



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106976898 B

(45)授权公告日 2018.06.26

(21)申请号 201710373093.6

(56)对比文件

(22)申请日 2017.05.24

CN 103408053 A, 2013.11.27,

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 兰瑾耀

申请公布号 CN 106976898 A

(43)申请公布日 2017.07.25

(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 邹林富 刘亚雄 雷水根

(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)

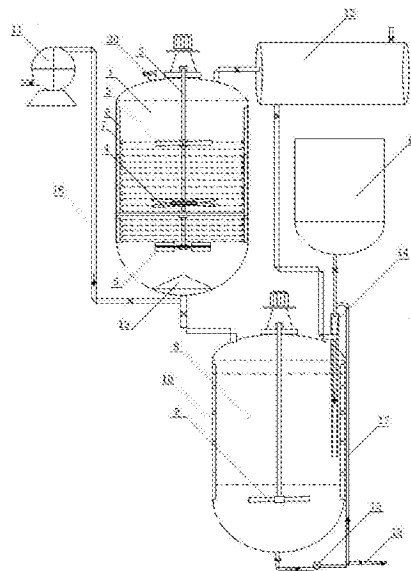
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法

(57)摘要

本发明公开了一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,应用如下装置:包括水环空压机、一次碳化塔、气体分布器、一次碳化搅拌装置、储气罐、二次碳化塔、二次碳化搅拌装置、循环乳化泵、氢氧化钙储罐、文丘里喷射器等机构,具体操作步骤包括一次碳化、循环乳化吸入CO₂气体、加入氢氧化钙浆料和二次循环碳化。应用本发明的方法制备的碳酸钙可控制粒径介于80~200nm,产品晶形一致,形貌为规整立方状,且团聚粒子少、分散性好、粒径分布窄、吸油值较低。



1. 一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,其特征在于,应用如下装置:包括水环空压机、一次碳化塔、气体分布器、一次碳化搅拌装置、储气罐、二次碳化塔、二次碳化搅拌装置、循环乳化泵、氢氧化钙储罐、文丘里喷射器,气体分布器设置于一次碳化塔内并位于一次碳化塔的底部,水环空压机通过进气管与气体分布器相连接,一次碳化搅拌装置设置于一次碳化塔内,一次碳化塔的顶部通过管道与储气罐相连接,氢氧化钙储罐通过管道与文丘里喷射器相连接,文丘里喷射器与二次碳化塔相连接,储气罐通过管道与文丘里喷射器相连接,二次碳化塔的底部与循环乳化泵相连接,循环乳化泵通过循环管道与文丘里喷射器相连接;

具体操作步骤如下:

①将温度为 $10\sim 30^{\circ}\text{C}$ 、质量百分浓度为 $5\sim 13\%$ 的氢氧化钙浆料输入一次碳化塔中,然后通过水环空压机将 CO_2 气体输入一次碳化塔中,同时开启一次碳化搅拌装置进行搅拌混合,进行一次碳化反应,当碳化到浆液的 $\text{pH}=7.2\sim 9$ 时,停止通入 CO_2 气体,制得粒径为 $40\sim 80\text{nm}$ 的纳米碳酸钙浆液,将一次碳化反应剩余的 CO_2 气体抽入储气罐;

②将步骤①制得的纳米碳酸钙浆液输送入二次碳化塔中,开启循环乳化泵将二次碳化塔中的浆液连续输入文丘里喷射器,由文丘里喷射器喷回二次碳化塔内,并产生负压将储气罐中的 CO_2 气体吸入文丘里喷射器,将氢氧化钙储罐中的氢氧化钙浆料加入文丘里喷射器中,与循环浆液、 CO_2 气体混合一起喷入二次碳化塔中,进行二次碳化反应,二次碳化塔中混合浆液的 pH 值控制在 $9\sim 12$ 之间;

