(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111905398 A
(43)申请公布日 2020.11.10

(21)申请号 202010593249.3

(22)申请日 2020.06.26

(71)申请人 中国轻工业长沙工程有限公司
地址 410114 湖南省长沙市雨花区环保科技园新兴路268号

(72)发明人 彭征宇 万华 朱利民 黄小红 李冰

(74)专利代理机构 长沙新裕知识产权代理有限公司 43210
代理人 李由

(51)Int.Cl.
B01D 9/00(2006.01)
B01D 1/22(2006.01)
B01D 1/26(2006.01)
B01D 1/30(2006.01)
C01G 51/10(2006.01)
C01G 53/10(2006.01)
C01C 1/16(2006.01)
C01G 51/08(2006.01)

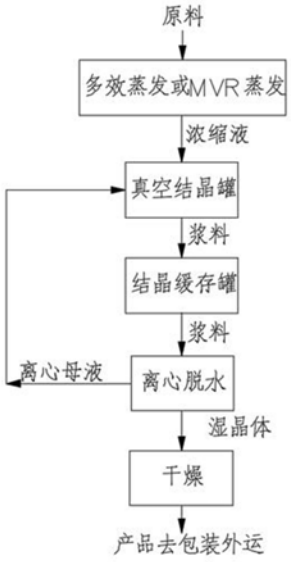
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺

(57)摘要

一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，包括以下步骤：含盐溶液通过多效蒸发装置或者MVR蒸发装置浓缩至接近饱和状态，浓缩后的含盐溶液进入真空结晶罐后闪发降温，料液在真空结晶罐内循环的同时析出盐晶体，得到浆液，真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水或者冷冻水换热冷却后，得到冷凝水和少量不凝汽，不凝汽通过真空泵或蒸汽喷射泵抽出；真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐，再由结晶缓存罐送至离心机，离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的晶体产品。



CN 111905398 A

1.一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，含盐溶液包含硫酸镍、硫酸钴、氯化钴、氯化铵等几种溶液，其特征在于包括以下步骤：

(a)盐浓度为5%～30%的含盐溶液通过多效蒸发装置或者MVR蒸发装置浓缩至接近饱和状态，浓缩后的盐溶液浓度为25%~50%，从蒸发装置出来的溶液温度为68~95℃；

(b)含盐溶液进入真空结晶罐后闪发降温，控制真空结晶罐内溶液温度为45～60℃，闪发产生的二次汽温度为35~50℃，料液在真空结晶罐内析出盐晶体，得到浆液；

(c)真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水或者冷冻水换热冷却后，得到冷凝水和少量不凝汽，不凝汽通过真空泵或蒸汽喷射泵抽出，循环冷却水控制在30~34℃，冷冻水控制在5~25℃；

(d)真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐，再由结晶缓存罐送至离心机，离心机出来的湿料含水率2.5%～4%；

(e)离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的晶体产品。

2.根据权利要求1所述的一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，其特征在于：(a)步骤中控制浓缩后的盐溶液温度为70～85℃。

3.根据权利要求1所述的一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，其特征在于：(b)步骤中控制真空结晶罐内溶液温度为45～55℃，二次汽温度为38~42℃。

4.根据权利要求1所述的一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，其特征在于：(c)步骤中控制循环冷却水温度优选为30～32℃，冷冻水温度为10～15℃。

5.根据权利要求1所述的一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，其特征在于：(b)、(c)步骤中真空结晶罐选型优选DTB罐型。

一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺

技术领域

[0001] 本发明属于无机盐晶体生产技术领域，特别涉及硫酸镍、硫酸钴、氯化钴、氯化铵等盐的连续结晶生产工艺。

背景技术

[0002] 在工业生产中，常需要得到各种无机盐的晶体产品，如六水硫酸镍、七水硫酸钴、六水氯化钴、氯化铵等。如冶金行业萃取得到的高纯硫酸钴溶液，需要通过结晶工艺才能得到七水硫酸钴晶体产品。现有生产中主要采用间歇法得到七水硫酸钴晶体，该方法主要是溶液在带夹套釜式结晶器中间歇冷却结晶，再间歇排出浆液至离心分离工段，得到七水硫酸钴产品。现有技术工艺存在需要结晶器容积大、数量多，设备投资大，占地面积大，系统间歇运行，自动化程度低等缺点。另外，也有硫酸镍、硫酸钴采用连续结晶工艺，采用冷却型内循环连续结晶器，通过结晶器的外置冷却器与循环冷却水换热冷却后得到晶浆，该生产方式也存在结晶器结构复杂，外置冷却器及结晶器易发生物料堵塞、操作和维护较为困难等问题。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，针对含盐溶液为硫酸镍、硫酸钴、氯化钴、氯化铵等几种类型溶液的盐进行蒸发结晶处理，得到可以回用的冷凝水，同时得到满足高品质要求的六水硫酸镍、七水硫酸钴、六水氯化钴、氯化铵产品。

