(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104085861 B
(45)授权公告日 2016.04.13

(21)申请号 201410330942.6

(22)申请日 2014.07.11

(73)专利权人 昆山明宽环保节能科技有限公司
地址 215300 江苏省苏州市昆山市巴城镇诚翔路285号

(72)发明人 陈时全 梁媛华

(74)专利代理机构 北京科亿知识产权代理事务所(普通合伙) 11350
代理人 汤东凤

(51)Int.Cl.
C01B 17/90(2006.01)

审查员 刘佳

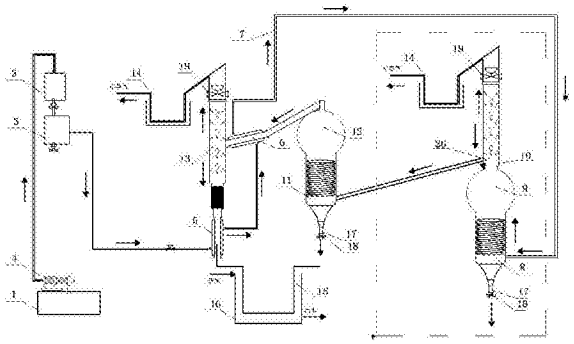
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置及其对应工艺

(57)摘要

本发明提供了一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其从石墨烯废水中提纯硫酸，达到资源循环利用的目的，而且酸液占比回收率达92%～95%，同时本装置操作过程中可回收大部分热量，节约电能约30%。其包括废液存储槽，其特征在于：其还包括冷凝部分、蒸馏部分，所述冷凝部分包括两个冷凝单元、冷凝精馏单元、冷凝加热单元，两个冷凝单元分别为第一冷凝单元、第二冷凝单元，所述第一冷凝单元、第二冷凝单位均布置有内腔、外腔，所述冷凝精馏单元的下方出口连通所述第一冷凝单元的内腔进口，所述第一冷凝单元的内腔出口连通至硫酸盛放装置，所述冷凝加热器的出口布置有冷凝蒸馏瓶，所述冷凝蒸馏瓶的出口连接至所述第二冷凝单元的内腔入口。



CN 104085861 B

1.一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其包括废液存储槽，其特征在于：其还包括冷凝部分、蒸馏部分，所述冷凝部分包括两个冷凝单元、冷凝精馏单元、冷凝加热单元，两个冷凝单元分别为第一冷凝单元、第二冷凝单元，所述第一冷凝单元、第二冷凝单位均布置有内腔、外腔，所述冷凝精馏单元的下方出口连通所述第一冷凝单元的内腔进口，所述第一冷凝单元的内腔出口连通至硫酸盛放装置，所述冷凝加热单元的加热单元具体为冷凝加热器，所述冷凝加热器的内部腔体内设置有加热丝，所述冷凝加热器的出口布置有冷凝蒸馏瓶，所述冷凝蒸馏瓶的出口连接至所述第二冷凝单元的内腔入口，所述第二冷凝单元的内腔出口连通至冷凝精馏单元的入口，所述冷凝精馏单元上部出口通过水汽输送管外接外部的供热系统，所述蒸馏部分具体包括N段蒸馏段，分别为第1蒸馏段、第2蒸馏段、……、第N蒸馏段，其中N为≥1的自然数，每段所述蒸馏段均包括加热单元、蒸馏瓶、精馏单元，第二冷凝单元的外腔出口通过导流管连通至第1蒸馏段的加热单元的液体进口，第1蒸馏段的加热单元的上部出口连通至第1蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第1蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第1蒸馏段的精馏单元的入口，第1蒸馏段的精馏单元的下方出口连通至第2蒸馏段的加热单元的液体进口，第2蒸馏段的加热单元的上部出口连通至第2蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第2蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第2蒸馏段的精馏单元的入口，直至第N蒸馏段精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口，所有蒸馏段内的每个精馏单元的上部出口分别通过水汽输送管外接外部的供热系统。

