



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104910366 B

(45)授权公告日 2017.04.19

(21)申请号 201510255041.X

(22)申请日 2015.05.19

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104910366 A

(43)申请公布日 2015.09.16

(73)专利权人 浙江理工大学

地址 310018 浙江省杭州市下沙经济开发
区2号大街928号浙江理工大学

(72)发明人 彭志勤 贺云建 李韩 闵凯

(74)专利代理机构 杭州杭诚专利事务所有限公
司 33109

代理人 尉伟敏

(51)Int.Cl.

C08G 65/08(2006.01)

C08K 3/22(2006.01)

(56)对比文件

CN 103627246 A,2014.03.12,

CN 104220503 A,2014.12.17,

JP 2005254111 A,2005.09.22,

EP 1208726 A1,2002.05.29,

CN 103055665 A,2013.04.24,

CN 103638787 A,2014.03.19,

US 2012107395 A1,2012.05.03,

CN 103638786 A,2014.03.19,

CN 102489240 A,2012.06.13,

审查员 贺勇

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

有机生石灰复合干燥剂及其制备方法

(57)摘要

本发明本发明涉及干燥剂制备领域,公开了一种有机生石灰复合干燥剂,呈颗粒状,为由具有核壳结构的微粒团聚而成,微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在生石灰微粒表面的聚环氧乙烷;干燥剂的粒径在2-5mm之间。该有机生石灰复合干燥剂的制备方法为:A)、用氮气对高温高压反应釜吹扫,添加生石灰和氢氧化钾并搅拌;B)、添加环氧乙烷,对反应釜通氮气进行加热搅拌,在反应釜中通循环冷水进行散热;C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。本发明的有机生石灰复合干燥剂吸湿效果好,吸水后反应缓和,安全性好。本发明方法制备的干燥剂各参数均一性好,过程简单,成本低,适合大规模生产。

1. 一种有机生石灰复合干燥剂,呈颗粒状,其特征在于,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷;所述干燥剂的粒径在2-5mm之间。

2. 如权利要求1所述的有机生石灰复合干燥剂,其特征在于,所述聚环氧乙烷的相对分子量在500000-2000000之间。

3. 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,其特征在于包括如下步骤:

A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,将生石灰粉末和氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌;

B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热;所述生石灰粉末与环氧乙烷的质量用量比为100:(3-10),环氧乙烷与氢氧化钾的质量用量比为100:(3-7);所述高温高压反应釜内的气压为0.2-0.6MPa,温度为120-210℃,反应时间为2-5h,其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为剩余反应时间,搅拌速率为150-300r/min;

C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

4. 如权利要求3所述的有机生石灰复合干燥剂的制备方法,其特征在于,所述生石灰粉末未过80-200目筛。

5. 如权利要求3所述的有机生石灰复合干燥剂的制备方法,其特征在于,所述高温高压反应釜内的气压为0.3MPa,温度为130℃,反应时间为3h。

6. 如权利要求3所述的有机生石灰复合干燥剂的制备方法,其特征在于,所述生石灰粉末与环氧乙烷的质量用量比为100:5,环氧乙烷与氢氧化钾的质量用量比为100:5。

7. 如权利要求3所述的有机生石灰复合干燥剂的制备方法,其特征在于,在所述步骤(B)的三个反应阶段中,各自反应阶段的搅拌速率逐步匀速降低。

有机生石灰复合干燥剂及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及干燥剂制备领域,尤其涉及一种有机生石灰复合干燥剂及其制备方法。

背景技术

[0002] 生石灰,主要成分为氧化钙,化学式 CaO ,是常见的无机化合物;通常由含有碳酸钙的物质加热至 $500-600^{\circ}\text{C}$,使它分解成氧化钙和二氧化碳。外形为白色,无定型。广泛应用于干燥剂。用于钢铁、农药、医药、干燥剂、制革及醇的脱水等,生石灰中一般都含有过火石灰,过火石灰熟化慢,若在石灰浆体硬化后再发生熟化,会因熟化产生的膨胀而引起隆起和开裂。生石灰与水会发生化学反应,就会立刻加热到超越 300°C 的高温。

[0003] 由于氧化钙与水有极高反应性(水化反应),生成氢氧化钙,具有极好的吸水作用,因此一种极好的干燥剂原料。但是氧化钙的水化反应会急剧放热,水化反应的高反应性和不可控制的热量产生,时常引起爆炸和贮藏时发生火灾。

[0004] 超高分子量的聚环氧乙烷,又称聚氧亚乙基,具有较多的羟基,水溶性好,具有较好的吸湿性,可以进行酯化反应,还易于电子受体基团缔合或自动氧化。聚环氧乙烷可有多相催化聚合,催化剂为碳酸盐、碱土金属氧化物、烷基锌、卤化铁的水合物等。

