



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106746122 A

(43)申请公布日 2017.05.31

(21)申请号 201611244727.X

(22)申请日 2016.12.29

(71)申请人 广州金科水务工程有限公司  
地址 510635 广东省广州市天河区龙怡路  
91号A211房之146房

(72)发明人 施明清 卢少红

(74)专利代理机构 广州嘉权专利商标事务所有  
限公司 44205  
代理人 胡辉 付奕昌

(51) Int. Cl.  
C02F 9/10(2006.01)  
C01D 3/14(2006.01)  
C01D 5/16(2006.01)  
C02F 101/10(2006.01)  
C02F 101/12(2006.01)

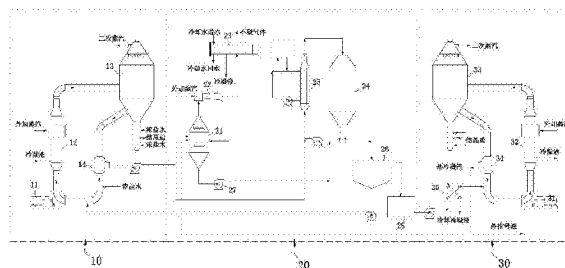
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置及工艺

(57)摘要

本发明公开了一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置及工艺,结晶分离装置包括依次相连的Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元、冷冻结晶单元及NaCl结晶单元,通过Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元蒸发浓缩析出Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶盐,同时产生的热母液进入冷冻结晶单元并析出Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*10H<sub>2</sub>O结晶盐,同时产生的冷母液进入NaCl结晶单元蒸发浓缩析出NaCl结晶盐,如此,实现Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶盐和NaCl结晶盐的分离,最大程度实现Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶盐和NaCl结晶盐资源回收,使得最终需要填埋处理的杂质结晶盐量显著降低,而且,冷冻结晶单元中产出的Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*10H<sub>2</sub>O结晶盐可以再次进入Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元通过重结晶提纯并去除结晶水,最终以Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶盐析出,无需通过能耗非常大的干燥装置去除结晶水。



1. 一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,其特征在于:包括依次相连的 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元、冷冻结晶单元及 $\text{NaCl}$ 结晶单元,所述 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元包括依次连接构成 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶循环管路的第一循环泵、第一强制循环加热器、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶器及第一母液分离器,所述冷冻结晶单元包括闪蒸冷却罐、蒸汽喷射器、冷凝器、冷冻结晶罐、冷冻换热器及沉降室,所述闪蒸冷却罐、蒸汽喷射器及冷凝器依次相连接,所述第一母液分离器与闪蒸冷却罐相连接以将母液排入闪蒸冷却罐进行预冷,所述冷冻结晶罐、冷冻换热器相连接构成冷冻循环管路,所述闪蒸冷却罐与冷冻循环管路相连接以不断向冷冻循环管路提供预冷母液,所述冷冻结晶罐与沉降室相连接以将冷冻结晶罐内形成的晶浆排入沉降室,所述 $\text{NaCl}$ 结晶单元包括依次连接构成 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路的第二循环泵、第二强制循环加热器、 $\text{NaCl}$ 结晶器及第二母液分离器,所述沉降室与 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路之间相连接并设有 $\text{NaCl}$ 单元预热器以对向 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路提供的母液进行加热。

2. 根据权利要求1所述的带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,其特征在于:所述第一母液分离器与冷冻换热器相连接。

3. 根据权利要求1所述的带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,其特征在于:所述第二母液分离器与闪蒸冷却罐相连接。

4. 根据权利要求1所述的带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,其特征在于:所述沉降室与 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶循环管路相连接。

5. 根据权利要求1所述的带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,其特征在于:所述闪蒸冷却罐连接有一扰动循环泵,所述闪蒸冷却罐与扰动循环泵之间构成闭合循环回路。

6. 一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离工艺,其特征在于,包括以下步骤:

(1)、浓盐水进入 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元,通过 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶循环管路进行蒸发浓缩析出分离 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐,同时形成热母液排入冷冻结晶单元;

(2)、步骤(1)中形成的热母液排入至闪蒸冷却罐进行预冷使母液温度降低至 $40^\circ\text{C}$ 左右;

(3)、步骤(2)中形成的预冷母液排入至冷冻循环管路进行冷却使母液温度降低至 $0^\circ\text{C}$ ,以析出分离 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 结晶盐,同时形成冷母液排入 $\text{NaCl}$ 结晶单元;

(4)、步骤(3)中形成的冷母液通过 $\text{NaCl}$ 单元预热器预先加热后进入 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路,通过 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路进行蒸发浓缩析出分离  $\text{NaCl}$ 结晶盐。

## 一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置及工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及结晶分离技术领域,特别涉及一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置及工艺。

### 背景技术

[0002] 目前石油、煤化工、电力等工业生产中会产生大量的含盐废水,这些废水被回用后,产生少量高含盐废水。现有技术中,通常使用包含结晶器的结晶系统对含盐废水继续浓缩,以实现废水的零排放或近零排放,最终产生一定量含有各种无机盐分和有机物的固体废弃物。由于此类固体废弃物在我国被定义为危险废弃物,处理成本极高,从而使得运行费用急剧增加。