2.如权利要求1所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其特征在于：每段所述蒸馏段的布置为所述加热单元的上方布置有所述蒸馏瓶，所述蒸馏瓶的上方布置有所述精馏单元，所述精馏单元的下方内腔内设置有斜向挡 板，所述斜向挡板引流至本精馏单元的下方出口。

3.如权利要求1所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其特征在于：所述第一冷凝单元、第二冷凝单元具体为螺旋式冷凝管，所述螺旋式冷凝管的内腔为置于管壁内部的螺旋管螺旋形成的内部腔体，所述螺旋式冷凝管的外腔为螺旋管的外壁和管壁的内壁所形成的腔体。

4.如权利要求1所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其特征在于：所述蒸馏段内的加热单元具体为加热器，所述加热器的内部腔体内设置有加热丝。

5.如权利要求1所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其特征在于：所述废液存储槽包括废液地下存储槽、高位存储槽、平衡槽，所述废液地下存储槽通过水泵、对应管路连通至所述高位存储槽的上部进口，所述高位存储槽的下部出口连通至所述平衡槽的进口，所述平衡槽的出口通过管路连通至第一冷凝单元的外腔入口。

6.如权利要求1所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其特征在于：所述冷凝精馏单元、蒸馏段内的精馏单元具体为精馏柱，所述精馏柱的上部设置有阀门，所述精馏柱的上部出口为蒸气出口，所述精馏柱的下部出口为液体出口。

7.如权利要求1所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其特征在于：所述蒸馏部分可以仅包含一段蒸馏段，第二冷凝单元的外腔出口通过导流管连通至蒸馏段的加热单元的液体进口，蒸馏段的加热单元的上部出口连通至蒸馏段的蒸馏瓶的进口，蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至蒸馏段的精馏单元的入口，蒸馏段的精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口。

8.一种通过权利要求1所述的从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置从石墨 烯含酸废水中回收硫酸的工艺，其特征在于：废液经过两个冷凝单元的加热后经过至少两次加热蒸馏，使得废液中的水通过水蒸气的形式被输送至供热系统，并同时使得废液中的硫酸被回收；其具体工艺步骤如下：

a废液通入第一冷凝单元的外腔入口后，经过第一冷凝单元的内腔的热液加热后，从第一冷凝单元的外腔出口流入第二冷凝单元的外腔入口，经过第二冷凝单元的内腔的热液再次加热后，从第二冷凝单元的外腔出口通过导流管流入蒸馏部分的入口；

b通过对蒸馏部分内每段蒸馏段的加热单元内部腔体内温度的控制先蒸馏出水蒸气、后蒸馏出酸液蒸气，加热后的渣滓从加热单元的出渣口排出，密度较小的水蒸气顺着该段蒸馏段的精馏单元的上部出口排出，密度较大的硫酸蒸气带着部分水从该段蒸馏段的精馏单元的下部出口流入下段蒸馏段的加热单元的内部腔体，直至第N蒸馏段精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口；

c通过对冷凝加热单元内部腔体内温度的控制先蒸馏出水蒸气、后蒸馏出酸液蒸气，加热后的如果有渣滓则从底部出渣口排出，密度较小的水蒸气顺着冷凝精馏单元的上部出口排出，密度较大的硫酸从冷凝精馏单元的下部出口流入冷却桶结构。

