(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 104891545 B
(45)授权公告日 2017.03.08

(21)申请号 201510270398.5
(22)申请日 2015.05.25
(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104891545 A
(43)申请公布日 2015.09.09
(73)专利权人 福建鸿丰纳米科技有限公司
地址 365401 福建省三明市宁化县湖村镇石板桥
(72)发明人 刘亚雄 邹林富 陶淘 陶裕兴
(74)专利代理机构 厦门市首创君合专利事务所有限公司 35204
代理人 李雁翔
(51)Int.Cl.
C01F 11/18(2006.01)
B82Y 30/00(2011.01)

审查员 白婧

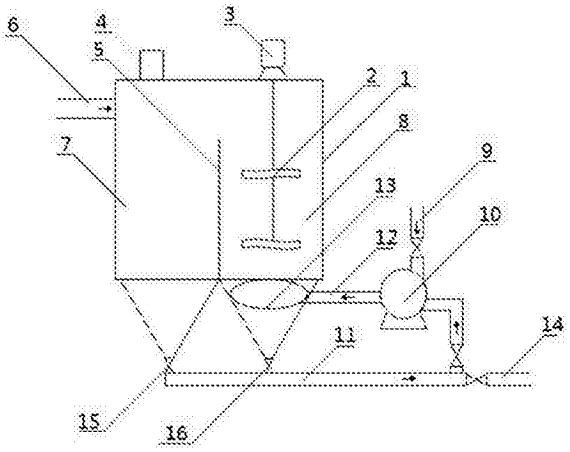
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

纳米碳酸钙生产的碳化反应装置及方法

(57)摘要

本发明公开了一种纳米碳酸钙的碳化反应装置及方法，碳化反应装置包括$Ca(OH)_2$浆料进料管、碳化塔、搅拌器、环形气液分布器、CO_2气体进气管和乳化分散机；所述碳化反应方法为：①将$Ca(OH)_2$浆料送入碳化塔的回流区，②将$Ca(OH)_2$浆料不断送入乳化分散机中与CO_2气体混合反应，然后进入碳化塔的反应区；③混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行碳化及乳化分散；④加入分散剂，混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行二次碳化及乳化分散；⑤停止通入CO_2反应和乳化分散机的运行，制得纳米碳酸钙熟浆。应用该纳米碳酸钙的碳化反应装置及方法，碳化反应速度快、效率高、效果好，投资少，成本低。



CN 104891545 B

1.纳米碳酸钙生产的碳化反应方法，其特征在于，应用如下的碳化反应装置：包括$Ca(OH)_2$浆料进料管、碳化塔、搅拌器、环形气液分布器、CO_2气体进气管和乳化分散机；所述碳化塔的内部空腔中设有隔板，隔板将碳化塔的内部空腔分割为反应区和回流区，隔板与碳化塔的底部和两侧封闭连接，隔板与碳化塔的顶部之间设有开口，所述$Ca(OH)_2$浆料进料管与碳化塔的回流区相连通，碳化塔的回流区的顶部设有排气口，搅拌器设置于碳化塔的反应区内，环形气液分布器设置于碳化塔的反应区内搅拌器的下方；所述碳化塔的反应区的底部和回流区的底部分别设有出料口，回流区底部出料口、反应区底部出料口分别设有阀门，回流区的底部出料口、反应区的底部出料口均通过送料管与乳化分散机相连接，CO_2气体进气管与乳化分散机相连接，乳化分散机还通过回流管与环形气液分布器相连接；

按照以下步骤实施：

①从$Ca(OH)_2$浆料进料管将调配好的$Ca(OH)_2$浆料送入碳化塔的回流区中；

②打开碳化塔的回流区底部出料口的阀门，开启乳化分散机，将碳化塔的回流区中的$Ca(OH)_2$浆料从回流区的底部出料口抽出并不断送入乳化分散机中，同时从CO_2气体进气管将CO_2气体通入乳化分散机中与$Ca(OH)_2$浆料进行混合和反应，用乳化分散机进行乳化分散后，通过回流管将混合浆料不断送至环形气液分布器中，混合浆料经环形气液分布器分散后进入碳化塔的反应区继续反应，开启搅拌器不断搅拌；

