



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111282444 A

(43)申请公布日 2020.06.16

(21)申请号 202010239781.5

(22)申请日 2020.03.30

(71)申请人 湖北倍思电子材料有限公司

地址 433200 湖北省荆州市洪湖市府场镇
新丰路61号

(72)发明人 颜超 李娟

(74)专利代理机构 武汉楚天专利事务所 42113

代理人 胡江

(51)Int.Cl.

B01D 61/42(2006.01)

C02F 1/469(2006.01)

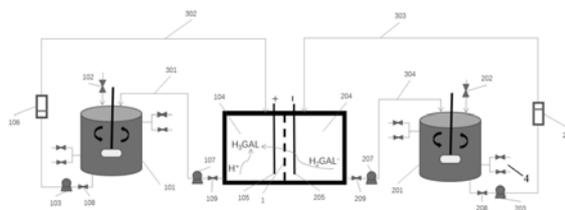
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

一种制备电子级没食子酸的电渗析装置及其制备方法

(57)摘要

一种制备电子级没食子酸的电渗析装置,包括阳极室、阴极室,阳极室的阳极电极和阴极室的阴极电极分别与外部电路连接;阳极室、阴极室之间设有阴离子交换膜;所述阳极室下端通过一号管路连接第一保温搅拌釜上端,所述第一保温搅拌釜下端通过二号管路连接阳极室上端,阳极室、第一保温搅拌釜通过管路形成第一循环回路;所述阴极室下端通过三号管路连接第二保温搅拌釜上端,所述第二保温搅拌釜下端通过四号管路连接阳极室上端,所述阳极室、第二保温搅拌釜通过管路形成第二循环回路;能够有效去除金属离子,以制得达到电子级纯度的没食子酸,简化了超纯试剂的制备工艺,并且符合清洁生产的要求;且操作简单,清洁无污染,有效降低生产成本。



1. 一种制备电子级没食子酸的电渗析装置,其特征在於:包括阳极室(104)、阴极室(204),所述阳极室内设有阳极电极(105);所述阴极室内设有阴极电极(205),阳极电极(105)和阴极电极(205)分别与外部电路连接;阳极室(104)、阴极室(204)之间设有阴离子交换膜(1);

所述阳极室(104)下端通过一号管路(301)连接第一保温搅拌釜(101)上端,所述第一保温搅拌釜(101)下端通过二号管路(302)连接阳极室(104)上端,阳极室(104)、第一保温搅拌釜(101)通过管路形成第一循环回路,所述一号管路(301)上设有第二阀门(109)和第三气动隔膜泵(107),所述二号管路(302)上设有第一阀门(108)和第一气动隔膜泵(103);所述阳极室(104)上端设有用于和外部氮源连接的一号氮源管路阀门(102);

所述阴极室(204)下端通过三号管路(304)连接第二保温搅拌釜(201)上端,所述第二保温搅拌釜(201)下端通过四号管路(303)连接阳极室(204)上端,所述阳极室(204)、第二保温搅拌釜(201)通过管路形成第二循环回路;所述三号管路(304)上设有第四阀门(209)和第四气动隔膜泵(207),所述四号管路(303)上设有第三阀门(208)和第二气动隔膜泵(203);所述阴极室(204)上端设有用于和外部氮源连接的二号氮源管路阀门(202)。

2. 根据权利要求1所述的制备电子级没食子酸的电渗析装置,其特征在於:所述二号管路(302)上还设有第一流量计(106)。

3. 根据权利要求1所述的制备电子级没食子酸的电渗析装置,其特征在於:所述四号管路(303)上还设有第二流量计(206)。

4. 根据权利要求1所述的制备电子级没食子酸的电渗析装置的制备方法,其特征在於包括如下步骤:

步骤一:利用电渗析装置,根据外加金属离子透过性及对所述没食子酸溶液中的没食子酸根离子透过性筛选阴离子交换膜;

步骤二:对电渗析装置进行清洗;

步骤三:向清洗后的电渗析装置的第二保温搅拌釜(201)中加入超纯水,将定量的工业级没食子酸投到超纯水中,打开第二保温搅拌釜(201)夹套热水开关,搅拌加热至60℃-75℃;

