



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103922407 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 16

(21) 申请号 201410182525. 1

(22) 申请日 2014. 04. 30

(71) 申请人 辽宁石化职业技术学院

地址 121001 辽宁省锦州市古塔区北京路二段四号

(72) 发明人 邸万山

(74) 专利代理机构 北京远大卓悦知识产权代理
事务所(普通合伙) 11369

代理人 史霞

(51) Int. Cl.

C01G 39/00(2006. 01)

B01J 31/40(2006. 01)

B01J 31/18(2006. 01)

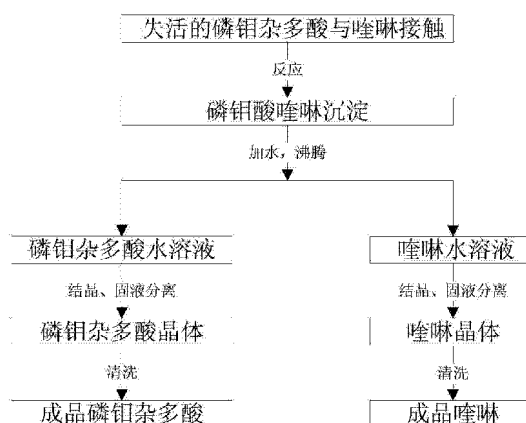
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种磷钼杂多酸回收利用的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种磷钼杂多酸的回收利用方法,包括如下步骤:步骤一,使含有失活的磷钼杂多酸的原液与喹啉A接触,使失活的磷钼杂多酸被沉淀并进行固液分离得到磷钼酸喹啉沉淀,将磷钼酸喹啉沉淀清洗干净;步骤二,先使清洗干净的磷钼酸喹啉沉淀与水接触,然后加热至沸腾,保持沸腾条件直至磷钼酸喹啉沉淀完全分解为磷钼杂多酸B和喹啉B,喹啉B随水蒸气蒸馏出来被收集从而得到喹啉水溶液C,而磷钼杂多酸B则与剩余的水形成磷钼杂多酸水溶液C;步骤三,将磷钼杂多酸水溶液C和喹啉水溶液C分别先进行结晶,然后进行固液分离得到磷钼杂多酸晶体和喹啉晶体,将磷钼杂多酸晶体和喹啉晶体清洗干净即得到所需要的成品磷钼杂多酸和成品喹啉。



1. 一种磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤一,使含有失活的磷钼杂多酸的原液与喹啉 A 接触,使所述失活的磷钼杂多酸被沉淀为磷钼酸喹啉沉淀,进而进行固液分离得到所述磷钼酸喹啉沉淀,并将所述磷钼酸喹啉沉淀清洗干净;

步骤二,先使清洗干净的所述磷钼酸喹啉沉淀与水接触,其中,所述水与所述原液的重量比为 1.2 ~ 0.8 :1,然后加热所述磷钼酸喹啉沉淀和所述水的混合溶液至沸腾,保持所述沸腾条件直至所述磷钼酸喹啉沉淀完全分解为磷钼杂多酸 B 和喹啉 B,所述喹啉 B 随水蒸气蒸馏出来经过冷却后被收集从而得到喹啉水溶液 C,而所述磷钼杂多酸 B 则与剩余的水形成磷钼杂多酸水溶液 C;

步骤三,将所述磷钼杂多酸水溶液 C 和所述喹啉水溶液 C 分别先进行结晶,然后进行所述固液分离得到磷钼杂多酸晶体和喹啉晶体,将所述磷钼杂多酸晶体和喹啉晶体清洗干净即得到所需要的成品磷钼杂多酸和成品喹啉。

2. 如权利要求 1 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述步骤一中使所述失活的磷钼杂多酸催化剂与所述喹啉 A 按照重量比 1 :2.8 ~ 3.5 混合,并在搅拌条件下反应 10 ~ 20min,待反应完全后,静置 10 ~ 30min。

3. 如权利要求 2 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述步骤一中,使所述失活的磷钼杂多酸催化剂与所述喹啉 A 按照重量比 1:3 混合,并在搅拌条件下反应 10 ~ 20min,待反应完全后,静置 10 ~ 30min。

