(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 103382035 B
(45)授权公告日 2015.03.04

(21)申请号 201310330888.0

(22)申请日 2013.08.01

(73)专利权人 河北诺达化工设备有限公司
地址 050020 河北省石家庄市槐安东路 152 号金源商务广场 A 座 11 楼 1101

(72)发明人 王骞 张海春 程萍

(74)专利代理机构 石家庄众志华清知识产权事务所（特殊普通合伙） 13123
代理人 张明月

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

审查员 刘艳

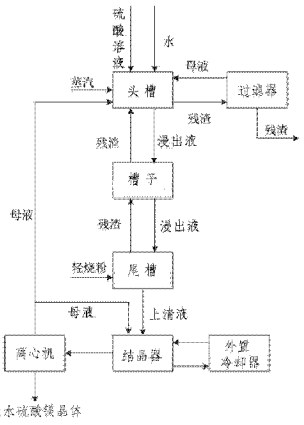
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

全连续法生产七水硫酸镁的工艺

(57)摘要

本发明公开了一种全连续法生产七水硫酸镁的工艺，包括向连续浸出槽的尾槽内连续加入轻烧粉，向头槽内连续加入硫酸溶液、水、蒸汽，用蒸汽直接加热头槽以使连续浸出槽内温度稳定，控制加料速度，得到一定浓度、比重和 pH 值的硫酸镁上清液，上清液从尾槽连续送入结晶器，结晶器连续稳定排出晶浆，经固液分离后得到七水硫酸镁产品，分离后母液送回连续浸出槽的头槽。本发明具有设备占地小、无结晶器结壁现象、劳动强度小、轻烧粉中含镁矿物质利用率高，且可连续化操作的特点。



CN 103382035 B

1. 全连续法生产七水硫酸镁的工艺，其特征在于：包括下列步骤，

A. 将轻烧粉、硫酸溶液、水、蒸汽连续加入到反应器中进行化学反应，得到上清液和残渣；

B. 将上清液连续送入到连续的结晶器中进行冷却结晶反应，并连续排出固液混合的晶浆；

C. 将晶浆送入到固液分离设备中进行固液分离，分离后所得固态物质即为七水硫酸镁晶体，所得液态物质作为母液返回到反应器中继续参加反应；

所述步骤 A 中的反应器为内置输送装置的至少由两个槽子串联构成的连续浸出槽，连续浸出槽两端的槽子分别为头槽和尾槽，步骤 A 中硫酸溶液、水、蒸汽是连续加入头槽中，轻烧粉是连续加入尾槽中；连续浸出槽的浸出液从头槽溢流出并依次进入下一个槽子后继续溢流直至尾槽中，尾槽的残渣通过连续浸出槽的输送装置送入到上一个槽子并直至头槽，尾槽的上清液送入到步骤 B 的结晶器中进行冷却结晶；

所述浸出液的温度为 50 ～ 90℃，上清液的比重为 1.2 ～ 1.5、pH 值为 6 ～ 8；

所述硫酸溶液的浓度为 48 ～ 75%；

所述步骤 B 中的结晶器为连续进料和连续出料且冷源为循环冷却水或冷冻机组的可连续冷却结晶的结晶装置；

所述步骤 B 上清液进入到结晶器后的降温过程为瞬时降温，降温后的温度为 2 ～ 47℃。

2. 根据权利要求 1 所述的全连续法生产七水硫酸镁的工艺，其特征在于：所述头槽底部的残渣再送入到过滤器中过滤，过滤所得液态物质作为母液返回到头槽中继续参加反应。

3. 根据权利要求 1 所述的全连续法生产七水硫酸镁的工艺，其特征在于：所述结晶装置是维持晶体稳定生长并可实现清液循环的 OSLO 结晶器或者晶浆循环型的 DTB 结晶器。

全连续法生产七水硫酸镁的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种七水硫酸镁的生产方法，具体的说是一种利用高纯菱镁矿的全连续法生产七水硫酸镁的工艺。

