(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 108905265 A
(43)申请公布日 2018.11.30

(21)申请号 201810830519.0

(22)申请日 2018.07.26

(71)申请人 西安航天华威化工生物工程有限公司
地址 710100 陕西省西安市南郊航天城宇航街

(72)发明人 张志 郭坤 刘胜 曹芳利 房晓玲 上官菲菲

(74)专利代理机构 西安新思维专利商标事务所有限公司 61114
代理人 李罡

(51)Int.Cl.
B01D 9/02(2006.01)
C01G 31/00(2006.01)

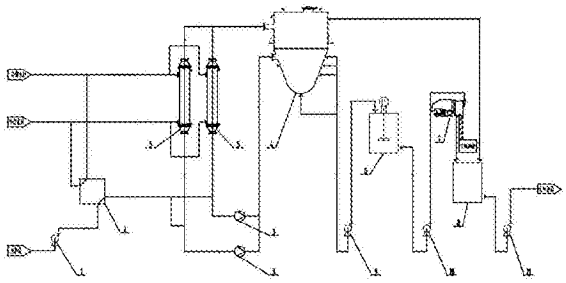
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

钒酸钠连续冷却结晶设备及其生产方法

(57)摘要

本发明涉及钒酸钠连续冷却结晶设备及其生产方法，设备包括进料泵、预冷器、结晶器、换热器、稠厚器和离心分离装置；结晶器和换热器通过管道和循环泵组成循环，预冷器之前的进料管道上设置进料泵，预冷器通过管道接入该循环，该循环自结晶器通过管道接入稠厚器，再通过管道接入离心分离装置，最后通过管道接入母液罐。本发明采用连续冷却结晶方法，有稳定的进出料及降温流程，而且降低了人工成本，可以有效提高产品生产效率。



CN 108905265 A

1.钒酸钠连续冷却结晶设备，其特征在于：

所述设备包括进料泵(1)、预冷器(2)、循环泵(3)、结晶器(4)、换热器(5)、稠厚器(6)和离心分离装置(7)；

结晶器(4)和换热器(5)通过管道和循环泵(3)组成循环，预冷器(2)之前的进料管道上设置进料泵(1)，预冷器(2)通过管道接入该循环，该循环自结晶器(4)通过管道接入稠厚器(6)，再通过管道接入离心分离装置(7)，最后通过管道接入母液罐(8)。

2.根据权利要求1所述的钒酸钠连续冷却结晶设备，其特征在于：

换热器(5)为固定管板式换热器，立式放置，并联设置两组，一备一用，均连接有循环泵(3)；

冷却水从换热器(5)下部进、上部出，冷却水与物料成逆流换热。

3.根据权利要求1所述的钒酸钠连续冷却结晶设备，其特征在于：

结晶器(4)、稠厚器(6)和母液罐(8)之后的管道上均设置有出料泵，分别为结晶器出料泵(9)、稠厚器出料泵(10)和母液罐出料泵(12)。

4.根据权利要求1所述的钒酸钠连续冷却结晶设备，其特征在于：

结晶器(4)型式为Oslo型，该型结晶器上部为圆筒状，中间为收缩的圆锥状，最下部是圆球状，结晶器(4)内部设置降液管。

5.根据权利要求1所述的钒酸钠连续冷却结晶设备，其特征在于：

预冷器(2)为螺旋板式换热器。

6.钒酸钠连续冷却结晶的生产方法，其特征在于：

由以下步骤实现：

原料液由进料泵(1)先通过预冷器(2)预冷，然后进入循环泵(3)与结晶器(4)之间的循环管道，循环泵(3)使物料在结晶器(4)与换热器(5)之间循环，换热器(5)保持循环物料温度恒定；

