(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 108706557 A
(43)申请公布日 2018.10.26

(21)申请号 201810746616.1

(22)申请日 2018.07.09

(71)申请人 陕西高科环保科技有限公司
地址 713201 陕西省咸阳市礼泉县陕西省再生资源产业园

(72)发明人 李科

(74)专利代理机构 西安科果果知识产权代理事务所(普通合伙) 61233
代理人 牛芬洁

(51)Int.Cl.
C01B 17/90(2006.01)

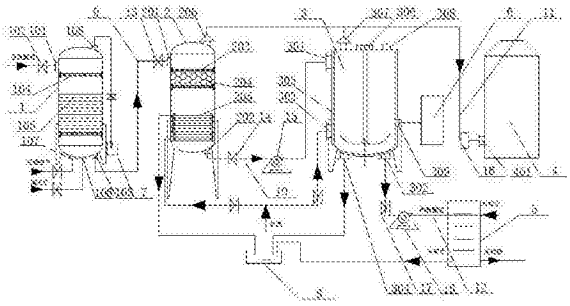
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种废硫酸回收装置及其回收方法

(57)摘要

本发明公开了一种用于对半导体行业产生的废硫酸进行回收的废硫酸回收装置及其回收方法，属于废硫酸回收技术领域。所述废硫酸回收装置包括用于对废硫酸中的杂质进行过滤的过滤器，所述过滤器通过管道依次连接有用于去除氯气的一级反应釜和用于去除双氧水的二级反应釜，通过一级反应釜和二级反应釜能够将半导体行业产生的废硫酸中的双氧水和氯气去除，使得处理后的废硫酸达到电子级硫酸的标准，能够回收利用。本发明所述废硫酸回收装置结构简单且回收方法简单易行回收效率高。



CN 108706557 A

1.一种废硫酸回收装置,其特征在于:包括用于对废硫酸中的杂质进行过滤的过滤器(1),所述过滤器(1)通过管道依次连接有用于去除氯气的一级反应釜(2)和用于去除双氧水的二级反应釜(3)。

2.根据权利要求1所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述过滤器(1)上设有第一进料口(101)和第一出料口(103),所述第一进料口(101)位于过滤器(1)的顶部且与废硫酸管道连接,所述第一出料口(103)位于过滤器(1)的底部且通过第一连接管道(9)与一级反应釜(2)连通;所述过滤器(1)的内部填充有滤料(105),所述滤料(105)的顶部和底部均设有过滤筛网(104),所述过滤筛网(104)位于第一进料口(101)的下方且与过滤器(1)可拆卸连接。

3.根据权利要求2所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述滤料(105)采用聚乙烯高效纤维制备而成的滤料,所述滤料(105)的直径均大于过滤筛网(104)的孔径,所述滤芯(105)与顶部的过滤筛网(104)之间留有用于反冲洗的活动间隙。

4.根据权利要求1所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述过滤器(1)还包括反冲洗装置,所述反冲洗装置包括设在过滤器(1)底部的用于与清洗水管道连通的清洗水连接口(106)和与压缩空气管道连通的压缩空气连接口(107),所述清洗水连接口(106)处设有用于将清洗水打入过滤器(1)内部的泵送装置,所述过滤器(1)的顶部设有排污口(108)。

5.根据权利要求1所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述一级反应釜(2)的顶部设有第二进料口(201),底部设有用于与二级反应釜(3)连通的第二出料口(202);所述一级反应釜(2)内填充有吸附填料(204),所述吸附填料(204)的顶部和底部设有布水板(203),所述布水板(203)与一级反应釜(2)可拆卸连接且位于第二进料口(201)的下方;所述一级反应釜(2)的底部设有用于对硫酸液进行加热的加热盘管(205),所述加热盘管(205)固定在一级反应釜(2)的底部且位于布水板(203)的下方;所述一级反应釜(2)的顶部还连接有第一抽风装置(206),所述第一抽风装置(206)连接有碱洗喷淋塔(4),用于对一级反应釜(2)内分解的氯气进行吸收。

6.根据权利要求5所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述吸附填料(204)采用多面空心球填料,所述布水板(203)上均匀开设有多个布水孔,所述布水孔的直径小于吸附填料(204)的最小直径。

