



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110589863 B

(45) 授权公告日 2022. 04. 05

(21) 申请号 201910880025.8

(22) 申请日 2019.09.18

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 110589863 A

(43) 申请公布日 2019.12.20

(73) 专利权人 西部矿业集团有限公司  
地址 810001 青海省西宁市五四大街56号  
专利权人 西部矿业股份有限公司  
西部矿业集团科技发展有限公司  
江西理工大学  
西安建筑科技大学

(72) 发明人 罗仙平 宋学文 曹雨微 唐学昆  
周贺鹏 周晓文

(74) 专利代理机构 北京科亿知识产权代理事务所(普通合伙) 11350

代理人 汤东风

(51) Int.Cl.  
C01F 11/18 (2006.01)  
B82Y 40/00 (2011.01)

审查员 白婧

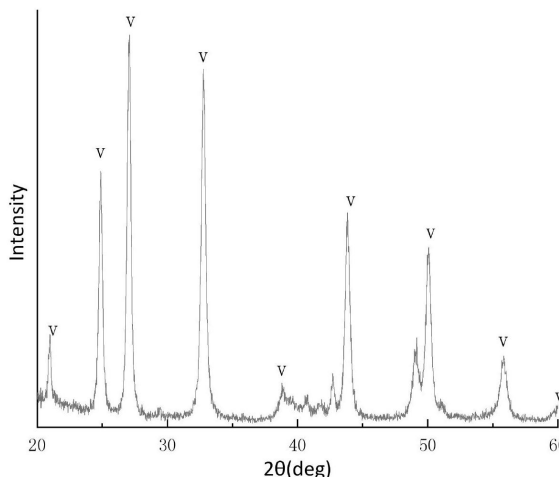
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

一种蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙的方法,按以下步骤进行:将蒸氨废液过滤;碳酸铵加水完全溶解,将过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵中反应,使蒸氨废液中的Ca<sup>2+</sup>完全沉淀;将反应所得产物进行过滤、迅速洗涤、立即干燥得到微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙。本发明以蒸氨废液为原料,其工艺流程简单、生产成本低,在高效回收利用蒸氨废液的同时解决了球霏石碳酸钙制备的原料获取难题,使得蒸氨废液得到了高效回收利用,具有良好的环境效益;通过本发明制得的产品呈多孔球形单晶体,成分为球霏石晶型的碳酸钙,球霏石含量为99.37%,粒度分布均匀,粒级为微纳米级,具有极大的应用价值和市场价值。



1. 一种蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙的方法, 其特征在于: 按以下步骤进行,

A、将蒸氨废液进行过滤;

B、称量好碳酸铵, 加水完全溶解, 将过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵中边搅拌边进行反应, 使得蒸氨废液中的 $\text{Ca}^{2+}$ 完全沉淀;

C、将反应所得产物进行过滤, 滤饼经过洗涤、干燥得到微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙;

在步骤B中, 过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵前, 保持 $\text{Ca}^{2+}$ 和 $\text{CO}_3^{2-}$ 浓度为 $0.3\text{mol/L}$ , 过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵后, 反应体系中 $\text{Ca}^{2+}$ 和 $\text{CO}_3^{2-}$ 的摩尔比为1:1;

在步骤B中, 蒸氨废液滤液初始pH为11.2, 反应初始pH为7.5。

2. 根据权利要求1所述的蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙的方法, 其特征在于: 在步骤B中, 过滤后的蒸氨废液与溶解的碳酸铵置于转速为 $1200\text{r/min}$ 、反应温度为 $20^\circ\text{C}$ 的条件下进行反应, 反应时间为5min。

3. 根据权利要求1所述的蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霏石碳酸钙的方法, 其特征在于: 在步骤A中, 将蒸氨废液进行三次过滤。

## 一种蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霰石碳酸钙的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及球霰石碳酸钙制备技术领域,尤其涉及一种高纯微纳米级多孔亚稳态球霰石碳酸钙的快速制备方法。

### 背景技术

[0002] 碳酸钙是一种重要的无机化工材料,具有廉价易得、无毒性、耐热性好等优点,既可作为填充剂和补强剂广泛应用于涂料、造纸、油墨、纺织、橡胶、塑料等行业,也可用于牙膏、食品、医药和饲料等领域。碳酸钙有方解石、文石和球霰石三种晶型。球霰石热力学稳定性很差,在自然条件下很容易转变为中间态文石和更加稳定的方解石,自然界中存的碳酸钙主要为方解石,球霰石通常难以在常规条件下获得。但球霰石以其特有的结构和性质得到越来越广泛的应用。传统研究基于球霰石比表面积大、球形分布、分散性好以及双折射等特有的品质,可以显著提高油墨、塑料、纸张、涂料等的填充性能和纸张的涂布性质,改善产品的光泽度、流动性、物理和印刷性能。

