



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104310365 B

(45) 授权公告日 2016. 07. 06

(21) 申请号 201310457561. X

(22) 申请日 2013. 09. 30

(73) 专利权人 昆山市巴城镇顺拓工程机械配件
厂

地址 215300 江苏省苏州市昆山市巴城镇石
牌昆常公路西侧勤俭路北侧

(72) 发明人 顾凤兴

(74) 专利代理机构 南京苏高专利商标事务所
(普通合伙) 32204

代理人 张坚刚

(51) Int. Cl.

C01B 25/41(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101759171 A, 2010. 06. 30,

CN 101767783 A, 2010. 07. 07,

审查员 林丹丹

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,采用 1/4 的热法磷酸和 3/4 的湿法磷酸混合作为原料,通过常规的中和、干燥脱水以及聚合反应制成三聚磷酸钠,同时将热法磷酸制备过程中电炉法黄磷所产生的一氧化碳尾气作为湿法磷酸浓缩过程的热源,不但节省了大量能源,也保证了所得三聚磷酸钠成品的质量,与单纯的以热法磷酸为原料相比,降低了成本,提高了能源利用率,与单纯的湿法磷酸为原料相比,提高了成品的纯度。

1. 一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,其特征在于包括以下步骤:

- (1)热法磷酸的制备:以磷矿和焦炭为原料使用电炉法制备黄磷以制取热法磷酸;
- (2)湿法磷酸的制备:将硫酸加入磷矿中与之反应,以硝酸铵作催化剂,得到湿法磷酸;
- (3)湿法磷酸的浓缩:采用循环真空蒸发工艺,利用步骤(1)中电炉法黄磷所产尾气一氧化碳作为热源,将磷酸加热至75-80°C,65-70KPa真空条件下,进行浓缩;
- (4)原料磷酸的混合:取1份的热法磷酸和3份的湿法磷酸进行混合制成混合磷酸;
- (5)中和反应:将水加入中和锅中加热,加入纯碱,不断搅拌至完全溶解,升温至90-110°C,一边搅拌一边缓慢加入步骤(4)所得的混合磷酸,反应至溶液呈粘稠状,过滤得料浆,纯碱和混合磷酸比例为1:1;
- (6)干燥脱水:将步骤(5)中所得料浆送入干燥塔内,雾化脱水;
- (7)聚合:将步骤(6)中所得到的原料进行聚合反应,得到三聚磷酸钠,聚合温度为350-400°C。

一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化合物的合成方法,尤其涉及一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法。

背景技术

[0002] 三聚磷酸钠是一种性能优秀的无机助洗剂,具有良好的螯合、悬浮、分散、胶溶乳化、pH缓冲等作用,可用作合成洗涤剂主要助剂、工业水软水剂、染色助剂、有机合成催化剂、医药工业分散剂和食品添加剂等,在国民经济领域中有着广泛应用。

[0003] 三聚磷酸钠的生产方式主要分为两种:热法磷酸工艺和湿法磷酸工艺,目前国内的主要生产工艺是热法磷酸与纯碱中和反应而成,然而其缺点在于:热法磷酸是由黄磷制备而成,能耗高、价格昂贵,并且由于黄磷的制备能耗高、污染大,不符合当今的产业和环保政策,许多黄磷厂已关闭,原料来源困难,而湿法磷酸又因其含杂质过多,影响三聚磷酸钠的成品质量。

[0004] 因此,需要一种新的技术方案以解决上述问题。

发明内容

[0005] 发明目的:为了解决现有技术所存在的问题,本发明提供了一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,不但解决了热法磷酸制作成本昂贵、制作原料来源局限的问题,而且一定比例的混合磷酸原料保证了成品的质量。

[0006] 技术方案:为达到上述目的,本发明一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法采用如下技术方案:一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,包括以下步骤:

[0007] (1)热法磷酸的制备:以磷矿和焦炭为原料使用电炉法制备黄磷以制取热法磷酸;

[0008] (2)湿法磷酸的制备:将硫酸加入磷矿中与之反应,以硝酸铵作催化剂,得到湿法磷酸;

[0009] (3)湿法磷酸的浓缩:采用循环真空蒸发工艺,利用步骤(1)中电炉法黄磷所产尾气一氧化碳作为热源,将磷酸加热至75-80℃,65-70KPa真空条件下,进行浓缩;

[0010] (4)原料磷酸的混合:取1份的热法磷酸和3份的湿法磷酸进行混合制成混合磷酸;

[0011] (5)中和反应:将水加入中和锅中加热,加入纯碱,不断搅拌至完全溶解,升温至90-110℃,一边搅拌一边缓慢加入步骤(4)所得的混合磷酸,反应至溶液呈粘稠状,过滤得料浆,纯碱和混合磷酸比例为1:1;

[0012] (6)干燥脱水:将步骤(5)中所得料浆送入干燥塔内,雾化脱水;