7.根据权利要求1所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述二级反应釜(3)包括夹套加热反应釜,所述二级反应釜(3)的顶部开设有第三进料口(301)和催化剂注入口(308),底部开设有第三出料口(302)、热源进口(303)、冷凝水排出口(304)和取样口(309);所述热源进口(303)和冷凝水排出口(304)与二级反应釜(3)的夹套连通;所述取样口(309)连接有氯气检测装置;所述二级反应釜(3)的内部固定有搅拌装置(306)。

8.根据权利要求1或7所述的一种废硫酸回收装置,其特征在于:所述二级反应釜(3)的顶部还连接有第二抽风装置(307),用于对二级反应釜(3)产生的有害废气及加热过程中的水蒸气排除;所述第二抽风装置(307)连接有碱洗喷淋塔(4),用于对二级反应釜(3)产生的有害废气及加热过程中的水蒸气进行吸收。

9.一种如权利要求1所述的一种废硫酸回收装置的回收方法,其特征在于:所述回收方法包括:

(1)将废硫酸通过过滤器(1)进行过滤,用于去除废硫酸中的杂质;

(2)待一级反应釜(2)内的温度处于40℃-50℃时,将过滤后的废硫酸通过一级反应釜(2)进行处理使氯气受热分解去除氯气;

(3)然后将废硫酸通入二级反应釜(3),进行加热和搅拌,待二级反应釜(3)内温度升至60℃时,添加催化剂,反应2h,即得。

10.根据权利要求8所述的一种废硫酸回收装置的回收方法,其特征在于:所述催化剂采用包括晶体硫酸铜,且晶体硫酸铜与硫酸的质量比为1:1000。

一种废硫酸回收装置及其回收方法

技术领域

[0001] 本发明涉及废硫酸回收技术领域，尤其涉及一种用于对半导体行业产生的废硫酸进行回收的废硫酸回收装置及其回收方法。

背景技术

[0002] 为了剥离液晶片表面上的有机物，采用大量硫酸与双氧水、氯气混合制备的清洗剂，清洗后的硫酸含有双氧水、氯离子、及杂质，不能回收利用，且由于硫酸本身是强氧化性，并且无害化处置会产生大量二氧化硫他是大气中的主要污染物，对环节和人体健康有很大的危害，同时也是产生酸雨的主要原因。随着经济的高速发展，我国二氧化硫的排放量已经已居世界首位，各地都不同程度地出现酸雨，成为继欧洲、北美之后的酸雨重污染区。半导体行业产生的废硫酸量又比较大从环保、经济等方面考虑我们着手于此废硫酸的回收利用技术，为企业减轻处置压力和处置费用。

发明内容

[0003] 为了解决现有技术中存在的问题，本发明提供了一种废硫酸回收装置及其回收方法，能够对半导体行业产生的废硫酸进行回收利用。

[0004] 为了达到上述目的，本发明采取的技术方案如下：

[0005] 一种废硫酸回收装置，包括用于对废硫酸中的杂质进行过滤的过滤器，所述过滤器通过管道依次连接有用于去除氯气的一级反应釜和用于去除双氧水的二级反应釜。

[0006] 进一步地，所述过滤器上设有第一进料口和第一出料口，所述第一进料口位于过滤器的顶部且与废硫酸管道连接，所述第一出料口位于过滤器的底部且通过第一连接管道与一级反应釜连通；所述过滤器的内部填充有滤料，所述滤料的顶部和底部均设有过滤筛网，所述过滤筛网位于第一进料口的下方且与过滤器可拆卸连接。

[0007] 进一步地，所述滤料采用聚乙烯高效纤维制备而成的滤料，所述滤料的直径均大于过滤筛网的孔径，所述滤芯与顶部的过滤筛网之间留有用于反冲洗的活动间隙。

[0008] 进一步地，所述过滤器还包括反冲洗装置，所述反冲洗装置包括设在过滤器底部的用于与清洗水管道连通的清洗水连接口和与压缩空气管道连通的压缩空气连接口，所述清洗水连接口处设有用于将清洗水打入过滤器内部的泵送装置，所述过滤器的顶部设有排污口。

[0009] 进一步地，所述一级反应釜的顶部设有第二进料口，底部设有用于与二级反应釜连通的第二出料口；所述一级反应釜内填充有吸附填料，所述吸附填料的顶部和底部设有布水板，所述布水板与一级反应釜可拆卸连接且位于第二进料口的下方；所述一级反应釜的底部设有用于对硫酸液进行加热的加热盘管，所述加热盘管固定在一级反应釜的底部且位于布水板的下方；所述一级反应釜的顶部还连接有第一抽风装置，所述第一抽风装置连接有碱洗喷淋塔，用于对一级反应釜内分解的氯气进行吸收。

