



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 118615989 A

(43) 申请公布日 2024.09.10

(21) 申请号 202411092605.8

C09C 1/00 (2006.01)

(22) 申请日 2024.08.09

C09C 3/12 (2006.01)

(71) 申请人 福建瑞森新材料股份有限公司

地址 364400 福建省龙岩市漳平市工业园区(和安小区)安坑7号

(72) 发明人 曹永清 陆志军 张旭 邹倩倩
史东怡

(74) 专利代理机构 厦门大程丰创知识产权代理有限公司 35332

专利代理师 黄伟敏

(51) Int. Cl.

B01J 19/18 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

C01B 25/37 (2006.01)

B82Y 40/00 (2011.01)

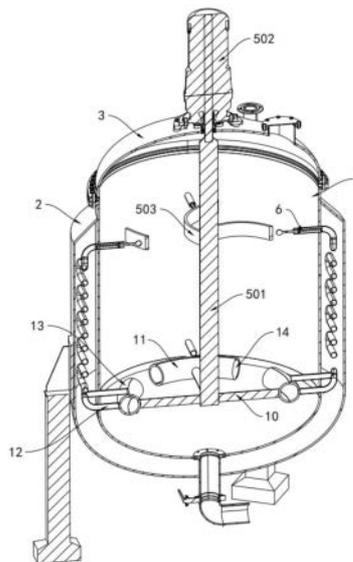
权利要求书2页 说明书5页 附图4页

(54) 发明名称

一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法,所述反应釜包括:反应釜体,外侧固定安装有相应的换热夹套;换热介质流通机构,用于将导热介质循环抽排经过所述换热夹套与反应釜体的所在空间;搅拌机构,包含搅拌轴,搅拌轴的上侧固定安装有弧形搅拌叶片;换热加强机构,包含设置于反应釜体与换热夹套之间的若干个导料管件,导料管件的上端部可移动安装有推料活塞,所述推料活塞分别向内固接有相应的推杆,推料活塞的外端分别通过相应的弹性件固定连接到所述导料管件上,所述推料活塞上分别设置有至少一个相应的透液孔。本发明在确保换热均匀性的基础上,能够有效明显提升换热效率,从而提升资源利用率。



1. 一种磷酸铝改性复合物制备用反应釜,其特征在于,包括:

反应釜体(1),外侧固定安装有相应的换热夹套(2),所述反应釜体(1)的顶部固定安装有相应的封盖(3);

换热介质流通机构,用于将导热介质循环抽排经过所述换热夹套(2)与反应釜体(1)的所在空间;

搅拌机构(5),包含转动安装于所述封盖(3)上的搅拌轴(501),所述搅拌轴(501)的底部延伸至所述反应釜体(1)的底部,搅拌轴(501)由固定安装于封盖(3)上的驱动电机(502)进行驱动,所述搅拌轴(501)的上侧固定安装有若个呈间隔设置的弧形搅拌叶片(503),所述弧形搅拌叶片(503)由弹性钢板制成;

换热加强机构(6),包含呈间隔状态设置于所述反应釜体(1)与换热夹套(2)之间的若干个导料管件(601),所述导料管件(601)的上端部向内翻折设置于所述反应釜体(1)内,且所述导料管件(601)的上端部分别可移动安装有相应的推料活塞(602),所述导料管件(601)的下端部向内翻折设置于所述反应釜体(1)内;所述推料活塞(602)分别向内固接有相应的推杆(603),推料活塞(602)的外端分别通过相应的弹性件(7)固定连接到所述导料管件(601)上,所述推料活塞(602)上分别设置有至少一个相应的透液孔(8),所述透液孔(8)的两侧分别可移动安装有相应的导轴(9),所述导轴(9)的内侧分别固接有相应的挡位件(901),导轴(9)的外侧之间分别固接有可对所述透液孔(8)形成封闭的封闭板(604);所述弧形搅拌叶片(503)转动经过所述推杆(603)的所在位置时,弧形搅拌叶片(503)被压缩并对所述推杆(603)形成推动,以对位于推料活塞(602)外侧的物料形成推料,使导料管件(601)内的物料沿导料管件(601)的下端部进行输出;所述弧形搅拌叶片(503)离开所述推杆(603)的所在位置时,弧形搅拌叶片(503)恢复形变,且所述推杆(603)在弹性件(7)的作用下复位,位于推料活塞(602)内侧的物料经所述透液孔(8)进入推料活塞(602)外侧的导料管件(601)内。