结晶器(4)冷却得到钒酸钠晶浆液，结晶器出料泵(8)将晶浆液泵入稠厚器(6)缓存，稠厚器(6)内晶浆液输入离心分离装置(7)进行固液分离操作。

7.根据权利要求6所述的钒酸钠连续冷却结晶的生产方法，其特征在于：

进料量为20-30m^3/h，进料钒酸钠质量浓度为2%-5%，温度为55-65℃；

循环量与进料量的质量比为50-200:1。

8.根据权利要求7所述的钒酸钠连续冷却结晶的生产方法，其特征在于：

出料量与进料量相同，保持结晶器(4)内部液位稳定，出料温度为35-42℃，固含量为3-15%，停留时间4-10h。

9.根据权利要求6所述的钒酸钠连续冷却结晶的生产方法，其特征在于：

冷却水与物料在换热器(5)进行强制换热，冷却水进水温度25-35℃，物料温度35-42℃。

10.根据权利要求6所述的钒酸钠连续冷却结晶的生产方法，其特征在于：

预冷器(2)热物料进口温度70-80℃。

钒酸钠连续冷却结晶设备及其生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种工业化生产钒酸钠结晶工艺装置，具体涉及一种钒酸钠连续冷却结晶设备及其生产方法。

背景技术

[0002] 钒是一种重要的战略金属，在钢铁、有色冶金和化工部门有着广泛的用途。目前世界上约有90%的钒用于钢铁行业，其余10%用于钛合金、钒电池、精细化工、催化剂、陶瓷、光电等生产领域。在钢铁行业，钒主要用作合金添加剂以提高刚的强度、韧性、延展性和耐热性等性能。

[0003] 采用亚熔盐法高效提取钒渣矿中的钒，使钒的一次转化率达到95%以上，但所得的含钒碱液含有很多物质，采用结晶法是提取含钒碱液中钒的最有效方法之一，并且结晶过程条件易于控制，结晶温度低，对环境污染小，产品纯度高，可实现连续工业化生产。目前，国内工厂多采用搅拌罐式结晶器，通过外加套和内盘管使物料降温，但是该装置有几个主要缺陷：单台处理量小，晶体粒度不均，各批次产品质量差异性大；结晶器换热不均匀，在器壁和盘管上换热较快，但是器壁、盘管上容易结垢影响换热速率，换热时间大大加长；搅拌罐式结晶器属于间歇结晶器，人工操作强度大等。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种钒酸钠连续冷却结晶设备及其生产方法，该工艺可以实现工业化连续生产，自动化程度高，占地面积小，人工成本低，得到的钒酸钠晶体产品粒度均匀、质量好、产量高。

[0005] 本发明所采用的技术方案为：

钒酸钠连续冷却结晶设备，其特征在于：

所述设备包括进料泵、预冷器、循环泵、结晶器、换热器、稠厚器和离心分离装置；

结晶器和换热器通过管道和循环泵组成循环，预冷器之前的进料管道上设置进料泵，预冷器通过管道接入该循环，该循环自结晶器通过管道接入稠厚器，再通过管道接入离心分离装置，最后通过管道接入母液罐。

[0006] 换热器为固定管板式换热器，立式放置，并联设置两组，一备一用，均连接有循环泵；

冷却水从换热器下部进、上部出，冷却水与物料成逆流换热。

[0007] 结晶器、稠厚器和母液罐之后的管道上均设置有出料泵，分别为结晶器出料泵、稠厚器出料泵和母液罐出料泵。

[0008] 结晶器型式为Oslo型，该型结晶器上部为圆筒状，中间为收缩的圆锥状，最下部是圆球状，结晶器内部设置降液管。

[0009] 预冷器为螺旋板式换热器。

[0010] 钒酸钠连续冷却结晶的生产方法，其特征在于：

由以下步骤实现：

原料液由进料泵先通过预冷器预冷，然后进入循环泵与结晶器之间的循环管道，循环泵使物料在结晶器与换热器之间循环，换热器保持循环物料温度恒定；

结晶器冷却得到钒酸钠晶浆液，结晶器出料泵将晶浆液泵入稠厚器缓存，稠厚器内晶浆液输入离心分离装置进行固液分离操作。

[0011] 进料量为20-30m^3/h，进料钒酸钠质量浓度为2%-5%，温度为55-65℃；

循环量与进料量的质量比为50-200：1。

[0012] 出料量与进料量相同，保持结晶器内部液位稳定，出料温度为35-42℃，固含量为3-15%，停留时间4-10h。

[0013] 冷却水与物料在换热器进行强制换热，冷却水进水温度25-35℃，物料温度35-42℃。

[0014] 预冷器热物料进口温度70-80℃。

[0015] 本发明具有以下优点：

1、原料液首先进入预冷器降温，可以有效降低换热器管程与壳程的温差，防止晶体爆发成核堵塞换热器换热管。

[0016] 2、换热器采用立式放置、一备一用。立式换热器可以降低晶体颗粒在换热管内部停留时间，防止堵管，换热器一台堵塞的情况下，切换使用另外一台，保证生产连续化。

