



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114735713 B

(45) 授权公告日 2024.03.29

(21) 申请号 202210197184.X	CN 113201965 A, 2021.08.03
(22) 申请日 2022.03.02	CN 110294481 A, 2019.10.01
(65) 同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 114735713 A	CN 107892305 A, 2018.04.10
(43) 申请公布日 2022.07.12	CN 111017932 A, 2020.04.17
(73) 专利权人 福建同晟新材料科技股份有限公司 地址 365508 福建省三明市沙县区高砂镇 大龙工业区	CN 113321220 A, 2021.08.31
(72) 发明人 卢元方	CN 113908798 A, 2022.01.11
(74) 专利代理机构 泉州丰硕知识产权代理事务 所(普通合伙) 35249 专利代理师 朱剑虹	CN 1287585 A, 2001.03.14
(51) Int. Cl.	JP 2000007320 A, 2000.01.11
C01B 33/193 (2006.01)	JP 2002220221 A, 2002.08.09
D21H 17/68 (2006.01)	JP 2008202173 A, 2008.09.04
D21H 21/22 (2006.01)	JP 2011047090 A, 2011.03.10
(56) 对比文件	WO 2015024951 A1, 2015.02.26
CN 108383130 A, 2018.08.10	WO 2020140358 A1, 2020.07.09
US 2006165581 A1, 2006.07.27	章杰, 施铁林, 李惠均. 阳离子淀粉的基本使用 技术及其在造纸中的应用. 精细化工. 1987, (06), 全文.
WO 2019179507 A1, 2019.09.26	汪镜亮. 硅砂生产硅酸钠及合成二氧化硅. 矿产综合利用. 1994, (01), 全文.
JP 2014148769 A, 2014.08.21	王万森; 高玉杰; 何秋实; 李静; 吴家全; 姚培 正. 淀粉改性处理碳酸钙的方法. 天津造纸 .2018, (04), 全文.
	审查员 周洋
	权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称
一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工
艺

(57) 摘要

本发明公开了一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,包括下列施工步骤:原料配制、原料熟化、原料合成、产品熟化、水洗、表面处理的工序。本发明解决了现有的造纸加工业使用纸浆纤维容易消耗大量的木质纤维、造成大量树木被砍伐,破坏环境;现有添加二氧化硅造纸的工艺中,二氧化硅的制备程序复杂且成品较贵,无法大量推广的问题。本发明通过半凝胶法生产二氧化硅,通过压力下加酸反应,从而形成均匀胶体粒子,与木质纤维的结合能力更高,替代部分木质纤维的效果更好,既降低了木质纤维的使用

量,减少了木材的损耗,真正做到了减少伐木,提高绿化的效果。

CN 114735713 B

1. 一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,其特征在于:包括以下几个步骤:

1) 原料配制:

将模数为3.4~3.5的工业硅酸钠加水配制,直至形成质量百分比含量为10~15%的硅酸钠水溶液;

同时,配制质量百分比含量为30~40%的硫酸水溶液;

2) 原料熟化:

将步骤1)中的硅酸钠水溶液加入反应罐,后升温至40~60℃,并控制熟化时间为4~5小时;

3) 原料合成:

向步骤2)熟化后的硅酸钠溶液中通入氮气,当压力达到1~2公斤/cm²时,升温至60~70℃,并在此温度下加入步骤1)调配好的硫酸水溶液,所述的硫酸水溶液加料速度100~300g/min,直至混合体系的Ph达到6~7后停止;

4) 产品熟化:

将步骤3)的混合体系物料设置在70~80℃的温度下搅拌,搅拌的时长控制在40~60min,在搅拌时控制温度恒定;

5) 水洗:

将步骤4)中的混合体系物料进行水洗,洗涤至水电阻率为500Ω/cm以下;

6) 表面处理:

将步骤5)洗净后的物料投入反应釜中,加水配置、直至形成二氧化硅含量15-20%的成品;在此期间进行搅拌打浆、并加入阳离子淀粉,反应1-2小时,制得造纸添加用合成二氧化硅;

