(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 104528783 A
(43)申请公布日 2015.04.22

(21)申请号 201510010400.5

(22)申请日 2015.01.09

(71)申请人 中节能六合天融环保科技有限公司
地址 100082 北京市海淀区西直门北大街42号节能大厦A座6层

(72)发明人 李朝晖 潘利祥 李冬 赵良庆 吴轩 张志海 许杰 邢云飞

(51)Int.Cl.
C01F 5/40(2006.01)

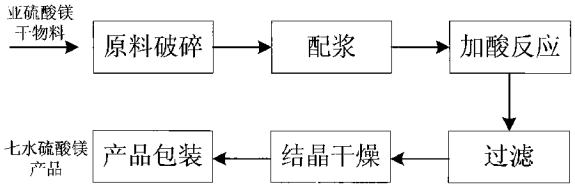
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法

(57)摘要

一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，其特征在于，硫酸镁溶液通过液相管泵入结晶干燥塔的雾化装置，雾化成小液滴，与向上运动的气流混合和热量交换。随着小液滴的下移，液体温度逐渐下降，七水硫酸镁晶体逐渐被析出，同时多余水分得到了挥发并由引风口排出。硫酸镁溶液浓度控制在38～45w%之间，硫酸镁溶液温度控制在70～80℃之间，引风机风速控制在2～30m/s之间，塔内负压控制在-10～-1000pa之间，控制0.2～5mm大粒度七水硫酸镁晶体占全部产量的80%以上。本发明的有益效果是提供一种不易结垢、无需母液循环及干燥系统、工艺简单、占地面积小、能耗低、效率高、投资低、环保无污染的镁法脱硫副产物制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法。



CN 104528783 A

1. 一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，包括原料破碎系统、配浆系统、加酸反应系统、过滤系统、结晶干燥一体化系统、产品包装系统，其特征在于，结晶干燥一体化，硫酸镁溶液通过液相管泵入结晶干燥塔的雾化装置，雾化成小液滴，小液滴在惯性和重力作用下向下运动并与向上运动的气流混合和热量交换；随着小液滴的下移，液体温时水硫酸镁晶体颗粒的收集由两部分组成，大粒度晶体由结晶干燥塔底部收集，细小粒度晶体随塔内湿热空气排出由旋风离心机收集。

2. 根据权利要求 1 所述的一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，其特征在于，所述硫酸镁溶液浓度控制在 38 ～ 45w％之间，温度控制在 70 ～ 80℃之间。

3. 根据权利要求 1 所述的一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，其特征在于，所述硫酸镁溶液泵入液相管时流量控制在 2 ～ 10t/h 之间，液相泵压力控制在 5 ～ 6kg 之间；雾化装置中雾化介质气温度控制在 10 ～ 40℃之间，雾化压力控制在 4 ～ 5kg 之间。

4. 根据权利要求 1 所述的一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，其特征在于，所述结晶干燥塔内由引风机向外进行拉风，引风机风速控制在 2 ～ 30m/s 之间，塔入口空气温度控制在 -15 ～ 45℃之间，经与硫酸镁溶液混合和热量交换后，塔内出口空气温度小于 50℃，控制结晶干燥塔内负压在 -10 ～ -1000pa 之间。

5. 根据权利要求 1 所述的一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，其特征在于，0.2 ～ 5mm 大粒度七水硫酸镁晶体占全部产量的 80％以上。

一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法

技术领域

[0001] 本发明属于从溶液中结晶技术，具体而言涉及七水硫酸镁，特别涉及镁法脱硫副产物制备七水硫酸镁过程中的结晶干燥一体化的方法，属于无机化工领域。

背景技术

[0002] 镁法脱硫技术是现工业企业常用的烟气治理工艺，副产物为亚硫酸镁。为降低这种脱硫工艺的运行成本以及消除大量亚硫酸镁堆积带来的环境影响，企业通常会将副产物继续用来制备硫酸镁产品。利用脱硫副产物亚硫酸镁制备硫酸镁产品的工艺很多，如直接曝气法、添加工业废硫酸法、高温氧化法等，而这些工艺均离不开从溶液中结晶的问题。

