



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103193277 A

(43) 申请公布日 2013. 07. 10

(21) 申请号 201310117387. 4

(22) 申请日 2013. 04. 07

(71) 申请人 昆明理工大学

地址 650093 云南省昆明市五华区学府路
253 号

(72) 发明人 刘秉国 彭金辉 张利波

(51) Int. Cl.

C01G 49/06 (2006. 01)

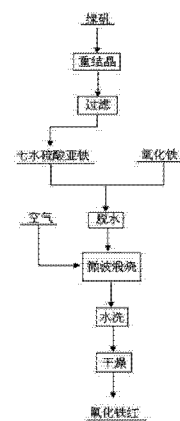
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种绿矾制备氧化铁红颜料的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种绿矾制备氧化铁红颜料的方法,属微波加热应用和材料制备领域。制备过程主要包括绿矾重结晶、强导电相氧化铁添加、硫酸亚铁干燥、煅烧分解以及氧化铁红水洗干燥。在重结晶过程中溶解温度控制在 $70 \sim 90^{\circ}\text{C}$, 并加入少量铁屑, 用硫-磷混酸调节饱和溶液 $\text{pH}=2.0 \sim 2.5$, 除去少量钛、锰、镁等杂质, 在得到的净化硫酸亚铁中添加强导电相氧化铁红, 利用微波迅速加热和选择加热的特性, 通过微波加热脱除自由水和结晶水, 最后在 $800\text{--}900^{\circ}\text{C}$ 煅烧, 烟气经吸收后制造硫酸, 产物经水洗干燥后得到一级氧化铁红颜料。利用微波加热均匀、热效率高、清洁无污染, 通过在煅烧前引入重结晶除杂工序, 能够吸收过程产生的三氧化硫制造硫酸。



1. 一种绿矾制备氧化铁红颜料的方法,其特征在于具体步骤包括如下:

(1)在 70 ~ 90℃的温度条件下,将工业绿矾和蒸馏水按照固液比 0.2 ~ 0.3:1kg/L 进行混合并搅拌 40 ~ 60min,过滤后得到硫酸亚铁溶液;

(2)向硫酸亚铁溶液中按照固液比 0.02 ~ 0.03:1kg/L 加入铁屑,用硫-磷混酸调节溶液的 pH 值为 2.0 ~ 2.5,然后将溶液加热至 70℃以上并过滤得纯净的硫酸亚铁滤液,硫酸亚铁滤液经自然冷却重结晶后过滤得到硫酸亚铁晶体,滤液返回溶解工业绿矾;

(3)按照强导电相氧化铁:硫酸亚铁晶体质量比 1 ~ 3:9 ~ 7,将强导电相氧化铁添加至步骤(2)中得到的硫酸亚铁晶体中并混合均匀,然后置于微波环境中煅烧分解,调节微波输出功率 6 ~ 15kW,将物料温度控制在 800 ~ 900℃、空气鼓入量为 500 ~ 1200m³/h,煅烧 20 ~ 40min 后得到氧化铁粉末,烟气经抽风系统通入硫酸溶液吸收后用于生产硫酸;

(4)将步骤(3)煅烧制备得到的氧化铁粉未经水洗并干燥得到氧化铁红颜料。

2. 根据权利要求 1 所述的绿矾制备氧化铁红颜料的方法,其特征在于:所述铁屑为化学纯铁粉,粒度为 200 ~ 250 目。

3. 根据权利要求 1 所述的绿矾制备氧化铁红颜料的方法,其特征在于:所述硫-磷混酸按照硫酸和磷酸的质量比 1:1.5 比例混合得到的,硫酸和磷酸均为工业级。

4. 根据权利要求 1 所述的绿矾制备氧化铁红颜料的方法,其特征在于:所述强导电相氧化铁是指含有强吸波物质氧化铁含量在 98wt% 以上的氧化铁粉末。

5. 根据权利要求 1 所述的绿矾制备氧化铁红颜料的方法,其特征在于:所述步骤(4)中干燥是在温度 80 ~ 120℃的条件下,干燥时间 10 ~ 30min。

一种绿矾制备氧化铁红颜料的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种绿矾制备氧化铁红颜料的方法,属微波加热应用和材料制备领域。

