



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115571920 A

(43) 申请公布日 2023. 01. 06

(21) 申请号 202211272542.5

(22) 申请日 2022.10.18

(71) 申请人 南京南环水务科技有限公司
地址 210000 江苏省南京市江北新区永锦
路8号科研楼一层

(72) 发明人 李建国 高帆 杨绍伟 甘文鸿
雷轩鹏 任景涛 刘世瑞 王强

(74) 专利代理机构 北京细软智谷知识产权代理
有限责任公司 11471
专利代理师 刘静荣

(51) Int. Cl.
C01G 45/10 (2006.01)
B01D 9/02 (2006.01)

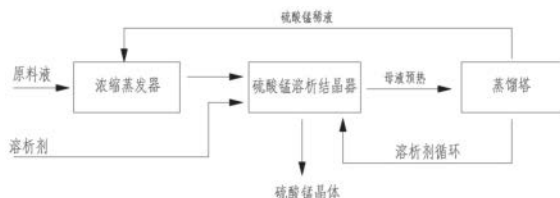
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,所述的方法包括如下步骤:将含硫酸锰的溶液经浓缩蒸发器中蒸发浓缩,得到蒸发浓缩液;将所述的蒸发浓缩液冷却后,输送到溶析结晶器中,加入溶析剂,得到含硫酸锰晶体的浆料;将所述的含硫酸锰晶体的浆料离心脱出母液,得到硫酸锰湿盐,干燥,得到硫酸锰产品,母液回收利用。本发明中的硫酸锰晶体在低温下获得,对生产设备要求低,操作环境友好;结晶过程中无换热,避免了硫酸锰在升温过程中结垢,无须频繁停车清洗,生产效率高;采用本发明的溶析剂就可以获得硫酸锰晶体,无须加热或蒸发,生产能耗低,并且本发明的溶析剂通过蒸馏回收循环利用,不产生额外的废弃物。



1. 一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,所述的方法包括如下步骤:

(1) 将含硫酸锰的溶液经浓缩蒸发器中蒸发浓缩,得到蒸发浓缩液;

(2) 将所述的蒸发浓缩液冷却后,输送到溶析结晶器中,加入溶析剂,得到含硫酸锰晶体的浆料;

(3) 将所述的含硫酸锰晶体的浆料离心脱出母液,得到硫酸锰湿盐,干燥,得到硫酸锰产品;

(4) 将所述的母液经换热器预热后送入蒸馏塔,分离,得到硫酸锰稀液和溶析剂,所述的溶析剂返回溶析结晶器中循环使用,所述的硫酸锰稀液送至浓缩蒸发器中蒸发浓缩。

2. 根据权利要求1所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(1)中蒸发浓缩温度为60-104℃。

3. 根据权利要求1所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(1)浓缩蒸发器为机械蒸发再压缩蒸发器或多效蒸发器。

4. 根据权利要求1或2所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(2)和步骤(4)中所述的溶析剂为甲醇和/或乙醇。

5. 根据权利要求4所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,所述的溶析剂为甲醇和乙醇的混合溶液,甲醇和乙醇的体积比为 $0 < V \leq 100$ 。

6. 根据权利要求1或2所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(2)中冷却至温度为15-35℃。

7. 根据权利要求1所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(2)中所述的溶析结晶器中包括盐腿,溶析结晶器采用机械搅拌或强制循环式。

8. 根据权利要求1所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(3)中离心在负压条件下进行。

9. 根据权利要求1所述的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,其特征在于,步骤(4)中蒸馏塔采用生蒸汽加热或机械压缩二次蒸汽加热。

一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法

技术领域

[0001] 本发明属于无机化工技术领域,具体涉及一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法。

背景技术

[0002] 目前国内工业生产获得硫酸锰的结晶一般有三种,第一种是采用常压间歇法蒸发结晶,此法工艺过程虽简单,但由于常压敞口蒸发,二次蒸汽直接排大气不能利用,蒸汽消耗高,且操作环境恶劣,同时采用机械搅拌传热不均匀,易产生结垢。另外是间歇法生产,生产效率低,员工劳动强度大。第二种是采用多效蒸发结晶工艺,此法目前一般采用两效工艺,降低了蒸汽的消耗,但能耗仍然较高,且蒸发换热设备很容易结垢,需经常停车清洗,既造成物料和能量损失,生产效率不是很高。第三种是采用高温结晶法,利用硫酸锰在高温下溶解度很低,尤其是超过100℃后溶解度急剧下降的特点,对硫酸锰溶液加热到140℃以上,这样析出大量硫酸锰结晶。此法虽能耗较蒸发法降低很多,但其存在的缺点也很明显,一是高温加热换热管极易结垢,需经常清洗;二是在大于140℃高温的情况下硫酸锰结晶浆料排去离心机的过程中会闪发降温,产生大量的二次蒸汽,不仅操作环境差,同时由于浆料降温,硫酸锰的溶解度增大,一定量的硫酸锰会回溶到料液里,这导致硫酸锰的一次结晶析出率降低,循环量加大,由于闪散发热和循环量加大,此法工艺能耗也偏高;三是由于排出料浆温度很高,对脱水设备选型要求很高,现基本都是间歇法脱水,生产效率较低。

