



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102350291 A

(43) 申请公布日 2012. 02. 15

(21) 申请号 201110257630. 3

(22) 申请日 2011. 09. 02

(71) 申请人 中国日用化学工业研究院

地址 030001 山西省太原市文源巷 34 号

(72) 发明人 任真 王玲玲 郭建平 赵永红

李玉霞

(74) 专利代理机构 太原科卫专利事务所（普通
合伙） 14100

代理人 戎文华

(51) Int. Cl.

B01J 19/18(2006. 01)

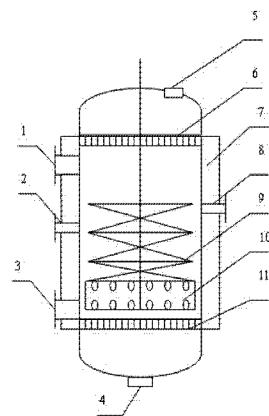
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种用于气相法改性纳米粉体的反应器

(57) 摘要

一种用于气相法改性纳米粉体的反应器是包括上层挡板、下层支撑板和搅拌装置；所述上层挡板是采用高温微孔陶瓷板结构，其孔径： $10\text{--}200 \mu\text{m}$ ；开孔率： $30\text{--}50\%$ ；透气率 $\leq 2.5 \text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ ；耐热温度： 800°C ；所述下层支撑板是采用高温微孔陶瓷板结构，其孔径： $10\text{--}500 \mu\text{m}$ ；开孔率： $30\text{--}50\%$ ；透气率 $\leq 2.5 \text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ ；耐热温度： 800°C ；所述搅拌装置是位于上层挡板和下层支撑板之间，由第一搅拌器和第二搅拌器两级搅拌器轴连接构成。本发明通过控制改性剂用量、改性温度和时间，实现了对纳米粉体颗粒的改性，解决了目前纳米材料改性不均匀，不可控的问题。



1. 一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,包括上层挡板、下层支撑板和搅拌装置;
所述上层挡板(6)是高温微孔陶瓷板结构,其孔径:10~200 μm;开孔率:30~50%;透
气率≤ 2.5 m³/m²·h;耐热温度:800° C;
所述下层支撑板(11)是高温微孔陶瓷板结构,其孔径:10~500 μm;开孔率:30~50%;
透气率≤ 2.5 m³/m²·h;耐热温度:800° C;
所述搅拌装置是位于上层挡板(6)和下层支撑板(11)间,由第一搅拌器(9)和第二搅
拌器(10)两级搅拌器同轴连接构成。
2. 如权利要求1 所述的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,所述纳米粉体是氧化
锌、氧化镁、碳酸钙、二氧化钛和二氧化硅中的一种。
3. 如权利要求1 所述的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,所述第一搅拌器(9)
是螺带搅拌器,位于第二搅拌器(10)的上面。
4. 如权利要求3 所述的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,所述螺带搅拌器是釜
体高度的1/2~2/3,长径比为1.5~3。
5. 如权利要求3 所述的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,所述第二搅拌器
(10)是桨式搅拌器,位于下层支撑板(11)上的中轴线上。
6. 如权利要求5 所述的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,所述桨式搅拌器是
与反应器内壁的间隙是3~10 cm。
7. 如权利要求5 所述的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,所述桨式搅拌器的桨
叶上设置有小孔,所述小孔直径为5~10cm,开孔率为30%~50%。

一种用于气相法改性纳米粉体的反应器

技术领域

[0001] 本发明与一种纳米粉体材料改性的装置有关,进一步地说,是包括反应釜、电加热套、进出料口、进出气口和搅拌装置的一种气相法改性纳米粉体的反应器。

背景技术

[0002] 在纳米材料的制备分级及应用过程中,为提高粉体的分散性而进行的分散处理,为提高粉体的活性及相容性而进行的活化处理,以及为提高粉体的使用功能而进行的离子复合处理,通常称为纳米材料的表面改性处理。对粉碎后的产品进行表面改性处理,属于干法改性,即将纳米粉体与改性剂加入改性设备内,在一定温度下采用机械方式进行搅拌,使其在混合过程中表面改性剂吸附或粘附于被改性粉体的表面,并在外加机械力的作用下使它们之间紧密结合,进而达到改性目的。采用该工艺所使用的改性设备主要有:高速搅拌混合机、高速捏合机、混合机、固定床、流化床、介质搅拌球磨、振动磨以及反应釜等。本发明中的反应器与固定床反应器和流化床反应器有类似之处。