背景技术

[0002] 硫酸亚铁又称绿矾,是硫酸法钛白粉生产过程中的固体废弃物,每生产 1 t 钛白粉,将产生 3t ~ 3.2t 的七水硫酸亚铁 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 。据统计,2010 年国内绿矾产量超过 300 万吨,如此巨大的绿矾如果不加以处理,不但浪费有限的资源,而且会对环境造成污染。目前绿矾主要是用做饲料添加剂,净水剂,肥料,但用量都较小。如果用来生产高附加值的氧化铁红颜料则不但能够解决上述问题,而且可以带来可观的经济效益。

[0003] 氧化铁红颜料作为一种传统颜料,其具有较高的化学和物理稳定性,高遮盖力以及颜色多样无毒等良好性能,广泛应用于橡胶、油漆、陶瓷、造纸、油墨涂料等领域,氧化铁红颜料是仅次于钛白粉的第二大无机颜料,目前氧化铁红颜料市场需求大,价值高,市场前景好。

[0004] 公知的氧化铁红颜料生产方法主要有湿法和干法。如夏举佩等研究了钛白粉副产物绿矾氧化焙烧法生产铁红,其采用对绿矾直接煅烧后获得氧化铁红,此方法所得产品中杂质残留较多;另外夏新蕊等采用干法制取氧化铁红颜料,其采用多步煅烧,耗时长达 4h,而且由于得到产品色泽较差增加了包膜处理步骤。此外中国专利 CN1903735A

公开了用硫酸亚铁生产氧化铁红的方法,其采用氨水中和氧气氧化的方法生产氧化铁红,得到氧化铁红含量 98%,其产生硫酸铵废液仍需要进一步处理。

发明内容

[0005] 本发明提出了一种绿矾制备氧化铁红颜料的方法,针对煅烧干法存在的氧化铁红颜料杂质含量高、煅烧时间长的缺点和湿法生产工艺硫酸铵废液难处理的弊端,利用微波加热均匀、热效率高、清洁无污染等常规加热方式无法比拟的优点,通过在煅烧前引入重结晶除杂工序,并吸收过程产生的三氧化硫制造硫酸。

[0006] 本发明的技术方案具体方法通过如下步骤实现:

(1)在 70 ~ 90℃ 的温度条件下,将工业绿矾和蒸馏水按照固液比 0.2 ~ 0.3:1kg/L 进行混合并搅拌 40 ~ 60min,过滤后得到硫酸亚铁溶液;

(2)向硫酸亚铁溶液中按照固液比 0.02 ~ 0.03:1kg/L 加入铁屑,用硫-磷混酸调节溶液的 pH 值为 2.0 ~ 2.5,然后将溶液加热至 70℃ 以上并过滤得纯净的硫酸亚铁滤液,硫酸亚铁滤液经自然冷却重结晶后过滤得到硫酸亚铁晶体,滤液返回溶解工业绿矾;

(3)按照强导电相氧化铁:硫酸亚铁晶体质量比 1 ~ 3:9 ~ 7,将强导电相氧化铁添加至步骤(2)中得到的硫酸亚铁晶体中并混合均匀,然后置于微波环境中煅烧分解,调节微波输出功率 6 ~ 15kW,将物料温度控制在 800 ~ 900℃、空气鼓入量为 500 ~ 1200m³/h,煅烧 20 ~ 40min 后得到氧化铁粉末,烟气经抽风系统通入硫酸溶液吸收后用于生产硫酸。

[0007] (4) 将步骤(3)煅烧制备得到的氧化铁粉末经水洗并干燥得到氧化铁红颜料。经分析表征,氧化铁红产品达到国标 GB1863-89 一级品要求。

[0008] 所述铁屑为化学纯铁粉,粒度为 200 ~ 250 目。

[0009] 所述硫-磷混酸按照硫酸和磷酸的质量比 1:1.5 比例混合得到的,硫酸和磷酸均为工业级。

[0010] 所述强导电相氧化铁是指含有强吸波物质氧化铁含量在 98wt% 以上的氧化铁粉末。

[0011] 所述步骤(4)中干燥是在温度 80 ~ 120℃的条件下,干燥时间 10 ~ 30min。

[0012] 本发明的优点和积极效果为:

(1)重结晶中采用硫-磷混酸控制 pH 值水解除去钛等杂质。利用磷酸对铁离子的络合作用更有效去除杂质,同时利用硫酸亚铁溶解度随温度变化较大的原理净化硫酸亚铁;

(2)精制硫酸亚铁经过微波加热有效除去绿矾中自由水和结晶水得到无水硫酸亚铁,避免酸雾形成,有利于生产顺行;

(3)通过加入强导电相氧化铁红作为产物诱导剂强化了微波加热过程,煅烧时间大大缩短;

(4)本方法制备氧化铁红颜料不产生废液,环保高效。

附图说明

[0013] 图 1 为本发明的工艺流程图。

具体实施方式

[0014] 下面结合(附图和)具体实施方式,对本发明作进一步说明。

[0015] 实施方式一:如图 1 所示,本实施例绿矾制备氧化铁红颜料的步骤为:

(1)在 70℃的温度条件下,将工业绿矾和蒸馏水按照固液比 0.2:1kg/L 进行混合并搅拌 50min,过滤后得到硫酸亚铁溶液;

(2)向硫酸亚铁溶液中按照固液比 0.02:1kg/L 加入粒度为 200 ~ 250 目的化学纯铁粉,用硫-磷混酸调节溶液的 pH 值为 2.0,然后将溶液加热至 75℃并过滤得纯净的硫酸亚铁滤液,硫酸亚铁滤液经自然冷却重结晶后过滤得到硫酸亚铁晶体,滤液返回溶解工业绿矾;硫-磷混酸按照硫酸和磷酸的质量比 1:1.5 比例混合得到的,硫酸和磷酸均为工业级。

[0016] (3)按照强导电相氧化铁:硫酸亚铁晶体质量比 1:9,将强导电相氧化铁添加至步骤(2)中得到的硫酸亚铁晶体中并混合均匀,然后置于微波环境中煅烧分解,调节微波输出功率 6kW,将物料温度控制在 900℃、空气鼓入量为 1000m³/h,煅烧 20min 后得到氧化铁粉末,烟气经抽风系统通入硫酸溶液吸收后用于生产硫酸。强导电相氧化铁是指含有强吸波物质氧化铁含量在 98wt% 以上的氧化铁粉末。

[0017] (4)将步骤(3)煅烧制备得到的氧化铁粉末经水洗并干燥得到氧化铁红颜料,干燥是在温度 80℃的条件下,干燥时间 30min。经分析表征,氧化铁红产品达到国标 GB1863-89 一级品要求。

[0018] 实施方式二:如图 1 所示,本实施例绿矾制备氧化铁红颜料的步骤为:

(1)在 90℃的温度条件下,将工业绿矾和蒸馏水按照固液比 0.28:1kg/L 进行混合并搅

拌 40min, 过滤后得到硫酸亚铁溶液;

(2) 向硫酸亚铁溶液中按照固液比 0.025:1kg/L 加入粒度为 220 ~ 250 目的化学纯铁粉, 用硫-磷混酸调节溶液的 pH 值为 2.5, 然后将溶液加热至 70℃ 以上并过滤得纯净的硫酸亚铁滤液, 硫酸亚铁滤液经自然冷却重结晶后过滤得到硫酸亚铁晶体, 滤液返回溶解工业绿矾; 硫-磷混酸按照硫酸和磷酸的质量比 1:1.5 比例混合得到的, 硫酸和磷酸均为工业级。

[0019] (3) 按照强导电相氧化铁: 硫酸亚铁晶体质量比 1:4, 将强导电相氧化铁添加至步骤(2)中得到的硫酸亚铁晶体中并混合均匀, 然后置于微波环境中煅烧分解, 调节微波输出功率 15kW, 将物料温度控制在 800℃、空气鼓入量为 500m³/h, 煅烧 40min 后得到氧化铁粉末, 烟气经抽风系统通入硫酸溶液吸收后用于生产硫酸。强导电相氧化铁是指含有强吸波物质氧化铁含量在 98wt% 以上的氧化铁粉末。

[0020] (4) 将步骤(3)煅烧制备得到的氧化铁粉末经水洗并干燥得到氧化铁红颜料, 干燥是在温度 100℃ 的条件下, 干燥时间 10min。经分析表征, 氧化铁红产品达到国标 GB1863-89 一级品要求。

