



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03148425.5

[43] 公开日 2005 年 1 月 19 日

[11] 公开号 CN 1566025A

[22] 申请日 2003.7.1 [21] 申请号 03148425.5

[71] 申请人 北京化工大学

地址 100029 北京市朝阳区北三环东路 15 号

[72] 发明人 段 雪 李殿卿 何俊玲

[74] 专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司

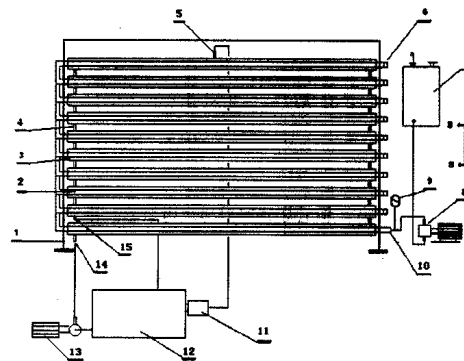
代理人 卢国楷

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

[54] 发明名称 一种制备水滑石层状晶体材料用管式连续晶化反应装置

## [57] 摘要

本发明设计了一种管式静态混合连续晶化反应装置，通过本发明可使被晶化的物料在晶化管中边流动边加热晶化，内部装的 SV、SH 型螺旋片以增加物料径向返混使晶化颗粒更均匀，实现了晶化过程的连续化操作。本发明操作简单，过程条件易于控制，可实现自动化控制，克服了原有制备 LDH 所采用的间歇式晶化装置操作复杂、劳动强度高、不便于实现制备过程的自动化和连续化的缺点。此外，该管式晶化反应器比传统的釜式晶化反应器制备成本低。



1. 一种制备水滑石层状材料用管式连续晶化反应装置包括：

一个四脚固定支架（1），在其上可以固定晶化反应管；

一组不锈钢晶化反应管（2），它们呈水平状固定在支架（1）的两侧，利用管两端的接口由与晶化管同材质、同样内径的短管连接起来，自上而下构成一套连通的螺旋盘管，其中完成一个往返被分为一组，每组末端设置一个取样阀兼出料阀（16），最上端的为终端出料阀（6），所述晶化反应管内部装有 SV、SH 型螺旋片（17）以增加径向返混，所述晶化反应管外部带有加热夹套（3），各组反应管的夹套用连接管（4）串联连接，夹套内用循环导热油加热，夹套内设有测温热电偶（5）；

一个高位给料槽（7），料槽底部出料口与反应管入口（10）用连接管连接，在料槽和反应管入口之间设置一柱塞式计量泵（8）和一个压力表（9）；

一个导热油加热槽（12），内盛导热油，在其上安装有导热油泵（13）和控温仪（11），导热油泵的出口与夹套连接管的进口（14）连接，由夹套连接管的出口（15）将导热油导入加热槽内，控温仪（11）通过测温热电偶（5）对夹套油温进行控制，加热槽采用电加热方式。

2. 根据权利要求 1 所述制备水滑石层状材料用管式连续晶化反应装置，其特征是晶化反应管内部所装 SV、SH 型螺旋片的体积占反应管内部空腔总体积的 8-12%；夹套内循环导热油温度最高可达到 350℃。

## 一种制备水滑石层状材料用管式连续晶化反应装置

## 技术领域：

5 本发明涉及一种制备水滑石层状晶体材料用连续晶化反应装置。

## 技术背景：

水滑石层状晶体材料（Layered Double Hydroxides，简称 LDH）最常用的制备方法是共沉淀法，该方法将混合盐溶液和混合碱溶液通过适当方式混合，使之发生共沉淀，然后将沉淀物的悬浮液在一定温度条件下晶化，再经洗涤、过  
10 滤和干燥得 LDH 晶体。晶化过程在整个制备过程中起着十分重要的作用。

本发明人曾在申请号为 00132146.3 的专利申请中发明了通过程序控温动态晶化法制备层状晶体材料的方法。该方法针对现有共沉淀法制备层状材料时所表现出的粒子尺寸大、粒径分布宽的缺点进行了改进。根据晶体生长的化学理论，利用不同晶粒尺寸的无机晶体材料在不同温度下的热力学溶解平衡的差异，  
15 将间歇式晶化釜内占总体积 2-10% 的混合浆液引出晶化釜，经冷凝器冷却至 20-60℃ 再返回晶化釜中，改变了不同尺寸晶体的生长环境，保证了晶体尺寸的均一性。其缺点是采用间歇式操作，晶化一釜需要 5-10 小时，上一釜出料后才能再晶化下一釜。