发明内容

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明提供了一种有机生石灰复合干燥剂及其制备方法,本发明制备的干燥剂在不影响生石灰的吸湿性能的前提下,克服了生石灰吸水干燥时反应较为剧烈的缺点。在此干燥剂的制备中,以生石灰作为催化剂,在生石灰表面聚合上具有亲水性的超高分子量的聚环氧乙烷分子。本发明采用生石灰作为主要成分,成本低,制备方法简单,适合大规模生产。

[0006] 本发明的具体技术方案为:一种有机生石灰复合干燥剂,呈颗粒状,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷;所述干燥剂的粒径在 $2-5\text{mm}$ 之间。

[0007] 在本发明的有机生石灰复合干燥剂中,生石灰粉末的表面聚合有一层聚环氧乙烷外壳,形成一种具有核壳结构的微粒,由于聚环氧乙烷的粘性,大量微粒又团聚成粒径为 $2-5\text{mm}$ 的颗粒。

[0008] 这种结构的好处在于:聚环氧乙烷自身就具有较好的吸水性,当聚环氧乙烷包覆于生石灰表面后,使得空气中的水分不能直接被生石灰吸收,需要先被聚环氧乙烷吸收,然后再传递给内部的生石灰,由于水分是缓慢传递给生石灰的,因此减缓了生石灰与水的反应速度,避免了由于生石灰瞬间与大量水发生剧烈反应而产生大量的热量,对外界的影响较小,安全性好。

[0009] 同时又由于超高分子量的聚环氧乙烷结构规整,结晶度高,聚环氧乙烷的抗拉伸强度接近于中密度聚乙烯,当包覆于生石灰表面后,在防止生石灰剧烈反应发生爆炸方面

也有比较好的防护作用,进一步提高了安全性。

[0010] 此外,相对于单一的生石灰吸水材料,由于本发明干燥剂是由生石灰与聚环氧乙烷复合而成,吸水性能也得到了一定的提高。

[0011] 作为优选,所述聚环氧乙烷的相对分子量在500000-2000000之间。

[0012] 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,包括如下步骤:

[0013] A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,将生石灰粉末和氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌。

[0014] B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热;所述生石灰粉末与环氧乙烷的质量用量比为100:(3-10),环氧乙烷与氢氧化钾的质量用量比为100:(3-7);所述高温高压反应釜内的气压为0.2-0.6MPa,温度为120-210℃,反应时间为2-5h,其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为剩余反应时间,搅拌速率为150-300r/min。

[0015] 环氧乙烷容易与空气放生剧烈反应,排除高温高压反应釜内空气并在氮气氛围下聚合能够保证安全性。

[0016] C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

[0017] 在本发明方法中,以生石灰作为催化剂,同时其又是反应的载体,在生石灰和氢氧化钾的催化作用下,环氧乙烷吸附于生石灰微粒的表面,并进行聚合生成聚环氧乙烷,结合在不同生石灰微粒上的聚环氧乙烷互相团聚,使大量生石灰微粒也团聚形成颗粒状。在反应过程中严格控制各反应条件,特别是对搅拌速率分阶段控制,有利于生成的聚环氧乙烷的分子量的均一性以及最终产物粒径的均一性。按本发明方法制备的聚环氧乙烷结构规整,结晶度高,抗拉伸强度高,吸水性好,与生石灰的结合力较佳。

[0018] 本发明选用来源广的生石灰最为主要成分,成本低;本发明方法的过程简单,适合大规模生产。

[0019] 作为优选,所述生石灰粉末过80-200目筛

[0020] 作为优选,所述高温高压反应釜内的气压为0.3MPa,温度为130℃,反应时间为3h。

[0021] 作为优选,所述生石灰粉末与环氧乙烷的质量用量比为100:5,环氧乙烷与氢氧化钾的质量用量比为100:5。

[0022] 作为优选,在所述步骤(B)的三个反应阶段中,各自反应阶段的搅拌速率逐步匀速降低。

[0023] 与现有技术对比,本发明的有益效果是:本发明的有机生石灰复合干燥剂吸湿效果好,吸水后反应缓和,安全性好。本发明方法制备的干燥剂各参数均一性好,过程简单,成本低,适合大规模生产。

具体实施方式

[0024] 下面结合实施例对本发明作进一步的描述。

[0025] 实施例1

[0026] 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,包括如下步骤:

[0027] A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,取100份过150目筛的生石灰粉末和0.25份氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌;

[0028] B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将5份环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热。所述高温高压反应釜内的气压为0.3MPa,温度为130℃,反应时间为3h,其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为1.5-3h,搅拌速率为150-300r/min。

[0029] C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

[0030] 上述制备的有机生石灰复合干燥剂呈颗粒状,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷。所述干燥剂的粒径在3mm左右,所述聚环氧乙烷的相对分子量在800000-1300000左右。

