



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102502709 A

(43) 申请公布日 2012.06.20

(21) 申请号 201110357301.6

(22) 申请日 2011.11.13

(71) 申请人 泰安金塔化工机械有限公司

地址 271000 山东省泰安市泰山区龙潭路 1
号

(72) 发明人 焦广磊

(74) 专利代理机构 泰安市泰昌专利事务所
37207

代理人 高军宝

(51) Int. Cl.

C01C 3/20 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种焦化脱硫废液提取副盐的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种从焦化脱硫废液提取副盐(铵盐或钠盐)的制备方法,将焦化脱硫废液进行脱色、过滤、浓缩、过滤、结晶(钠盐为提纯)、过滤、烘干等步骤。本发明特点:采用一步结晶(提纯)法,工艺简单、操作方便、设备少、投资低、含量高、工艺先进、环保节能。

1. 一种从焦化脱硫废液中提取副盐的方法，

对于氨法脱硫所得的废液，其包括如下步骤：

步骤 1 脱色：把脱硫废液打入釜中，加入粉状活性炭，边加热边进行搅拌，并进行抽真空，控制真空度 -0.01 — -0.1 Mpa，温度为： 60 — 90 度，加热时间为 0.5 — 6.5 个小时，然后放料过滤、滤液进入浓缩釜；

步骤 2 浓缩：将脱色后的滤液打入浓缩釜进行浓缩，浓缩条件为：保持釜内真空度为 -0.01 — -0.1 Mpa，温度为 60 — 105°C ，待分析结果达到结晶浓度时，放料过滤，滤液进入下一步操作；

步骤 3 结晶：浓缩滤液进入调控釜进行调控后过滤，滤液进入结晶釜进行结晶，边结晶边降温，待釜内温度降至 18°C — 31°C 时，开始放料离心甩干，离心甩干后取出的固体物即为硫氰酸铵产品；

对于用碱法脱硫所得废液，包括如下步骤：

步骤 1 脱色 把脱硫废液打入釜中，加入粉状活性炭，边加热边进行搅拌，并进行抽真空，控制真空度 -0.01 — -0.1 Mpa，温度为： 70 — 90 度，加热时间为 1 — 4 个小时，然后放料过滤、滤液进入浓缩釜；

步骤 2 浓缩 将脱色后的滤液打入浓缩釜进行浓缩，浓缩条件为：保持釜内真空度为 -0.01 — -0.1 Mpa，温度为 70 — 145°C ，待分析结果达到结晶度时，放料过滤，滤得的固体物即为混合钠盐，进入下一步操作；

步骤 3 提纯 将步骤 2 制得的混合钠盐加入溶解釜中，加入醇进行溶解，边加入边搅拌，控制温度 20 — 60 度，搅拌时间 1 — 3 个小时后放料过滤，滤得的固体物主要为硫代硫酸钠和硫酸钠，所得滤液进行提纯蒸发，蒸发出的醇溶液再循环利用，最后所得固体物加热烘干即得硫氰酸钠。

一种焦化脱硫废液提取副盐的方法

技术领域

[0001] 本发明是一种从焦化脱硫废液中提取副盐的方法。

背景技术

[0002] 目前国内很多煤气或炼焦企业采用氨法(或碱法)煤气脱硫工艺,由于脱硫废液中含有硫氰酸根离子,有强力的杀菌效果,无法进行生化处理。若不处理直接排放,会造成水源污染、生产现场环境恶劣;若作为配煤用水则依然会造成二次污染,增加运行成本。如何处置焦炉煤气脱硫脱氰外排废液及资源再生循环利用一直是困扰煤气和炼焦企业的环保难题。

发明内容

[0003] 本发明的目的就在于针对上述现有技术的缺陷而提供一种能够提取焦化脱硫废液中副盐的方法,提高资源再生利用率的同时解决环保难题。

[0004] 其技术解决方案如下:一种从焦化脱硫废液中提取副盐的方法,

对于氨法脱硫所得的废液,其包括如下步骤:

步骤1 脱色:把脱硫废液打入釜中,加入粉状活性炭,边加热边进行搅拌。并进行抽真空,控制真空度 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 60 — 90 度,加热时间为 0.5 — 6.5 个小时,然后放料过滤、滤液进入浓缩釜;

步骤2 浓缩:将脱色后的滤液打入浓缩釜进行浓缩,浓缩条件为:保持釜内真空度为 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 60 — 105°C ,待分析结果达到结晶浓度时,放料过滤,滤液进入下一步操作;

步骤3 结晶:浓缩滤液进入调控釜进行调控后过滤,滤液进入结晶釜进行结晶,边结晶边降温,待釜内温度降至 18°C — 31°C 时,开始放料离心甩干,离心甩干后取出的固体物即为硫氰酸铵产品。

[0005] 对于用碱法脱硫所得废液,包括如下步骤:

步骤1 脱色 把脱硫废液打入釜中,加入粉状活性炭,边加热边进行搅拌。并进行抽真空,控制真空度 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 70 — 90 度,加热时间为 1 — 4 个小时,然后放料过滤、滤液进入浓缩釜;

步骤2 浓缩 将脱色后的滤液打入浓缩釜进行浓缩,浓缩条件为:保持釜内真空度为 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 70 — 145°C ,待分析结果达到结晶度时,放料过滤,滤得的固体物即为混合钠盐,进入下一步操作;