4. 如权利要求 3 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述步骤一中,使所述失活的磷钼杂多酸催化剂与所述喹啉 A 在搅拌条件下反应 15min,待反应完全后,静置 20min。

5. 如权利要求 1 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述步骤二中,所述水与所述原液的重量比为 1:1。

6. 如权利要求 1 或 2 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述固液分离为过滤。

7. 如权利要求 1 或 2 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述步骤二中当所述磷钼酸喹啉沉淀完全被分解后,再继续蒸馏 5 ~ 15min。

8. 如权利要求 1 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述结晶的方法为将所述磷钼杂多酸水溶液 C 和所述喹啉水溶液 C 分别置于容器中加热至沸腾,并保持沸腾条件以蒸发溶剂,待溶液液面出现晶膜时停止加热,再搅拌溶液使所述晶膜分散到溶液中,然后停止搅拌,冷却至室温,即分别得到所述磷钼杂多酸晶体和所述喹啉晶体。

9. 如权利要求 1 或 8 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述磷钼杂多酸在被结晶后,还放置 6-8h 进行陈化。

10. 如权利要求 1 所述的磷钼杂多酸的回收利用方法,其特征在于,所述成品磷钼杂多酸在进行完所述过滤后还包括如下步骤:所述磷钼杂多酸晶体在进行完所述清洗后还包括如下步骤:置于烘箱中于 105-110℃ 烘干 20 ~ 40min,取出后置于干燥器内冷却至室温。

一种磷钼杂多酸回收利用的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种磷钼杂多酸回收利用的方法。

背景技术

[0002] 在有机物合成（如合成乙酸乙酯）中，常使用磷钼杂多酸作为催化剂。磷钼杂多酸在使用一段时间后失去活性（催化剂中毒），需要更换新的磷钼杂多酸催化剂。失去活性的磷钼杂多酸被废弃，如果不回收利用将造成环境污染和资源浪费。

发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种回收利用磷钼杂多酸的方法；

[0004] 本发明的又一目的是提供实现磷钼杂多酸的回收再利用的方法，同时也实现了原料喹啉的回收再利用，以减少环境污染和资源浪费。

[0005] 本发明提供的技术方案为：

[0006] 一种磷钼杂多酸的回收利用方法，包括如下步骤：

[0007] 步骤一，使含有失活的磷钼杂多酸的原液与喹啉 A 接触，使所述失活的磷钼杂多酸被沉淀为磷钼酸喹啉沉淀，进而进行固液分离得到所述磷钼酸喹啉沉淀，并将所述磷钼酸喹啉沉淀清洗干净；

[0008] 步骤二，先使清洗干净的所述磷钼酸喹啉沉淀与水接触，其中，所述水与所述原液的重量比为 1.2 ~ 0.8:1，然后加热所述磷钼酸喹啉沉淀和所述水的混合溶液至沸腾，保持所述沸腾条件直至所述磷钼酸喹啉沉淀完全分解为磷钼杂多酸 B 和喹啉 B，所述喹啉 B 随水蒸气蒸馏出来经过冷却后被收集从而得到喹啉水溶液 C，而所述磷钼杂多酸 B 则与剩余的水形成磷钼杂多酸水溶液 C；

[0009] 步骤三，将所述磷钼杂多酸水溶液 C 和所述喹啉水溶液 C 分别先进行结晶，然后进行所述固液分离得到磷钼杂多酸晶体和喹啉晶体，将所述磷钼杂多酸晶体和喹啉晶体清洗干净即得到所需要的成品磷钼杂多酸和成品喹啉。

[0010] 优选的是，所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中，所述步骤一中使所述失活的磷钼杂多酸催化剂与所述喹啉 A 按照重量比例 1:2.8 ~ 3.5 混合，并在搅拌条件下反应 10 ~ 20min，待反应完全后，静置 10 ~ 30min。