2. 根据权利要求1所述的一种磷酸铝改性复合物制备用反应釜,其特征在于,所述搅拌轴(501)的下侧固定安装有若干个呈间隔设置的刚性搅拌件(10),所述刚性搅拌件(10)的外端部分别固接有与刚性搅拌件(10)的外端部转动轨迹相对应的第一弧形板(11),所述第一弧形板(11)的横截面为开口朝外的半圆形状设置;所述导料管件(601)的下端部分别向下连接有一贯穿至所述反应釜体(1)内的导管(12),所述导管(12)内均设置有虹吸孔,且所述导管(12)的内端部连通设置有与所述第一弧形板(11)相适配的第二弧形板(13),所述第二弧形板(13)的横截面为开口朝内的半圆形状设置;所述第一弧形板(11)的端部分别固接有相应的圆形推料板(14),在所述第一弧形板(11)转动经过所述第二弧形板(13)的所在位置时,第一弧形板(11)、第二弧形板(13)和导管(12)形成虹吸三通管,随着第一弧形板(11)的转动,位于第一弧形板(11)、第二弧形板(13)之间的物料被圆形推料板(14)推动形成流动,以对设置有虹吸孔的导管(12)形成虹吸,以将导料管件(601)的下端部的物料抽排往反应釜体(1)内。

3. 根据权利要求1所述的一种磷酸铝改性复合物制备用反应釜,其特征在于,所述换热介质流通机构包含连接于所述换热夹套(2)底侧的换热介质进入管(401)、以及连接于所述换热夹套(2)上侧的换热介质排出管(402)。

4. 根据权利要求1所述的一种磷酸铝改性复合物制备用反应釜,其特征在于,所述导料

管件(601)在与所述弹性件(7)相对应的位置上设置有相应的固定杆件(15),所述弹性件(7)未连接于所述推料活塞(602)的一端固接到所述固定杆件(15)上。

5.根据权利要求1所述的一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜,其特征在于,所述推杆(603)的杆端部固接有一呈球形状设置的挡块(16)。

6.根据权利要求1所述的一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜,其特征在于,所述导料管件(601)呈波浪形状设置。

7.一种磷酸锆改性复合物的制备方法,基于上述权利要求1-6任一项所述的磷酸锆改性复合物制备用反应釜,其特征在于,包括以下具体步骤:

S1,将无氯锆源、磷酸根源、模版剂、分散剂、水、改性剂在所述反应釜体(1)中进行加热搅拌,得到浆料;

S2,将步骤S1得到的浆料进行过滤清洗后,烘干得到片层状磷酸锆;

S3,将步骤S2所制备的片层状磷酸锆用改性剂做表面改性。

8.根据权利要求7所述的一种磷酸锆改性复合物的制备方法,其特征在于,所述无氯锆源为碳酸锆;所述磷酸根源为磷酸;所述模版剂为醋酸;所述分散剂为聚乙二醇400;所述改性剂为偶联剂HK-570。

9.根据权利要求8所述的一种磷酸锆改性复合物的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中,加热温度控制60°C,加热时间为4h;所述步骤S2中,烘干温度控制在120°C,烘干时间为24h。

10.根据权利要求9所述的一种磷酸锆改性复合物的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中,无氯锆源、磷酸根源、模版剂、分散剂、水的质量比为1:0.7:0.2:0.01:15;所述步骤S3中,片层状磷酸锆、改性剂的质量比为100:1。

一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及磷酸锆改性复合物制备加工技术领域,具体是指一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法。

背景技术

[0002] 片层状磷酸锆改性复合物可以通过离子交换避免钠离子发生迁移,且改性后的片层状磷酸锆改性复合物在EVA中分散性好,粒径小分布窄,对胶膜的透光性影响小,因而解决PID效应。