背景技术

[0002] 七水硫酸镁（又名泻痢盐，$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）是一种重要的无机化工产品，在农业、医药、微生物工业、轻工业、化学工业、印染工业、制药工业、电镀冶炼等领域都有着广泛的应用。目前，七水硫酸镁的制造工艺主要有两类：一类是利用硫酸和含镁矿物反应；另一类方法是直接采用含硫酸根和镁的矿物提取七水硫酸镁。其中硫酸和含镁矿物反应的方法一般是通过在含镁固体矿物中加入硫酸浸泡，再将该溶液结晶获得硫酸镁产品，或者是在含镁的卤水中加入硫酸。

[0003] 在工业生产中，以高纯菱镁矿为原料，经低温焙烧后形成轻烧粉，并通过硫酸浸泡、结晶器冷却结晶的工艺生产七水硫酸镁，该工艺流程简单，被很多生产单位采用，但其生产过程多为间歇式，间歇式生产七水硫酸镁效率低、占地大、结晶器结壁严重、劳动强度大，已经越来越不能满足大规模的工业生产需要。

发明内容

[0004] 本发明需要解决的技术问题是提供一种设备占地小、无结晶器结壁现象、劳动强度小的可连续化操作生产七水硫酸镁的工艺。

[0005] 为解决上述技术问题，本发明所采用的技术方案是：

[0006] 全连续法生产七水硫酸镁的工艺，包括下列步骤，

[0007] A. 将轻烧粉、硫酸溶液、水、蒸汽连续加入到反应器中进行化学反应，得到上清液和残渣；

[0008] B. 将上清液连续送入到连续的结晶器中进行冷却结晶反应，并连续排出固液混合的晶浆；

[0009] C. 将晶浆送入到固液分离设备中进行固液分离，分离后所得固态物质即为七水硫酸镁晶体，所得液态物质作为母液返回到反应器中继续参加反应。

[0010] 本发明的改进在于：所述步骤 A 中的反应器为内置输送装置的至少由两个槽子串联构成的连续浸出槽，连续浸出槽两端的槽子分别为头槽和尾槽，步骤 A 中硫酸溶液、水、蒸汽是连续加入头槽中，轻烧粉是连续加入尾槽中；连续浸出槽的浸出液从头槽溢流出并依次进入下一个槽子后继续溢流直至尾槽中，尾槽的残渣通过连续浸出槽的输送装置送入到上一个槽子并直至头槽，尾槽的上清液送入到步骤 B 的结晶器中进行冷却结晶。

[0011] 本发明的进一步改进在于：所述头槽底部的残渣再送入到过滤器中过滤，过滤所得液态物质作为母液返回到头槽中继续参加反应。

[0012] 本发明的进一步改进在于：所述浸出液的温度为 50 ～ 90℃，上清液的比重为 1.2 ～ 1.5、pH 值为 6 ～ 8。

[0013] 本发明的进一步改进在于：所述硫酸溶液的浓度为 48 ～ 75%。

[0014] 本发明的进一步改进在于：所述步骤 B 中的结晶器为连续进料和连续出料且冷源为循环冷却水或冷冻机组的可连续冷却结晶的结晶装置。

[0015] 本发明的进一步改进在于：所述结晶装置是维持晶体稳定生长并可实现清液循环的 OSLO 结晶器或者晶浆循环型的 DTB 结晶器。

[0016] 本发明的进一步改进在于：所述步骤 C 上清液进入到结晶器后的降温过程为瞬时降温，降温后的温度为 2 ～ 47℃；步骤 C 中经固液分离设备得到的母液还可以部分直接返回结晶器用以调整结晶器工作状态。

[0017] 由于采用了上述技术方案，本发明取得的技术进步是：

[0018] 本发明的结晶器为连续性进料与出料的冷却结晶装置，可实现七水硫酸镁的连续化生产，大幅降低生产人员的劳动强度和克服结晶器严重结壁影响传热的弊端。且由于结晶器可实现连续化结晶操作，减小了设备的占地面积，降低了生产的成本，可满足大规模的工业生产的需要。

