



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103305032 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 18

(21) 申请号 201310277999. X

(22) 申请日 2013. 07. 04

(71) 申请人 南通宝聚颜料有限公司

地址 226500 江苏省南通市如皋市长江镇
(如皋港区) 南江路 5 号

(72) 发明人 邵玉详 屈庆文

(74) 专利代理机构 北京一格知识产权代理事务
所(普通合伙) 11316

代理人 滑春生

(51) Int. Cl.

C09C 1/24 (2006. 01)

C09C 3/04 (2006. 01)

C09C 3/06 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种降低氧化铁黄粘度的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种降低氧化铁黄粘度的方法,将工业级氧化铁黄滤饼料进行加水打浆分散,将上述氧化铁黄和水加入反应桶内形成浓度为 10 ~ 14% 的浆液、控制温度 70 ~ 85°C, 然后加入碱液控制料液 PH 值为 9. 0 ~ 9. 5, 高速搅拌 3. 5 ~ 4 小时。该方法简单方便,不加任何金属离子或氧化物就能快速降低氧化铁黄,氧化铁黄粘度可降低 30 ~ 34KU。

1. 一种降低氧化铁黄粘度的方法,主要为将工业级氧化铁黄滤饼料进行加水打浆分散、调整反应液 PH 值,高速搅拌一段时间后过滤、漂洗,烘干、粉碎,其特征在于:调整反应液 PH 值的过程为:将工业级氧化铁黄滤饼料进行加水打浆分散后加入反应桶内形成浓度为 10 ~ 14% 的浆液、控制温度 70 ~ 85℃,然后加入碱液控制料液 PH 值为 9.0 ~ 9.5,高速搅拌 3.5 ~ 4 小时。

2. 根据权利要求 1 所述的一种降低氧化铁黄粘度的方法,其特征在于:所述调整反应液 PH 值所用碱液为工业用 32% 浓度的离子膜液碱——预稀释至 10% 浓度。

3. 根据权利要求 1 所述的一种降低氧化铁黄粘度的方法,其特征在于:所述高速搅拌转速为 350 ~ 400 转 / 分钟。

一种降低氧化铁黄粘度的方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明涉及一种氧化铁黄的处理方法,具体涉及通过控制一定的浆料浓度,PH值、温度、搅拌速度以及搅拌时间降低氧化铁黄粘度的方法。

背景技术

[0003] 氧化铁黄又称羟基铁简称铁黄,是一种化学性质比较稳定的氧化物。化学分子式为 $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 或 FeOOH ,呈黄色粉末状。色泽带有鲜明纯洁的赭黄色,并有从柠檬色到橙色一系列色光。它是针形的含水化合物,遮盖力强、着色力高、无毒、耐光性达 6~7 级、不溶于碱、微溶于酸。氧化铁黄广泛用于建材、涂料、油漆、塑料、橡胶、电子材料、工业催化剂、烟草、化妆品等行业。

[0004] 工业上,目前国内多数厂家采用铁片法工艺制备氧化铁黄,仅有几个厂家采用液相法工艺制备氧化铁黄。究其原因:铁片法工艺比较成熟,优点是反应过程中PH值是靠体系内部反应后自动维持稳定、不必外加控制,产品颜色相对可控稳定;缺点是反应时间长、一般需要 2~3 天,铁片进桶及清桶比较麻烦、劳动强度大,另外最终产品中铁屑及杂质含量高。

[0005] 而液相法工艺提供了一种生产氧化铁黄新的生产方法,只需晶种、亚铁、碱;生产周期时间短(20~30 个小时左右);不需要清桶、进铁片,从而能减少劳动人员、降低劳动负荷和生产成本;目前我们已克服了反应过程中PH值不易控制的不足,同样使得液相法工艺制备的氧化铁黄粒子粒径均匀,其外在颜色指标、分散性及其它物理性能与铁片工艺是一样的,而液相法铁黄产品纯度及筛余物指标优于铁片法铁黄。另外,由于本工艺不选用废铁片,可大大减少重金属含量,提高产品应用性能,扩展产品的用途。

[0006] 上述两种生产工艺如下:

铁片法铁黄生产工艺:在温度 25~40℃条件下,先用液碱部分中和硫酸亚铁生成氢氧化亚铁,以空气氧化氢氧化亚铁制备晶种,然后在晶种、铁片存在下用空气氧化硫酸亚铁(氧化温度 80~85℃),使 Fe^{2+} 和空气中的氧作用生成三价铁沉积于晶种上,同时析出的硫酸再与铁皮作用生成新的 FeSO_4 ,如此不断地循环反应,促使晶种颗粒长大,逐渐形成水合氧化铁(即氧化铁黄),通过对色光进展的控制可以得到从浅色到深色一系列色相的氧化铁黄颜料。

