



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101798120 B

(45) 授权公告日 2011. 12. 14

(21) 申请号 201010106319. 4

第 27 行至第 5 页第 10 行 .

(22) 申请日 2010. 02. 02

CN 1386710 A, 2002. 12. 25, 说明书第 2 页第

13 行至第 3 页第 13 行 .

(73) 专利权人 东南大学

审查员 万红波

地址 210009 江苏省南京市江宁开发区东南  
大学路 2 号

(72) 发明人 王育乔 孙岳明 施晓秋 钱乐  
刘阳 谭佃龙

(74) 专利代理机构 南京苏高专利商标事务所  
(普通合伙) 32204

代理人 柏尚春

(51) Int. Cl.

C09C 1/24 (2006. 01)

C01G 49/06 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1766005 A, 2006. 05. 03, 说明书第 2 页第  
23 行至第 3 页第 10 行 .

CA 2188644 A1, 1997. 04. 27, 说明书第 3 页

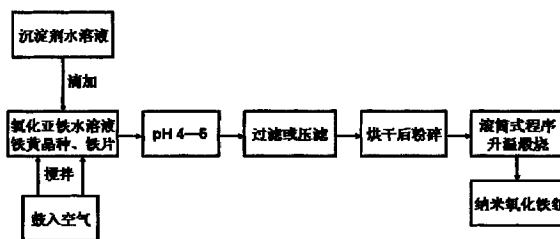
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

(54) 发明名称

利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用钢铁厂废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法, 它包括: 将质量比 5-35% 氯化亚铁水溶液、洁净的铁片和铁黄晶种投入到反应釜中, 控制反应温度 10-40 度, 向釜中添加沉淀剂; 搅拌时间 0. 5-5 小时, 搅拌速率 30-120 转 / 分钟, 向反应釜中通入空气流量 2000-10000 立方米 / 小时; 等待反应物变成土黄色悬浊液, 反应体系 pH 值在 4-5 之间时, 停止反应; 通过压滤、干燥、粉碎和滚筒式程序升温煅烧, 即可得到纳米氧化铁红。



1. 一种利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法,其特征在于该方法具体如下:

反应物料组成:氯化亚铁与水的质量比 5-35%,洁净的铁片,铁黄晶种和沉淀剂,

反应条件:反应温度 10-40 度,搅拌时间 0.5-5 小时,搅拌速率 30-120 转 / 分钟,向反应釜中通入空气流量 2000-10000 立方米 / 小时,

将氯化亚铁水溶液置于反应釜中,加入洁净铁片和铁黄晶种,边搅拌边向釜内加入沉淀剂,同时从釜底鼓入空气;等待反应物变成土黄色悬浊液,反应体系 pH 值在 4-5 之间时,停止反应;通过压滤、干燥、粉碎和滚筒式程序升温煅烧,即可得到纳米氧化铁红。

2. 根据权利要求 1 所述的利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法,其特征在于所述的铁黄晶种的制备方法为:将质量百分浓度为 5-15%的氯化亚铁水溶液置于反应釜中,保持釜内反应温度 60-80℃;通入空气并激烈搅拌,缓慢滴加质量百分浓度为 20-30%的尿素水溶液;其中,氯化亚铁水溶液与尿素水溶液体积百分比为 25-40%;尿素水溶液滴加完毕之后,继续通气搅拌 1-2 小时;静置、抽滤、105-110℃烘干、研碎之后即得到铁黄晶种。

3. 根据权利要求 1 所述的利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法,其特征在于所述的沉淀剂选用氨水、尿素。

4. 根据权利要求 1 所述的利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法,其特征在于所述的滚筒式程序升温煅烧设置为:室温至 105-250℃,低温预烧 0.5-1 小时,然后升温速率 5-10℃ /min 升至 340-360℃,煅烧 1.5-2 小时。

## 利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及氧化铁红生产方法领域,特别是利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法。

### 背景技术

[0002] 钢铁厂盐酸酸洗废液浓缩处理后可以得到氯化亚铁溶液或氯化亚铁晶体。一方面,氯化亚铁在常规条件下极其容易被氧化,从而造成大量保存氯化亚铁比较困难;另一方面,纳米氧化铁红结构稳定,并广泛应用于颜料、涂料、化妆品、催化材料和生物医药等领域,具有比氯化亚铁更高附加值的产品。传统的氧化铁红生产工艺通常是铁粉加酸溶解,再经过氧化、加碱沉淀制备,此过程酸碱消耗量大,易造成环境污染。