9.如权利要求8所述的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的工艺，其特征在于：

b步骤中，每段蒸馏段中首先调整经过加热单元的液体温度至110℃～115℃，保证水蒸气首先馏出，水蒸气通过管路送至供热系统使用，而酸液在加热单元中持续加热蒸馏，位于加热单元的出口的蒸馏瓶可冷凝初步蒸馏出的酸液，达到降低酸液损失的目的，加热20min～40min后，调高加热单元内的液体 温度至155℃～190℃，利于酸液蒸气馏出，蒸馏气体在精馏单元中进一步精馏，密度较小的蒸馏气体可经精馏单元上端作为水蒸气逸出，密度较大的酸液经精馏单元下端的下部出口流入下一段蒸馏段的加热单元，直至第N蒸馏段的精馏单元的出口流入冷凝加热单元的液体进口；

c步骤中，调整冷凝加热单元的液体温度至110℃～115℃，以便于初馏液中水分馏出，位于冷凝加热单元的出口的冷凝蒸馏瓶可冷凝蒸馏出的酸液，达到降低酸液损失的目的，加热20min～40min后，调整冷凝加热单元的液体温度至155℃～190℃，加热后的初馏液在冷凝精馏单元中进一步精馏，二次馏出液从冷凝精馏单元下端出口经第一冷凝单元流入冷却桶结构内进行收集冷却。

一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置及其对应工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及废水中回收硫酸的技术领域，具体为一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，本发明还提供了一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的工艺。

背景技术

[0002] 石墨烯是一种从石墨材料中剥离出的单层碳原子面材料，是碳的二维结构，是一种“超级材料”，其应用范围很广，从电子产品到防弹衣和造纸，甚至未来的太空电梯都可以以石墨烯为原料。石墨烯的制备是以石墨、浓硫酸、高锰酸钾、双氧水为主要原料，制备过程中会产生大量的清洗废水、滤液等，因此，石墨烯生产废水中含有硫酸、高锰酸钾、过锰酸钾、双氧水等成分，特别是废水中硫酸含量占极大的比重。例如产石墨烯废水量1000T/D的企业，废水中硫酸含量30％-50％，就可达300T/D，而目前石墨烯生产企业只是将产生的废水简略处理后排放，而且，处理废水过程中会加入大量的碱，由此产生大量的污泥必须委托外放进行处理，不符合资源三循环政策，造成资源、成本的极大浪费。

[0003] 硫酸无论是在工业生产还是在农业生产中都应用广泛，特别是工业生产中的一种重要的工业原料，其可用于制造肥料、药物、炸药、颜料、洗涤剂、蓄电池等，也广泛应用于净化石油、金属冶炼以及染料等工业中，工业生产过程中产生的大量酸性废液，含有不同浓度的无机酸，这些废酸液若直接排放，不仅污染环境，而且造成资源的浪费，因此酸性废液成为现今亟需解决的一个重大问题。

[0004] 目前国内外处理废酸液的方法主要有浓缩法、中和法、溶剂萃取法、离子交换法、膜分离法等，而浓缩法和中和法是我国传统处理废酸的主要方法。但是传统的浓缩法对设备的腐蚀性大，中和法不能有效回收其中的硫酸。目前较先进的溶剂萃取法对萃取剂的要求很高，不适合于大规模工业生产中；离子交换法受离子树脂的影响，对待吸附废酸液中离子有较高要求，而且其具体条件一旦确定，要求原液的成分不能变化太大；而膜分离技术则处理量小，投资成本高。

发明内容

[0005] 针对上述问题，本发明提供了一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其从石墨烯废水中提纯硫酸，达到资源循环利用的目的，而且其占比回收率可达92％～95％，同时装置可回收大部分热量，节约电能约30％。

[0006] 一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其技术方案是这样的：其包括废液存储槽，其特征在于：其还包括冷凝部分、蒸馏部分，所述冷凝部分包括两个冷凝单元、冷凝精馏单元、冷凝加热单元，两个冷凝单元分别为第一冷凝单元、第二冷凝单元，所述第一冷凝单元、第二冷凝单位均布置有内腔、外腔，所述冷凝精馏单元的下方出口连通所述第一冷凝单元的内腔进口，所述第一冷凝单元的内腔出口连通至硫酸盛放装置，所述冷凝加热器的出口布置有冷凝蒸馏瓶，所述冷凝蒸馏瓶的出口连接至所述第二冷凝单元的内腔入口，所述第二冷凝单元的内腔出口连通至冷凝精馏单元的入口，所述冷凝精馏单元上部出口通过