③当碳化塔的回流区中的$Ca(OH)_2$浆料抽送完后，关闭回流区底部出料口的阀门，打开反应区底部出料口的阀门，将碳化塔的反应区中的混合浆料从反应区的底部出料口抽出并不断送入乳化分散机中，继续将CO_2气体通入乳化分散机中与混合浆料进行混合和反应，用乳化分散机进行乳化分散后，通过回流管将混合浆料不断送至环形气液分布器中，混合浆料经环形气液分布器分散后进入碳化塔的反应区继续反应，混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行碳化及乳化分散；

④当碳化到pH＝8～9时，停止CO_2气体的通入和乳化分散机的运行；向碳化塔的反应区内的混合浆料中加入分散剂，不断搅拌并再次开启乳化分散机对混合浆料进行循环乳化分散，当检测平均粒径D50≤0.5μm，再次向乳化分散机中通入CO_2气体与混合浆料进行混合及反应，用乳化分散机进行乳化分散后，通过回流管将混合浆料不断送至环形气液分布器中，混合浆料经环形气液分布器分散后回到碳化塔的反应区继续反应，混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行二次碳化及乳化分散；

⑤当pH＝7～7.5时，停止通入CO_2反应和乳化分散机的运行，制得纳米碳酸钙熟浆。

2.根据权利要求1所述纳米碳酸钙生产的碳化反应方法，其特征在于：所述步骤④中分散剂为聚羧酸钠盐分散剂。

纳米碳酸钙生产的碳化反应装置及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及纳米碳酸钙生产技术领域，具体涉及一种纳米碳酸钙生产的碳化反应装置及方法。

背景技术

[0002] 纳米碳酸钙是20世纪80年代发展起来的一种新型超细固体粉末材料，其粒度介于0.01～0.1μm之间。由于纳米碳酸钙粒子的超细化，其晶体结构和表面电子结构发生变化，产生了普通碳酸钙所不具有的量子尺寸效应、小尺寸效应、表面效应和宏观量子效应，可广泛用于塑料、橡胶、油漆、油墨、密封胶粘材料、涂料等领域。

[0003] 根据碳化反应按不同的生产工艺及碳化设备，纳米碳酸钙的生产工艺可分为鼓泡碳化法、搅拌式碳化法、喷雾碳化、超重力碳化法、膜分散微结构反应器碳化等。

[0004] (1)间歇鼓泡碳化法

[0005] 间歇鼓泡碳化法是从塔底通入CO_2混合气体，鼓泡向上，进行碳化反应生成碳酸钙。这种方法的气液接触效果差，工艺条件难控制，产品的粒度不均匀，碳化比表面积不稳定，碳化时间长，在反应过程中容易产生包裹现象，导致产品返碱，影响产品质量。

[0006] (2)搅拌式碳化法

[0007] 间歇搅拌式碳化法也称釜式碳化法，是在有搅拌下进行碳化反应，通过控制反应温度、浓度、搅拌速度、添加剂等条件间歇制备超细$CaCO_3$。目前国内纳米碳酸钙厂家，大多采用这种带搅拌，是对鼓泡碳化法的改良，反应较均匀，该法设备投资大，强力搅拌需要的能耗较大，操作较复杂，由于机械搅拌的塔径比小，CO_2吸收不充分，碳化比表面积不稳定。

[0008] (3)超重力碳化法

[0009] 超重力碳化法利用旋转产生的比地球重力加速度大得多的重力环境，在分子尺度上有效控制碳化反应和结晶过程，制得粒度小、分布均匀的纳米粉体碳酸钙。但其技术复杂，设备投资和能耗较大，操作控制困难，反应装置小，生产能力小，生产成本大。

[0010] (4)多级喷雾碳化法

[0011] 由多级喷雾碳化法制备的$CaCO_3$产品的粒度细小且均匀，平均粒径在30-40nm范围内，微粒晶型可以调节控制。不足之处是设备投资较大，喷头容易堵塞，技术较复杂，操作难度大，不适合生产，工业应用推广受到限制。

[0012] (5)膜分散微结构反应器碳化

[0013] 膜分散微结构反应器是用孔径为几微米或几十微米的膜材料作为分散介质，通过强化微观混合促进传质和反应的快速进行，使制备的碳酸钙粒径小且分布均匀。但是膜分散微结构反应器碳化存在着成本高，设备容易堵塞，工业化生产困难的问题。

[0014] 传统的纳米碳酸钙碳化方法存在反应时间长、反应的固含量过低、生产能力小、生产过程难以控制、生成的产品粒子分散性差等缺点。研究具有投资少、易于操作，反应快速、高效的碳化反应方法，生产高性能纳米碳酸钙品种，提高我国的纳米碳酸钙生产技术水平，具有重要的意义。