[0010] 进一步地，所述吸附填料采用多面空心球填料，所述布水板上均匀开设有多个布

水孔，所述布水孔的直径小于吸附填料的最小直径。

[0011] 进一步地，所述二级反应釜包括夹套加热反应釜，所述二级反应釜的顶部开设有第三进料口和催化剂注入口，底部开设有第三出料口、热源进口、冷凝水排出口和取样口；所述热源进口和冷凝水排出口与二级反应釜的夹套连通；所述取样口连接有氯气检测装置；所述二级反应釜的内部固定有搅拌装置。

[0012] 进一步地，所述二级反应釜的顶部还连接有第二抽风装置，用于对二级反应釜产生的有害废气及加热过程中的水蒸气排除；所述第二抽风装置连接有碱洗喷淋塔，用于对二级反应釜3产生的有害废气及加热过程中的水蒸气进行吸收。

[0013] 一种废硫酸回收装置的回收方法，所述回收方法包括：

[0014] (1)将废硫酸通过过滤器进行过滤，用于去除废硫酸中的杂质；

[0015] (2)待一级反应釜内的温度处于40℃-50℃时，将过滤后的废硫酸通过一级反应釜进行处理使氯气受热分解去除氯气；

[0016] (3)然后将废硫酸通入二级反应釜，进行加热和搅拌，待二级反应釜内温度升至60℃时，添加催化剂，反应2h。

[0017] 进一步地，所述催化剂采用包括晶体硫酸铜，且晶体硫酸铜与硫酸的质量比为1:1000。

[0018] 有益效果：与现有技术相比，本发明通过过滤器首先对废硫酸中的杂质进行过滤；然后将过滤后的废硫酸通过一级反应釜，利用氯气加热易分解的原理通过第一抽风装置进入碱洗喷淋塔将分解后的氯气进行吸收；接着通过布水器和吸附填料的能够将进入一级反应釜的废硫酸进行均匀分配有效的增大接触面积，延长接触时间，达到进一步净化目的，从而提高净化效率；最后将经过一级反应釜处理后的废硫酸通入二级反应釜，在加热搅拌以及催化剂的作用下，加快双氧水的分解，进一步的将硫酸中的双氧水去除，使得处理后的硫酸达到电子级的产品硫酸。本发明废硫酸回收装置结构简单且回收方法简单，回收效率高。

附图说明

[0019] 为了更清楚地说明本发明的技术方案，下面将对实施方式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方式，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。

[0020] 图1为本实施例提供的一种废硫酸回收装置的结构示意图。

[0021] 图中：1-过滤器、101-第一进料口、102-第四阀体、103-第一出料口、104-过滤筛网、105-滤料、106-清洗水连接口、107-压缩空气连接口、108-排污口、2-一级反应釜、201-第二进料口、202-第二出料口、203-布水板、204-吸附填料、205-加热盘管、206-第一抽风装置、3-二级反应釜、301-第三进料口、302-第三出料口、303-热源进口、304-冷凝水排出口、305-夹套、306-搅拌装置、307-第二抽风装置、308-催化剂注入口、309-取样口、4-碱洗喷淋塔、401-进气口、5-换热器、6-氯气检测装置、7-第一储水池、8-第二储水池、9-第一连接管道、10-第二连接管道、11第三连接管道、12-第四连接管道、13-第一阀体、14-第二阀体、15-第一硫酸泵、16-引风机、17-第三阀体、18-第二硫酸泵。

具体实施方式

[0022] 在本发明的描述中，需要理解的是，术语“中心”、“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”、“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系，仅是为了便于描述本发明和简化描述，而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作，因此不能理解为对本发明的限制。

[0023] 术语“第一”、“第二”仅用于描述目的，而不能理解为指示或暗示相对重要性或者隐含指明所指示的技术特征的数量。由此，限定有“第一”、“第二”的特征可以明示或者隐含地包括一个或者更多个该特征。在本发明的描述中，除非另有说明，“多个”的含义是两个或两个以上。