[0003] 固定床反应器有三种基本形式:①轴向绝热式固定床反应器。流体沿轴向自上而下流经床层,床层同外界无热交换。②径向绝热式固定床反应器。流体沿径向流过床层,可采用离心流动或向心流动,床层同外界无热交换。径向反应器与轴向反应器相比,流体流动的距离较短,流道截面积较大,流体的压力降较小。但径向反应器的结构较轴向反应器复杂。以上两种形式都属绝热反应器,适用于反应热效应不大,或反应系统能承受绝热条件下由反应热效应引起的温度变化的场合。③列管式固定床反应器。由多根反应管并联构成。管内或管间置固相物,载热体流经管间或管内进行加热或冷却,管径通常在25~50mm之间,管数可多达上万根。列管式固定床反应器适用于反应热效应较大的反应。此外,尚有由上述基本形式串联组合而成的反应器,称为多级固定床反应器,反应器之间设换热器或补充物料以调节温度,以便在接近于最佳温度条件下操作。

[0004] 固定床反应器的优点是:①返混小,流体同固相可进行有效接触,当反应伴有串联副反应时可得较高选择性。②结构简单。固定床反应器的缺点是:传热差,反应放热量很大时,即使是列管式反应器也可能出现飞温(反应温度失去控制,急剧上升,超过允许范围)。

[0005] 流化床反应器在现代工业中的早期应用为20世纪20年代出现的粉煤气化的温克勒炉;但现代流化反应技术的开拓,是以40年代石油催化裂化为代表的。目前,流化床反应器已在化工、石油、冶金、核工业等部门得到广泛应用。流化床反应器的结构有两种形式:①有固体物料连续进料和出料装置,用于固相加工过程或催化剂迅速失活的流体相加工过程。②无固体物料连续进料和出料装置,用于固体颗粒性状在相当长时间内,不发生明显变化的反应过程。

[0006] 与固定床反应器相比,流化床反应器的优点是:①可以实现固体物料的连续输入和输出;②流体和颗粒的运动使床层具有良好的传热性能,床层内部温度均匀,而且易于控制,特别适用于强放热反应。但另一方面,由于返混严重,可对反应器的效率和反应的选择性带来一定影响。再加上气固流化床中气泡的存在使得气固接触变差,导致气体反应得不

完全。因此，通常不宜用于要求单程转化率很高的反应。此外，固体颗粒的磨损和气流中的粉尘夹带，也使流化床的应用受到一定限制。

[0007] 近年来，细颗粒和高气速的湍流流化床及高速流化床均已有工业应用。在气速高于颗粒夹带速度的条件下，通过固体的循环以维持床层，由于强化了气固两相间的接触，特别有利于相际传质阻力居重要地位的情况。但另一方面由于大量的固体颗粒被气体夹带而出，需要进行分离并再循环返回床层，因此，对气固分离的要求也就很高了。

[0008] 本发明用于改性纳米粉体颗粒的反应器，相对于固定床反应器来说，在反应器中，增加了由桨式搅拌器和螺带搅拌器共同组成的搅拌装置，增加传热效率，使粉体改性更加均匀；相对于流化床反应器来说，该反应器解决了流化床气固分离难的问题，反应器下端的支撑板和上层挡板均采用微孔陶瓷板，能够阻挡绝大部分的粉体留在反应器中，仅有少量粉体被改性剂带出，由外接的旋风分离器收集。间歇式反应，能够控制反应器内的温度、气固比、保证粉体改性的均一性，通过控制改性时间，可以控制改性剂的包覆厚度和改性效果。

发明内容

[0009] 本发明提供一种用于气相法改性纳米粉体的反应器，用以解决现有纳米粉体改性的不均匀，改性纳米粉体的不可控性问题。

[0010] 一种用于气相法改性纳米粉体的反应器，包括上层挡板、下层支撑板和搅拌装置；

所述上层挡板是高温微孔陶瓷板结构，其孔径： $10\sim200 \mu\text{m}$ ；开孔率： $30\sim50\%$ ；透气率 $\leq 2.5 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ ；耐热温度： 800°C ；

所述下层支撑板是高温微孔陶瓷板结构，其孔径： $10\sim500 \mu\text{m}$ ；开孔率： $30\sim50\%$ ；透气率 $\leq 2.5 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ ；耐热温度： 800°C ；

所述搅拌装置是位于上层挡板和下层支撑板间，由第一搅拌器和第二搅拌器两级搅拌器同轴连接构成。

[0011] 在上述技术方案中，所述纳米粉体是氧化锌、氧化镁、碳酸钙、二氧化钛、二氧化硅；所述第一搅拌器是螺带搅拌器，位于第二搅拌器的上面，其螺带搅拌器的高度是釜体高度的 $1/2\sim2/3$ ，长径比为 $1.5\sim3$ ；所述第二搅拌器是桨式搅拌器，位于下层支撑板上的中轴线上，其桨式搅拌器是与反应器内壁的间隙是 $3\sim10 \text{ cm}$ ，在桨式搅拌器的桨叶上设置有小孔，其小孔的直径为 $5\sim10 \text{ cm}$ ，开孔率为 $30\% \sim 50\%$ ；