[0003] 迄今为止,国内外没有关于钢铁厂废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法的相关报道。中国发明专利公开号 CN1434078 中,以三价铁盐为原料,添加可溶性碱,经过搅拌、加热等工序生产纳米氧化铁红,其生产过程中要经过洗涤工序,所得酸性废液无回收利用价值,容易直接排放后造成二次污染;中国发明专利公开号 CN85105994 中,采用向蒸氨槽中加入石灰的方法制备氧化铁红,其反应时间长达 15 小时,反应周期长,能耗高,不适合大规模及时处理钢铁厂废酸洗液回收的氯化亚铁;中国发明专利公开号 CN87103373 中,以硫酸酸洗废液生产铁红和硫酸铵,其中,要经过 700-800 度高温焙烧,才能将硫酸亚铁转变成氧化铁红,焙烧温度高、时间长和能耗高。

### 发明内容

[0004] 技术问题:本发明的目的为钢铁厂盐酸酸洗废液中回收的氯化亚铁,提供了进一步生产高品质纳米氧化铁红的利用废酸洗液回收的氯化亚铁生产纳米氧化铁红的方法。通过该法生产出来的纳米氧化铁红具有粒径小、粒度分布窄、分散性良好、颜色遮盖力强、着色力强和吸油量高,其产品品质达到《GB/T 1863-2008 氧化铁红颜料(红)(VI 型)(III 型)(a 类)》所规定的中国国家标准。

[0005] 技术方案:本发明的目的通过以下途径实现:

[0006] 反应物料组成:氯化亚铁与水的质量比 5-35%,洁净的铁片,铁黄晶种和沉淀剂,

[0007] 反应条件:反应温度 10-40 度,搅拌时间 0.5-5 小时,搅拌速率 30-120 转/分钟,向反应釜中通入空气流量 2000-10000 立方米/小时,

[0008] 将氯化亚铁水溶液置于反应釜中,加入洁净铁片和铁黄晶种,边搅拌边向釜内加入沉淀剂,同时从釜底鼓入空气;等待反应物变成土黄色悬浊液,反应体系 pH 值在 4-5 之间时,停止反应;通过压滤、干燥、粉碎和滚筒式程序升温煅烧,即可得到纳米氧化铁红。

[0009] 所述的铁黄晶种的制备方法为:将质量百分浓度为 5-15%的氯化亚铁水溶液置于反应釜中,保持釜内反应温度 60-80℃;通入空气并激烈搅拌,缓慢滴加质量百分浓度为 20-30%的尿素水溶液;其中,氯化亚铁水溶液与尿素水溶液体积百分比为 25-40%;尿素水溶液滴加完毕之后,继续通气搅拌 1-2 小时;静置、抽滤、105-110℃烘干、研碎之后即得到

铁黄晶种。

[0010] 所述的沉淀剂选用氨水、尿素。所述的滚筒式程序升温煅烧设置为：室温至 105-250℃低温预烧 0.5-1 小时，然后升温速率 5-10℃ /min 升至 340-360℃，煅烧 1.5-2 小时。

[0011] 有益效果：本发明为钢铁厂盐酸酸洗废液中回收的氯化亚铁，提供了进一步生产高品质纳米氧化铁红的方法。生产方法可操作性强，所需设备投资低，反应温度范围宽，生产过程环保无二次污染产生；原料成本低，实现了低端产品向高端发展的目的，提高了企业的经济效益；产品生产过程中，不引入其他杂质，且产品粒径小，粒度分布窄，分散性好，吸油量大，颜色遮盖力强和着色力强。

#### 附图说明

[0012] 图 1 本发明方法的工艺流程图，

[0013] 图 2 是纳米氧化铁红粉末衍射图，

[0014] 图 3 产品与标准品同步热分析图，

[0015] 其中，图 2 中产品相关测量数据为实施例 1 中所得产品测量值。

#### 具体实施方式

[0016] 反应物料组成：氯化亚铁与水的质量比 5-35%，洁净的铁片，铁黄晶种和沉淀剂。

[0017] 反应条件：反应温度 10-40 度，搅拌时间 0.5-5 小时，搅拌速率 30-120 转 / 分钟，向反应釜中通入空气流量 2000-10000 立方米 / 小时。

[0018] 将氯化亚铁水溶液置于反应釜中，加入洁净铁片和铁黄晶种，边搅拌边向釜内加入沉淀剂，同时从釜底鼓入空气；等待反应物变成土黄色悬浊液，反应体系 pH 值在 4-5 之间时，停止反应；通过压滤、干燥、粉碎和滚筒式程序升温煅烧，即可得到纳米氧化铁红。