水汽输送管外接外部的供热系统，所述蒸馏部分具体包括N段蒸馏段，分别为第1蒸馏段、第2蒸馏段、……、第N蒸馏段，其中N为≥1的自然数，每段所述蒸馏段均包括加热单元、蒸馏瓶、精馏单元，第二冷凝单元的外腔出口通过导流管连通至第1蒸馏段的加热单元的液体进口，第1蒸馏段的加热单元的上部出口连通至第1蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第1蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第1蒸馏段的精馏单元的入口，第1蒸馏段的精馏单元的下方出口连通至第2蒸馏段的加热单元的液体进口，第2蒸馏段的加热单元的上部出口连通至第2蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第2蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第2蒸馏段的精馏单元的入口，直至第N蒸馏段精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口，所有蒸馏段内的每个精馏单元的上部出口分别通过水汽输送管外接外部的供热系统。

[0007] 其进一步特征在于：

[0008] 每段所述蒸馏段的布置为所述加热单元的上方布置有所述蒸馏瓶，所述蒸馏瓶的上方布置有所述精馏单元，所述精馏单元的下方内腔内设置有斜向挡板，所述斜向挡板引流至本精馏单元的下方出口；

[0009] 所述第一冷凝单元、第二冷凝单元具体为螺旋式冷凝管，所述螺旋式冷凝管的内腔为置于管壁内部的螺旋管螺旋形成的内部腔体，所述螺旋式冷凝管的外腔为螺旋管的外壁和管壁的内壁所形成的腔体；

[0010] 所述冷凝加热单元、蒸馏段内的加热单元具体为加热器，所述加热器的内部腔体内设置有加热丝；

[0011] 所述加热器的底部均设置有出渣口，所述出渣口上设置有阀门；

[0012] 所述废液存储槽包括废液地下存储槽、高位存储槽、平衡槽，所述废液地下存储槽通过水泵、对应管路连通至所述高位存储槽的上部进口，所述高位存储槽的下部出口连通至所述平衡槽的进口，所述平衡槽的出口通过管路连通至第一冷凝单元的外腔入口；

[0013] 所述硫酸盛放装置具体为冷却桶结构，所述冷却桶结构置于冷却槽内，所述冷却槽内设置有循环水；

[0014] 所述冷凝精馏单元、蒸馏段内的精馏单元具体为精馏柱，所述精馏柱的上部设置有阀门，所述精馏柱的上部出口为蒸气出口，所述精馏柱的下部出口为液体出口；

[0015] 所述蒸馏部分可以仅包含一段蒸馏段，第二冷凝单元的外腔出口通过导流管连通至蒸馏段的加热单元的液体进口，蒸馏段的加热单元的上部出口连通至蒸馏段的蒸馏瓶的进口，蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至蒸馏段的精馏单元的入口，蒸馏段的精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口。

[0016] 一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的工艺，其特征在于：废液经过两个冷凝单元的加热后经过至少两次加热蒸馏，使得废液中的水通过水蒸气的形式被输送至供热系统，并同时使得废液中的硫酸被回收。

[0017] 其具体工艺步骤如下：

[0018] a废液通入第一冷凝单元的外腔入口后，经过第一冷凝单元的内腔的热液加热后，从第一冷凝单元的外腔出口流入第二冷凝单元的外腔入口，经过第二冷凝单元的内腔的热液再次加热后，从第二冷凝单元的外腔出口通过导流管流入蒸馏部分的入口；

[0019] b通过对蒸馏部分内每段蒸馏段的加热单元内部腔体内温度的控制先蒸馏出水蒸气、后蒸馏出酸液蒸气，加热后的渣滓从加热单元的出渣口排出，密度较小的水蒸气顺着该

