



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102583484 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 18

(21) 申请号 201210041907. 3

(22) 申请日 2012. 02. 23

(71) 申请人 池州凯尔特纳米科技有限公司

地址 245100 安徽省池州市石台县小河镇工业园

(72) 发明人 顾庆雷 徐宇坤

(74) 专利代理机构 安徽合肥华信知识产权代理有限公司 34112

代理人 余成俊

(51) Int. Cl.

C01F 11/18(2006. 01)

B82Y 40/00(2011. 01)

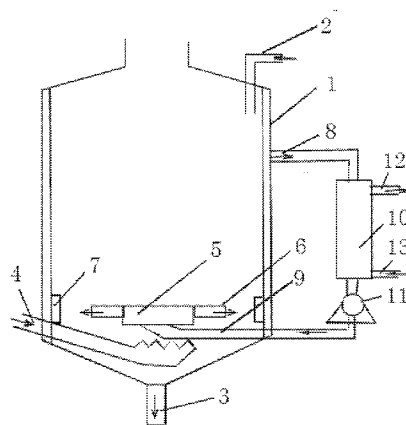
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种碳化釜及应用碳化釜制备纳米碳酸钙的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种碳化釜及应用碳化釜制备纳米碳酸钙的方法,包括釜体,配制 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料加入釜体中,并加入晶型控制剂蔗糖形成混合液,釜体外采用板式热交换器,以外循环冷却的方法快速降低反应体系的温度,同时采用循环浆料喷射器,喷射器外壁上沿环形分布有数个曲线形的喷头,釜体内壁沿环形分布有数个与喷射器相对应的挡板,当浆料从喷嘴快速喷射时的动能带动浆液旋转,在挡板的作用下,形成强力的漩涡,在不需机械搅拌的情况下,就能使气液快速混合,进一步加速碳化过程,至碳化终点一般为反应液的 pH 值下降为 7.0 以下,提高反应釜在单位时间内的生产能力。



1. 一种碳化釜,包括釜体,所述的釜体顶部和底部分别设有氢氧化钙浆料进料管、反应液的出料管,有石灰窑气进气管穿过釜体侧壁伸入到釜体的底部,其特征在于:所述的石灰窑气进气管管口上方设有喷射器,喷射器外壁上沿环形分布有数个曲线形的喷头,釜体内壁沿环形分布有数个与喷射器相对应的挡板,所述的釜体侧壁上下分别设有反应液的出液管、进液管,出液管与进液管之间依次连通有外循环板式热交换器、泥浆泵,所述的进液管的末端伸入到釜体内与所述的喷射器底部进口相连通。

2. 一种应用权利要求 1 所述的碳化釜制备纳米碳酸钙的方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 将生石灰用热水消化,除杂精制,并冷却至 25℃ 以下,配制成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料的重量百分浓度在 7.0~10.0% 之间待用;

(2) 将重量百分浓度在 7.0~10.0% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料从氢氧化钙浆料进料管中加入到碳化釜中,并加入晶型控制剂蔗糖形成混合液,晶型控制剂蔗糖含量为 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料重量的 1%~5%;

(3) 对混合液进行碳化:将含有 CO_2 体积百分浓度为 28%~32% 的石灰窑气进行喷淋除尘、泡沫除尘后,再采用压力为 75~80Kpa 的罗茨风机将窑气压缩并经管式冷却器降温至 30℃ 以下后通入混合液中;

(4) 在混合液碳化过程中,采用外循环板式热交换器冷却反应液至碳化终点;

