



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105347350 A

(43) 申请公布日 2016. 02. 24

(21) 申请号 201410411700. X

(22) 申请日 2014. 08. 18

(71) 申请人 德昌亚王金属材料有限责任公司

地址 614000 四川省凉山彝族自治州德昌县
银鹿工业园区

(72) 发明人 赵林 赵玉军 龙泽彬 杨健

(51) Int. Cl.

C01B 33/12(2006. 01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种用硅微粉制备白炭黑的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用硅微粉制备白炭黑的方法,采用的生产工艺是利用工艺废渣微硅粉为原料,利用低温·低压·液相合成水玻璃,再经过液相沉淀制得白炭黑,不仅生产成本比较低,而且变废为宝,实现三废综合循环再生利用。

1. 一种用硅微粉制备白炭黑的方法,其特征在于:该方法具体步骤如下:

(1) 以微硅粉为原料,按照水玻璃模数为 1.5~3.5,二氧化硅含量 $>10\text{wt}\%$,将微硅粉和烧碱或纯碱及水,按照微硅粉和烧碱重量比为 1.2~3.0 : 1.0 或微硅粉和纯碱重量比为 0.95~2.2 : 1.0 及微硅粉和水重量比为 1 : 1.5~9 加入压力反应釜内,在温度 80~180℃,压力 1~10 大气压下,反应 2~5 小时,制得水玻璃液,过滤,得水玻璃;

(2) 一步沉淀得白炭黑:将水玻璃浓度配制为 5~30wt%,硫酸或盐酸浓度配制为 5~30wt%,控制水玻璃流速为 10~30 立方米/小时,同时加入硫酸或盐酸到白炭黑沉淀反应釜,调节酸流量让反应过程溶液 pH 在 3.5~8.5 范围内,并维持该流速沉淀白炭黑;或者先将水玻璃加入反应釜,再按照 1~10 立方米/小时的流速加入硫酸或盐酸,控制反应温度 40~100℃,搅拌速度 25~80 转/分钟,终点 pH3.5~8.5,沉淀出白炭黑;

(3) 制得的白炭黑过滤、洗涤后,再浆化,经喷雾干燥机在 100~250℃下干燥,计量包装即获成品。

2. 根据权利要求 1 所述的一种用硅微粉制备白炭黑的方法,其特征在于:该方法还可以采用多步沉淀得白炭黑:在反应釜中加入至搅拌桨位置高度的水,搅拌下直接通蒸汽升温到 70~80℃,同时加入硫酸或盐酸和水玻璃;水玻璃的流量按 10~30 立方米/小时控制,硫酸或盐酸的流量以控制反应 pH 值在 8~10 范围为准进行调节;待反应釜中溶液体积达到反应釜体积的 1/2~2/3 后,升温至 80~90℃,继续向反应釜同时加入硫酸或盐酸和水玻璃;水玻璃的流量按 10~30 立方米/小时控制,硫酸或盐酸的流量以反应 pH 值在 4.0 ± 0.5 范围为准进行调节控制;然后通蒸汽升温至 90~100℃,熟化 10~30 分钟,放料入冷却槽制得白炭黑。

一种用硅微粉制备白炭黑的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及固体废弃物再利用技术领域,具体涉及一种用硅微粉制备白炭黑的方法。

背景技术

[0002] 微硅粉是工业硅及硅铁合金生产中产生的烟尘,通过相关设备收集所得;其主要成份为 SiO_2 ,含量在 80%—96%之间,另有少量的单质 C、 MgO 、 CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、等杂质。微硅粉呈灰色类球状及类球状集合体,粒度范围约在 0.04—0.3 μm 。

[0003] 传统的白炭黑生产工艺是用石英岩粉为原料,通过和碱混合,经高温煅烧熔化,溶解制得水玻璃,再液相沉淀制得白炭黑。

[0004] 本发明采用的生产工艺是利用工艺废渣微硅粉为原料,利用低温·低压·液相合成水玻璃,再经过液相沉淀制得白炭黑。不仅生产成本比较低,而且变废为宝,实现三废综合循环再生利用。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的缺点和不足,提供一种生产成本比较低,而且变废为宝,实现三废综合循环再生利用的用硅微粉制备白炭黑的方法。

[0006] 本发明的一种用硅微粉制备白炭黑的方法是通过以下技术方案来实现的:

[0007] 一种用硅微粉制备白炭黑的方法,该方法具体步骤如下:

[0008] (1) 以微硅粉为原料,按照水玻璃模数为 1.5~3.5,二氧化硅含量 $> 10\text{wt}\%$,将微硅粉和烧碱或纯碱及水,按照微硅粉和烧碱重量比为 1.2~3.0:1.0 或微硅粉和纯碱重量比为 0.95~2.2:1.0 及微硅粉和水重量比为 1:1.5~9 加入压力反应釜内,在温度 80~180 $^{\circ}\text{C}$,压力 1~10 大气压下,反应 2~5 小时,制得水玻璃液,过滤,得水玻璃;

[0009] (2) 一步法沉淀得白炭黑:将水玻璃浓度配制为 5~30 $\text{wt}\%$,硫酸或盐酸浓度配制为 5~30 $\text{wt}\%$,控制水玻璃流速为 10~30 立方米/小时,同时加入硫酸或盐酸到白炭黑沉淀反应釜,调节酸流量让反应过程溶液 pH 在 3.5~8.5 范围内,并维持该流速沉淀白炭黑,或者先将水玻璃加入反应釜,再按照 1~10 立方米/小时的流速加入硫酸或盐酸,控制反应温度 40~100 $^{\circ}\text{C}$,搅拌速度 25~80 转/分钟,终点 pH3.5~8.5,沉淀出白炭黑;

[0010] (3) 制得的白炭黑过滤、洗涤后,再浆化,经喷雾干燥机在 100~250 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥,计量包装即获成品。

[0011] 作为优选方案,该方法还可以采用多步法沉淀得白炭黑:在反应釜中加入至搅拌桨位置高度的水,搅拌下直接通蒸汽升温到 70~80 $^{\circ}\text{C}$,同时加入硫酸或盐酸和水玻璃;水玻璃的流量按 10~30 立方米/小时控制,硫酸或盐酸的流量以控制反应 pH 值在 8~10 范围为准进行调节;待反应釜中溶液体积达到反应釜体积的 1/2~2/3 后,升温至 80~90 $^{\circ}\text{C}$,继续向反应釜同时加入硫酸或盐酸和水玻璃;水玻璃的流量按 10~30 立方米/小时控制,硫酸或盐酸的流量以反应 pH 值在 4.0 $\pm$ 0.5 范围为准进行调节控制;然后通蒸汽升温

至 90 ~ 100℃, 熟化 10 ~ 30 分钟, 放料入冷却槽制得白炭黑。

[0012] 与现有技术相比, 本发明的一种用硅微粉制备白炭黑的方法的有益效果是: 本发明采用的生产工艺是利用工艺废渣微硅粉为原料, 利用低温·低压·液相合成水玻璃, 再经过液相沉淀制得白炭黑。不仅生产成本比较低, 而且变废为宝, 实现三废综合循环再生利用。

具体实施方式

[0013] 实施例 1:

[0014] 本发明的一种用硅微粉制备白炭黑的方法是通过以下技术方案来实现的:

[0015] (1) 以微硅粉为原料, 按照水玻璃模数为 1.5, 二氧化硅含量 11wt%, 将微硅粉和烧碱或纯碱及水, 按照微硅粉和烧碱重量比为 1.2 : 1.0 或微硅粉和纯碱重量比为 0.95 : 1.0 及微硅粉和水重量比为 1.0 : 1.5 加入压力反应釜内, 在温度 80℃, 压力 1 大气压下, 反应 2 小时, 制得水玻璃液, 过滤, 得水玻璃;

[0016] (2) 一步法沉淀得白炭黑: 将水玻璃浓度配制为 5wt%, 硫酸或盐酸浓度配制为 5wt%, 控制水玻璃流速为 10 立方米 / 小时, 同时加入硫酸或盐酸到白炭黑沉淀反应釜, 调节酸流量让反应过程溶液 pH 在 3.5, 并维持该流速沉淀白炭黑, 或者先将水玻璃加入反应釜, 再按照 1 立方米 / 小时的流速加入硫酸或盐酸, 控制反应温度 40℃, 搅拌速度 25 转 / 分钟, 终点 pH = 3.5, 沉淀出白炭黑;