[0003] 微纳米级多孔球霰石具有更小的粒径和更多的孔隙。小粒径的球霰石可作为有机材料的添加剂,高孔隙率的球霰石可用作药物载体。它们不但添加量少且分散性和均匀性更优。有效调控亚稳态球霰石的纯度、粒径、形貌、孔径分布,可以为其在传统日用品、生物医学和药物学等新领域的深入发展和应用奠定基础。

[0004] 研究球霰石相的结构与形貌形成的调控机制有望提高其对药物的承载率,同时调控球霰石晶体的结构与尺寸也可增加细胞对药物载体的摄取速度。尽管近十年来球霰石相结构的形成机制与调控技术的研究已有很大发展,但是,不同形状球霰石颗粒的生长机制、最终结构和公共特性仍然需要进一步探索,并且,目前业界通常采用石膏法、乙二醇钙法等方法来制备亚稳态球霰石碳酸钙,此类方法的缺点主要是工艺较为复杂、对环境的污染较大、成本高,等等。

### 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是针对现有技术的缺点,提供一种工艺流程更简单、生产成本更低、具有环境友好型特点,在高效回收利用蒸氨废液的同时解决了球霰石碳酸钙制备原料获取难的问题,发明了一种蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霰石碳酸钙的方法。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用如下技术方案:一种蒸氨废液快速制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霰石碳酸钙的方法,其特征在于:按以下步骤进行,

[0007] A、将蒸氨废液进行三次过滤;

[0008] B、称量好碳酸铵,加水完全溶解,调控温度至20℃,调节转速至1200r/min,将过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵中边搅拌边进行反应,使得蒸氨废液中的Ca<sup>2+</sup>完全沉淀;

[0009] C、将反应所得产物进行过滤,滤饼经过洗涤、干燥得到高纯微纳米级多孔亚稳态

球霰石碳酸钙。

[0010] 在步骤B中,过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵前,保持 $\text{Ca}^{2+}$ 和 $\text{CO}_3^{2-}$ 浓度为 $0.3\text{mol/L}$ ,过滤后的蒸氨废液转入溶解的碳酸铵后,反应体系中 $\text{Ca}^{2+}$ 和 $\text{CO}_3^{2-}$ 的摩尔比为1:1;蒸氨废液滤液初始pH为11.2,反应初始pH为7.5;蒸氨废液与溶解的碳酸铵置于转速为 $1200\text{r/min}$ 、反应温度为 $20^\circ\text{C}$ 的条件下进行反应,反应时间为5min,反应结束后迅速过滤、立即干燥。

[0011] 本发明以蒸氨废液为原料,将蒸氨废液的滤液加入到碳酸铵中,经快速搅拌反应制备高纯微纳米级多孔亚稳态球霰石碳酸钙,其工艺流程简单、生产成本低,不仅原料不会产生明显的环境污染,同时还回收利用了蒸氨废液,在高效回收利用蒸氨废液的同时解决了球霰石碳酸钙制备的原料获取难题,使得蒸氨废液得到了回收利用,具有一定的环境效益;通过本发明制得的产品呈多孔球形单晶体,成分为球霰石晶型的碳酸钙,球霰石纯度高达99.37%,粒度分布均匀,粒级为微纳米级,具有极大的应用价值和市场价值。

### 附图说明

[0012] 图1为球霰石碳酸钙的X衍射分析结果(XRD谱图);

[0013] 图2为球霰石碳酸钙扫描电镜图。

### 具体实施方式

[0014] 下面结合具体实施方式做进一步说明:

[0015] 实施例1,一、反应原料的制备:取蒸氨废液经三次过滤后,取其滤液,其中 $\text{Ca}^{2+}$ 浓度为 $1.20\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。称量5.6563g的碳酸铵置于锥形瓶中,加入90ml的水,充分振荡至碳酸铵完全溶解;

[0016] 二、球霰石的制备:取30mL蒸氨废液滤液于量筒中,将完全溶解的90ml碳酸铵溶液,放入恒温水浴磁力搅拌器中,调控温度至 $20^\circ\text{C}$ ,调节转速至 $1200\text{r/min}$ ,准备就绪后,迅速加入量好的蒸氨废液滤液,在 $20^\circ\text{C}$ 、 $1200\text{r/min}$ 的条件下反应5min。产物经过滤、迅速洗涤、立即干燥得到高纯多孔微纳米级球形碳酸钙。经计算球霰石纯度为99.37%,X射线衍射实验证实其为球霰石晶型的碳酸钙,经扫描电镜图证明其为微纳米级多孔球形碳酸钙。

