



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101844815 A

(43) 申请公布日 2010. 09. 29

(21) 申请号 201010189957. 7

(22) 申请日 2010. 05. 31

(71) 申请人 广西平桂飞碟股份有限公司

地址 542800 广西壮族自治区贺州市平桂区
西湾街

(72) 发明人 黄德文

(74) 专利代理机构 桂林市华杰专利商标事务所

有限责任公司 45112

代理人 罗玉荣 周兆阳

(51) Int. Cl.

C01G 49/06 (2006. 01)

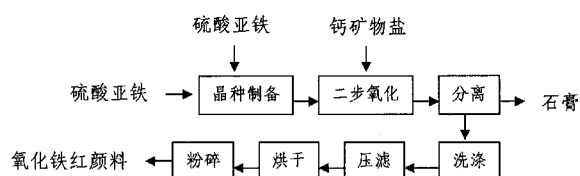
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法,是以钛白废副产品硫酸亚铁为原料、钙矿物盐作为中和剂进行二步氧化,通过控制氧化条件,使反应生混合浆料中的氧化铁红颜料与石膏生成粒径不同的粒子,然后通过筛网将石膏分离形成副产品,剩余浆料经洗涤、压滤、烘干、粉碎后得到氧化铁红颜料产品。本发明的优点是:采用原料易得的钙矿物盐为中和剂,生产成本低,无二次污染,安全环保;氧化铁红颜料与石膏结晶粒径不同,方便分离,操作简单;有效地将浆料中的 SO_4^{2-} 离子中和沉淀下来,大幅降低浆料中的 SO_4^{2-} 离子,使氧化铁红颜料浆料更易于洗涤干净,节约用水;反应均衡,其产品的粒度均匀,颜色鲜艳,分散性好。



1. 一种钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法,它以钛白副产品硫酸亚铁为原料,包括硫酸亚铁去杂精制、晶种制备、氧化合成、洗涤、过滤、烘干、粉碎、包装步骤,其特征是:

(1) 氧化合成步骤中以钙矿物盐为中和剂,进行二步氧化,通过控制氧化条件,使反应生成混合浆料中的氧化铁红颜料与石膏生成粒径不同的粒子;

(2) 将上述氧化生成的混合浆料通过 310-340 目的筛网分离出氧化铁红浆料和石膏。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征是:氧化合成步骤中所述的控制氧化条件是:将制备好的晶种投入氧化桶中,用少量硫酸调整其 $\text{PH} = 4$,升温到 $80^{\circ}\text{C} \sim 90^{\circ}\text{C}$,加入硫酸亚铁,使硫酸亚铁在体系中的浓度为 $20 \sim 60\text{g/L}$,通入空气进行氧化,保持温度在 $75^{\circ}\text{C} \sim 95^{\circ}\text{C}$ 之间, $\text{PH} = 2.0 \sim 4.5$ 的条件下,连续均匀加入硫酸亚铁与钙矿物盐,要求钙矿物盐与硫酸亚铁的加入量质量比为: $\text{CaCO}_3 : \text{FeSO}_4 = 1 : 1.52$,氧化约 40 小时,氧化结束停止加硫酸亚铁及钙矿物盐,继续通入空气 30 分钟。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征是:所述氧化铁红浆料与石膏分离的筛网为 325 目。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征是:所述的钙矿物盐为石灰石或白云石,粒径为 $38-150\ \mu\text{m}$ 。

钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及氧化铁红颜料,具体是钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法。

背景技术

[0002] 氧化铁红颜料是非常重要的无机彩色颜料,具有独特的物理化学性质和优良的颜料性能,被广泛应用于涂料、建材(陶瓷、彩砖、彩瓦、彩色水泥品)、塑料等行业,其生产工艺路线比较多,目前常用的方法是以亚铁盐(FeSO_4)为原料、以工业氨为氧化中和剂的液相氨法氧化铁红颜料的生产工艺,中国专利 CN1415665 公开了一种钛白废副硫酸亚铁生产氧化铁红颜料的方法,该方法包括硫酸亚铁的精制、晶种制备、氧化合成、过滤、水洗、烘干、粉碎、包装等,这些方法由于生产中使用工业氨,存在三方面的问题,一是成本较高,二是其废水中含有氨氮,难以彻底处理,形成了二次污染,三是因工业氨是有毒有害、高压易爆危化物品,在运输和使用过程中存在较大的安全隐患。