[0003] 通过对上述固体废弃物进行成分分析,其无机盐占绝大部分,特别是NaCl和Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>两种混合盐的含量超过90%。若将NaCl和Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>与其他物质分别分离,则可以减少90%以上的固体废弃物,同时分离出的NaCl和Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶盐还可作为工业产品回用,不仅大大降低固体废弃物的填埋费用,还可以变废为宝,产生一定的经济效益和环境效益。

### 发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是提供一种成本低、耗能小、盐回收率高、防结垢的带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置及工艺。

[0005] 为解决上述其中一个技术问题所采用的技术方案:一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,包括依次相连的Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元、冷冻结晶单元及NaCl结晶单元,所述Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元包括依次连接构成Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶循环管路的第一循环泵、第一强制循环加热器、Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶器及第一母液分离器,所述冷冻结晶单元包括闪蒸冷却罐、蒸汽喷射器、冷凝器、冷冻结晶罐、冷冻换热器及沉降室,所述闪蒸冷却罐、蒸汽喷射器及冷凝器依次相连接,所述第一母液分离器与闪蒸冷却罐相连接以将母液排入闪蒸冷却罐进行预冷,所述冷冻结晶罐、冷冻换热器相连接构成冷冻循环管路,所述闪蒸冷却罐与冷冻循环管路相连接以不断向冷冻循环管路提供预冷母液,所述冷冻结晶罐与沉降室相连接以将冷冻结晶罐内形成的晶浆排入沉降室,所述NaCl结晶单元包括依次连接构成NaCl结晶循环管路的第二循环泵、第二强制循环加热器、NaCl结晶器及第二母液分离器,所述沉降室与NaCl结晶循环管路之间相连接并设有NaCl单元预热器以对向NaCl结晶循环管路提供的母液进行加热。

[0006] 进一步地,所述第一母液分离器与冷冻换热器相连接。

[0007] 进一步地,所述第二母液分离器与闪蒸冷却罐相连接。

[0008] 进一步地,所述沉降室与Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶循环管路相连接。

[0009] 进一步地,所述闪蒸冷却罐连接有一扰动循环泵,所述闪蒸冷却罐与扰动循环泵之间构成闭合循环回路。

[0010] 为解决上述另外一个技术问题所采用的技术方案:一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离工艺,包括以下步骤:

(1)、浓盐水进入 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元,通过 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶循环管路进行蒸发浓缩析出分离 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐,同时形成热母液排入冷冻结晶单元;

(2)、步骤(1)中形成的热母液排入至闪蒸冷却罐进行预冷使母液温度降低至 $40^\circ\text{C}$ 左右;

(3)、步骤(2)中形成的预冷母液排入至冷冻循环管路进行冷却使母液温度降低至 $0^\circ\text{C}$ ,以析出分离 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 结晶盐,同时形成冷母液排入 $\text{NaCl}$ 结晶单元;

(4)、步骤(3)中形成的冷母液通过 $\text{NaCl}$ 单元预热器预先加热后进入 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路,通过 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路进行蒸发浓缩析出分离  $\text{NaCl}$ 结晶盐。

[0011] 有益效果:此带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置及工艺中,通过 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元、冷冻结晶单元及 $\text{NaCl}$ 结晶单元,实现 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐和 $\text{NaCl}$ 结晶盐的分离,最大程度实现 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐和 $\text{NaCl}$ 结晶盐资源回收,使得最终需要填埋处理的杂质结晶盐量显著降低,而且,冷冻结晶单元中产出的 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 结晶盐可以通过重结晶提纯并去除结晶水,最终以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐析出,无需通过能耗非常大的干燥装置去除结晶水。

## 附图说明

[0012] 下面结合附图和实施例对本发明做进一步的说明;

图1为本发明实施例的结构示意图。

## 具体实施方式

[0013] 参照图1,本发明一种带冷冻结晶和重结晶的浓盐水结晶分离装置,包括依次相连的 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元10、冷冻结晶单元20及 $\text{NaCl}$ 结晶单元30, $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元10包括依次连接构成 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶循环管路的第一循环泵11、第一强制循环加热器12、 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶器13及第一母液分离器14,冷冻结晶单元20包括闪蒸冷却罐21、蒸汽喷射器22、冷凝器23、冷冻结晶罐24、冷冻换热器25及沉降室26,闪蒸冷却罐21、蒸汽喷射器22及冷凝器23依次相连接,第一母液分离器14与闪蒸冷却罐21相连接以将母液排入闪蒸冷却罐21进行预冷,冷冻结晶罐24、冷冻换热器25相连接构成冷冻循环管路,闪蒸冷却罐21与冷冻循环管路相连接以不断向冷冻循环管路提供预冷母液,冷冻结晶罐24与沉降室26相连接以将冷冻结晶罐24内形成的晶浆排入沉降室26, $\text{NaCl}$ 结晶单元30包括依次连接构成 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路的第二循环泵31、第二强制循环加热器32、 $\text{NaCl}$ 结晶器33及第二母液分离器34,沉降室26与 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路之间相连接并设有 $\text{NaCl}$ 单元预热器35以对向 $\text{NaCl}$ 结晶循环管路提供的母液进行加热。