本发明一种用于改性纳米粉体颗粒的反应器，与现有固定床反应器相比，在反应器中，增加了由桨式搅拌器和螺带搅拌器共同组成的搅拌装置，增加了传热效率，使粉体改性更加均匀；相对于流化床反应器来说，该反应器解决了流化床气固分离难的问题，反应器下端的支撑板和上层挡板均采用微孔陶瓷板，能够阻挡绝大部分的粉体留在反应器中，仅有少量粉体被改性剂带出，由外接的旋风分离器收集。间歇式反应，能够控制反应器内的温度、气固比、保证粉体改性的均一性，通过控制改性时间，可以控制改性剂的包覆厚度和改性效果。并且采用气相法改性的方法，一次能够得到改性产品，去除了液相法改性中烘干溶剂的步骤，减少了环境污染。

附图说明

[0012] 图 1 是本发明用于改性纳米粉体反应器的结构示意图。

[0013] 图中 :1 :进料口 ;2 :取样口 ;3 :出料口 ;4 :进气口 ; 5 :出气口 ;6 :上层挡板 ; 7 :电加热套 ;8 :测温口 ;9 :第一搅拌器 ;10 :第二搅拌器 ;11 :下层支撑板。

具体实施方式

[0014] 下面对本发明的具体实施方式作出说明。

[0015] 具体实施方式 1

如图 1 所述,实施本发明一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,由不锈钢釜体、外层电加热套 7、进料口 1、出料口 3、进气口 4、出气口 5、取样口 2、下层支撑板 11、上层挡板 6 和搅拌装置构成。反应器具体的构成如下:

本发明反应器采用不锈钢釜体,长径比为 1.5-3,釜顶和釜底由法蓝固定在釜体上;釜体内部上下均设置有微孔陶瓷板的卡槽;釜顶中间设置有能通过搅拌轴的密封装置;进料口 1 位于釜体上端,低于上层挡板 6 位置的 5-10cm;出料口 3 位于釜体下端,与下层支撑板 11 的上表面齐平;釜体 2/3 至 3/4 处设置有测温口 8,直径与测温装置匹配;釜体 1/2 处有取样口 2,直径为 5-10 cm。

[0016] 所述的外层电加热套 7 是包裹在不锈钢釜体外表面,工作时的加热温度为 0-500° C;

所述的进料口 1 为圆孔,连接进料仓,直径为 10-20cm;所述的出料口 3 为正方孔,下边缘与下层支撑板 11 的上表面齐平,边长为 10-20cm。

[0017] 所述的进气口 4 和出气口 5,可以开在釜顶和釜底的任意位置,大小相同,直径为 10-20cm;

所述上层挡板 6 是采用高温微孔陶瓷板结构,中间有孔和密封装置,便于搅拌轴通过;其孔径:10~200 μm;开孔率:30~50%;透气率≤ 2.5 m³/m² · h;耐热温度:800° C;

所述下层支撑板 11 是采用高温微孔陶瓷板结构,其孔径:10~500 μm;开孔率:30~50%;透气率≤ 2.5 m³/m² · h;耐热温度:800° C;

所述的搅拌装置由第一搅拌器 9 和第二搅拌器 10 构成。第一搅拌器 9 为螺带搅拌器,占有釜体高度的 1/2 至 2/3,长径比 1.5-3;第二搅拌器 10 为桨式搅拌器,桨叶外边缘与反应釜距离为 3-10 cm,桨叶上打孔,直径为 5-10cm,开孔率为 30%-50%;第一搅拌器 9 和第二搅拌器 10 属于共轴搅拌,转速为 0-5000r/min。也可以是不同轴的,不同轴时可以采用变速器转轴驱动第二搅拌器 10。或者是将第二搅拌器 10 固定在上层挡板 6 的中央位置,转速可在 0-5000r/min 之间调整。

[0018] 在本发明上述用于气相法改性纳米粉体的反应器中,适用于改性纳米粉体为氧化锌、氧化镁、碳酸钙、二氧化钛、二氧化硅。

[0019] 下面对本发明的具体实施方式作出进一步的详细说明。

[0020] 实施例 1

如图 1 所述,实施本发明所提供的一种用于气相法改性纳米粉体的反应器,包括不锈钢釜体、外层电加热套 7、进料口 1、出料口 3、进气口 4、出气口 5、取样口 2、测温口 8、第一搅拌器 9、第二搅拌器 10、下层支撑板 11 和上层挡板 6。

