(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103738993 B
(45)授权公告日 2015.11.04

(21)申请号 201310640325.1

(22)申请日 2013.12.04

(73)专利权人 芜湖卓越纳米新材料有限公司
地址 241201 安徽省芜湖市繁昌县荻港镇新型建材工业园区

(72)发明人 顾达 张和庆 朱士洲 邓丽丽 邵小保 史韦 陈宁 倪春慧 茅旭东

(51)Int.Cl.
C01F 11/18(2006.01)
B82Y 30/00(2011.01)
B82Y 40/00(2011.01)

(56)对比文件
CN 101863503 A,2010.10.20, 说明书第[0005]-[0010]段.
CN 102491398 A,2012.06.13, 说明书第[0021]-[0026]段.
CN 103011226 A,2013.04.03, 说明书第[0004]段.
CN 202594800 U,2012.12.12, 说明书第[0021]-[0024],[0029]段.

审查员 魏静

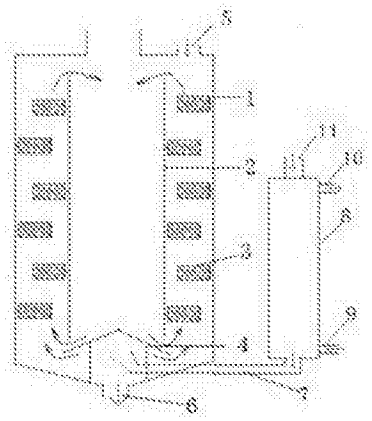
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种节能型纳米碳酸钙的碳化反应器及制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种节能型纳米碳酸钙的制备方法，主要步骤为碳化时首先将压缩后的窑气用深井水冷却至25℃以下，在碳化过程中，窑气直接冷却碳化的浆料，增加了冷却的效果，直接吸收掉浆料在碳化过程中产生的热量，有效控制碳化浆料的温度。碳化时当窑气从伞形气体分布器四周进入外桶与内筒的夹层时，带动夹层间的浆料自下而上运动，并在多孔螺旋挡板的作用下，一方面气液通过螺旋挡板的多孔时，使较大的气泡分割变小；另一方面上升的气液，在螺旋挡板的作用下，形成旋涡，强化混合效果。在夹层间上升的浆料，又通过内筒返回至底部，形成浆料的循环碳化过程，有利窑气的吸收，加速碳化过程。



CN 103738993 B

1. 一种节能型纳米碳酸钙的反应器，该反应器包括：碳化器外桶、导流内筒、多孔螺旋挡板、伞形气体分布器和管式热交换器，其特征在于：所述螺旋挡板交叉安装在碳化器外桶的内侧和导流内筒的外侧；所述导流内筒的直径为外桶直径的2/5～3/5；所述多孔螺旋挡板为宽度为20～25cm、长度为20～25cm的板体，螺旋挡板以45°的倾斜角螺旋往上间隔排列；所述螺旋挡板上均匀开有直径为3.5～5.0cm的小孔，所述伞形气体分布器的直径大小介于导流内筒与外桶的直径之间。

2. 根据权利要求1所述的一种节能型纳米碳酸钙的反应器，其特征在于：伞形气体分布器的直径介于导流内筒与外桶之间，使碳化的窑气定向进入内外桶之间自下而上运动。

一种节能型纳米碳酸钙的碳化反应器及制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种节能型纳米碳酸钙的制备方法，具体地说，涉及一种在纳米碳酸钙的合成过程中，通过冷却窑气的温度从而控制碳化浆料的温度，通过多孔螺旋挡板强化气液混合，无需对碳化浆料的冷却和机械搅拌就能合成纳米碳酸钙的工业化制备方法。

技术背景

[0002] 碳酸钙是一种重要的无机化工产品，是目前用途最广的无机填充料之一，广泛应用于橡胶、塑料、造纸、涂料、油墨等化工领域。随着工业的迅速发展，各行各业对纳米碳酸钙的需求量越来越大。而现有技术生产纳米碳酸钙碳化时除了添加晶型控制剂外，关键是在低温情况下，通过机械搅拌进行碳化反应，最典型的方法如发明专利(专利号ZL01.1.26405.5)“一种纳米活性碳酸钙的工业制备方法”。该法采用间歇鼓泡搅拌式反应器，碳化时加入晶型控制剂的同时，通过夹套冷却碳化浆料，并在机械搅拌的情况下生产纳米碳酸钙。该法生产时能耗大，生产成本高，制约了纳米碳酸钙产量的增加和应用领域的扩大。本发明在纳米碳酸钙的生产过程中，对于反应液不需要冷冻和机械搅拌，降低碳化时的能耗，同样生产出立方形、粒径分布均匀、且无团聚现象的纳米碳酸钙。由该方法合成的纳米碳酸钙，经过表面处理后可作为高档硅酮胶或汽车底漆用填料。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题是提供一种节能型合成纳米碳酸钙的方法，避免目前大部分纳米碳酸钙的生产过程中需要冷冻和机械搅拌，能耗大的弊端。

[0004] 具体的发明内容是碳化时，首先将压缩后的窑气用深井水冷却至25℃以下。而常规的碳化方法是将压缩后的窑气直接进行碳化，该窑气的温度高达60℃以上，在碳化时窑气的热量直接传递给碳化浆料，增加了碳化浆料冷却降温的能耗。而采用深井水已冷却压缩后的窑气，在碳化过程中，低温的窑气直接冷却碳化的浆料，增加了冷却的效果，有效控制碳化浆料的温度。

