



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103803584 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 21

(21) 申请号 201210444065. 6

(22) 申请日 2012. 11. 08

(71) 申请人 福建省邵武市永飞化工有限公司
地址 354001 福建省南平市邵武市新氨路
18 号

(72) 发明人 万群平 徐荣春

(74) 专利代理机构 北京元本知识产权代理事务
所 11308
代理人 秦力军

(51) Int. Cl.
C01C 1/16 (2006. 01)

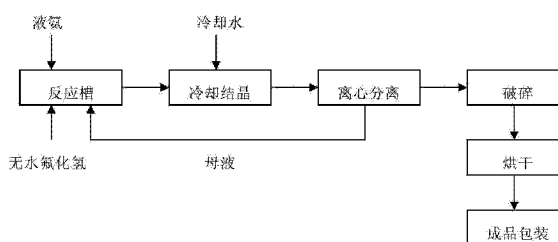
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

氟化氢铵制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种氟化氢铵的制备方法,具体包括将液氨和无水氟化氢加入到含有母液的反应槽中进行反应,将生成的反应产物进行冷却结晶、离心脱水、破碎烘干后得到氟化氢铵成品,特别是采用了喷淋的方式加入液氨和无水氟化氢,使反应物料均匀混合,充分反应。本发明具有投料速度快、产量高、产品含水量低、不易结块、耐储存、品质高、成本低的优点。



1. 一种氟化氢铵制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

将液氨和无水氟化氢加入到含有母液的反应槽中,使液氨和无水氟化氢进行反应,生成反应产物;

将反应产物放入结晶桶中进行冷却结晶,得到氟化氢铵晶体及杂质的混合物;

将氟化氢铵晶体及杂质的混合物放入离心机进行脱水,得到的固体为氟化氢铵;

将氟化氢铵破碎成粉末,烘干后得到氟化氢铵成品。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述母液为氟化氢铵结晶残液,包含氟化氢铵和氨水。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述液氨与无水氟化氢的重量比为1.25-1.30,在将其加入到含有母液的反应槽中的过程中,先加入液氨50-60kg,再加入无水氟化氢100-110kg,最后通过喷淋装置同时加入剩余的液氨和无水氟化氢。

4. 根据权利要求3所述的方法,其特征在于,所述喷淋装置包括:送入所述剩余的液氨和无水氟化氢的给料管,以及喷洒所述剩余的液氨和无水氟化氢的喷嘴,其中所述喷嘴的孔径为1.5-10mm。

5. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,同时使用2-10组喷淋装置加入所述剩余的液氨和无水氟化氢。

6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述反应温度为95.5-109℃,反应压力为常压,反应终点的pH值控制在2.1-2.9。

7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述结晶桶带有冷却水管,利用流过所述冷却水管中的冷却水降低温度。

8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,利用温度为15℃-30℃冷却水进行所述的冷却结晶,结晶时间为24h。

9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述氟化氢铵晶体及杂质的混合物经由离心机进行脱水处理所分离出的母液被返回到反应槽中循环利用。

10. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述氟化氢铵的烘干温度为50-70℃,烘干时间为8-12h。

氟化氢铵制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工生产领域,具体涉及一种氟化氢铵的制备方法。

背景技术

[0002] 氟化氢铵,分子式为 NH_4HF_2 ,相对分子质量为 57.05,是一种白色或无色透明斜方晶体,相对密度 1.52(25℃),熔点 125.6℃,沸点 239.5℃。氟化氢铵可作为玻璃蚀刻剂、防腐剂、氧化铍制金属铍的溶剂、化学试剂、锅炉给水系统和蒸汽发生系统的清洗剂、发酵工业消毒剂和硅素钢板表面处理剂、制造陶瓷和铝镁合金的氧化剂、有机合成氟化剂、电镀液、提取稀有元素的溶剂、硅素钢板的表面处理剂和铝型材表面处理时的腐蚀剂、油田沙石的酸化处理剂等。

[0003] 根据生产工艺的不同,氟化氢铵制备方法可分为液相法和气相法。气相法对工艺和设备的要求很严格,投资大,生产成本低;液相法合成工艺的设备简单,投料省,工艺条件温和,生产操作易于控制。目前,国内大多采用液相法生产氟化氢铵。