③当氢氧化钙浆料加完后,继续开启乳化循环泵进行抽浆,使二次碳化塔中的混合浆液连续输入文丘里喷射器,并将储气罐中的 CO_2 气体吸入文丘里喷射器,由文丘里喷射器喷回二次碳化塔内,使混合浆液在二次碳化塔、循环乳化泵、文丘里喷射器之间不断循环进行碳化、乳化,当碳化到浆液的 $\text{pH}=7\sim 7.5$ 时,停止通入 CO_2 气体,制得碳酸钙浆料;

④将步骤③制得的碳酸钙浆料,经压滤、干燥、粉碎,制得粒径为 $80\sim 200\text{nm}$,形貌为规整立方状的碳酸钙产品。

2. 根据权利要求1所述的一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,其特征在于:所述一次碳化搅拌装置包括搅拌轴、上部桨叶、四叶螺旋桨和高速分散盘,上部桨叶、四叶螺旋桨和高速分散盘均安装在搅拌轴上且自上而下排列。

3. 根据权利要求1或2所述的一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,其特征在于:所述一次碳化塔的内壁上设有挡板和冷却盘管,所述二次碳化塔的内壁上也设有挡板。

一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及超细碳酸钙生产技术领域,具体涉及一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法。

背景技术

[0002] 纳米碳酸钙作为一种新型的功能性填料,用于塑料、橡胶、涂料、密封胶、油墨、造纸等领域,其性的优劣,与其化学成分、晶体形状、粒度分布、空间结构、分散性能等参数有关,但是普遍存在着:颗粒发育不完整、结晶不完全、形貌不规整、粒径分布宽等问题,导致在应用中易团聚,不能体现出良好的补强性。

[0003] 目前碳酸钙的工业制备方法,一般采用多采用石灰石煅烧氧化钙,通过消化反应生成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$,同时控制温度和浓度,通入 CO_2 ,用此方法制备粒径小于80nm的立方体碳酸钙技术已经成熟,但是由于粒径小于80nm的碳酸钙由于粒径小、团聚力强,反而会形成大的二次粒子,从而纳米效果得不到发挥。国内生产粒径为300~3000nm轻质碳酸钙的技术也非常成熟,但是轻质碳酸钙的晶形为纺梭形、针形、柱形等,吸油值高,粒径大,补强性能差。

[0004] 如果采用常规方法和装置生产80~200nm的碳酸钙,必然会出现立方体、柱状、纺梭形、针形等杂乱的混合晶体,团聚严重,影响碳酸钙的使用性能,造成分散性不好,吸油值大。

发明内容

[0005] 为克服现有技术的不足,本发明提供一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,应用该方法生产的碳酸钙颗粒表面形貌规整,分散性能好,且吸油值较低。

[0006] 本发明所采用的技术方案是:一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,应用如下装置:包括水环空压机、一次碳化塔、气体分布器、一次碳化搅拌装置、储气罐、二次碳化塔、二次碳化搅拌装置、循环乳化泵、氢氧化钙储罐、文丘里喷射器,气体分布器设置于一次碳化塔内并位于一次碳化塔的底部,水环空压机通过进气管与气体分布器相连接,一次碳化搅拌装置设置于一次碳化塔内,一次碳化塔通过管道与储气罐相连接,氢氧化钙储罐通过管道与文丘里喷射器相连接,文丘里喷射器与二次碳化塔相连接,储气罐通过管道与文丘里喷射器相连接,二次碳化塔的底部与循环乳化泵相连接,循环乳化泵通过循环管道与文丘里喷射器相连接;

[0007] 具体操作步骤如下:

[0008] ①将温度为10~30℃、质量百分浓度为5~13%的氢氧化钙浆料输入一次碳化塔中,然后通过水环空压机将 CO_2 气体输入一次碳化塔中,同时开启一次碳化搅拌装置进行搅拌混合,进行一次碳化反应,当碳化到浆液的 $\text{pH}=7.2\sim 9$ 时,停止通入 CO_2 气体,制得粒径为40~80nm的纳米碳酸钙浆液,将一次碳化反应剩余的 CO_2 气体抽入储气罐;