步骤四:采用电渗析法,利用步骤一中筛选得到的所述阴离子交换膜去除没食子酸溶液中的部分金属离子,得到没食子酸溶液,电渗析过程中没食子酸溶液一直保温在60℃-75℃;

步骤五:停止电解后,关闭第一气动隔膜泵(103)和第一阀门(108),排空阳极室里的阳极液至第一保温搅拌釜(101)后,关闭第二阀门(109)和第三气动隔膜泵(107),打开夹套冷水开关,将使用冷却水循环降温,将第一保温搅拌釜(101)中物料冷却至10-20℃,降温过程中物料结晶;

步骤六:将冷却到10-20℃的物料移至离心机脱水;

步骤七:将脱水好的物料移烘干机烘干得到成品,脱水后的母液进行循环套用,打回第一保温搅拌釜(101),直至无法继续套用。

5. 根据权利要求4所述的制备电子级没食子酸的电渗析装置的制备方法,其特征在於:所述步骤一中,根据外加金属离子透过性及对所述没食子酸溶液中的没食子酸根离子透过性筛选阴离子交换膜的方法为:利用H型电解槽作电解槽,钛网分别作阳极电极(105)、阴极

电极(205),将阳极电极(105)、阴极电极(205)与外部恒流电源连接,在该H型电解槽的两个槽及阳极电极(105)、阳极电极(205)之间放置一阴离子交换膜(1);在阴极室(204)中加入没食子酸的质量分数为5-15%,外加有300-800ppb的多种不同的金属离子的没食子酸溶液,没食子酸溶液温度为70-90℃;阳极室(104)中加入超纯水;打开循环热水开关,当阳极室(104)、阴极室(204)中溶液的温度均到达70-90℃时,取阴阳极液的初始样,记录初始金属离子的浓度数据;然后将外部恒流电源的电压调到50V开始电解,并每隔一段时间通过酸碱滴定检测阳极室(104)、阴极室(204)中没食子酸浓度的变化,当电解时间达到8-12h时停止电解;用ICP-MS检测样品中金属离子的浓度;然后更换阴离子交换膜,重复以上步骤;

根据对所述外加金属离子透过性及对所述没食子酸溶液中的没食子酸根离子透过性筛选出所述阴离子交换膜;筛选标准为对所述没食子酸根离子具有透过性,对所述外加金属离子具有阻挡性,被筛选的阴离子交换膜的对金属离子的阻挡效果,对没食子酸的透过性以及用来电解的电流效率都优于其他阴离子交换膜。

6. 根据权利要求4所述的制备电子级没食子酸的电渗析装置的制备方法,其特征在于:所述步骤二中对电渗析装置进行清洗的方法为:先用3-7%质量分数的电子级硫酸溶液在电渗析装置中进行循环冲洗,排出该硫酸冲洗液;其后用超纯水反复循环洗涤6~8次,循环洗涤过程中用离子色谱检测洗涤液中残留金属离子的含量,直到洗涤液中 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 金属离子的离子峰面积为0时或残留金属离子浓度为小于0.1ppb时停止清洗。

7. 根据权利要求4所述的制备电子级没食子酸的电渗析装置的制备方法,其特征在于:所述步骤四中采用电渗析法,利用步骤一中筛选得到的所述阴离子交换膜去除没食子酸溶液中的部分金属离子,得到没食子酸溶液的方法具体为:向第一保温搅拌釜(101)中加入超纯水或循环母液,接着打开第一保温搅拌釜(101)、第二保温搅拌釜(201)与外部氮源之间的一号氮源管路阀门(102)和/或二号氮源管路阀门(202),向装置中通入超纯氮气,以排除装置中的空气,此时第一保温搅拌釜(101)或者第二保温搅拌釜(201)内部处于超纯氮气的保护下,然后打开第一保温搅拌釜(101)和第二保温搅拌釜(201)的夹套热水开关,加热第一保温搅拌釜(101)中超纯水及第二保温搅拌釜(201)中没食子酸溶液到60-75℃,打开第一气动隔膜泵(103)、第一阀门(108)、第二阀门(109)及第三气动隔膜泵(107),推动第一保温搅拌釜(101)中超纯水通过管路流向膜堆中的阳极室(104),该阳极室(104)的外壁为纯PP材质;同时,打开第二气动隔膜泵(203)、第三阀门(208)、第四阀门(209)及第四气动隔膜泵(207),推动第二保温搅拌釜(201)中初始没食子酸溶液通过管道流向膜堆中的阴极室(204),阴极室(204)的外壁为纯PP材质;其中,上述阳极室(104)及阴极室(204)之间用步骤一中筛选得到的阴离子交换膜(1)间隔开来,接入外部电源,通入最大电压80-90V,进行电解;经过不断地循环电解反应,利用电解及阴离子交换原理实现制备没食子酸溶液;电渗析过程中没食子酸溶液一直保温60~75℃。