发明内容

[0003] 本发明的目的是为解决以工业氨为中和剂生产氧化铁红颜料工艺存在的生产成本高、对环境二次污染和安全隐患大等问题,而提供一种原料易得,操作简单,可以大幅降低生产成本、避免二次污染和安全隐患的一种氧化铁红颜料生产方法。

[0004] 本发明的目的以如下技术方案来实现:

[0005] 一种钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法,它以钛白副产品硫酸亚铁为原料,包括硫酸亚铁去杂精制、晶种制备、氧化合成、洗涤、过滤、烘干、粉碎、包装,与现有技术不同的是:

[0006] (1) 氧化合成中以钙矿物盐为中和剂,进行二步氧化,通过控制氧化条件,使反应生成混合浆料中的氧化铁红颜料与石膏生成粒径不同的粒子,所述控制氧化条件是:将制备好的晶种投入氧化桶中,用少量硫酸调整其 $\text{PH} = 4$,升温到 $80^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$,加入硫酸亚铁,使硫酸亚铁在体系中的浓度为 $20 \sim 60\text{g/L}$,通入空气进行氧化,保持温度在 $75^\circ\text{C} \sim 95^\circ\text{C}$ 之间, $\text{PH} = 2.0 \sim 4.5$ 的条件下,连续均匀加入硫酸亚铁与钙矿物盐,要求钙矿物盐与硫酸亚铁的加入量质量比为: $\text{CaCO}_3 : \text{FeSO}_4 = 1 : 1.52$,氧化约 40 小时,氧化结束停止加硫酸亚铁及钙矿物盐,继续通入空气 30 分钟;

[0007] (2) 将上述氧化生成的混合浆料通过 300-400 目的筛网分离出氧化铁红浆料和石膏;

[0008] (3) 将分离出的氧化铁红浆料经洗涤、压滤、烘干、粉碎即成。

[0009] 所述氧化铁红浆料与石膏分离的筛网为 325 目。

[0010] 所述钙矿物盐为石灰石或白云石,其粒径为 $38-150\mu\text{m}$;

[0011] 本发明方法制备的氧化铁红颜料经检测, Fe_2O_3 含量可达 95.5% 以上;颜色鲜艳,粒度均匀,分散性好,残留的 SO_4^{2-} 离子少,产品颜料性能优于国标 GB1863-89 标准中的一级

品指标。

[0012] 本发明具有如下突出的积极效果：

[0013] 1、采用原料易得的钙矿物盐为中和剂，生产成本低，无二次污染，安全环保；

[0014] 2、本发明通过控制反应条件，使反应产物的氧化铁红颜料与石膏结晶粒径不同，方便分离，操作简单；

[0015] 3、本发明工艺由于采用钙矿物盐为中和剂，有效地将浆料中的 SO_4^{2-} 离子以石膏形式中和沉淀下来，大幅降低浆料中的 SO_4^{2-} 离子，使氧化铁红颜料浆料更易于洗涤干净，节约用水；

[0016] 4、由于整个生产工艺是在液相中进行，反应均衡，其产品的粒度均匀，颜色鲜艳，分散性好。

附图说明

[0017] 图 1 为本发明用钙矿物盐作为中和剂生产氧化铁红颜料的方法的工艺流程图。

具体实施方式

[0018] 下面的实施例描述了以钛白副产品硫酸亚铁为原料、钙矿物盐作为中和剂进行二步氧化，利用结晶原理，通过控制氧化条件，使反应生成混合浆料中的氧化铁红颜料与石膏生成粒径不同的粒子，然后通过筛网将石膏分离形成副产品，剩余浆料经洗涤、压滤、烘干、粉碎后得到氧化铁红颜料产品的方法。其主要反应原理如下：

[0019] (1) 利用硫酸亚铁氧化水解：

[0020] $4\text{FeSO}_4 + \text{O}_2 + 6\text{H}_2\text{O} \longrightarrow 4\text{FeOOH} \downarrow + 4\text{H}_2\text{SO}_4$