[0003] 现有的片层状磷酸锆改性复合物的制备用反应设备多采用常规反应釜,其反应过程中,通过相应的搅拌机构以保持物料的混合均匀性,再通过盘管加热方式、或夹套加热方式以对反应环境温度进行控制。通过盘管加热以对反应环境温度进行控制时,其热交换效率较高,但是换热均匀性相对较差,为确保产品的制备进程能够得到更好的控制,更多的时候厂家还是会采用夹套加热方式以对片层状磷酸锆改性复合物的反应环境温度进行控制。而采用夹套换热方式以对反应环境温度进行控制时,虽然其换热均匀性相对较高,但是却存在换热效率相对较低的问题,导致资源利用率相对较低。

[0004] 因此,在确保换热均匀性的基础上,设计一款能够有效明显提升换热效率,从而提升资源利用率,以降低生产成本的磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法是本发明的研究目的。

发明内容

[0005] 针对上述现有技术存在的技术问题,本发明在于提供了一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法,该磷酸锆改性复合物制备用反应釜及基于其的制备方法能够有效解决上述现有技术存在的技术问题。

[0006] 本发明的技术方案是:

一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜,包括:

反应釜体,外侧固定安装有相应的换热夹套,所述反应釜体的顶部固定安装有相应的封盖;

换热介质流通机构,用于将导热介质循环抽排经过所述换热夹套与反应釜体的所在空间;

搅拌机构,包含转动安装于所述封盖上的搅拌轴,所述搅拌轴的底部延伸至所述反应釜体的底部,搅拌轴由固定安装于封盖上的驱动电机进行驱动,所述搅拌轴的上侧固定安装有若干个呈间隔设置的弧形搅拌叶片,所述弧形搅拌叶片由弹性钢板制成;

换热加强机构,包含呈间隔状态设置于所述反应釜体与换热夹套之间的若干个导料管件,所述导料管件的上端部向内翻折设置于所述反应釜体内,且所述导料管件的上端部分别可移动安装有相应的推料活塞,所述导料管件的下端部向内翻折设置于所述反应釜体内;所述推料活塞分别向内固接有相应的推杆,推料活塞的外端分别通过相应的弹性件

固定连接到所述导料管件上,所述推料活塞上分别设置有至少一个相应的透液孔,所述透液孔的两侧分别可移动安装有相应的导轴,所述导轴的内侧分别固接有相应的挡位件,导轴的外侧之间分别固接有可对所述透液孔形成封闭的封闭板;所述弧形搅拌叶片转动经过所述推杆的所在位置时,弧形搅拌叶片被压缩并对所述推杆形成推动,以对位于推料活塞外侧的物料形成推料,使导料管件内的物料沿导料管件的下端部进行输出;所述弧形搅拌叶片离开所述推杆的所在位置时,弧形搅拌叶片恢复形变,且所述推杆在弹性件的作用下复位,位于推料活塞内侧的物料经所述透液孔进入推料活塞外侧的导料管件内。

[0007] 所述搅拌轴的下侧固定安装有若干个呈间隔设置的刚性搅拌件,所述刚性搅拌件的外端部分别固接有与刚性搅拌件的外端部转动轨迹相对应的第一弧形板,所述第一弧形板的横截面为开口朝外的半圆形状设置;所述导料管件的下端部分别向下连接有一贯穿至所述反应釜体内的导管,所述导管内均设置有虹吸孔,且所述导管的内端部连通设置有与所述第一弧形板相适配的第二弧形板,所述第二弧形板的横截面为开口朝内的半圆形状设置;所述第一弧形板的端部分别固接有相应的圆形推料板,在所述第一弧形板转动经过所述第二弧形板的所在位置时,第一弧形板、第二弧形板和导管形成虹吸三通管,随着第一弧形板的转动,位于第一弧形板、第二弧形板之间的物料被圆形推料板推动形成流动,以对设置有虹吸孔的导管形成虹吸,以将导料管件的下端部的物料抽排往反应釜体内。

[0008] 所述换热介质流通机构包含连接于所述换热夹套底侧的换热介质进入管、以及连接于所述换热夹套上侧的换热介质排出管。

[0009] 所述导料管件在与所述弹性件相对应的位置上设置有相应的固定杆件,所述弹性件未连接于所述推料活塞的一端固接到所述固定杆件上。

[0010] 所述推杆的杆端部固接有一呈球形状设置的挡块。

[0011] 所述导料管件呈波浪形状设置。

[0012] 一种磷酸锆改性复合物的制备方法,基于上述所述的磷酸锆改性复合物制备用反应釜,包括以下具体步骤:

S1,将无氯锆源、磷酸根源、模版剂、分散剂、水、改性剂在所述反应釜体中进行加热搅拌,得到浆料;

S2,将步骤S1得到的浆料进行过滤清洗后,烘干得到片层状磷酸锆;

S3,将步骤S2所制备的片层状磷酸锆用改性剂做表面改性。

[0013] 所述无氯锆源为碳酸锆;所述磷酸根源为磷酸;所述模版剂为醋酸;所述分散剂为聚乙二醇400;所述改性剂为偶联剂HK-570。

[0014] 所述步骤S1中,加热温度控制60°C,加热时间为4h;所述步骤S2中,烘干温度控制在120°C,烘干时间为24h。

[0015] 所述步骤S1中,无氯锆源、磷酸根源、模版剂、分散剂、水的质量比为1:0.7:0.2:0.01:15;所述步骤S3中,片层状磷酸锆、改性剂的质量比为100:1。

[0016] 本发明的优点:

1) 本发明在传统的换热夹套的基础上,进一步增设有换热加强机构,当弧形搅拌叶片转动经过推杆的所在位置时,弧形搅拌叶片被压缩并对所述推杆形成推动,以对位于推料活塞外侧的物料形成推料,使导料管件内的物料沿导料管件的下端部进行输出;当弧形搅拌叶片离开推杆的所在位置时,弧形搅拌叶片恢复形变,且推杆在弹性件的作用下复

位,位于推料活塞内侧的物料经所述透液孔进入推料活塞外侧的导料管件内。如此一来,即可在搅拌机构的作业过程中,间歇性的将位于反应釜体上部的物料持续导向反应釜体的下部,不仅可以明显提升物料的混料均匀性和进一步提升物料的换热均匀性,且能够间隙性地将物料导流经过反应釜体与换热夹套之间,从而能够有效明显提升换热效率,以提升资源利用率和降低生产成本。

[0017] 2) 本发明的弧形搅拌叶片在转动经过推杆的所在位置时被压缩,以在缓冲状态下实现推料动作,从而提升本发明的实用效果;而弧形搅拌叶片在离开推杆的所在位置时则恢复形变,在弧形搅拌叶片恢复形变的过程中,还能够提升对物料的搅动效果,从而进一步提升物料的混料均匀性。

[0018] 3) 本发明的搅拌轴下侧还固定安装有若干个呈间隔设置的刚性搅拌件,刚性搅拌件的外端部固接有第一弧形板,并在导料管件的下端部分别向下连接有设置有虹吸孔的导管,且在导管的内端部连通设置有与第一弧形板相适配的第二弧形板,且在第一弧形板的端部分别固接有相应的圆形推料板。如此一来,在第一弧形板转动经过第二弧形板的所在位置时,第一弧形板、第二弧形板和导管形成虹吸三通管,随着第一弧形板的转动,位于第一弧形板、第二弧形板之间的物料被圆形推料板推动形成流动,以对设置有虹吸孔的导管形成虹吸,以将导料管件的下端部的物料抽排往反应釜体内。以交替形成上部推料、下部抽料的物料循环抽排,以进一步提升物料的混料均匀性和物料的换热均匀性,并进一步有效提升换热效率。

[0019] 4) 通过本发明制备得到的磷酸锆改性复合物的粒径分布窄,经检测,其宽度在100-800纳米,厚度在5-50纳米,其钠离子交换量大,通过其制备的胶膜透光率好。

附图说明

[0020] 图1为本发明的结构示意图。

[0021] 图2为本发明的剖视图。

[0022] 图3为换热加强机构的分布示意图。

[0023] 图4为换热加强机构的结构示意图。

[0024] 图5为本发明制备得到的磷酸锆改性复合物在电镜SEM下的显示图。

[0025] 附图中:反应釜体1、换热夹套2、封盖3、换热介质进入管401、换热介质排出管402、搅拌机构5、搅拌轴501、驱动电机502、弧形搅拌叶片503、换热加强机构6、导料管件601、推料活塞602、推杆603、封闭板604、弹性件7、透液孔8、导轴9、挡位件901、刚性搅拌件10、第一弧形板11、导管12、第二弧形板13、圆形推料板14、固定杆件15、挡块16。

