



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101823729 A

(43) 申请公布日 2010. 09. 08

(21) 申请号 201010159020. 5

(22) 申请日 2010. 03. 24

(66) 本国优先权数据

200910038478. 2 2009. 04. 08 CN

(71) 申请人 王嘉兴

地址 523000 广东省东莞市东城区主山乌石岗村小学路1巷6号

(72) 发明人 王嘉兴

(74) 专利代理机构 广州三环专利代理有限公司

44202

代理人 张艳美 郝传鑫

(51) Int. Cl.

C01C 1/16(2006. 01)

C01F 11/46(2006. 01)

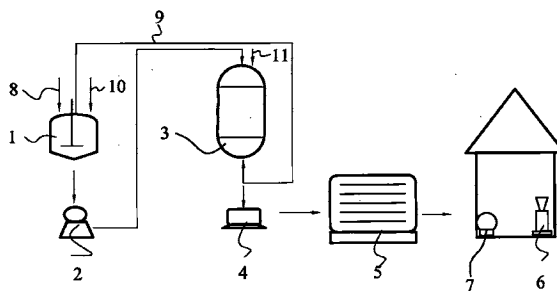
权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法

(57) 摘要

本发明涉及无机盐填充材料的制备方法技术领域,特别是一种制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法;其主要技术方案为:用石灰石与氯化铵反应制得氯化钙,二氧化碳和氨水;二氧化碳通入下一步的铵碳化循环利用,而氯化钙在与氨水以及表面活性剂按照一定的比例充分混合于铵碳化器,同时通入来自反应器的二氧化碳进行碳化直至完成,得到的普通活性碳酸钙,经离心,干燥,风选得到各种级别的碳酸钙;本发明利用铵碳化法,循环利用反应物,投资小、成本低、生产简单而产量大。



1. 一种制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述制备过程为:

步骤一、先将石灰石粗粉用水调解成乳液,石灰石粗乳液通过碳酸钙给料线注入到反应器中,然后再将氯化铵注入到反应器中,其中石灰石乳液与溶解好的氯化铵按照纯物质的质量比 $1 : 0.87 \sim 1.27$ 混合于反应器里进行反应,反应生成的二氧化碳气体用管道抽到反应器外,最后将反应产物用抽滤泵进行抽滤;

步骤二、将步骤一中抽滤得到的固体与水混合后作为母液注入铵碳化器中,铵碳化器中有事先调配好的氢氧化铵;开动铵碳化器中的搅拌器进行搅拌,往铵碳化器中以纯物质的质量比为 $1 : 0.19 \sim 0.59$ 徐徐通入二氧化碳气体,待反应液体变成中性到微碱性时即为碳化终点,停止反应,将反应物用离心机进行分离,离心得滤饼和氯化铵溶液;

步骤三、滤饼依次经过干燥器,粉碎机和风选机进行干燥、粉碎和风选得到各个级别的普通活性碳酸钙产品。

2. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤一中反应生成的二氧化碳通过二氧化碳循环线输入铵碳化器循环利用。

3. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤二中,停止反应后将反应物用离心机进行分离,离心得滤饼和氯化铵溶液,氯化铵溶液通过氯化铵回流线返回第一道工序循环使用。

4. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤二中,氯化铵溶液依次经过干燥器,粉碎机和风选机进行干燥、粉碎和风选得到氯化铵晶体。

5. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤二中,搅拌器的转速 $60 \sim 300$ 转/分。

6. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤二中,待反应液体变成中性到微碱性时既为碳化终点,其中中性到微碱性时反应液体的 pH 为 $7 \sim 9$ 。

7. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤二中,还可以同时通过表面活性剂给料线往铵碳化器中投入重量计 $1\% \sim 5\%$ 的表面活性剂,所述的表面活性剂为酞酸酯偶联剂、硬脂酸或木质素中的一种或几种组合物。

8. 根据权利要求1所述的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,其特征在于:所述步骤一、步骤二中还可以设置一条氨水循环线,将步骤一中产生的氨水,通过氨水循环线转换为步骤二中所需的氢氧化铵。

一种制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及无机盐填充材料的制备方法技术领域,尤其涉及一种制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法。

