

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C09C 3/04

C01F 11/18

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 96102845.9

[45]授权公告日 2000年9月6日

[11]授权公告号 CN 1056166C

[22]申请日 1996.4.9 [24]颁证日 2000.8.12

[21]申请号 96102845.9

[73]专利权人 中国制浆造纸工业研究所

地址 100020 北京市朝阳区光华路12号

共同专利权人 北京国利超细粉体有限责任公司

[72]发明人 宋宝祥 武亚夫 尚运生 路万成

[56]参考文献

JP6041463A 1994. 2.15 CO7C1/02

审查员 殷朝辉

[74]专利代理机构 北京万科园专利事务所

代理人 张亚军 李丕达

权利要求书 0.5 页 说明书 2.5 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 造纸超微细研磨碳酸钙及其制造方法

[57]摘要

一种以天然方解石、大理岩、石灰石、白垩为原料,经干法粉碎,湿法超细研磨、化学稳定性处理、干燥工艺而制造的造纸涂料超细研磨碳酸钙,其成份中粒径小于2微米的含量占90—99%,白度为90—98%,其中碳酸钙含量大于98%,干燥后的产品有良好的粒度还原性和低的分散体粘度。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

权利要求书

1. 造纸超微细研磨碳酸钙,其特征为:

(1)含有碳酸钙大于98%以及组成稳定处理剂的多元醇和聚丙烯酸钠分别为0.02—0.3%和0.2—0.5%,所述的百分数均以产品重量为100计,(2)粒径小于5微米,其中小于2微米的占90—99%、小于1微米的占70—85%,(3)磨损值低于30毫米/2000次,(4)白度90—98%,(5)水份小于1%。

2. 根据权利要求1所述的超微细研磨碳酸钙,其特征在于所述的多元醇选用甘油、三乙醇胺、丙二醇。

3. 权利要求1所述的超微细研磨碳酸钙加工制造方法,其中选择下列碳酸钙含量不少于98%、白度为90—97%的天然高纯度的方解石、白垩、大理石、石灰石中的任何一种为原料,然后按照下列步骤进行制造:

(1)原料干法粉碎研磨

原料的粉碎和研磨是在立轴式破碎自磨机中一步完成,进料粒径100—150mm,出料细度200—1000目,

(2)调浆分散

将(1)步得到的干粉放入调浆罐中配制成浓度65—75%的泥浆,并充分分散,浆料分散时加入0.2—0.4%的常规分散剂,

(3)湿法超细研磨

将(2)步制得的浆料通过泵或高位箱送入湿法研磨设备,在温度低于70℃、介质球粒径0.5—2.5mm下进行研磨,所述的湿法研磨设备选用棒式或盘式搅拌磨,或者圆盘卧式或立式砂磨机,可以2—3台串联研磨或单台间隙研磨,

(4)化学稳定性处理

在(3)步湿法超细研磨后的浆料中加入由多元醇和聚丙烯酸钠组成的稳定处理剂,其加入量((以产品重量为100计):多元醇0.02—0.3%、聚丙烯酸钠0.2—0.5%,然后搅拌均匀即可,所述的多元醇选用甘油、三乙醇胺、丙二醇,

(5)干燥

对(4)步化学稳定性处理后的浆料在干燥设备内,于80—350℃下进行干燥,制得水份小于1%的干粉,其粒径小于5微米,其中小于2微米粒径占90—99%,

所述的干燥设备选用喷雾干燥器、搅拌分散闪蒸干燥器或链板干燥器。

4. 按照权利要求3所述的方法,其特征在于(3)步所述的湿法研磨设备为棒式或盘式搅拌磨。

5. 按照权利要求3所述的方法,其特征在于(5)步所述的干燥设备为喷雾干燥器,其盘式喷头转速大于13000转/分,干燥温度为200—350℃,进料浓度为50—70%。

本发明涉及造纸原料辅料技术工艺,具体地说是以天然方解石、大理石、白垩、石灰石为原料的造纸涂料用超微细研磨碳酸钙及其制造方法。

研磨超微细碳酸钙是造纸涂料中最普遍使用的颜料之一。国内外生产干粉产品,通常采用干法制造工艺,将破碎的粉料先通过雷蒙磨或高速机械冲击磨或气流磨或高压辊磨机细磨,再通过气相分级,生产能耗大、成本高;粒径粗,不能保证全部除掉大于10微米颗粒;小于2微米含量产品提取率低,单程分级不超过30%,产生大量的尾料。美国、日本、德国、以色列和西班牙(参见《超细粉碎原理、工艺设备及应用》P331,中国建材工业出版社、郑水林著)(《制浆造纸工艺学》Casey 4卷P2040),采用湿法研磨、离心分级、浓缩脱水工艺生产研磨碳酸钙泥浆或泥饼产品供应市场。这种湿法生产工艺流程复杂,投资大,每吨原料提取60—70%的产品,其余为粗颗粒的副产品。由于泥浆和泥饼产品的运输、保存不便,在寒冷地区需要保温存放,且微细碳酸钙浆料中细小粒子有较大的凝聚倾向,在干燥过程容易烧结,使涂料制备中分散困难,粒度难以还原,所以一般不提供干粉产品。