其中,所述的步骤6)中的阳离子淀粉加入量为步骤6)中成品二氧化硅含量的5~10%。

2. 根据权利要求1所述的一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,其特征在于:所述的步骤6)中的搅拌打浆的时长控制在2~4小时。

3. 根据权利要求2所述的一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,其特征在于:所述的步骤6)中的反应温度控制为50℃。

一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及合成二氧化硅制备领域,特别涉及一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺。

背景技术

[0002] 随着国民经济的飞速发展,绿色环保的理念深入人心。纸张是人类文明发展必须产物,在制造过程中需要消耗大量的木质纤维,因此,造成大量树木被砍伐,破坏了我们的生存环境。

[0003] 在传统的造纸加工中往往使用纸浆纤维进行制造;然而,造纸工业的原材料组成中,除了纸浆纤维,还可以用部分矿物质填料代替。合成二氧化硅是一种化学性质稳定、无毒、无味的无定型物质,其不溶于水,只溶于氢氟酸和苛性钠;分子式 $\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$,一次性粒子10-15nm左右,合成二氧化硅纳米粒子通过化学或物理的方式富集在一起,形成二氧化硅的聚集体;具有较大孔容、较高的比表面积,表面具有大量的羟基,易于和纸浆纤维结合造纸,并对纸张起到增强吸墨性的作用,因此特别适于造纸添加物,从而减少木浆的使用量。

[0004] 目前,国外用于造纸业的二氧化硅价格比较昂贵,因此只作为高档纸的表面涂层的吸墨剂使用。二氧化硅在造纸中作为添加剂的这个方案在国内技术中属于空白领域。为此,我们发明了一种生产成本低廉的造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,从而达到节约木浆的作用,对目前的环保、绿化具有现实意义。

发明内容

[0005] (1) 要解决的技术问题

[0006] 本发明的目的是针对现有的造纸加工业使用纸浆纤维容易消耗大量的木质纤维、造成大量树木被砍伐,破坏环境;目前国外通过添加二氧化硅造纸的工艺中,二氧化硅的制备程序复杂且成品较贵,只能使用在高档纸中,不适合大量推广运用。因此,使用在造纸领域的效果有限,对环境保护的力度业有限。本发明通过提出一种制作程序简单、成本低、使用效果好的造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,从而解决现有技术存在的问题。

[0007] (2) 技术方案

[0008] 为了解决上述技术问题,本发明公开了这样一种造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,包括以下几个步骤:

[0009] 1) 原料配制:

[0010] 将模数为3.4~3.5的工业硅酸钠加水配制,直至形成质量百分比含量为10~15%的硅酸钠水溶液;

[0011] 同时,配制质量百分比含量为30~40%的硫酸水溶液;

[0012] 2) 原料熟化:

[0013] 将步骤1)中的硅酸钠水溶液加入反应罐,后升温至40~60℃,并控制熟化时间为4~5小时;

[0014] 3) 原料合成:

[0015] 向步骤2) 熟化后的硅酸钠溶液中通入氮气, 当压力达到1~2公斤/cm²时, 升温至60~70℃、并在此温度下加入步骤1) 调配好的硫酸水溶液, 所述的硫酸水溶液加料速度100~300g/min, 直至混合体系的Ph达到6~7后停止;

[0016] 4) 产品熟化:

[0017] 将步骤3) 的混合体系物料设置在70~80℃的温度下搅拌, 搅拌的时长控制在40~60min, 在搅拌时控制温度恒定;

[0018] 5) 水洗:

[0019] 将步骤4) 中的混合体系物料进行水洗, 洗涤至水电阻率为500Ω/cm以下;

[0020] 6) 表面处理:

[0021] 将步骤5) 洗净后的物料投入反应釜中, 加水配置、直至形成二氧化硅含量15-20%的成品; 在此期间进行搅拌打浆、并加入阳离子淀粉, 反应1-2小时, 制得造纸添加用合成二氧化硅。