背景技术

[0002] 活性碳酸钙不仅无毒、无味、无刺激、不燃、折光率低、易于着色,不溶于水,在空气中稳定、而且具有白度高、流动性好、光泽度好、分散均匀、填充量大等特点;活性碳酸钙作为高填充量的高档填充剂,广泛应用于橡胶、塑料、塑钢门窗、PVC 电缆料、高级涂料、管材、轮胎、鞋底、聚乙烯吹膜、密封胶条、玻璃钢制品、电缆包装布、造纸、建材、油墨、日用化工、纺织、饲料、食品添加剂等行业。活性碳酸钙的生产工艺与生产轻质碳酸钙大致相同,但在碳化这一工序中应严格控制条件,使生成微细的碳酸钙颗粒,再用活化剂进行表面处理。即将石灰石与煤混合,其配比约 7.5 左右,于 900 ~ 1000℃ 温度下在石灰窑中煅烧,二氧化碳经洗气除尘后送碳化塔,生石灰进消化槽,用 80 ~ 90℃ 的热水充分消化,制成浓度约 9% 的乳液,进入碳化塔,通二氧化碳进行碳化,当碳化时悬浮液的 PH 值等于 7 时为反应终点,此时可引入活化剂,对生成的碳酸钙进行表面处理。如申请号为 9410247. X 的专利申请文献,就公开了一种轻质碳酸钙的生产方法及其设备,主要是利用石灰石煅烧后水化生产的氢氧化钙反应生成碳酸钙;又如申请号为 94115875. 6 的专利申请文献,就公开了一种活性碳酸钙的生产方法,主要是提供一种在碳化塔乳液出口设一混合池的湿法工艺,在混合池中加入高级脂肪酸混合甘油酯类表面处理剂,经过充分混合后脱水干燥、筛选后得到活性碳酸钙产品。

[0003] 但是这些传统的生产方法,成本高、产率低、生产工艺和设备都很复杂;而且目前也还没有制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法的相关报道。

发明内容

[0004] 针对上述现有技术的不足,本发明的目的在于提供了一种生产工艺简单、能耗低、产品杂质少、环境污染小的制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法。

[0005] 为了实现上述目的,本发明的技术方案如下:

[0006] 一种制备普通活性碳酸钙系列产品联产氯化铵的方法,所述制备过程为:

[0007] 步骤一、先将石灰石粗粉用水调解成乳液,石灰石粗乳液通过碳酸钙给料线注入到反应器中,然后再将氯化铵注入到反应器中,其中石灰石乳液与溶解好的氯化铵按照纯物质的质量比 1 : 0.87 ~ 1.27 混合于反应器里进行反应,反应生成的二氧化碳气体用管道抽到反应器外,最后将反应产物用抽滤泵进行抽滤;

[0008] 步骤二、将步骤一中抽滤得到的固体与水混合后作为母液注入铵碳化器中,铵碳化器中有事先调配好的氢氧化铵,开动铵碳化器中的搅拌器进行搅拌,同时通过表面活性剂给料线投入 1% ~ 5% 的表面活性剂,搅拌的同时,往铵碳化器中以纯物质的质量比为 1 : 0.19 ~ 0.59 徐徐通入二氧化碳气体,待反应液体变成中性到微碱性时即为碳化终点,

停止反应,将反应物用离心机进行分离,离心得滤饼和氯化铵溶液;

[0009] 步骤三、滤饼依次经过干燥器,粉碎机和风选机进行干燥、粉碎和风选得到各个级别的普通活性碳酸钙产品。

[0010] 其中,所述步骤一中反应生成的二氧化碳通过二氧化碳循环线输入铵碳化器循环利用。

[0011] 所述步骤二中,停止反应后将反应物用离心机进行分离,离心得滤饼和氯化铵溶液,氯化铵溶液通过氯化铵回流线返回第一道工序循环使用。

[0012] 所述步骤二中,氯化铵溶液依次经过干燥器,粉碎机和风选机进行干燥、粉碎和风选得到氯化铵晶体。

[0013] 所述步骤二中,搅拌器的转速 60 ~ 300 转 / 分。

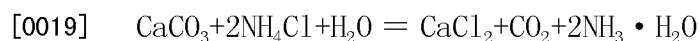
[0014] 所述步骤二中,待反应液体变成中性到微碱性时即为碳化终点,其中中性到微碱性时反应液体的 pH 为 7 ~ 9。

[0015] 所述步骤二中,所述的表面活性剂为酞酸酯偶联剂、硬脂酸或木质素中的一种或几种组合物。

[0016] 所述步骤一、步骤二中还可以设置一条氨水循环线,将步骤一中产生的氨水,通过氨水循环线转换为步骤二中所需的氢氧化铵。

[0017] 普通活性碳酸钙的系列产品为:占 66% 的微粉活性碳酸钙和占 34% 的超微粉活性碳酸钙。

[0018] 本发明的化学反应原理如下:



[0021] 本发明用石灰石与氯化铵反应制得氯化钙,二氧化碳和氨水,二氧化碳通入下一步的铵碳化循环利用,而氯化钙在与氨水以及表面活性剂按照一定的比例充分混合于铵碳化器,通入来自反应器的二氧化碳进行碳化直至完成,经离心,干燥,风选得到各种级别的碳酸钙,得到各种细度的普通活性碳酸钙。本发明合理的避免了传统方法成本高、产率低、生产和设备复杂等弊端;利用本发明利用铵碳化法,循环利用前后反应的产物作为反应物,不仅投资小、成本低,而且生产简单、产量大;同时在联产氯化铵的同时还可以产出各种细度的活性碳酸钙,产生较高的经济效益。

附图说明

[0022] 图 1 为本发明的工艺流程示意图;

[0023] 其中,

[0024] 1- 反应器、2- 抽滤泵、3- 铵碳化器、4- 离心机、5- 干燥器、6- 粉碎机、7- 风选机、8- 碳酸钙给料线、9- 二氧化碳循环线、10- 氯化铵回流线、11- 表面活性剂给料线。

具体实施方式

[0025] 下面结合附图对本发明的具体实施方式作进一步的详细说明。

[0026] 实施例 1

[0027] 用 500 公斤的石灰石粗粉调解成乳液,石灰石粗乳液通过碳酸钙给料线 8 注入到

反应器 1 中,然后再将氯化铵注入到反应器中,其中石灰石乳液与溶解好的氯化铵按照纯物质的质量比 1 : 0.87 混合于反应器里进行反应,混合于反应器中,搅拌器的转速为 60 转 / 分,反应生成二氧化碳和水,二氧化碳用二氧化碳循环线的管道 9 输送到铵碳化器中循环使用,抽滤泵 2 抽滤得氯化钙 536.5 公斤。

[0028] 氯化钙均匀混合后作为母液注入铵碳化器 3 中,里面有预先按质量比 1 : 0.95 配置好的氢氧化铵;开动搅拌器使混合溶液均匀后进行铵碳化,就是在搅拌的情况下以质量比 1 : 0.19 徐徐通入从反应器中抽离的二氧化碳气体,同时通过表面活性剂给料线 11 投入 1% 的表面活性剂。待反应液体变成中性到微碱性时,即溶液 pH 值为 7.5 时,为碳化终点。离心机 4 抽滤得 231.7 公斤的普通活性碳酸钙,活性碳酸钙经依次经过干燥器 5、粉碎机 6 和风选机 7 进行干燥、粉碎和风选得到各个级别的系列碳酸钙产品,氯化铵溶液通过氯化铵回流线 10 返回反应器中循环利用,其中普通活性碳酸钙包括微粉活性碳酸钙 66% 为 152.9 公斤,超微粉活性碳酸钙 34% 为 78.8 公斤。

[0029] 实施例 2

[0030] 用 500 公斤的石灰石粗粉调解成乳液,石灰石粗乳液通过碳酸钙给料线 8 注入到反应器 1 中,然后再将氯化铵注入到反应器中,其中石灰石乳液与溶解好的氯化铵按照纯物质的质量比 1 : 1.07 混合于反应器里进行反应,混合于反应器中,反应生成二氧化碳和水,二氧化碳用二氧化碳循环线的管道 9 输送到铵碳化器中循环使用,抽滤泵 2 抽滤得氯化钙 659.8 公斤。

[0031] 氯化钙均匀混合后作为母液注入铵碳化器 3 中,里面有预先按质量比 1 : 0.95 配置好的氢氧化铵;开动搅拌器使混合溶液均匀后进行铵碳化,就是在搅拌的情况下以质量比 1 : 0.39 徐徐通入从反应器中抽离的二氧化碳气体,同时通过表面活性剂给料线 11 投入 2.6% 的表面活性剂,搅拌器的转速为 280 转 / 分。待反应液体变成中性到微碱性时,即溶液 pH 值为 7 时,为碳化终点。离心机 4 抽滤得 584.9 公斤的普通活性碳酸钙,活性碳酸钙依次经过干燥器 5、粉碎机 6 和风选机 7 进行干燥、粉碎和风选得到各个级别的系列碳酸钙产品,氯化铵溶液通过氯化铵回流线 10 返回反应器中循环利用,其中普通活性碳酸钙包括微粉活性碳酸钙 66% 为 386.0 公斤,超微粉活性碳酸钙 34% 为 198.9 公斤。