段蒸馏段的精馏单元的上部出口排出，密度较大的硫酸蒸气带着部分水从该段蒸馏段的精馏单元的下部出口流入下段蒸馏段的加热单元的内部腔体，直至第N蒸馏段精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口；

[0020] c通过对冷凝加热单元内部腔体内温度的控制先蒸馏出水蒸气、后蒸馏出酸液蒸气，加热后的如果有渣滓则从底部出渣口排出，密度较小的水蒸气顺着冷凝精馏单元的上部出口排出，密度较大的硫酸从冷凝精馏单元的下部出口流入冷却桶结构。

[0021] 其更进一步特征在于：

[0022] b步骤中，每段蒸馏段中首先调整经过加热单元的液体温度至110℃～115℃，保证水蒸气首先馏出，水蒸气通过管路送至供热系统使用，而酸液在加热单元中持续加热蒸馏，位于加热单元的出口的蒸馏瓶可冷凝初步蒸馏出的酸液，达到降低酸液损失的目的，加热约20min～40min后，调高加热单元内的液体温度至155℃～190℃，利于酸液蒸气馏出，蒸馏气体在精馏单元中进一步精馏，密度较小的蒸馏气体可经精馏单元上端作为水蒸气逸出，密度较大的酸液经精馏单元下端的下部出口流入下一段蒸馏段的加热单元，直至第N蒸馏段的精馏单元的出口流入冷凝加热单元的液体进口；

[0023] c步骤中，调整冷凝加热单元的的液体温度至110℃～115℃，以便于初馏液中水分馏出，位于冷凝加热单元的出口的冷凝蒸馏瓶可冷凝蒸馏出的酸液，达到降低酸液损失的目的，加热20min～40min后，调整冷凝加热单元的液体温度至155℃～190℃，加热后的初馏液在冷凝精馏单元中进一步精馏，二次馏出液从冷凝精馏单元下端出口经第一冷凝单元流入冷却桶结构内进行收集冷却。

[0024] 采用本发明后，酸液经过每段蒸馏段的加热单元、冷凝加热单元时前后均设有两种温度，分别蒸馏出水蒸气和硫酸蒸气，提高回收酸液密度，液体经加热单元的上部出口馏出，废液中馏出渣滓经加热装置的下部出渣口排出；装置两段冷凝单元具有很好的冷凝、加热效果，其中冷却馏出液温度、加热工艺废液温度，充分利用系统中产生热量，节约资源；而且，加热单元上方的蒸馏瓶均具有微冷凝作用。该发明的装置允许工作温度1100℃，化学稳定性优良，在常温或高温下，除氢氟酸和磷酸外，可耐各种酸、王水、中性盐、硫和碳的侵蚀，并且通过蒸馏获得提纯效果，对设备腐蚀性小，分(N+1)段蒸馏提纯，做到水蒸气和硫酸蒸气分别收集，馏出硫酸纯度高，可直接应用于生产中，蒸馏出水蒸气用于供热系统，废酸占比回收率达92％～95％，同时可节约电能约30％，具有高效节能作用，可连续操作，不影响设备的正常运行，环保节能、高效率，符合清洁生产和循环经济政策。

附图说明

[0025] 图1是本发明的装置具体实施例的结构示意框图；

[0026] 图1中虚线箭头为水蒸气流向、实线箭头为液体流向，其中第一加热器11、第二加热器8的底部出渣口下方的箭头为渣滓排除方向。

具体实施方式

[0027] 一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的装置，其包括废液存储槽，其特征在于：其还包括冷凝部分、蒸馏部分，所述冷凝部分包括两个冷凝单元、冷凝精馏单元、冷凝加热单元，两个冷凝单元分别为第一冷凝单元、第二冷凝单元，所述第一冷凝单元、第二冷凝单位均布

