



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114604873 A

(43) 申请公布日 2022.06.10

(21) 申请号 202210300188.6

(22) 申请日 2022.03.25

(71) 申请人 中昊黑元化工研究设计院有限公司
地址 643000 四川省自贡市自流井区汇兴
路168号

(72) 发明人 蒋建国

(74) 专利代理机构 成都环泰专利代理事务所
(特殊普通合伙) 51242

专利代理师 李斌 李辉

(51) Int. Cl.

C01B 33/193 (2006.01)

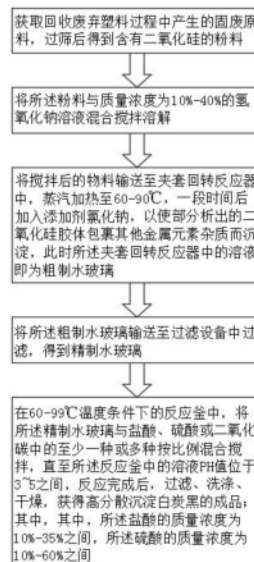
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,本发明的工艺中,通过采集回收废弃塑料过程中产生的固体废物,并以此为原料过筛得到含有二氧化硅的粉料,然后通过氢氧化钠溶液溶解,之后再通入夹套回转反应器中加热,并加入添加剂氯化钠,以除去溶液中的其他金属元素杂质,通过过滤得到精制水玻璃,并将精制水玻璃与酸性物质在一定温度的反应釜中进行反应,最终过滤、洗涤、干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品。本发明利用回收废弃塑料过程中产生的废料生产高分散沉淀白炭黑,变废为宝,实现资源的循环利用,且工艺流程简单,节省原料和能源的消耗,生产成本明显低于现有的白炭黑生产成本。



1. 一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,包括以下步骤:
 - S1、获取回收废弃塑料过程中产生的固废原料,过筛后得到含有二氧化硅的粉料;
 - S2、将所述粉料与质量浓度为10%-40%的氢氧化钠溶液混合搅拌溶解;
 - S3、将搅拌后的物料输送至夹套回转反应器中,蒸汽加热至60-90℃,一段时间后加入添加剂氯化钠,以使部分析出的二氧化硅胶体包裹其他金属元素杂质而沉淀,此时所述夹套回转反应器中的溶液即为粗制水玻璃;
 - S4、将所述粗制水玻璃输送至过滤设备中过滤,得到精制水玻璃;
 - S5、在60-99℃温度条件下的反应釜中,将所述精制水玻璃与盐酸、硫酸或二氧化碳中的至少一种或多种按比例混合搅拌,直至所述反应釜中的溶液PH值位于3~5之间,反应完成后,过滤、洗涤、干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品;其中,所述盐酸的质量浓度为10%-35%之间,所述硫酸的质量浓度为10%-60%之间。
2. 根据权利要求1所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,步骤S2具体包括:在配料罐中加入水,再加入质量浓度为20%-40%的氢氧化钠溶液,启动配料罐搅拌系统,逐渐加入所述粉料并搅拌均匀;其中,所述氢氧化钠溶液的质量为所述粉料质量的1-2倍。
3. 根据权利要求2所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,所述氢氧化钠溶液的质量浓度为 $30 \pm 2\%$;所述氢氧化钠溶液的质量为所述粉料质量的 1.5 ± 0.2 倍。
4. 根据权利要求1所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,在步骤S3中,所述一段时间为40-60分钟,期间保持恒温状态。
5. 根据权利要求4所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,步骤S3中,蒸汽加热至 $75 \pm 5^\circ\text{C}$,所述一段时间为 50 ± 5 分钟。
6. 根据权利要求1所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,步骤S5具体包括:

通过第一计量泵将盐酸输送至第一计量槽备用;通过第二计量泵将所述精制水玻璃输送至第二计量槽备用;

在反应釜中加入一定量的水玻璃,通蒸汽升温到第一预设温度,以设定的流量,在30-60分钟内同时加入所述第一计量槽中的盐酸和第二计量槽中的精制水玻璃,并保持第一预设温度5-25分钟;其中,所述第一预设温度为 $70-90^\circ\text{C}$;