[0019] 制铁黄晶种：称取 12g 氯化亚铁和 75g 尿素分别溶于 120ml 和 200ml 蒸馏水中，将氯化亚铁溶液过滤后倒入 500ml 的烧瓶中，水浴 80℃；通入空气并激烈搅拌，缓慢滴加尿素溶液，滴加完毕之后，继续通气搅拌 1 小时；静置、抽滤、105℃烘干、研碎之后即得到铁黄晶种。

[0020] 沉淀剂可以选用氨水、尿素。

[0021] 滚筒式程序升温煅烧设置：室温至 105-250℃低温预烧 0.5-1 小时，然后升温速率 5-10℃ /min 升至 340-360℃，煅烧 1.5-2 小时。

[0022] 实施例 1

[0023] 200g 氯化亚铁溶于 1.8L 水中，然后添加 1g 铁黄晶种和少许铁片，搅拌，向反应液液面之下鼓入空气；质量百分比浓度为 28% 的氨水 82ml 与 5L 水混合，将稀释之后的氨水滴加到反应体系中去，2 小时滴加完毕；再继续搅拌、通入空气 2 小时，待反应体系 pH 值在 4 至 5 的时，停止搅拌和通气；静置后过滤，105℃干燥 1 小时，研碎后投入滚筒式程序温控炉，室温至 200℃低温预烧 0.5 小时，然后升温速率 5℃ /min 升至 350℃，煅烧 1.5 小时，降温后得到纳米氧化铁红 81g。

[0024] 实施例 2

[0025] 250g 氯化亚铁溶于 1.75L 水中，然后添加 0.6g 铁黄晶种和少许铁片，搅拌，向反

应液液面之下鼓入空气；质量百分比浓度为 28% 的氨水 110mL 与 5.5L 水混合，将稀释之后的氨水滴加到反应体系中去，2.5 小时滴加完毕；再继续搅拌、通入空气 3 小时，待反应体系 pH 值在 4 至 5 的时，停止搅拌和通气；静置后过滤，105℃ 干燥 1 小时，研碎后投入滚筒式程序温控炉，室温至 200℃ 低温预烧 0.5 小时，然后升温速率 5℃ /min 升至 350℃，煅烧 1.5 小时，降温后得到纳米氧化铁红 100g。

[0026] 实施例 3

[0027] 200g 氯化亚铁溶于 1.8L 水中，然后添加 1g 铁黄晶种和少许铁片，搅拌，向反应液液面之下鼓入空气；1.3kg 尿素溶于 3.5L 水中，将尿素水溶液滴加到反应体系中去，2 小时滴加完毕；再继续搅拌、通入空气 2 小时，待反应体系 pH 值在 4 至 5 的时，停止搅拌和通气；静置后过滤，105℃ 干燥 1 小时，研碎后投入滚筒式程序温控炉，室温至 200℃ 低温预烧 0.5 小时，然后升温速率 5℃ /min 升至 350℃，煅烧 1.5 小时，降温后得到纳米氧化铁红 80g。

[0028] 实施例 4

[0029] 250g 氯化亚铁溶于 1.75L 水中，然后添加 0.6g 铁黄晶种和少许铁片，搅拌，向反应液液面之下鼓入空气；1.7kg 尿素溶于 3.6L 水中，将尿素水溶液滴加到反应体系中去，2.5 小时滴加完毕；再继续搅拌、通入空气 3 小时，待反应体系 pH 值在 4 至 5 的时，停止搅拌和通气；静置后过滤，105℃ 干燥 1 小时，研碎后投入滚筒式程序温控炉，室温至 200℃ 低温预烧 0.5 小时，然后升温速率 5℃ /min 升至 350℃，煅烧 1.5 小时，降温后得到纳米氧化铁红 100g。