[0004] 传统的液相法生产氟化氢铵存在液氨或氨气与无水氟化氢混合不均匀、反应不彻底、产品含水量高、易结块、不能长期储存等缺点。如申请号为 200710069003.0,申请名称为“一种湿法生产氟化氢铵工艺及设备的改进方法”的中国专利申请,其具体过程是,先将一定量的母液打入到塑制带冷却盘管反应釜中,再将氨气和无水氟化氢同时通入反应釜中,直至反应到达终点,最后经过结晶、脱水、干燥工序得到氟化氢铵产品。此工艺选用氨气为原料,投料速度慢,产量低,直接通入氨气与无水氟化氢,会导致物料混合不均匀,很难进行充分反应,而且也没有彻底解决液相法生产的产品含水量较高、易结块、不能长期储存等问题。

发明内容

[0005] 为了克服上述现有技术的不足,本发明的目的是提供一种氟化氢铵的制备方法,使液氨和无水氟化氢均匀混合,彻底反应,加快投料速度、增加产量、制备出含水量低、不易结块、耐储存、品质高、成本低的氟化氢铵产品。

[0006] 本发明提供的一种氟化氢铵制备方法,具体包括以下步骤:

[0007] 将液氨和无水氟化氢加入到含有母液的反应槽中,使液氨和无水氟化氢进行反应,生成反应产物;

[0008] 将反应产物放入结晶桶中进行冷却结晶,得到氟化氢铵晶体及杂质的混合物;

[0009] 将氟化氢铵晶体及杂质的混合物放入离心机进行脱水,得到的固体为氟化氢铵;

[0010] 将氟化氢铵破碎成粉末,烘干后得到氟化氢铵成品。

[0011] 其中,所述母液为氟化氢铵结晶残液,包含氟化氢铵和氨水。

[0012] 所述液氨与无水氟化氢的重量比为 1.25-1.30,在将其加入到含有母液的反应槽的过程中,先加入液氨 50-60kg,再加入无水氟化氢 100-110kg,最后通过喷淋装置同时加入剩余的液氨和无水氟化氢。优选地,液氨的喷淋速度控制在 30-50m³/h,无水氟化氢的

喷淋速度控制在 50-80m³/h。

[0013] 所述喷淋装置包括：送入所述剩余的液氨和无水氟化氢的给料管，以及喷洒所述剩余的液氨和无水氟化氢的喷嘴，其中所述喷嘴的孔径为 1.5-10mm，同时使用 2-10 组喷淋装置加入所述剩余的液氨和无水氟化氢。

[0014] 所述反应温度为 95.5 - 109℃，反应压力为常压，反应终点的 pH 值控制在 2.1 - 2.9，在投料终点还差 50kg 时（以液氨计），检测其 pH 值，然后根据检测结果做相应的调整。

[0015] 所述结晶桶带有冷却水管，利用流过所述冷却水管中的冷却水降低温度。

[0016] 利用温度为 15℃ - 30℃ 冷却水进行所述的冷却结晶，结晶时间为 24h。

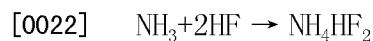
[0017] 所述氟化氢铵晶体及杂质的混合物经由离心机进行脱水处理所分离出的母液被返回到反应槽中循环利用。

[0018] 将脱水后的氟化氢铵放入破碎盘中，利用铁铲搅拌均匀，然后使氟化氢铵匀速通过破碎机进行破碎处理。

[0019] 所述氟化氢铵的烘干温度为 50 - 70℃，烘干时间为 8 - 12h。在每个烘干盘中装入破碎后的氟化氢铵 22-28kg，将其送入烘干房后，以 20℃ /h 的速率使烘干房中的温度逐渐升温至 50 - 70℃。

[0020] 本发明的理论依据如下：

[0021] 1. 本发明主要涉及到的反应为：



[0023] 在制备氟化氢铵的过程中，投料方式对整个工艺的技术效果有很大影响，先在反应槽中注入母液，可以有效降低无水氟化氢对设备的污染，降低设备的维修周期和维修成本；其次，加入母液后，应先加入一定量的液氨，再加入一定量的无水氟化氢方式，因为无水氟化氢密度大，先加入会沉入底部，从而导致反应不彻底。在先后加入液氨和无水氟化氢后，通过喷淋的方式继续加入剩余的液氨和无水氟化氢，优选液氨的喷淋速度控制在 30-50m³/h，无水氟化氢的喷淋速度控制在 50-80m³/h，因为低于此范围会导致氟化氢铵的生产周期延长，并且容易引起喷嘴的堵塞；而高于此范围，则会使液氨和无水氟化氢不能均匀混合以及不能充分反应。