[0011] 优选的是，所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中，所述步骤一中，使所述失活的磷钼杂多酸催化剂与所述喹啉 A 按照重量比 1:3 混合，并在搅拌条件下反应 10 ~ 20min，待反应完全后，静置 10 ~ 30min。

[0012] 优选的是，所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中，所述步骤一中，使所述失活的磷钼杂多酸催化剂与所述喹啉 A 在搅拌条件下反应 15min，待反应完全后，静置 20min。

[0013] 优选的是，所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中，所述步骤二中，所述水与所述原液的重量比为 1:1。

[0014] 优选的是，所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中，所述固液分离使用的方法为过

滤。

[0015] 优选的是,所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中,所述步骤二中当所述磷钼酸喹啉沉淀完全被分解后,再继续蒸馏 5 ~ 15min。

[0016] 优选的是,所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中,所述结晶的方法为将所述磷钼杂多酸水溶液 C 和所述喹啉水溶液 C 分别置于容器中加热至沸腾,并保持沸腾条件以蒸发溶剂,待溶液液面出现晶膜时停止加热,再搅拌溶液使所述晶膜分散到溶液中,然后停止搅拌,冷却至室温,即分别得到所述磷钼杂多酸晶体或所述喹啉晶体。

[0017] 优选的是,所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中,所述磷钼杂多酸在被结晶后,还放置 6-8h 进行陈化。

[0018] 优选的是,所述的磷钼杂多酸的回收利用方法中,所述磷钼杂多酸晶体在进行完所述清洗后还包括如下步骤:置于烘箱中于 105-110℃ 烘干 20 ~ 40min,取出后置于干燥器内冷却至室温。

[0019] 本发明的有益效果为:

[0020] 依照本发明的方法可使磷钼杂多酸重复使用,从而生产成本降低;

[0021] 依照本发明的方法在常温、常压下即可制备磷钼酸喹啉沉淀,工艺简单,操作方便;

[0022] 依照本发明的方法磷钼杂多酸的回收率高,回收到的磷钼杂多酸纯度高;同时,使用的原料喹啉回收后可重复使用。

附图说明

[0023] 图 1 为本发明所述的磷钼杂多酸的回收利用方法的流程图。

具体实施方式

[0024] 下面结合附图对本发明做进一步的详细说明,以令本领域技术人员参照说明书文字能够据以实施。

[0025] 实施例 1:

[0026] 一、实验方法:

[0027] 如图 1 所示包括如下步骤:

[0028] (1) 制备磷钼酸喹啉

[0029] 将 500.0g 磷钼杂多酸废液杂多酸(磷钼杂多酸含量以 87.5% 计)置于容器中,按磷钼杂多酸与喹啉化学反应的重量比 1:3 加入喹啉。开启搅拌器搅拌溶液,喹啉与磷钼杂多酸反应生成磷钼酸喹啉沉淀,反应 15min 后关闭搅拌器停止搅拌溶液,静止 20min。

[0030] 磷钼杂多酸与喹啉化学反应方程式:

[0031]
$$\text{H}_3(\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3) + 3\text{C}_9\text{H}_7\text{N} + \text{H}_2\text{O} = (\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_3\text{H}_3(\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3) \cdot \text{H}_2\text{O} \downarrow$$

[0032] (2) 过滤磷钼酸喹啉沉淀

[0033] 将铁圈安装在铁架台上,将滤纸置于漏斗中,将带滤纸的漏斗置于铁圈中。将待过滤磷钼酸喹啉沉淀及溶液置于带滤纸的漏斗中进行过滤,过滤后用蒸馏水洗涤磷钼酸喹啉沉淀 5 次,得到磷钼酸喹啉。

[0034] (3) 制备磷钼杂多酸

[0035] 将步骤2中制备的磷钼酸喹啉沉淀置于1000mL带支管蒸馏烧瓶中,加入500mL蒸馏水。开启加热器加热溶液至沸腾,磷钼酸喹啉沉淀分解成磷钼杂多酸和喹啉,喹啉被水蒸汽蒸馏出来经过冷凝管冷却后进入收集器中。带支管蒸馏烧瓶中的沉淀完全消失后再蒸馏10min。带支管蒸馏烧瓶中剩余溶液为磷钼杂多酸溶液。