(5) 碳化终点一般为反应液的 PH 值下降为 7.0 以下。

3. 根据权利要求 1 所述的碳化釜,其特征在于:所述的喷射器直径大小为釜体直径的 $2/3 \sim 1/2$ 。

4. 根据权利要求 1 所述的碳化釜,其特征在于:所述的喷头数量为 3~8 个。

5. 根据权利要求 1 所述的碳化釜,其特征在于:所述的喷射器距离底部高度为 30 ~ 45cm。

6. 根据权利要求 1 所述的碳化釜,其特征在于:所述的挡板数量为 4~12 个。

7. 根据权利要求 1 所述的碳化釜,其特征在于:所述的板式交换器外壁上下部分别设有冷却水的进水口和出水口。

一种碳化釜及应用碳化釜制备纳米碳酸钙的方法

[0001] 技术领域：

本发明涉及碳酸钙加工技术领域，尤其涉及一种碳化釜及应用碳化釜制备纳米碳酸钙的方法。

[0002] 背景技术：

纳米碳酸钙是指粒径小于 100 纳米的超细微粉体，是一种典型的新型纳米功能填料。由于纳米碳酸钙具有优异的理化性能而广泛应用于汽车底漆、橡胶、塑料、胶粘剂、油墨等行业。发明专利(专利号：ZL01.1.26405.5)介绍了“一种纳米活性碳酸钙的工业制备方法”，该法采用间歇鼓泡搅拌碳化法生产纳米碳酸钙，是在碳化釜内装有精制的氢氧化钙浆料，将窑气从碳化釜底部进入，在机械搅拌作用下使气液混合。该碳化反应为了控制一定的反应温度，采用夹套反应釜冷却，及时移走反应过程中产生的热量。该法生产的产品粒径小，吸油值低。

[0003] 为了提高单釜的生产量，必须增大反应釜的容积。但反应釜的容积与釜尺寸大小的三次方成正比，而反应釜的夹套传热面积与釜尺寸大小的二次方成正比。随着反应釜容积的增大，通气量增加，反应过程中产生的热量也大幅增加。为了控制在一定的温度下进行碳化反应，但由于受到夹套传热面积大小的限制，平衡碳化过程中的放热和夹套冷却过程中的降温，就必须控制窑气的通入量，降低碳化速率，延长碳化反应的时间，这样就制约了单釜的生产量。同时随着反应釜容积的增加，为了使气液混合更均匀，就必须增大搅拌的功率，这样生产过程中能耗就大。如对于 20 立方米的反应釜，机械搅拌电机的功率在 25KW 左右，为了控制反应温度不超过 35℃，一般反应时间为 6-8 小时。

[0004] 本发明内容：

本发明为了克服现有技术在生产纳米碳酸钙过程中，采用夹套反应釜冷却慢，反应时间长，搅拌能耗大，生产成本高的弱点，采用板式热交换器，以外循环冷却的方式加速冷却过程；同时采用循环过程中浆料从喷嘴中快速喷射时的动能带动浆液旋转，在挡板的作用下，形成强力的漩涡，在不需机械搅拌的情况下，就能使气液快速混合，进一步加速碳化过程，大大增加了反应釜在单位时间内的生产能力。

[0005] 本发明的技术方案如下：

碳化釜，包括釜体，所述的釜体顶部和底部分别设有氢氧化钙浆料进料管、反应液的出料管，有石灰窑气进气管穿过釜体侧壁伸入到釜体的底部，其特征在于：所述的石灰窑气进气管管口上方设有喷射器，喷射器外壁上沿环形分布有数个曲线形的喷头，釜体内壁沿环形分布有数个与喷射器相对应的挡板，所述的釜体侧壁上下分别设有反应液的出液管、进液管，出液管与进液管之间依次连通有外循环板式热交换器、泥浆泵，所述的进液管的末端伸入到釜体内与所述的喷射器底部进口相连通。

[0006] 一种应用权利要求 1 所述的碳化釜制备纳米碳酸钙的方法，其特征在于：包括以下步骤：

(1) 将生石灰用热水消化，除杂精制，并冷却至 25℃ 以下，配制成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料的重量百分浓度在 7.0~10.0% 之间待用；

(2)将重量百分浓度在 7.0~10.0% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料从强氧化钙进料管中加入到碳化釜中,并加入晶型控制剂蔗糖形成混合液,晶型控制剂蔗糖含量为 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料重量的 1%~5%;

