



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101974688 A

(43) 申请公布日 2011. 02. 16

(21) 申请号 201010510631. X

(22) 申请日 2010. 10. 19

(71) 申请人 东北大学

地址 110819 辽宁省沈阳市和平区文化路 3 号巷 11 号

(72) 发明人 史培阳 刘承军 姜茂发

(74) 专利代理机构 沈阳东大专利代理有限公司  
21109

代理人 梁焱

(51) Int. Cl.

C22B 3/28 (2006. 01)

C01G 37/08 (2006. 01)

C22B 34/32 (2006. 01)

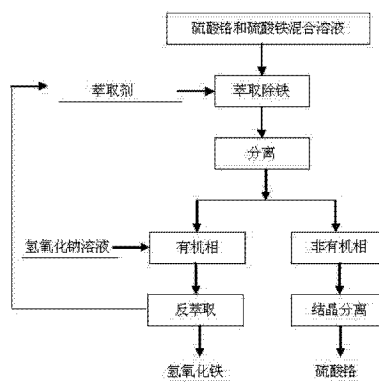
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法

(57) 摘要

一种由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法,以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,加入萃取剂进行萃取,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,调节 pH 值为 9 ~ 10,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用,利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬,利用氢氧化铁为原料以高温结晶的方法制备氧化铁红颜料。本发明与已有的从硫酸铬和硫酸铁混合溶液中除铁的技术相比较,最为显著的特点为工艺流程短,无“三废”排放,萃取剂循环使用。副产物氧化铁红中不含有六价铬,且可以应用到建筑、涂料和汽车等行业。



1. 一种由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法,其特征在于以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,向硫酸铬和硫酸铁混合溶液中加入萃取剂进行萃取,萃取剂选用十八烷基二甲基叔胺、十八烷基叔胺或双十八烷基叔胺,萃取剂加入量为硫酸铬和硫酸铁混合溶液体积的 10% ~ 50%,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,调节 pH 值为 9 ~ 10,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用,利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬。

2. 按照权利要求 1 所述的由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法,其特征在于硫酸铬和硫酸铁混合溶液中,按质量百分比计,铬离子含量为 3%~12%,铁离子含量为 1%~6%。

3. 按照权利要求 1 所述的由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法,其特征在于用质量浓度为 5% ~ 15% 的氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,控制氢氧化钠溶液的加入量为有机相体积的 3% ~ 8%。

## 由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于矿物加工技术领域,涉及铬铁矿的加工技术,具体涉及多组分溶液中铬离子与铁离子的分离方法。

### 背景技术

[0002] 目前铬盐制备工艺多以铬铁矿为原料,采用钙化焙烧工艺,不仅工艺流程长,而且在生产过程中产生大量含有  $\text{Cr}^{6+}$  的废渣,而这种废渣已被世界各国列为固体废弃物治理的重中之重。而采用硫酸法制备铬盐过程中又受到溶液中铬铁离子分离的影响,使硫酸法制备铬盐技术受到限制。溶液中铬离子和铁离子的分离工艺有以下几种:

(1) 硫酸亚铁结晶法。硫酸铬和硫酸铁混合溶液—还原—浓缩—结晶—分离—硫酸铬溶液—浓缩—再结晶—硫酸铬(分离不彻底,硫酸铬中还含有大量的铁离子)。

[0003] (2) pH 值控制法。硫酸铬和硫酸铁混合溶液—滴加纯碱或氢氧化钠溶液—控制 pH 值—分离—硫酸铬溶液—浓缩—再结晶—硫酸铬(分离不彻底,硫酸铬中还含有大量的铁离子)。

[0004] (3) 针铁矿法。硫酸铬和硫酸铁混合溶液—浓缩—加入浓硫酸—氧化—结晶—分离—硫酸铬溶液—浓缩—再结晶—硫酸铬(分离不彻底,硫酸铬中还含有大量的铁离子)。