[0007] 液相法铁黄生产工艺:在温度 25~40℃条件下,用液碱(或氨)部分中和硫酸亚铁生成氢氧化亚铁,以空气氧化氢氧化亚铁制备晶种,在晶种存在下用空气氧化硫酸亚铁(氧化温度 80~85℃),反应过程中连续滴加硫酸亚铁和碱(或氨),保持一定的亚铁浓度和PH值($\text{PH}=2.5\sim 3.5$),通过对色光进展的控制可以得到从浅色到深色一系列色相的氧化铁黄颜料。

[0008] 由上述铁黄生产工艺知道,工业上氧化铁黄颜料是在偏酸性体系($\text{PH}=2.5\sim$

3.5) 中制备出来的, 颜料粒子自身会吸附或夹带一些细小粒子及酸性液体, 虽经压滤水洗后, 大部分细小粒子及酸性液体会洗涤掉, PH 值会略有升高 (PH= 3.5 ~ 4.5), 但铁黄颜料中还会存在少量的小粒子及酸性液体, 再加上颜料粒子间的相互团聚、以及粒子自身表面粗糙、不光滑等因素, 使得氧化铁粒子呈现出较大的抗流动性能, 从而使得工业级氧化铁黄的粘度值普遍偏高。

[0009] 粘度的重要性:

涂料的流变 (或流动) 性能从生产到贮存, 从施工到成膜, 自始至终都是有严格要求的。在这些阶段, 由于颜料体积浓度 (PVC) 不同, 涂料经受的压力和剪力也不同。因此, 粘度或者说抗流动性能, 是所有类型涂料的一项关键指标, 一般情况下, 在高剪切力的研磨阶段, 为了使磨基中颜料含量达到最高值, 尽量提高生产效率, 希望磨基的粘度较低些。在涂料的混合、转移和包装过程中, 粘度也要求低一些。

[0010] 氧化铁黄由于粒子形态和表面化学性能不同, 对涂料企业配方人员来说历来是粘度问题的最大困难。与其它等轴晶系 (球形或立方体) 类型不同, 氧化铁黄是针状晶型, 其针形长宽比也是不同的, 这就决定了其外观黄相程度。因为是针状晶型, 氧化铁黄粒子比大多数球形氧化铁粒子呈现出较大的抗流动性能, 所以在大多数涂料系统中粘度自然也高。这是由氧化铁黄的颗粒形态所决定的。

[0011] 涂料的所有组分对粘度都有影响, 为获取所要求的粘度特性, 选择合适的颜料是一个关键的因素。随着向高固份, 低挥发性有机化合物 (VOC) 涂料的方向发展, 导致对新型颜料的需求 (包括氧化铁), 使设计人员在设计配方时有更大的灵活性。因此, 一种粘度较低的氧化铁黄颜料有助于满足这种需求。

[0012] 国外对低粘度特性的氧化铁黄颜料虽有过报道: 如美国 George Podolsky (美国海科斯颜料公司) 在国内“涂料工业”1997 年第 4 期发表论文摘要如下: 对氧化铁黄与其他氧化铁差别的理解产生了解决高粘度困扰的方法, 可能的途径有两个: 改变粒子的形状, 改变粒子的表面电荷。减少氧化铁黄针状粒子到接近等轴形状是有可能的。这可通过在制备过程中对粒子生长状态作改良处理来实现。但这种方法有一个潜在的问题, 即粒子形状影响到颜料的颜色。而在配制单色涂料时, 色差是不容许的。在这种情况下, 改变颜料表面电荷的方法较好。这种方法消除了颜色偏移, 同时也能对粘度作较大的改变。最近已开发出一系列的低粘度氧化铁黄, 均采用了表面电荷改性的方法, 用无机电荷改性剂对表面作了处理。这种电荷改性剂是一种低浓度的过渡金属离子, 因而未见颜色偏移现象, 粘度可降低 15KU 左右。

[0013] 以上方法的缺点, 在用无机电荷改性剂对铁黄表面进行处理时, 外加一种低浓度的过渡金属离子, 虽然报道上说未见颜色偏移现象, 但这样一来会使颜料的重金属离子超标, 从而或多或少影响其它使用性能, 使用场合会受到一定限制。

发明内容

[0014] 本发明针对现有技术中的不足, 提供一种不加入任何金属离子或氧化物, 能快速降低氧化铁黄粘度的方法。

[0015] 为解决上述技术问题, 本发明采用如下技术方案实现:

一种降低氧化铁黄粘度的方法, 主要为将工业级氧化铁黄滤饼料进行加水打浆分散、

调整反应液 PH 值, 高速搅拌一段时间后过滤、漂洗, 烘干、粉碎, 其特征在于: 调整反应液 PH 值的过程为: 将工业级氧化铁黄滤饼料进行加水打浆分散后加入反应桶内形成浓度为 10 ~ 14% 的浆液、控制温度 70 ~ 85℃, 然后加入碱液控制料液 PH 值为 9.0 ~ 9.5, 高速搅拌 3.5 ~ 4 小时。

[0016] 进一步地, 所述调整反应液 PH 值所用碱液为工业用 32% 浓度的离子膜液碱——预稀释至 10% 浓度左右, 所述高速搅拌转速为 350 ~ 400 转 / 分钟。

