



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105731548 B

(45)授权公告日 2017.11.28

(21)申请号 201610125429.2

C01G 49/14(2006.01)

(22)申请日 2016.03.07

C01G 3/20(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105731548 A

(56)对比文件

CN 100506353 C, 2009.07.01, 说明书第3页第2段, 第5段.

(43)申请公布日 2016.07.06

CN 100506353 C, 2009.07.01, 说明书第3页第2段, 第5段.

(73)专利权人 北京天下兴科技有限公司

地址 100871 北京市海淀区中关村东路66号院世纪科贸大厦C座1204室

CN 1445169 A, 2003.10.01, 说明书第2页倒数第2段.

(72)发明人 钟立春 刘钟莘韬

CN 103318975 A, 2013.09.25, 说明书具体实施方式.

(74)专利代理机构 北京金阙华进专利事务所

(普通合伙) 11224

CN 102838172 A, 2012.12.26, 说明书具体实施方式.

代理人 吴鸿维

CN 101514034 A, 2009.08.26, 说明书具体实施方式.

(51) Int. Cl.

C01G 49/10(2006.01)

C01G 49/00(2006.01)

审查员 李欣玮

权利要求书1页 说明书2页

(54)发明名称

一种常温常压下将二价铁转化为三价铁的催化氧化方法

(57)摘要

本发明公开了一种常温常压下将二价铁转化为三价铁的催化氧化方法。所述方法是将水溶性亚铁盐溶解于水中,配制成质量浓度为10~30%的亚铁盐溶液,按照质量比为氧化剂:催化剂:助剂:亚铁盐=0.01~0.5:0.01~0.1:0.01~0.6:1.0将氧化剂、催化剂和助剂加入亚铁盐水溶液中,调节pH处于2.0~3.0之间,在反应器内混合、搅拌1.0~4.0小时后即得到三价铁的水溶液。

1. 一种常温常压下将二价铁转化为三价铁的催化氧化方法,其特征在于:

将水溶性亚铁盐溶解于水中,配制成质量浓度为10~30%的亚铁盐溶液,将氧化剂、催化剂和助剂加入亚铁盐水溶液中,调节pH,在反应器内混合、搅拌后即得到三价铁的水溶液;其中,氧化剂:催化剂:助剂:亚铁盐之间的质量比为=0.01~0.5:0.01~0.1:0.01~0.6:1.0;所述亚铁盐包括氯化亚铁、硫酸亚铁、硝酸亚铁、硫氰酸亚铁中的一种或多种;所述氧化剂为水溶性的高锰酸钾、高锰酸钠、次氯酸钠、次氯酸钾、氯酸钠、氯酸钾、高氯酸钠、高氯酸钾、双氧水、次氯酸、亚氯酸、氯酸、高氯酸的一种或多种;所述催化剂为水溶性亚硝酸钠、亚硝酸钾、亚硝酸铵的一种或多种;所述助剂为水溶性的硫酸钠、硫酸钾、硫酸铵、碳酸钠、碳酸钾、碳酸铵、氯化钠、氯化钾、氯化铵、磷酸钠、磷酸钾、磷酸铵、硝酸钠、硝酸钾、硝酸铵中的一种或者多种;催化氧化反应在常温常压下进行,无需加热和加压装置;二价铁盐的转化效率 $\geq 99\%$ 。

一种常温常压下将二价铁转化为三价铁的催化氧化方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种常温常压下将二价铁氧化为三价铁的技术,具体的说,通过在水溶性的亚铁盐溶液中加入氧化剂、催化剂和助剂,在常温常压下经过1~4小时反应,就可将二价铁盐转化为三价铁盐。

背景技术

[0002] 在工业生产中,通常以二价铁盐为原料经过氧化反应生产三价铁盐,例如将氯化亚铁氧化为三氯化铁,硝酸亚铁氧化为硝酸铁,硫酸亚铁氧化为硫酸铁,硫氰酸亚铁氧化为硫氰酸铁等等,氧化反应是二甲铁盐转化为三价铁盐的必经之路。常用的氧化技术包括:(1)催化氧化法,即在催化剂(如 NaNO_2 、 HNO_3 等)的作用下,利用空气或氧气将亚铁离子氧化为铁离子;(2)直接氧化法,即采用强氧化剂(如 H_2O_2 、 NaClO_3 等)直接将亚铁离子氧化成铁离子。

[0003] 催化氧化法因为需要较高的温度和较高的反应压力,工业化生产中需用纯氧作氧化剂。若用空气作氧化剂,虽然成本低,但氧化反应时间长,而且需要安装废气(NO_x 等)净化处理装置,导致工艺流程繁琐,对设备的要求较高和投资较大。目前的直接氧化法需要在加热的条件下进行,反应温度通常为 $60\sim 90^\circ\text{C}$,需要增加热源设备如锅炉、电加热器等等。而且,由于双氧水和氯酸钠等氧化剂在高温下通常容易分解,影响到二价铁的转化效率和三价铁盐的产品品质,从而使得成本增加、产品质量难以保障。