[0013] (7)聚合:将步骤(6)中所得到的原料进行聚合反应,得到三聚磷酸钠,聚合温度为350-400℃。

[0014] 有益效果:本发明所提供的一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,采用1/4的热法磷酸和3/4的湿法磷酸混合作为原料,通过常规的中和、干燥脱水以及

聚合反应制成三聚磷酸钠,同时将热法磷酸制备过程中电炉法黄磷所产生的一氧化碳尾气作为湿法磷酸浓缩过程的热源,不但节省了大量能源,也保证了所得三聚磷酸钠成品的质量,与单纯的以热法磷酸为原料相比,降低了成本,提高了能源利用率,与单纯的湿法磷酸为原料相比,提高了成品的纯度。

具体实施方式

[0015] 下面结合具体实施方式,进一步阐明本发明,应理解下述具体实施方式仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围,在阅读了本发明之后,本领域技术人员对本发明的各种等价形式的修改均落于本申请所附权利要求所限定的范围。

[0016] 实施例1:

[0017] 一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,包括以下步骤:

[0018] (1)热法磷酸的制备:以磷矿和焦炭为原料使用电炉法制备黄磷以制取热法磷酸;

[0019] (2)湿法磷酸的制备:将硫酸加入磷矿中与之反应,以硝酸铵作催化剂,得到湿法磷酸;

[0020] (3)湿法磷酸的浓缩:采用循环真空蒸发工艺,利用步骤(1)中电炉法黄磷所产尾气一氧化碳作为热源,将磷酸加热至75℃,65KPa真空条件下,进行浓缩;

[0021] (4)原料磷酸的混合:取1份的热法磷酸和3份的湿法磷酸进行混合制成混合磷酸;

[0022] (5)中和反应:将水加入中和锅中加热,加入纯碱,不断搅拌至完全溶解,升温至90℃,一边搅拌一边缓慢加入步骤(4)所得的混合磷酸,反应至溶液呈粘稠状,过滤得料浆,纯碱和混合磷酸比例为1:1;

[0023] (6)干燥脱水:将步骤(5)中所得料浆送入干燥塔内,雾化脱水;

[0024] (7)聚合:将步骤(6)中所得到的原料进行聚合反应,得到三聚磷酸钠,聚合温度为350℃。

[0025] 实施例2:

[0026] 一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,包括以下步骤:

[0027] (1)热法磷酸的制备:以磷矿和焦炭为原料使用电炉法制备黄磷以制取热法磷酸;

[0028] (2)湿法磷酸的制备:将硫酸加入磷矿中与之反应,以硝酸铵作催化剂,得到湿法磷酸;

[0029] (3)湿法磷酸的浓缩:采用循环真空蒸发工艺,利用步骤(1)中电炉法黄磷所产尾气一氧化碳作为热源,将磷酸加热至80℃,70KPa真空条件下,进行浓缩;

[0030] (4)原料磷酸的混合:取1份的热法磷酸和3份的湿法磷酸进行混合制成混合磷酸;

[0031] (5)中和反应:将水加入中和锅中加热,加入纯碱,不断搅拌至完全溶解,升温至110℃,一边搅拌一边缓慢加入步骤(4)所得的混合磷酸,反应至溶液呈粘稠状,过滤得料浆,纯碱和混合磷酸比例为1:1;

[0032] (6)干燥脱水:将步骤(5)中所得料浆送入干燥塔内,雾化脱水;

[0033] (7)聚合:将步骤(6)中所得到的原料进行聚合反应,得到三聚磷酸钠,聚合温度为400℃。

[0034] 实施例3:

[0035] 一种利用湿法磷酸与热法磷酸混合制备三聚磷酸钠的方法,包括以下步骤:

- [0036] (1)热法磷酸的制备:以磷矿和焦炭为原料使用电炉法制备黄磷以制取热法磷酸;
- [0037] (2)湿法磷酸的制备:将硫酸加入磷矿中与之反应,以硝酸铵作催化剂,得到湿法磷酸;
- [0038] (3)湿法磷酸的浓缩:采用循环真空蒸发工艺,利用步骤(1)中电炉法黄磷所产尾气一氧化碳作为热源,将磷酸加热至78℃,68KPa真空条件下,进行浓缩;
- [0039] (4)原料磷酸的混合:取1份的热法磷酸和3份的湿法磷酸进行混合制成混合磷酸;
- [0040] (5)中和反应:将水加入中和锅中加热,加入纯碱,不断搅拌至完全溶解,升温至100℃,一边搅拌一边缓慢加入步骤(4)所得的混合磷酸,反应至溶液呈粘稠状,过滤得料浆,纯碱和混合磷酸比例为1:1;
- [0041] (6)干燥脱水:将步骤(5)中所得料浆送入干燥塔内,雾化脱水;
- [0042] (7)聚合:将步骤(6)中所得到的原料进行聚合反应,得到三聚磷酸钠,聚合温度为375℃。