[0021] 实施方式三: 如图 1 所示, 本实施例绿矾制备氧化铁红颜料的步骤为:

(1) 在 80℃ 的温度条件下, 将工业绿矾和蒸馏水按照固液比 0.3:1kg/L 进行混合并搅拌 60min, 过滤后得到硫酸亚铁溶液;

(2) 向硫酸亚铁溶液中按照固液比 0.03:1kg/L 加入粒度为 200 ~ 250 目的化学纯铁粉, 用硫-磷混酸调节溶液的 pH 值为 2.3, 然后将溶液加热至 80℃ 并过滤得纯净的硫酸亚铁滤液, 硫酸亚铁滤液经自然冷却重结晶后过滤得到硫酸亚铁晶体, 滤液返回溶解工业绿矾; 硫-磷混酸按照硫酸和磷酸的质量比 1:1.5 比例混合得到的, 硫酸和磷酸均为工业级。

[0022] (3) 按照强导电相氧化铁: 硫酸亚铁晶体质量比 3:7, 将强导电相氧化铁添加至步骤(2)中得到的硫酸亚铁晶体中并混合均匀, 然后置于微波环境中煅烧分解, 调节微波输出功率 10kW, 将物料温度控制在 880℃、空气鼓入量为 1200m³/h, 煅烧 30min 后得到氧化铁粉末, 烟气经抽风系统通入硫酸溶液吸收后用于生产硫酸。强导电相氧化铁是指含有强吸波物质氧化铁含量在 98wt% 以上的氧化铁粉末。

[0023] (4) 将步骤(3)煅烧制备得到的氧化铁粉末经水洗并干燥得到氧化铁红颜料, 干燥是在温度 120℃ 的条件下, 干燥时间 15min。经分析表征, 氧化铁红产品达到国标 GB1863-89 一级品要求。

[0024] 上面(结合附图)对本发明的具体实施方式作了详细说明, 但是本发明并不限于上述实施方式, 在本领域普通技术人员所具备的知识范围内, 还可以在不脱离本发明宗旨的前提下作出各种变化。

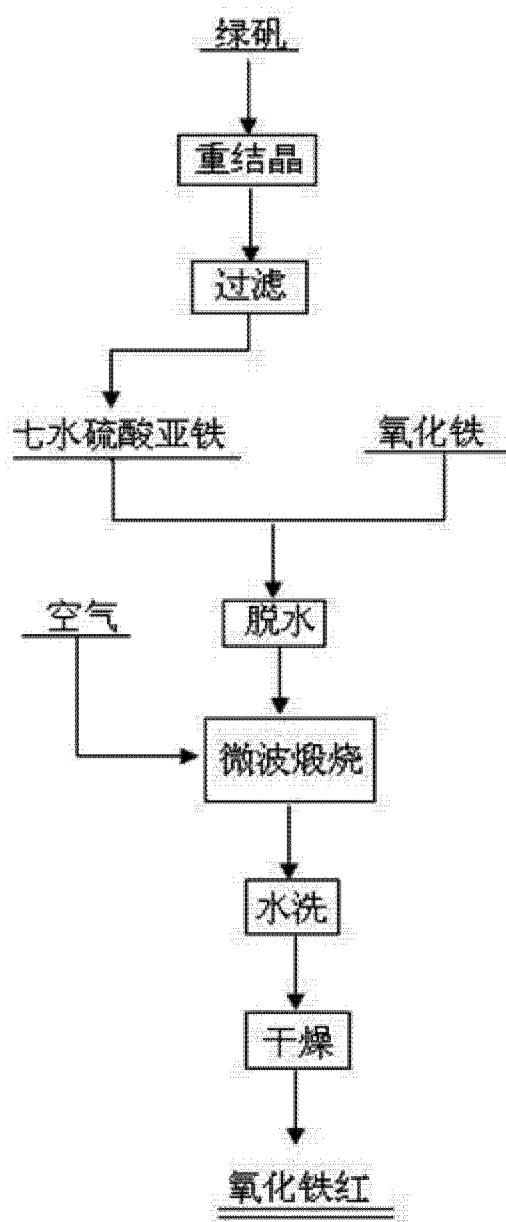


图 1