然后升温至第二预设温度,以设定的流量,同时分别加入所述第一计量槽中的盐酸和第二计量槽中的精制水玻璃,加完后继续加入所述盐酸直至溶液pH值在3~5之间,保持第二预设温度20分钟以上;其中,所述第二预设温度大于所述第一预设温度 $2-10^\circ\text{C}$;

将反应后的物料进行过滤、洗涤、滤饼打浆后送入喷雾干燥机干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品。
7. 根据权利要求6所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,所述第一预设温度为 $80 \pm 5^\circ\text{C}$,所述第二预设温度大于所述第一预设温度 $5 \pm 3^\circ\text{C}$;和/或,所述盐酸的浓度为 $30 \pm 5\%$ 。
8. 根据权利要求7所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在于,所述30-60分钟中取 45 ± 5 分钟;所述保持第一预设温度 15 ± 5 分钟;所述保持第二预设

温度30分钟以上。

9. 根据权利要求1所述的利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,其特征在
于,所述过筛得到的粉料为200目及以上。

利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及废弃资源循环利用技术领域,特别是涉及一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺。

背景技术

[0002] 现有的白炭黑生产工艺,需要的二氧化硅原料,都是开采的石英砂矿,或从其它含二氧化硅的物料中分离,过程复杂繁琐,既消耗了资源,其二氧化硅原料成本又高,最终使得产品白炭黑生产成本低。

[0003] 在我们日常使用的塑料袋中,其生产工艺过程中,需要添加二氧化硅,以提高塑料袋的弹性强度、耐磨性、硬度以及热稳定性,二氧化硅的添加量根据塑料袋的不同用途,约为3%~5%。我国塑料制品的消费量惊人,以塑料购物袋这项禁塑令重点管制的对象为例,据中国塑协塑料再生利用专业委员会统计,我国每天使用塑料袋约30亿个,截至2019年,塑料袋年使用量超过400万吨,而外卖和快递正在加剧这一问题。据统计,中国快递塑料包装每年消耗量约为180万吨,外卖塑料包装为50多万吨。

[0004] 我国对于回收的废弃塑料袋的主要处理方法有:热裂解,是指将挑选过的废旧塑料经过热裂解制得燃烧料油和燃料气的方法;能量回收,是指对废旧塑料燃烧时所产生的热量进行回收,以用于其它方面。然而目前,通过这两种方式进行废弃塑料袋的回收利用,产生的固体废物没有进行后续的处理,浪费资源。

发明内容

[0005] 针对上述问题,本发明提供了一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,能够直接利用回收废弃塑料过程中产生的固体废物为原料,生产沉淀白炭黑,工艺流程简单,成本低廉,且变废为宝,实现资源的循环利用。

[0006] 本发明的技术方案是:

[0007] 本发明提供了一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,包括以下步骤:S1、获取回收废弃塑料过程中产生的固废原料,过筛后得到含有二氧化硅的粉料;S2、将所述粉料与质量浓度为10%-40%的氢氧化钠溶液混合搅拌溶解;S3、将搅拌后的物料输送至夹套回转反应器中,蒸汽加热至60-90℃,一段时间后加入添加剂氯化钠,以使部分析出的二氧化硅胶体包裹其他金属元素杂质而沉淀,此时所述夹套回转反应器中的溶液即为粗制水玻璃;S4、将所述粗制水玻璃输送至过滤设备中过滤,得到精制水玻璃;S5、在60-99℃温度条件下的反应釜中,将所述精制水玻璃与盐酸、硫酸或二氧化碳中的至少一种或多种按比例混合搅拌,直至所述反应釜中的溶液PH值位于3~5之间,反应完成后,过滤、洗涤、干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品;其中,所述盐酸的质量浓度为10%-35%之间,所述硫酸的质量浓度为10%-60%之间。

[0008] 上述技术方案的工作原理如下:

[0009] 本发明通过采集回收废弃塑料过程中产生的固体废物,并以此为原料过筛得到含有

二氧化硅的粉料,然后通过氢氧化钠溶液溶解,之后再通入夹套回转反应器中加热,并加入添加剂氯化钠,以除去溶液中的其他金属元素杂质,通过过滤得到精制水玻璃,并将精制水玻璃与酸性物质在一定温度的反应釜中进行反应,最终过滤、洗涤、干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品。本发明利用回收废弃塑料过程中产生的废料生产高分散沉淀白炭黑,变废为宝,实现资源的循环利用,且工艺流程简单,节省原料和能源的消耗,生产成本明显低于现有的白炭黑生产成本。

[0010] 在进一步的技术方案中,步骤S2具体包括:在配料罐中加入水,再加入质量浓度为20%-40%的氢氧化钠溶液,启动配料罐搅拌系统,逐渐加入所述粉料并搅拌均匀;其中,所述氢氧化钠溶液的质量为所述粉料质量的1-2倍。

[0011] 在进一步的技术方案中,所述氢氧化钠溶液的质量浓度为 $30 \pm 2\%$;所述氢氧化钠溶液的质量为所述粉料质量的 1.5 ± 0.2 倍。

[0012] 在进一步的技术方案中,在步骤S3中,所述一段时间为40-60分钟,期间保持恒温状态。

[0013] 在进一步的技术方案中,步骤S3中,蒸汽加热至 $75 \pm 5^\circ\text{C}$,所述一段时间为 50 ± 5 分钟。

[0014] 在进一步的技术方案中,步骤S5具体包括:

[0015] 通过第一计量泵将盐酸输送至第一计量槽备用;通过第二计量泵将所述精制水玻璃输送至第二计量槽备用;

[0016] 在反应釜中加入一定量的水玻璃,通蒸汽升温到第一预设温度,以设定的流量,在30-60分钟内同时加入所述第一计量槽中的盐酸和第二计量槽中的精制水玻璃,并保持第一预设温度5-25分钟;其中,所述第一预设温度为 $70-90^\circ\text{C}$;

[0017] 然后升温至第二预设温度,以设定的流量,同时分别加入所述第一计量槽中的盐酸和第二计量槽中的精制水玻璃,加完后继续加入所述盐酸直至溶液pH值在3~5之间,保持第二预设温度20分钟以上;其中,所述第二预设温度大于所述第一预设温度 $2-10^\circ\text{C}$;

[0018] 将反应后的物料进行过滤、洗涤、滤饼打浆后送入喷雾干燥机干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品。

[0019] 通过将盐酸与精制水玻璃同时加入反应釜,能够有效保证充分反应,同时通过第二次提升反应釜的温度并且将溶液环境控制在酸性环境,能够进一步保证精制水玻璃已经完全参与反应并析出了沉淀白炭黑。

[0020] 在进一步的技术方案中,所述第一预设温度为 $80 \pm 5^\circ\text{C}$,所述第二预设温度大于所述第一预设温度 $5 \pm 3^\circ\text{C}$;和/或,所述盐酸的浓度为 $30 \pm 5\%$ 。

[0021] 在进一步的技术方案中,所述30-60分钟中取 45 ± 5 分钟;所述保持第一预设温度 15 ± 5 分钟;所述保持第二预设温度30分钟以上。

[0022] 在进一步的技术方案中,所述过筛得到的粉料为200目及以上。

[0023] 本发明的有益效果是:

[0024] 1、本发明利用回收废弃塑料过程中产生的废料生产高分散沉淀白炭黑,变废为宝,实现资源的循环利用,且工艺流程简单,节省原料和能源的消耗,生产成本明显低于现有的白炭黑生产成本;