[0019] 本发明反应器为连续浸出槽，反应后的残渣通过连续浸出槽内置的输送装置输送到上一个槽子后继续输送直至头槽，通过这一输送过程，轻烧粉中的含镁矿物质就可以与槽子中的硫酸溶液充分的反应，使得轻烧粉中的镁得到最大化的利用，减小了浪费，降低了生产成本，提高了生产的效率。

[0020] 本发明在头槽中连续加入硫酸溶液、水、蒸汽，浸出头槽的浸出液通过溢流的方式流入到下一个槽子直至与轻烧粉反应的尾槽中，可以很好的控制反应溶液硫酸进入尾槽的速率，从而控制尾槽中轻烧粉与硫酸的反应速率，通过观察尾槽中反应情况，调节浸出液的溢流量，使得尾槽中的反应充分，尾槽中的上清液与残渣分离明显，送入结晶器中的上清液中混合残渣的含量很小，提高结晶器的结晶效果。且硫酸溶液、水、蒸汽加入到头槽中相当于一个反应液的配制过程，可以很好的控制反应液的硫酸浓度、反应液的温度，便于调节七水硫酸镁的连续化操作的工艺参数。

[0021] 本发明输送至头槽中的残渣经过清洗过滤得到的母液和分离设备中分离出的母液返回至头槽中，母液中含有一定量的硫酸和硫酸镁溶液，使得硫酸得到进一步的利用，减小了硫酸的浪费，且避免了硫酸环境污染现象的发生；而母液中的硫酸镁可以再次送入到结晶器中进行冷却结晶，避免了硫酸镁的浪费，且提高了七水硫酸镁的产量。

[0022] 本发明的结晶器采用可维持晶体稳定生长并可实现清液循环的 OSLO 结晶器，结晶器过饱和度产生的区域和晶体生长区分别设置在罐内的两处，晶体在循环母液中流化悬浮，为晶体生长提供一个良好的条件，在连续操作的基础上，晶体大而均匀，产品纯度高，粒度大小可控；OSLO 结晶器配有外置冷却器，用以循环换热，将结晶系统内各种热量移出，以维持结晶器内温度的恒定。结晶器还可采用晶浆循环型的 DTB 结晶器，内置导流筒，晶浆由大流量低扬程的轴流泵循环送入外置冷却器换热，以维持结晶器内的低温且恒定，硫酸镁溶液匀速稳定通入其中即可瞬间降温以得到七水硫酸镁晶体。

附图说明

[0023] 图 1 是本发明的流程图。

具体实施方式

[0024] 下面结合实施例和附图对本发明做进一步详细说明：

[0025] 全连续法生产七水硫酸镁的工艺，其工艺流程如图 1 所示，包括：

[0026] A. 将轻烧粉、浓度为 48 ～ 75% 的硫酸溶液、水、蒸汽连续加入到反应器中进行化学反应，通过蒸汽加热使得含有硫酸的反应液的温度为 50 ～ 90℃，反应得到比重为 1.2 ～ 1.5、pH 值为 6 ～ 8 的上清液以及反应后的残渣，其中上清液的比重可以通过调节硫酸溶液和水的供入速度来控制，上清液中含有硫酸和硫酸镁的溶液，残渣中还含有少量未参与反应的含镁矿物质；

[0027] 上述反应器为内置输送装置的至少两个槽子串联构成的连续浸出槽，如用三个互相连通的槽子形成连续浸出槽作为反应器，连续浸出槽两端的槽子分别为头槽和尾槽。硫酸溶液、水、蒸汽连续加入到头槽中，轻烧粉连续加入到尾槽中；头槽中溢出的反应液为浸出液，浸出液的温度为 50 ～ 90℃，浸出液溢流到下一个槽子，并继续溢流直至尾槽中，并与尾槽中的轻烧粉进行化学反应，化学反应后得到上下两部分，下部的反应残渣通过连续浸出槽的底部的输送装置送入到上一个槽子，并参与此槽中的化学反应，然后再依次向上输送直至头槽，而头槽底部的残渣从槽底送入到过滤器中过滤，所得液态物质作为母液返回到头槽中继续参加反应，过滤后的滤渣排出反应体系。尾槽上部的上清液送入到连续结晶器中进行冷却结晶。

