



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102653411 B

(45) 授权公告日 2015.01.21

(21) 申请号 201210152552.5

(22) 申请日 2012.05.16

(73) 专利权人 山东山大华特科技股份有限公司

地址 250061 山东省济南市历下区经十路  
17703 号华特广场

(72) 发明人 孟庆海 程燕 姜延鹏 黎明忠  
张斌 王志法

(74) 专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限  
公司 37221

代理人 杨琪

(51) Int. Cl.

C01F 11/18 (2006.01)

审查员 畅敏杰

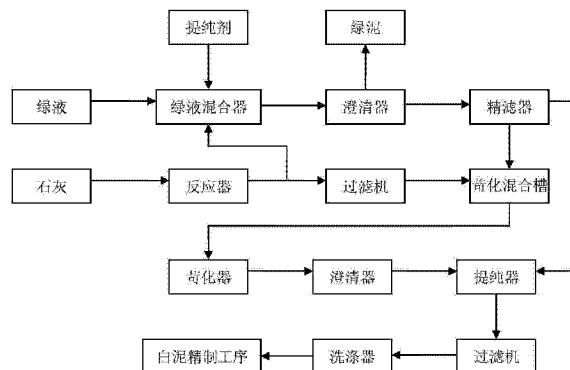
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺

(57) 摘要

本发明涉及碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺，先用湿法对石灰进行提纯制得石灰乳，部分石灰乳去绿液混合器净化绿液，另一部分石灰乳经固液分离后，制得提纯熟石灰，进入苛化工序，苛化反应得到纯度较高的白泥，将高纯度白泥作精制处理，先脱碱处理再进行 pH 调节和匀整。本发明对原苛化车间进行技术改进，通过湿法提纯、绿液除杂、苛化白泥的绿液提纯不仅能提高碱的质量和回收率，而且还为下一步白泥精制打下基础，对苛化车间来自白泥进行精制处理，达到抄纸加填的要求，提高了产品质量。



1. 碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺,其特征是,包括步骤如下:

(1) 利用湿法对石灰进行提纯:将石灰加水和提纯剂混合,然后去除大颗粒杂质及铁杂质,制备质量浓度 10-30% 的石灰乳,部分石灰乳去绿液混合器净化绿液,另一部分石灰乳经固液分离后,制得提纯熟石灰,进入苛化工序;所述的提纯剂为 EDTA、DTPA 或 HEDTA, 提纯剂加入量为石灰中铁杂质质量的 1-10 倍;

(2) 绿液净化:向燃烧工段产生的绿液中加入提纯剂和步骤(1)中去绿液混合器的石灰乳,经充分搅拌后,在澄清器中沉降 4-24h,分离出绿泥,上部清液精滤后得到净化绿液;所述的提纯剂为 ATMP、EDTMP 或 DTPA, 提纯剂加入量为绿液中硅酸盐和铁两种杂质质量的 3-10 倍;所述的绿液与石灰乳的质量比为 1:0.04 ~ 0.4;

(3) 苛化反应:将步骤(2)得到的部分净化绿液与步骤(1)制得的提纯熟石灰进行苛化反应,反应温度为 90-100℃,搅拌反应 40-100min,反应后的混合物进行沉降,沉降后得苛化白泥,苛化白泥与步骤(2)得到的净化绿液的剩余部分进行提纯反应,然后经澄清器澄清和过滤机洗涤后,得到纯度较高的白泥;

(4) 高纯度白泥的精制处理:

a. 脱碱处理:将纯度较高的白泥加水调配成质量浓度为 10-40% 的浆液后,加入提纯剂,充分搅拌混合,在 40-80℃ 条件下,进行固液分离,去除残碱;所述的提纯剂为 EDTA、NTA 或 DTPA, 加入量为白泥中铁质量的 1-10 倍;b. pH 调节和匀整:将脱碱处理后白泥的一部分调配成质量浓度为 5-35% 的浆液,在 20-60℃ 条件下用稀酸或二氧化碳进行 pH 调节,将 pH 调至 8.5-9.5,将 pH 调节后的白泥浆液调配成质量浓度 10-40% 的浆液后,进行匀整,再经过筛得符合抄纸加填要求的浆料产品,所述的匀整条件:在匀整机中进行匀整,其粒径分布在 500-600 目区域,且呈正态分布;过筛要求:325 目筛余量 ≤ 0.3wt%;将脱碱处理后白泥的另一部分经两级干燥和研磨修整后,制得轻质碳酸钙干粉。