[0004] 本发明的技术方案：

一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐的工艺，含盐溶液为硫酸镍、硫酸钴、氯化钴、氯化铵等几种溶液中的一种，该工艺包括以下工艺步骤：

(a)盐浓度为5%～30%的含盐溶液通过多效蒸发装置或者MVR蒸发装置浓缩至接近饱和状态，浓缩后的盐溶液浓度为25%~50%，从蒸发装置出来的溶液温度为68~95℃。

[0005] (b)接近饱和状态的含盐溶液进入真空结晶罐后闪发降温，料液在真空结晶罐内循环，控制真空结晶罐内溶液温度为45～60℃，闪发产生的二次汽温度为35~50℃，料液在真空结晶罐内析出盐晶体，得到浆液。

[0006] (c)真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水或者冷水换热冷却后，得到冷凝水和少量不凝汽，不凝汽通过真空泵或蒸汽喷射泵抽出，循环冷却水控制在30~34℃，冷水控制在5~25℃。

[0007] (d)真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐，再由结晶缓存罐送至离心机，离心机出来的湿料含水率2.5%～4%。

[0008] (e)离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的晶体产品。

[0009] 所述(a)步骤中，控制浓缩后的盐溶液温度优选为70～85℃。

[0010] 所述(b)步骤中，控制真空结晶罐内溶液温度优选为45～55℃，二次汽温度为38~42℃。

[0011] 所述(c)步骤中,控制循环冷却水温度优选为30～32℃,冷水温度优选为10～15℃。

[0012] 本发明的有益效果:提供了一种连续结晶生产镍钴盐、铵盐工艺,采用真空闪发降温冷却析盐的工艺,整个流程不需使用对浆液进行冷却降温的外置冷却器,真空结晶罐结构简单,占地面积小,整个系统可以连续稳定运行,不易堵塞,能耗低,自动化程度高。

附图说明

[0013] 图1 为连续生产结晶盐的生产工艺流程示意图。

具体实施方式

[0014] 实施例1

连续结晶生产硫酸钴的工艺。硫酸钴含盐溶液25℃,硫酸钴浓度为23%的含盐溶液通过多效蒸发装置或者MVR蒸发装置浓缩,浓缩后的硫酸钴浓度为41%,温度为72℃;该浓缩溶液进入真空结晶罐后闪发降温,控制真空结晶罐内溶液温度为48℃,闪发产生的二次汽温度为42℃, 硫酸钴浓度为33%,料液在真空结晶罐内析出盐晶体,得到浆液,真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水换热冷却后,得到冷凝水和少量不凝汽,不凝汽通过真空泵抽出,循环冷却水进水温度为32℃,出口温度为38℃。真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐,再由结晶缓存罐送至离心机,离心机出来的湿料含水率3%;离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的七水硫酸钴晶体产品。

[0015] 实施例2

连续结晶生产硫酸镍的工艺。硫酸镍含盐溶液40℃,硫酸镍浓度为21%的含盐溶液通过多效蒸发装置或者MVR蒸发装置浓缩,浓缩后的硫酸镍浓度为41%,温度为95℃;该浓缩溶液进入真空结晶罐后闪发降温,控制真空结晶罐内溶液温度为45℃,闪发产生的二次汽温度为40℃,硫酸镍浓度为33%,料液在真空结晶罐内析出盐晶体,得到浆液,真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水换热冷却后,得到冷凝水和少量不凝汽,不凝汽通过真空泵抽出,循环冷却水进水温度为32℃,出口温度为38℃。真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐,再由结晶缓存罐送至离心机,离心机出来的湿料含水率2.7%;离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的六水硫酸镍晶体产品。

[0016] 实施例3

连续结晶生产氯化铵的工艺。氯化铵浓度为5.9%的含盐溶液,温度30℃,通过多效蒸发装置或者MVR蒸发装置浓缩,浓缩后的氯化铵浓度为40%,温度为75℃;该浓缩溶液进入真空结晶罐后闪发降温,控制真空结晶罐内溶液温度为54℃,闪发产生的二次汽温度为42℃,氯化铵浓度为34%,料液在真空结晶罐内析出盐晶体,得到浆液,真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水换热冷却后,得到冷凝水和少量不凝汽,不凝汽通过真空泵抽出,循环冷却水进水温度为32℃,出口温度为38℃。真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐,再由结晶缓存罐送至离心机,离心机出来的湿料含水率3.2%;离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的氯化铵晶体产品。