[0005] 利用萃取法分离溶液中铬铁离子,不仅可以改进除铁工艺,而且对于铬盐行业的可持续发展具有重要的现实意义。

### 发明内容

[0006] 针对目前铬铁矿制备铬盐工艺存在的不足之处,本发明提供一种由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的方法,达到减少“三废”排放、减少环境污染的目的。

[0007] 本发明方法的工艺过程如下。

[0008] 以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,按质量百分比计,铬离子含量为 3%~12%,铁离子含量为 1%~6%。

[0009] 采用萃取方法除铁,向硫酸铬和硫酸铁混合溶液中加入萃取剂进行萃取,萃取剂选用十八烷基二甲基叔胺、十八烷基叔胺或双十八烷基叔胺,萃取剂加入量为硫酸铬和硫酸铁混合溶液体积的 10%~50%,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用质量浓度为 5%~15% 的氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,控制氢氧化钠溶液的加入量为有机相体积的 3%~8%,调节 pH 值为 9~10,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用。利用氢氧化铁为原料以高温结晶的方法制备氧化铁红颜料,可以应用到建筑、涂料和汽车等行业。

[0010] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬。硫酸铬产品指标如表 1 所示,氧化铁红产品指标如表 2 所示,采用化学分析方法。

[0011] 表 1 直接结晶制备的硫酸铬指标

技术指标	含量 (质量%)
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≥30
水不溶物	≤0.01
氯化物	≤0.01
钠	≤0.01
铁	≤0.005
钙	≤0.01
外观	紫色晶体

表 2 利用氢氧化铁高温结晶制备的氧化铁红指标

成分	含量 (质量%)
氧化铁	≥96
水溶物	≤0.3
水分	≤1
技术指标	
密度 g/cm <sup>3</sup>	0.7~1.1
着色力	95~105
pH 值	3~7

本发明与已有的从硫酸铬和硫酸铁混合溶液中除铁的技术相比较,最为显著的特点为工艺流程短,无“三废”排放,萃取剂循环使用。副产物氧化铁红中不含有六价铬,且可以应用到建筑、涂料和汽车等行业。

#### 附图说明

[0012] 附图为本发明的工艺流程示意图。

#### 具体实施方式

[0013] 实施例 1

由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的工艺过程如下。

[0014] 以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,按质量百分比计,铬离子含量为 7%,铁离子含量为 4%。

[0015] 采用萃取方法除铁,向硫酸铬和硫酸铁混合溶液中加入萃取剂进行萃取,萃取剂选用十八烷基二甲基叔胺,萃取剂加入量为硫酸铬和硫酸铁混合溶液体积的 30%,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用质量浓度为 10% 的氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,控制氢氧化钠溶液的加入量为有机相体积的 5%,调节 pH 值为 9.5,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用。利用氢氧化铁为原料以高温结晶的方法制备氧化铁红颜料。

[0016] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬。

[0017] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制得紫色硫酸铬晶体( $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ )。硫酸铬产品指标如表 1 所示,采用化学分析方法。

[0018] 实施例 2

由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的工艺过程如下。

[0019] 以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,按质量百分比计,铬离子含量为 12%,铁离子含量为 6%。

[0020] 采用萃取方法除铁,向硫酸铬和硫酸铁混合溶液中加入萃取剂进行萃取,萃取剂选用十八烷基叔胺,萃取剂加入量为硫酸铬和硫酸铁混合溶液体积的 50%,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用质量浓度为 15% 的氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,控制氢氧化钠溶液的加入量为有机相体积的 3%,调节 pH 值为 10,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用。利用氢氧化铁为原料以高温结晶的方法制备氧化铁红颜料。

[0021] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬。

[0022] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制得紫色硫酸铬晶体( $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ )。硫酸铬产品指标如表 1 所示,采用化学分析方法。

[0023] 实施例 3

由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的工艺过程如下。

[0024] 以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,按质量百分比计,铬离子含量为 3%,铁离子含量为 1%。