发明内容

[0015] 本发明所解决的技术问题是针对传统的纳米碳酸钙碳化方法存在的不足，提供一种反应速度快、效率高、效果好，易于操作，制备的粒子分散性好、吸油值低的纳米碳酸钙生产的碳化反应装置及方法。应用本发明所述装置和方法，设备投资和能耗较小，能降低纳米碳酸钙的生产成本，提高纳米碳酸钙的生产效率和产品质量。

[0016] 本发明所采用的技术方案是：纳米碳酸钙生产的碳化反应装置，包括$Ca(OH)_2$浆料进料管、碳化塔、搅拌器、环形气液分布器、CO_2气体进气管和乳化分散机；所述碳化塔的内部空腔中设有隔板，隔板将碳化塔的内部空腔分割为反应区和回流区，隔板与碳化塔的底部和两侧封闭连接，隔板与碳化塔的顶部之间设有开口，所述$Ca(OH)_2$浆料进料管与碳化塔的回流区相连通，碳化塔的回流区的顶部设有排气口，搅拌器设置于碳化塔的反应区内，环形气液分布器设置于碳化塔的反应区内搅拌器的下方；所述碳化塔的反应区的底部和回流区的底部分别设有出料口，回流区底部出料口、反应区底部出料口分别设有阀门，回流区的底部出料口、反应区的底部出料口均通过送料管与乳化分散机相连接，CO_2气体进气管与乳化分散机相连接，乳化分散机还通过回流管与环形气液分布器相连接。

[0017] 应用所述碳化反应装置的纳米碳酸钙生产的碳化反应方法，按照以下步骤实施：

[0018] ①从$Ca(OH)_2$浆料进料管将调配好的$Ca(OH)_2$浆料送入碳化塔的回流区中；

[0019] ②打开碳化塔的回流区底部出料口的阀门，开启乳化分散机，将碳化塔的回流区中的$Ca(OH)_2$浆料从回流区的底部出料口抽出并不断送入乳化分散机中，同时从CO_2气体进气管将CO_2气体通入乳化分散机中与$Ca(OH)_2$浆料进行混合和反应，用乳化分散机进行乳化分散后，通过回流管将混合浆料不断送至环形气液分布器中，混合浆料经环形气液分布器分散后进入碳化塔的反应区继续反应，开启搅拌器不断搅拌；

[0020] ③当碳化塔的回流区中的$Ca(OH)_2$浆料抽送完后，关闭回流区底部出料口的阀门，打开反应区底部出料口的阀门，将碳化塔的反应区中的混合浆料从反应区的底部出料口抽出并不断送入乳化分散机中，继续将CO_2气体通入乳化分散机中与混合浆料进行混合和反应，用乳化分散机进行乳化分散后，通过回流管将混合浆料不断送至环形气液分布器中，混合浆料经环形气液分布器分散后进入碳化塔的反应区继续反应，混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行碳化及乳化分散；

[0021] ④当碳化到$pH=8\sim9$时，停止CO_2气体的通入和乳化分散机的运行；向碳化塔的反应区中的混合浆料中加入分散剂，不断搅拌并再次开启乳化分散机对混合浆料进行循环乳化分散，当检测平均粒径$D50\leq0.5\mu m$，再次向乳化分散机中通入CO_2气体与混合浆料进行混合及反应，用乳化分散机进行乳化分散后，通过回流管将混合浆料不断送至环形气液分布器中，混合浆料经环形气液分布器分散后回到碳化塔的反应区继续反应，混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行二次碳化及乳化分散；

[0022] ⑤当$pH=7\sim7.5$时，停止通入CO_2反应和乳化分散机的运行，制得纳米碳酸钙熟浆。

[0023] 所述步骤④中分散剂为聚羧酸钠盐分散剂。

[0024] 本发明的有益效果是：1、本发明所述纳米碳酸钙生产的碳化反应装置设置具有隔板的复合式碳化塔、搅拌器、环形气液分布器等结构，在碳化过程中，通过乳化分散机强烈