[0017] 3、循环泵类型为卧式轴流泵，该类型泵叶轮对晶体颗粒破损作用小，保证晶体颗粒完整，能得到大颗粒晶体。循环泵使溶液强制循环，也使晶体粒径均匀。循环泵带变频器，可以通过调节泵的频率的方式来调节循环量。

[0018] 4、结晶器采用Oslo型式，结晶器不带搅拌，这样对晶体的破坏小，能保证晶体在结晶器内稳定长大，保证较大的晶体颗粒。

[0019] 5、结晶器上部直筒段设有溢流口，溢流口与母液罐连接，使结晶器内固含量低的上清液溢流出去，控制结晶器内固含量。

附图说明

[0020] 图1为钒酸钠连续冷却结晶成套装置工艺流程图；

图2为预冷器现场图；

图3为钒酸钠结晶器结构示意图；

图中，1-进料泵；2-预冷器；3-循环泵；4-结晶器；5-换热器；6-稠厚器；7-离心分离装置；8-母液罐；9-结晶器出料泵；10-稠厚器出料泵；11-母液罐出料泵。

具体实施方式

[0021] 下面结合具体实施方式对本发明进行详细的说明。

[0022] 本发明涉及钒酸钠连续冷却结晶设备，用于从矿渣中提取钒，属于国内首创，所述设备包括进料泵1、预冷器2、结晶器4、换热器5、稠厚器6和离心分离装置7；结晶器4和换热器5通过管道和循环泵3组成循环，预冷器2之前的进料管道上设置进料泵1，预冷器2通过管道接入该循环，该循环自结晶器4通过管道接入稠厚器6，再通过管道接入离心分离装置7，最后通过管道接入母液罐8。结晶器4、稠厚器6和母液罐8之后的管道上均设置有出料泵，分

别为结晶器出料泵9、稠厚器出料泵10和母液罐出料泵12。

[0023] 结晶器4与换热器5、换热器5与循环泵3、循环泵3与结晶器4之间通过管道连接，这些连接管道统称循环管道，原料液先通过预冷器2预冷，然后再进入循环管道。结晶器4出料口与结晶器出料泵8、结晶器出料泵8与稠厚器6、稠厚器6与稠厚器出料泵9、稠厚器出料泵9与离心分离设备7之间通过管道连接，称为出料管道。

[0024] 换热器5为固定管板式换热器，立式放置，并联设置两组，一备一用，均连接有循环泵3；冷却水从换热器5下部进、上部出，冷却水与物料成逆流换热。固定管板式换热器是一种广泛应用于化工、医药、冶金等行业的通用设备，主要有制造容易、生产成本低、清洗方便、适应性强、处理量大等优点。

[0025] 根据晶体特性，本发明选取结晶器4型式为Oslo型，该型结晶器上部为圆筒状，中间为收缩的圆锥状，最下部是圆球状，结晶器4内部设置降液管。该设计可以改善结晶器内物料流动状态，不易形成死区；适当增大循环量，晶体颗粒在料液中悬浮，处于流态化，可以避免晶体贴壁，保证产品粒度均一。

[0026] 预冷器2为螺旋板式换热器，主要对高温进料进行预冷，防止高温进料导致结晶器4温度失稳；螺旋板式换热器流道一般为等截面矩形，流体在通道内不存在流动死区，换热系数大，而且固体颗粒不易堵塞流道，冷却水与热物料逆流换热，换热效果好。

[0027] 基于上述设备，钒酸钠连续冷却结晶的生产方法由以下步骤实现：

原料液由进料泵1先通过预冷器2预冷，然后进入循环泵3与结晶器4之间的循环管道，循环泵3使物料在结晶器4与换热器5之间循环，换热器5保持循环物料温度恒定；

结晶器4冷却得到钒酸钠晶浆液，结晶器出料泵8将晶浆液泵入稠厚器6缓存，稠厚器6内晶浆液输入离心分离装置7进行固液分离操作。

[0028] 进料量为20-30m^3/h，进料钒酸钠质量浓度为2%-5%，温度为55-65℃。循环量与进料量的质量比应该根据物料中钒酸钠的晶体颗粒粒径的不同而定，比值应选择在50-200：1，来保证结晶颗粒的生长至目标产品粒度要求。出料量与进料量相同，保持结晶器4内部液位稳定，出料温度为35-42℃，固含量为3-15%，停留时间4-10h。

