

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B01J 20/08

B01J 20/30



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00136212.7

[45] 授权公告日 2003 年 10 月 22 日

[11] 授权公告号 CN 1124879C

[22] 申请日 2000.12.25 [21] 申请号 00136212.7

[71] 专利权人 化学工业部天津化工研究设计院
地址 300131 天津市红桥区丁字沽三号路 85 号

[72] 发明人 于海斌 常俊石 张永刚 姜雪丹
蒋建明

审查员 晏 杰

[74] 专利代理机构 天津市鼎和有限责任专利代理
事务所
代理人 李 凤

权利要求书 1 页 说明书 3 页

[54] 发明名称 一种氧化铝吸附剂的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及催化剂、吸附剂制造技术领域，为一种活性氧化铝负载碱(土)金属化合物组分制备吸附剂的方法。以氢氧化铝为原料，经烘干、粉碎至一定目数，在高温气流中经快速脱水，制得活性氧化铝原粉，将原粉放在盘式成球机中，喷入碱(土)金属化合物的水溶液，滚动成型，再经煅烧，得成品。本产品具有更高的吸附能力、孔容和比表面积以及抗破碎强度，可以显著提高催化活性。

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

1. 一种含碱土的活性氧化铝吸附剂的制备方法,以氢氧化铝为原料,经烘干、粉碎,在热气流中脱水,制得活性氧化铝原粉,将原粉放在盘式成球机中,喷入碱土金属化合物的水溶液,滚动成型,再经煅烧,得成品,其特征在于:

(1) 氢氧化铝粉烘干温度在 100℃-140℃,并粉碎至 300 目;

(2) 将氢氧化铝粉加入 380℃-1000℃的高温气流中,经脱水,制得多孔的活性氧化铝粉末;

(3) 配制碱或强碱弱酸盐的水溶液做粘合剂,其 pH 值为 11-14;

(4) 将活性氧化铝粉末放入盘式成球机中,喷入(3)之溶液,滚动成型;

(5) 在 30℃-120℃下保温 3-16 小时,装入煅烧炉在 300℃-450℃下煅烧 0.5- 4 小时,制得本发明的产品。

2. 按照权利要求 1 的制备方法,其进一步的特征在于:氢氧化铝用 β -三水铝石、 α -三水铝石或拟薄水铝石。

3. 按照权利要求 1 的制备方法,其进一步的特征在于:配制的水溶液是单纯的碱溶液、强碱弱酸盐溶液或碱溶液用酸中和的溶液,或是几种溶液的混合物。

4. 按照权利要求 1 的制备方法,其进一步的特征在于:配制的溶液的 pH 值为 12-13.7。

5. 按照权利要求 1 的制备方法,其进一步的特征在于:配制的溶液在滚动成型时喷雾加入。

6. 按照权利要求 1 的制备方法,其进一步的特征在于:保温时间在 5 小时以上。

7. 按照权利要求 6 的制备方法,其进一步的特征在于:保温时间在 10 小时以上。

8. 按照权利要求 1 的制备方法,其进一步的特征在于:煅烧的温度为 300-550℃。

9. 按照权利要求 8 的制备方法,其进一步的特征在于:煅烧的温度为 380-420℃。

一种氧化铝吸附剂的制备方法

本发明涉及催化剂、吸附剂制造技术领域，确切地说为一种活性氧化铝负载碱（土）金属化合物组分制备吸附剂的方法。

本发明以前的技术，活性氧化铝的制造一般有酸碱中和法、快速脱水法、醇铝法等。用在吸附领域的活性氧化铝一般由快速脱水法生产，即氢氧化铝经高温气流快速脱水，制得多孔的活性氧化铝粉末，再经成型、煅烧制得成品，本发明属于此项技术的拓展。

本发明针对市售活性氧化铝在某些吸附及催化领域存在的问题，提供一种新颖的含碱（土）金属化合物的活性氧化铝的制备方法，按本方法制备的产品具有更高的吸附能力、孔容和比表面积以及抗破碎强度，可以显著提高催化活性。

本发明是通过以下方式实现的：以氢氧化铝为原料，经烘干、粉碎至一定目数，在高温气流中经快速脱水，制得活性氧化铝原粉，将原粉放在盘式成球机中，喷入碱（土）金属化合物的水溶液，滚动成型，再经煅烧，得成品。