置有内腔、外腔，所述冷凝精馏单元的下方出口连通所述第一冷凝单元的内腔进口，所述第一冷凝单元的内腔出口连通至硫酸盛放装置，所述冷凝加热器的出口布置有冷凝蒸馏瓶，所述冷凝蒸馏瓶的出口连接至所述第二冷凝单元的内腔入口，所述第二冷凝单元的内腔出口连通至冷凝精馏单元的入口，所述冷凝精馏单元上部出口通过水汽输送管外接外部的供热系统，所述蒸馏部分具体包括N段蒸馏段，分别为第1蒸馏段、第2蒸馏段、……、第N蒸馏段，其中N为≥1的自然数，每段所述蒸馏段均包括加热单元、蒸馏瓶、精馏单元，第二冷凝单元的外腔出口通过导流管连通至第1蒸馏段的加热单元的液体进口，第1蒸馏段的加热单元的上部出口连通至第1蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第1蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第1蒸馏段的精馏单元的入口，第1蒸馏段的精馏单元的下方出口连通至第2蒸馏段的加热单元的液体进口，第2蒸馏段的加热单元的上部出口连通至第2蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第2蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第2蒸馏段的精馏单元的入口，直至第N蒸馏段精馏单元的下方出口连通至所述冷凝加热单元的液体进口，所有蒸馏段内的每个精馏单元的上部出口分别通过水汽输送管外接外部的供热系统。

[0028] 具体实施例，见图1：其中N＝1，即只有一段蒸馏段，其包括废液地下存储槽1、高位存储槽2、平衡槽3，废液地下存储槽1通过水泵4、对应管路连通至高位存储槽2的上部进口，高位存储槽2的下部出口连通至平衡槽3的进口，平衡槽3的出口通过管路连通至第一螺旋式冷凝管5的外腔入口，第一螺旋式冷凝管5的外腔出口连通至第二螺旋式冷凝管6的外腔入口，第二螺旋式冷凝管6的外腔出口通过导流管7连通至第二加热器8的液体进口，第二加热器8的上部出口连通至第二蒸馏瓶9的进口，第二蒸馏瓶9的出口连通至第二精馏柱10的入口，第二精馏柱10的下方出口连通至第一加热器11的液体进口，第一加热11器的上部出口连通至第一蒸馏瓶12的进口，第一蒸馏瓶12的出口连接至第二螺旋式冷凝管6的内腔入口，第二螺旋式冷凝管6的内腔出口连通至第一精馏柱13的入口，第一精馏柱13、第二精馏柱10的上部出口分别通过水汽输送管14外接外部的供热系统(图中未画出，根据实际情况布置)，第一精馏柱13的下部出口连通至第一螺旋式冷凝管5的内腔进口，第一螺旋式冷凝管5的内腔出口连通至硫酸盛放装置。硫酸盛放装置具体为冷却桶结构15，冷却桶结构15置于冷却槽16内，冷却槽16内设置有循环水。

[0029] 第一螺旋式冷凝管5、第二螺旋式冷凝管6的内腔为置于管壁内部的螺旋管螺旋形成的内部腔体，第一螺旋式冷凝管5、第二螺旋式冷凝管6的外腔为螺旋管的外壁和管壁的内壁所形成的腔体；第一加热器11、第二加热器8的内部腔体内设置有加热丝；第一加热器11、第二加热器8的底部均设置有收口的出渣口17，出渣口17上设置有阀门18；第一精馏柱13、第二精馏柱10的上部设置有阀门19，第一精馏柱、第二精馏柱的上部出口为蒸气出口，第一精馏柱13、第二精馏柱10的下部出口为液体出口；

[0030] 蒸馏段中的布置为：第二加热器8的上方布置有第二蒸馏瓶9、第二蒸馏瓶9的上方布置有第二精馏柱10，第二精馏柱10的下方内腔内设置有斜向挡板20，斜向挡板20引流至第二精馏柱10的下方出口。