[0022] 优选地, 所述的步骤6) 中的搅拌打浆的时长控制在2~4小时。

[0023] 优选地, 所述的步骤6) 中的阳离子淀粉加入量为步骤6) 中成品二氧化硅含量的5~10%。

[0024] 优选地, 所述的步骤6) 中的反应温度控制为50℃。

[0025] (3) 有益效果

[0026] 本发明与现有技术相比, 具有以下优点:

[0027] 1、与国内的传统造纸工业领域的造纸技术相比, 可以用部分矿物质填料即合成二氧化硅代替大量的纸浆纤维, 合成二氧化硅是一种化学性质稳定、无毒、无味的无定型物质, 其不溶于水, 只溶于氢氟酸和苛性钠, 替代部分纤维, 起到了降低木质纤维的使用量的目的, 通过该替代纸浆纤维, 可以减少大量树木被砍伐, 有效的保护生存的环境, 维持绿化的覆盖率, 减缓全球温室效应;

[0028] 2、与国外的二氧化硅应用在造纸工艺的方式相比, 本发明降低了二氧化硅制备的成本, 便于合成二氧化硅更好的运用在造纸的领域;

[0029] 3、本发明采用高模数水玻璃, 使水玻璃内部的胶体粒子尽量减小, 再利用氮气的压力使胶体粒子均匀一致, 并在压力下加入硫酸反应形成水凝胶; 由于压力的作用, 水凝胶的结构松散, 胶体粒子不容易互相黏连;

[0030] 4、本发明中加入阳离子淀粉的工艺, 能够令二氧化硅更易与木质纤维连接, 代替部分木质纤维, 起到了降低木质纤维使用量的目的;

[0031] 5、本发明是一种半凝胶法生产二氧化硅, 通过压力下加酸反应, 形成均匀胶体粒子, 与纤维的结合能力更高。

具体实施方式

[0032] 下面以不同的制作工艺对本发明进行详细的描述, 所列举的实施例可以使本专业的技术人员更理解本发明, 但不以任何形式限制本发明, 如可将本发明扩大至造纸工艺的生产中加以应用。

[0033] 实施例1:

[0034] 造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,包括以下几个步骤:

[0035] 1) 原料配制:

[0036] 将模数为3.4的工业硅酸钠加水配制,直至形成质量百分比含量为10%的硅酸钠水溶液,取硅酸钠水溶液1000g;同时,配制质量百分比含量为40%的硫酸水溶液;

[0037] 2) 原料熟化:

[0038] 将步骤1)中的硅酸钠水溶液加入反应罐,后升温至40℃,并控制熟化时间为4小时;

[0039] 3) 原料合成:

[0040] 向步骤2)熟化后的硅酸钠溶液中通入氮气,当压力达到1公斤/cm²时,升温至70℃、并在此温度下加入步骤1)调配好的硫酸水溶液,所述的硫酸水溶液加料速度100g/min,直至混合体系的Ph达到6后停止;

[0041] 4) 产品熟化:

[0042] 将步骤3)的混合体系物料设置在70℃的温度下搅拌,搅拌的时长控制在60min,在搅拌时控制温度恒定;

[0043] 5) 水洗:

[0044] 将步骤4)中的混合体系物料进行水洗,洗涤至水电阻率498Ω/cm;

[0045] 6) 表面处理:

[0046] 将步骤5)洗净后的物料投入反应釜中,加水配置、直至形成二氧化硅含量15%的成品;在此期间进行搅拌打浆、并加入阳离子淀粉10g,反应1小时,并在50℃下保温搅拌1小时,制得造纸添加用合成二氧化硅。

[0047] 实施例2:

[0048] 造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,包括以下几个步骤:

[0049] 1) 原料配制:

[0050] 将模数为3.42的工业硅酸钠加水配制,直至形成质量百分比含量为15%的硅酸钠水溶液,并取硅酸钠水溶液1000g;同时,配制质量百分比含量为33%的硫酸水溶液;