[0036] (4) 制备磷钼杂多酸晶体

[0037] 将带支管蒸馏烧瓶中的磷钼杂多酸溶液置于另一个容器中,开启加热器加热至溶液沸腾蒸发溶剂,当磷钼杂多酸溶液液面出来晶膜时关闭加热器停止加热,开启搅拌器搅拌溶液使晶膜分散到溶液中停止搅拌,将溶液冷却至室温,磷钼杂多酸从溶液中结晶出来,放置7小时陈化。

[0038] (5) 过滤磷钼杂多酸晶体

[0039] 将铁圈安装铁架台上,将带滤纸的漏斗安装在铁圈中,漏斗下端放置容器。将步骤4中得到的待过滤磷钼杂多酸晶体及溶液置入漏斗中过滤。过滤后用蒸馏水洗涤沉淀5次。将洗涤后的磷钼杂多酸晶体置于105℃烘箱中烘干30min,取出后置于干燥器内冷却至室温制得成品磷钼杂多酸。滤液为杂质弃去。

[0040] (6) 回收喹啉

[0041] 将步骤3中得到的收集器中的喹啉溶液置于又一个容器中,将容器置于加热器上,开启加热器加热溶液至沸腾蒸发溶剂,至溶液液面出现晶膜时关闭加热器停止加热。开启搅拌器搅拌溶液使晶膜分散到溶液中,关闭搅拌器停止搅拌溶液,冷却至室温,喹啉从溶液结晶出来。

[0042] (7) 过滤喹啉

[0043] 将铁圈安装铁架台上,将带滤纸的漏斗安装在铁圈中,漏斗下端放置容器。将步骤6中的喹啉晶体及溶液置于漏斗中过滤。过滤后用蒸馏水洗涤沉淀5次,制得成品喹啉,滤液为杂质弃去。

[0044] 二、实验结果:

[0045] 1. 磷钼杂多酸的回收率

[0046] 用回收成品磷钼杂多酸的质量与样品中磷钼杂多酸的质量比值计算回收率。测定数据见表1,从表1中可以看出依照本发明的方法磷钼杂多酸的回收率高达97.7%以上,效果很好。

[0047] 表1 磷钼杂多酸回收率

[0048]

测定次数 项目	1	2	3
磷钼杂多酸废液质量, g	500.0		
废液中磷钼杂多酸含量, %	87.5		
理论回收磷钼杂多酸, g	437.5		
实际回收磷钼杂多酸, g	427.9	427.4	428.3
回收率, %	97.8	97.7	97.9
平均回收率, %	97.8		

[0049] 2. 磷钼杂多酸纯度测定

[0050] (1) 测定原理

[0051] 磷钼杂多酸在酸性溶液中与喹钼柠酮试剂生成磷钼酸喹啉沉淀, 磷钼酸喹啉沉淀经过滤、洗涤、干燥。称量磷钼酸喹啉质量与试样质量的比值即为磷钼杂多酸纯度。

[0052] (2) 测定过程

[0053] 用分析天平准确称取干燥后的磷钼杂多酸置于 500mL 烧杯中, 加入 (1+1) 硝酸 10mL, (1+1) 硝酸即为市售硝酸母液加一倍的水稀释, 然后用蒸馏水稀释至 100mL, 加热煮沸 5 分钟, 向烧杯加入 35mL 喹钼柠酮试剂, 用表面皿盖上烧杯, 置于近沸水浴中保温至沉淀分层, 取出烧杯冷却至室温, 冷却过程中转动烧杯 3 ~ 4 次。用预先在 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的 4 号玻璃坩埚式滤器抽滤, 先将上层清液滤完, 然后以倾泻法洗涤沉淀 1 ~ 2 次 (每次用 25mL 蒸馏水), 将沉淀转移到滤器中, 再用蒸馏水继续洗涤, 所用蒸馏水共 125 ~ 150mL, 将带有沉淀的滤器置于 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱内, 待温度达到后 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ 后干燥 45min, 移入干燥器中冷却, 称量滤器及磷钼酸喹啉沉淀的质量。平行测定三次。按同样的操作步骤作空白试验。测定数据见表 2。