[0025] 2、通过将盐酸与精制水玻璃同时加入反应釜,能够有效保证充分反应,同时通过

第二次提升反应釜的温度并且将溶液环境控制在酸性环境,能够进一步保证精制水玻璃已经完全参与反应并析出了沉淀白炭黑。

附图说明

[0026] 图1是本发明实施例所述一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺流程图。

具体实施方式

[0027] 下面结合附图对本发明的实施例作进一步说明。

[0028] 实施例

[0029] 如图1所示,本发明提供了一种利用回收废弃塑料生产高分散沉淀白炭黑的工艺,包括以下步骤:

[0030] S1、获取回收废弃塑料过程中产生的固废原料,过筛后得到含有二氧化硅的粉料。这里,回收废弃塑料的方式包括热裂解回收和直接燃烧回收。

[0031] S2、将所述粉料与质量浓度为10%-40%的氢氧化钠溶液混合搅拌溶解。例如,氢氧化钠溶液的质量浓度可以为20%、30%、40%。

[0032] S3、将搅拌后的物料输送至夹套回转反应器中,蒸汽加热至60-90℃,一段时间后加入添加剂氯化钠,以使部分析出的二氧化硅胶体包裹其他金属元素杂质而沉淀,此时所述夹套回转反应器中的溶液即为粗制水玻璃。例如,其他金属元素杂质包括铁、镁、钙等,通过加入氯化钠,可除去硅酸钠物质中的金属氧化物,使其含量低于100ppm。例如,蒸汽加热达到的温度可以为65℃、70℃、75℃、80℃、85℃。

[0033] S4、将所述粗制水玻璃输送至过滤设备中过滤,得到精制水玻璃。例如,过滤设备可以是压滤机。

[0034] S5、在60-99℃温度条件下的反应釜中,将所述精制水玻璃与盐酸、硫酸或二氧化碳中的至少一种或多种按比例混合搅拌,直至所述反应釜中的溶液PH值位于3~5之间,反应完成后,过滤、洗涤、干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品;其中,所述盐酸的质量浓度为10%-35%之间,所述硫酸的质量浓度为10%-60%之间。例如,反应釜的温度可以为65℃、70℃、75℃、80℃、85℃、90℃、95℃。例如,所述盐酸的浓度可以为15%、20%、25%、30%,所述硫酸的浓度可以为15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%、55%。例如,盐酸或硫酸可分别单独使用。此外,其他同类型非金属酸也可,只要不导致溶液析出额外的沉淀,且不会溶解白炭黑(例如氢氟酸)。

[0035] 上述技术方案的工作原理如下:

[0036] 本发明通过采集回收废弃塑料过程中产生的固体废物,并以此为原料过筛得到含有二氧化硅的粉料,然后通过氢氧化钠溶液溶解,之后再通入夹套回转反应器中加热,并加入添加剂氯化钠,以除去溶液中的其他金属元素杂质,通过过滤得到精制水玻璃,并将精制水玻璃与酸性物质在一定温度的反应釜中进行反应,最终过滤、洗涤、干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品。本发明利用回收废弃塑料过程中产生的废料生产高分散沉淀白炭黑,变废为宝,实现资源的循环利用,且工艺流程简单,节省原料和能源的消耗,生产成本明显低于现有的白炭黑生产成本(例如,经数据统计,本申请的白炭黑生产成本低于现有技术的10%

以上)。

[0037] 在另外的实施例中,步骤S2具体包括:在配料罐中加入水,再加入质量浓度为20%-40%的氢氧化钠溶液,启动配料罐搅拌系统,逐渐加入所述粉料并搅拌均匀;其中,所述氢氧化钠溶液的质量为所述粉料质量的1-2倍。

[0038] 在另外的实施例中,所述氢氧化钠溶液的质量浓度为 $30 \pm 2\%$;所述氢氧化钠溶液的质量为所述粉料质量的 1.5 ± 0.2 倍。

[0039] 在另外的实施例中,在步骤S3中,所述一段时间为40-60分钟,期间保持恒温状态。

[0040] 在另外的实施例中,步骤S3中,蒸汽加热至 $75 \pm 5^\circ\text{C}$,所述一段时间为 50 ± 5 分钟。

[0041] 在另外的实施例中,步骤S5具体包括:

[0042] 通过第一计量泵将盐酸输送至第一计量槽备用;通过第二计量泵将所述精制水玻璃输送至第二计量槽备用;

[0043] 在反应釜中加入一定量的水玻璃,通蒸汽升温到第一预设温度,以设定的流量,在30-60分钟内同时加入所述第一计量槽中的盐酸和第二计量槽中的精制水玻璃,并保持第一预设温度5-25分钟;其中,所述第一预设温度为 $70-90^\circ\text{C}$;

[0044] 然后升温至第二预设温度,以设定的流量,同时分别加入所述第一计量槽中的盐酸和第二计量槽中的精制水玻璃,加完后继续加入所述盐酸直至溶液pH值在3~5之间,保持第二预设温度20分钟以上;其中,所述第二预设温度大于所述第一预设温度 $2-10^\circ\text{C}$;

[0045] 将反应后的物料进行过滤、洗涤、滤饼打浆后送入喷雾干燥机干燥,获得高分散沉淀白炭黑的成品。

[0046] 通过将盐酸与精制水玻璃同时加入反应釜,能够有效保证充分反应,同时通过第二次提升反应釜的温度并且将溶液环境控制在酸性环境,能够进一步保证精制水玻璃已经完全参与反应并析出了沉淀白炭黑。

[0047] 在另外的实施例中,所述第一预设温度为 $80 \pm 5^\circ\text{C}$,所述第二预设温度大于所述第一预设温度 $5 \pm 3^\circ\text{C}$;和/或,所述盐酸的浓度为 $30 \pm 5\%$ 。

[0048] 在另外的实施例中,所述30-60分钟中取 45 ± 5 分钟;所述保持第一预设温度 15 ± 5 分钟;所述保持第二预设温度30分钟以上。

[0049] 在另外的实施例中,所述过筛得到的粉料为200目及以上。

[0050] 下面通过一个示例来对本发明进行具体说明。

[0051] 1、将废旧塑料经过热裂解制得燃烧料油和燃料气的回收过程中,或通过燃烧废旧塑料进行热量回收过程中产生的灰粉用圆盘不锈钢筛分机进行筛分(200目过筛),去除粉料中的机械杂质,备料100Kg。

[0052] 2、在容积500L不锈钢配料罐中加入工艺水400升,再用计量泵加入30%氢氧化钠溶液148Kg,启动配料罐搅拌系统,将搅拌器转速设置在65转/分钟,加入筛分后的粉料100Kg,搅拌均匀。

[0053] 3、将配料罐中搅拌均匀的物料用浆料泵输送至容积为 0.5m^3 的夹套回转反应器中,回转反应器转速17转/分钟,用 0.3MPa 低压蒸汽在夹套中加热,加热回转反应器中的物料至75度,恒温50分钟。

[0054] 4、向夹套反应器中加入氯化钠0.1Kg,在75度温度下继续恒温10分钟。此时,回转反应器中得到的反应物是模数为3的粗水玻璃液体。

[0055] 5、打开回转反应器放料阀,将回转反应器中的反应液体粗水玻璃液体入1m³不锈钢液体储槽中。

[0056] 6、用离心泵将液体储槽中的粗水玻璃液体输送至压滤机中进行过滤,滤渣为含铁、钙、镁等胶体杂质。滤液为模数3,Na₂SiO₃浓度为20%的精制水玻璃。

[0057] 7、分别用盐酸计量泵将30%成品盐酸100Kg输送到盐酸计量槽,备用;用精制水玻璃计量泵将精制水玻璃500Kg输送至水玻璃计量槽,备用。

[0058] 8、在反应釜中加入一定量的水和水玻璃,搅拌下,直接通蒸汽升温到75度温度时,以设定的流量,在45分钟内同时加入计量槽中的盐酸45Kg和计量槽中的水玻璃300Kg。恒温15分钟,然后升温至80度,第二次同时在60分钟时间分别加入计量槽中的盐酸50Kg和水玻璃200Kg。待计量好的水玻璃加完之后,保持反应釜内物料温度80度,继续加入盐酸计量槽中的剩余盐酸到设定的pH在3~5。在此温度下恒温30分钟,再用输送泵泵入熟化槽,之后经压滤机过滤、洗涤、滤饼打浆后送入喷雾干燥机干燥,再经过收集后自动包装机计量包装即获高分散沉淀白炭黑成品100Kg。

