



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106335889 A

(43)申请公布日 2017.01.18

(21)申请号 201610688474.9

(22)申请日 2016.08.18

(71)申请人 宜宾天原集团股份有限公司

地址 644000 四川省宜宾市下江北中元路1号

申请人 宜宾天蓝化工有限责任公司

(72)发明人 谢彬 王建湘 秦滔 唐兆 黄伟 罗传元

(74)专利代理机构 成都泰合道知识产权代理有限公司 51231

代理人 孙恩源

(51)Int.Cl.

C01B 25/41(2006.01)

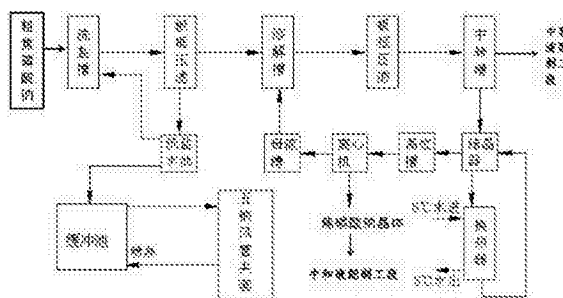
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法

(57)摘要

本发明涉及一种粗焦磷酸钠的利用方法,具体公开了一种利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法。包括以下步骤:(1)洗涤粗焦磷酸钠;(2)对洗涤渣进行压滤;(3)溶解滤饼,向溶液中加入脱杂剂除金属离子;(4)对脱杂溶液进行压滤;(5)加入脱色剂除色素,再加入磷酸酸化,加速溶解,最后加碱液调节pH值;(6)冷却结晶后,再进行固液分离得焦磷酸钠晶体;(7)将所得焦磷酸钠晶体作为生产三聚磷酸钠的生产原料。本发明的优点在于:1)实现废资源回收;2)实施简单,生产效率高;3)所得焦磷酸钠晶体纯度高;4)降低三聚磷酸钠的生产成本。



1. 利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,包括以下步骤:
 - (1) 洗涤粗焦磷酸钠,使其中氯化钠溶解于水,过滤得洗涤渣和洗盐水;
其特征在于:还包括步骤(2)~(7),具体为:
 - (2) 对洗涤渣进行一次压滤,得滤饼和一次滤液;
 - (3) 溶解滤饼,并向溶液中加入脱杂剂除金属离子,得到脱杂溶液;
 - (4) 对脱杂溶液进行二次压滤,得二次滤液;
 - (5) 向二次滤液中加入脱色剂除色素,再加入磷酸酸化,加速溶解,最后加碱液调节pH值至7.5~8.5,配成精制液,将其中一部分精制液送入三聚磷酸钠生产工艺中的中和液配制工段与磷酸和液体烧碱混合配制中和液作为生产三聚磷酸钠的生产原料;
 - (6) 对另一部分精制液进行冷却结晶后,再进行固液分离得焦磷酸钠晶体和母液;
 - (7) 将所得焦磷酸钠晶体送入三聚磷酸钠生产工艺中的中和液配制工段与磷酸和液体烧碱混合配制中和液作为生产三聚磷酸钠的生产原料。
2. 根据权利要求1所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:将步骤(1)中所得的洗盐水返回步骤(1)中循环使用,用于洗涤粗焦磷酸钠;当洗盐水中的氯化钠含量达到饱和后即将洗水泵入缓冲池,缓冲池的洗盐水通过泵进入三聚磷酸钠尾气风管夹套与高温尾气进行换热,换热后的洗盐水回到缓冲池进行喷淋蒸发。
3. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:步骤(3)中滤饼的溶解方法为:在溶解槽用蒸汽将溶液加热至85℃进行搅拌溶解。
4. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:步骤(6)中所述的冷却结晶和固液分离方法为:将精制液泵送入DTB结晶器,DTB结晶器里面的精制液通过强制循环泵与冷冻水机组送来的5℃水在换热器里面换热冷却;待溶液温度降至15℃时,输送至高位槽进入离心机进行离心分离得到焦磷酸钠晶体。
5. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:步骤(3)中所述的脱杂剂为硫化钠。
6. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:步骤(5)中所述的脱色剂为活性炭。
7. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:将步骤(6)中所得母液送入母液槽存放,作为步骤(3)中溶解滤饼的溶剂进行循环使用。
8. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:步骤(2)中所得滤饼中,氯化钠质量浓度小于2.5%。
9. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:步骤(5)中直接送往中和液配制工段的精制液与步骤(6)中用于冷却结晶的精制液的质量比为1:1.5。
10. 根据权利要求1或2所述的利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其特征在于:所述步骤(2)和步骤(4)中的压滤方式为通过板框压滤机进行压滤。