[0017] 按以下公式计算球霰石的含量:

$$[0018] \quad f_v = 7.691I_{110V} / (7.691I_{110V} + I_{104C})$$

[0019] 其中, $I_{110V}$ 为941, $I_{104C}$ 为46,由该公式计算得到球霰石的含量为 $f_v$ 为99.37%。

[0020] 以上已将本发明做一详细说明,以上所述,仅为本发明之较佳实施例而已,当不能限定本发明实施范围,即凡依本申请范围所作均等变化与修饰,皆应仍属本发明涵盖范围内。

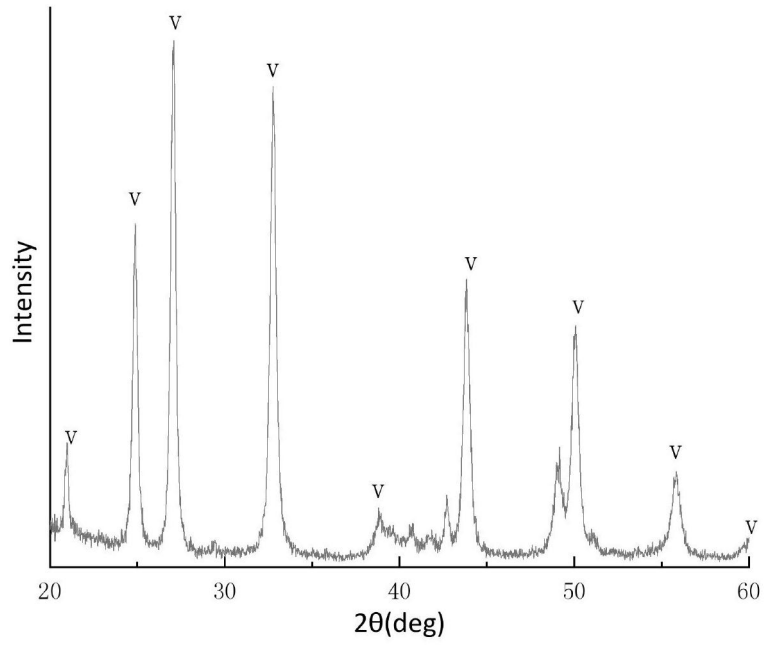


图1

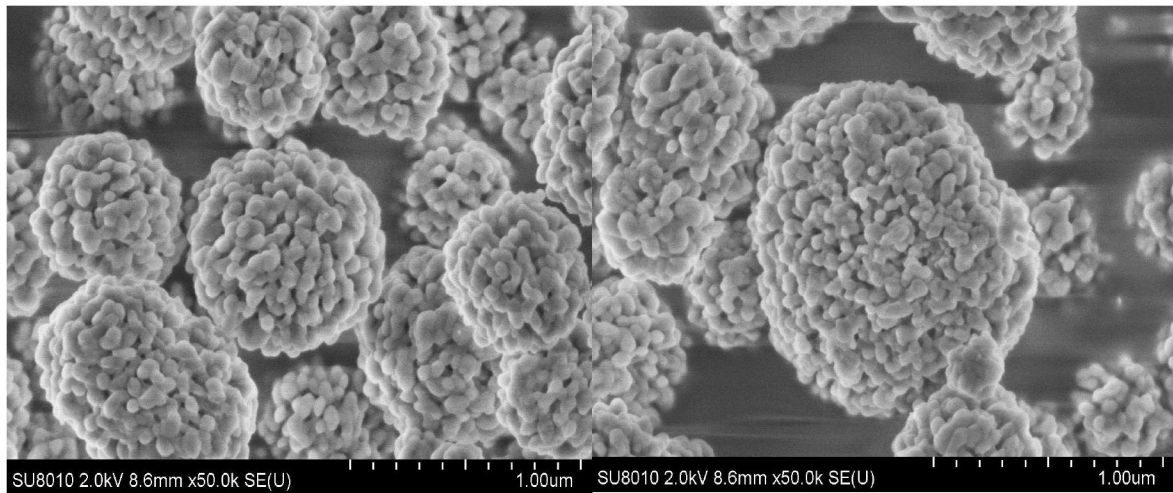


图2