具体实施方式

[0026] 为了便于本领域技术人员理解,现将实施例结合附图对本发明的结构作进一步详细描述:

实施例一

参考图1-4,一种磷酸锆改性复合物制备用反应釜,包括:

反应釜体1,外侧固定安装有相应的换热夹套2,所述反应釜体1的顶部固定安装有相应的封盖3;

换热介质流通机构,用于将导热介质循环抽排经过所述换热夹套2与反应釜体1的所在空间;

搅拌机构5,包含转动安装于所述封盖3上的搅拌轴501,所述搅拌轴501的底部延伸至所述反应釜体1的底部,搅拌轴501由固定安装于封盖3上的驱动电机502进行驱动,所述搅拌轴501的上侧固定安装有若个呈间隔设置的弧形搅拌叶片503,所述弧形搅拌叶片503由弹性钢板制成;

换热加强机构6,包含呈间隔状态设置于所述反应釜体1与换热夹套2之间的若干个导料管件601,所述导料管件601的上端部向内翻折设置于所述反应釜体1内,且所述导料管件601的上端部分别可移动安装有相应的推料活塞602,所述导料管件601的下端部向内翻折设置于所述反应釜体1内;所述推料活塞602分别向内固接有相应的推杆603,推料活塞602的外端分别通过相应的弹性件7固定连接到所述导料管件601上,所述推料活塞602上分别设置有至少一个相应的透液孔8,所述透液孔8的两侧分别可移动安装有相应的导轴9,所述导轴9的内侧分别固接有相应的挡位件901,导轴9的外侧之间分别固接有可对所述透液孔8形成封闭的封闭板604;所述弧形搅拌叶片503转动经过所述推杆603的所在位置时,弧形搅拌叶片503被压缩并对所述推杆603形成推动,以对位于推料活塞602外侧的物料形成推料,使导料管件601内的物料沿导料管件601的下端部进行输出;所述弧形搅拌叶片503离开所述推杆603的所在位置时,弧形搅拌叶片503恢复形变,且所述推杆603在弹性件7的作用下复位,位于推料活塞602内侧的物料经所述透液孔8进入推料活塞602外侧的导料管件601内。

[0027] 本发明在传统的换热夹套2的基础上,进一步增设有换热加强机构6,当弧形搅拌叶片503转动经过推杆603的所在位置时,弧形搅拌叶片503被压缩并对推杆603形成推动,以对位于推料活塞602外侧的物料形成推料,使导料管件601内的物料沿导料管件601的下端部进行输出;当弧形搅拌叶片503离开推杆603的所在位置时,弧形搅拌叶片503恢复形变,且推杆603在弹性件7的作用下复位,位于推料活塞602内侧的物料经所述透液孔8进入推料活塞602外侧的导料管件601内。如此一来,即可在搅拌机构5的作业过程中,间歇性的将位于反应釜体1上部的物料持续导向反应釜体1的下部,不仅可以明显提升物料的混料均匀性和进一步提升物料的换热均匀性,且能够间隙性地将物料导流经过反应釜体1与换热夹套2之间,从而能够有效明显提升换热效率,以提升资源利用率和降低生产成本。

[0028] 弧形搅拌叶片503在转动经过推杆603的所在位置时被压缩,以在缓冲状态下实现推料动作,从而提升本发明的实用效果;而弧形搅拌叶片503在离开推杆603的所在位置时则恢复形变,在弧形搅拌叶片503恢复形变的过程中,还能够提升对物料的搅动效果,从而进一步提升物料的混料均匀性。

[0029] 所述搅拌轴501的下侧固定安装有若干个呈间隔设置的刚性搅拌件10,所述刚性搅拌件10的外端部分别固接有与刚性搅拌件10的外端部转动轨迹相对应的第一弧形板11,所述第一弧形板11的横截面为开口朝外的半圆形状设置;所述导料管件601的下端部分别向下连接有一贯穿至所述反应釜体1内的导管12,所述导管12内均设置有虹吸孔,且所述导管12的内端部连通设置有与所述第一弧形板11相适配的第二弧形板13,所述第二弧形板13的横截面为开口朝内的半圆形状设置;所述第一弧形板11的端部分别固接有相应的圆形推料板14,在所述第一弧形板11转动经过所述第二弧形板13的所在位置时,第一弧形板11、第