[0014] 其中, $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元10用以将浓盐水进行蒸发浓缩以首先析出 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐,具体地, $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元10中浓盐水在第一循环泵11的强制循环作用下,在第一强制循环加热器12中被壳程蒸汽加热,使浓盐水有一定的过热量,然后进入 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶器13进行闪蒸,该 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶器13底部具有洗涤腿,随蒸发进行不断浓缩从而首先析出 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐, $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐在结晶器中随着热盐水的流动和重力作用,不断碰撞结合成更大的晶粒,形成 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶簇,并随盐水的流动运动至洗涤腿,在洗涤腿处经进水洗涤冷却后由排放口排出从而分离出 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶盐。 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元10中的第一母液分离器14将一定量的母液外排至闪蒸冷却罐21进行预冷,以保证 $\text{NaCl}$ 晶体不在 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶器13中析出。

[0015] 冷冻结晶单元20用以析出 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 结晶盐,具体地, $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 结晶单元10排放的

热母液进入闪蒸冷却罐21后,通过蒸汽喷射器22采用较高压力的外加蒸汽抽吸闪蒸冷却罐21中蒸汽,从而形成一定真空度,闪蒸冷却罐21内产生闪蒸,使得热母液闪蒸预冷却至40℃左右,其中,闪蒸冷却罐21与扰动循环泵27之间形成的闭合循环回路,能对闪蒸冷却罐21内的溶液进行扰动,有利于闪蒸进行。

[0016] 闪蒸冷却罐21形成的预冷母液排放至冷冻循环管路中,与冻结结晶罐24中排出的冷冻溶液混合,在循环泵的作用下连续泵入冷冻换热器25中并在冷冻循环管路进行循环冷却,循环溶液在冷冻换热器25中进行热交换,循环溶液温度降低,使得饱和度也降低,循环溶液进入冻结结晶罐24,Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>以Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*10H<sub>2</sub>O结晶盐形式析出,含一定浓度结晶盐的溶液排入沉降室26,在沉降室26中晶体经重力作用沉降,并在沉降中由于过饱和度和晶体之间互相碰撞影响,晶体进一步“长大”,沉降在沉降室26锥形底部,晶体可通过重力或泵外排出系统分离出Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*10H<sub>2</sub>O结晶盐,清液在沉降室26的溢流口向外流出。

[0017] 经冻结结晶单元20处理后,盐液中Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>浓度进一步降低,沉降室26中的清液溢流至清液罐28中并进入NaCl结晶单元30中进行处理,具体地,NaCl单元预热器35对进入NaCl结晶循环管路的母液进行加热,然后在第二循环泵31的强制循环作用下,在第二强制循环加热器32中被壳程蒸汽加热,使浓盐水有一定的过热量,然后进入NaCl结晶器33中进行闪蒸,NaCl结晶器33底部具有洗涤腿,随蒸发进行不断浓缩从而析出NaCl结晶盐,NaCl结晶盐通过底部洗涤腿向外排出,第二母液分离器34将一定量的母液外排,保证杂质晶体不在NaCl结晶器33中析出。

[0018] 其中,沉降室26可以不与Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶循环管路相连接而与Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元进水系统其它设备/管路连接,以将汇聚在沉降室26底部的Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*10H<sub>2</sub>O结晶盐返回至Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶单元/其进水系统中。

[0019] 作为优选,第二母液分离器34与闪蒸冷却罐21相连接,当Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>为控制NaCl结晶单元外排母液量的最主要影响因素时,可以将第二母液分离器34排出的母液部分返回到冻结结晶单元,以增加系统Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>和NaCl回收率;当然,将第二母液分离器34也可以不与闪蒸冷却罐21相连接而与冻结结晶单元20前的浓盐水设备/管道相连接。

[0020] 作为优选,第一母液分离器14与冷冻换热器25相连接,当冷冻换热器25在冻结结晶过程中产生结垢附着在换热管上从而降低换热效率时,通过间歇引入Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>结晶循环管路产生的热母液进入冷冻循环管路,热母液在冷冻换热器25处换热降温到35℃左右后,由于Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶解度升高而变成不饱和,可以将附着在冷冻换热器25管壁上的Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>\*10H<sub>2</sub>O溶解,从而解决冷冻换热器结垢问题,通过间歇引入热母液,能有效解决冷冻换热器25管壁结晶、结垢问题,提高换热效率。

[0021] 上面结合附图对本发明的实施方式作了详细说明,但是本发明不限于上述实施方式,在所述技术领域普通技术人员所具备的知识范围内,还可以在不脱离本发明宗旨的前提下作出各种变化。

