



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102583483 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 18

(21) 申请号 201210040764. 4

(22) 申请日 2012. 02. 22

(71) 申请人 常州碳酸钙有限公司

地址 213000 江苏省常州市武进区洛阳镇下塘村创新路

(72) 发明人 黄海平 吴荣忠 宗永波 邓敏杰

(74) 专利代理机构 常州市夏成专利事务所(普通合伙) 32233

代理人 沈兵

(51) Int. Cl.

C01F 11/18(2006. 01)

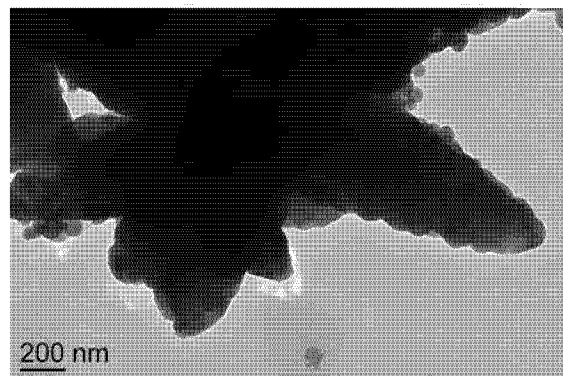
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

### (54) 发明名称

微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法

### (57) 摘要

本发明涉及无机复合粉粒体制造技术领域,尤其是一种微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法。该方法包括以下步骤:a、制取氢氧化钙悬浊液;b、将氢氧化钙悬浊液降温至摄氏 38~42 度;c、将配制的二氧化碳气体注入氢氧化钙悬浊液中;d、将碳酸钙悬浊液,移入陈化罐内;e、将经过陈化的碳酸钙悬浊液冷却至摄氏 30 度;f、将冷却碳酸钙悬浊液注入带搅拌碳化反应器中;g、在已注入碳酸钙悬浊液带搅拌碳化反应器中再注入氢氧化钙悬浊液;h、加入结晶控制剂;i、在碳化反应器注入浓度 28%-35% 的二氧化碳;j、将该浆体脱水、干燥即可取得复合粉粒体。本发明具有微米级粉体的优良分散性,又具有纳米粉体的高表面能和活性。



1. 一种微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法,其特征是,该方法的步骤如下:

a、制取氢氧化钙质量百分比浓度 10% ~ 20% 氢氧化钙悬浊液;

b、将步骤 a 的氢氧化钙悬浊液降温至摄氏 38 ~ 42 度;

c、将二氧化碳浓度配制在体积百分比 28%-35% 内,将配制的二氧化碳气体注入氢氧化钙悬浊液中;控制二氧化碳气体的注入量,使氢氧化钙悬浊液在 1.5-2.5 小时内 PH 达到 6.0-7.0,使氢氧化钙悬浊液经碳化反应成碳酸钙悬浊液;

d、将碳酸钙悬浊液移入陈化罐内,陈化 24 小时,在这 24 小时内注入小流量二氧化碳气体,使浆体 PH 维持在 6.5-7.0;

e、将经过陈化的碳酸钙悬浊液冷却至摄氏 30 度;

f、将冷却后的碳酸钙悬浊液注入带搅拌碳化反应器中,所述碳化反应器有效容积为 15 立方米,设有移热装置,PH、温度实时监控,外壳保温,碳化反应器的二氧化碳流量可控调节;

g、在已注入碳酸钙悬浊液带搅拌碳化反应器中再注入氢氧化钙质量百分比 10% 浓度,温度为摄氏 30 度的氢氧化钙悬浊液,氢氧化钙质量与碳酸钙悬浊液中碳酸钙质量比为 1:10-1:5;

h、加入结晶控制剂;

i、在碳化反应器注入体积百分比浓度为 28%-35% 的二氧化碳气体,并打开搅拌,使浆体在 1.0-2.0 小时内 PH 达到 6.5-7.0;

j、将该浆体脱水、干燥即可取得无机复合粉粒体。

2. 根据权利要求 1 所述的微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法,其特征是,结晶控制剂为蔗糖、硫酸、硫酸盐中的一种或多种。

## 微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及无机复合粉粒体制造技术领域,尤其是一种微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法。