[0025] 采用萃取方法除铁,向硫酸铬和硫酸铁混合溶液中加入萃取剂进行萃取,萃取剂选用双十八烷基叔胺,萃取剂加入量为硫酸铬和硫酸铁混合溶液体积的 10%,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用质量浓度为 5% 的氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,控制氢氧化钠溶液的加入量为有机相体积的 8%,调节 pH 值为 9,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用。利用氢氧化铁为原料以高温结晶的方法制备氧化铁红颜料。

[0026] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬。

[0027] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制得紫色硫酸铬晶体( $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ )。硫酸铬产品指标如表 1 所示,采用化学分析方法。

[0028] 实施例 4

由多组分溶液中分离铬离子和铁离子的工艺过程如下。

[0029] 以硫酸浸出铬铁矿后的硫酸铬和硫酸铁混合溶液为原料,按质量百分比计,铬离子含量为 10%,铁离子含量为 2%。

[0030] 采用萃取方法除铁,向硫酸铬和硫酸铁混合溶液中加入萃取剂进行萃取,萃取剂选用十八烷基二甲基叔胺,萃取剂加入量为硫酸铬和硫酸铁混合溶液体积的 25%,萃取后得到非有机相为硫酸铬溶液,得到有机相为萃取剂和硫酸铁,而后用质量浓度为 12% 的氢氧化钠溶液对有机相进行反萃取,控制氢氧化钠溶液的加入量为有机相体积的 6%,调节 pH 值为 10,得到氢氧化铁、硫酸钠溶液和萃取剂,萃取剂循环使用。利用氢氧化铁为原料以高温结晶的方法制备氧化铁红颜料。

[0031] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制备硫酸铬。

[0032] 利用萃取得到的硫酸铬溶液,采用直接结晶的方法制得紫色硫酸铬晶体 ( $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ )。硫酸铬产品指标如表 1 所示,采用化学分析方法。

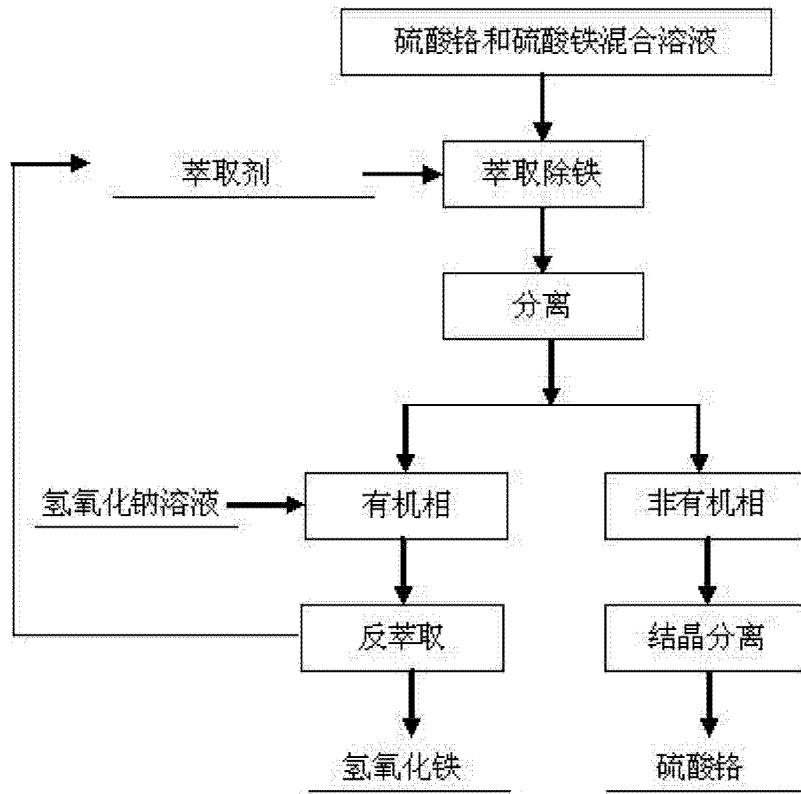


图 1