[0028] B. 将上清液连续送入到结晶器中进行反应，冷却结晶得到含有固液混合的晶浆，冷却结晶的降温过程为瞬时降温，降温后的温度为 2 ～ 47℃；

[0029] 上述结晶器为连续进料和连续出料且冷源为循环冷却水或冷冻机组的结晶装置，结晶装置可以是维持晶体稳定生长并可实现上清液循环的 OSLO 结晶器、晶浆循环型的 DTB 结晶器或者其它可连续冷却结晶的设备。

[0030] C. 将晶浆送入到固液分离设备中进行固液分离，分离后所得固态物质即为七水硫酸镁晶体，所得液态物质作为母液返回到反应器的头槽中继续参加反应，或者部分母液还可以直接返回结晶器用以调整结晶器工作状态，其中所用的固液分离设备为离心机。

[0031] 为了使得生产的七水硫酸镁的性能较为稳定，上述步骤中的反应条件可以进一步优化。在生产过程中，所用硫酸溶液的浓度优选为 55 ～ 70%，浸出液的温度为一恒定温度优选为 70 ～ 80℃，上清液的 pH 值为 6.5 ～ 7.5、比重为 1.3 ～ 1.4；在硫酸镁冷却结晶过程中，结晶器瞬时降温后的温度为一恒定温度优选为 2 ～ 30℃。

[0032] 实施例 1

[0033] 本发明全连续法生产七水硫酸镁的工艺，反应器由三个连续的槽子串联组成连续浸出槽，包括头槽、中槽和尾槽，头槽和尾槽位于两端，每个槽子的底部都内置输送装置，头槽、中槽和尾槽的上部分别设置与中槽、尾槽和结晶器对应的溢流口。

[0034] 向连续浸出槽的尾槽中持续投入轻烧粉，投入量为 0.5t/h，在头槽中以 1.5t/h 的速率加入浓度为 80% 的硫酸溶液，以 0.6t/h 的速率加入自来水，以 0.4t/h 的速率输送蒸汽，头槽中溢出的反应液为浸出液，反应过程中维持头槽中溢出的浸出液温度为 75℃。头槽中的浸出液溢流到后面的中槽中，并继续溢流直至尾槽中，并与尾槽中的轻烧粉进行化学反应。尾槽中化学反应后得到上下两部分，下部的反应残渣通过连续浸出槽的底部的输送装置送入到前面的中槽，并参与此槽中的化学反应，然后再依次向上输送直至头槽并参与

头槽中的反应，而头槽底部的残渣从槽底送入到过滤器中过滤，所得液态物质作为母液返回到头槽中继续参加反应，过滤后的滤渣排出反应体系。

[0035] 尾槽上部的上清液送入到连续结晶器中进行冷却结晶。尾槽反应后得到的含有硫酸镁的上清液比重 1.4，pH 值为 7。尾槽上清液以 7.2t/h 的速度连续泵入 OSLO 结晶器，以 10℃的循环水为冷源，瞬时降温，降温后的结晶器内温度 18℃并保持恒定。从结晶器中连续排出 7.2t/h 的晶浆，经卧式螺旋推料离心机甩干后以 3t/h 的速率得到七水硫酸镁晶体，离心机离心分离后的母液以 4.2t/h 的速率返回连续浸出槽的头槽。离心机离心分离后的母液可分为两部分，一部分母液返回连续浸出槽的头槽，另一部分母液以直接返回结晶器用以调整结晶器工作状态，避免结晶器结壁现象的发生。