[0017] (3) 制得的白炭黑过滤、洗涤后, 再浆化, 经喷雾干燥机在 100℃ 下干燥, 计量包装即获成品。

[0018] 该方法还可以采用多步法沉淀得白炭黑: 在反应釜中加入至搅拌桨位置高度的水, 搅拌下直接通蒸汽升温到 70℃, 同时加入硫酸或盐酸和水玻璃; 水玻璃的流量按 10 立方米 / 小时控制, 硫酸或盐酸的流量以控制反应 pH 值 8 为准进行调节; 待反应釜中溶液体积达到反应釜体积的 1/2 后, 升温至 80℃, 继续向反应釜同时加入硫酸或盐酸和水玻璃; 水玻璃的流量按 10 立方米 / 小时控制, 硫酸或盐酸的流量以反应 pH 值在 4.0 为准进行调节控制; 然后通蒸汽升温至 90℃, 熟化 10 分钟, 放料入冷却槽制得白炭黑。

[0019] 实施例 2:

[0020] 本发明的一种用硅微粉制备白炭黑的方法是通过以下技术方案来实现的:

[0021] (1) 以微硅粉为原料, 按照水玻璃模数为 2, 二氧化硅含量 12wt%, 将微硅粉和烧碱或纯碱及水, 按照微硅粉和烧碱重量比为 2.0 : 1.0 或微硅粉和纯碱重量比为 2.0 : 1.0 及微硅粉和水重量比为 1.0 : 4.5 加入压力反应釜内, 在温度 100℃, 压力 5 大气压下, 反应 3 小时, 制得水玻璃液, 过滤, 得水玻璃;

[0022] (2) 一步法沉淀得白炭黑: 将水玻璃浓度配制为 20wt%, 硫酸或盐酸浓度配制为 20wt%, 控制水玻璃流速为 20 立方米 / 小时, 同时加入硫酸或盐酸到白炭黑沉淀反应釜, 调节酸流量让反应过程溶液 pH 在 5.5, 并维持该流速沉淀白炭黑, 或者先将水玻璃加入反应釜, 再按照 5 立方米 / 小时的流速加入硫酸或盐酸, 控制反应温度 60℃, 搅拌速度 45 转 / 分钟, 终点 Ph = 5.5, 沉淀出白炭黑;

[0023] (3) 制得的白炭黑过滤、洗涤后, 再浆化, 经喷雾干燥机在 200℃ 下干燥, 计量包装即获成品。

[0024] 该方法还可以采用多步法沉淀得白炭黑：在反应釜中加入至搅拌桨位置高度的水，搅拌下直接通蒸汽升温到 75℃，同时加入硫酸或盐酸和水玻璃；水玻璃的流量按 20 立方米 / 小时控制，硫酸或盐酸的流量以控制反应 pH = 9 为准进行调节；待反应釜中溶液体积达到反应釜体积的 11/20 后，升温至 85℃，继续向反应釜同时加入硫酸或盐酸和水玻璃；水玻璃的流量按 20 立方米 / 小时控制，硫酸或盐酸的流量以反应 pH 值在 4.25 为准进行调节控制；然后通蒸汽升温至 95℃，熟化 20 分钟，放料入冷却槽制得白炭黑。

[0025] 实施例 3：

[0026] 本发明的一种用硅微粉制备白炭黑的方法是通过以下技术方案来实现的：

[0027] (1) 以微硅粉为原料，按照水玻璃模数为 3.5，二氧化硅含量 15wt%，将微硅粉和烧碱或纯碱及水，按照微硅粉和烧碱重量比为 3.0 : 1.0 或微硅粉和纯碱重量比为 2.2 : 1.0 及微硅粉和水重量比为 1 : 9 加入压力反应釜内，在温度 180℃，压力 10 大气压，反应 5 小时，制得水玻璃液，过滤，得水玻璃；

[0028] (2) 一步法沉淀得白炭黑：将水玻璃浓度配制为 30wt%，硫酸或盐酸浓度配制为 30wt%，控制水玻璃流速为 30 立方米 / 小时，同时加入硫酸或盐酸到白炭黑沉淀反应釜，调节酸流量让反应过程溶液 pH 在 8.5，并维持该流速沉淀白炭黑，或者先将水玻璃加入反应釜，再按照 10 立方米 / 小时的流速加入硫酸或盐酸，控制反应温度 100℃，搅拌速度 80 转 / 分钟，终点 pH = 8.5，沉淀出白炭黑；