二弧形板13和导管12形成虹吸三通管,随着第一弧形板11的转动,位于第一弧形板11、第二弧形板13之间的物料被圆形推料板14推动形成流动,以对设置有虹吸孔的导管12形成虹吸,以将导料管件601的下端部的物料抽排往反应釜体1内。

[0030] 在刚性搅拌件10、第一弧形板11、导管12、第二弧形板13的配合设置作用下,与换热加强机构6形成配合,以交替形成上部推料、下部抽料的物料循环抽排,以进一步提升物料的混料均匀性和物料的换热均匀性,并进一步有效提升换热效率。

[0031] 所述换热介质流通机构包含连接于所述换热夹套2底侧的换热介质进入管401、以及连接于所述换热夹套2上侧的换热介质排出管402。

[0032] 所述导料管件601在与所述弹性件7相对应的位置上设置有相应的固定杆件15,所述弹性件7未连接于所述推料活塞602的一端固接到所述固定杆件15上。

[0033] 所述推杆603的杆端部固接有一呈球形状设置的挡块16。所述导料管件601呈波浪形状设置。

[0034] 实施例二

一种磷酸锆改性复合物的制备方法,基于上述实施例一所述的磷酸锆改性复合物制备用反应釜,包括以下具体步骤:

S1,将无氯锆源、磷酸根源、模版剂、分散剂、水、改性剂在所述反应釜体1中进行加热搅拌,得到浆料;

S2,将步骤S1得到的浆料进行过滤清洗后,烘干得到片层状磷酸锆;

S3,将步骤S2所制备的片层状磷酸锆用改性剂做表面改性。

[0035] 所述无氯锆源为碳酸锆;所述磷酸根源为磷酸;所述模版剂为醋酸;所述分散剂为聚乙二醇400;所述改性剂为偶联剂HK-570。

[0036] 所述步骤S1中,加热温度控制60°C,加热时间为4h;所述步骤S2中,烘干温度控制在120°C,烘干时间为24h。

[0037] 所述步骤S1中,无氯锆源、磷酸根源、模版剂、分散剂、水的质量比为1:0.7:0.2:0.01:15;所述步骤S3中,片层状磷酸锆、改性剂的质量比为100:1。

[0038] 本发明的实施例二制备所得到的磷酸锆改性复合物在电镜SEM显示图如图5所示,根据图5可知:制备得到的磷酸锆改性复合物的粒径分布窄,透光率好。经检测,本发明的实施例二制备所得到的磷酸锆改性复合物的宽度在100-800纳米,厚度在5-50纳米。