[0036] 实施例 2

[0037] 本实施例的全连续法生产七水硫酸镁的工艺与实施例 1 的区别在于：向浸出槽尾槽中以 0.3t/h 的速率持续投入轻烧粉，在头槽中以 1t/h 的速率通入浓度为 70% 的硫酸溶液，以 0.2t/h 的速率加入自来水，以 0.3t/h 的速率加入蒸汽，维持浸出液温度 70℃。尾槽反应后得到的含有硫酸镁的上清液的比重为 1.4，pH 值为 6.5。尾槽上清液以 3.7t/h 的速度连续泵入 DTB 结晶器，以 5℃循环水为冷源，瞬时降温，降温后的结晶器内温度为 10℃并保持恒定。从结晶器中连续排出 3.7t/h 的晶浆，经活塞推料离心机甩干后以 1.7t/h 的速率得到七水硫酸镁晶体，离心机离心分离后的母液以 1.9t/h 的速率返回连续浸出槽的头槽。

[0038] 实施例 3

[0039] 本实施例的全连续法生产七水硫酸镁的工艺与实施例 1 的区别在于：向连续浸出槽的尾槽中以 2.2t/h 的速率持续投入轻烧粉，在头槽中以 9t/h 的速率加入浓度为 55% 的硫酸溶液，以 0.6t/h 的速率加入自来水，以 0.8t/h 的速率输送蒸汽，维持浸出液温度 90℃。尾槽反应后得到的含有硫酸镁的上清液比重 1.3，pH 值为 7.5。尾槽上清液以 17.4t/h 的速度连续泵入 OSLO 结晶器，以冷冻机组为冷源，瞬时降温，降温后的结晶器内温度为 22℃并保持恒定。从结晶器中连续排出 32.4t/h 的晶浆，经卧式螺旋推料离心机甩干后以 12.3t/h 的速率得到七水硫酸镁晶体，离心机离心分离后的母液分为两部分，一部分母液以 15.1t/h 的速率返回连续浸出槽的头槽，另一部分母液以 5.0t/h 直接返回结晶器用以调整结晶器工作状态，避免结晶器结壁现象的发生。

[0040] 实施例 4

[0041] 本实施例与实施例 1 的区别在于：向连续浸出槽尾槽中以 1.7t/h 的速率持续投入轻烧粉，在头槽中以 5.2t/h 的速率通入浓度为 75% 的硫酸溶液，以 2.2t/h 的速率加入自来水，以 0.8t/h 的速率加入蒸汽，维持浸出液温度 80℃。尾槽反应后得到的含有硫酸镁的上清液的比重为 1.2，pH 值为 6。尾槽上清液以 22.8/h 的速度连续泵入 DTB 结晶器，以 1℃循环水为冷源，瞬时降温，降温后的结晶器内温度 2℃并保持恒定。从结晶器中连续排出 22.8t/h 的晶浆，经活塞推料离心机甩干后以 9.8t/h 的速率得到七水硫酸镁晶体，离心机离心分离后的母液以 13.0t/h 的速率返回连续浸出槽的头槽。

[0042] 实施例 5

[0043] 本实施例与实施例 1 的区别在于：向连续浸出槽尾槽中以 4.4t/h 的速率持续投入轻烧粉，在头槽中以 15.0t/h 的速率通入浓度为 66% 的硫酸溶液，以 1.7t/h 的速率加入自来水，以 4.0t/h 的速率加入蒸汽，维持浸出液温度 80℃。尾槽反应后得到的含有硫酸镁

的上清液的比重为 1.3，pH 值为 6。尾槽上清液以 44.6/h 的速度连续泵入 DTB 结晶器，以 1℃循环水为冷源，瞬时降温，降温后的结晶器内温度 2℃并保持恒定。从结晶器连续排出 59.6t/h 的晶浆，经活塞推料离心机甩干后以 24.6t/h 的速率得到七水硫酸镁晶体，离心机离心分离后的母液为两部分，一部分母液以 20.0t/h 的速率返回连续浸出槽的头槽，另一部分母液以 15.0t/h 直接返回结晶器用以调整结晶器工作状态，避免结晶器结壁现象的发生。