(3)对混合液进行碳化:将含有 CO_2 体积百分浓度为 28%~32% 的石灰窑气进行喷淋除尘、泡沫除尘后,再采用压力为 75~80Kpa 的罗茨风机将窑气压缩并经管式冷却器降温至 30℃ 以下后通入混合液中;

(4)在混合液碳化过程中,采用外循环板式热交换器冷却反应液至碳化终点;

(5)碳化终点一般为反应液的 PH 值下降为 7.0 以下。

[0007] 所述的碳化釜,其特征在于:所述的喷射器直径大小为釜体直径的 $2/3 \sim 1/2$ 。

[0008] 所述的碳化釜,其特征在于:所述的喷头数量为 3~8 个。

[0009] 所述的碳化釜,其特征在于:所述的喷射器距离底部高度为 30 ~ 45cm。

[0010] 所述的碳化釜,其特征在于:所述的挡板数量为 4~12 个。

[0011] 所述的碳化釜,其特征在于:所述的板式换热器外壁上下部分别设有冷却水的进水口和出水口。

[0012] 本发明的优点是:

本发明的工序步骤合理,同时可以充分利用板式热交换器较大的传热面积,快速冷却反应液,提高反应速率,利用浆料循环过程中从喷嘴中快速喷射时的动能带动浆液旋转,在挡板的作用下,形成强力的漩涡,加速气液混合,强化碳化速率,提高反应釜在单位时间内的生产能力 50% 左右。

[0013] 附图说明:

图 1 为本发明的结构示意图。

[0014] 具体实施方式:

碳化釜,包括釜体 1,釜体 1 顶部和底部分别设有氢氧化钙浆料进料管 2、反应液(碳化好的浆料)的出料管 3,有石灰窑气进气管 4 穿过釜体 1 侧壁伸入到釜体 1 的底部,石灰窑气进气管 4 管口上方设有喷射器 5,喷射器 5 外壁上沿环形分布有数个曲线形的喷头 6,釜体 1 内壁沿环形分布有数个与喷射器 5 相对应的挡板 7,釜体 1 侧壁上下分别设有反应液(碳化好的浆料)的出液管 8、进液管 9,出液管 8 与进液管 9 之间依次连通有外循环板式热交换器 10、泥浆泵 11,进液管 9 的末端伸入到釜体 1 内与喷射器 5 底部进口相连通。

[0015] 一种应用权利要求 1 所述的碳化釜制备纳米碳酸钙的方法,包括以下步骤:

(1)将生石灰用热水消化,除杂精制,并冷却至 25℃ 以下,配制成 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料的重量百分浓度在 7.0~10.0% 之间待用;

(2)将重量百分浓度在 7.0~10.0% $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料从氢氧化钙浆料进料管中加入到碳化釜中,并加入晶型控制剂蔗糖形成混合液,晶型控制剂蔗糖含量为 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 浆料重量的 1%~5%;

(3)对混合液进行碳化:将含有 CO_2 体积百分浓度为 28%~32% 的石灰窑气进行喷淋除尘、泡沫除尘后,再采用压力为 75~80Kpa 的罗茨风机将窑气压缩并经管式冷却器降温至 30℃ 以下后通入混合液中;

(4)在混合液碳化过程中,采用外循环板式热交换器冷却反应液至碳化终点;

(5)碳化终点一般为反应液的 PH 值下降为 7.0 以下。

[0016] 碳化釜,喷射器 5 直径大小为釜体直径的 $2/3 \sim 1/2$ 。

[0017] 碳化釜,喷头 6 数量为 3~8 个。

[0018] 碳化釜,喷射器 5 距离底部高度为 30 ~ 45cm。

[0019] 碳化釜,挡板 7 数量为 4~12 个。

[0020] 碳化釜,板式换热器 10 外壁上下部分别设有冷却水的进水口 12 和出水口 13,便于构成循环水进行冷却,提高冷却效果。

[0021] 下面结合实施例,对本发明作进一步描述,但应该理解这些实施例并不限制本发明的范围,在不违背本发明精神和范围的情况下,本领域技术人员可对本发明改变和改进以使其不同的使用情况、条件和实施方案。