[0017] 本发明的有益效果: 本发明的优点在于可直接对工业上级氧化铁黄滤饼料进行技术处理, 控制一定的浆料浓度, PH 值、温度、搅拌转速以及搅拌时间, 可以使得氧化铁黄的粘度明显降低, 这样使得工业上直接生产的普通氧化铁黄在不加入其它金属离子及助剂的前提下, 采用上述较为简便的方法之后, 其产品粘度有一明显降低, 大大拓宽了产品的应用领域。

具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例对本发明做详细说明。

[0019] 实施例 1

在容积为 10 升的不锈钢反应桶内, 预先加入约 3 升自来水, 接着开启强力搅拌仪进行搅拌, 然后将 600 克(折干计)工业上直接生产的氧化铁黄 313 滤饼料分批加入, 使其形成浆料, 继续加水控制浆料浓度在 12% 左右, 并将料液升温至 70 ~ 75 度并保持, 然后慢慢滴加 10% 浓度的稀液碱, 控制 PH 在 9.0 ~ 9.5 之间, 控制搅拌转速在 350 ~ 400 转 / 分钟, 搅拌 1 小时后开始取出少量试样(约 10 克)进行分析测试、然后继续搅拌, 以后每隔 1 小时进行取样。取出的试样, 经抽滤漂洗达标后, 虑饼放置于 110℃ 烘箱内烘干、再利用微型粉碎机粉碎后分析测试。附粘度值测试结果比较如下表所示:

表 1: 粘度值测试结果

温度	PH 值	搅拌转速 (rpm/min)	搅拌时间 (h)	粘度 (KU)
70~75	9.0~9.5	380	0.5h	119.5
70~75	9.0~9.5	380	1.0h	117.3
70~75	9.0~9.5	380	1.5h	113.7
70~75	9.0~9.5	380	2.0h	106.4
70~75	9.0~9.5	380	2.5h	94.8
70~75	9.0~9.5	380	3.0h	88.8
70~75	9.0~9.5	380	3.5h	87.7
70~75	9.0~9.5	380	4.0h	86.8
70~75	9.0~9.5	380	4.5h	86.3
70~75	9.0~9.5	380	5.0h	86.1

备注：工业上生产的氧化铁黄 313# 滤饼料直接烘干、粉碎后，粘度值测试结果为：121.6KU。

[0020] 由表 1 可以看得出：控制浆料浓度 12% 左右、温度 70 ~ 75℃、PH=9.0 ~ 9.5、控制搅拌转速：380 转 / 分钟、搅拌 3.5 小时后，可以使氧化铁黄粘度降低 33.8KU，下降幅度达 27.8%；如再延迟反应时间，粘度值虽略有下降、但降幅明显缓慢。所以，实际搅拌 3.5 ~ 4 小时就可以使得氧化铁黄的粘度明显降低。

[0021] 实施例 2

在实例 1 其它条件不变的情况下，分别控制反应液不同的 PH 值，搅拌 3.5 小时后取出试样进行分析测试。PH 值对铁黄颜料黄色调（黄度值）及粘度的影响结果如下表：

表 2：

以处理前的氧化铁黄 313# 滤饼料直接烘干、粉碎后为标准样，检测颜色色光为：

PH值	搅拌时间	黄度值(Δb)	粘度(KU)
7.0~7.5	3.5h	0.12	120.2
7.5~8.0	3.5h	0.17	118.6
8.0~8.5	3.5h	0.23	105.1
8.5~9.0	3.5h	0.18	94.8
9.0~9.5	3.5h	0.11	87.7
9.5~10.0	3.5h	-0.32	85.8
10.0~10.5	3.5h	-0.76	84.7
10.5~11.0	3.5h	-1.28	84.2
11.0~11.5	3.5h	-1.79	83.9

由表 2 可以看得出：在其它条件不变的情况下，随着反应体系 PH 的不断增加，铁黄 313# 的粘度值逐步降低，在 PH=9.0 ~ 9.5 时，降幅最明显；当 PH 值大于 9.5，随着 PH 值不断增加，氧化铁黄的粘度值降幅越来越慢。

[0022] 另外，在其它条件固定的前提下，在 PH=7.0 ~ 9.5 之间时，氧化铁黄的颜色与原样比较——黄色调 (Δb 值) 略有上升，即黄相程度略有增加；而当 PH 值大于 9.5，黄色调 (Δb 值) 反而变得越来越负，即颜色会变灰。因而，综合铁黄粘度与颜色指标值一起考虑，在保证铁黄颜色指标不受影响的前提下，上述反应的最佳 PH=9.0 ~ 9.5。

[0023] 上述实施例仅用以说明本发明的技术方案，而非对本发明的构思和保护范围进行限定，本发明的普通技术人员对本发明的技术方案进行修改或者等同替换，而不脱离技术方案的宗旨和范围，其均应涵盖在本发明的权利要求范围中。