一种制备电子级没食子酸的电渗析装置及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种没食子酸的制备方法,尤其涉及一种制备电子级没食子酸的电渗析装置及其制备方法。

背景技术

[0002] 没食子酸是一种重要的精细有机化学品,应用广泛。近年来欧美微电子使用电子级没食子酸洗涤集成电路,用没食子酸制成清洗剂洗涤芯片聚合物及蚀刻残留物。随着电子信息产业的迅速发展及不断升级换代,对其电子用化学品的质量要求越来越高,有的杂质金属离子含量要求达PPb级。目前电子级没食子酸的制备方法通常是将工业级没食子酸通过装有特定树脂的阳离子交换柱、阴离子交换柱,然后依次经过浓缩、精密过滤、结晶、离心、烘干、筛分后获得。这些工艺的工序繁多,制备过程复杂,导致电子级没食子酸的制备成本较高。

发明内容

[0003] 本发明要解决的问题是:现有技术中的电子级没食子酸制备的工艺的工序繁多,制备过程复杂,导致电子级没食子酸的制备成本较高。

[0004] 本发明采用的技术方案是:一种提纯电子级没食子酸的电渗析装置,包括阳极室、阴极室,所述阳极室内设有阳极电极;所述阴极室内设有阴极电极,阳极电极和阴极电极分别与外部电路连接;阳极室、阴极室之间设有阴离子交换膜;

[0005] 所述阳极室下端通过一号管路连接第一保温搅拌釜上端,所述第一保温搅拌釜下端通过二号管路连接阳极室上端,阳极室、第一保温搅拌釜通过管路形成第一循环回路,所述一号管路上设有第三气动隔膜泵和第二阀门,所述二号管路上设有第一气动隔膜泵和第一阀门;所述阳极室上端设有用于和外部氮源连接的一号氮源管路阀门;

[0006] 所述阴极室下端通过三号管路连接第二保温搅拌釜上端,所述第二保温搅拌釜下端通过四号管路连接阳极室上端,所述阳极室、第二保温搅拌釜通过管路形成第二循环回路;所述三号管路上设有第二气动隔膜泵和第三阀门,所述四号管路上设有第四气动隔膜泵和第四阀门;所述阴极室上端设有用于和外部氮源连接的二号氮源管路阀门。

[0007] 进一步的,所述二号管路上还设有第一流量计。

[0008] 进一步的,所述四号管路上还设有第二流量计。

[0009] 所述的提纯电子级没食子酸的电渗析装置的提纯方法,包括如下步骤:

[0010] 步骤一:利用电渗析装置,根据外加金属离子透过性及对所述没食子酸溶液中的没食子酸根离子透过性筛选阴离子交换膜;

[0011] 步骤二:对电渗析装置进行清洗;

[0012] 步骤三:向清洗后的电渗析装置的第二保温搅拌釜中加入超纯水,将定量的工业级没食子酸投到超纯水中,打开第二保温搅拌釜夹套热水开关,搅拌加热至60℃—75℃;

[0013] 步骤四:采用电渗析法,利用步骤一中筛选得到的所述阴离子交换膜去除没食子

酸溶液中的部分金属离子,得到没食子酸溶液,电渗析过程中没食子酸溶液一直保温在60℃-75℃;

[0014] 步骤五:停止电解后,关闭第一气动隔膜泵和第一阀门,排空阳极室里的阳极液至第一保温搅拌釜后,关闭第二阀门和第三气动隔膜泵,打开夹套冷水开关,将使用冷却水循环降温,将第一保温搅拌釜中物料冷却至10-20℃,降温过程中物料结晶;