2. 根据权利要求 1 所述的碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺,其特征是,步骤(3)中所述的提纯反应,温度 50-100℃,搅拌 30-150min。

3. 根据权利要求 1 所述的碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺,其特征是,步骤(3)中所述的步骤(2)得到的部分净化绿液与提纯熟石灰的质量比为 1:0.03 ~ 0.3。

4. 根据权利要求 1 所述的碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺,其特征是,步骤(4)中 b 两级干燥条件:利用低压蒸汽在 140℃ 条件下蒸 30-120min,经过两级干燥,将物料含水量降到 ≤ 0.3%。

## 碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种白泥回收利用的方法和装置,特别涉及碱回收白泥制备轻质碳酸钙新工艺。

### 背景技术

[0002] 白泥是由制浆碱回收工段苛化反应所得的副产物,主要成分为碳酸钙。有条件的造纸企业把白泥送往水泥厂或者砖厂来解决部分白泥的出路,而绝大多数企业处理白泥的方式还是采取外运填埋。随着时间的推移和制浆碱回收规模的不断扩充,苛化白泥的大量积累和随意填埋,对环境保护产生巨大压力,同时也浪费了大量的碳酸钙资源。

[0003] 我国早在九十年代初就明确提出要妥善处理白泥,随着国家对环境保护和节能减排的日益重视,国家已对环境污染特别是白泥等固体废弃物的处理加大了监管力度,纸浆造纸企业对白泥进行回收利用势在必行。碱回收白泥制备轻质碳酸钙项目属于典型的资源循环利用,完全符合国家清洁生产等方面政策和导向,从经济角度、社会角度和生态角度都具有显著的效益和优越性。

[0004] 对于白泥的处理,现有技术通常有两种方法:

[0005] 一种途径是白泥煅烧,多为木浆造纸工艺。

[0006] 另一种途径是白泥制备轻质碳酸钙。目前主要有两种处理技术,一是以物理方法为主的技术,此技术对白泥提纯不彻底,使得产出的轻质碳酸钙白度和纯度不达标。二是以化学原理为主的技术,此技术需要加入多种化学药剂,运行成本偏高。

[0007] 因此,根据目前白泥处理工艺中制备的轻质碳酸钙白度低和运行不稳定及产品单一化的现状,研究白泥处理的新方法具有重要意义。

### 发明内容

[0008] 本发明的目的是提供一种碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺,该种方法提高了白泥的纯度和利用度,能得到质量较好的轻质碳酸钙。

[0009] 本发明采取的技术方案为:

[0010] 碱回收白泥制备轻质碳酸钙的工艺,包括步骤如下:

[0011] (1)利用湿法对石灰进行提纯:将石灰加水和提纯剂混合,然后去除大颗粒杂质及铁杂质,制备质量浓度10-30%的石灰乳,部分石灰乳去绿液混合器净化绿液,另一部分石灰乳经固液分离后,制得提纯熟石灰,进入苛化工序;

[0012] (2)绿液净化:向燃烧工段产生的绿液中加入提纯剂和步骤(1)中去绿液混合器的石灰乳,经充分搅拌后,在澄清器中沉降4-24h,分离出绿泥,上部清液精滤后得到净化绿液;

[0013] (3)苛化反应:将步骤(2)得到的部分净化绿液(约占总质量的30-80%)与步骤(1)制得的提纯熟石灰进行苛化反应,反应温度为50-100℃,搅拌反应40-100min,反应后的混合物进行沉降,沉降后得苛化白泥,苛化白泥与步骤(2)得到的净化绿液的剩余部分进行提

