

次氯酸钠合成工艺方法的改进优化

王宇庆

(镇江高等专科学校 化工系, 江苏 镇江 212003)

摘要: 通过改进工艺方法,降低原料氢氧化钠溶液的浓度,可以有效抑制次氯酸钠合成反应中的副反应,减少副产物氯化钠的生成,从而合成出不含结晶盐且具有一定有效氯含量及氯碱比的次氯酸钠溶液。

关键词: 次氯酸钠;结晶盐;烧碱;浓度

中图分类号: TQ02

文献标识码: C

文章编号: 1008-8148(2011)04-0046-03

0 引言

江苏索普化工股份有限公司是国内生产 ADC 发泡剂产品的主要厂家之一,目前所采用生产工艺是尿素法。尿素法工艺以氯气、烧碱、尿素为基本原料,其生产过程主要由次氯酸钠合成、脘合成、缩合、氧化及干燥等工序组成。其中第一道工序是次氯酸钠合成,主要采用烧碱(NaOH)与氯气(Cl_2),反应得到中间产物次氯酸钠(NaClO)溶液,作为第二步脘合成反应的原料中间体。合成次氯酸钠溶液中间产物的工艺指标主要有2个:有效氯含量和氯碱比。目前,国内次氯酸钠合成的工业生产方法主要有2种,即间歇式和连续式。该公司目前采用连续式的生产方法,其工艺过程为外循环连续塔式喷淋吸收法。

按照目前的工艺方法操作,以隔膜碱为原料,生产所得到的次氯酸钠溶液中含有大约1%~2%的结晶盐(NaCl)固体。1) 这些结晶盐固体颗粒的存在对下一道工序(脘合成工序)的生产不利;2) 这些结晶盐颗粒非常细小,将它从溶液中分离存在一定难度;3) 这些结晶盐的产生说明生产中存在较多的副反应,造成原料的转化率降低,生产效率下降。因此,需要找到一种更为合理的工艺方法,以减少合成反应过程中的副反应,从而获得含结晶盐较少甚至无结晶盐的次氯酸钠溶液。

生产过程的改进和优化主要可以从设备结构优化、生产工艺及操作方法优化等方面考虑。通过分析认为,可以改造设备结构,使反应温度更加平稳,从而减少副反应。但对现有设备改造需对设备重新进行设计、制造,资金投入量较大,周期较长,会对现有生产造成影响。所以,对生产工艺及操作方法进行改进优化更可行。

1 实验过程

基于上述分析,笔者主要从优化生产工艺的角度寻找解决问题的方法。查阅相关资料^[1-6],从副反应产生的条件入手,改变工艺条件和操作方法,有效抑制副反应的发生,减少结晶盐的产生。

1.1 实验仪器

大烧杯、搅拌器、导管、胶管、温度计、氯气钢瓶等。

1.2 实验试剂

氢氧化钠溶液(30%隔膜法烧碱)、氯气(工业级)。

1.3 实验方法

1) 将原料氢氧化钠溶液(浓度为30%左右)加水稀释为浓度较低(19%~21%)的氢氧化钠溶液,置于

收稿日期: 2011-06-20

作者简介: 王宇庆(1969-),男,广东东莞人,工程师,主要从事化学工程方面研究。

容器中。在充分搅拌的条件下通入氯气进行反应,控制反应温度 < 30 °C,氯化率 > 80%。反应结束后将所得次氯酸钠溶液静置 1 h,观察有无结晶盐沉淀。

对该溶液取样,分析其有效氯含量和游离碱含量。根据生产中下道工序对有效氯含量和氯碱比的要求,在该溶液中补加一定量浓度较高(30%左右)的氢氧化钠溶液并充分搅拌,配制成符合要求的次氯酸钠溶液,观察溶液有无结晶盐析出。取样分析此时溶液中氯化钠的含量,记入表 1。

2) 对照实验。按目前生产上所用氢氧化钠溶液(浓度为 24%左右),在相同条件下通入氯气进行反应,当达到实际生产所需的有效氯含量及氯碱比时,停止反应。将所得次氯酸钠溶液静置 1 h,观察溶液中有无结晶盐析出。取样分析该溶液中有效氯、游离碱、氯化钠的含量,记入表 2。

2 实验结果及分析

2.1 实验结果

实验结果见表 1 和表 2。

表 1 碱浓度为 20% 左右时的实验结果 %

NaOH 起始浓度	氯化率	NaClO 钠溶液中		加 NaOH 后		NaCl 含量
		NaOH	有效氯	NaOH	有效氯	
18.33	100	0.4	13.28	9.87	8.68	10.20
19.69	100	0	14.53	10.86	9.31	10.32
20.20	80	3.85	12.28	11.61	9.08	10.88
19.94	80	3.67	12.4	11.56	9.13	10.71

表 2 碱浓度为 24% 左右时的实验结果 %

NaOH 起始浓度	NaClO 溶液中		清液中 NaCl 含量
	NaOH	有效氯	
24.01	11.26	9.54	11.44
24.12	11.41	9.38	11.28
23.98	11.32	9.42	11.27
23.86	11.02	9.05	11.19

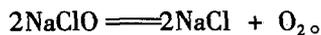
从表 1,表 2 可以看出,碱浓度为 20% 左右时溶液中均无结晶盐析出,碱浓度为 24% 左右时溶液中均有结晶盐析出。