[0031] 本实施例制备的有机生石灰复合干燥剂吸湿量为33%左右,与生石灰吸湿量30%左右相比略有所提高,碱度比生石灰降低27%,吸潮放热缓和,单位吸水量放热量比生石灰低28%左右。

[0032] 实施例2

[0033] 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,包括如下步骤:

[0034] A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,取100份过80目筛的生石灰粉末和0.7份氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌。

[0035] B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将10份环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热。所述高温高压反应釜内的气压为0.6MPa,温度为120℃,反应时间为5h。其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为1.5-5h,搅拌速率为150-300r/min;且各自反应阶段的搅拌速率逐步匀速降低。

[0036] C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

[0037] 上述制备的有机生石灰复合干燥剂呈颗粒状,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷。所述干燥剂的粒径在5mm左右,所述聚环氧乙烷的相对分子量在500000-1000000左右。

[0038] 本实施例制备的有机生石灰复合干燥剂吸湿量为31%左右,与生石灰吸湿量30%左右相比略有所提高,碱度比生石灰降低23%,吸潮放热缓和,单位吸水量放热量比生石灰低24%左右。

[0039] 实施例3

[0040] 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,包括如下步骤:

[0041] A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,取100份过80目筛的生石灰粉末和0.21份氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌。

[0042] B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将3份环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热。所述高温高压反应釜内的气压为0.2MPa,温度为210℃,反应时间为2h。其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为1.5-2h,搅拌速率为150-300r/min;且各自反应阶段的搅拌速率逐步匀速降低。

[0043] C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

[0044] 上述制备的有机生石灰复合干燥剂呈颗粒状,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷。所述干燥剂的粒径在2mm左右,所述聚环氧乙烷的相对分子量在1000000-1500000左右。

[0045] 本实施例制备的有机生石灰复合干燥剂吸湿量为34%左右,与生石灰吸湿量30%左右相比略有所提高,碱度比生石灰降低30%,吸潮放热缓和,单位吸水量放热量比生石灰低29%左右。

[0046] 实施例4

[0047] 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,包括如下步骤:

[0048] A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,取100份过150目筛的生石灰粉末和0.15份氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌。

[0049] B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将5份环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热。所述高温高压反应釜内的气压为0.4MPa,温度为150℃,反应时间为4h。其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为1.5-4h,搅拌速率为150-300r/min;且各自反应阶段的搅拌速率逐步匀速降低。

[0050] C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

[0051] 上述制备的有机生石灰复合干燥剂呈颗粒状,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷。所述干燥剂的粒径在3mm左右,所述聚环氧乙烷的相对分子量在800000-1200000左右。

[0052] 本实施例制备的有机生石灰复合干燥剂吸湿量为32%左右,与生石灰吸湿量30%左右相比略有所提高,碱度比生石灰降低28%,吸潮放热缓和,单位吸水量放热量比生石灰低28%左右。

[0053] 实施例5

[0054] 一种有机生石灰复合干燥剂的制备方法,包括如下步骤:

[0055] A)、用氮气对高温高压反应釜内进行吹扫,所述高温高压反应釜内空气被排除后,

取100份过80目筛的生石灰粉末和0.4份氢氧化钾粉末添加到高温高压反应釜中搅拌。

[0056] B)、用加压储存罐将环氧乙烷加压液化,向所述加压储存罐内通氮气从而将8份环氧乙烷压出并充加到高温高压反应釜中,在通氮气氛围下对高温高压反应釜中物质进行加热搅拌,并且在高温高压反应釜中通循环冷水进行散热。所述高温高压反应釜内的气压为0.3MPa,温度为180℃,反应时间为3h。其中反应过程分为三个阶段,第一阶段为反应0-0.5h之间,搅拌速率为500-750r/min,第二阶段为0.5-1.5小时,搅拌速率为300-500r/min,第三阶段为1.5-3h,搅拌速率为150-300r/min;且各自反应阶段的搅拌速率逐步匀速降低。

[0057] C)、反应完毕后,将所得的产物取出并进行冷却,即制得所述有机生石灰复合干燥剂。

[0058] 上述制备的有机生石灰复合干燥剂呈颗粒状,所述干燥剂为由具有核壳结构的微粒团聚而成,所述微粒的核芯材料为生石灰,微粒的外壳材料为聚合在所述生石灰微粒表面的聚环氧乙烷。所述干燥剂的粒径在2mm左右,所述聚环氧乙烷的相对分子量在1300000-2000000左右。

[0059] 本实施例制备的有机生石灰复合干燥剂吸湿量为34%左右,与生石灰吸湿量30%左右相比略有所提高,碱度比生石灰降低28%,吸潮放热缓和,单位吸水量放热量比生石灰低25%左右。

[0060] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例,并非对本发明作任何限制,凡是根据本发明技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、变更以及等效变换,均仍属于本发明技术方案的保护范围。