[0032] 实施例 3

[0033] 用 500 公斤的石灰石粗粉调解成乳液,石灰石粗乳液通过碳酸钙给料线 8 注入到反应器 1 中,然后再将氯化铵注入到反应器中,其中石灰石乳液与溶解好的氯化铵按照纯物质的质量比 1 : 1.27 混合于反应器里进行反应,混合于反应器中,反应生成二氧化碳和水,二氧化碳用二氧化碳循环线的管道 9 输送到铵碳化器中循环使用,抽滤泵 2 抽滤得氯化钙 783.2 公斤。

[0034] 氯化钙均匀混合后作为母液注入铵碳化器 3 中,里面有预先按质量比 1 : 1.15 配置好的氢氧化铵;开动搅拌器使混合溶液均匀后进行铵碳化,就是在搅拌的情况下以质量比 1 : 0.59 徐徐通入从反应器中抽离的二氧化碳气体,同时通过表面活性剂给料线 11 投入 5% 的表面活性剂,搅拌器的转速为 300 转 / 分,待反应液体变成中性到微碱性时,即溶液 pH 值为 7.5 时,为碳化终点。离心机 4 抽滤得 1050.2 公斤的普通活性碳酸钙,活性碳酸钙经依次经过干燥器 5、粉碎机 6 和风选机 7 进行干燥、粉碎和风选得到各个级别的系列碳酸钙产品,氯化铵溶液通过氯化铵回流线 10 返回反应器中循环利用,其中普通活性碳酸钙包

括微粉活性碳酸钙 66%为 693.1 公斤,超微粉活性碳酸钙 34%为 357.1 公斤。

[0035] 上述实施例,只是本发明的较佳实施例,并非用来限制本发明实施范围,故凡以本发明权利要求所述的特征及原理所做的等效变化或修饰,均应包括在本发明权利要求范围之内。

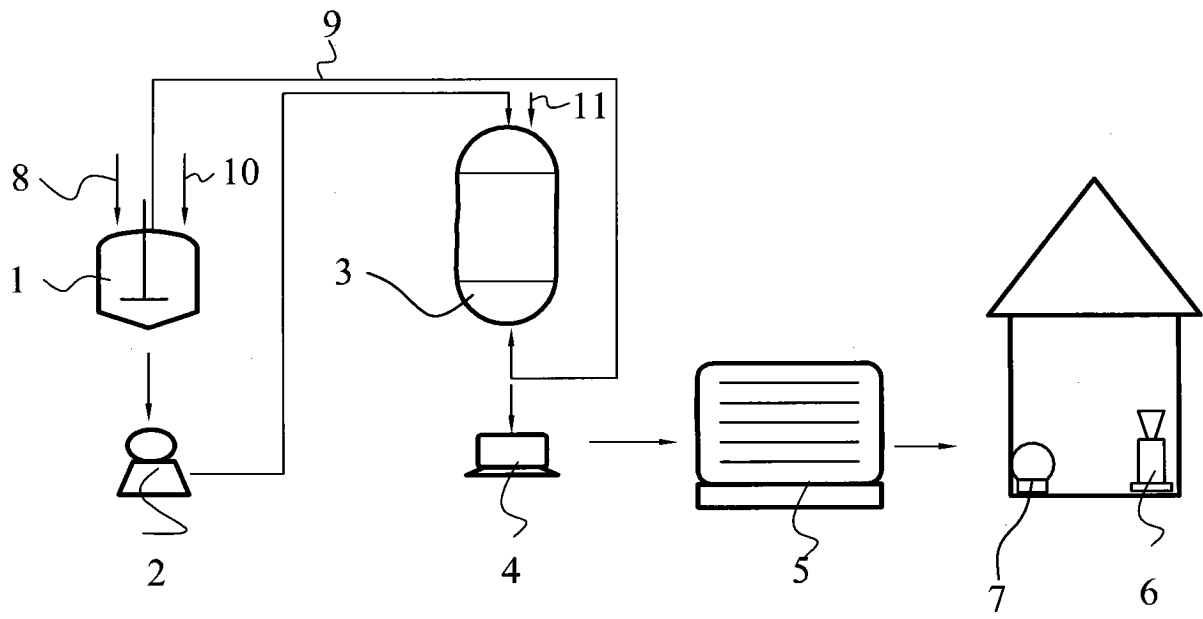


图 1