



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114368785 A

(43) 申请公布日 2022. 04. 19

(21) 申请号 202210015736.0

(22) 申请日 2022.01.07

(71) 申请人 重庆民丰化工有限责任公司

地址 402660 重庆市潼南区桂林街道办事处民丰路1号

(72) 发明人 桑宏齐 张春梅 全富兵 胡军
卢永川

(74) 专利代理机构 重庆强大凯创专利代理事务所(普通合伙) 50217

代理人 王典彪

(51) Int.Cl.

C01G 37/14 (2006.01)

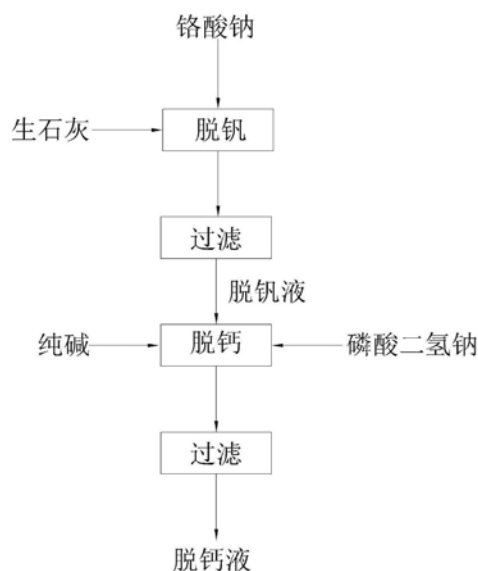
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种红矾钠生产中去除杂质的工艺

(57) 摘要

本发明涉及铬化合物的制备方法,具体为一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,包括如下步骤:步骤一:对铬酸钠溶液进行脱钒处理,过滤得到脱钒液;步骤二:对脱钒液进行脱钙处理,过滤得到脱钙液;在脱钙液过滤前加入 $0.1\sim 0.16\text{kg}/\text{m}^3$ 的磷酸二氢钠。本发明在脱钙液过滤之前加入磷酸二氢钠,能够有效去除钙镁铁等杂质,反应后经后续多个过滤步骤过滤,能够有效的去除由磷酸二氢钠带入的磷酸根,不会额外带入杂质,除杂效果好。



1. 一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:包括如下步骤:
步骤一:对铬酸钠溶液进行脱钒处理,过滤得到脱钒液;
步骤二:对脱钒液进行脱钙处理,过滤得到脱钙液;
在脱钙液过滤前加入 $0.1\sim 0.16\text{kg}/\text{m}^3$ 的磷酸二氢钠。
2. 根据权利要求1所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:磷酸二氢钠的加入量为 $0.1\sim 0.13\text{kg}/\text{m}^3$ 。
3. 根据权利要求1所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:磷酸二氢钠的加入量为 $0.16\text{kg}/\text{m}^3$ 。
4. 根据权利要求1或2所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:磷酸二氢钠的加入量为 $0.13\text{kg}/\text{m}^3$ 的。
5. 根据权利要求1或2所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:磷酸二氢钠的加入量为 $0.1\text{kg}/\text{m}^3$ 。
6. 根据权利要求1所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:步骤一所述的脱钒处理为加入生石灰与铬酸钠溶液反应,然后过滤,得到脱钒液。
7. 根据权利要求6所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:步骤二中,脱钒液与纯碱反应,过滤得到脱钙液。
8. 根据权利要求7所述的一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,其特征在于:步骤一和步骤二所述的过滤为通过板框压滤机进行过滤。

一种红矾钠生产中去除杂质的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及铬化合物的制备方法,具体为一种红矾钠生产中去除杂质的工艺。

背景技术

[0002] 红矾钠,又名重铬酸钠,红色至桔红色结晶,略有吸湿性,100℃时失去结晶水,约400℃时开始分解,易溶于水,不溶于乙醇,水溶液呈酸性。一般用作生产铬酸酐、重铬酸钾、重铬酸铵、氧化铬绿等的原料,生产碱性湖蓝染料、糖精、合成樟脑及合成纤维的氧化剂。

[0003] 红矾钠一般通过铬酸钠溶液经脱钒、脱钙、预酸化、酸化、蒸发等步骤制备而成,制备的过程中需要对脱钙液进行除杂,以保证红矾钠的产品质量。现有技术中有多种去除杂质的方式,例如使用CaO、使用CaO加聚合氯化铝、使用分析纯Ca(OH)₂等来去除脱钙液中的铁、钙、硅等金属杂质,但是这些方式除杂的效果均不理想,严重影响红矾钠产品的质量。