本发明的目的在于克服上述制造方法和产品质量上的不足,提供一种干湿法结合加工的超微细研磨碳酸钙及其制造方法。

本发明所提供的超微细研磨碳酸钙其特征为:

碳酸钙含量大于98%;小于5微米粒径含量为100%,小于2微米粒径含量为90—99%;小于1微米含量为70—85%;磨损值低于3毫克/2000次;白度90—98%;水份小于1%。

为使产品中亚微米级细小粒子在涂料制备过程中能够充分还原,保持颜料分散体具有良好分散性和低

的粘度,产品中加有多元醇和聚丙烯酸钠稳定处理剂。

本发明所提供的该种超微细研磨碳酸钙的制造方法为:选择下列其碳酸钙含量不少于 98%、白度在 90—97%的天然高纯度的方解石、白垩、大理石、石灰石中的任何一种,然后按照下列步骤进行制造:

1. 原料干法粉碎研磨

原料的粉碎和研磨是在立轴式破碎自磨机中一步完成。进料粒径 100—150mm,出料温度 200—1000 目。

2. 调浆分散

细度不小于 200 目的干粉,在调浆罐中配制成浓度 65—75%的泥浆并充分分散。浆料分散时加入 0.2—0.4%的常规分散剂。

3. 湿法超细研磨

浆料通过泵或高位箱送入搅拌磨中超细研磨。湿法研磨设备以选用棒式或盘式搅拌磨为好,也可用圆盘卧式或立式砂磨机。2—3 台串联或单台间隙研磨。磨料浓度 65—75%,温度不高于 70℃、介质球粒径 0.5—2.5mm。研磨后产品粒度小于 5 微米粒径 100%,小于 2 微米粒径 90—99%。

4. 化学稳定性处理

稳定性处理是通过加入一定量的化学助剂,改变微细粒子表面张力和电荷极性,克服微细粒子凝聚在高温干燥过程的烧结。达到颗粒充分还原目的,使产品具有良好的分散性,降低颜料分散体粘度。

稳定处理剂由 0.02—0.3%的多元醇和 0.2—0.5%聚丙烯酸钠组成。多元醇可选用甘油、三乙醇胺、丙二醇等。表 1 列出了加入稳定剂后颜料分散体粘度和粒度还原效果的关系。

5. 储浆

达到细度要求的浆料泵送到带有搅拌装置的储浆罐中储存。浆料可作为中间产品供造纸厂使用,亦可通过压滤机脱水后以泥饼形式供应市场。

6. 干燥

浆料经高速离心喷雾干燥器干燥制造出水份小于 1%的干粉。盘式喷雾头转速不小于 13000 转/分,干燥温度 200—350℃,进料浓度 50—70%。干燥设备也可用搅拌分散闪蒸干燥器或链板干燥器。

本发明提出的制造工艺简单、成本低、无尾渣,干

粉不烧结。产品粒度细,分散性好,磨耗值低。由于基本不存在 0.2 微米以下细粒子,涂料粘度低,节省胶粘剂。用于涂布纸面涂料可提高纸张白度、不透明度、平滑度和印刷适性,颜料用量配比 60%时不降低光泽。

因此,本发明所提供的制造方法流程短,投资少,能耗低,本发明所提供的该种超微细研磨碳酸钙只通过一步湿法超细研磨即可获得,不需要粒度分级,因此不产生粗的尾渣和副产品,实现无尾矿作业,收获率高,解决了湿法超细研磨碳酸钙干燥过程容易烧结的技术难题,使产品不但可满足造纸工业需要,也可用于油漆、油墨和高级建筑涂料等行业。

表 1. 稳定处理后超细碳酸钙颜料分散体粘度和粒度还原性能

物料名称	粒度分布, %				分散体粘度 CPS 75%
	$\leq 10\mu\text{m}$	$\leq 5\mu\text{m}$	$\leq 2\mu\text{m}$	$\leq 1\mu\text{m}$	
超细浆料		100	96	85	340
未加稳定处理剂(干粉)	98	96	87	68	420
本发明产品(干粉)		100	96	84	280