



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104192863 A

(43) 申请公布日 2014. 12. 10

(21) 申请号 201410420539. 2

(22) 申请日 2014. 08. 25

(71) 申请人 东至天孚化工有限公司

地址 247260 安徽省池州市东至县香隅化工
园区

(72) 发明人 王忠

(51) Int. Cl.

C01C 1/16 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种氟化氢铵生产工艺的中试方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,步骤如下:在反应釜中加入氟化氢铵母液,将液态氟化氢和液氨分别计量投入到反应釜中,发生中和化学反应;开启冷却水进回水阀门,启动空压机,开始向结晶器内鼓泡管供气;用泵将温度冷却到 75-85℃的氟化氢铵热物料打入冷却结晶釜内,用循环冷却水通入冷却结晶釜内的冷却盘管强制冷却,氟化氢铵结晶析出;开启冷却结晶釜出口阀门,匀速将冷却后的物料送到卧式螺旋离心机中甩干,检验合格后,即可包装成品。本发明工艺步骤简便,通过对氟化氢铵结晶方式的改变,缩短结晶时间,提高检测及生产效率。

1. 一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,其特征在于,包括以下步骤:

a、在反应釜中加入质量分数为 30-60% 氟化氢铵母液,将摩尔比为 2-4 :1 的液态氟化氢和液氨分别计量投入到反应釜中,发生中和化学反应;反应过程中温度控制在 100-200℃;反应结束时温度控制在 90-100℃,并冷却至 75-85℃;

b、开启冷却水进回水阀门,启动空压机,开始向结晶器内鼓泡管供气;

c、用泵将温度冷却到 75-85℃ 的氟化氢铵热物料打入冷却结晶釜内,用 15℃ - 30℃ 的循环冷却水通入冷却结晶釜内的冷却盘管强制冷却,同时利用空压机送入的压缩空气强制搅动,经过 12 ~ 18 小时后,充分冷却至 30-50℃,氟化氢铵结晶析出;

d、开启冷却结晶釜出口阀门,匀速将冷却后的物料送到卧式螺旋离心机中甩干,检验合格后,即可包装成品。

2. 根据权利要求 1 所述的一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,其特征是所述的步骤 a 中完成反应的氟化氢铵热物料冷却至 80℃。

3. 根据权利要求 1 所述的一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,其特征是所述的步骤 c 中,冷却结晶釜内物料的降温速度控制在 0-4℃ /h。

4. 根据权利要求 1 所述的一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,其特征是所述的冷却结晶釜底部安装鼓泡空气管和冷却盘管,利用空气鼓泡,让结晶析出的氟化氢铵粒子不沾淀在底部,便于下一道工序离心甩干的连续运行。

5. 根据权利要求 1 所述的一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,其特征是所述的冷却结晶釜底部安装有母液收集槽,用于应对更换阀门或底阀泄漏时物料的收集。

一种氟化氢铵生产工艺的中试方法

[0001] 技术领域

本发明涉及一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,属于化工生产领域。

背景技术

[0002] 氟化氢铵是一种具有腐蚀性的化学物质,遇潮、水分解有毒氟化物,氮氧化物和氨气体。溶于水为弱酸,可以溶解玻璃,微溶于醇,极易溶于冷水,而且非常容易潮解。氟化氢铵可用作化学试剂、玻璃蚀刻剂(参与氢氟酸并用)、发酵工业消毒剂和防腐剂、由氧化铍制金属铍的溶剂以及硅钢板的表面处理剂,还用于制造陶瓷、镁合金,锅炉给水系统和蒸气发生系统的清洗脱垢,以及油田砂石的酸处理,也用作烷基化、异构化催化剂组分。

发明内容

[0003] 本发明目的是提供一种用于氟化氢铵生产工艺过程中的中试方法,及时对生产出的产品进行检测,以便于扩大生产。

[0004] 本发明的方案如下:一种氟化氢铵生产工艺的中试方法,包括以下步骤:

a、在反应釜中加入质量分数为30-60%氟化氢铵母液,将摩尔比为2-4:1的液态氟化氢和液氨分别计量投入到反应釜中,发生中和化学反应;反应过程中温度控制在100-200℃;反应结束时温度控制在90-100℃,并冷却至75-85℃;

b、开启冷却水进回水阀门,启动空压机,开始向结晶器内鼓泡管供气;

c、用泵将温度冷却到75-85℃的氟化氢铵热物料打入冷却结晶釜内,用15℃-30℃的循环冷却水通入冷却结晶釜内的冷却盘管强制冷却,同时利用空压机送入的压缩空气强制搅动,经过12~18小时后,充分冷却至30-50℃,氟化氢铵结晶析出;

d、开启冷却结晶釜出口阀门,匀速将冷却后的物料送到卧式螺旋离心机中甩干,检验合格后,即可包装成品。

[0005] 进一步,所述的步骤a中完成反应的氟化氢铵热物料冷却至80℃。

[0006] 进一步,所述的步骤c中,冷却结晶釜内物料的降温速度控制在0-4℃/h。

[0007] 进一步,所述的冷却结晶釜底部安装鼓泡空气管和冷却盘管,利用空气鼓泡,让结晶析出的氟化氢铵粒子不沾淀在底部,便于下一道工序离心甩干的连续运行。

[0008] 进一步,所述的冷却结晶釜底部安装有母液收集槽,用于应对更换阀门或底阀泄漏时物料的收集。

[0009] 本发明有益效果:

1、本发明为了缩短结晶时间,对氟化氢铵结晶方式的改变,结晶方式的改变,不发生化学反应,不改变物料的性质。在实施过程中,在结晶釜底部,安装有母液收集槽,应对更换阀门或底阀泄漏时物料的收集,具备安全可靠。

[0010] 2、新工艺对离心机的选型作了改变。旧工艺选用的是三足式上卸料离心机,操作人员直接物料,在装卸物料进出时,须严密穿戴好防护用具,操作强度大,对操作工的体力要求、和耐热要求高。新工艺采用的是的卧式螺旋离心机,该型号离心机可实行连续进、出

料,设备外壳全封闭,操作人员不直接接触物料,半自动化操作,安全可靠更高。

[0011] 3、冷却结晶釜底部安装鼓泡空气管和冷却盘管,利用空气鼓泡,让结晶析出的氟化氢铵粒子不沾淀在底部,便于下一道工序离心甩干的连续运行。

具体实施方式

[0012] 下面结合实施例对本发明做进一步说明。

[0013] 实施例中使用到的设备如表 1 所示。

[0014] 表 1、实施例中使用到的设备明细。

[0015]

序号	设备名称	规格型号	单位	数量
1	反应釜	Φ1600×2000	台	3
2	冷却结晶釜	V=12m ³	台	1
3	卧式螺旋离心机	LLW450-NC	台	1
4	空压机	HW5507	台	1
5	泵	IHF65-50-160	台	1
6	母液收集槽	V=2m ³	台	3

实施例 1

a、在反应釜中加入质量分数为 30% 氟化氢铵母液,将摩尔比为 2:1 的液态氟化氢和液氨分别计量投入到反应釜中,发生中和化学反应;反应过程中温度控制在 120℃;反应结束时温度控制在 80℃,并冷却至 75℃;

b、开启冷却水进回水阀门,启动空压机,开始向结晶器内鼓泡管供气;

c、用泵将温度冷却到 75-85℃ 的氟化氢铵热物料打入冷却结晶釜内,用 30℃ 的循环冷却水通入冷却结晶釜内的冷却盘管强制冷却,同时利用空压机送入的压缩空气强制搅动,经过 18 小时后,充分冷却至 50℃,氟化氢铵结晶析出;冷却结晶釜内物料的降温速度控制在 0-4℃/h;

d、开启冷却结晶釜出口阀门,匀速将冷却后的物料送到卧式螺旋离心机中甩干,检验合格后,即可包装成品。

[0016] 实例例 2

a、在反应釜中加入质量分数为 60% 氟化氢铵母液,将摩尔比为 4:1 的液态氟化氢和液氨分别计量投入到反应釜中,发生中和化学反应;反应过程中温度控制在 200℃;反应结束时温度控制在 100℃,并冷却至 85℃;

b、开启冷却水进回水阀门,启动空压机,开始向结晶器内鼓泡管供气;

c、用泵将温度冷却到 75-85℃ 的氟化氢铵热物料打入冷却结晶釜内,用 15℃ 的循环冷却水通入冷却结晶釜内的冷却盘管强制冷却,同时利用空压机送入的压缩空气强制搅动,经过 12 小时后,充分冷却至 30℃,氟化氢铵结晶析出;冷却结晶釜内物料的降温速度控制在 0-4℃/h;

d、开启冷却结晶釜出口阀门,匀速将冷却后的物料送到卧式螺旋离心机中甩干,检验合格后,即可包装成品。

[0017] 实施例 3

a、在反应釜中加入质量分数为 50 氟化氢铵母液,将摩尔比为 3 :1 的液态氟化氢和液氨分别计量投入到反应釜中,发生中和化学反应 ;反应过程中温度控制在 160℃ ;反应结束时温度控制在 95℃,并冷却至 80℃ ;

b、开启冷却水进回水阀门,启动空压机,开始向结晶器内鼓泡管供气 ;

c、用泵将温度冷却到 80℃ 的氟化氢铵热物料打入冷却结晶釜内,用 20℃ 的循环冷却水通入冷却结晶釜内的冷却盘管强制冷却,同时利用空压机送入的压缩空气强制搅动,经过 16 小时后,充分冷却至 40℃,氟化氢铵结晶析出 ;冷却结晶釜内物料的降温速度控制在 0-4℃ /h ;

d、开启冷却结晶釜出口阀门,匀速将冷却后的物料送到卧式螺旋离心机中甩干,检验合格后,即可包装成品。

[0018] 各实施例所得产品性能指标见下表 2。

[0019] 表 2、实施例所得产品指标的测定结果

样品	氟化氢铵含量 (%)	干燥灼量 (%)	灼烧残渣含量 (%)
优等品	≥ 97	≤ 3	≤ 0.2
一级品	≥ 95	≤ 5	≤ 0.2
实施例 1	98.6	0.6	0.061
实施例 2	99.5	0.5	0.044
实施例 13	99	0.7	0.058

从表中可见,实施例 1-3 中的产品质量都达到了优级品的水平。且上述实施例试验产品经化验室分析,均符合工业氟化氢 GB28655-2012 产品质量标准要求。

[0020] 尽管上文对本发明的具体实施方式给予了详细描述和说明,但是应该指明的是,我们可以依据本发明的构想对上述实施方式进行各种等效改变和修改,其所产生的功能作用仍未超出说明书所涵盖的精神时,均应在本发明的保护范围之内。