[0003] 鉴于以上原因,特提出本发明。

发明内容

[0004] 为了解决现有技术的方法生产硫酸锰晶体时能耗高、生产效率低、对于设备要求高等问题,本发明提供了一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,本发明的方法具有投资少、能耗低、操作简单、生产流程短、产率高等优点。

[0005] 为了实现上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,所述的方法包括如下步骤:

[0007] (1) 将含硫酸锰的溶液经浓缩蒸发器中蒸发浓缩,得到蒸发浓缩液;

[0008] (2) 将所述的蒸发浓缩液冷却后,输送到溶析结晶器中,搅拌下加入溶析剂,得到含硫酸锰晶体的浆料;

[0009] (3) 将所述的含硫酸锰晶体的浆料离心脱出母液,得到硫酸锰湿盐,干燥,得到硫酸锰产品;

[0010] (4) 将所述的母液经换热器预热后送入蒸馏塔,分离,得到硫酸锰稀液和溶析剂,所述的溶析剂返回溶析结晶器中循环使用,所述的硫酸锰稀液送至浓缩蒸发器中蒸发浓缩。

[0011] 进一步的,步骤(1)中蒸发浓缩温度为60-104℃。

[0012] 进一步的,步骤(1)浓缩蒸发器为机械蒸发再压缩蒸发器或多效蒸发器。

- [0013] 进一步的,步骤(2)和步骤(4)中所述的溶析剂为甲醇和/或乙醇。
- [0014] 进一步的,所述的溶析剂为甲醇和乙醇的混合溶液,甲醇和乙醇的体积比为 $0 < V \leq 100$ 。
- [0015] 进一步的,步骤(2)中冷却至温度为15-35℃。
- [0016] 进一步的,步骤(2)中所述的溶析结晶器中包括盐腿,溶析结晶器采用机械搅拌或强制循环式。
- [0017] 进一步的,步骤(3)中离心在负压条件下进行。
- [0018] 进一步的,步骤(4)中蒸馏塔采用生蒸汽加热或机械压缩二次蒸汽加热。
- [0019] 与现有技术相比,本发明的有益效果为:
- [0020] (1)本发明中的硫酸锰晶体在低温下获得,对生产设备要求低,操作环境友好;
- [0021] (2)本发明的结晶过程中无换热,避免了硫酸锰在升温过程中结垢,无须频繁停车清洗,生产效率高;
- [0022] (3)采用本发明的溶析剂就可以获得硫酸锰晶体,无须加热或蒸发,生产能耗低,并且本发明的溶析剂通过蒸馏回收循环利用,不产生额外的废弃物。

附图说明

[0023] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0024] 图1是本发明的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的工艺流程图。

具体实施方式

[0025] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将对本发明的技术方案进行详细的描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所得到的所有其它实施方式,都属于本发明所保护的范围。

[0026] 如图1所示,本发明的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的工艺流程图。

[0027] 本发明的一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,所述的方法包括如下步骤:

[0028] (1)将含硫酸锰的溶液经浓缩蒸发器中蒸发浓缩,得到蒸发浓缩液;

[0029] (2)将所述的蒸发浓缩液冷却后,输送到溶析结晶器中,加入溶析剂,得到含硫酸锰晶体的浆料;

[0030] (3)将所述的含硫酸锰晶体的浆料离心脱出母液,得到硫酸锰湿盐,干燥,得到硫酸锰产品;

[0031] (4)将所述的母液经换热器预热后送入蒸馏塔,分离,得到硫酸锰稀液和溶析剂,所述的溶析剂返回溶析结晶器中循环使用,所述的硫酸锰稀液送至浓缩蒸发器中蒸发浓缩。

[0032] 采用本发明的方法硫酸锰晶体在低温下获得,对生产设备要求低,操作环境友好;

结晶过程中无换热,避免了硫酸锰在升温过程中结垢,无须频繁停车清洗,生产效率高;采用本发明的溶析剂就可以获得硫酸锰晶体,无须加热或蒸发,生产能耗低,并且本发明的溶析剂通过蒸馏回收循环利用,不产生额外的废弃物。

[0033] 实施例1

[0034] 一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,所述的方法包括如下步骤:

[0035] (1) 将质量分数为23%的硫酸锰的溶液经机械蒸发再压缩蒸发器蒸发浓缩,处理量为 50m^3 /小时,蒸发浓缩温度为 60°C ,得到蒸发浓缩液,浓缩液中硫酸锰的质量分数为29%,蒸发水量为10吨/小时;

[0036] (2) 将所述的蒸发浓缩液冷却至 15°C ,输送到溶析结晶器中,所述的溶析结晶器中包括盐腿,溶析结晶器采用机械搅拌,加入溶析剂甲醇,甲醇的加入量为 45m^3 /小时,得到含硫酸锰晶体的浆料,硫酸锰晶体析出量为 12900kg /小时;

[0037] (3) 将所述的含硫酸锰晶体的浆料在负压下离心脱出母液,排出母液硫酸锰质量分数为1.56%,得到硫酸锰湿盐,干燥,得到硫酸锰产品;