[0021] 从进料口 1 加入纳米粉体,如纳米氧化锌粉体,打开氮气瓶,从进气口 4 通入氮气,赶走反应器中的空气;打开反应器上的搅拌装置的第一搅拌器 9 和第二搅拌器 10,以及外层电加热装置 7,将纳米粉体颗粒均匀预热到温度为 100–350℃;根据不同改性剂的沸点,将改性剂加热到温度为 50–300℃间,即控制反应器中的温度高于改性剂蒸汽温度 10℃~50℃,利用氮气携带,将改性剂蒸气从进气口 4 通入反应器中,经过下层微孔陶瓷板 11,与已经预热的纳米粉体在强力搅拌下充分接触。间隔一定时间,从取样口 2 取出一定量粉体进行检测。通过控制改性的温度和时间来控制改性效果。未反应的改性剂蒸气、氮气和少量粉体,透过上层挡板 6,经过出气口 5,离开反应器,进入旋风分离器,进行气固分离。被旋风分离器拦截的粉体,冷却后,检测合格则作为成品包装,若不合格,则参与下批改性。在整个改性过程中,改性剂和氮气在系统中循环使用,经济环保高效。

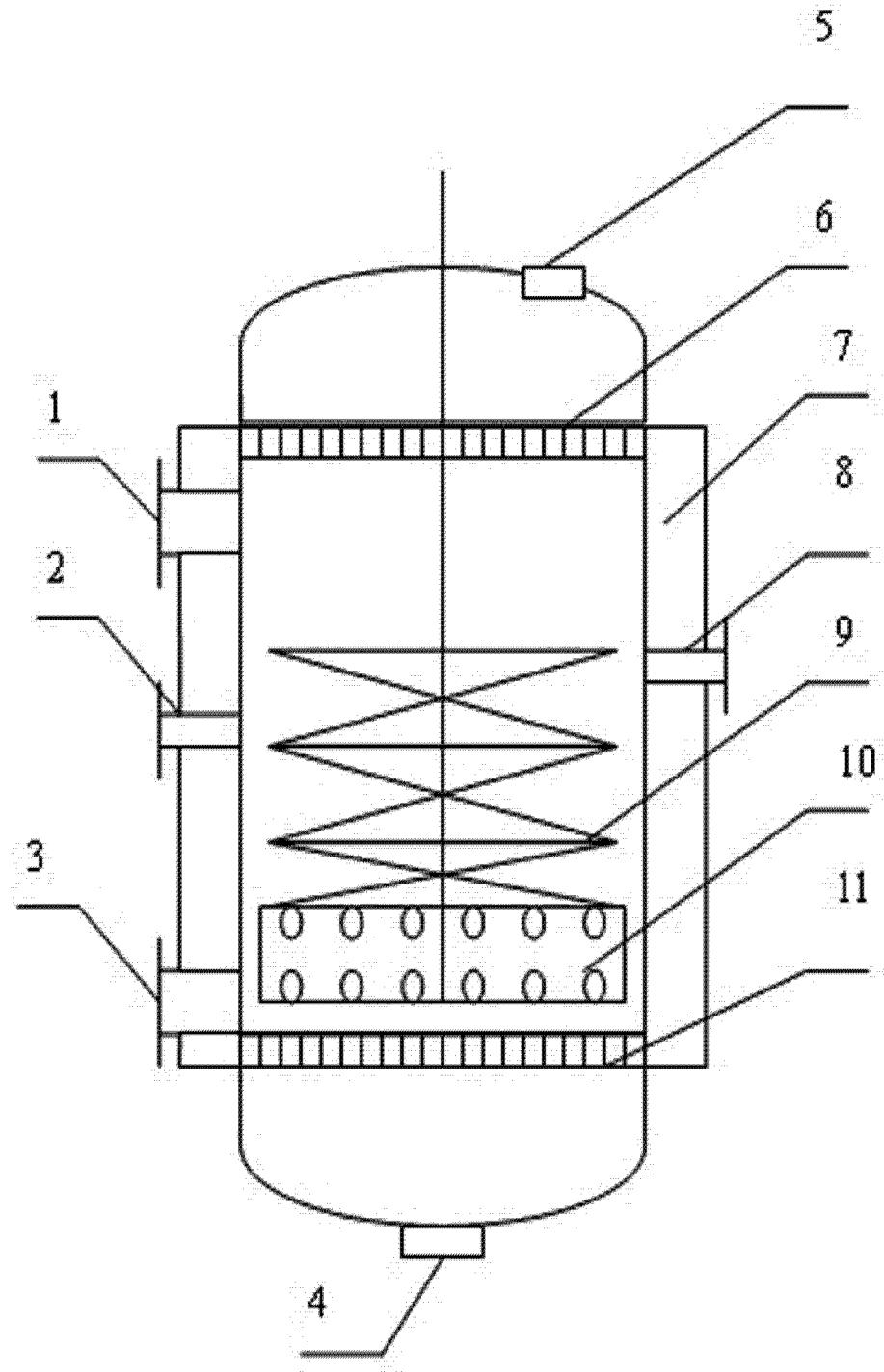


图 1