[0015] 步骤六:将冷却到10-20℃的物料移至离心机脱水;

[0016] 步骤七:将脱水好的物料移烘干机烘干得到成品,脱水后的母液进行循环套用,打回第一保温搅拌釜,直至无法继续套用。

[0017] 进一步的,所述步骤一中,根据外加金属离子透过性及对所述没食子酸溶液中的没食子酸根离子透过性筛选阴离子交换膜的方法为:利用H型电解槽作电解槽,钛网分别作阳极电极、阴极电极,将阳极电极、阴极电极与外部恒流电源未标出连接,在该H型电解槽的两个槽及阳极电极、阳极电极之间放置一阴离子交换膜;在阴极室中加入没食子酸的质量分数为5-15%,外加有300-800ppb左右的多种不同的金属离子的没食子酸溶液,没食子酸溶液温度为70-90℃;阳极室中加入超纯水。打开循环热水开关,当阴阳极室中溶液的温度均到达70-90℃时,取阴阳极液的初始样,记录初始金属离子的浓度数据,然后将外部恒流电源的电压调到50V开始电解,并每隔一段时间通过酸碱滴定检测阳极室、阴极室中没食子酸浓度的变化,当电解时间达到8-12h时停止电解;用ICP-MS检测样品中金属离子的浓度;然后更换阴离子交换膜,重复以上步骤。

[0018] 根据对所述外加金属离子透过性及对所述没食子酸溶液中的没食子酸根离子透过性筛选出所述阴离子交换膜;筛选标准为对所述没食子酸根离子具有透过性,对所述外加金属离子具有阻挡性,被筛选的阴离子交换膜的对金属离子的阻挡效果,对没食子酸的透过性以及用来电解的电流效率都应明显优于其他阴离子交换膜。

[0019] 进一步的,所述步骤二中对电渗析装置进行清洗的方法为:先用3-7%质量分数的电子级硫酸溶液在电渗析装置中进行循环冲洗,排出该硫酸冲洗液;其后用超纯水反复循环洗涤6~8次,循环洗涤过程中用离子色谱检测洗涤液中残留金属离子的含量,直到洗涤液中 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 金属离子的离子峰面积为0时或残留金属离子浓度为小于0.1ppb时停止清洗。

[0020] 进一步的,所述步骤四中采用电渗析法,利用步骤一中筛选得到的所述阴离子交换膜去除没食子酸溶液中的部分金属离子,得到没食子酸溶液的方法具体为:向第一保温搅拌釜中加入超纯水或循环母液,接着打开第一保温搅拌釜第二保温搅拌釜与外部氮源之间的一号氮源管路阀门和/或二号氮源管路阀门,向装置中通入超纯氮气,以排除装置中的空气,此时第一保温搅拌釜或者第二保温搅拌釜内部处于超纯氮气的保护下,然后打开第一保温搅拌釜和第二保温搅拌釜夹套热水开关,加热第一保温搅拌釜中超纯水及第二保温搅拌釜中没食子酸溶液到60-75℃,打开第一气动隔膜泵、第一阀门、第二阀门及第三气动隔膜泵,推动第一保温搅拌釜中超纯水通过管路流向膜堆中的阳极室,该阳极室的外壁为纯PP材质;同时,打开第二气动隔膜泵、第三阀门、第四阀门及第四气动隔膜泵,推动第二保温搅拌釜中初始没食子酸溶液通过管道流向膜堆中的阴极室,阴极室的外壁为纯PP材质;其中,上述阳极室及阴极室之间用步骤一中筛选得到的阴离子交换膜间隔开来,接入外部电源,通入最大电压80-90V,进行电解;经过不断地循环电解反应,利用电解及阴离子交换

原理实现制备没食子酸溶液；电渗析过程中没食子酸溶液一直保温60~75℃。

[0021] 本发明的有益效果：

[0022] 1) 筛选出了对没食子酸透过性以及其中金属离子的阻挡效果俱佳的阴离子交换膜；

[0023] 2) 用电渗析法将没食子酸中的一些难以用常规方法除去的金属离子(Na⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Zn²⁺)降到50ppb以下，达到电子级的纯度；

