



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 91101409.8

[45]授权公告日 1998年2月25日

[11] 授权公告号 CN 1037494C

[22]申请日 91.3.12 [24]颁证日 98.1.10
[21]申请号 91101409.8
[73]专利权人 天津大学
地址 300072天津市南开区七里台
[72]发明人 钟顺和 赵静 肖秀芬
[74]专利代理机构 天津大学专利代理事务所
代理人 贾庭勋
审查员 4514

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 吸附型硅藻土助滤剂的制备方法

[57]摘要

本发明提供了吸附型硅藻土助滤剂及其制备技术。其特征是以含 SiO₂ 量 90% 以上的精制硅藻土为原料,分别均匀混入总量为 3~8% 的复合助剂 Na₂CO₃ 和 CaCl₂、Na₂CO₃ 和 MgCl₂、CaCO₃ 和 NaCl 及 MgCO₃ 和 NaCl, 复合助剂中碳酸盐和氯化物的分子比为 1~5, 在 750~1000℃ 条件下煅烧改性 30~60 分钟, 烧成品粉碎至 50μ 以下后, 在微细分离系统中按可几粒径 10~25μ, 粒度呈正态分布进行分级, 制得四种吸附型硅藻土助滤剂产品。

权 利 要 求 书

1. 一种能分离液体中 $0.1 \sim 2\mu$ 固体微粒和胶粒的吸附型硅藻土助滤剂的制备方法,其特征是以含 SiO_2 90%(干基、重量%)以上,粒度为过80目筛余量不多于5%的精制硅藻土为原料,分别均匀加入由结构助剂和活化性助剂组合而成的复合助剂,在 $750 \sim 1000^\circ\text{C}$ 的回转窑中改性30~60分钟后,经粉碎粒度按正态分布函数 $P(x)$ 分级,

$$P(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(x-a)^2}{2\sigma^2}\right] \text{ 式中 } \sigma \text{ 为 } 0.8 \sim 1.2, a \text{ 为}$$

$10 \sim 25\mu$ 。

2. 按权利要求1的助滤剂的制备方法,其特征是复合助剂是 Na_2CO_3 和 CaCl_2 或 NaCO_3 和 MgCl_2 或 CaCO_3 和 NaCl 或 MgCO_3 和 NaCl 。

3. 按权利要求1的助滤剂的制备方法,其特征是复合助剂加入量为混合料干基重量的3~8%。

4. 按权利要求1的助滤剂的制备方法,其特征是碳酸盐与氯化物的分子比为1~5。

吸附型硅藻土助滤剂的制备方法

本发明属于精细无机化工。

硅藻土助滤剂是一种微细颗粒过滤材料，它广泛应用于食品酿造、油品生产、化学工业、医药卫生、生物化学及环境治理等部门中的固—液分离过程。目前世界上（如美国、西德、日本）所用的助滤剂，绝大多数是以天然硅藻土为原料经干燥、煅烧或熔剂煅烧、微细分级等过程制造的。其微粒内孔表面在高温煅烧过程中被无机物类杂质熔融物复盖而钝化，丧失了吸附滤料中的极细微粒（ $0.1 \sim 1 \mu$ ）的能力。其产品粒度按粗、中、细均态分布分级。这类产品主要是借助硅藻土微粒形成的格子结构型滤饼机械地截留滤前液中的细小固体和胶粒，通称为机械截留型硅藻土助滤剂。本发明的目的是提供物化性能优良，堆积密度小，其微粒内孔表面能有效吸附分离液体中 $0.1 \sim 2 \mu$ 细小固体和胶粒的吸附型硅藻土助滤剂。经联机检索，未查出与本发明相同或相关的专利及非专利文献报导。

本发明提供了四种吸附型硅藻土助滤剂及其制备技术，产品用于非粘性流体和粘性流体的精细固—液分离。

本发明提供的四种吸附型硅藻土助滤剂是用精制硅藻土（含 SiO_2 量大于 90%，粒度为过 80 目筛余量小于 5%）为原料经复合助剂煅烧改性及粉碎后产品粒度按正态分布微细分级等工艺制造的。

一种能分离液体中 $0.1 \sim 2 \mu$ 固体微粒和胶粒的吸附型硅藻土助滤剂的制备方法，其特征是以含 SiO_2 90%（干基、重量 %）以上，粒度为过 80 目筛余量不多于 5% 的精制硅藻土为原料，分别均匀加入由结构助剂和活化性助剂组合而成的复合助剂，在 $750 \sim 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ 的回转窑中改性 30 ~ 60 分钟后，经粉碎粒度按正态分布函数 $P(x)$ 分级，

$$P(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{(x-a)^2}{2\sigma^2} \right]$$