## 发明内容：

20 为了克服原有制备 LDH 所采用的间歇式晶化装置操作复杂、劳动强度高、不便于实现制备过程的自动化和连续化的缺点，本发明设计了一种管式静态混合连续晶化反应装置，使需晶化的物料在带加热夹套的反应管中边流动边晶化，以实现晶化过程的连续化操作。

本发明所述的管式连续晶化反应装置包括：

25 一个四脚固定支架，在其上可以固定晶化反应管；

不锈钢晶化反应管，它们呈水平状固定在支架的两侧，利用管两端的接口由与晶化管同材质、同样内径的短管连接起来，自上而下构成一套连通的螺旋  
30 盘管，其中完成一个往返被分为一组，每组末端设置一个取样阀兼出料阀，最上端的为终端出料阀，所述晶化反应管内部装有 SV、SH 型螺旋片以增加径向返混，所述晶化反应管外部带有加热夹套，各组反应管的夹套用连接管串联连

接，夹套内用循环导热油加热，夹套内设有测温点；

一个高位给料槽，料槽底部出料口与反应管入口用连接管连接，在料槽和反应管入口之间设置一柱塞式计量泵和一个压力表。

一个导热油加热槽，内盛导热油，在其上安装有导热油泵和控温仪，导热油泵的出口与夹套连接管的进口连接，由夹套连接管的出口将导热油导入加热槽内，控温仪通过测温热电偶对夹套油温进行控制，加热槽采用电加热方式。

SV、SH型螺旋片的体积占反应管内部空腔总体积的8-12%。

本发明的工艺流程是：将制备水滑石用的混合盐溶液和混合碱溶液充分混合后到入高位料槽（7），由柱塞泵（8）打入反应管入口（10），物料在反应管（2）内由下至上边流动边晶化，根据不同物料所需的晶化时间可确定计量泵（8）的进料速度；经加热槽（12）加热的导热油由导热油泵（13）打入夹套进口（14），依次串联通过各反应管夹套最后从出口（15）返回到加热槽。夹套内循环导热油的温度经测温热电偶（5）采集信号后由控温仪（11）上的温度表读取。根据计量泵进料速度和所需晶化时间可确定在第几组出料阀（16）出料；通过调整晶化温度可控制晶化程度。晶化得到的含LDH的浆液经过滤、洗涤、干燥后得到LDH成品。

分别采用X射线衍射（XRD）、傅立叶变换红外（FT-IR）、等离子体发射光谱（ICP）、热重-差热分析（TG-DTA）、透射电镜照片（TEM）和激光粒度分析仪等手段表征LDH样品，证明得到的LDH样品具有较高的结晶度，粒径尺寸在5—97 nm之间，粒子分布 $D_{90}$ （90%的粒子）小于91 nm。晶化结果与专利申请00132146.3中的相当。

该连续晶化反应器的优点是：可使晶化过程在反应管中连续进行，实现了晶化过程的连续化操作，且操作简单，过程条件易于控制，可实现自动化控制。此外，该管式晶化反应器比传统的釜式晶化反应器制备成本低。

附图说明：

附图1为连续晶化反应器主视图。

附图2为连续晶化反应器侧视图。

附图3为反应管及夹套横截面示意图。

具体实施方式：

参看附图，一种管式连续晶化反应装置包括：一个四脚固定支架（1），该

支架的尺寸根据反应管的长度和数量而定；18根外带夹套的不锈钢晶化反应管（2）呈水平状固定在支架（1）的两侧，每侧9根，两端由与反应管同材质同规格的短接管连接，使各反应管串连，在整体上构成一套螺旋盘管，完成一个往返为一组，总共包含9组，每组末端设置一个取样阀(16)，最上面的出料口5 为终端出料口（6）。一个导热油加热槽（12），经其加热的导热油经热油泵（13）从进口（14）进入夹套，依次通过各反应管夹套最后从出口（15）返回到加热槽。夹套内循环油的温度由控温仪（11）上的温度表读取，夹套中导热油的最高温度为350℃。位于加料槽(7)的成核浆经柱塞式计量泵(8)和一量程为2.5 MPa的压力表(9)进入反应管入口(10)。反应管可选用外径8mm，壁厚1mm的不锈钢10 管，其总长度可以是180m，共分成9组。晶化反应管内部交错排放着SV、SH型螺旋片（17），其中SV、SH型螺旋片的体积占管内部空腔总体积的10%。

