

八水氢氧化钡制一水氢氧化钡的工艺研究

王青宁

(甘肃工业大学石油化工学院 兰州 730050)

摘要 根据八水氢氧化钡脱水制一水氢氧化钡的反应原理,采用真空加热脱水工艺,对八水氢氧化钡制备一水氢氧化钡工艺进行了研究。通过实验,找出了适宜的工艺条件。该工艺设备、操作简单,条件易于控制,尤其防止产品碳酸化更具有独特的优点。

关键词 真空加热 脱水 一水氢氧化钡

分类号 O614.233 TQ132.35

氢氧化钡广泛应用于石油加工、医药、塑料、水软化、玻璃及搪瓷工业^{〔1〕}。七十年代以后又在造纸、橡胶、密封、颜料、聚氨酯泡沫灭火等行业得到了普遍使用^{〔2〕}。目前国内大部分厂家生产的均是八水氢氧化钡,由八水氢氧化钡生产一水氢氧化钡较少。国内外生产一水氢氧化钡的方法大致可分为脱水法、结晶法及有机溶剂法等^{〔3〕}。八十年代以来,由于市场的需要,国内外许多学者在真空、微波等方面进行了大量的研究。鉴于这些成果,作者利用脱水反应原理,采用真空加热脱水技术,对 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 脱水制 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 进行了工艺研究,并获得满意产品。

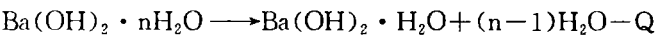
1 实验原理

八水氢氧化钡晶体是在环境温度下从其饱和溶液中结晶析出的。熔点为 78℃,是无色单斜晶体,密度 2.18。 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 在真空或干燥的空气中可脱去结晶水,脱水一般可分为两个阶段:第一阶段在 60~125℃ 温度下失去七分子水而形成 $\beta\text{-Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$;第二阶段在 125~150℃ 温度下脱去最后一分子水形成 $\beta\text{-Ba}(\text{OH})_2$ ^{〔4〕}。 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 脱水形成 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$,不同温度下的饱和蒸汽压数据见表 1。

表 1 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 水饱和蒸汽压

温度/℃	17.8	65.0	68.0	76.0	83.0	87.0
压力/MPa	0.00476	0.0125	0.0152	0.02695	0.0351	0.0415

水合氢氧化钡脱水过程为吸热过程:



因该反应加热后以水蒸气形式脱除水分子,所以适合降低压力,促使 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 不断移走水蒸汽,有利于 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 脱水。只要选择合理的脱水参数,就能生产出合格的 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 产品。

2 实验部分

2.1 原料及规格

由烧碱法生产的八水氢氧化钡工业二级品(工厂直接取样)。

2.2 实验设备

内有测温装置,电热丝外加热的脱水器;安全瓶;冷凝系统;真空系统。

2.3 实验过程及结果

将 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 放入脱水器中,打开真空泵,调节到所需压力,慢慢加热,控制反应温度、脱水时间,通过反复实验,找出最佳的脱水条件。实验结果见表 2。

根据实验结果,固定式真空脱水法最佳条件为:

温度:80~105℃

真空度:0.0780~0.0813 MPa

时间:90~110 分钟(200 克/批)

表 2 实验结果

序号	原料含量		脱水条件			产品含量测定	
	$W_{\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}}/\%$	$W_{\text{BaCO}_3}/\%$	温度 ℃	真空度 MPa	时间 min	$W_{\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}}/\%$	$W_{\text{BaCO}_3}/\%$
1	96.85	0.73	80~96	0.0813	150	98.30	1.13
2	97.30	0.44	80~100	0.0813	105	98.32	1.61
3	96.93	0.045	80~100	0.0800	105	98.80	1.09
4	97.09	0.64	80~104	0.0800	120	99.10	1.14
5	96.93	0.45	80~105	0.0824	90	98.80	1.14
6	97.30	0.56	80~106	0.0773	120	99.20	1.96
7	97.21	0.53	90~105	0.0800	120	99.30	2.00
8	97.09	0.64	90~105	0.0780	100	98.69	1.43
9	96.85	0.73	90~110	0.0787	100	98.85	1.08
10	97.09	0.64	90~110	0.0813	150	99.50	1.62

为了进一步弄清在此工艺条件下得到的一水氢氧化钡产品的成分组成,我们用 D/max—RB 型 X 射线衍射仪进行分析。其结果产品主要组分是 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 和 $\alpha\text{—Ba}(\text{OH})_2$ 、 $\beta\text{—Ba}(\text{OH})_2$,以及少量的 BaCO_3 。所得分析数据与资料介绍相符^[4]。