式中 σ 为 $0.8 \sim 1.2$ ， a 为 $10 \sim 25 \mu$ 。

本发明提供的复合助剂煅烧改性是实现硅藻土助滤剂由机械截留型向吸附型转变的关键技术。我们发现：碱金属和碱土金属的碳酸盐，尤其是 Na_2CO_3 、 CaCO_3 和 MgCO_3 ，对于除去硅藻土微粒孔洞中的杂质物质、清洁内孔表面、增强微粒骨架强度和促进微粒粘结成较大颗粒等有特别好的作用，它们是品质优良的结构性助剂；碱金属和碱土金属氯化物，特别是 NaCl 、 CaCl_2 和 MgCl_2 ，对于促进固相反应、降低煅烧改性温度、消除内孔壁上的重金属杂质、改变表面组成以增强其表面吸附能力等有显著效果，它们是品质优良的活化性助剂；含 Ca 、 Mg 的盐类，特别是它们的氯化物，对于降低产品的堆密度有特殊功能。在精制硅藻土煅烧改性过程中，我们通过分别引入由结构性助剂和活化性助剂组合而成的复合助剂 NaCO_3 和 CaCl_2 、 NaCO_3 和 MgCl_2 、 CaCO_3 和 NaCl 及 MgCO_3 和 NaCl ，控制复合助剂加入总量（以混合料干基重量 % 计）为 3 ~ 8%，并调节碳酸盐和氯化物的分子比（碳酸盐：氯化物）为 1 ~ 5，在回转窑中辅以相应的煅烧改性温度 750 ~ 1000 °C；煅烧改性 30 ~ 60 分钟，分别制得四种吸附型硅藻土助滤剂的烧成品。

本发明提供的产品粒度按正态分布微细分级是提高硅藻土助滤剂吸附分离性能的重要方法。我们发现工业滤料中的微粒粒度通常是符合正态分布规律的，适应滤料欲除微料要求的助滤剂的微粒粒度分布也是以正态分布为最佳。粒级合适、粒度呈正态分布的硅藻土助滤剂，其过滤时的对数流量—时间曲线的斜率为 0.5，接近理想过滤流量曲线。将本发明制得的四种吸附型硅藻土助滤剂的烧成品，经微细粉碎到所要求的粒度（有效粒度范围为 $2\mu \sim 40\mu$ ）后，采用微细分级机，旋风分离器和袋滤器相结合的微细分级系统进行微细分级。进行微细分级时，按正态分布函数：

$$P(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(x-a)^2}{2\sigma^2}\right]$$

其中,分布系数 σ 取 0.8 ~ 1.2, 可几粒径 a 取 10 ~ 25 μ , 确定微细分级系统的流体力学条件进行微细分级, 便可制得四种粒级不同但粒度均呈正态分布的吸附型硅藻土助滤剂产品。将粒度符合正态分布规律可几粒径不同的两种助滤剂相互搭配后, 其粒度仍呈正态分布, 从而提高了其相互搭配使用性能。

本发明的四种吸附型硅藻土助滤剂, 其中用复合助剂 Na_2CO_3 和 CaCl_2 及 Na_2CO_3 和 MgCl_2 制得的两种助滤剂适用非粘性流体 (如啤酒、饮料、水等) 的过滤; 用复合助剂 CaCO_3 和 NaCl 及 MgCO_3 和 NaCl 制得的两种助滤剂适用于粘性流体 (如糖液、油品、磺酸盐等) 的过滤。

应用本发明提供的用复合助滤剂 Na_2CO_3 和 CaCl_2 或 Na_2CO_3 和 MgCl_2 制得的吸附型硅藻土助滤剂与美国蔓菲尔公司生产的机械截留型硅藻土助滤剂 HYFLO-Supercel 过滤啤酒时, 其主要技术经济指标对比如下 (用板框滤机的工业啤酒过滤)。

指 标	本发明产品	HYFLO-Supercel
过滤速度 ($1/\text{m}^2 \cdot \text{hr}$)	360	340
滤后速度 (EBC)	0.25	0.5
单耗 (公斤助滤剂 / 吨酒)	1	1.5
过滤周期 (小时)	24	18

应用本发明提供的用复合助剂 CaCO_3 和 NaCl 、 MgCO_3 和 NaCl 制得的二种吸附型硅藻土助滤剂与美国伊格尔—皮彻公司提供的助滤剂 FW-6 和 FW-14 过滤烷基苯磺酸钙时，其主要技术经济指标对比如下（工业过程结果，粗滤用斯巴克过滤机，精滤用板框过滤机）。

（见下页）