[0021] (2) FeOOH 经高温热煮脱水形成氧化铁红颜料：

[0022] $4\text{FeOOH} \longrightarrow 2\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{H}_2\text{O}$

[0023] (3) 产生的游离酸与钙矿物盐作用生成石膏：

[0024] $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{CaCO}_3 \longrightarrow \text{CaSO}_4 \downarrow + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2 \uparrow$

[0025] 用一个总的反应式表示为：

[0026] $4\text{FeSO}_4 + 4\text{CaCO}_3 + \text{O}_2 \longrightarrow 2\text{Fe}_2\text{O}_3 \downarrow + 4\text{CaSO}_4 \downarrow + 4\text{CO}_2 \uparrow$

[0027] 实施例 1

[0028] 一种钙矿物盐为中和剂进行二步氧化生产氧化铁红颜料的方法，包括如下步骤：

[0029] 1、按照常规方法制备硫酸亚铁和晶种；

[0030] 2、向 60m^3 氧化桶中加入晶种 650kg （以 Fe_2O_3 计），加入浓度 93% 硫酸 50Kg 调节体系的 $\text{PH} = 4$ ，升温到 85°C ，加入硫酸亚铁 600kg （以 FeSO_4 计），以 $450\text{m}^3/\text{h}$ 的流量通入空气进行二步氧化；保持温度 85°C ，空气流量 $450\text{m}^3/\text{h}$ 的情况下，连续加入硫酸亚铁与 CaCO_3 ，硫酸亚铁加入量为 $450\text{kg}/\text{h}$ ， CaCO_3 加入量为 $290\text{kg}/\text{h}$ ，持续氧化 43 小时，所述石灰石或白云石的粒径为 $50\mu\text{m}$ ；

[0031] 3、氧化结束继续通空气 30 分钟后放出浆料，经 325 目筛网分离出石膏副产品后，氧化铁红颜料浆料反复用水洗涤至检无 SO_4^{2-} ，进行压滤；

[0032] 4、滤饼在 130°C 下烘干，经粉碎后得氧化铁红颜料产品。

[0033] 实施例 2

[0034] 按照实施例 1 的方式实施,不同的是:所述石灰石或白云石的粒径为 140 μm ,硫酸亚铁的浓度为 55g/L。

[0035] 实施例 3

[0036] 按照实施例 1 的方式实施,不同的是:所述石灰石或白云石的粒径为 95 μm ,硫酸亚铁的浓度为 25g/L。

[0037] 以上的实施方式仅用于对本发明进行举例说明,而并非用以限定本发明的保护范围。

[0038] 各实施例产品质量如下:

[0039]

序号	指标名称	数值			备注
		实施例 1	实施例 2	实施例 3	
1	Fe ₂ O ₃ 含量	95.8%	95.6%	95.7%	
2	颜色	鲜红	鲜红	鲜红	
3	筛余物(325 目)	0.08%	0.10%	0.09%	
4	吸油量	23.5g/100g	23.1g/100g	23.7g/100g	
5	水溶盐	0.07%	0.09%	0.06%	
6	PH 值	5.2	5.6	5.5	
7	水溶性硫酸盐(SO ₄ ²⁻)	0.08%	0.09%	0.11%	

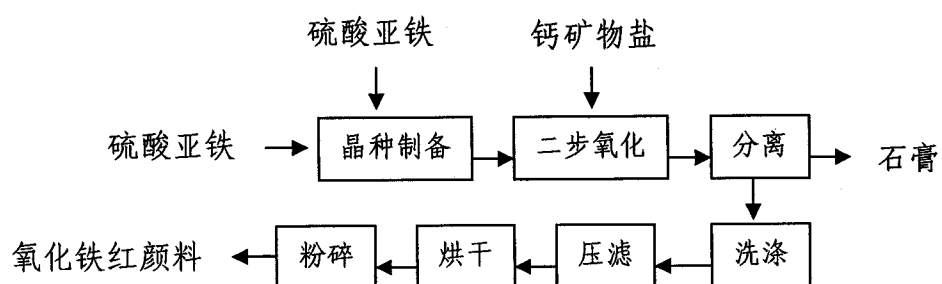


图 1