完全，获得含量为99.90%的一氯化碘；

[0036] 实施例三：投入氯气、粗碘原料计量比为1.2:1，投料温度45℃，则1小时充分反应完全，获得含量为99.78%的一氯化碘；

[0037] 实施例四：投入氯气、粗碘原料计量比为1.05:1，投料温度45℃，则2.5小时充分反应完全，获得含量为99.95%的一氯化碘；

[0038] 所得结果见下表：

序号	化学计量比 氯气:碘	温度/℃	时间/h	一氯化碘含量/%
[0039]	1:1	55	5	99.82
	1.1:1	35	3	99.90
[0040]	1.2:1	45	1	99.78
	1.05:1	45	2.5	99.95

[0041] 表1:不同反应条件下制得一氯化碘表

[0042] 综上，本发明通过改善工艺条件及设备，能够充分的将粗碘制备高纯一氯化碘工艺的有效反应时间大大缩短，从现有技术中的8-10小时缩短到1-5小时以内，同时制得的一氯化碘纯度含量高，符合现代工艺生产要求。

[0043] 参照图1-图3，本发明还提出了一种粗碘制备高纯一氯化碘装置，包括反应釜1，反应釜1上设有进气管2与进料管3，反应釜1内转动设有搅拌轴7，且搅拌轴7中空设置，反应釜1内顶部固定连接往复丝杠8，且往复丝杠8转动设置在搅拌轴7内部，往复丝杠8上设有两处往复螺纹段，且每个往复螺纹段上均螺纹连接有丝杠螺母18，具体的，参照图1及图2，往复丝杠8的螺纹段之间设有一定间距，其余部分为光杆，可有效限制丝杠螺母18行程。

[0044] 搅拌轴7两侧均开设有摆动槽20，摆动槽20内转动连接有搅拌叶9，且搅拌叶片0侧壁上固定连接齿轮21，丝杠螺母18的两侧均固定连接齿条19，且齿条19与齿轮21啮合，

搅拌轴7内设有多密封板17,且每两个相邻的密封板17设置在丝杠螺母18上下两侧,往复丝杠8密封贯穿密封板17。需要说明的是,通过设置密封板17,可对中空的搅拌轴7进行阻隔,使得反应的产物或原料只残留在裸露在外的、两密封板17之间的区域,在后期清洗时只需清洗两密封板17之间裸露区域即可,如此可大大降低清洗难度。

[0045] 反应釜1两侧内壁上分别转动连接有两个传动辊10,且两个相邻传动辊10通过传动带11连接,传动带11的侧壁上固定设有多个料斗12,且多个料斗12在传动带11上等间距分布,反应釜1的侧壁开设有驱动槽13,驱动槽13内安装有使传动辊10转动的转动装置。

[0046] 转动装置包括转动连接在驱动槽13内底部的第一锥齿轮14,驱动槽13内还转动连接有两个第二锥齿轮15,两个第二锥齿轮15均与第一锥齿轮14啮合,各第二锥齿轮15与相邻的传动辊10通过转轴固定连接,反应釜1的侧壁固定安装有驱动电机16,驱动电机16的输出轴与第二锥齿轮15固定连接。

[0047] 反应釜1内壁上还转动连接有两个振动板6,振动板6通过弹簧5连接在反应釜1内顶部,反应釜1上端固定安装有伸缩气缸4,伸缩气缸4的伸缩端密封贯穿反应釜1内顶部并延伸至其内。振动板6与反应釜1的转动连接处位于振动板6的中心位置,且弹簧5与伸缩气缸4的伸缩端分别设置在振动板6两侧。需要说明的是,由于每两个相邻的料斗12之间的间距固定,如此通过设定伸缩气缸4的伸缩间隔周期,可保证:当伸缩气缸4伸缩端下移,并推动振动板6偏转时,则振动板6靠近传动带11的一端翘起,如此可使振动板6该侧远离传动带11,则传动带11上的料斗12能够顺利翻过上侧传动辊10,而不受振动板6阻挡,而伸缩气缸4伸缩端上移时,则弹簧5推动振动板6偏转时,则振动板6靠近传动带11的一端向下运动,如此可刚好敲击一次翻过的料斗12,以促使其内的粗碘原料抛洒掉落。