发明内容

[0004] 本发明意在提供一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,以解决现有的除杂方式除杂效果不理想的问题。

[0005] 为了达到上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0006] 一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,包括如下步骤:

[0007] 步骤一:对铬酸钠溶液进行脱钒处理,过滤得到脱钒液;

[0008] 步骤二:对脱钒液进行脱钙处理,过滤得到脱钙液;

[0009] 在脱钙液过滤前加入0.1~0.16kg/m³的磷酸二氢钠。

[0010] 本方案的原理和有益效果为:

[0011] 磷酸二氢钠与脱钙液中的钙镁等杂质发生反应,生成不溶于水的含钙镁沉淀,后续过滤随渣除去。磷酸二氢钠能够与脱钙液中较多的杂质进行反应,除杂效果好,此外,采用磷酸二氢钠相比采用磷酸而言,对脱钙液的PH值没有较多的影响。本发明在脱钙液过滤之前加入磷酸二氢钠,反应后经后续多个过滤步骤过滤,能够有效的去除由磷酸二氢钠带入的磷酸根,不会额外带入杂质,除杂效果好。

[0012] 进一步,磷酸二氢钠的加入量为0.1~0.13kg/m³。实验证明,加入0.1~0.13kg/m³的磷酸二氢钠能够有效去除杂质,且不会带入较多的磷酸根。

[0013] 进一步,磷酸二氢钠的加入量为0.16kg/m³。实验证明,加入0.16kg/m³的磷酸二氢钠能够有效去除杂质。

[0014] 进一步,磷酸二氢钠的加入量为0.13kg/m³的。实验证明,加入0.13kg/m³的磷酸二氢钠也能够有效的去除杂质,且带入的磷酸根更少。

[0015] 进一步,磷酸二氢钠的加入量为0.1kg/m³。实验证明,加入0.1kg/m³的磷酸二氢钠足以去除杂质,且几乎不会带入磷酸根,效果最优。

[0016] 进一步,步骤一中所述的脱钒处理为加入生石灰与铬酸钠溶液反应,然后过滤,得到脱钒液。加入生石灰以除去钒酸钙等杂质,经过滤能够得到清澈透明的脱钒液。

[0017] 进一步,步骤二中,脱钒液与纯碱反应,过滤得到脱钙液。加入纯碱以去除碳酸根等杂质,经过滤能够得到清澈透明的脱钙液。

[0018] 进一步,步骤一和步骤二中所述的过滤为通过板框压滤机进行过滤。采用板框过滤机过滤效果好。

附图说明

[0019] 图1为本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0020] 下面通过具体实施方式进一步详细说明:

[0021] 实施例1

[0022] 一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,包括如下步骤:

[0023] 步骤一:在铬酸钠溶液中加入生石灰反应,通过板框压滤机过滤除去钒酸钙等杂质,得到清澈透明的脱钒液;

[0024] 步骤二:将步骤一中的脱钒液与纯碱反应,加入0.1kg/m³的磷酸二氢钠除去脱钒液中的钙镁等杂质,然后通过板框过滤机过滤,得到清澈透明的脱钙液;

[0025] 实际运用时,得到的脱钙液与来自铬酸酐生产过程中产生的硫酸氢钠浊液进行预酸化反应,通过板框过滤机除去铬酸铬等杂质,得到预酸化液;再进行酸化得到酸化液;得到的酸化液进入蒸发系统,除去芒硝,浓缩至70°Be',再结晶即可得到红矾钠。

[0026] 实施例2

[0027] 一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,包括如下步骤:

[0028] 步骤一:在铬酸钠溶液中加入生石灰反应,通过板框压滤机过滤除去钒酸钙等杂质,得到清澈透明的脱钒液;

[0029] 步骤二:将步骤一中的脱钒液与纯碱反应,加入0.13kg/m³的磷酸二氢钠除去脱钒液中的钙镁等杂质,然后通过板框过滤机过滤,得到清澈透明的脱钙液。

[0030] 实施例3

[0031] 一种红矾钠生产中去除杂质的工艺,包括如下步骤:

[0032] 步骤一:在铬酸钠溶液中加入生石灰反应,通过板框压滤机过滤除去钒酸钙等杂质,得到清澈透明的脱钒液;