[0054] (3) 数据处理

[0055] 磷钼杂多酸含量 ω , 以质量百分数表示:

$$[0056] \quad \omega = \frac{(m_1 - m_2 - m_0) \times M_1}{M_2 \times m} \times 100$$

[0057] 式中: m_1 —— 4 号玻璃坩埚式滤器及磷钼酸喹啉的质量, g;

[0058] m_2 —— 4 号玻璃坩埚式滤器的质量, g;

[0059] m_0 —— 空白试验所得磷钼酸喹啉的质量, g;

[0060] m —— 试样的质量, g;

[0061] M_1 —— 磷钼杂多酸的摩尔质量, g/mol;

[0062] M_2 —— 磷钼酸喹啉的摩尔质量, g/mol。

[0063] 根据上述公式和测得的数据进行计算,得到结果也列于表 2 中,我们可以看出,通过本发明的方法制备的磷钼杂多酸的纯度高达 99.7% 以上,纯度非常高,适用于再次作为催化剂使用。

[0064] 表 2 磷钼杂多酸纯度

[0065]

测定次数 项目	1	2	3
磷钼杂多酸试样的质量, g	5.7592	5.4786	5.2691
4 号玻璃坩埚式滤器的质量, g	41.5621		
4 号玻璃坩埚式滤器及磷钼酸喹啉的质量, g	48.5904	48.2412	47.9922
磷钼杂多酸的摩尔质量, mol/L	1825.25		
磷钼酸喹啉的摩尔质量, mol/L	2232.24		
空白试验所得磷钼酸喹啉的质量, g	0.001		
测定磷钼杂多酸的质量, g	5.7477	5.4622	5.2586
磷钼杂多酸的纯度, %	99.8	99.7	99.8
磷钼杂多酸的平均纯度, %	99.8		

[0066]

[0067] 实施例 2:

[0068] 实验方法:

[0069] 如图 1 所示包括如下步骤:

[0070] (1) 制备磷钼酸喹啉

[0071] 将 500.0g 磷钼杂多酸废液杂多酸(磷钼杂多酸含量以 87.5% 计)置于容器中,按磷钼杂多酸与喹啉化学反应的重量比 1:2.8 加入喹啉。开启搅拌器搅拌溶液,喹啉与磷钼杂多酸反应生成磷钼酸喹啉沉淀,反应 10min 后关闭搅拌器停止搅拌溶液,静止 30min。

[0072] 磷钼杂多酸与喹啉化学反应方程式:

[0073]
$$\text{H}_3(\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3) + 3\text{C}_9\text{H}_7\text{N} + \text{H}_2\text{O} = (\text{C}_9\text{H}_7\text{N})_3\text{H}_3(\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3) \cdot \text{H}_2\text{O} \downarrow$$

[0074] (2) 过滤磷钼酸喹啉沉淀

[0075] 将铁圈安装在铁架台上,将滤纸置于漏斗中,将带滤纸的漏斗置于铁圈中。将待过滤磷钼酸喹啉沉淀及溶液置于带滤纸的漏斗中进行过滤,过滤后用蒸馏水洗涤磷钼酸喹啉沉淀 5 次,得到磷钼酸喹啉。

[0076] (3) 制备磷钼杂多酸

[0077] 将步骤 2 中制备的磷钼酸喹啉沉淀置于 1000mL 带支管蒸馏烧瓶中, 加入 600mL 蒸馏水。开启加热器加热溶液至沸腾, 磷钼酸喹啉沉淀分解成磷钼杂多酸和喹啉, 喹啉被水蒸汽蒸馏出来经过冷凝管冷却后进入收集器中。带支管蒸馏烧瓶中的沉淀完全消失后再蒸馏 5min。带支管蒸馏烧瓶中剩余溶液为磷钼杂多酸溶液。