[0009] ②将步骤①制得的纳米碳酸钙浆液输送入二次碳化塔中,开启循环乳化泵将二次碳化塔中的浆液连续输入文丘里喷射器,由文丘里喷射器喷回二次碳化塔内,并产生负压

将储气罐中的CO₂气体吸入文丘里喷射器,将氢氧化钙储罐中的氢氧化钙浆料加入文丘里喷射器中,与循环浆液、CO₂气体混合一起喷入二次碳化塔中,进行二次碳化反应,二次碳化塔中混合浆液的pH值控制在9~12之间;

[0010] ③当氢氧化钙浆料加完后,继续开启乳化循环泵进行抽浆,使二次碳化塔中的混合浆液连续输入文丘里喷射器,并将储气罐中的CO₂气体吸入文丘里喷射器,由文丘里喷射器喷回二次碳化塔内,使混合浆液在二次碳化塔、循环乳化泵、文丘里喷射器之间不断循环进行碳化、乳化,当碳化到浆液的pH=7~7.5时,停止通入CO₂气体,制得碳酸钙浆料;

[0011] ④将步骤③制得的碳酸钙浆料,经压滤、干燥、粉碎,制得粒径为80~200nm,形貌为规整立方状的碳酸钙产品。

[0012] 所述一次碳化搅拌装置包括搅拌轴、上部桨叶、四叶螺旋桨和高速分散盘,上部桨叶、四叶螺旋桨和高速分散盘均安装在搅拌轴上且自上而下排列。

[0013] 所述一次碳化塔的内壁上设有挡板和冷却盘管,所述二次碳化塔的内壁上也设有挡板。

[0014] 本发明的有益效果是:1、本发明通过设置一次碳化塔、一次碳化搅拌装置、储气罐、二次碳化塔、二次碳化搅拌装置、文丘里喷射器、循环乳化泵等装置,在一次碳化反应制得的纳米碳酸钙浆液流入二次碳化塔中,通过循环乳化泵进将二次碳化塔中的浆液连续进入文丘里喷射器,由文丘里喷射器喷回二次碳化塔内,并产生负压将储气罐中的CO₂气体吸入文丘里喷射器,与此同时将氢氧化钙储罐中的氢氧化钙浆料加入文丘里喷射器,与循环浆液、CO₂气体混合喷入二次碳化塔中,使混合浆液在二次碳化塔、循环乳化泵、文丘里喷射器之间不断循环进行碳化、乳化,不但大大提高了碳化效果,而且制得的碳酸钙的粒径介于80~200nm,形貌为规整立方状;2、本发明通过设置包括搅拌轴、上部桨叶、四叶螺旋桨和高速分散盘的一次碳化搅拌装置,碳化反应时能使CO₂气体快速的溶解在浆液中,同时具有高速的剪切、撞击、粉碎、分散,以便达到迅速混合、溶解、分散、细化的状态,提高碳化效果;3、本发明通过在二次碳化塔的底部连接循环乳化泵,且循环乳化泵通过循环管道与文丘里喷射器相连接,能使浆液循环形成强大的动力,使Ca(OH)₂粒子和CO₂气体进行充分混合、粉碎和乳化,同时经文丘里喷射器时产生吸力,吸收一次碳化反应剩余的CO₂尾气,提高CO₂的吸收效率,使整个反应过程碳酸钙颗粒的晶形一致,粒径增长速度均一;4、应用发明生产碳酸钙,可连续碳化生产,且可控制备碳酸钙的粒径介于80~200nm,碳酸钙团聚粒子少,分散性好,形貌规整,且吸油值较低。

附图说明

[0015] 图1为本发明应用的装置的结构示意图。

[0016] 附图标记编号说明:1—一次碳化塔;2—搅拌轴;3—上部桨叶;4—四叶螺旋桨;5—高速分散盘;6—挡板A;7—冷却盘管;8—二次碳化塔;9—二次碳化搅拌装置;10—挡板B;11—水环空压机;12—储气罐;13—氢氧化钙储罐;14—文丘里喷射器;15—循环乳化泵;16—进气管;17—循环管道;18—出料管;19—气体分布器;20—进料口。