[0024] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步阐述。

[0025] 实施例

[0026] 参考图1，一种废硫酸回收装置，包括用于对废硫酸中的杂质进行过滤的过滤器1，所述过滤器1通过管道依次连接有用于去除氯气的一级反应釜2和用于去除双氧水的二级反应釜3。

[0027] 进一步地，参考图1，所述过滤器1上设有第一进料口101和第一出料口103，所述第一进料口101位于过滤器1的顶部且与废硫酸管道连接，所述第一进料口101上设有用于控制硫酸流量的第四阀体102，所述第一出料口103位于过滤器1的底部且通过第一连接管道9与一级反应釜2连通，第一连接管道9上设有用于控制硫酸流量的第一阀体13；所述过滤器1的内部填充有滤料105，所述滤料105的顶部和底部均设有过滤筛网104，所述过滤筛网104位于第一进料口101的下方且与过滤器1通过法兰连接实现可拆卸连接方式，便于后期过滤筛网104的拆卸和更换。

[0028] 进一步地，参考图1，所述滤料105采用聚乙烯高效纤维制备而成的滤料，具有过滤精度高，处理能力稳定的优势，过滤精度高达0.5微米，所述滤料105的直径均大于过滤筛网104的孔径，避免滤料105跑出，使滤料被截留在罐体内，所述滤芯105与顶部的过滤筛网104之间留有用于反冲洗的活动间隙。

[0029] 进一步地，参考图1，所述过滤器1还包括反冲洗装置，增强过滤器的处理能力，所述反冲洗装置包括设在过滤器1底部的用于与清洗水管道连通的清洗水连接口106和与压缩空气管道连通的压缩空气连接口107，所述清洗水连接口106处设有用于将清洗水打入过滤器1内部的泵送装置，所述过滤器1的顶部设有排污口108。

[0030] 需要说明的是，参考图1，由于硫酸在过滤过程中，残留在滤料中上的附作物会不断累积，导致过滤器的处理能力减小，进口和出口的压力差会变大，因此，为了更好的判断过滤器是否需要清洗，在过滤器1的进口和出口分别设置有压力表，根据进出口的压力差变大来判断过滤器是不是需要清洗。本实施例所述清洗水采用自来水由清洗水连接口106进入，经过滤器中滤料反向将附着在表面的物质冲洗，由上部的排污口108排出，在反冲洗过程中为了使清洗效果更好，通过压缩空气连接口107不断向过滤器1内通入压缩空气，水洗和气洗同时进行，压缩空气、清洗水会通过排污口108将残余在滤料表面的附着物清洗干净，从而可以继续使用，清洗后的自来水通过管道流入第一储水池7。本实施例为了有效的节约清洗水，可以将清洗水进行循环利用。

[0031] 进一步的，所述过滤器1上设有石英视镜，便于观察罐体内的运行情况，为了便于过滤筛网104的拆卸在过滤器1的相对位置上设有人孔。

[0032] 进一步地，参考图1，所述一级反应釜2的顶部设有第二进料口201，底部设有用于与二级反应釜3连通的第二出料口202；所述一级反应釜2内填充有吸附填料204，所述吸附填料204的顶部和底部设有布水板203，用于将吸附填料204截留在一级反应釜2内的同时将进入一级反应釜2内的硫酸分布均匀，增强处理效率，所述布水板203通过法兰与一级反应釜2可拆卸连接且位于第二进料口201的下方，便于布水板203的拆卸和更换；所述一级反应釜2的底部设有用于对硫酸液进行加热的加热盘管205，所述加热盘管205通过支架或者焊接在一级反应釜2的底部且位于布水板203的下方，所述加热盘管205的两个端口与外部热源管道连通，且热源管道上均设置有控制热源流量的阀体，本实施例所述热源包括热蒸汽和热水，所述热源管道的出口导入第二储水池8，用于热水以及冷凝水的收集；所述一级反应釜2的顶部还连接有第一抽风装置206，所述第一抽风装置206连接有碱洗喷淋塔4，用于对一级反应釜2内分解的氯气进行吸收，本实施例所抽风装置包括抽风机及其类似物。

[0033] 需要说明的是，参考图1，本实施例一级反应釜2利用氯气加热易分解原理，通过温度的升高，待温度升至40℃-50℃，使氯气在硫酸中的溶解度下降，此时氯气极易分解，通过第一抽风装置206连接至碱洗喷淋塔4底部的进气口401，为了达到气液完全分离的效果，氯气精油第三连接管道11由设置在碱洗喷淋塔4底部的引风机16从进气口401吸入碱洗喷淋塔内，氢氧化钠制备的碱吸收液通过碱洗喷淋塔4顶部的喷淋装置由上而下喷淋，与氯气接触反应，在吸收过程中需保持碱吸收液呈碱性状态。