[0048] 上述装置在使用过程中,可通过进气管2向反应釜1内通入氯气,并通过进料管3向反应釜1内输送粗碘原料。启动驱动电机16,驱动电机16可带动第二锥齿轮15转动,如此将使与第二锥齿轮15啮合的第一锥齿轮14转动,进而带动搅拌轴7持续转动。而搅拌轴7转动时,则其上的搅拌叶9也随之转动,而搅拌叶9上的齿轮21与齿条19咬合在一起,同时齿条19固定在丝杠螺母18上,因此能够带动丝杠螺母18在往复丝杠8上转动,如此将使得丝杠螺母18发生上下往复移动,而丝杠螺母18上下移动过程中,能够通过齿条19使得两侧的齿轮21发生上下反向的往复转动,从而使得搅拌叶9发生上下摆动,与传动反应容器的搅拌装置相比,本发明中的搅拌叶9在随搅拌轴7转动过程中,还能发生上下方向的摆动,如此能够促使反应釜1内各层粗碘原料能够上下流动、换位,如此可不断将下层粗碘原料翻动至上层,大大提高了氯气与粗碘原料的反应效率。

[0049] 进一步的,第二锥齿轮15在转动时还能带动传动辊10持续转动,而传动辊10在转动时能够使得传动带11持续运转。以图1为例,传动带11在运转过程中,其上的料斗12能够不断将反应釜1内的各处粗碘原料输送至反应釜1内顶部,并在翻过上侧的传动辊10时,料斗12的朝向颠倒过来(如图3所示),因此能够将携带的粗碘原料倒落、洒下,一方面,料斗12被传动带11带动着一起运转时,以图3为例,左侧的料斗12能够将上层的粗碘原料推入下层,而右侧的料斗12能够将下侧的粗碘原料推动至上层,迫使反应釜1内粗碘原料能够发生交互,以提高反应釜各处的粗碘原料与氯气的反应效率,另一方面,料斗12在翻转时、并将粗碘原料抛下时将扩散至较大范围面积,如此能够有效增大粗碘原料与氯气的接触面积,进一步加快反应速度;

[0050] 此外值得一提的是,伸缩气缸4的伸缩端还将不断伸缩,如此可不断下推振动板6一侧。而当伸缩气缸4收缩时,则弹簧5拉动振动板6回转复位,故可在伸缩气缸4及弹簧5的共同的作用下,使得振动板6绕其转轴心来回转动,振动板6靠近传动带11的端部向下偏转时,能够敲击一次料斗12,一方面,能够促使料斗12内的粗碘原料抛洒干净,另一方面,由于振动板6的敲击作用,还能对粗碘原料抛洒施加一个外力,如此可进一步增大粗碘原料的抛洒范围,进一步增大粗碘原料与氯气的接触面积,从而再次提高反应速率。

[0051] 以上所述,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,根据本发明的技术方案及其发明构思加以等同替换或改变,都应涵盖在本发明的保护范围之内。