[0029] (3) 制得的白炭黑过滤、洗涤后，再浆化，经喷雾干燥机在 250℃ 下干燥，计量包装即获成品。

[0030] 该方法还可以采用多步法沉淀得白炭黑：在反应釜中加入至搅拌桨位置高度的水，搅拌下直接通蒸汽升温到 80℃，同时加入硫酸或盐酸和水玻璃；水玻璃的流量按 30 立方米 / 小时控制，硫酸或盐酸的流量以控制反应 pH 值在 10 为准进行调节；待反应釜中溶液体积达到反应釜体积的 2/3 后，升温至 90℃，继续向反应釜同时加入硫酸或盐酸和水玻璃；水玻璃的流量按 30 立方米 / 小时控制，硫酸或盐酸的流量以反应 pH 值在 4.5 为准进行调节控制；然后通蒸汽升温至 100℃，熟化 30 分钟，放料入冷却槽制得白炭黑。

[0031] 以上所述仅为本发明的三种具体实施例，但本发明的实施例并不局限于此，任何本领域的技术人员在本发明的领域内，所作的变化或修饰皆涵盖在本发明的保护范围之内。

[0032] 附本发明产品质量指标

[0033] 本发明产品质量指标完全符合 HG/3061-2009、

[0034] HG/T3062 ~ 3065-2009、HG/T3066 ~ 3073-2009 等标准要求，标准见下表 4-1、表 4-2、表 4-3、表 4-4：

[0035] 表 4-1：橡胶通用活性硅技术条件

[0036]

项 目	技术条件	备 注
二氧化硅含量 %	≥90	HG/T3061-2009
颜色	优于、等于标样	HG/T3062~3065-2009
筛余物 (45um) %	≤0.5	HG/T3066~3073-2009
加热减量 %	4.0~8.0	
灼烧减量 %	≤ 7.0	
pH值	5.0~8.0	
总含铜量, mg/kg	≤30	
总含锰量, mg/kg	≤40	
总含铁量, mg/kg	≤500	
DBP吸收值 ml/g	2.0~3.5	
硫酸盐 (以Na ₂ SO ₄ 计) %	≤0.5	
300%定伸应力 MPa	≥5.5	
扯断强度 MPa	≥19.0	
扯断伸长率 %	≥550	

[0037] 表 4-2 :牙膏专用活性硅 (增稠透明型)

[0038]

项目	技术条件	备注
二氧化硅含量	≥ 95	HG/T3061-1999
颜色	白色	HG/T3062 ~ 3065-1999
筛余物 (45 μ m) %	≤ 0.5	HG/T3066 ~ 3073-1999
加热减量 %	4.0 ~ 8.0	
灼烧减量 %	≤ 5.0	
PH 值	5.0 ~ 8.0	
吸水量 ml/20g	48 ~ 53	
折光指数 (N)	1.435 ~ 1.460	
DBP 吸收值 ml/g	2.5 ~ 3.5	
铅含量 ppm	20(10)	行业指标 (企业指标)
砷含量 ppm	3(2)	行业指标 (企业指标)

[0039] 表 4-3 :硅橡胶专用活性硅技术条件

[0040]

项目	技术条件	备注
二氧化硅含量	≥ 92	HG/T3061-1999
颜色	白色	HG/T3062 ~ 3065-1999
筛余物 (45 μm) %	≤ 0.5	HG/T3066 ~ 3073-1999
加热减量 %	4.0 ~ 8.0	
灼烧减量 %	≤ 7.0	
PH 值	6.0 ~ 8.0	
总含铜量 mg/kg	48 ~ 53	
总含铁量	$\leq 200\text{ppm}$	
DBP 吸收值 ml/g	2.0 ~ 2.5	
比表面积 m ² /g	150 ~ 250	行业指标 (企业指标)
平均粒径 μm	≤ 5	

[0041]

[0042] 表 4-4 :饲料载体用活性硅标准 Q/70890911-3.1-2002

[0043]

检验项目	指标值	备注
二氧化硅含量 %	≥ 95.5	
加热减量 %	≤ 8.0	
PH 值	5.0 ~ 8.0	
DBP 吸收值 cm ³ /g	2.00 ~ 3.50	
比表面积 (CTAB 法) m ² /g		
总铁含量 mg/kg	≤ 1000	
铜 mg/kg	≤ 10	
锰 mg/kg	≤ 10	
砷含量 mg/kg	≤ 2.0	

铅含量 mg/kg	≤ 10.0	
颜色	优于、等于标样	
细度 (110 目) 过筛 %	≥ 95	
硫酸钠 %	≤ 1.0	