[0034] 需要说明的是，本实施例所述碱洗喷淋塔属于本领域的现有技术，在此不再对其加以赘述。

[0035] 进一步地，参考图1，所述吸附填料204采用多面空心球填料，能够增大与硫酸的接触面积，延长接触时间，达到进一步净化目的，从而提高净化效率，所述布水板203上均匀开设有多个布水孔，所述布水孔的直径小于吸附填料204的最小直径，避免吸附填料204的跑出，将吸附填料204截留在一级反应釜2内。

[0036] 进一步地，需要说明的是，所述二级反应釜3包括夹套加热反应釜，所述二级反应釜3的顶部开设有第三进料口301和催化剂注入口308，底部开设有第三出料口302、热源进口303、冷凝水排出口304和取样口309；所述第三进料口301和第二出料口202通过第二连接管道10连通，且所述第二连接管道10上设有用于第二阀体14和第一硫酸泵，所述热源进口303和冷凝水排出口304与二级反应釜3的夹套连通，用于分别与外部热源管道和冷凝水管道连通，对二级反应釜3进行加热升温，所述冷凝水管道倒入第二储水池8，用于对夹套内的冷凝水进行收集，所述外部热源管道上设有用于控制热源流量的阀体，本实施例所述热源包括热蒸汽和热水；所述取样口309连接有氯气检测装置，用于反应一定的时间对硫酸进行氯气的检测，所述氯气检测装置采用加拿大BW品牌GAXT-C-DL氯气测定仪；所述二级反应釜3的内部固定有搅拌装置306，用于对二级反应釜3内的硫酸进行搅拌。

[0037] 需要说明的是，本实施例二级反应釜3根据废硫酸中双氧水含量低的特性，采用加热和催化剂方法除去双氧水，一般情况下双氧水会分解成水和氧气($2H_2O_2 = = 2H_2O+O_2$加催化剂)，但分解速度极其慢，为了加快其反应速度并根据废硫酸中双氧水含量低的特性，采用加热和催化剂方法除去双氧水，在分解反应釜中，通过夹套305加热和搅拌，在催化剂作用下，让硫酸温度上升一定温度时，充分将双氧水分解。除氯后的硫酸进入反应釜后系统开始升温，温度控制在60℃，升温速度一定要缓慢60℃/h，温度达到后开始加入催化剂(晶体

硫酸铜)，催化剂与硫酸的质量比为1:1000。

[0038] 进一步地，参考图1，所述二级反应釜3的顶部还连接有第二抽风装置307，用于对二级反应釜3产生的有害废气及加热过程中的水蒸气排除；所述第二抽风装置307连接有碱洗喷淋塔4，用于对二级反应釜3产生的有害废气及加热过程中的水蒸气进行吸收。

[0039] 需要说明的是，参考图1，所述二级反应釜3的第三出料口302通过第四连接管道12还连接有换热器5，用于对二级反应釜3处理后的热硫酸进行冷却，然后将冷却后的硫酸进行存储，产品品质满足优等品，所述第四连接管道12上还设有第三阀体17和第二硫酸泵18。所述换热器5的冷却水出水管导入第二储水池8连通，本实施例所述换热器5为本领域的现有技术，在此不再对其加以赘述。

[0040] 需要说明的是，硫酸强氧化的特殊性，对工艺中材质要求很高，本实施例所述过滤器1、一级反应釜2、二级反应釜3、连接管道以及阀体均采用碳钢衬塑材料制备而成。

[0041] 一种废硫酸回收装置的回收方法，所述回收方法包括：

[0042] (1)将废硫酸通过过滤器1进行过滤，用于去除废硫酸中的杂质；

[0043] (2)待一级反应釜2内的温度处于40℃-50℃时，将过滤后的废硫酸通过一级反应釜2进行处理使氯气受热分解去除氯气；

[0044] (3)然后将废硫酸通入二级反应釜3，进行加热和搅拌，待二级反应釜3内温度升至60℃时，添加催化剂，反应2h，即得。

[0045] 进一步地，所述催化剂采用包括晶体硫酸铜，且晶体硫酸铜与硫酸的质量比为1:1000。

[0046] 为了对本实施例所述回收装置和回收方法做进一步验证，本实施例将硫酸经过本实施例所述废硫酸回收装置按照上述回收方法处理，对处理前后硫酸的各项指标进行检测，结果如下：