[0024] 3) 将电化学的方法应用到超纯试剂的制备过程中，简化了超纯试剂的制备工艺，并且符合清洁生产的要求；

[0025] 4) 能够有效去除金属离子，以制得高纯度没食子酸，且操作简单，清洁无污染，有效降低生产成本。

附图说明

[0026] 图1是本发明的较佳实施例的结构原理图；

[0027] 图2是本发明的较佳实施例的的工艺流程图；

[0028] 图中标号分别表示：1-阴离子交换膜、101-第一保温搅拌釜、102-第一管路阀门、103-第一气动隔膜泵、104-阳极室、105-阳极电极、106-第一流量计、107-第三气动隔膜泵、108-第一阀门、109-第二阀门、201-第二保温搅拌釜、202-二号氮源管路阀门、203-第二气动隔膜泵、204-阴极室、205-阴极电极、206-第二流量计、207-第三气动隔膜泵、208-第三阀门、209-第四阀门、301-一号管路、302-二号管路、303-四号管路、304-三号管路、4-反应釜循环夹套冷热水进出切换阀(仅标示一个)；

具体实施方式

[0029] 下面结合附图对本发明进行进一步说明：

[0030] 请参照图1，一种制备电子级没食子酸的电渗析装置，包括阳极室104、阴极室204，所述阳极室内设有阳极电极105；所述阴极室内设有阴极电极205，阳极电极105和阴极电极205分别与外部电路连接；阳极室104、阴极室204之间设有阴离子交换膜1；

[0031] 所述阳极室104下端通过一号管路301连接第一保温搅拌釜101上端，所述第一保温搅拌釜101下端通过二号管路302连接阳极室104上端，阳极室104、第一保温搅拌釜101通过管路形成第一循环回路，所述一号管路301上设有第二阀门109和第三气动隔膜泵107，所述二号管路302上设有第一阀门108和第一气动隔膜泵103；所述阳极室104上端设有用于和外部氮源连接的一号氮源管路阀门102；

[0032] 所述阴极室204下端通过三号管路304连接第二保温搅拌釜201上端，所述第二保温搅拌釜201下端通过四号管路303连接阳极室204上端，所述阳极室204、第二保温搅拌釜201通过管路形成第二循环回路；所述三号管路304上设有第四阀门209和第四气动隔膜泵207，所述四号管路303上设有第三阀门208和第二气动隔膜泵203；所述阴极室204上端设有用于和外部氮源连接的二号氮源管路阀门202。

[0033] 作为优选的方案，所述二号管路302上还设有第一流量计106，所述四号管路303上还设有第二流量计206，以便于监测液体流量，提高精度。

[0034] 实施例1：

[0035] 步骤一：在电渗析装置中进行电解之前，先要确定最佳的阴离子交换膜，其具体步骤为：

[0036] 参见图1，利用H型电解槽作电解槽，钛网分别作阳极电极105、阴极电极205，将阳极电极105、阴极电极205与外部恒流电源（未标出）连接，在该H型电解槽的两个槽及阳极电极105、阴极电极205之间放置一阴离子交换膜1；在阴极室204中加入没食子酸的质量分数为5-15%，外加有300-800ppb左右的多种不同的金属离子的没食子酸溶液，没食子酸溶液温度为70-90℃；阳极室104中加入超纯水。打开环热水开关，当阳极室104、阴极室204中溶液的温度均到达70-90℃时，取阴阳极液的初始样，记录初始金属离子的浓度数据；然后将外部恒流电源的电压调到50V开始电解，并每隔一段时间通过酸碱滴定检测阴阳极室中没食子酸浓度的变化，当电解时间达到8-12h时停止电解。用ICP-MS检测样品中金属离子的浓度。然后更换阴离子交换膜，重复以上步骤。

[0037] 通过对比不同阴离子交换膜的性能，发现X阴离子交换膜对金属离子的阻挡效果，对没食子酸的透过性以及用来电解的电流效率都明显优于其他阴离子交换膜，最终确定X阴离子交换膜为电渗析装置的用膜，实际筛选到美国ULTREX®离子交换膜AMI-7001，具备较好筛选效果。