[0033] 步骤二:将步骤一中的脱钒液与纯碱反应,加入0.16kg/m³的磷酸二氢钠除去脱钒液中的钙镁等杂质,然后通过板框过滤机过滤,得到清澈透明的脱钙液。

[0034] 在操作步骤不变的情况下,采用不同的物质替换磷酸二氢钠来实现除杂,得到对比例1-对比例6;在对比例1的基础上,改变滤液静置时间,得到对比例7-对比例9,具体如表1所示:

[0035] 表1

[0036]

	实验方式
对比例 1	只用 CaO 固体除杂
对比例 2	用 CaO 固体和聚合氯化铝除杂
对比例 3	用 CaO 浆料除杂
对比例 4	使用分析纯 Ca(OH) ₂ 除杂
对比例 5	使用磨细 CaO 除杂
对比例 6	使用磨细 CaO 和聚合氯化铝
对比例 7	只用 CaO 除杂, 慢性滤纸缓慢过滤, 滤液静置 1 天取上清液
对比例 8	只用 CaO 除杂, 慢性滤纸缓慢过滤, 滤液静置 3 天取上清液
对比例 9	只用 CaO 除杂, 慢性滤纸缓慢过滤, 滤液静置 10 天取上清液

[0037] 分别采用对比例2-对比例9、实施例1-实施例3进行除杂实验, 与对比例1对比, 除杂后脱钙液中杂质含量如表2所示:

[0038] 表2

[0039]

	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K	MgO	SiO ₂	V ₂ O ₅
	g/L						
对比例 1	0.0189	0.7831	0.0063	0.3282	0.0412	0.1683	2.0531
对比例 2	0.0278	1.4298	0.0064	0.3551	0.0436	0.1265	1.8005
对比例 3	0.0153	1.2651	0.0046	0.2283	0.0391	0.1061	1.5614
对比例 4	0.0195	1.5614	0.0065	0.3247	0.0257	0.1953	2.1895
对比例 5	0.0197	2.1647	0.0062	0.3276	0.0525	0.1985	2.1463
对比例 6	0.0182	2.1033	0.0059	0.3165	0.0520	0.1531	1.8154
对比例 7	0.0074	0.3776	0.0052	0.1504	0.0193	0.1077	0.8706
对比例 8	0.0082	0.4340	0.0060	0.1660	0.0249	0.0961	0.9658
对比例 9	0.0071	0.4350	0.0058	0.1807	0.0218	0.0944	0.9853
实施例 1	0.0086	0.1377	0.0065	0.1839	0.0103	0.1095	1.1565
实施例 2	0.0094	0.1418	0.0063	0.1897	0.0111	0.1150	1.1634
实施例 3	0.0086	0.1415	0.0063	0.1901	0.0136	0.1102	1.1428

[0040] 结论:

[0041] 从表2的对比可以看出, 采用对比例2-对比例9除杂后的脱钙液中杂质含量均比采用对比例1除杂的脱钙液中的杂质含量高。而采用实施例1-实施例3除杂后的脱钙液中钙、镁杂质比对比例1-对比例9低很多, 即采用本发明的方式生产红矾钠, 能够更有效的去除钙镁等杂质, 能够得到更高品质的产品。

[0042] 针对实施例1-实施例3, 原有工艺正常生产过程中, 在脱钙液过滤前加入磷酸二氢钠, 每反应锅 (50m³脱钙液) 加入5kg, 总试验40锅。取10个脱钙液样品, 取10个预酸化液样品, 取9个酸化液样品, 分析钙、铁、磷等杂质, 实验结果如表3-表5所示:

[0043] 表3

[0044]

脱钙液	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值
	g/L										
CaO	0.0643	0.0448	0.0559	0.0488	0.0600	0.0686	0.0742	0.0598	0.0596	0.0584	0.0594
Fe ₂ O ₃	0.0003	0.0008	0.0248	0.0001	0.0004	0.0003	0.0000	0.0002	0.0001	0.0004	0.0003
P	0.0096	0.0025	0.0070	0.0098	0.0069	0.0061	0.0048	0.0087	0.0102	0.0051	0.0071

[0045] 表4

预酸化液	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	平均值
	g/L										
CaO	0.0847	0.0695	0.0915	0.0612	0.0616	0.0670	0.0442	0.0532	0.0568	0.0770	0.0665
Fe ₂ O ₃	0.0003	0.0002	0.0007	0.0015	0.0007	0.0005	0.0009	0.0001	0.0002	0.0006	0.0005
P	0.0056	0.0022	0.0054	0.0052	0.0051	0.0040	0.0035	0.0040	0.0062	0.0042	0.0045