制备的工艺流程为：

- (1) 氢氧化铝粉烘干温度在 100°C - 140°C ，并粉碎至 300 目以下。
- (2) 将氢氧化铝细粉加入 380°C - 1000°C 的高温气流中，经瞬时快速脱水，制得多孔的活性氧化铝粉末。
- (3) 配制碱或强碱弱酸盐的水溶液做粘合剂，控制 pH 值在 11-14 范围内。
- (4) 将活性氧化铝粉末放入盘式成球机中，喷入上述 (3) 配制的粘合剂，滚动成型。
- (5) 将成完型的半成品在 30°C - 120°C 下处理 3-16 小时，装入煅烧炉在 300°C - 450°C 下煅烧 1-4 小时，制得本发明的产品。

上述 (1) 中氢氧化铝可以采用 β -三水铝石、 α -三水铝石或拟薄水铝石，最好采用 β -三水铝石或 α -三水铝石。

上述(2)中,细氢氧化铝粉在热气流中脱水时,停留时间为0.1-5秒,脱水温度在300℃-1000℃,最好在380℃-900℃。

上述(3)中,碱(土)金属化合物煅烧后在氧化铝上以金属氧化物形态存在。浓度范围在0.5-15%之间,pH值范围最好在12-13.7之间。这种水溶液可以是一种或几种的混合物。

上述工艺过程(4)中,配制的溶液在滚动成型时喷雾加入。

上述工艺过程(5)中,保温时间在5小时以上。

上述工艺过程(5)中,保温时间在10小时以上。

上述工艺过程(5)中,煅烧的温度为300-550℃。

上述(5)中,煅烧的时间一般在0.5-4小时之间,最好在40分钟至2小时。煅烧的温度最好在380℃-420℃之间。

本发明制备的催化剂具有以下性能:

耐压强度: $\geq 60\text{N/cm}$; 比表面积: $\geq 280\text{ m}^2/\text{g}$;

堆积比重: $0.6-0.9\text{g/ml}$; 孔容: $\geq 0.40\text{ml/g}$;

灼烧减量(1000℃, 2h): 3-9%, w/w;

本发明的特性在于:

1. 配制一定浓度的碱(土)金属化合物溶液,控制pH值在12.7-13.5之间。
2. 配制的水溶液可以是单纯的碱溶液、强碱弱酸盐溶液或碱溶液用酸中和的溶液,也可以是几种溶液的混合物,如:氢氧化钠溶液、氢氧化钾溶液、氢氧化镁溶液、氢氧化钙溶液、氢氧化锂溶液、碳酸钠溶液、乙酸钠溶液、甲酸钠溶液,或氢氧化钠、氢氧化钾溶液用酸如硝酸、二氧化碳、有机酸中和的溶液。
3. 碱(土)金属化合物以水溶液形式,在盘式成球机中滚动成型时喷雾加入。
4. 本发明制备的活性氧化铝具有强度好,孔容、比表面积增大,同时,吸附能力有显著提高。
5. 本发明制备的产品特别适用于石油化学工业中氯化氢、二氧化碳、硫化氢等气体或其它酸性物质的吸附脱除以及蒽醌法制备双

氨水行业降解物的再生催化剂。

本发明的活性氧化铝生产工艺具有操作简单、产品强度好、孔容及比表面积大，使用效果好等特点。

实施例 1

用市售 α -三水铝石做原料，在 120℃ 下烘干，粉碎至 325 目，经 450-780℃ 快速脱水，得无定形活性氧化铝粉末，放入盘式成球机中，分别喷入水及 pH 值在 12.0, 13.0, 13.5 的氢氧化钠溶液，滚动成型至 ϕ 1.5-2.9mm。半成品在 40℃ 下养生 11 小时，在 400℃ 下煅烧得成品活性氧化铝。

制得的产品经测试具有以下结果：

批号	比表面积 (m^2/g)	孔容 (ml/g)	抗压强度 (N/颗)	堆积比重 (g/ml)
纯水	292	0.39	47	0.77
pH12.7	298	0.40	55	0.80
pH13.0	318	0.41	57	0.82
pH13.5	332	0.43	66	0.84

实施例 2

用市售 α -三水铝石做原料，在 120℃ 下烘干，粉碎至 325 目，经 450-780℃ 快速脱水，得无定形活性氧化铝粉末，放入盘式成球机中，分别喷入水及 5%、12% 的氢氧化钠溶液，其中氢氧化钠溶液用稀硝酸调节 pH 值在 13.5，滚动成型至 ϕ 3.0-5.0mm。半成品在 40℃ 下养生 11 小时，在 400℃ 下煅烧得成品活性氧化铝。

制得的产品经测试具有以下结果：

批号	比表面积 (m^2/g)	孔容 (ml/g)	抗压强度 (N/颗)	堆积比重 (g/ml)	Na_2O 含量 (w/w, %)
纯水	287	0.38	147	0.71	0.41
5%	311	0.41	183	0.78	1.62
12%	290	0.43	195	0.81	3.77