[0031] 图1中虚线方框内第二加热器8、第二蒸馏瓶9、第二精馏柱10组合形成蒸馏段，本发明中可以设置一个蒸馏段，也可以设置两个或两个以上的蒸馏段，每段蒸馏段内布置有加热器、蒸馏瓶和精馏柱，当蒸馏段的数量大于1时，设定蒸馏段的数量为M，M为≥2的整数，此时将每段蒸馏段命名为第1蒸馏段、第2蒸馏段、……、第M蒸馏段，第二螺旋式冷凝管6的

外腔出口通过导流管7连通至第1蒸馏段的加热器的液体进口，第1蒸馏段的加热器的上部出口连通至第1蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第1蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第1蒸馏段的精馏柱的入口，第1蒸馏段精馏柱的下方出口连通至第2蒸馏段的加热器的液体进口，第2蒸馏段的加热器的上部出口连通至第2蒸馏段的蒸馏瓶的进口，第2蒸馏段蒸馏瓶的出口连通至第2蒸馏段的精馏柱的入口，直至第M蒸馏段精馏柱的下方出口连通至第一加热器11的液体进口，由于包括了M个蒸馏段，其使得蒸馏出的硫酸更纯净。

[0032] 具体实施例中的一种从石墨烯含酸废水中回收硫酸的工艺，废液经过两个冷凝单元的加热后经过两次加热蒸馏，使得废液中的水通过水蒸气的形式被输送至供热系统，并同时使得废液中的硫酸被回收。

[0033] 其具体工艺步骤如下：

[0034] a废液通入第一螺旋式冷凝管5的外腔入口后，经过第一螺旋式冷凝管5的内腔的热液加热后，从第一螺旋式冷凝管5的外腔出口流入第二螺旋式冷凝管6的外腔入口，经过第二螺旋式冷凝管6的内腔的热液加热后，从第二螺旋式冷凝管6的外腔出口通过导流管7流入第二加热器8的内部腔体；

[0035] b通过对第二加热器8内部腔体内温度的控制先蒸馏出水蒸气、后蒸馏出酸液蒸气，水蒸气，加热后的渣滓从底部出渣口排出，密度较小的水蒸气顺着第二精馏柱10的上部出口排出，密度较大的硫酸蒸气带着部分水从第二精馏柱10的下部出口流入第一加热器11的内部腔体；

[0036] c通过对第一加热器11内部腔体内温度的控制先蒸馏出水蒸气、后蒸馏出酸液蒸气，水蒸气，加热后的如果有渣滓则从底部出渣口排出，密度较小的水蒸气顺着第一精馏柱13的上部出口排出，密度较大的硫酸从第一精馏柱13的下部出口流入冷却桶结构15。

[0037] b步骤中，首先调整经过第二加热器8的液体温度至110℃～115℃，保证水蒸气首先馏出，水蒸气通过管路送至供热系统使用，而酸液在加热器中持续加热蒸馏，位于第二加热器8的出口的第二蒸馏瓶9可冷凝初步蒸馏出的酸液，达到降低酸液损失的目的，加热约20min～40min后，关闭第二精馏柱10的上部的阀门19，调高第二加热器8内的液体温度至155℃～190℃，利于酸液蒸气馏出，蒸馏气体在第二精馏柱10中进一步精馏，密度较小的蒸馏气体可经第二精馏柱10上端作为水蒸气逸出，密度较大的酸液经第二精馏柱10下端的下部出口流入第一加热器11；

[0038] c步骤中，调整第一加热器11的的液体温度至110℃～115℃，以便于初馏液中水分馏出，位于第一加热器11的出口的第一蒸馏瓶12可冷凝蒸馏出的酸液，达到降低酸液损失的目的，加热20min～40min后，调整第一加热器11的液体温度至155℃～190℃，加热后的初馏液在第一精馏柱13中进一步精馏，二次馏出液从第一精馏柱13下端出口经第一螺旋式冷凝管5流入冷却桶结构15内进行收集冷却。