[0078] (4) 制备磷钼杂多酸晶体

[0079] 将带支管蒸馏烧瓶中的磷钼杂多酸溶液置于另一个容器中, 开启加热器加热至溶液沸腾蒸发溶剂, 当磷钼杂多酸溶液液面出现晶膜时关闭加热器停止加热, 开启搅拌器搅拌溶液使晶膜分散到溶液中停止搅拌, 将溶液冷却至室温, 磷钼杂多酸从溶液中结晶出来, 放置 6 小时陈化。

[0080] (5) 过滤磷钼杂多酸晶体

[0081] 将铁圈安装铁架台上, 将带滤纸的漏斗安装在铁圈中, 漏斗下端放置容器。将步骤 4 中得到的待过滤磷钼杂多酸晶体及溶液置入漏斗中过滤。过滤后用蒸馏水洗涤沉淀 5 次。将洗涤后的磷钼杂多酸晶体置于 110℃ 烘箱中烘干 20min, 取出后置于干燥器内冷却至室温制得成品磷钼杂多酸。滤液为杂质弃去。

[0082] (6) 回收喹啉

[0083] 将步骤 3 中得到的收集器中的喹啉溶液置于又一个容器中, 将容器置于加热器上, 开启加热器加热溶液至沸腾蒸发溶剂, 至溶液液面出现晶膜时关闭加热器停止加热。开启搅拌器搅拌溶液使晶膜分散到溶液中, 关闭搅拌器停止搅拌溶液, 冷却至室温, 喹啉从溶液结晶出来。

[0084] (7) 过滤喹啉

[0085] 将铁圈安装铁架台上, 将带滤纸的漏斗安装在铁圈中, 漏斗下端放置容器。将步骤 6 中的喹啉晶体及溶液置于漏斗中过滤。过滤后用蒸馏水洗涤沉淀 5 次, 制得成品喹啉, 滤液为杂质弃去。

[0086] 验证本实施例中磷钼杂多酸的回收率和磷钼杂多酸的纯度, 仍采用同实施例 1 中同样的方法, 经过测定, 本实施例中的磷钼杂多酸的回收率高达 90% 以上, 磷钼杂多酸的纯度高达 99.5% 以上。

[0087] 实施例 3 :

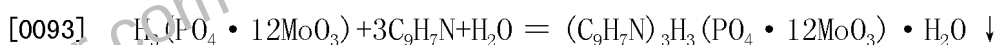
[0088] 实验方法 :

[0089] 如图 1 所示包括如下步骤 :

[0090] (1) 制备磷钼酸喹啉

[0091] 将 500.0g 磷钼杂多酸废液杂多酸 (磷钼杂多酸含量以 87.5% 计) 置于容器中, 按磷钼杂多酸与喹啉化学反应的重量比 1 : 3.5 加入喹啉。开启搅拌器搅拌溶液, 喹啉与磷钼杂多酸反应生成磷钼酸喹啉沉淀, 反应 20min 后关闭搅拌器停止搅拌溶液, 静置 10min。

[0092] 磷钼杂多酸与喹啉化学反应方程式 :



[0094] (2) 过滤磷钼酸喹啉沉淀

[0095] 将铁圈安装在铁架台上, 将滤纸置于漏斗中, 将带滤纸的漏斗置于铁圈中。将待过滤磷钼酸喹啉沉淀及溶液置于带滤纸的漏斗中进行过滤, 过滤后用蒸馏水洗涤磷钼酸喹啉

沉淀 5 次,得到磷钼酸喹啉。

[0096] (3) 制备磷钼杂多酸

[0097] 将步骤 2 中制备的磷钼酸喹啉沉淀置于 1000mL 带支管蒸馏烧瓶中,加入 400mL 蒸馏水。开启加热器加热溶液至沸腾,磷钼酸喹啉沉淀分解成磷钼杂多酸和喹啉,喹啉被水蒸汽蒸馏出来经过冷凝管冷却后进入收集器中。带支管蒸馏烧瓶中的沉淀完全消失后再蒸馏 15min。带支管蒸馏烧瓶中剩余溶液为磷钼杂多酸溶液。