[0022] 实施例 1:

在 40 立方米的碳化釜中加入重量百分浓度为 8.5% 氢氧化钙浆料 35 立方米,加入晶型控制剂蔗糖 40 公斤,碳化用窑气中二氧化碳气体的体积百分浓度为 30% 左右,采用压力为 78Kpa 的罗茨风机压缩并通过管式冷却器降温至 30℃ 以下。采用外循环板式热交换器,其传热面积为 100 平方米,板式热交换器的冷却水的进口温度为 7℃,起始反应时氢氧化钙浆料的温度为 26℃,采用扬程为 30 米,流量为 60 立方米 / 小时,电机功率为 15KW 的泥浆泵,对碳化浆料进行外循环冷却。控制窑气的流量为 700 立方米 / 小时,碳化反应在 26℃ -31℃ 之间进行,碳化 4 小时 10 分钟后浆料的 pH 值降为 7.0 以下,即为碳化终点。

[0023] 取碳化后的浆料在 TEM 电镜上测得碳酸钙为立方形,粒径在 60-90nm,粒径分布均匀,分散性好,且无团聚现象。

[0024] 实施例 2:

与实施例 1 相似,氢氧化钙浆料重量百分浓度为 9.5%,同时加入晶型控制剂蔗糖 33.5 公斤,控制窑气的流量为 850 立方米 / 小时,碳化反应在 26℃ -31.5℃ 之间进行,碳化 3 小时 50 分钟后浆料的 pH 值降为 7.0 以下,即为碳化终点。

[0025] 取碳化后的浆料在 TEM 电镜上测得碳酸钙为立方形,粒径在 60-90nm,粒径分布均匀,分散性好,且无团聚现象。

[0026] 对照例 3:

在 40 立方米夹套冷却的鼓泡搅拌式碳化釜中加入重量百分浓度为 8.5% 氢氧化钙浆料 35 立方米,加入晶型控制剂蔗糖 40 公斤,采用压力为 78Kpa 的罗茨风机压缩窑气,窑气中二氧化碳的体积百分浓度为 30% 左右,起始反应时氢氧化钙浆料的温度为 26℃,控制窑气的流量为 700 立方米 / 小时,由于碳化过程中放出的大量热量没有及时排出,使碳化反应温度急剧上升,碳化 4 小时 20 分钟后浆料的 pH 值降为 7.0 以下,但碳化终点的温度已升至 45℃。

[0027] 取碳化后的浆料在 TEM 电镜上测得碳酸钙有立方形和纺锤形,部分立方形粒径在 80-120nm,部分纺锤形粒径 1-2 微米,粒径分布宽,且有部分团聚现象。

[0028] 对照例 4:

与对照例 3 相似的方法,为了防止由于碳化反应太快而无法控制反应温度,所以在碳化时控制窑气的流量为 350 立方米 / 小时,这样在夹套反应釜中碳化就能控制反应液的温度,碳化反应在 26℃ -31.5℃ 之间进行,碳化 7 小时 50 分钟后浆料的 pH 值降为 7.0 以下,即为碳化终点。

[0029] 取碳化后的浆料在 TEM 电镜上测得碳酸钙为立方形,粒径在 60-90nm,粒径分布均

匀,分散性好,且无团聚现象。

[0030] 在相同的反应物,反应参数相同的条件下,碳化终点的时间数据对比表:

	对照例 1/ 现有	对照例 2/ 现有	对照例 3/ 现有	对照例 4/ 现有
碳化终点时间	4. 17h/6. 24h	3. 83h/5. 78h	4. 33h/6. 53h	7. 83h/11. 89h
提高百分率	49. 6%	51. 1%	50. 9%	51. 8%

通过对照实例与现有技术的比较分析,由本发明采用板式热交换器,以外循环冷却的方法冷却快,同时采用外循环使得碳化过程中的浆液自身形成强力的漩涡,达到浆料的快速冷却和气液的均匀混合,强化碳化过程,反应时间短,生产能耗低,就能合成粒径分布均匀的纳米碳酸钙。