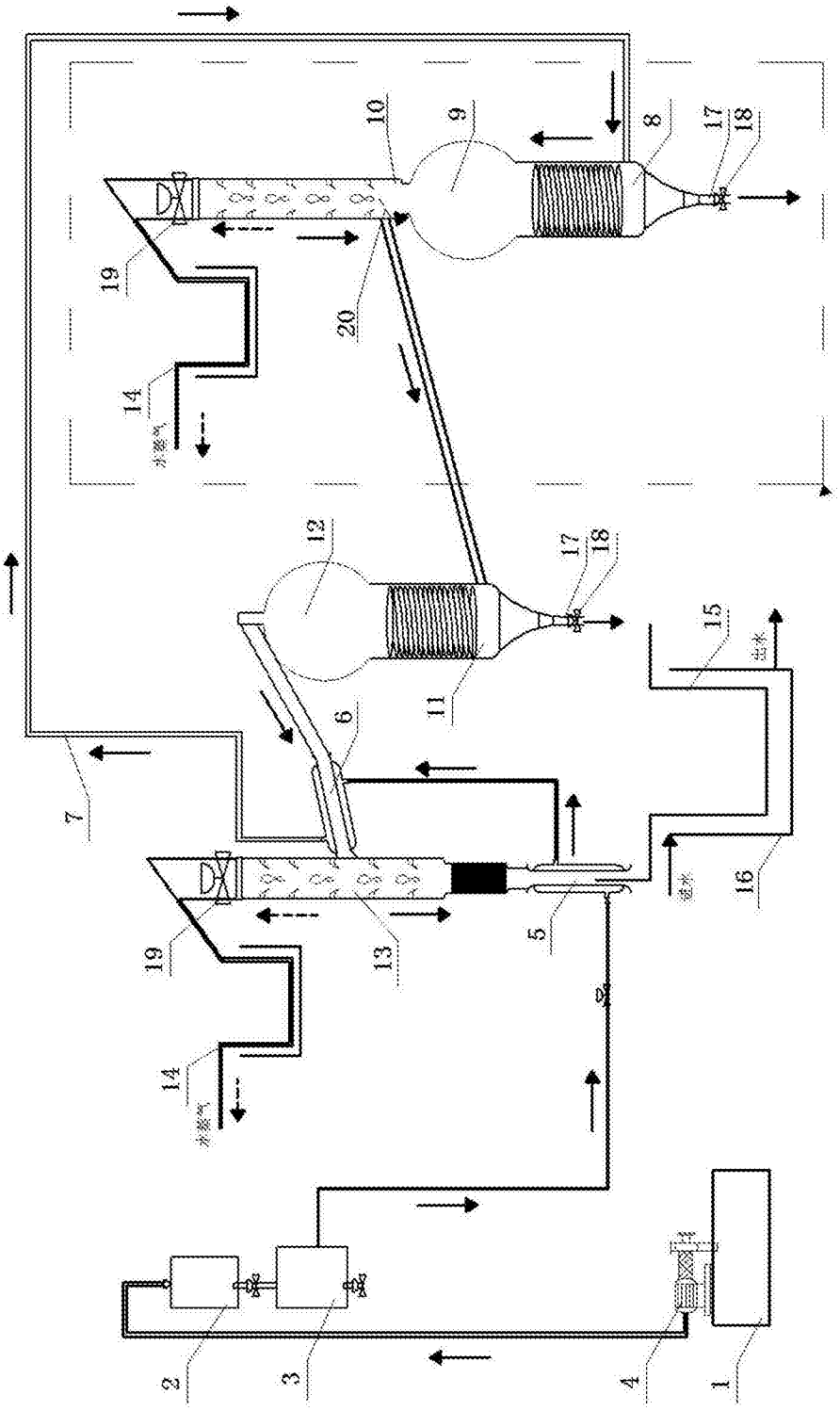


图1