[0038] (4) 将所述的母液经换热器预热后送入蒸馏塔,蒸馏塔采用生蒸汽加热,分离,得到硫酸锰稀液和甲醇,硫酸锰稀液中硫酸锰质量分数为3.03%,所述的甲醇返回溶析结晶器中循环使用,所述的硫酸锰稀液送至浓缩蒸发器中蒸发浓缩。

[0039] 实施例2

[0040] 一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,所述的方法包括如下步骤:

[0041] (1) 将质量分数为11%的硫酸锰的溶液经多效蒸发器蒸发浓缩,处理量为 65m^3 /小时,蒸发浓缩温度为 81°C ,得到蒸发浓缩液,浓缩液中硫酸锰的质量分数为29%,蒸发水量为40.5吨/小时;

[0042] (2) 将所述的蒸发浓缩液冷却至 25°C ,输送到溶析结晶器中,所述的溶析结晶器中包括盐腿,溶析结晶器采用机械搅拌,加入溶析剂乙醇,乙醇的加入量为 25m^3 /小时,得到含硫酸锰晶体的浆料,硫酸锰晶体析出量为 8300kg /小时;

[0043] (3) 将所述的含硫酸锰晶体的浆料在负压下离心脱出母液,排出母液硫酸锰质量分数为1.47%,得到硫酸锰湿盐,干燥,得到硫酸锰产品;

[0044] (4) 将所述的母液经换热器预热后送入蒸馏塔,蒸馏塔采用机械压缩二次蒸汽加热,分离,得到硫酸锰稀液和乙醇,硫酸锰稀液中硫酸锰质量分数为2.83%,所述的乙醇返回溶析结晶器中循环使用,所述的硫酸锰稀液送至浓缩蒸发器中蒸发浓缩。

[0045] 实施例3

[0046] 一种从含硫酸锰的溶液中得到硫酸锰晶体的方法,所述的方法包括如下步骤:

[0047] (1) 将质量分数为25%的硫酸锰的溶液经机械蒸发再压缩蒸发器蒸发浓缩,处理量为 30m^3 /小时,蒸发浓缩温度为 104°C ,得到蒸发浓缩液,浓缩液中硫酸锰的质量分数为29%,蒸发水量为4.1吨/小时;

[0048] (2) 将所述的蒸发浓缩液冷却至 35°C ,输送到溶析结晶器中,所述的溶析结晶器中包括盐腿,溶析结晶器采用机械搅拌,加入溶析剂甲醇和乙醇的混合溶液,甲醇和乙醇的体积比为1:1,溶析剂的加入量为 25m^3 /小时,得到含硫酸锰晶体的浆料,硫酸锰晶体析出量为 8700kg /小时;

[0049] (3) 将所述的含硫酸锰晶体的浆料在负压下离心脱出母液,排出母液硫酸锰质量

分数为1.32%，得到硫酸锰湿盐，干燥，得到硫酸锰产品；

[0050] (4) 将所述的母液经换热器预热后送入蒸馏塔，蒸馏塔采用生蒸汽加热，分离，得到硫酸锰稀液和溶析剂，硫酸锰稀液中硫酸锰质量分数为2.77%，所述的溶析剂返回溶析结晶器中循环使用，所述的硫酸锰稀液送至浓缩蒸发器中蒸发浓缩。

[0051] 试验例1

[0052] 分别采用实施例1-3的方法制备硫酸锰晶体，硫酸锰的析出率如表1所示。

[0053] 表1

[0054]

组别	实施例1	实施例2	实施例3
硫酸锰析出率(%)	92.7	94.8	94.5

[0055] 以上所述，仅为本发明的具体实施方式，但本发明的保护范围并不局限于此，任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内，可轻易想到变化或替换，都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此，本发明的保护范围应以所述权利要求的保护范围为准。

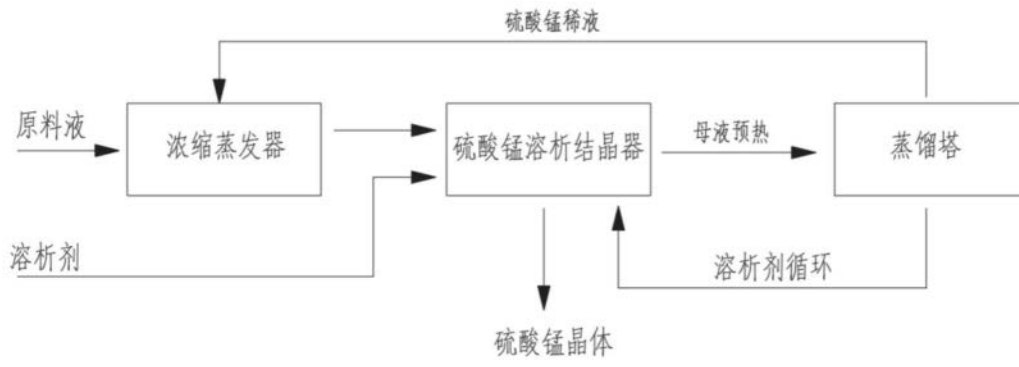


图1