[0039] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

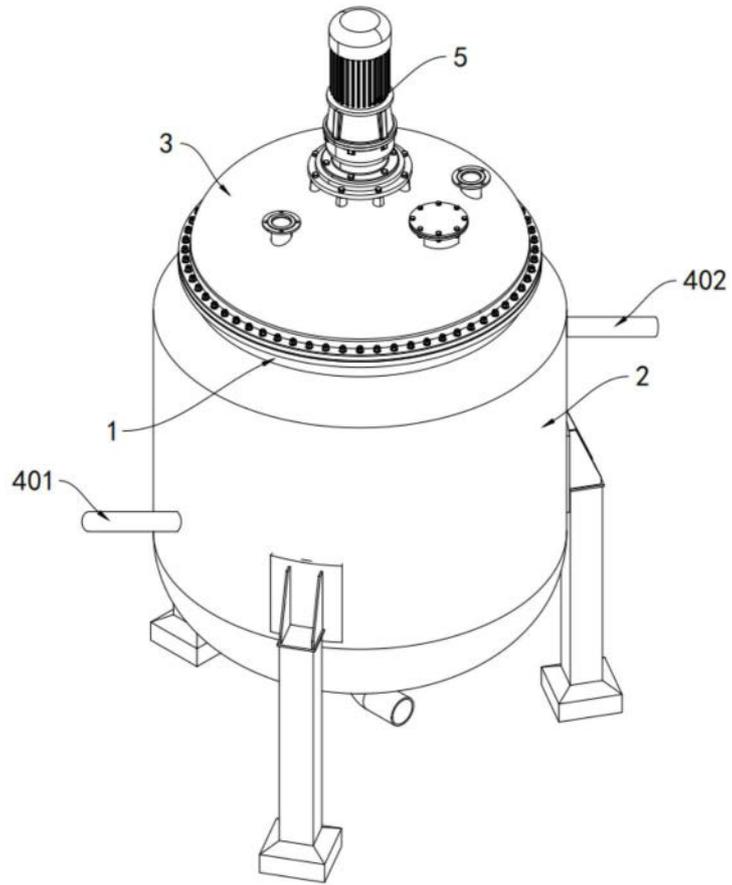


图1

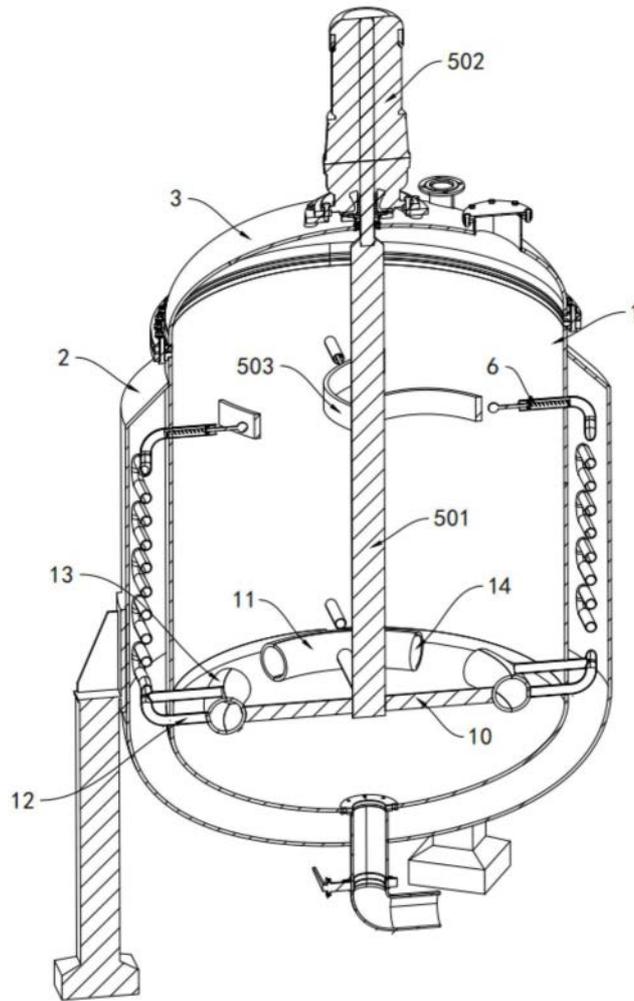