[0003] 当前冷却结晶法中夹套冷却结晶与蛇管冷却结晶，换热面易结垢且水资源消耗量大；蒸发结晶能耗高，同样消耗大量水资源；专利《用硫酸镁溶液生产大颗粒七水硫酸镁及一水硫酸镁的方法》(公开号为CN101214980A)，公开了一种脱硫副产物生产硫酸镁产品的方法，其中提到溶液采用高温压热法制备硫酸镁产品，该方法中环境温度达105～115℃，压力达0.3～0.4MPa，虽不需要大量冷却水，但能耗较高；专利《空气冷却结晶塔》(公开号为CN201543264U)，公开了一种以空气为介质的冷却结晶塔，无需冷却水与蒸汽，能耗低，但该结晶塔需母液循环及干燥系统，工艺流程长且效率低。

发明内容

[0004] 针对当前镁法脱硫副产物制备七水硫酸镁的结晶问题，本发明的目的在于提供一种、不易结垢、无需母液循环及干燥系统、工艺简单、占地面积小、能耗低、效率高、投资低、环保无污染的镁法脱硫副产物制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法。

[0005] 本发明的技术方案是，一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，包括原料破碎系统、配浆系统、加酸反应系统、过滤系统、结晶干燥一体化系统、产品包装系统。

[0006] 原料破碎系统：湿式镁法脱硫的副产物在经过长时间堆存、表面会发生硬化现象，副产物会变为块状的干物料。块状物料由装载机运输、传送带传送至破碎机进行破碎，破碎后得到的物料颗粒经过振动筛进行筛分处理，筛下的小颗粒物料经传送带输送至原料储存区备用，筛上的大颗粒物料返回至破碎机进行二次破碎。

[0007] 配浆系统：将原料储存区中经破碎系统得到的小颗粒物料或含水率较高的湿原物料，以一定的量经传送带送入配浆池中，同时向配浆池中注入一定量的水，搅拌，使浆料混合均匀。配浆池中水注入量与亚硫酸镁投入量的质量比为1：2.5～1：3.5，比例要严格控制，浆料要配制均匀。

[0008] 加酸反应系统：将配制好的亚硫酸镁浆料用浆液输送泵打入反应釜中，同时向反应釜中加入一定量的浓度为98％的浓硫酸。在反应釜中，亚硫酸镁和浓硫酸发生强酸制弱酸的复分解反应，生成硫酸镁和亚硫酸，亚硫酸自身发生分解反应，生成水和二氧化硫。反应釜内温度控制在75℃ ±5℃，加入浓硫酸的量为反应釜中加入原料亚硫酸镁质量的42±1％，浓硫酸全部加到反应釜后搅拌20min，反应终止，控制反应终点体系pH值为4～

7。

[0009] 过滤系统：反应结束后，反应釜内的液相经反应釜出料泵打入板框压滤机中进行过滤，所得到的滤液排放至滤液缓冲池中，由结晶液输送泵输送至结晶系统进行结晶操作。

[0010] 结晶干燥一体化系统：硫酸镁溶液通过液相管泵入结晶干燥塔的雾化装置，雾化成小液滴，小液滴在惯性和重力作用下向下运动并与向上运动的气流混合和热量交换。随着小液滴的下移，液体温度逐渐下降，七水硫酸镁晶体逐渐被析出，同时多余水分得到了挥发并由引风口排出。因此，当塔内七水硫酸镁晶体粒度不断增长时，晶体颗粒在塔内也得到了干燥，故本方法无需再另设干燥系统。七水硫酸镁晶体颗粒的收集由两部分组成，大粒度晶体由结晶干燥塔底部收集，细小粒度晶体随塔内湿热空气排出由旋风离心机收集。