具体实施方式

[0017] 下面结合附图与具体实施例对本发明做进一步说明。

[0018] 本发明的实施例,一种连续碳化生产粒径可控碳酸钙的方法,应用如下装置:如图1所示,包括水环空压机11、一次碳化塔1、气体分布器19、一次碳化搅拌装置、储气罐12、二次碳化塔8、二次碳化搅拌装置9、循环乳化泵15、氢氧化钙储罐13、文丘里喷射器14等机构。气体分布器19设置于一次碳化塔1内并位于一次碳化塔1的底部,水环空压机11通过进气管16与气体分布器19相连接,一次碳化搅拌装置设置于一次碳化塔1内。所述一次碳化塔1上设有进料口20,一次碳化塔1通过管道与储气罐12相连接,氢氧化钙储罐13通过管道与文丘里喷射器14相连接,文丘里喷射器14与二次碳化塔8相连接,储气罐12通过管道与文丘里喷射器14相连接,二次碳化塔8的底部与循环乳化泵15相连接,循环乳化泵15通过循环管道17与文丘里喷射器14相连接,循环管道17还与出料管18相连接。所述一次碳化搅拌装置设置于一次碳化塔1内,一次碳化搅拌装置包括搅拌轴2、上部桨叶3、四叶螺旋桨4和高速分散盘5,上部桨叶3、四叶螺旋桨4和高速分散盘5均安装在搅拌轴2上且自上而下排列。一次碳化塔1的顶部通过管道与储气罐12相连接。所述一次碳化塔1的内壁上设有挡板A6和冷却盘管7,所述二次碳化塔8的内壁上也设有挡板B10。

[0019] 具体操作步骤如下:

[0020] ①将温度为 $10\sim 30^{\circ}\text{C}$ 、质量百分浓度为 $5\sim 13\%$ 的氢氧化钙浆料从进料口20输入一次碳化塔1中,然后通过水环空压机11将 CO_2 气体输入一次碳化塔1中,同时开启一次碳化搅拌装置进行搅拌混合,进行一次碳化反应,当碳化到浆液的 $\text{pH}=7.2\sim 9$ 时,停止通入 CO_2 气体,制得粒径为 $40\sim 80\text{nm}$ 的纳米碳酸钙浆液,将一次碳化反应剩余的 CO_2 气体抽入储气罐12;

[0021] ②将步骤①制得的纳米碳酸钙浆液输送入二次碳化塔8中,开启循环乳化泵15将二次碳化塔8中的浆液连续输入文丘里喷射器14,由文丘里喷射器14喷回二次碳化塔8内,并产生负压将储气罐12中的 CO_2 气体吸入文丘里喷射器14,将氢氧化钙储罐13中的氢氧化钙浆料加入文丘里喷射器14,与循环浆液、 CO_2 气体混合喷入二次碳化塔8中,进行二次碳化反应,二次碳化塔8中混合浆液的 pH 值控制在 $9\sim 12$ 之间;

[0022] ③当氢氧化钙浆料加完后,继续开启乳化循环泵15进行抽浆,使二次碳化塔8中的混合浆液连续输入文丘里喷射器14,并将储气罐12中的 CO_2 气体吸入文丘里喷射器14,由文丘里喷射器14喷回二次碳化塔8内,使混合浆液在二次碳化塔8、循环乳化泵15、文丘里喷射器14之间不断循环进行碳化、乳化,当碳化到浆液的 $\text{pH}=7\sim 7.5$ 时,停止通入 CO_2 气体,制得碳酸钙浆料;

[0023] ④将步骤③制得的碳酸钙浆料,经压滤、干燥、粉碎,制得粒径为 $80\sim 200\text{nm}$,形貌为规整立方状的碳酸钙产品。

[0024] 上述实施例仅为本发明的具体实施方式,但本发明的设计构思并不局限于此,凡利用此构思对本发明进行非实质性的改动,均应属于本发明的保护范围。