### 背景技术

[0002] 普通沉淀法生产的碳酸钙颗粒形貌为纺锤状,粒径(长轴)1-3 微米,虽分散性良好但只能用作橡、塑制品的填充剂。

[0003] 纳米级活性碳酸钙由于其良好的力学性能,在塑溶胶和硅酮胶得到广泛和大量的应用,但在塑料制品和橡胶制品应用不理想,影响它应用的原因是,由于纳米级活性碳酸钙表面能高,团聚严重,而目前的塑料、橡胶加工生产线无法将纳米级活性碳酸钙的粉体均匀的分散混和在树脂中,本发明就是将纳米粉体的高表面电性和活性与大粒子粉体通过化学方法的复合,制造出的粉体分散性良好又具备高表面电性和活性。

### 发明内容

[0004] 为了克服现有的纳米级活性碳酸钙在塑料制品和橡胶制品应用不理想的不足,本发明提供了一种微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:一种微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法,该方法的步骤如下:

- a、制取氢氧化钙质量百分比浓度 10% ~ 20% 氢氧化钙悬浊液;
- b、将步骤 a 的氢氧化钙悬浊液降温至摄氏 38 ~ 42 度;
- c、将二氧化碳浓度配制在体积百分比 28%-35% 内,将配制的二氧化碳气体注入氢氧化钙悬浊液中;控制二氧化碳气体的注入量,使氢氧化钙悬浊液在 1.5-2.5 小时内 PH 达到 6.0-7.0,使氢氧化钙悬浊液经碳化反应成碳酸钙悬浊液;
- d、将碳酸钙悬浊液,移入陈化罐内,陈化 24 小时,在这 24 小时内注入小流量二氧化碳气体,使浆体 PH 维持在 6.5-7.0;
- e、将经过陈化的碳酸钙悬浊液冷却至摄氏 30 度;
- f、将冷却碳酸钙悬浊液注入带搅拌碳化反应器中,碳化反应器有效容积为 15 立方米,设有移热装置,PH、温度实时监控,外壳保温,碳化反应器二氧化碳流量可控调节;
- g、在已注入碳酸钙悬浊液带搅拌碳化反应器中再注入氢氧化钙质量百分比 10% 浓度,温度为摄氏 30 度的氢氧化钙悬浊液,氢氧化钙质量与碳酸钙悬浊液中碳酸钙质量比为 1:10-1:5;
- h、加入结晶控制剂,材料是其一种或者多种,加入量为上述 10% 浓度氢氧化钙悬浊液中氢氧化钙质量的 0.50%---1.20%;
- i、在碳化反应器注入浓度体积百分比为 28%-35% 的二氧化碳气体,并打开搅拌,使浆体在 1.0-2.0 小时内 PH 达到 6.5-7.0.
- j、将该浆体脱水、干燥即可取得复合粉粒体。

[0006] 根据本发明的另一个实施例,进一步包括结晶控制剂为蔗糖、硫酸、硫酸盐等一种或多种。

[0007] 本发明的有益效果是,本发明是将 50-60 纳米的立方体碳酸钙粒子搭载在 1-3 微米纺锤状沉淀碳酸钙大粒子上,这种复合粉粒体具有微米级粉体的优良分散性,又具有纳米粉体的高表面能和活性,该粉体具有广泛的应用前景。

### 附图说明

[0008] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明。

[0009] 图 1 是透射电子显微镜照片。

[0010] 图 2 为碳化反应器的结构示意图。

[0011] 图中:1、二氧化碳气瓶,2、氮气瓶,3、转子流量计,4、压力表,5、PH 计、6、温度计,7、搅拌机,8、碳化反应器,10、变量泵,11、冷水机组,12、出料阀,13、冷水槽,14、投料口,15、移热装置。

### 具体实施方式

[0012] 如图 1 是透射电子显微镜照片,一种微米纺锤体复合纳米碳酸钙的制备方法,是将 50-60 纳米的立方体碳酸钙粒子搭载在 1-3 微米纺锤状沉淀碳酸钙大粒子上,这种复合粉粒体具有微米级粉体的优良分散性,又具有纳米粉体的高表面能和活性。

[0013] 本发明的制造步骤和工艺要求:

1、制取浓度 20% 氢氧化钙悬浊液(氢氧化钙质量百分比浓度)。制取浓度 20% 和 10% 氢氧化钙悬浊液,必须清除杂质。

[0014] 2、将浓度 20% 氢氧化钙悬浊液降温至摄氏 40 度,正负摄氏 2 度。

[0015] 3、将二氧化碳浓度配制在体积百分比 28%-35% 以内。

[0016] 4、将配制二氧化碳气体注入氢氧化钙悬浊液中。

[0017] 5、控制二氧化碳气体的注入量,使氢氧化钙悬浊液在 1.5-2.5 小时内 PH 达到 6.0-7.0,使氢氧化钙悬浊液经碳化反应成碳酸钙悬浊液。

[0018] 6、将碳酸钙悬浊液,移入陈化罐内,陈化 24 小时,在这 24 小时内要注入小流量二氧化碳气体,使浆体 PH 维持在 6.5-7.0。

[0019] 7、将经过陈化的碳酸钙悬浊液冷却至摄氏 30 度。

[0020] 8、将冷却碳酸钙悬浊液注入带搅拌碳化反应器中。碳化反应器有效容积为 15 立方米,要有移热装置,PH、温度实时监控,外壳要保温。碳化反应器二氧化碳流量应可控调节。

[0021] 9、在以注入碳酸钙悬浊液带搅拌碳化反应器中再注入 10% 浓度温度为摄氏 30 度的氢氧化钙悬浊液(氢氧化钙质量百分比浓度),数量是氢氧化钙质量比碳酸钙悬浊液中碳酸钙质量比为 1:10-1:5。

[0022] 10、加入结晶控制剂,结晶控制剂必须用水充分溶解。结晶控制剂可用蔗糖、硫酸、硫酸盐等一种或多种。

[0023] 11、在碳化反应器注入浓度体积百分比为 28%-35% 的二氧化碳气体,并打开搅拌,使浆体在 1.0-2.0 小时内 PH 达到 6.5-7.0。

12、将该浆体脱水、干燥即可取得复合粉粒体。

[0024] 本技术采用的是碳化法,即氢氧化钙悬浊液与二氧化碳反应,生成碳酸钙,碳化过程是碳酸钙纳米颗粒形成过程,其反应方程式:



本技术就是将纳米级碳酸钙搭载在普通纺锤状碳酸钙颗粒上,形成一种新的复合粒子,这种新的复合粒子具有新的实用功能。

[0025] 制备过程分为两个步骤:

第一步:制取 1-3 微米纺锤状碳酸钙颗粒。

[0026] 1、制取浓度 20% 氢氧化钙悬浊液(氢氧化钙质量百分比浓度)。制取浓度 20% 和 10% 氢氧化钙悬浊液,必须清除杂质。

[0027] 2、将浓度 20% 氢氧化钙悬浊液降温至摄氏 40 度,正负摄氏 2 度。

[0028] 3、将二氧化碳浓度配制在体积百分比 28%-35% 以内。

[0029] 4、将配制二氧化碳气体注入氢氧化钙悬浊液中。

[0030] 5、控制二氧化碳气体的注入量,使氢氧化钙悬浊液在 1.5-2.5 小时内 PH 达到 6.0-7.0,使氢氧化钙悬浊液经碳化反应成碳酸钙悬浊液。

[0031] 第二步:在 1-3 微米纺锤状碳酸钙颗粒表面衍生一层 50-60 纳米立方体碳酸钙颗粒。

[0032] 1、将第一步已制成的碳酸钙悬浊液,移入陈化罐内,陈化 24 小时,在这 24 小时内要注入小流量二氧化碳气体,使浆体 PH 维持在 6.5-7.0。

[0033] 2、将经过陈化的碳酸钙悬浊液冷却至摄氏 30 度。

[0034] 3、将冷却碳酸钙悬浊液注入带搅拌碳化反应器中。碳化反应器有效容积为 15 立方米,要有移热装置,PH、温度实时监控,外壳要保温。碳化反应器二氧化碳流量应可控调节。如图 2 所示,所述碳化反应器 8 上设有移热装置 15、PH 计 5 和温度计 6,所述碳化反应器 8 内设有搅拌机 7,所述二氧化碳气瓶 1 和氮气瓶 2 通过转子流量计 3 和压力表 4 连接碳化反应器 8,所述碳化反应器 8 的一端设有投料口 14,另一端设有出料阀 12,所述碳化反应器 8 通过变量泵 10 与冷水槽 13 连接,所述冷水槽 13 上设有冷水机组 11。