[0031] 而采用常规的夹套反应釜冷却,若要较快的完成碳化反应,则由于反应液的温度高而影响到最终产品的性能;

也可以看出若要控制一定的碳化反应温度,则反应的时间就长,单位时间内的产量就低。

[0032] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。

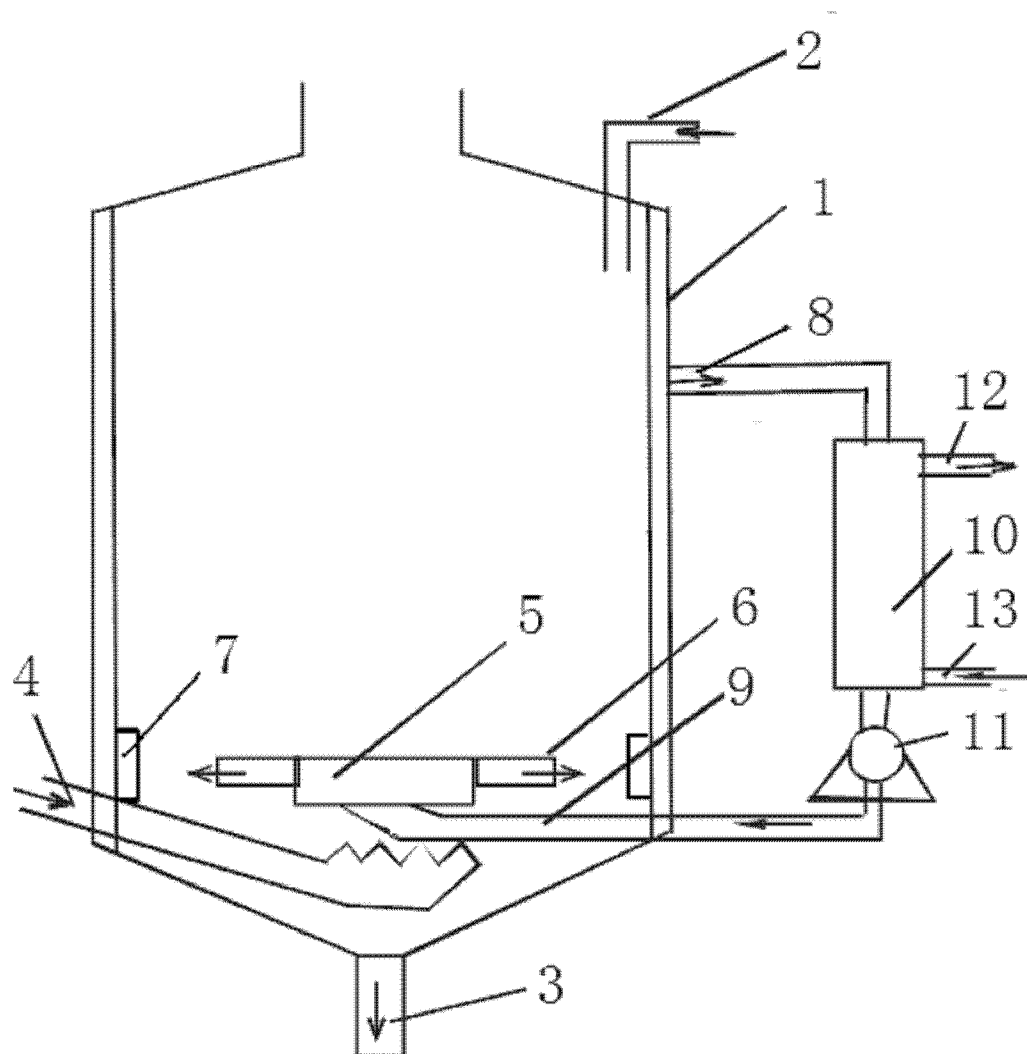


图 1