步骤3 提纯 将步骤2制得的混合钠盐加入溶解釜中,加入醇进行溶解,边加入边搅拌,控制温度 20 — 60 度,搅拌时间 1 — 3 个小时后放料过滤,滤得的固体物主要为硫代硫酸钠和硫酸钠,所得滤液进行提纯蒸发,蒸发出的醇溶液再循环利用,最后所得固体物加热烘干即得硫氰酸钠。

[0006] 本发明将脱硫液通过脱色、过滤、浓缩、过滤、结晶或萃取、过滤、烘干等方法,将脱

硫废液中的硫氰酸铵或硫氰酸钠从脱硫废液中分离出来,浓缩后回收的蒸馏水返回到脱硫系统循环使用。本方法开发了焦化脱硫废液处理及副盐资源化利用技术,处理后的废水可全部回收,并可继续用于脱硫系统。脱硫废液经处理后,其中的副盐几乎被全部提取,整个生产过程不再产生二次污染,同时脱硫系统在工作过程中不需补水,实现了节水、降低生产成本的目的,具有很高的经济、环保和社会效益。

[0007] 本发明具有简单新颖、环保、安全、成熟、可靠、性价比高、操作简便等显著的特点,具体如下:

1、技术先进:本发明处理工艺新颖,可基本实现自动化生产操作,降低了工人劳动强度。

[0008] 2、安全性高:本发明采用低压蒸汽加热即可,生产过程中无危险品,操作安全。

[0009] 3、造价低:本发明投资少,相比其它类似装置可节省投资一倍以上。同时,由于是废物利用,提取的硫氰酸钠的成本与合成硫氰酸钠的工艺相比,成本至少降低 40% 以上。

[0010] 4、节能减排:本发明最大的特点就是污染环境的废物充分合理的利用,提取出来的水供脱硫系统循环使用,节约了大量的能源和资源,变废为宝。

[0011] 5、清洁环保:本发明可全密闭操作,生产环境清洁,无废水、废气外排。只有脱色时产生的少量活性炭,可送活性炭再生企业加工利用,无其他新的污染物产生,成功避免在治废过程中的二次污染。

[0012] 具体实施方式

处理氨法脱硫所得的废液时,包括如下步骤

1、脱色:

目的:使其脱硫液颜色变浅。物理变化。

[0013] 步骤程序:把脱硫废液打入釜中,加入粉状活性炭,边加热边进行搅拌。并进行抽真空,控制真空度 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 $:60$ — 90 度,加热时间为 0.5 — 6.5 个小时,然后放料过滤、滤液进入浓缩釜。(滤得的固体为活性炭及吸附物)

2、浓缩:

目的:将溶液中的水蒸发掉,提高溶液浓度。物理变化。

[0014] 步骤程序:将脱色后的滤液打入浓缩釜进行浓缩,浓缩条件为:保持釜内真空度为 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 60 — 105°C ,待分析结果达到结晶浓度时,放料过滤,滤得的固体物为硫代硫酸铵和硫酸铵的混合物,深加工后制造硫铵肥料,滤液进入下一步操作。

[0015] 3、结晶:

目的:将浓缩液降温,使其物料结晶析出。物理变化。

[0016] 步骤程序:浓缩滤液进入调控釜进行调控后过滤,滤液进入结晶釜进行结晶,边结晶边降温,待釜内温度降至 18°C — 31°C 时,开始放料离心甩干,离心甩干后取出的固体物即为硫氰酸铵产品,含量为 96 — 97% 。以上含量的产品经过烘干后硫氰酸铵可达到 98% 以上。

[0017] 处理用碱法脱硫所得废液时,包括如下步骤:

1、脱色:

目的:使其脱硫液颜色变浅。物理变化。

[0018] 步骤程序:把脱硫废液打入釜中,加入粉状活性炭,边加热边进行搅拌。并进行抽真空,控制真空度 -0.01 — -0.1 Mpa,温度为 $:70$ — 90 度,加热时间为 1 — 4 个小时,然后放料

过滤、滤液进入浓缩釜。

[0019] 2、浓缩：

目的：将溶液中的水蒸发掉，提高溶液浓度。物理变化。

[0020] 步骤程序：将脱色后的滤液打入浓缩釜进行浓缩，浓缩条件为：保持釜内真空度为 $-0.01 - -0.1\text{Mpa}$ ，温度为 $70-145^{\circ}\text{C}$ ，待分析结果达到结晶度时，过滤冷却后的固体物即为混合钠盐。

[0021] 3、提纯：

目的：使其物料混合物萃取出硫氰酸钠。物理变化。

[0022] 步骤程序：将浓缩好的混合钠盐加入溶解釜中，按比例加入醇进行溶解，边加入边搅拌，控制温度 $20-60$ 度，搅拌时间 $1-3$ 个小时后放料过滤，滤饼（为硫代硫酸钠和硫酸钠）处理后作为一种产品出售。滤液进行下一步提纯蒸发，蒸发出的醇溶液再循环利用，最后放出固体物即为硫氰酸钠产品，含量 $95-96\%$ ，产品再经过加热烘干得含量 $96-98\%$ 的硫氰酸钠产品。

[0023] 本发明主要用到的设备如，脱色釜、浓缩釜、换热器、过滤器、结晶器、萃取釜、离心机、真空泵、储罐等均可采用现有技术的成熟产品。