[0005] 碳化时不需机械搅拌，在静态下仍能达到较好的气液混合效果。当窑气从伞形气体分布器四周进入外桶与内筒的夹层时，带动夹层间的浆料自下而上运动，并在多孔螺旋挡板的作用下，一方面气液通过螺旋挡板的多孔时，使较大的气泡分割变小；另一方面上升的气液，在螺旋挡板的作用下，形成旋涡，强化混合效果。在夹层间上升的浆料，又通过内筒返回至底部，形成浆料的循环碳化过程，有利窑气的吸收，加速碳化过程。

[0006] 本发明的优点在于：

[0007] 在合成纳米碳酸钙产品的生产过程中，不需要冷却浆料和进行机械搅拌，大大节省了碳化时的能耗，降低生产成本，是一种节能型的纳米碳酸钙的生产方法。

具体实施方式

[0008] 下面结合说明书附图对本发明的技术方案进行说明，以便于本技术领域的技术人

员理解。

[0009] 该节能型的碳化反应器的原理和结构如图所示。

[0010] 图 1 为节能型碳化反应器。

[0011] 图中 :1—碳化器外桶 ;2—导流内筒 ;3—多孔螺旋挡板 ;4—伞形气体分布器 ;5—氢氧化钙浆料进料口 ;6—碳酸钙浆料出料口 ;7—冷却后的窑气进口 ;8—管式热交换器 ;9—深井冷却水进口 ;10—冷却水出口 ;11—窑气进口。

[0012] 首先将压缩后的窑气用深井水冷却至 25℃以下,该窑气从伞形气体分布器四周进入外桶与内筒的夹层时,带动夹层间的浆料自下而上运动,并在多孔螺旋挡板的作用下,使较大的气泡分割变小,同时形成旋涡,强化混合效果。在夹层间上升的浆料,又通过内筒返回至底部,形成浆料的循环碳化过程,有利窑气的吸收,加速碳化过程。

具体实施方式

[0013] 为了使本发明的技术手段、创作特征、达成目的与功效易于明白了解,下面结合实施例,进一步阐述本发明。

[0014] 实施例 1

[0015] 如图 1 所示 :反应器外壳直径 1.2 米,高 5.0 米,内筒直径 0.6 米,高 4.0 米,外壳内侧螺旋挡板宽度为 25cm、长度为 20cm,螺旋挡板上开有 4cm 多孔,并且以 45° 的倾斜角螺旋往上间隔排列安装。

[0016] 把 4.5 立方米质量浓度为 9.0% 的氢氧化钙浆料注入反应器内,加入晶型控制剂蔗糖 3.0 公斤,氢氧化钙浆料的起始温度为 25℃,采用压力为 78Kpa 的罗茨风机,将窑气压缩后用深井水冷却至 25℃以下,再进入伞形气体分布器,控制窑气的流量为每分钟 9 立方米,窑气中二氧化碳的体积含量为 26 ～ 30%,碳化 60 分钟后,浆料的温度升为 33℃,物料的 pH 值降至 6.5 ～ 7.0,即为碳化的终点。由该反应器碳化合成的碳酸钙浆料在透射电镜上测得粒径为 100 ～ 150 纳米,粒径分布均匀,分散性好,无团聚现象。

[0017] 实施例 2

[0018] 以实施例 1 相同的设备及相似的方法,把 4.5 立方米质量浓度为 8.0% 的氢氧化钙浆料注入反应器内,加入晶型控制剂蔗糖 2.5 公斤,氢氧化钙浆料的起始温度为 24℃,将窑气压缩后用深井水冷却至 24℃以下,再进入伞形气体分布器,控制窑气的流量为每分钟 7 立方米,窑气中二氧化碳的体积含量为 26 ～ 30%,碳化 66 分钟后,浆料的温度升为 31℃,物料的 pH 值降至 6.5 ～ 7.0,即为碳化的终点。由该反应器碳化合成的碳酸钙浆料在透射电镜上测得粒径为 80 ～ 130 纳米,粒径分布均匀,分散性好,无团聚现象。

[0019] 实施例 3

[0020] 以实施例 1 相同的设备及相似的方法,把 4.5 立方米质量浓度为 7.2% 的氢氧化钙浆料注入反应器内,加入晶型控制剂蔗糖 3.0 公斤,氢氧化钙浆料的起始温度为 24℃,将窑气压缩后用深井水冷却至 23℃以下,再进入伞形气体分布器,控制窑气的流量为每分钟 7 立方米,窑气中二氧化碳的体积含量为 26 ～ 30%,碳化 60 分钟后,浆料的温度升为 30℃,物料的 pH 值降至 6.5 ～ 7.0,即为碳化的终点。由该反应器碳化合成的碳酸钙浆料在透射电镜上测得粒径为 70 ～ 100 纳米,粒径分布均匀,分散性好,无团聚现象。

[0021] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和本实用新型的优点。本行业的

技术人员应该了解，本实用新型不受上述实施例的限制，上述实施例和说明书中描述的只是说明本实用新型的原理，在不脱离本实用新型精神和范围的前提下本实用新型还会有各种变化和改进，这些变化和改进都落入权利要求书保护的本实用新型范围内。

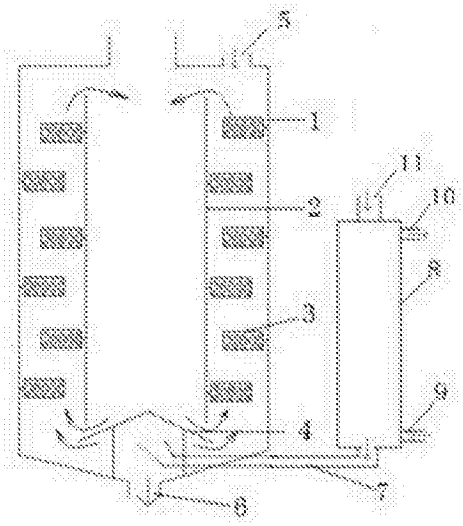


图 1