[0035] 4、在以注入碳酸钙悬浊液带搅拌碳化反应器中再注入 10% 浓度温度为摄氏 30 度的氢氧化钙悬浊液(氢氧化钙质量百分比浓度),数量是氢氧化钙质量比碳酸钙悬浊液中碳酸钙质量比为 1:10-1:5。

[0036] 5、加入结晶控制剂,材料是其一或者多种,结晶控制剂必须用水充分溶解。加入量为上述 10% 浓度氢氧化钙悬浊液中氢氧化钙质量的 0.50%—1.20%。

[0037] 6、在碳化反应器注入浓度体积百分比为 28%-35% 的二氧化碳气体,并打开搅拌,使浆体在 1.0-2.0 小时内 PH 达到 6.5-7.0。

7、将该浆体脱水、干燥即可取得复合粉粒体。

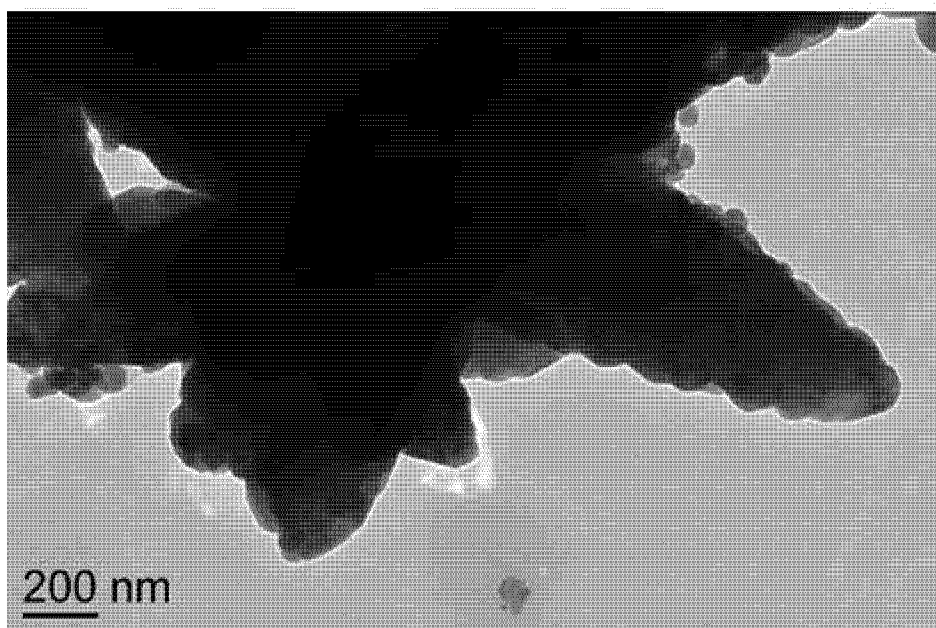


图 1

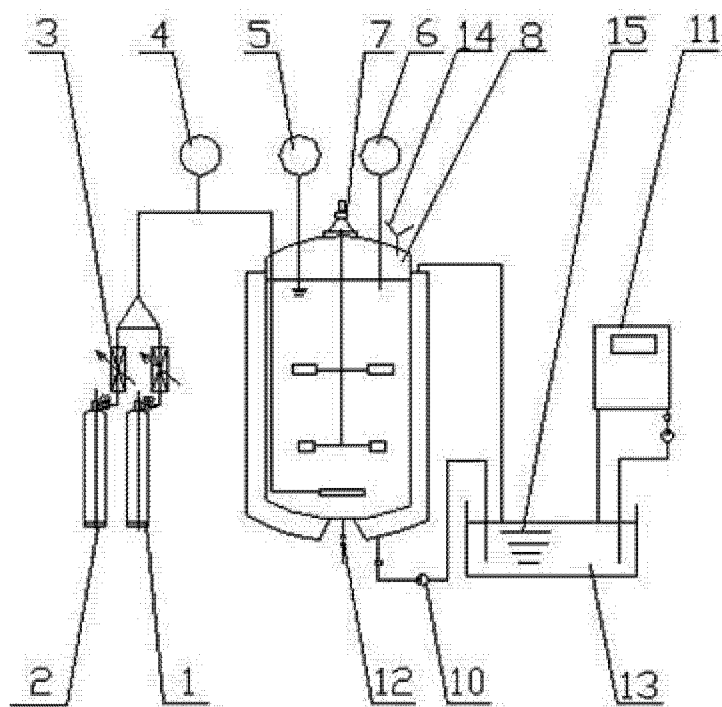


图 2