3 结果讨论

3.1 真空脱水工艺

因在空气中的氢氧化钡产品易吸收 CO_2 生成 BaCO_3 , 所以要在真空中加热脱水, 这样才能保证 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的含量在 98%^[5] 以上。在工业生产过程中, 为了保证 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的含量, 尽量避免 CO_2 气体对其影响, 加热脱水生成的蒸汽, 应采用不含 CO_2 的热气将 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 中的水分带走。该工艺虽可连续生产, 但脱水时间长, 工艺条件严格, 不易控制^[3]。如采用真空加热脱水, 就避免了氢氧化钡产品与空气中的 CO_2 接触, 使 BaCO_3 的含量在 2.0% 以下。此工艺也适用于中、小型规模的企业。

3.2 温度的影响

实验结果表明, 影响脱水的主要是温度、真空度和时间。 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 虽在常温下可自行脱水, 但脱水速度较慢, 而且不能完全转化为 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ^[4]。加热能加速脱水过程。但升温不能过高, 也不能过快, 否则会造成脱水不均或脱水过度。如果温度过低, 脱水时间拉长, 影响生产周期。真空脱水温度一般控制在 105℃ 范围内, 可得到 98% 以上满意的 $\beta\text{-Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 产品。

3.3 时间的影响

在真空度、温度一定的情况下, 脱水时间长短决定晶体的脱水程度。脱水时间长, 有利于 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的形成, 脱水时间过长, 则 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 转化为 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 过多, 直接影响产品的成本。而脱水时间短, 脱水不充分, 产品中混有氢氧化钡的各种水合物, 主要是 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ^[4], 影响产品纯度。

实验表明, 最佳脱水时间在 90—110 分钟左右效果较好, 产品中只有很少量的无水产物。

3.4 真空度的影响

减少压力不仅有利于脱水, 而且还可以防止脱水过程的碳酸化反应。在一定温度、时间下, 真空越高, 脱水速率越快。

实验结果表明, 真空度在 0.0780—0.0813MPa 是合适的。

除上述因素外, 还有原料湿存水量、结晶的均匀程度等, 对产品也有一定影响。脱水过程表面水份扩散速度快慢, 也影响脱水效果。表面积小, 产品易结块, 形成平衡状态, 不易脱水。因此, 在工业生产中采取桶式真空脱水器, 这样样品处于不断运动、搅拌状态, 产品接触面积大, 脱水均匀, 时间会短些, 能耗低, 产品质量也较稳定。

4 结论

(1) 由八水氢氧化钡制备一水氢氧化钡, 采用真空加热脱水工艺可行。此工艺较加热干燥脱水设备投资少, 工艺操作简单, 反应条件温和、易于控制。

(2) 本工艺因为采用真空方式避免直接接触空气, 产品中 BaCO_3 的含量较低。

(3) 在扩大实验中建议采用桶式真空脱水器, 使产品能充分搅拌, 接触面积大, 脱水效果会

更佳。

(4)温度、真空度、时间是真空脱水的主要技术因素,是相互作用、相互制约的。从实验结果来看,真空度在 0.0780~0.0813MPa, 温度在 80~105℃, 时间 90~110 分钟效果比较理想。

参 考 文 献

- [1]天津化工研究院编. 无机盐工业手册. 北京. 化学工业出版社, 1979, 161~162.
- [2]Kirk-Othmer, "Encyclopedia of Chemical Technology" Third Edition. Volume 3. John Wiley & Sons, Inc, 1978, 470~471.
- [3]孙来九. 微波加热脱水制一水氢氧化钡的研究. 无机盐工业. 1995(4): 24~26.
- [4]H. D. Lutz, W. E. Eness, H. Chvistician and B. Engelen, Thermochim. Acta, 1981(44): 337~343.
- [5]SIGMA Chemical company, Biochemicals and Reagents for life Science research. USA 1997, 165.

The Preparation of Barium hydroxide monohydrate by Dehydration of Barium Hydroxide Octahydrate

Wang Qingning

(Institute of Petro-chemical Industry, Gansu University of Industry, Lanzhou 730050)

Abstract

Barium hydroxide monohydrate is an important material for petro-chemical industry and organic industry. According to the principle of dehydration reaction, barium hydroxide monohydrate was prepared by dehydration of the octahydrate at the condition of vacuum heating. The optimum conditions of the reaction have been found. The equipment is simple and easy to operate, and the reaction conditions easy to control. It also has strong points in preventing the products from carbonating.

Keyword Vacuum heating, Dehydration, Barium hydroxide monohydrate.