[0047] 表5

酸化液	21	22	23	24	25	26	27	28	29	平均值
	g/L									
CaO	0.0770	0.0592	0.0532	0.0640	0.0679	0.0856	0.0895	0.0741	0.0504	0.0672
Fe ₂ O ₃	0.0006	0.0011	0.0020	0.0017	0.0009	0.0015	0.0007	0.0014	0.0006	0.0011
P	0.0032	0.0054	0.0043	0.0047	0.0045	0.0042	0.0039	0.0009	0.0053	0.0040

[0049] 总结：

[0050] 1. 从表3-表5可知，试验样品1-10号脱钙液钙含量平均0.0594g/L，11-20号预酸化液钙含量平均0.0665g/L，21-29号酸化液钙含量平均0.0672g/L，原有工艺生产的脱钙液的钙含量平均0.0827g/L，试验样品钙含量下降30%，由此可知，本发明能够有效的去除脱钙液中的钙杂质。

[0051] 2. 从表3-表5可知，试验样品1-10号脱钙液铁含量平均0.0003g/L，11-20号预酸化液铁含量平均0.0005g/L，21-29号酸化液铁含量平均0.0011g/L，原有工艺生产的脱钙液铁含量平均0.0027g/L，实验样品铁含量降低了89%，由此可知，本发明能够大幅的去除脱钙液中的铁杂质。

[0052] 3. 从表3-表5可知，试验样品1-10号脱钙液磷含量平均0.0071g/L，11-20号预酸化液磷含量平均0.0045g/L，21-29号酸化液磷含量0.0040g/L，由此可知，本发明在有效去除铁钙等杂质的同时，残留的磷杂质较少，能提高后续生产红矾钠产品质量。

[0053] 以上所述的仅是本发明的实施例，方案中公知的具体结构及特性等常识在此未作过多描述。应当指出，对于本领域的技术人员来说，在不脱离本发明结构的前提下，还可以作出若干变形和改进，这些也应该视为本发明的保护范围，这些都不会影响本发明实施的效果和专利的实用性。本申请要求的保护范围应当以其权利要求的内容为准，说明书中的具体实施方式等记载可以用于解释权利要求的内容。

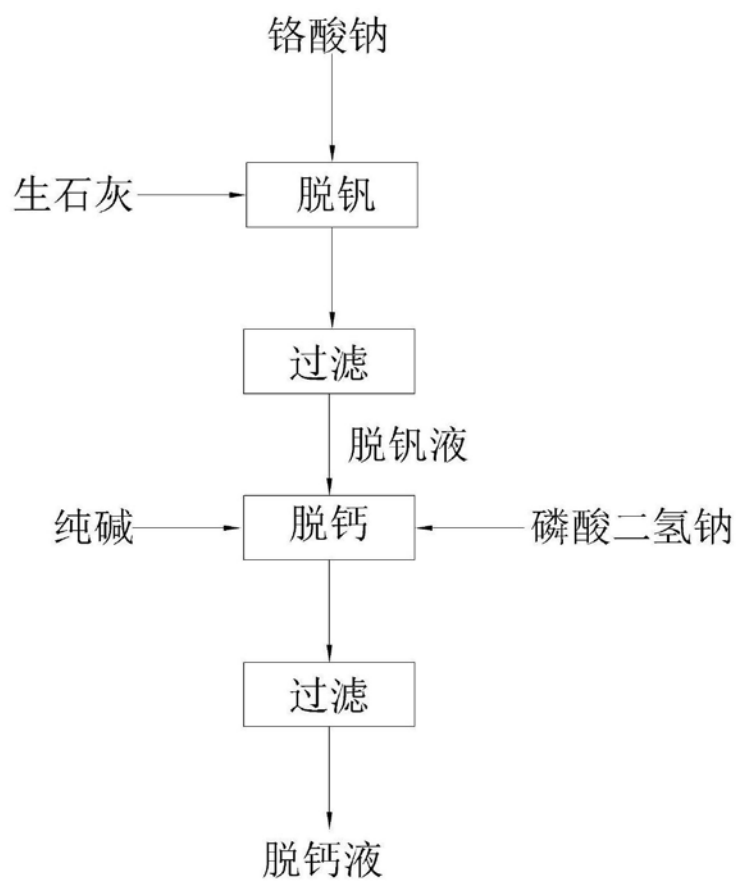


图1