纯反应,然后经澄清器澄清和过滤机洗涤后,得到纯度较高的白泥;

[0014] (4) 高纯度白泥的精制处理:

[0015] a. 脱碱处理:将纯度较高的白泥加水调配成质量浓度为 10-40% 的浆液后,加入提纯剂,充分搅拌混合,在 40-80℃ 条件下,进行固液分离,去除残碱;

[0016] b. pH 调节和匀整:将脱碱处理后白泥的一部分(此部分白泥质量可根据本单位抄纸车间轻质碳酸钙抄纸用量来确定)调配成质量浓度为 5-35% 的浆液,在 20-60℃ 条件下用稀酸或二氧化碳进行 pH 调节,将 pH 调至 8.5-9.5,将 pH 调节后的白泥浆液调配成质量浓度 10-40% 的浆液后,进行匀整,再经过筛得符合抄纸加填要求的浆料产品;将脱碱处理后白泥的另一部分经两级干燥和研磨修整后,制得轻质碳酸钙干粉。

[0017] 上述制备方法中:

[0018] 步骤(1)中所述的提纯剂为 EDTA、DTPA 或 HEDTA, 提纯剂加入量为石灰中铁杂质质量的 1-10 倍。铁杂质的去除属常规技术。

[0019] 步骤(2)中石灰乳加入量为步骤(1)中总石灰乳质量的 5%-40%, 步骤(2)所述的提纯剂为 ATMP、EDTMP 或 DTPA, 提纯剂加入量为绿液中硅酸盐和铁两种杂质质量的 3-10 倍, 绿液与石灰乳的质量比为 1:0.04~0.4。

[0020] 步骤(3)中所述的与提纯熟石灰反应的部分净化绿液为步骤(2)总净化绿液质量的 30%-80%, 所述的提纯反应, 温度 50-100℃, 搅拌 30-150min; 所述的过滤、洗涤为通过预挂过滤机进行。绿液与提纯熟石灰的质量比为 1:0.03~0.3。

[0021] 步骤(4)中 a 所述的提纯剂为 EDTA、NTA 或 DTPA, 加入量为白泥中铁质量的 1-10 倍; b 所述的匀整条件: 在匀整机中进行匀整, 其粒径分布在 500-600 目区域, 且呈正态分布; 过筛要求: 325 目筛余量 ≤ 0.3wt%; 两级干燥条件: 利用低压蒸汽在 140℃ 条件下蒸 30-120min, 经过两级干燥, 将物料含水质量降到 ≤ 0.3wt%; 研磨要求: 将含水质量 ≤ 0.3wt% 的轻钙干粉通过研磨, 使物料粒径分布在 500-600 目区域, 且呈正态分布, 325 目筛余量 ≤ 0.3wt%。

[0022] 本发明对原苛化车间进行技术改进, 通过湿法提纯、绿液除杂、苛化白泥的绿液提纯不仅能提高碱的质量和回收率, 而且还为下一步白泥精制打下基础, 对苛化车间来自白泥进行精制处理, 达到抄纸加填的要求, 提高了产品质量。

[0023] 本发明相对于现有技术的有益效果是:

[0024] 1. 通过湿法石灰提纯, 可有效避免石灰中铁对产品颜色的影响, 并且对原料石灰的质量要求可适当降低。

[0025] 2. 通过绿液净化, 去除绿液中硅酸盐和铁等杂质, 可使生成碳酸钙晶型更规则, 白度更高。

[0026] 3. 通过提纯苛化, 可提高绿液苛化率和白泥纯度。

[0027] 4. 在白泥中加入提纯剂, 可进一步提高白泥白度。

[0028] 5. 通过以上改进和 pH 调节, 可一步碳酸化, 从而减少设备投资和方便生产操作。

[0029] 6. 在白泥处理工段为白泥浆料和白泥干粉两条生产线, 丰富了产品出厂形式, 扩大了产品应用范围。

## 附图说明

[0030] 图 1 为本发明白泥苛化处理的方框流程图；

[0031] 图 2 为本发明白泥精制处理的方框流程图。

### 具体实施方式

[0032] 实施例 1

[0033] 取氧化钙含量 70% 生石灰 8.7kg, 加入水、提纯剂 EDTA, 提纯剂加入量为石灰中铁质量的 1 倍, 石灰乳中大颗粒杂质通过消化提渣机除去, 制得质量浓度 10% 石灰乳, 再通过分级处理, 石灰乳总质量的 5% (含较多杂质) 去绿液混合器净化绿液, 另一部分经固液分离, 制备提纯熟石灰。

[0034] 取碳酸钠含量 110g/L 的绿液 100L 与上述去绿液混合器的石灰乳混合, 再加入提纯剂 ATMP, 提纯剂加入量为绿液中杂质质量的 3 倍, 反应温度 60℃, 保温搅拌 20min 后, 静置澄清, 上部清液再经精滤器精滤, 得净化绿液。底部绿泥经过滤洗涤后送电厂脱硫, 滤液回用。

[0035] 占净化绿液质量 30% 的绿液与提纯熟石灰, 进行苛化反应, 苛化温度 50℃, 苛化时间 60min, 苛化后白泥再与剩余部分净化绿液在提纯器中进行提纯反应, 提纯反应温度 50℃, 反应时间 60min, 白泥纯度和白度提高。再经洗涤, 回收浓白液和稀白液后, 白泥送白泥精制处理工序。

[0036] 将苛化来白泥调配成质量浓度 15% 的浆液后加入提纯剂 EDTA, 加入量为白泥中铁质量的 1 倍, 搅拌均匀后, 再进行脱碱处理, 脱碱温度 50℃。

[0037] 脱碱后白泥的一部分调配成质量浓度 10% 浆液, 通入二氧化碳进行 pH 调节, 反应温度 20℃, 反应时间 30min, 将 pH 值调节到 8.5—9.5。pH 调节后白泥进行匀整, 匀整时间 10min, 匀整温度 50℃。匀整后白泥再经过筛、调浓和加入试剂后送抄纸车间。

[0038] 脱碱后白泥另一部分依次进入一级干燥和二级干燥, 产品含水量降到 0.3wt% 以下, 再通过研磨修整后, 粒度达到 600 目以上, 打入料仓, 进行包装。

[0039] 产品指标见表 1。

[0040] 表 1 产品质量指标

项目	细 度 /mesh	白 度 /%	325 目 筛余物 /%	碳酸钙 /%	硅酸钙 /%	酸不溶 物/%	残 碱 /%	pH 值
浆料	≥600	90.6	0.27	90.2	5.9	1.9	0.24	9.3
干粉	≥600	90.5	0.20	90.2	6.0	1.6	0.26	—

[0042] 实施例 2

[0043] 取氧化钙含量 75% 生石灰 8.1kg, 加入水、提纯剂 DTPA, 提纯剂加入量为石灰中铁质量的 5 倍, 制得质量浓度 20% 石灰乳, 石灰乳中大颗粒杂质首先除去, 再通过分级处理, 石灰乳总质量的 20% (含较多杂质) 去绿液混合器净化绿液, 另一部分经固液分离, 制备提纯熟石灰。

[0044] 碳酸钠含量 110g/L 的绿液 100L 与上述去绿液混合器的石灰乳混合, 再加入提纯剂 EDTMP, 提纯剂加入量为绿液中杂质质量的 6 倍, 反应温度 80℃, 保温搅拌 15min 后, 静置

澄清,上部清夜再经精滤器精滤,得净化绿液。底部绿泥经过滤洗涤后送电厂脱硫,滤液回用。

[0045] 占净化绿液质量 60% 的绿液与提纯熟石灰进行苛化反应,苛化温度 70℃,苛化时间 50min,苛化后白泥再与剩余部分净化绿液进行提纯反应,反应温度 60℃,反应时间 30min,白泥纯度和白度提高。再经洗涤,回收浓白液和稀白液后,白泥送往白泥精制处理工序。