利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种粗焦磷酸钠的精制工艺,尤其是一种粗焦磷酸钠的利用方法。

背景技术

[0002] 目前三聚磷酸钠的制备方法多是通过直接用中和液制成三聚磷酸钠,其中中和液采用磷酸和液体烧碱配制而成,生产时按比例或通过计量向中和液配制槽加入磷酸和烧碱,然后进行后续工艺制得三聚磷酸钠。该工艺属于沿用多年的成熟传统工艺,但是随着市场的变化,近年来烧碱和磷酸的价格不断上涨,导致三聚磷酸钠的成本不断上升,利润空间越来越小,处于亏损的边缘。

[0003] 粗焦磷酸钠是农药行业的一种废弃物,它里面含有大量的钠、磷成分,是生产三聚磷酸钠的必须成分。

[0004] 关于利用粗焦磷酸钠制备三聚磷酸钠的方法的报到还非常少,公开号为CN 104003366A的专利文件公开了一种利用十二水焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,但是其所采用的并非粗焦磷酸钠,因此生产成本较高,且不涉及关于粗焦磷酸钠的利用方法。公开号为CN104843662A的专利文件公开了一种利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,其是先用粗焦磷酸钠制得正磷酸钠盐,再利用正磷酸钠制得磷酸二钠和磷酸三钠,最后制得三聚磷酸钠。该方法利用了粗焦磷酸钠,从原料的角度降低了生产成本,但该方法对温度、压强都有很高的要求,且须经过自然冷却和多步水解的步骤,需要一套专用设备才能实施,实施难度较大,工艺繁琐,生产周期长,且其直接加入除杂剂和脱色剂进行水解反应的方法很难有效除去粗焦磷酸钠中的杂质和色素,最后难以得到合格的三聚磷酸钠产品。

发明内容

[0005] 为解决现有利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法中存在的需要专用设备的问题,本发明提供了一种利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法。发明人通过实验,成功地开发出粗焦磷酸钠经过精制工艺后以液体和晶体的形式添加到传统工艺的中和液中生产三聚磷酸钠的方法,该方法采用通用设备即可实现,不仅保证了三聚磷酸钠的各项质量指标,而且降低了生产三聚磷酸钠的原料成本。

[0006] 本发明所采用的技术方案是:利用粗焦磷酸钠生产三聚磷酸钠的方法,包括以下步骤:

[0007] (1)洗涤粗焦磷酸钠,使其中氯化钠溶解于水,过滤得洗涤渣;

[0008] (2)对洗涤渣进行一次压滤,得滤饼和一次滤液;

[0009] (3)溶解滤饼,并向溶液中加入脱杂剂除金属离子,得到脱杂溶液;

[0010] (4)对脱杂溶液进行二次压滤,得二次滤液;

[0011] (5)向二次滤液中加入脱色剂除色素,再加入磷酸酸化,加速溶解,最后加碱液调节pH值至7.5~8.5,配成精制液,将其中一部分精制液送入三聚磷酸钠生产工艺中的中和液配制工段与磷酸和液体烧碱混合配制中和液作为生产三聚磷酸钠的生产原料;