[0024] 2. 氟化氢铵的溶解度随着温度的降低而减小，所以通过降温析出氟化氢铵晶体。

[0025] 3. 离心后破碎，能够使氟化氢铵彻底分散，以便在烘干时受热均匀。

[0026] 有益效果：

[0027] 本发明采用液氨为原料，相比采用氨气为原料的制备方法，加快了投料速度，采用喷淋装置投料，保证了反应物料的均匀混合及充分反应，具有投料速度快、产量高、产品含水量低、不易结块、耐储存、品质高、成本低的优点。

附图说明

[0028] 图 1 为本发明的制备流程图。

具体实施方式

[0029] 下面结合附图 1 和实施例对本发明进行详细说明。

[0030] 实施例 1.

[0031] 将母液打入反应槽中,使反应槽中母液液位在 75 — 80cm,按液氨与无水氟化氢的重量比为 1.25 的比例计算出加料量,先向母液中缓慢加入液氨 50 — 60kg,再缓慢加入无水氟化氢 100 — 110kg,最后启动喷淋装置以 30m³/h 和 50m³/h 的速度分别开始喷淋剩余的液氨和无水氟化氢,控制反应温度为 95.5℃,反应压力为常压。

[0032] 在离投料终点还差 50 kg 时(以液氨计),检测其 pH 值,然后根据检测结果对液氨和无水氟化氢的后续加入量进行调整,使反应终点 pH 值为 2.1。

[0033] 反应结束后,将反应产物放入材质为 PP 的结晶桶中,在结晶桶桶壁和底部的冷却水管中通入 30℃ 冷却水,使反应产物冷却结晶 24h,得到氟化铵晶体及杂质的混合物,然后利用离心机对氟化氢铵晶体及杂质的混合物进行脱水处理。

[0034] 将脱水后的氟化氢铵放入破碎盘中,利用铁铲搅拌均匀,然后使氟化氢铵匀速通过破碎机进行破碎处理。

[0035] 然后在每个烘干盘中装入破碎后的氟化氢铵 22 — 28kg,将其送入烘干房后,以 20℃/h 的速率使烘干房中得温度逐渐升温至 70℃,烘干 8h。将离心得到的母液返回到反应槽中循环利用。

[0036] 此条件下,连续制备,得到的氟化氢铵产品的产量为 17.0 吨/天,氟化氢铵含量为 99.2%,含水量为 0.5%。

[0037] 实施例 2.

[0038] 将母液打入反应槽中,使反应槽中母液液位在 75 — 80cm,按液氨与无水氟化氢的重量比为 1.30 的比例计算出加料量,先向母液中缓慢加入液氨 50 — 60kg,再缓慢加入无水氟化氢 100 — 110kg,最后启动喷淋装置以 50m³/h 和 80m³/h 的速度分别开始喷淋剩余的液氨和无水氟化氢,控制反应温度为 109℃,反应压力为常压。

[0039] 在离投料终点还差 50 kg 时(以液氨计),检测其 pH 值,然后根据检测结果对液氨和无水氟化氢的后续加入量进行调整,使反应终点 pH 值为 2.9。

[0040] 反应结束后,将反应产物放入材质为 PP 的结晶桶中,在结晶桶桶壁和底部的冷却水管中通入 30℃ 冷却水,使反应产物冷却结晶 24h,得到氟化铵晶体及杂质的混合物,然后利用离心机对氟化氢铵晶体及杂质的混合物进行脱水处理。

[0041] 将脱水后的氟化氢铵放入破碎盘中,利用铁铲搅拌均匀,然后使氟化氢铵匀速通过破碎机进行破碎处理。

[0042] 然后在每个烘干盘中装入破碎后的氟化氢铵 22 — 28kg,将其送入烘干房后,以 20℃/h 的速率使烘干房中得温度逐渐升温至 60℃,烘干 10h。将离心得到的母液返回到反应槽中循环利用。

[0043] 此条件下,连续制备,得到的氟化氢铵产品的产量为 18.1 吨/天,氟化氢铵含量为 99.5%,含水量为 0.3%。

[0044] 实施例 3.