[0059] 9、将产品取样按高分散沉淀白炭黑标准进行化验分析,其质量指标与高分散沉淀白炭黑质量指标对比如表1:

[0060] 表1-样品质量指标与高分散沉淀白炭黑质量指标对比

检验项目	产品检测		样标				测试方法
	1#样品	2#样品	HD115	HD145	HD175	HD200	
[0061] 总表面积/(103m ² /Kg)	162	167	120±15	150±15	180±15	200±15	GB/T10722
CTAB吸附比表面积/(103m ² /Kg)	153	150	115±15	145±15	175±15	195±15	GB/T23656
中位粒径D50/μm	4.1	4.5	3.4±1.5	4.3±1.0	5.6±1.0	6.2±0.9	GB/T32698
颗粒占比/%	3.2	4	≤3	≤5	≤7	≤10	GB/T32698
[0062] 分散度/级	9.7	9.6	≥9.5				GB/T6030
			分散度测定用橡胶试片采用HG/T2404制备				

[0063] 以上所述实施例仅表达了本发明的具体实施方式,其描述较为具体和详细,但不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。

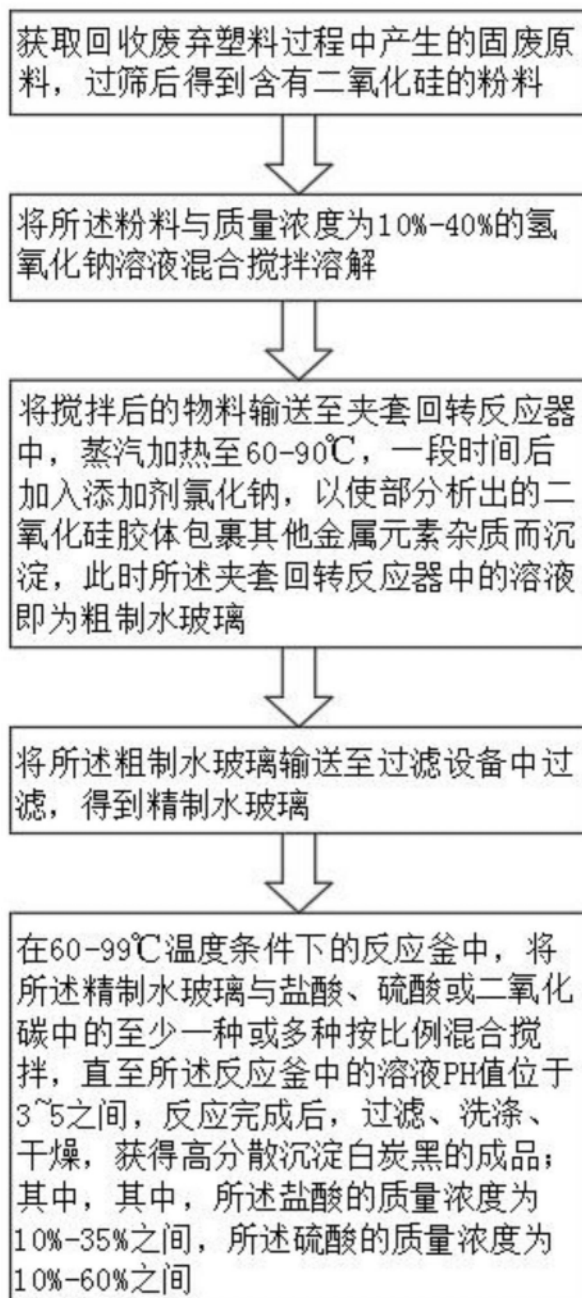


图1