[0051] 2) 原料熟化:

[0052] 将步骤1)中的硅酸钠水溶液加入反应罐,后升温至55℃,并控制熟化时间为4.5小时;

[0053] 3) 原料合成:

[0054] 向步骤2)熟化后的硅酸钠溶液中通入氮气,当压力达到1.2公斤/cm²时,升温至60℃、并在此温度下加入步骤1)调配好的硫酸水溶液,所述的硫酸水溶液加料速度120g/min,直至混合体系的Ph达到6.6后停止;

[0055] 4) 产品熟化:

[0056] 将步骤3)的混合体系物料设置在72℃的温度下搅拌,搅拌的速率控制在50min,在搅拌时控制温度恒定;

[0057] 5) 水洗:

[0058] 将步骤4)中的混合体系物料进行水洗,洗涤至水电阻率468Ω/cm;

[0059] 6) 表面处理:

[0060] 将步骤5)洗净后的物料投入反应釜中,加水配置、直至形成二氧化硅含量18%的

成品;在此期间进行搅拌打浆、并加入阳离子淀粉12g,在50℃的温度下反应1.2小时,制得造纸添加用合成二氧化硅。

[0061] 实施例3:

[0062] 造纸添加剂用合成二氧化硅的制备工艺,包括以下几个步骤:

[0063] 1) 原料配制:

[0064] 将模数为3.5的工业硅酸钠加水配制,直至形成质量百分比含量为12%的硅酸钠水溶液,并取硅酸钠水溶液1000g;同时,配制质量百分比含量为30%的硫酸水溶液;

[0065] 2) 原料熟化:

[0066] 将步骤1)中的硅酸钠水溶液加入反应罐,后升温至60℃,并控制熟化时间为5小时;

[0067] 3) 原料合成:

[0068] 向步骤2)熟化后的硅酸钠溶液中通入氮气,当压力达到2公斤/cm²时,升温至65℃、并在此温度下加入步骤1)调配好的硫酸水溶液,所述的硫酸水溶液加料速度300g/min,直至混合体系的Ph达到7后停止;

[0069] 4) 产品熟化:

[0070] 将步骤3)的混合体系物料设置在80℃的温度下搅拌,搅拌的速率控制在40min,在搅拌时控制温度恒定;

[0071] 5) 水洗:

[0072] 将步骤4)中的混合体系物料进行水洗,洗涤至水电阻率469Ω/cm;

[0073] 6) 表面处理:

[0074] 将步骤5)洗净后的物料投入反应釜中,加水配置、直至形成二氧化硅含量20%的成品;在此期间进行搅拌打浆、并加入阳离子淀粉20g,反应2小时,制得造纸添加用合成二氧化硅。

[0075] 得到上述产品后进行试验,获得下列对比数据:

[0076]

	添加量% (纸浆中)	不透明度	裂断长m
实施例1	6%	93	3640
实施例2	6%	92.5	3400
实施例3	6%	90.3	4070
比较例	0	87	2770

[0077] 从上述实验数据中可以得出,每个实施例中的合成二氧化硅添加量为6%时,纸张的不透明度和裂断长都大幅度增加,相比于没有添加合成二氧化硅的单纯纸浆制成的纸张,提高了纸张的质量。

[0078] 实施例1-3均采用高模数水玻璃,使水玻璃内部的胶体粒子尽量减小,再利用氮气的压力使胶体粒子均匀一致,并在压力下加入硫酸反应形成水凝胶,由于压力的作用,水凝胶的结构松散,胶体粒子不容易互相黏连,加入阳离子淀粉后,二氧化硅更易与纤维连接,从而代替部分纤维,起到了降低木质纤维使用量的目的。由于本发明是一种半凝胶法生产二氧化硅,通过压力下加酸反应,形成均匀胶体粒子,与纤维的结合能力更高,是本项目发明的技术关键之一。

[0079] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,凡依本发明申请专利范围所做的均等变化与

修饰,皆应属于本发明的涵盖范围。