[0098] (4) 制备磷钼杂多酸晶体

[0099] 将带支管蒸馏烧瓶中的磷钼杂多酸溶液置于另一个容器中,开启加热器加热至溶液沸腾蒸发溶剂,当磷钼杂多酸溶液液面出来晶膜时关闭加热器停止加热,开启搅拌器搅拌溶液使晶膜分散到溶液中停止搅拌,将溶液冷却至室温,磷钼杂多酸从溶液中结晶出来,放置 8 小时陈化。

[0100] (5) 过滤磷钼杂多酸晶体

[0101] 将铁圈安装铁架台上,将带滤纸的漏斗安装在铁圈中,漏斗下端放置容器。将步骤 4 中得到的待过滤磷钼杂多酸晶体及溶液置入漏斗中过滤。过滤后用蒸馏水洗涤沉淀 5 次。将洗涤后的磷钼杂多酸晶体置于 108℃ 烘箱中烘干 40min,取出后置于干燥器内冷却至室温制得成品磷钼杂多酸。滤液为杂质弃去。

[0102] (6) 回收喹啉

[0103] 将步骤 3 中得到的收集器中的喹啉溶液置于又一个容器中,将容器置于加热器上,开启加热器加热溶液至沸腾蒸发溶剂,至溶液液面出现晶膜时关闭加热器停止加热。开启搅拌器搅拌溶液使晶膜分散到溶液中,关闭搅拌器停止搅拌溶液,冷却至室温,喹啉从溶液结晶出来。

[0104] (7) 过滤喹啉

[0105] 将铁圈安装铁架台上,将带滤纸的漏斗安装在铁圈中,漏斗下端放置容器。将步骤 6 中的喹啉晶体及溶液置于漏斗中过滤。过滤后用蒸馏水洗涤沉淀 5 次,制得成品喹啉,滤液为杂质弃去。

[0106] 验证本实施例中磷钼杂多酸的回收率和磷钼杂多酸的纯度,仍采用同实施例 1 中同样的方法,经过测定,本实施例中的磷钼杂多酸的回收率高达 97% 以上,磷钼杂多酸的纯度高达 99% 以上。

[0107] 尽管本发明的实施方案已公开如上,但其并不仅仅限于说明书和实施方式中所列运用,它完全可以被适用于各种适合本发明的领域,对于熟悉本领域的人员而言,可容易地实现另外的修改,因此在不背离权利要求及等同范围所限定的一般概念下,本发明并不限于特定的细节和这里示出与描述的图例。

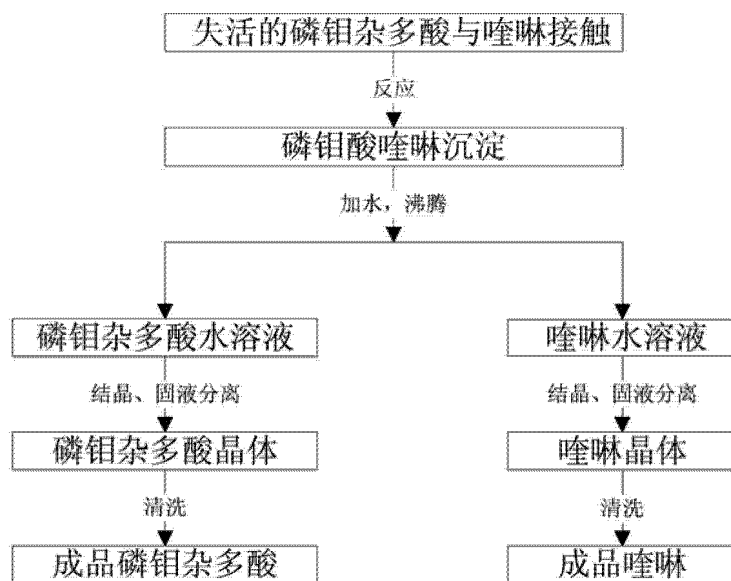


图 1