[0046] 将苛化来白泥调配成质量浓度 15% 的浆液后加入提纯剂 NTA,加入量为白泥中铁质量的 5 倍,搅拌均匀后,再进行脱碱处理,脱碱温度 60℃。

[0047] 脱碱后白泥的一部分调配成质量浓度 15% 浆液,采用稀硫酸进行 pH 调节,反应温度 50℃,反应时间 10min,将 pH 值调节到 8.5–9.5。pH 调节后白泥去匀整机进行匀整,匀整时间 30min,匀整温度 40℃。匀整后白泥再经过筛、调浓和加入试剂后送抄纸车间。

[0048] 脱碱后白泥另一部分依次进入一级干燥和二级干燥,产品含水量降到 0.3wt% 以下,再通过研磨修整后,粒度达到 600 目以上,打入料仓,进行包装。

[0049] 产品指标见表 2。

[0050] 表 2 产品质量指标

项目	细 度 /mesh	白 度 /%	325 目 筛余物 /%	碳酸钙 /%	硅酸钙 /%	酸不溶 物/%	残 碱 /%	pH 值
浆料	≥600	91.1	0.26	90.7	5.4	1.8	0.22	8.7
干粉	≥600	90.8	0.20	90.6	5.3	1.6	0.23	—

[0052] 实施例 3

[0053] 取氧化钙含量 80% 生石灰 7.6kg,加入水、提纯剂 HEDTA,提纯剂加入量为石灰中铁质量的 10 倍,制得 30% 石灰乳,石灰乳中大颗粒杂质首先除去,再通过分级处理,石灰乳总质量的 40% (含较多杂质) 去绿液混合器净化绿液,另一部分经固液分离,制备提纯熟石灰。

[0054] 碳酸钠含量 110g/L 的绿液 100L 与上述去绿液混合器的石灰乳混合,再加入提纯剂 DTPA,提纯剂加入量为绿液中杂质质量的 10 倍,反应温度 90℃,保温搅拌 10min 后,静置澄清,上部清液再经精滤器精滤,得净化绿液。底部绿泥经过滤洗涤后送电厂脱硫,滤液回用。

[0055] 占净化绿液质量 55% 的绿液与提纯熟石灰进行苛化反应,苛化温度 70℃,苛化时间 50min,苛化后白泥再与剩余 45% 的净化绿液进行提纯反应,反应温度 90℃,反应时间 25min,白泥纯度和白度提高。再经洗涤,回收浓白液和稀白液后,白泥送往白泥精制处理工序。

[0056] 将苛化来白泥调配成质量浓度 30% 的浆液后加入提纯剂 DTPA,加入量为白泥中铁质量的 10 倍,搅拌均匀后,再进行脱碱处理,脱碱温度 70℃。

[0057] 脱碱后白泥的一部分调配成质量浓度 25% 浆液,采用稀盐酸进行 pH 调节,反应温度 40℃,反应时间 15min,将 pH 值调节到 8.5–9.5。pH 调节后白泥进行匀整,匀整时间 20min,匀整温度 50℃。匀整后白泥再经过筛、调浓和加入试剂后送抄纸车间。

[0058] 脱碱后白泥另一部分依次进入一级干燥和二级干燥,产品含水量降到 0.3wt% 以

下,再通过研磨修整后,粒度达到 600 目以上,打入料仓,进行包装。

[0059] 产品指标见表 3。

[0060] 表 3 产品质量指标

[0061]

项目	细 度 /mesh	白 度 /%	325 目 筛余物 /%	碳酸钙 /%	硅酸钙 /%	酸不溶 物/%	残 碱 /%	pH 值
浆料	≥600	90.7	0.24	91.7	4.9	2.0	0.20	9.0
干粉	≥600	90.8	0.19	91.5	5.0	2.1	0.21	—