[0029] 冷却水与物料在换热器5进行强制换热，冷却水进水温度25-35℃，物料温度35-42℃。预冷器2热物料进口温度70-80℃。

[0030] 图1所示预冷器2为螺旋板式换热器，冷却水与热物料在换热器内逆流换热。这类型换热器传热性能好，传热效率高，通道内不存在流动死区，设备自结能力强，非纤维状杂物难以存留，占地面积省，它能够精确地控制热物料出口温度，防止物料在预冷器内析出晶体颗粒。预冷器降低热物料的温度，可以降低管壳式换热器冷热物料的温差，防止温差过大，晶体爆发成核。

[0031] 本发明结晶器4为Oslo型式结晶器，由于钒酸钠晶体为针状，溶液存在较大扰动，晶体颗粒容易破碎。如果结晶器采用带有搅拌装置的DTB型式，则晶体破碎率大，晶体颗粒不易长大。Oslo型结晶器为分级式结晶器，采用循环泵强制循环，外冷却器冷却，晶体颗粒在结晶器内可以稳定生长，可以得到颗粒大的产品。

[0032] 结晶器上部为圆筒状，中部为锥形结构，下部为半球状。晶体颗粒一般存在于中下部，从下往上晶体粒度逐渐变小，出料口一般设置在锥段，三个出料口等间距排布，出料口与水平存在一定角度防止出料管堵塞。由于垂直方向上，晶体粒度不一，故根据需求打开不

同的出料口，获得不同颗粒大小的晶体。

[0033] 实施例1：

本实施例说明了一种连续冷却结晶生产钒酸钠晶体的方法。

[0034] 原料温度75℃，钒酸钠质量分数3.45%，碱含量21.55g/L，原料首先通过预冷器降温到56℃，然后进入循环管道用换热器冷却降温，降温到42℃维持温度稳定。预冷器、换热器用冷却水进水温度30℃，保持换热器温差5-15℃，进料量22m^3/h，循环量为进料量50倍，冷却循环4-5h后，取样口取样测定固含量，当钒酸钠固体质量分数达到3.25%时出料。保持连续进出料，维持钒酸钠结晶器进出物料平衡。