图2

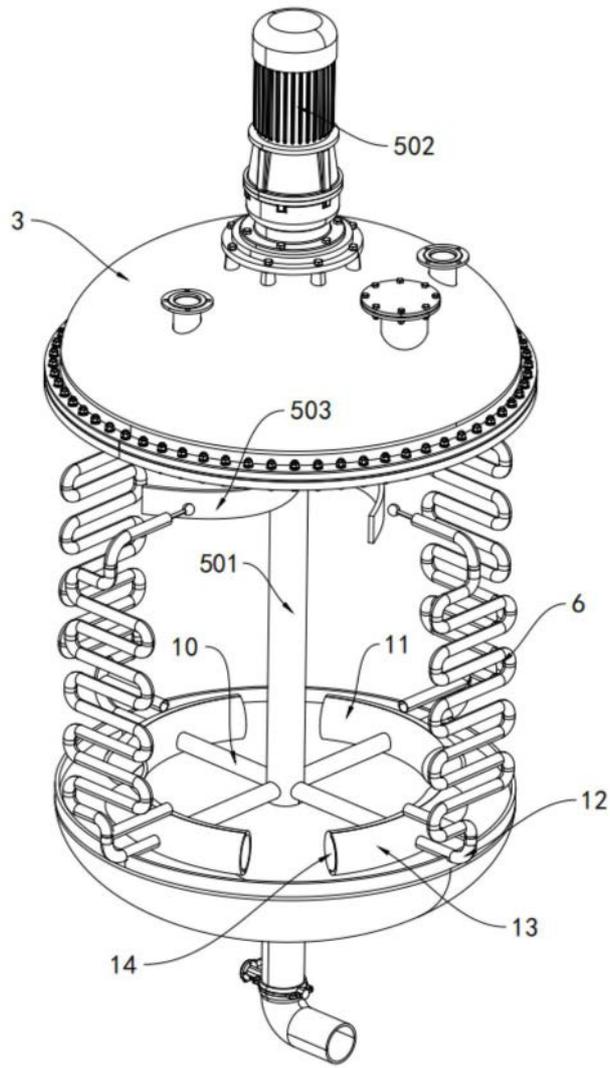


图3

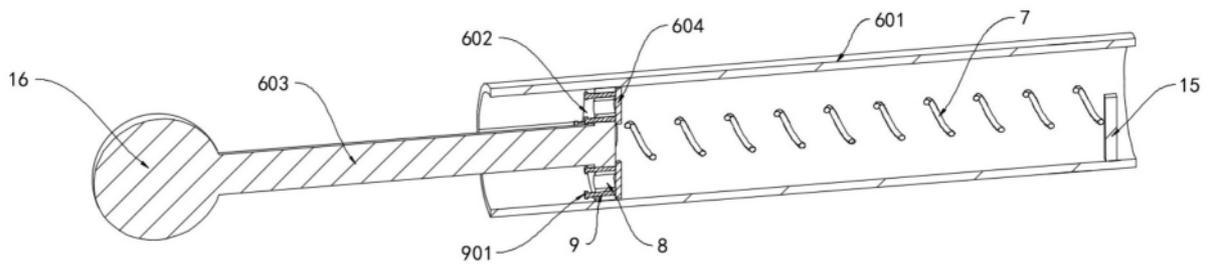


图4

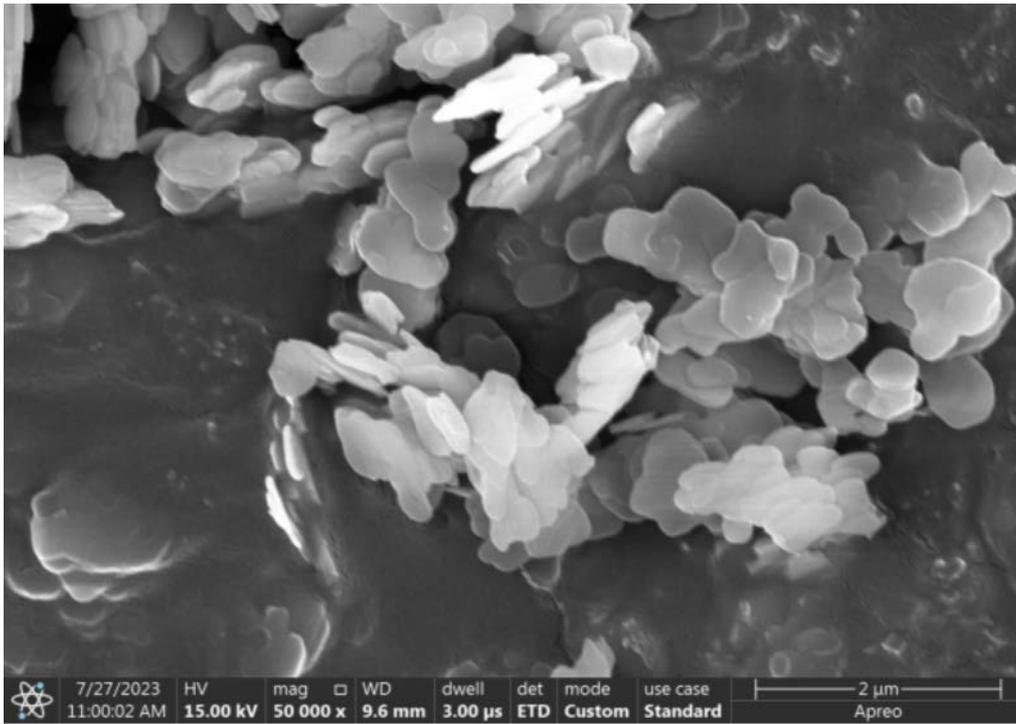


图5