的乳化分散从而提高反应速度，使CO_2和$Ca(OH)_2$之间的剧烈反应，在反应过程中气体、液体和固体颗粒彼此同时在强烈的湍流和充分接触反应，促进了大量的$CaCO_3$粒子均相成核，成核速度快，成核数目多，生成的$CaCO_3$粒子非常细小且均匀，没有吸收的CO_2气体循环回到带搅拌的碳化塔充分吸收，大大提高了碳化效果；2、本发明的碳化塔中间采用隔板，将碳化塔分隔为反应区和回流区，隔板与碳化塔的顶部之间设有开口，$Ca(OH)_2$浆料放置在回流区内，经乳化分散机乳化分散后的混合浆料返回到反应区，能防止气液返混，有利于混合浆料在反应区进行彻底反应，而气泡能从隔板与碳化塔顶部之间的开口进入回流区进行消除，有利于乳化分散机抽浆；3、本发明所述反应方法步骤④中向碳化塔内的混合浆料中加入分散剂后进行二次碳化和乳化分散，可降低混合浆料的粘度，提高浆料在乳化分散机中的研磨乳化效果，提高碳酸钙粒子的分散性，加快反应的进行，提高反应效果，即有效提高了碳化效率和碳化效果；4、本发明在碳化塔的反应区的搅拌器下方设置环形气液分布器，能更加均匀地分散浆料，有利于反应彻底进行；5、应用本发明所述装置和方法，设备投资和能耗较小，能降低纳米碳酸钙的生产成本，提高纳米碳酸钙的生产效率和产品质量。

附图说明

[0025] 图1为本发明纳米碳酸钙生产的碳化反应装置的结构示意图。

[0026] 符号说明：1—碳化塔；2—搅拌器；3—驱动电机；4—排气口；5—隔板；6—$Ca(OH)_2$浆料进料管；7—回流区；8—反应区；9—CO_2气体进气管；10—乳化分散机；11—送料管；12—回流管；13—环形气液分布器；14—出料管；15—阀门A；16—阀门B。

具体实施方式

[0027] 下面结合附图与具体实施对本发明做进一步的说明。

[0028] 一种纳米碳酸钙生产的碳化反应装置，如图1所示，包括$Ca(OH)_2$浆料进料管6、碳化塔1、搅拌器2、环形气液分布器13、CO_2气体进气管9和乳化分散机10。所述碳化塔1的内部空腔中设有隔板5，隔板5将碳化塔1的内部分割为反应区8和回流区7，隔板5与碳化塔1的底部和两侧封闭连接，隔板5与碳化塔1的顶部之间设有开口，所述$Ca(OH)_2$浆料进料管6与碳化塔1的回流区相连通，碳化塔1的回流区的顶部设有排气口4，搅拌器2设置于碳化塔1的反应区7内，搅拌器2的上端与驱动电机3相连接，环形气液分布器13设置于碳化塔1的反应区8内搅拌器2的下方。所述碳化塔1的反应区8的底部和回流区7的底部分别设有出料口，回流区7底部出料口设有阀门A15，反应区8底部出料口设有阀门B16，回流区7的底部出料口、反应区8的底部出料口均通过送料管11与乳化分散机10相连接，CO_2气体进气管9与乳化分散机10相连接，乳化分散机10还通过回流管12与环形气液分布器13相连接。所述送料管11还与出料管14相连接。

[0029] 应用上述碳化反应装置的纳米碳酸钙生产的碳化反应方法，按照以下步骤实施：

[0030] ①从$Ca(OH)_2$浆料进料管6将调配好的$Ca(OH)_2$浆料送入碳化塔1的回流区中7；

[0031] ②打开碳化塔1的回流区7底部出料口的阀门A15，开启乳化分散机10，将碳化塔1的回流区7中的$Ca(OH)_2$浆料从回流区7的底部出料口抽出并不断送入乳化分散机10中，同时从CO_2气体进气管9将CO_2气体通入乳化分散机10中与$Ca(OH)_2$浆料进行混合和反应，用乳化分散机10进行乳化分散后，通过回流管12将混合浆料不断送至环形气液分布器13中，混

合浆料经环形气液分布器13分散后进入碳化塔1的反应区8继续反应，开启搅拌器2不断搅拌；

[0032] ③当碳化塔1的回流区7中的$Ca(OH)_2$浆料抽送完后，关闭回流区底部出料口的阀门A15，打开反应区8底部出料口的阀门B16，将碳化塔1的反应区8中的混合浆料从反应区8的底部出料口抽出并不断送入乳化分散机10中，继续将CO_2气体通入乳化分散机10中与混合浆料进行混合和反应，用乳化分散机10进行乳化分散后，通过回流管12将混合浆料不断送至环形气液分布器13中，混合浆料经环形气液分布器13分散后进入碳化塔1的反应区8继续反应，混合浆料在碳化塔1和乳化分散机10之间不断循环进行碳化及乳化分散；