[0017] 实施例4

连续结晶生产氯化钴的工艺。氯化钴浓度为24%,温度30℃的含盐溶液,通过多效蒸发

装置或者MVR蒸发装置浓缩，浓缩后的氯化钴浓度为50%，温度为90℃；该浓缩溶液进入真空结晶罐后闪发降温，控制真空结晶罐内溶液温度为50℃，闪发产生的二次汽温度为40℃，氯化钴浓度为45%，料液在真空结晶罐内析出盐晶体，得到浆液，真空结晶罐产生的二次汽通过表冷器与循环冷却水换热冷却后，得到冷凝水和少量不凝汽，不凝汽通过真空泵抽出，冷冻水进水温度为15℃，出口温度为20℃。真空结晶罐得到的浆液再用泵送至结晶缓存罐，再由结晶缓存罐送至离心机，离心机出来的湿料含水率3.5%；离心脱水得到的晶体通过干燥床干燥后得到粒度均匀的六水氯化钴晶体产品。

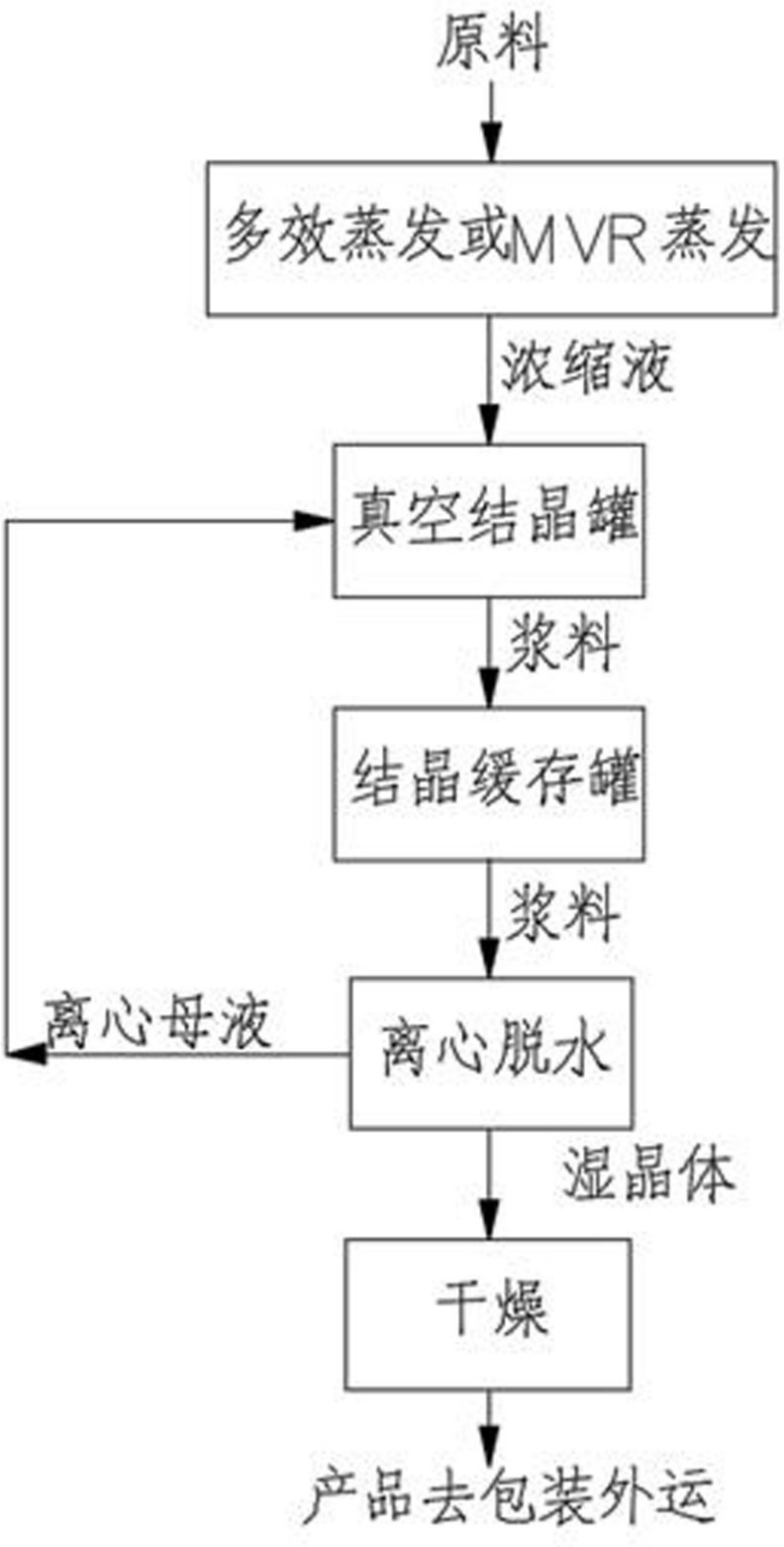


图1