[0047] 表1为回收前后硫酸的各项指标检测结果

[0048]

序号	检验项目	电子级硫酸标准值	回收前硫酸检验结果	回收后硫酸检测结果
1	色度、曾黑	≤20.0	15	3
2	硫酸含量	(75.0±5)%	76.9%	76.5%
3	铁(Fe)	≤0.005%	0.001%	0.001%
4	砷	≤0.001%	未检出	未检出
5	铅(Pb)	≤0.010%	未检出	未检出
6	汞(Hg)	≤0.010%	未检出	未检出
7	氯气	ppm	60ppm	未检出
8	双氧水质量分数	≤0.01%	0.65%	0.005%

[0049] 从表1可以看出，将半导体行业产生的废硫酸经过本实施例进行回收后，废硫酸中的氯气基本去除，双氧水的去除率为99.77%，处理后的废硫酸的各项指标符合电子级硫酸的标准，能够将回收处理后的硫酸进行再利用。

[0050] 以上是本发明的优选实施方式，应当指出，对于本技术领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明原理的前提下，还可以做出若干改进和润饰，这些改进和润饰也视为本发明的保护范围。

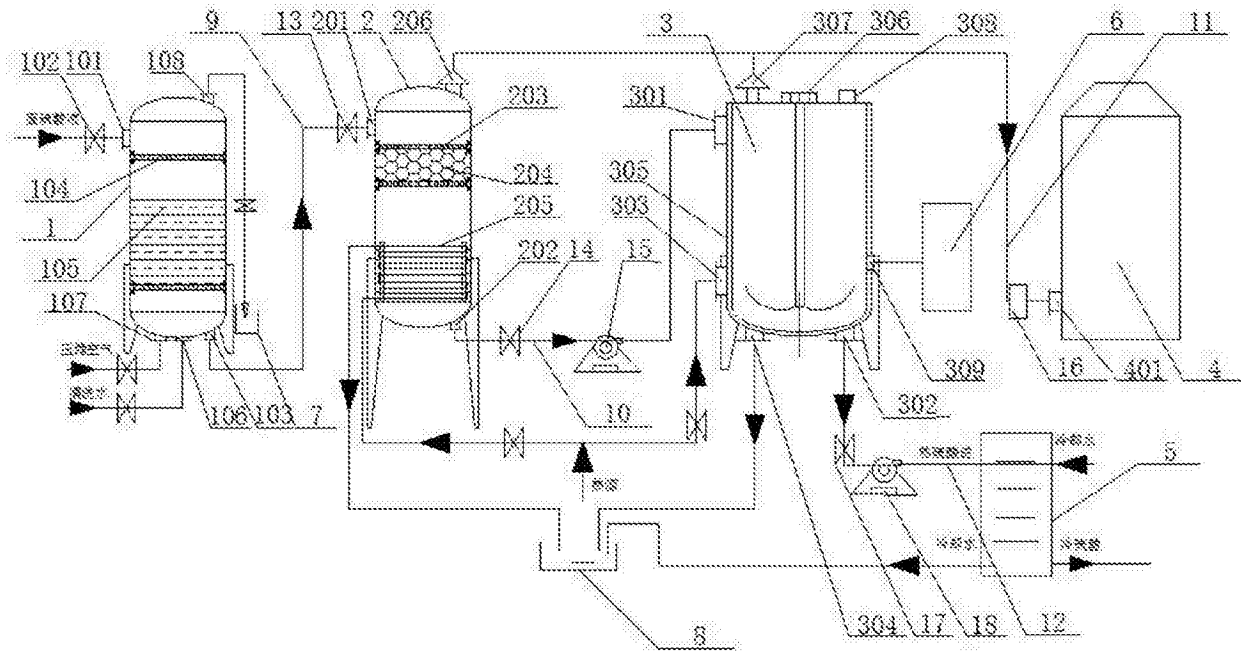

9
13
201
2
206
3
307
306
308
6
11
102
101
108
203
301
104
204
305
1
205
303
105
202
14
15
107
309
16
401
4
106
103
7
10
302
5
8
304
17
18
12

图1