[0011] 所述硫酸镁溶液浓度控制在 38 ～ 45w％之间，温度控制在 70 ～ 80℃之间。

[0012] 所述硫酸镁溶液泵入液相管时流量控制在 2 ～ 10t/h 之间，液相泵压力控制在 5 ～ 6kg 之间。

[0013] 所述雾化装置中雾化介质气温度控制在 10 ～ 40℃之间，雾化压力控制在 4 ～ 5kg 之间。

[0014] 所述结晶干燥塔内由引风机向外进行拉风，结晶干燥塔内风速控制在 2 ～ 30m/s 之间，塔入口空气温度控制在 -15 ～ 45℃之间，经与硫酸镁溶液混合和热量交换后，塔内出口空气温度小于 50℃。

[0015] 所述结晶干燥塔内负压控制在 -10 ～ -1000pa。

[0016] 所述结晶干燥塔底部收集到的七水硫酸镁晶体粒度在 0.2 ～ 5mm 内，由旋风分离器收集到的细小七水硫酸镁晶体粒度在 1mm 以下，控制塔底收集到的七水硫酸镁晶体占全部产量的 80％以上。

[0017] 产品包装系统：结晶干燥一体化系统得到的成品七水硫酸镁，通过传送带输送至产品包装系统进行包装，包装成 50Kg/ 袋或 25Kg/ 袋的规格运输至产品仓库储存。

[0018] 本发明的有益效果是提供一种不易结垢、无需母液循环及干燥系统、工艺简单、占地面积小、能耗低、效率高、投资低、环保无污染的镁法脱硫副产物制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法。

附图说明

[0019] 图 1 是本发明的一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法的工艺路线示意图。

具体实施方式

[0020] 根据图 1，一种制备七水硫酸镁的结晶干燥一体化方法，包括原料破碎系统、配浆系统、加酸反应系统、过滤系统、结晶干燥一体化系统、产品包装系统。

[0021] 原料破碎系统：湿式镁法脱硫的副产物在经过长时间堆存、表面会发生硬化现象，副产物会变为块状的干物料。块状物料由装载机运输、传送带传送至破碎机进行破碎，破碎后得到的物料颗粒经过振动筛进行筛分处理，筛下的小颗粒物料经传送带输送至原料储存区备用，筛上的大颗粒物料返回至破碎机进行二次破碎。

[0022] 配浆系统：将原料储存区中经破碎系统得到的小颗粒物料或含水率较高的湿原物料，以一定的量经传送带送入配浆池中，同时向配浆池中注入一定量的水，搅拌，使浆料混

合均匀。配浆池中水注入量与亚硫酸镁投入量的质量比为1 ： 2.5 ～ 1 ： 3.5，比例要严格控制，浆料要配制均匀。

[0023] 加酸反应系统：将配制好的亚硫酸镁浆料用浆液输送泵打入反应釜中，同时向反应釜中加入一定量的浓度为98％的浓硫酸。在反应釜中，亚硫酸镁和浓硫酸发生强酸制弱酸的复分解反应，生成硫酸镁和亚硫酸，亚硫酸自身发生分解反应，生成水和二氧化硫。反应釜内温度控制在75℃ ±5℃，加入浓硫酸的量为反应釜中加入原料亚硫酸镁质量的42±1％，浓硫酸全部加到反应釜后搅拌20min，反应终止，控制反应终点体系pH值为4 ～ 7。

[0024] 过滤系统：反应结束后，反应釜内的液相经反应釜出料泵打入板框压滤机中进行过滤，所得到的滤液排放至滤液缓冲池中，由结晶液输送泵输送至结晶系统进行结晶操作。