[0045] 将母液打入反应槽中,使反应槽中母液液位在 75 — 80cm,按液氨与无水氟化氢的重量比为 1.27 的比例计算出加料量,先向母液中缓慢加入液氨 50 — 60kg,再缓慢加入无水氟化氢 100 — 110kg,最后启动喷淋装置以 40m³/h 和 60m³/h 的速度分别开始喷淋剩余的液氨和无水氟化氢,控制反应温度为 100℃,反应压力为常压。

[0046] 在离投料终点还差 50 kg 时(以液氨计),检测其 pH 值,然后根据检测结果对液氨和

无水氟化氢的后续加入量进行调整,使反应终点 pH 值为 2.5。

[0047] 反应结束后,将反应产物放入材质为 PP 的结晶桶中,在结晶桶桶壁和底部的冷却水管中通入 30℃ 冷却水,使反应产物冷却结晶 24h,得到氟化铵晶体及杂质的混合物,然后利用离心机对氟化铵晶体及杂质的混合物进行脱水处理。

[0048] 将脱水后的氟化铵放入破碎盘中,利用铁铲搅拌均匀,然后使氟化铵匀速通过破碎机进行破碎处理。

[0049] 然后在每个烘干盘中装入破碎后的氟化铵 22 — 28kg,将其送入烘干房后,以 20℃ /h 的速率使烘干房中得温度逐渐升温至 50℃,烘干 12h。将离心得到的母液返回到反应槽中循环利用。

[0050] 此条件下,连续制备,得到的氟化铵产品的产量为 17.2 吨 / 天,氟化铵含量为 99.1%,含水量为 0.6%。

[0051] 实施例 4.

[0052] 按实施例 3 的操作步骤,控制结晶时冷却水的温度为 15℃、20℃、25℃、30℃,其他条件不变时,所得的氟化铵产品的产量和质量情况如表一所示。

[0053] 表一 :氟化铵产品产量和质量表

[0054]

结晶冷却水温度(℃)	产量(吨 / 天)	氟化铵含量(%)	含水量(%)
15	17.50	99.6	0.2
20	17.34	99.5	0.3
25	17.25	99.2	0.5
30	17.20	99.1	0.6

[0055] 从表一中可以看出,其他条件不变,只改变结晶时冷却水的温度,冷却水温度越低,氟化铵产量越高、品质越好、含水量也越低。

[0056] 以上内容是结合优选技术方案对本发明所做的进一步详细说明,不能认定发明的具体实施仅限于这些说明。对本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明的构思的前提下,还可以做出简单的推演及替换,都应当视为本发明的保护范围。

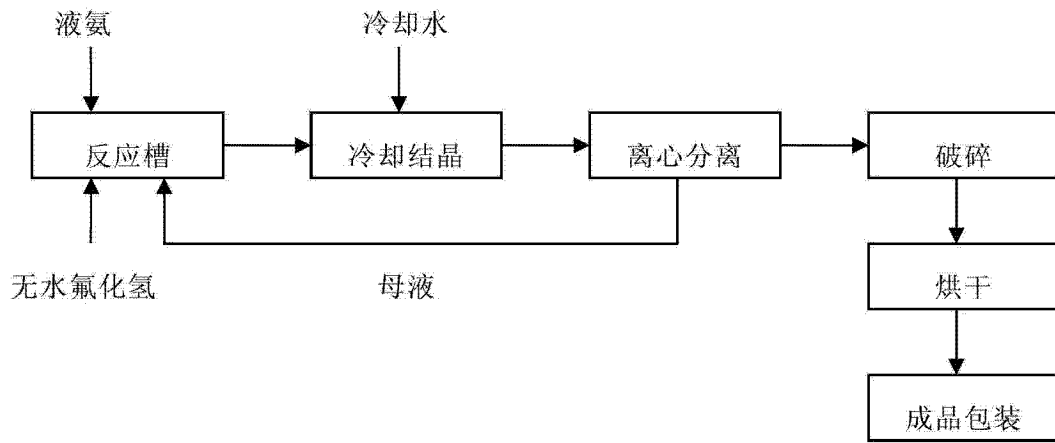


图 1