发明内容

[0004] 本发明需要解决的技术问题就在于克服现有技术的缺陷,提供一种常温常压下将二价铁催化氧化为三价铁的技术,在水溶性的亚铁盐溶液中加入氧化剂、催化剂和助剂,在常温常压下经过1~4小时反应,就可将二价铁盐转化为三价铁盐。

[0005] 为解决上述问题,本发明采用如下技术方案:

[0006] 将水溶性亚铁盐溶解于水中,配制成质量浓度为 $10\sim 30\%$ 的亚铁盐溶液,按照质量比为氧化剂:催化剂:助剂:亚铁盐= $0.01\sim 0.5:0.01\sim 0.1:0.01\sim 0.6:1.0$ 将氧化剂、催化剂和助剂加入亚铁盐水溶液中,调节pH处于 $2.0\sim 3.0$ 之间,在反应器内混合、搅拌 $1.0\sim 4.0$ 小时后即得到三价铁的水溶液。所述亚铁盐包括氯化亚铁、硫酸亚铁、硝酸亚铁、硫氰酸亚铁中的一种或多种;

[0007] 所述氧化剂为水溶性的高锰酸钾、高锰酸钠、次氯酸钠、次氯酸钾、氯酸钠、氯酸钾、高氯酸钠、高氯酸钾、双氧水、次氯酸、亚氯酸、氯酸、高氯酸的一种或多种;

[0008] 所述催化剂为水溶性亚硝酸钠、亚硝酸钾、亚硝酸铵的一种或多种;

[0009] 所述助剂为水溶性的硫酸钠、硫酸钾、硫酸铵、碳酸钠、碳酸钾、碳酸铵、氯化钠、氯化钾、氯化铵、磷酸钠、磷酸钾、磷酸铵、硝酸钠、硝酸钾、硝酸铵中的一种或者多种。

[0010] 本发明与现有技术相比,具有以下的特点:

[0011] (1) 本发明通过催化氧化方法在常温常压下将二甲铁盐转化为三价铁盐。

[0012] (2) 本发明将二价铁氧化为三价铁的转化效率 $\geq 99\%$ 。

[0013] (3) 本发明不需要加温和加压设施,操作简单,运行成本低,产品质量稳定。

具体实施方式

[0014] 下面列举4个实施例,对本发明加以进一步说明,但本发明不只限于这些实施例。

[0015] 实施例1

[0016] 1) 将90公斤氯化亚铁溶解在210公斤水中,配置成300公斤质量浓度为30%的氯化亚铁溶液。

[0017] 2) 将45公斤高锰酸钾、4.5公斤亚硝酸钠、54公斤硫酸钠加入到30%氯化亚铁溶液中,用30%氢氧化钠溶液调节pH至2.0,搅拌4小时。

[0018] 完成上述步骤后,得到410公斤三氯化铁溶液,二价铁的转化率 $\geq 99\%$ 。

[0019] 实施例2

[0020] 1) 将10公斤硝酸亚铁溶解在90公斤水中,配置成100公斤质量浓度为10%的硝酸亚铁溶液。

[0021] 2) 将1公斤氯酸钠、0.5公斤亚硝酸铵、2公斤碳酸钠加入到10%硝酸亚铁溶液中,用10%氢氧化钠溶液调节pH至2.5,搅拌1小时。

[0022] 完成上述步骤后,得到110公斤硝酸铁溶液,二价铁的转化率 $\geq 99\%$ 。

[0023] 实施例3

[0024] 1) 将150公斤硫酸亚铁溶解在450公斤水中,配置成600公斤质量浓度为25%的硫酸亚铁溶液。

[0025] 2) 将10公斤次氯酸钾、5公斤双氧水、4.5公斤亚硝酸钾、30公斤磷酸钠加入到25%硫酸亚铁溶液中,用30%氢氧化钠溶液调节pH至2.0,搅拌3小时。

[0026] 完成上述步骤后,得到660公斤硫酸铁溶液,二价铁的转化率 $\geq 99\%$ 。

[0027] 实施例4

[0028] 1) 将60公斤硫氰酸亚铁溶解在240公斤水中,配置成300公斤质量浓度为20%的硫氰酸亚铁溶液。

[0029] 2) 将0.6公斤高氯酸钠、0.36公斤亚硝酸钾、0.6公斤硝酸钠加入到20%硫氰酸亚铁溶液中,用15%氢氧化钠溶液调节pH至3.0,搅拌1.5小时。

[0030] 完成上述步骤后,得到310公斤硫氰酸铁溶液,二价铁的转化率 $\geq 99\%$ 。

[0031] 分析测试三价铁溶液中亚铁离子的检测

[0032] 在上述实施例制备的三价铁溶液中,取100ml,加入2克活性炭粉末吸附去除三氯化铁胶体颗粒,振荡5分钟后,离心分离得到无色透明溶液,取出10ml,加入1ml硫氰酸钾,振荡2分钟,溶液仍然为无色透明溶液,证明溶液中无三价铁离子存在;接着加入1ml 2%重铬酸钾盐酸溶液,振荡2分钟,溶液仍然为无色透明溶液,证明溶液中已无亚铁离子存在。