[0025] 结晶干燥一体化系统：硫酸镁溶液通过液相管泵入结晶干燥塔的雾化装置，雾化成小液滴，小液滴在惯性和重力作用下向下运动并与向上运动的气流混合和热量交换。随着小液滴的下移，液体温度逐渐下降，七水硫酸镁晶体逐渐被析出，同时多余水分得到了挥发并由引风口排出。因此，当塔内七水硫酸镁晶体粒度不断增长时，晶体颗粒在塔内也得到了干燥，故本方法无需再另设干燥系统。七水硫酸镁晶体颗粒的收集由两部分组成，大粒度晶体由结晶干燥塔底部收集，细小粒度晶体随塔内湿热空气排出由旋风离心机收集。

[0026] 所述硫酸镁溶液浓度控制在38 ～ 45w％之间，温度控制在70 ～ 80℃之间。

[0027] 所述硫酸镁溶液泵入液相管时流量控制在2 ～ 10t/h之间，液相泵压力控制在5 ～ 6kg之间。

[0028] 所述雾化装置中雾化介质气温度控制在10 ～ 40℃之间，雾化压力控制在4 ～ 5kg之间。

[0029] 所述结晶干燥塔内由引风机向外进行拉风，结晶干燥塔内风速控制在2 ～ 30m/s之间，塔入口空气温度控制在-15 ～ 45℃之间，经与硫酸镁溶液混合和热量交换后，塔内出口空气温度小于50℃。

[0030] 所述结晶干燥塔内负压控制在-10 ～ -1000pa。

[0031] 所述结晶干燥塔底部收集到的七水硫酸镁晶体粒度在0.2 ～ 5mm内，由旋风分离器收集到的细小七水硫酸镁晶体粒度在1mm以下，控制塔底收集到的七水硫酸镁晶体占全部产量的80％以上。

[0032] 产品包装系统：结晶干燥一体化系统得到的成品七水硫酸镁，通过传送带输送至产品包装系统进行包装，包装成50Kg/ 袋或25Kg/ 袋的规格运输至产品仓库储存。

[0033] 实施例：

[0034] 浓度在42w％，温度在75℃的硫酸镁溶液通过液相管泵入结晶干燥塔内，控制硫酸镁溶液泵入液相管时流量在5t/h，液相泵压力在5.5kg，雾化装置中雾化介质气温度在25℃，雾化压力在4.5kg，塔内风速在15m/s，塔入口空气温度在15℃，塔内负压在-100pa。最终得到纯度为98％的七水硫酸镁产品，产品质量符合GB/T 26568-2011要求，其中底部收集到的七水硫酸镁晶体粒度在0.5 ～ 3mm之间，旋风分离器收集到的晶体粒度在1mm以下，塔底收集到的产品占全部产量的80％以上。

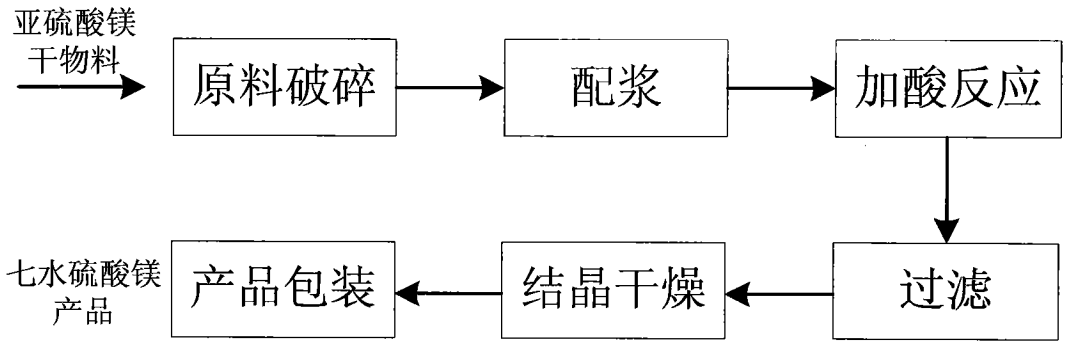


图 1