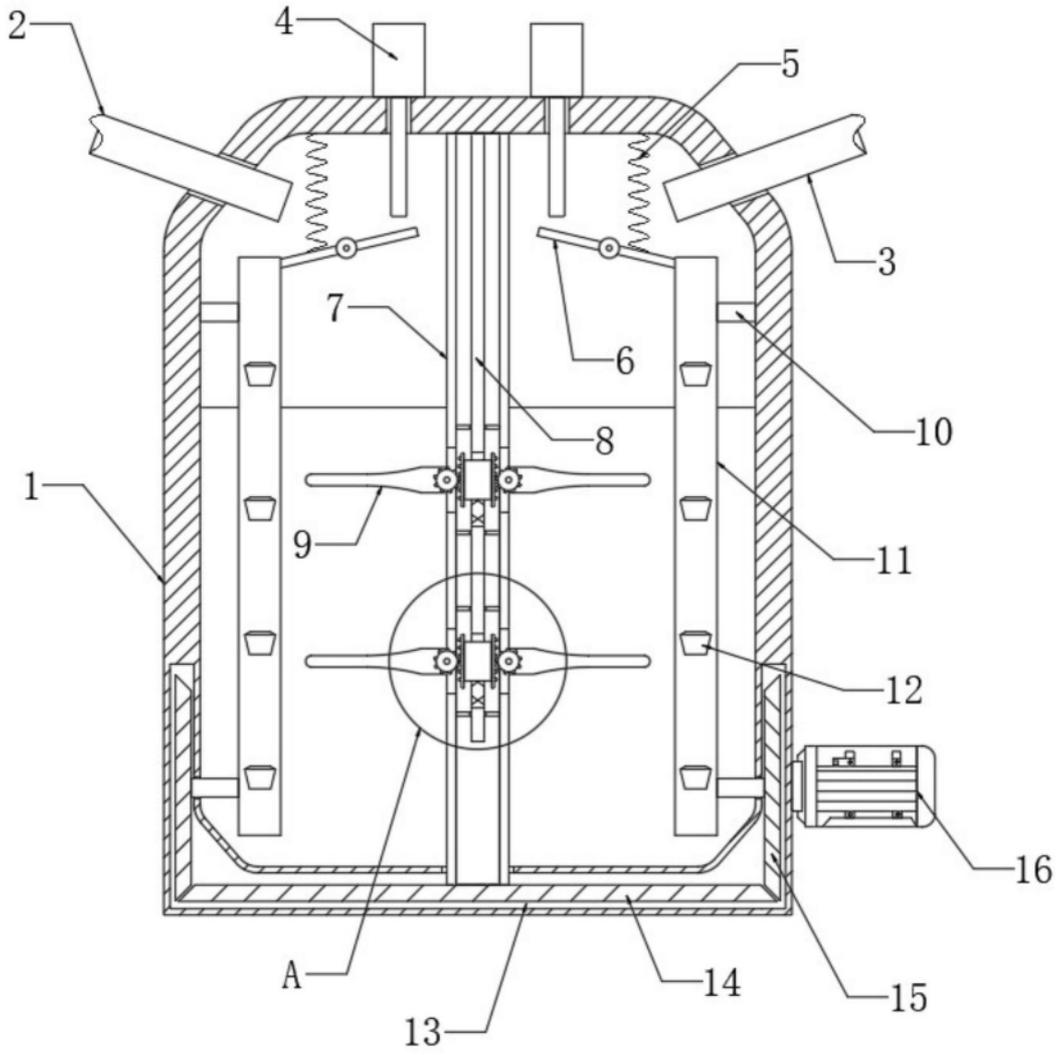


图1

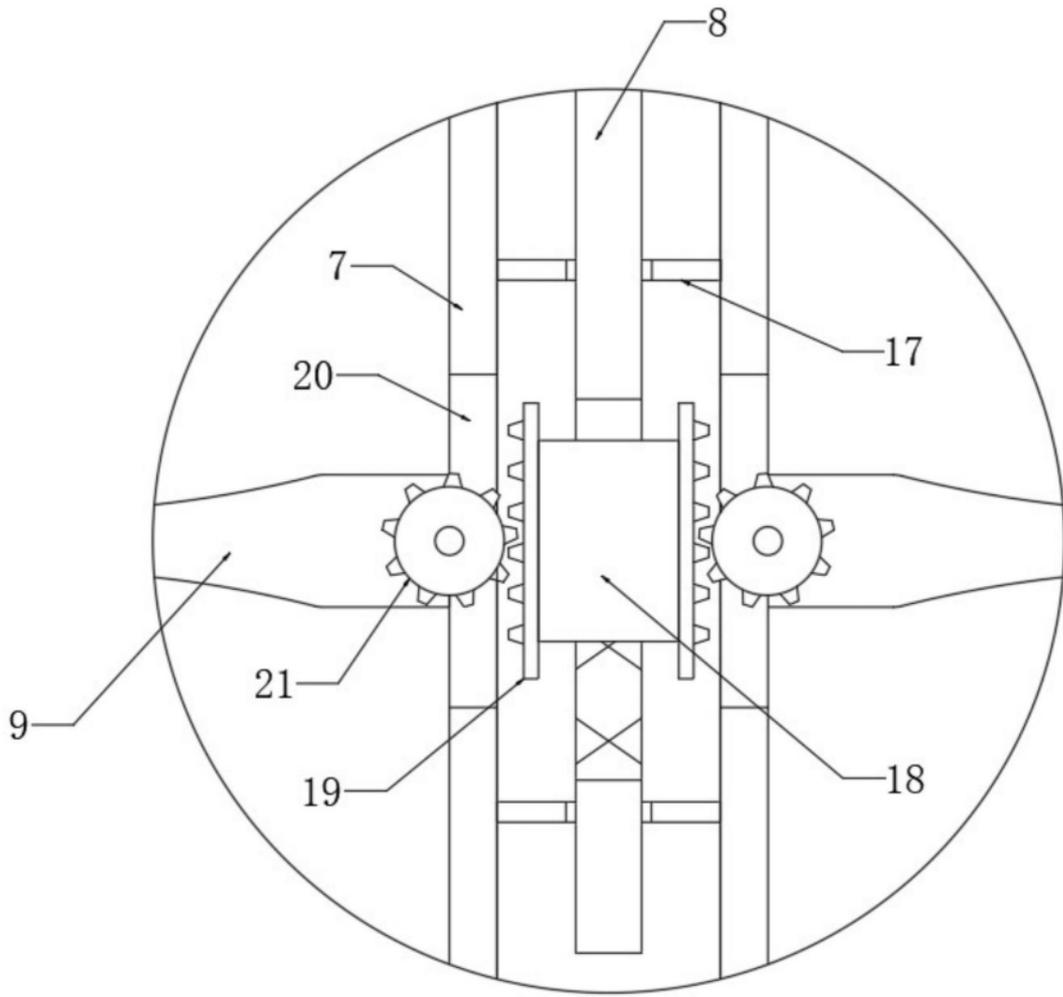