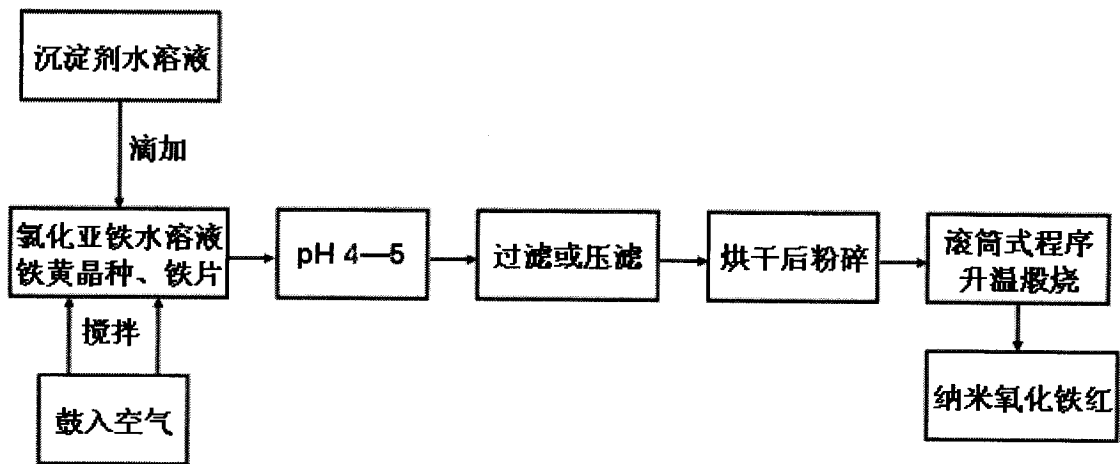


图 1

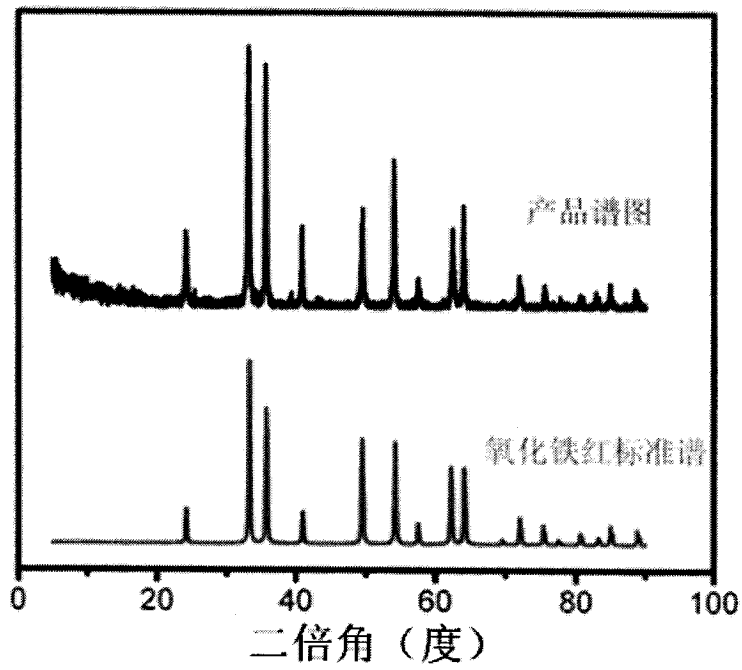


图 2

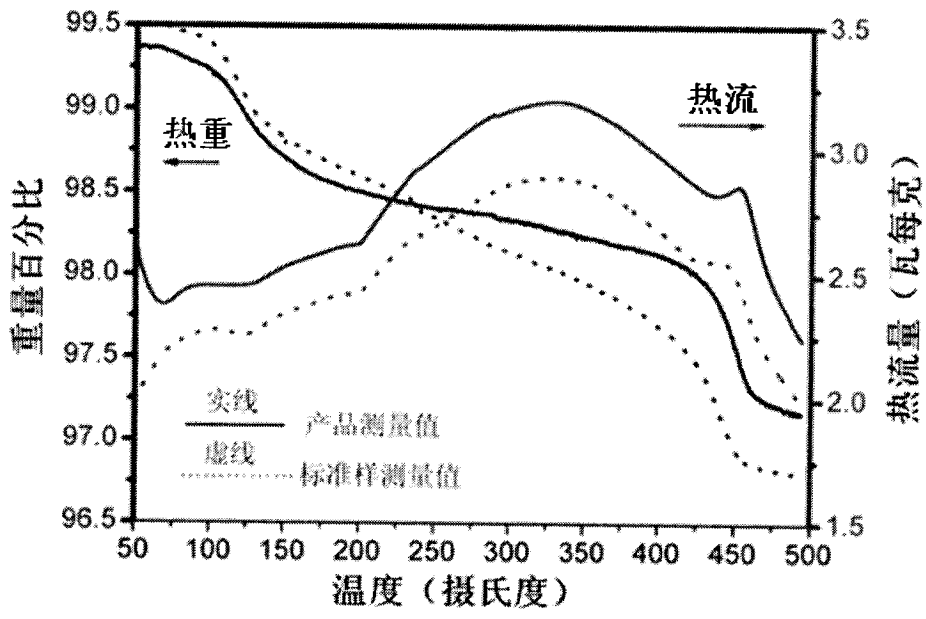


图 3