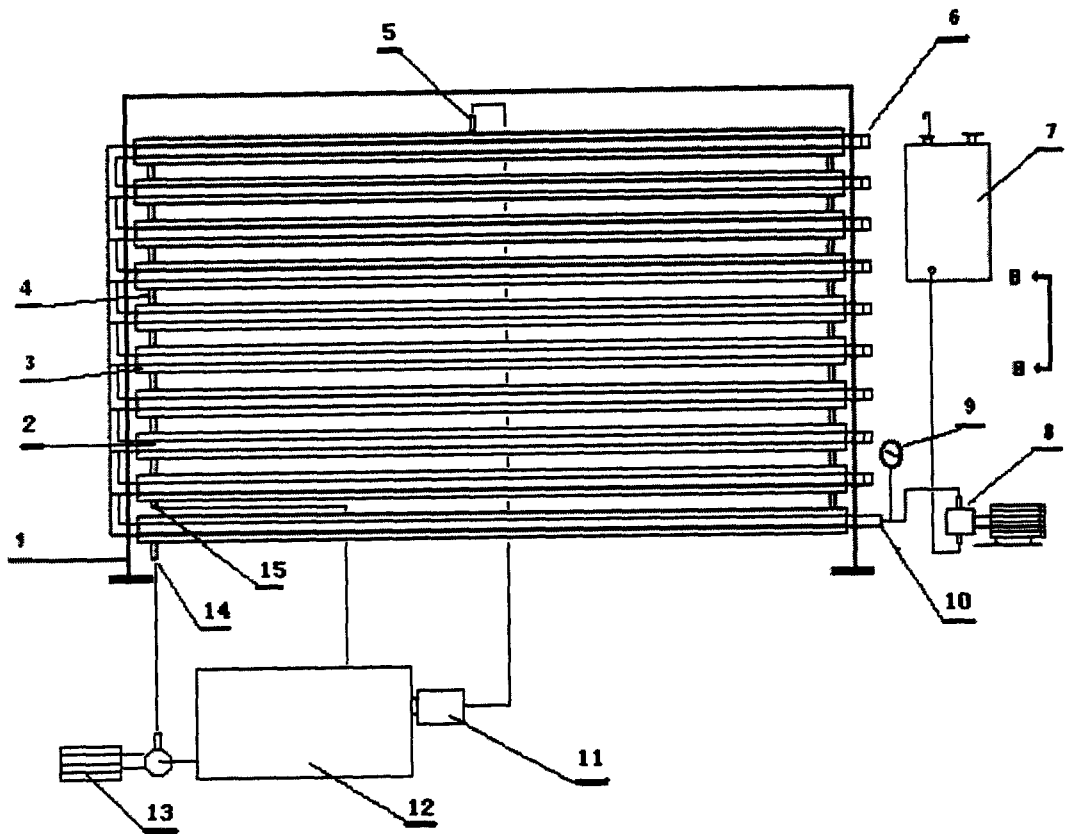


图 1

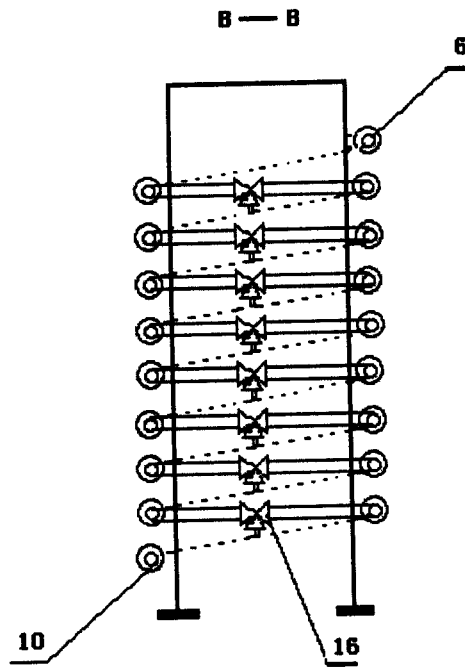


图 2

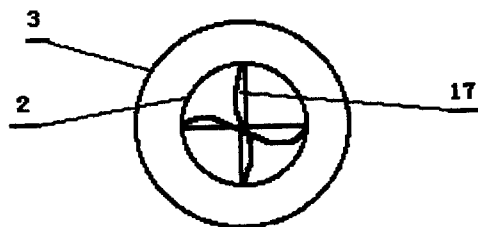


图 3