- [0012] (6)对另一部分精制液进行冷却结晶后,再进行固液分离得焦磷酸钠晶体和母液;
- [0013] (7)将所得焦磷酸钠晶体送入三聚磷酸钠生产工艺中的中和液配制工段与磷酸和液体烧碱混合配制中和液作为生产三聚磷酸钠的生产原料。
- [0014] 本发明采用先将粗焦磷酸钠精制成焦磷酸钠晶体,再将焦磷酸钠晶体作为传统中和法制备三聚磷酸钠的原料使用,避免直接利用粗焦磷酸钠制备三聚磷酸钠工艺中存在的技术问题。且相对于现有技术直接在粗焦磷酸钠洗涤液中加入脱杂剂和脱色剂进行水解的方法,本发明的精制方法能更好的除去粗焦磷酸钠中的杂质。由于最后得到的是焦磷酸钠晶体,几乎没有氯化钠,硫化物等其他杂质,所以对三聚磷酸钠的生产影响很小。
- [0015] 作为本发明的进一步改进,将步骤(1)中所得的洗盐水返回步骤(1)中循环使用,用于洗涤粗焦磷酸钠;当洗盐水中的氯化钠含量达到饱和后即将洗水泵入缓冲池,缓冲池的洗盐水通过泵进入三聚磷酸钠尾气风管夹套与高温尾气进行换热,换热后的洗盐水回到缓冲池进行喷淋蒸发。洗盐后的盐水是返回洗盐槽重复使用,但是当盐含量累积到饱和时就不能再回用,平均每小时要产生1.5立方米的饱和洗盐水,由于它的COD含量超标,不能随意排放,所以本发明还设计了洗盐水处理工艺,用泵将洗盐水打入三聚磷酸钠尾气风管的夹套,由于风管温度达200℃,洗盐水进入夹套后被加热到80~90℃,然后回到缓冲池,通过84个喷雾喷头让水分在空气中完成雾状蒸发,这样就几乎没有任何废水产生,达到水平衡。
- [0016] 作为本发明的进一步改进,步骤(3)中滤饼的溶解方法为:在溶解槽用蒸汽将溶液加热至85℃进行搅拌溶解。由于滤饼在常温下不能溶解,需要对其进行加热溶解,该方法为较简便且效果较好的加热溶解方法。
- [0017] 作为本发明的进一步改进,步骤(6)中所述的冷却结晶和固液分离方法为:将精制液泵送入DTB结晶器,DTB结晶器里面的精制液通过强制循环泵与冷冻水机组送来的5℃水在换热器里面换热冷却;待溶液温度降至15℃时,输送至高位槽进入离心机进行离心分离得到焦磷酸钠晶体。DTB型结晶器(导流筒结晶器)属于典型的晶浆内循环结晶器。由于在结晶器设置内导流筒,形成了循环通道,使晶浆具有良好的混合条件,只需要很低的压头,就能使器内实现良好的内循环。
- [0018] 作为本发明的进一步改进,步骤(3)中所述的脱杂剂为硫化钠。
- [0019] 作为本发明的进一步改进,步骤(5)中所述的脱色剂为活性炭。
- [0020] 作为本发明的进一步改进,将步骤(6)中所得母液送入母液槽存放,作为步骤(3)中溶解滤饼的溶剂进行循环使用。以充分利用母液中残留的焦磷酸钠资源。
- [0021] 作为本发明的进一步改进,步骤(2)中所得滤饼中,氯化钠质量浓度小于2.5%。
- [0022] 作为本发明的进一步改进,步骤(5)中直接送往中和液配制工段的精制液与步骤(6)中用于冷却结晶的精制液的质量比为1:1.5。发明人通过实验发现,当中和液配制工段加入过多的精制液体时,可能会导致生成的三聚磷酸钠中的杂质指标超过标准,产生不合格产品,而加入部分液体和部分晶体且在合适的比例下完全不影响三聚磷酸钠的各项质量指标
- [0023] 作为本发明的进一步改进,所述步骤(2)和步骤(4)中的压滤方式为通过板框压滤机进行压滤,以提高滤饼含固率。
- [0024] 本发明的有益效果是:1)有效利用了农药行业副产粗焦磷酸钠,实现副废资源回

收;2)不需要专用设备投入,实施简单,生产效率高;3)改善粗焦磷酸钠的精制工艺,所得焦磷酸钠晶体纯度高;4)降低三聚磷酸钠的生产成本。

附图说明

[0025] 图1是本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0026] 下面结合附图对本发明进一步说明。

[0027] 如图1所示,粗焦磷酸钠首先进入洗盐槽经过洗盐除去大部分氯化钠,然后进板框压滤机压滤进行一次压滤,滤饼含有大量焦磷酸钠,氯化钠质量浓度小于2.5%,再在溶解槽用蒸汽将溶液加热至85℃进行搅拌溶解,溶解时加入硫化钠除金属离子,不溶物为氢氧化铜等杂质,又去进行二次压滤,滤液为焦磷酸钠溶液,在滤液中加入活性炭除色素,加入磷酸酸化,加速溶解,最后加液碱调节pH值至7.5~8.5配制成精制液。一部分精制液直接去三聚磷酸钠中和液配制工段使用,另一部分精制液泵送入DTB结晶器,DTB结晶器里面的精制液通过强制循环泵与冷冻水机组送来的5℃水在换热器里面换热冷却;待溶液温度降至15℃时,结晶成为絮状物后,输送至高位槽进入离心机进行离心分离得到焦磷酸钠晶体,焦磷酸钠晶体加入三聚磷酸钠生产工艺中的中和液配制工段与磷酸和液体烧碱混合配制中和液作为生产三聚磷酸钠的生产原料。将上述洗盐水返回用于洗涤粗焦磷酸钠;当洗盐水中的氯化钠含量达到饱和后即将洗盐水泵入缓冲池,缓冲池的洗盐水通过泵进入三聚磷酸钠尾气风管夹套与高温尾气进行换热,换热后的洗盐水回到缓冲池进行喷淋蒸发。