[0044] 实施例 1 ～ 5 中所使用的 OSLO 结晶器、DTB 结晶器可以根据具体工艺进行定制。OSLO 结晶器的优点在于循环液中基本不含晶粒，从而避免发生叶轮与晶粒间的接触成核现象，再加上结晶室的粒度分级作用，使这种结晶器所产生的晶体大而均匀；DTB 结晶器中悬浮液在螺旋桨的推动下，在筒内上升至液体表层，然后转向下方，沿导流筒与挡板之间的环形通道流至结晶器底部，重又被吸入导流筒的下端，如此循环不已，形成结晶良好混合的条件，圆筒形挡板将结晶器分隔为晶体生长区和澄清区，较浓的物料进入导流筒下部，与大量晶体混合，随着过饱和度的降低，晶体逐渐长大而从底部排出结晶器。

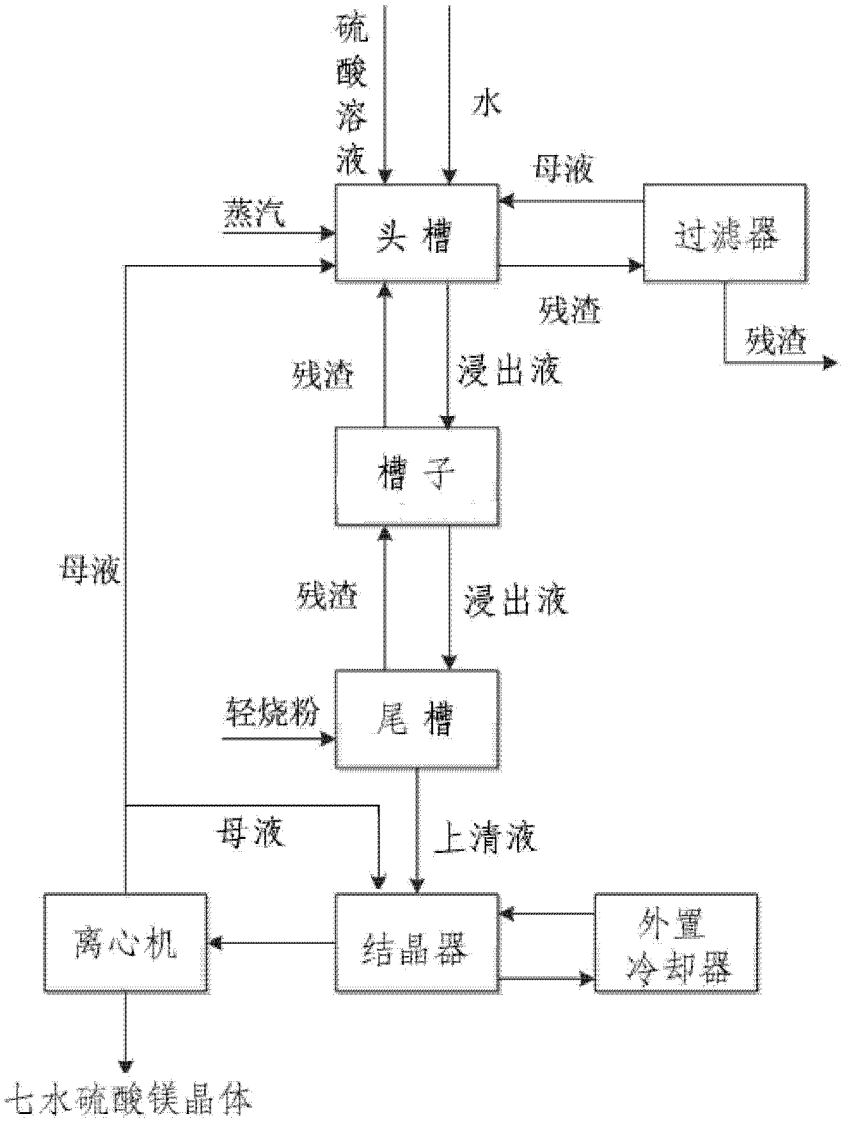

硫酸溶液
水
母液
蒸汽
头 槽
过滤器
残渣
残渣
残渣
浸出液
槽 子
母液
残渣
浸出液
轻烧粉
尾 槽
母液
上清液
离心机
结晶器
外置冷却器
七水硫酸镁晶体

图 1