2.2 结果分析

氢氧化钠溶液和氯气合成次氯酸钠的主反应为



同时,还存在以下副反应



副反应的发生,不但消耗了反应产物 NaClO,同时还生成了 NaCl。如果减少副反应的发生,就可以有效减少溶液中 NaCl 的含量,同时还可以减少对反应产物的消耗,提高生产收率,从而得到结晶盐相对含量较低甚至无结晶盐的次氯酸钠溶液。

分析生产工艺过程可知,导致副反应增加的主要原因有 2 个: 1) 温度过高 (> 35 °C),工艺要求温度控制在 < 30 °C。在生产中,温度可以通过低温进料和循环冷却得到有效控制。2) 局部氯气过量。局部氯气过量现象,一方面取决于通入氯气的速度;另一方面,在通入氯气速度一定时,取决于氯气在氢氧化钠溶液中的分散速度。氢氧化钠溶液浓度越高,溶液的密度和粘度就越高,加入氯气的分散性就越差,造成局部氯气浓度过大,副反应增加。而氢氧化钠溶液浓度越低,相应的密度和粘度都较低,则氯气的分散性越强,副反应相对减少,所生成的副产物氯化钠也随即减少,从而降低了溶液中氯化钠的浓度,有可能使溶液中少出现或

不出现氯化钠结晶。

根据以上分析,用浓度为 20% 左右的氢氧化钠溶液与氯气反应比目前生产上所用浓度为 24% 左右的氢氧化钠溶液与氯气反应更加合理。氢氧化钠溶液随着浓度的降低,其密度和粘度都相应降低了,从而使氯气在氢氧化钠溶液中分散均匀,副反应明显减少,生成的 NaCl 量也明显减少。这一点可以从表 1,表 2 数据对比中看出,后者清液中的含盐量较前者还多约 0.5%。表 2 清液中存在氯化钠固体结晶,所以清液中氯化钠浓度应处于饱和状态,而表 1 中氯化钠的浓度比表 2 低 0.5% 左右,应尚未达到饱和,所以溶液中不会有固体结晶盐析出。

3 结 论

用上述合成方法能够有效地抑制合成反应过程中的副反应,所得到的次氯酸钠溶液中无结晶盐沉淀。此方法不改变原有原料条件,主要对工艺操作方法进行改进和优化,只需在流程上对部分设备和管路进行少量改动,同时增加一些操作上的工作量。与对主反应设备进行结构改造相比,投入小且改造过程对现有生产影响小,是完全可行的。将其用于生产可基本解决次氯酸钠溶液中存在结晶盐固体沉淀问题。

参考文献:

- [1] 方贤达. 氯酸盐生产工艺[M]. 北京: 化学工业出版社, 1996.
- [2] 陈志兴, 周元培. 氯碱化工生产工艺[M]. 北京: 化学工业出版社, 1995.
- [3] 《氯碱生产技术》编写组. 氯碱生产技术[M]. 南京: 化工部化工司, 1985.
- [4] 孙伟, 王星. 次氯酸钠溶液中游离碱含量测定的改进[J]. 中国氯碱, 2008(10): 33-34.
- [5] 曾星延. 次氯酸钠生产工艺的改进与体会[J]. 中国氯碱, 2002(10): 28.
- [6] 苗绵会, 史海军, 周立乔. 次氯酸钠生产工艺的改进[J]. 氯碱工业, 2006(3): 27.

[责任编辑: 卢 蕊]

An improved method for optimization of synthesis of sodium hypochlorite

WANG Yu-qing

(Chemical Engineering Department, Zhenjiang College, Zhenjiang 212003, China)

Abstract: The side reaction can be effectively controlled in synthesis of sodium hypochlorite to minimize the by-product results of hypochlorite by improving the process to reduce the concentration of raw materials liquid sodium hypochlorite. Thus, liquid sodium hypochlorite is synthesized with an amorphous chlorine content of salt and chlorine alkali.

Key words: sodium hypochlorite; crystalline salt; caustic soda; concentration

(上接第 45 页)

A study on MC nylon modified by attapulgite

LUAN Dan¹, ZHOU Yong-sheng², JI Peng²

(1. Chemical Engineering Department, Zhenjiang College, Zhenjiang 212003, China;

2. School of Petrochemical Technology, Changzhou University, Changzhou 213164, China)

Abstract: In order to improve the comprehensive properties of MC nylon, MC nylon composites modified by attapulgite has been successfully prepared by anionic polymerization. Microstructure of are composites has been observed by using a scanning electron microscope and effects of attapulgite on polymerization were researched. Thermal properties of composites are tested by DSC. The results show that the interfaces between nylon matrix and attapulgite pretreated with activation and coupling agents bond well. The addition of pretreated attapulgite into the nylon composite can obviously improve its heat-resistant property, and the optimum heat-resistant property can be achieved for the best additive quantity of 0.5g attapulgite.

Key words: attapulgite; MC nylon; composites; heat-resistant property

次氯酸钠合成工艺方法的改进优化

作者: [王宇庆](#)
作者单位: [镇江高等专科学校化工系, 江苏镇江, 212003](#)
刊名: [镇江高专学报](#)
英文刊名: [Journal of Zhenjiang College](#)
年, 卷(期): 2011, 24(4)

本文链接: <https://www.cilvsuanna.com/706.html>