[0035] 本发明的内容不限于实施例所列举，本领域普通技术人员通过阅读本发明说明书而对本发明技术方案采取的任何等效的变换，均为本发明的权利要求所涵盖。

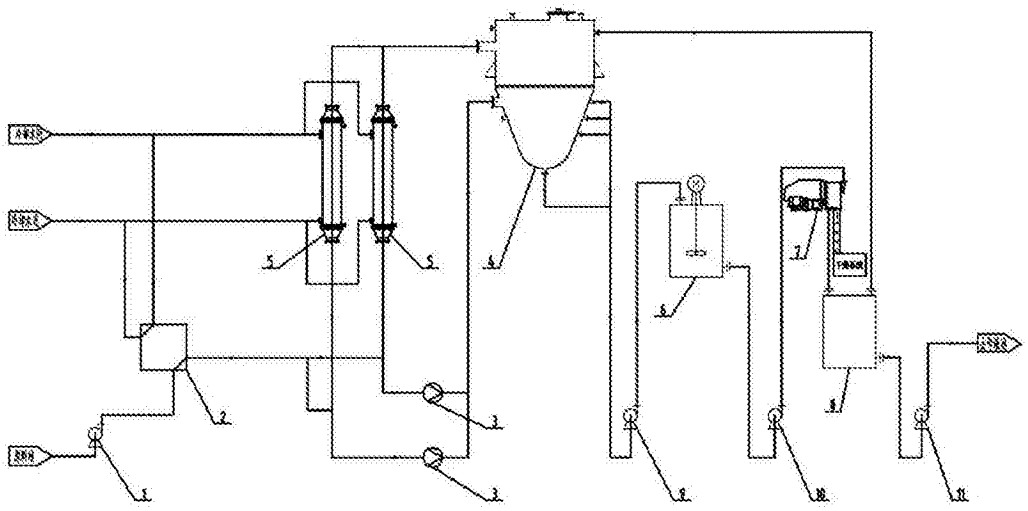


图1



图2

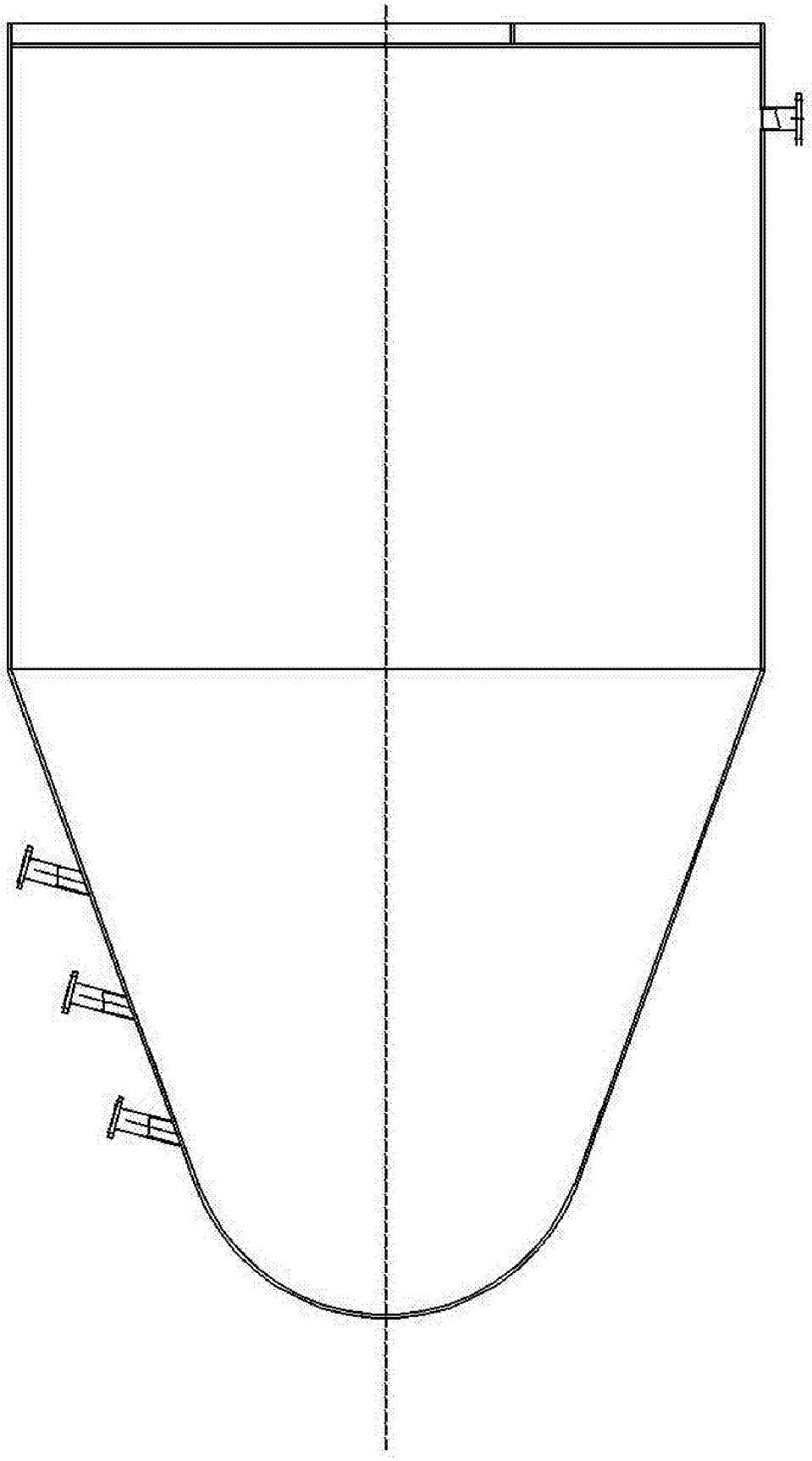


图3