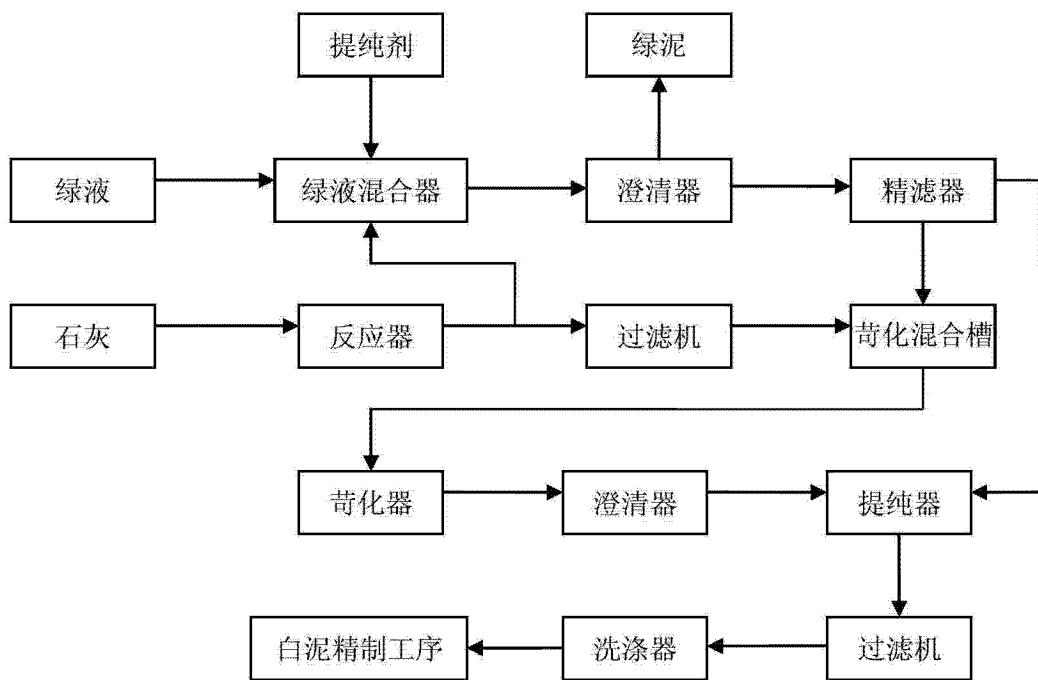


图 1

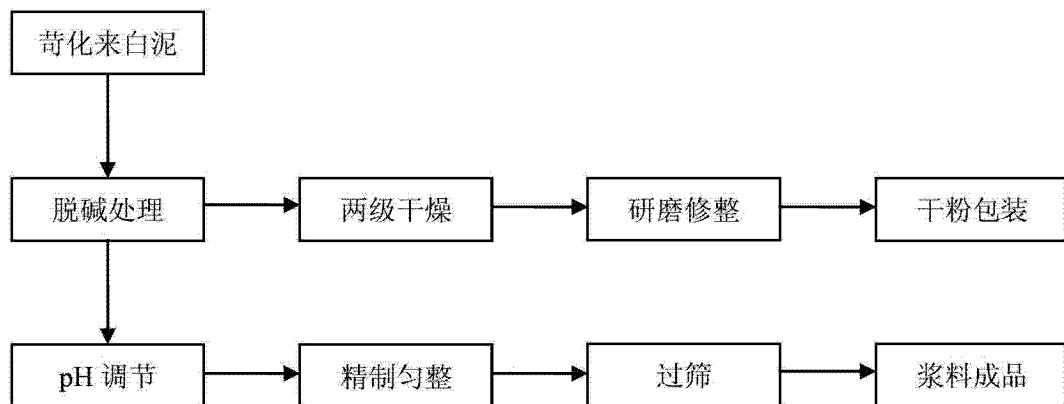


图 2