图2

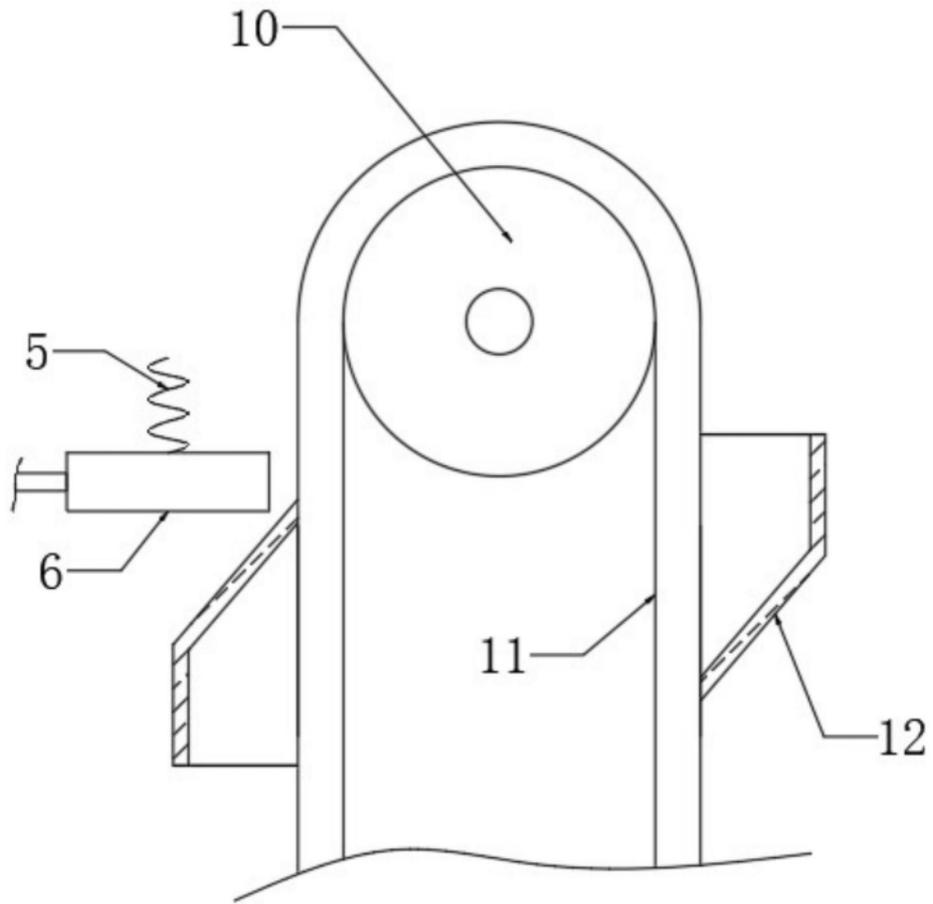


图3