[0033] ④当碳化到pH＝8～9时，停止CO_2气体的通入和乳化分散机10的运行；向碳化塔1的反应区8内的混合浆料中加入聚羧酸钠盐分散剂，不断搅拌并再次开启乳化分散机10对混合浆料进行循环乳化分散，当检测平均粒径D50≤0.5μm，再次向乳化分散机10中通入CO_2气体与混合浆料进行混合及反应，用乳化分散机10进行乳化分散后，通过回流管12将混合浆料不断送至环形气液分布器13中，混合浆料经环形气液分布器13分散后回到碳化塔1的反应区8继续反应，混合浆料在碳化塔和乳化分散机之间不断循环进行二次碳化及乳化分散；

[0034] ⑤当pH＝7～7.5时，停止通入CO_2反应和乳化分散机的运行，制得纳米碳酸钙熟浆，制得的纳米碳酸钙熟浆可从出料管14排出。

[0035] 采用所述装置和方法的碳化反应速度快、效率高、效果好，易于操作，制备的粒子分散性好、吸油值低。应用本发明所述装置和方法，设备投资和能耗较小，能降低纳米碳酸钙的生产成本，提高纳米碳酸钙的生产效率和产品质量。

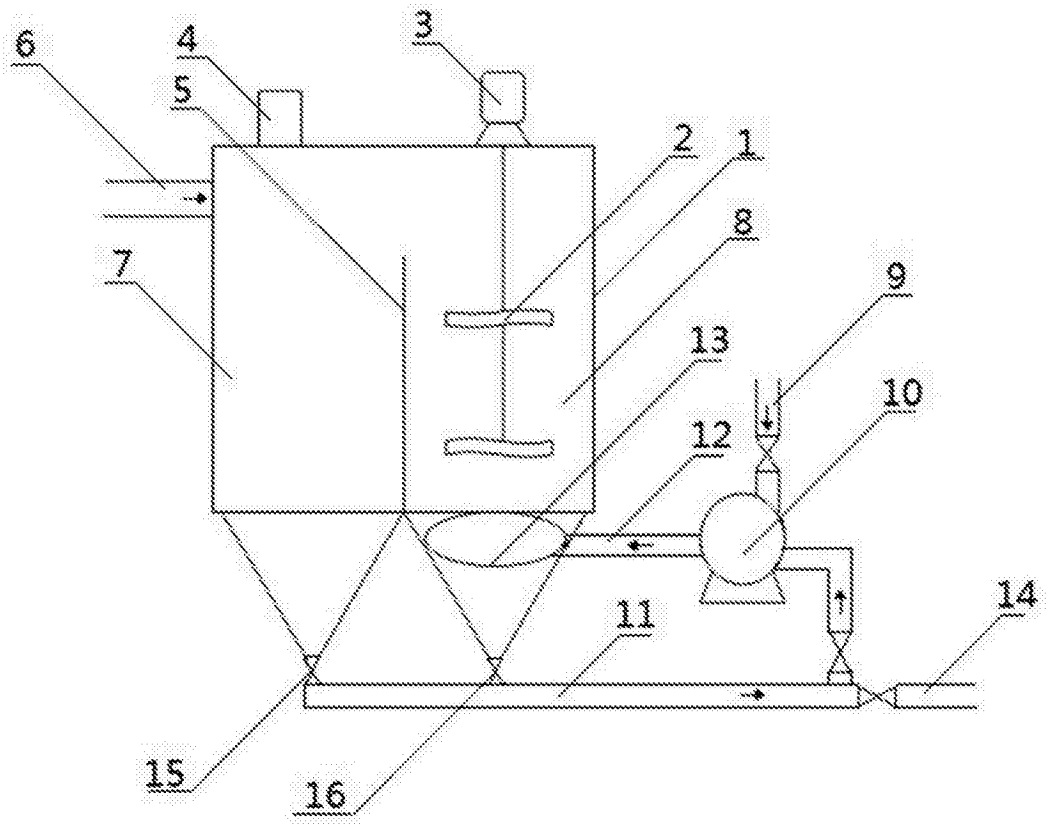


图1