[0038] 步骤二：

[0039] 在进行实验前，首先对电渗析装置进行清洗，除去多余的金属离子，避免电解过程中金属离子进入到没食子酸中造成污染。其具体过程为：先用5%电子级硫酸溶液在电渗析装置中进行循环冲洗，1h后，排出该硫酸冲洗液。其后用超纯水反复循环洗涤6~8次，循环洗涤过程中用离子色谱（ICP-MS）检测洗涤液中残留金属离子的含量，直到洗涤液中 Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 等金属离子的离子峰面积为0时停止清洗或残留金属离子浓度为小于0.1ppb时停止清洗。

[0040] 步骤三：

[0041] 将15Kg的工业级没食子酸投入到装有80L超纯水的100L第二保温搅拌釜201中，打开第二保温搅拌釜201夹套热水开关，搅拌加热到至70℃，然后进行电渗析提纯没食子酸，其具体步骤为：参见图1，向100L的第一保温搅拌釜101中加入超纯水或循环母液（即步骤五中脱水后得到的溶液），接着打开第一保温搅拌釜101或者第二保温搅拌釜201与外部氮源之间的一号氮源管路阀门102和/或二号氮源管路阀门202，向装置中通入超纯氮气，以排除装置中的空气，通入氮气15min后，停止通入超纯氮气，此时第一保温搅拌釜101或者第二保温搅拌釜201内部处于超纯氮气的保护下，可防止在电解过程中没食子酸的氧化变质；然后打开第一保温搅拌釜101和第二保温搅拌釜201的夹套热水开关，加热第一保温搅拌釜101中超纯水及第二保温搅拌釜201中没食子酸溶液到60-75℃，打开第一气动隔膜泵103、第一阀门108、第二阀门109及第三气动隔膜泵107，推动第一保温搅拌釜101中超纯水通过管路流向膜堆中的阳极室104，该阳极室104的外壁为纯PP材质；同时，打开第二气动隔膜泵203、第三阀门208、第四阀门209及第四气动隔膜泵207，推动第二保温搅拌釜201中初始没食子酸溶液通过管道流向膜堆中的阴极室204，阴极室204的外壁为纯PP材质；其中，上述阳极室104及阴极室204之间用步骤一中筛选得到的阴离子交换膜1间隔开来，通入最大电压85V，进行电解；经过不断地循环电解反应，利用电解及阴离子交换原理实现提纯没食子酸溶液，考虑到没食子酸在60℃以上的会达到5%以上的溶解度，加5%的没食子酸可以完全溶解；

电渗析过程中没食子酸溶液一直保温在70℃。

[0042] 本实施例中的电渗析的原理可具体参见图1、图2,在阴极室204中,没食子酸在水溶液中电离成没食子酸根和氢离子,氢离子在阴极电极205附近生成氢气放出;在电场的作用下,没食子酸根透过筛选的阴离子交换膜1进入阳极室104,与阳极电极105附近电解水产生的氢离子结合形成没食子酸,同时阳极电极205电解水还产生氧气放出;由于阴离子交换膜对金属离子阻挡性,金属离子包括 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 等并不能完全穿过阴离子交换膜1,从而部分被阻挡在了阴极室204,以此,实现了初始没食子酸去除金属离子。

[0043] 步骤四:

[0044] 停止电解后,关闭第一气动隔膜泵103和第一阀门108,排空阳室104里的阳极液后,关闭第三气动隔膜泵107和第二阀门,109打开夹套冷水机,将使用冷却水循环降温,将第一保温搅拌釜101中物料冷却至15℃,降温过程中物料结晶。

[0045] 步骤五:

[0046] 将冷却到15℃的物料移至离心机进行离心分离,得到的固体物料即为湿料产品,脱水后的母液进行套用,打回第一保温搅拌釜101,直至无法继续套用。

[0047] 步骤六:

[0048] 将脱水好的物料移烘干机烘干得到成品,最终得到干料13Kg,通过纯度分析得到,干料的纯度为99.5%,金属离子(Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+})降到50ppb以下达到电子级纯度。

[0049] 实施例2:

[0050] 本实施例中,确定最佳的阴离子交换膜及清洗电渗析装置的步骤和实施例1相同,不同之处在于:

[0051] 步骤三:

[0052] 将15Kg的工业级没食子酸投入到装有80L超纯水的100L第二保温搅拌釜201中,打开第二保温搅拌釜201夹套热水开关,搅拌加热到温度在60℃,然后进行电渗析提纯没食子酸,其具体步骤为:参见图1,向100L的第一保温搅拌釜101中加入超纯水或循环母液(即步骤五中脱水后得到的溶液),接着打开第一保温搅拌釜101或者第二保温搅拌釜201与外部氮源之间的一号氮源管路阀门102和/或二号氮源管路阀门202,向装置中通入超纯氮气,以排除装置中的空气,通入氮气15min后,停止通入超纯氮气,此时第一保温搅拌釜101或者第二保温搅拌釜201内部处于超纯氮气的保护下,可防止在电解过程中没食子酸的氧化变质;然后打开第一保温搅拌釜101和第二保温搅拌釜201的夹套热水开关,加热第一保温搅拌釜101中超纯水及第二保温搅拌釜201中没食子酸溶液到60-75℃,打开第一气动隔膜泵103、第一阀门108、第二阀门109及第三气动隔膜泵107,推动第一保温搅拌釜101中超纯水通过管路流向膜堆中的阳极室104,该阳极室104的外壁为纯PP材质;同时,打开第二气动隔膜泵203、第三阀门208、第四阀门209及第四气动隔膜泵207,推动第二保温搅拌釜201中初始没食子酸溶液通过管道流向膜堆中的阴极室204,阴极室204的外壁为纯PP材质;其中,上述阳极室104及阴极室204之间用步骤一中筛选得到的阴离子交换膜1间隔开来,通入最大电压80V,进行电解;经过不断地循环电解反应,利用电解及阴离子交换原理实现提纯没食子酸溶液,考虑到没食子酸在60℃以上的会达到5%以上的溶解度,加5%的没食子酸可以完全溶解;电渗析过程中没食子酸溶液一直保温在60℃。

[0053] 步骤四:

[0054] 停止电解后,关闭第一气动隔膜泵103和第一阀门108,排空阳室104里的阳极液后,关闭第三气动隔膜泵107和第二阀门,109打开夹套冷水机,将使用冷却水循环降温,将第一保温搅拌釜101中物料冷却至10℃,降温过程中物料结晶。

[0055] 步骤五:

[0056] 将冷却到10℃的物料移至离心机进行离心分离,得到的固体物料即为湿料产品,脱水后的母液进行套用,打回第一保温搅拌釜101,直至无法继续套用。

[0057] 步骤六:

[0058] 将脱水好的物料移烘干机烘干得到成品,最终得到干料12.5Kg,通过纯度分析得到,干料的纯度为99.2%,金属离子(Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+})降到50ppb以下达到电子级纯度。

[0059] 实施例3:

[0060] 本实施例中,确定最佳的阴离子交换膜及清洗电渗析装置的步骤和实施例1相同,不同之处在于:

[0061] 步骤三:

[0062] 将15Kg的工业级没食子酸投入到装有80L超纯水的100L第二保温搅拌釜201中,打开第二保温搅拌釜201夹套热水开关,搅拌加热到温度在73℃,然后进行电渗析提纯没食子酸,其具体步骤为:参见图1,向100L的第一保温搅拌釜101中加入超纯水或循环母液(即步骤五中脱水后得到的溶液),接着打开第一保温搅拌釜101或者第二保温搅拌釜201与外部氮源之间的一号氮源管路阀门102和/或二号氮源管路阀门202,向装置中通入超纯氮气,以排除装置中的空气,通入氮气15min后,停止通入超纯氮气,此时第一保温搅拌釜101或者第二保温搅拌釜201内部处于超纯氮气的保护下,可防止在电解过程中没食子酸的氧化变质;然后打开第一保温搅拌釜101和第二保温搅拌釜201的夹套热水开关,加热第一保温搅拌釜101中超纯水及第二保温搅拌釜201中没食子酸溶液到60-75℃,打开第一气动隔膜泵103、第一阀门108、第二阀门109及第三气动隔膜泵107,推动第一保温搅拌釜101中超纯水通过管路流向膜堆中的阳极室104,该阳极室104的外壁为纯PP材质;同时,打开第二气动隔膜泵203、第三阀门208、第四阀门209及第四气动隔膜泵207,推动第二保温搅拌釜201中初始没食子酸溶液通过管道流向膜堆中的阴极室204,阴极室204的外壁为纯PP材质;其中,上述阳极室104及阴极室204之间用步骤一中筛选得到的阴离子交换膜1间隔开来,通入最大电压90V,进行电解;经过不断地循环电解反应,利用电解及阴离子交换原理实现提纯没食子酸溶液,考虑到没食子酸在60℃以上的会达到5%以上的溶解度,加5%的没食子酸可以完全溶解;电渗析过程中没食子酸溶液一直保温在73℃。