[0028] 本发明实施后的经济价值分析见下表1和表2:

[0029] 表1:使用1吨粗焦磷酸钠的成本分析

[0030]

序号	项目名称	单位	消耗定额	含税单价 (元/吨)	不含税单 价(元/吨)	单位不含 税成本 (元/吨)	备注
一	原辅料成本						
1	粗焦磷酸 钠	t	1	1420	1213.7	1213.7	粗品
2	工业硫化 钠	t	0.025	3000	2564.1	64.10	
3	活性炭	t	0.012	5300	4530	54.36	
4	滤布	张	0.257	62	53	13.60	每处理 300 吨 换一次滤布
小计						1345.76	
二	公用工程成本						
1	电	Kw. h	110	0.678	0.5793	63.723	
2	工业水	t	2.15	1.229	1.05	2.26	
3	蒸汽	t	1.67	140.927	120.5	201.235	
小计						267.218	
三	人工工资						
1	人工	32				48	3 个班
2	民工	9				9	3 个班
3	检修费用	新增固定资产的 5%				40.7	
小计						97.7	
四	其他						
1	粗焦磷酸 钠洗盐、压 滤损耗量	t	0.0302	1420	1213.7	36.65	
小计						36.65	
五	折旧						
1	折旧	以每年 10%计算				6.78	
总成本						1754.108	

[0031] 表2:每吨粗焦磷酸钠用于生产三聚磷酸钠产生的价值

[0032]

每吨粗焦磷酸钠产生的价值计算表			
项目	数据	单位	备注
吨粗焦磷酸钠折百烧碱	0.36	吨	每吨粗焦磷酸钠经过精制后得到的 钠含量折百烧碱为 0.36 吨; 得到的 磷含量 折 85%磷酸为 0.52 吨。
吨粗焦磷酸钠折 85%磷酸	0.52	吨	
液碱单价(折百不含税)	1802	元/吨	
85%热法磷酸单价(不含税)	3060.18	元/吨	
每吨粗焦磷酸钠产生的价值	2240.01	元/吨	$0.36 \times 1802 + 0.52 \times 3060 = 2240.01$

[0033] 本发明实施后的年经济效益(每月添加粗焦磷酸钠3000吨):

[0034] $(2240.01 - 1754.108) \times 3000 \times 12 = 17492472$ 元/年。

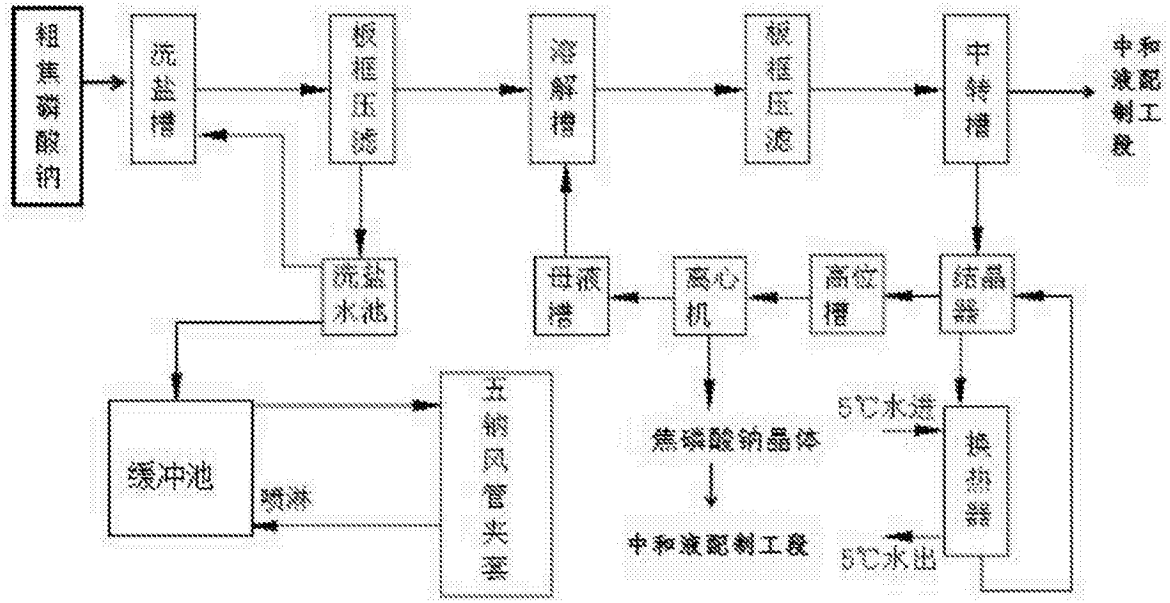


图1