[0063] 步骤四:

[0064] 停止电解后,关闭第一气动隔膜泵103和第一阀门108,排空阳室104里的阳极液后,关闭第三气动隔膜泵107和第二阀门,109打开夹套冷水机,将使用冷却水循环降温,将第一保温搅拌釜101中物料冷却至19℃,降温过程中物料结晶。

[0065] 步骤五:

[0066] 将冷却到19℃的物料移至离心机进行离心分离,得到的固体物料即为湿料产品,脱水后的母液进行套用,打回第一保温搅拌釜101,直至无法继续套用。

[0067] 步骤六:

[0068] 将脱水好的物料移烘干机烘干得到成品,最终得到干料13.6Kg,通过纯度分析得到,干料的纯度为99.6%,金属离子(Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+})降到50ppb以下达到电子级纯度。

[0069] 本发明以电渗析法将没食子酸中大部分难以用常规方法去除的金属离子和没食子酸分离,制得电子级没食子酸。该电子级没食子酸包含没食子酸和微量金属离子。其中,没食子酸含量大于等于99%,微量金属离子(Na^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+})含量在50ppb以下。相比于现有技术,不仅操作简单,清洁无污染,适用于工业化大规模生产,更主要的是制得的没食子酸中仅包含微量金属离子,纯度更高。

[0070] 在本发明的描述中,需要说明的是,术语“第一”、“第二”、“第三”、“一号”、“二号”、“三号”、“中心”、“上”、“下”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“内”、“外”等指示数量或方位或位置关系为基于附图所示的数量或方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是限制或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作。

[0071] 以上显示和描述了本发明的基本原理和主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的结构关系及原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

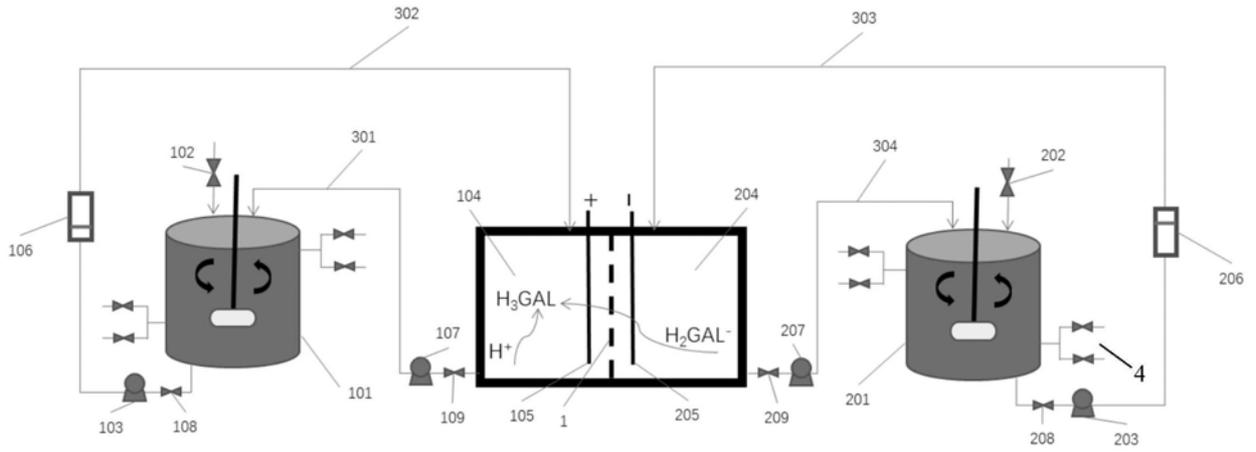


图1



图2