



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104870085 B

(45)授权公告日 2017.07.14

(21)申请号 201380068216.5

(22)申请日 2013.12.18

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104870085 A

(43)申请公布日 2015.08.26

(30)优先权数据
61/746,207 2012.12.27 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2015.06.26

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/US2013/076069 2013.12.18

(87)PCT国际申请的公布数据
W02014/105558 EN 2014.07.03

(73)专利权人 PQ公司
地址 美国宾夕法尼亚

(72)发明人 D·A·库普 L·H·翁奇
F·温特 L·多姆库斯
W·S·凯基斯塔 S·埃尔克马

(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038
代理人 李英

(51)Int.Cl.
B01J 21/12(2006.01)

(56)对比文件
WO 2009/029580 A2,2009.03.05,
CN 102139204 A,2011.08.03,
CN 1210755 A,1999.03.17,

审查员 刘云朋

权利要求书2页 说明书9页

(54)发明名称

二氧化硅-氧化铝组合物的制备

(57)摘要

一种用于制备二氧化硅-氧化铝组合物的方法,所述组合物包含从30wt%至70wt%的二氧化硅和从70wt%至30wt%的氧化铝,其中,所述方法包含(a)制备含水混合物,所述含水混合物包含硫酸铝并具有处于从1.0至6.5的范围内的pH;(b)将碱金属铝酸盐添加至在步骤(a)中获得的混合物,以将混合物的pH提高至从7.1至12的范围内。

1. 用于制备二氧化硅-氧化铝组合物的方法, 所述二氧化硅-氧化铝组合物包含从30wt%至70wt%的二氧化硅和从70wt%至30wt%的氧化铝, 所述方法包含:

(a) 制备含水混合物, 所述含水混合物包含硫酸铝并具有处于从1.2至4.0的范围内的pH;

(b) 将碱金属铝酸盐添加至在步骤(a)中获得的混合物, 以将混合物的pH提高至从7.2至10的范围内;

(c) 将硫酸铝添加至在步骤(b)中获得的混合物, 以将混合物的pH降低至从3.1至5.1的范围内;

(d) 将碱金属硅酸盐添加至在步骤(c)中获得的混合物, 以将混合物的pH提高至从7.2至8.5的范围内,

其中, 制备方法的最后步骤为

(v) 将硫酸铝添加至在包含步骤(a)-(d)的过程中获得的混合物, 以将混合物的pH降低至从2.5至6的范围内;

(w) 将碱金属硅酸盐添加至在步骤(v)中获得的混合物, 以提高混合物的pH,

(x) 向在步骤(w)中获得的混合物添加(i) 碱金属铝酸盐以将混合物的pH改变至从7.8至11, 和(ii) 硫酸铝以将混合物的pH改变至从3至7.5的范围内, 其中步骤(i)可位于步骤(ii)之前或之后,

(y) 用pH为从8至11的碱金属氢氧化物溶液处理在步骤(x)中获得的混合物, 和

(z) 由在步骤(y)中获得的混合物回收沉淀物固体并且干燥所述沉淀物固体, 以获得包含从30wt%至70wt%的二氧化硅和从70wt%至30wt%的氧化铝的二氧化硅-氧化铝组合物,

并且其中该二氧化硅-氧化铝组合物具有处于 $330\text{m}^2/\text{g}$ 至 $420\text{m}^2/\text{g}$ 的范围内的比表面积。

2. 根据权利要求1的方法, 该制备方法进一步包含

(e) 将硫酸铝添加至在步骤(d)中获得的混合物, 以将混合物的pH降低至从3.0至5.1的范围内; 和

(f) 将碱金属铝酸盐添加至在步骤(e)中获得的混合物, 以将混合物的pH提高至从9至10的范围内。

3. 根据权利要求2的方法, 其中碱金属铝酸盐为铝酸钠。

4. 根据权利要求3的方法, 其中碱金属硅酸盐为硅酸钠。

5. 根据权利要求4的方法, 其中步骤(z)进一步包含使回收的沉淀物固体经受洗涤和/或离子交换。

6. 根据权利要求5的方法, 该方法进一步包含干燥和/或煅烧在步骤(z)中获得的二氧化硅-氧化铝组合物。

7. 根据权利要求6的方法, 该方法包含喷雾干燥在步骤(z)中获得的二氧化硅-氧化铝组合物。

8. 根据权利要求1的方法, 其中碱金属铝酸盐为铝酸钠。

9. 根据权利要求1的方法, 其中碱金属硅酸盐为硅酸钠。

10. 根据权利要求1的方法, 其中步骤(z)进一步包含使回收的沉淀物固体经受洗涤和/或离子交换。

11. 根据权利要求1的方法,该方法进一步包含干燥和/或煅烧在步骤(z)中获得的二氧化硅-氧化铝组合物。

12. 根据权利要求9的方法,该方法包含喷雾干燥在步骤(z)中获得的二氧化硅-氧化铝组合物。

13. 根据权利要求1的方法,该方法包含带式干燥或闪速干燥在步骤(z)中获得的沉淀物固体。

二氧化硅-氧化铝组合物的制备

[0001] 本发明涉及一种用于制备二氧化硅-氧化铝组合物的方法,所述组合物包含从30wt%至70wt%的二氧化硅和从70wt%至30wt%的氧化铝。

[0002] 用于制备二氧化硅-氧化铝组合物的方法在本领域中是公知的。一种特别需要的方法为所谓的pH摆动制备,其通过改变反应混合物的pH并由此沉淀二氧化硅和氧化铝而允许在单一容器中制备非晶二氧化硅-氧化铝。pH摆动制备方法的缺点在于所获得的二氧化硅-氧化铝的表面积趋向于相当低,即远低于 $300\text{m}^2/\text{g}$ 。

[0003] 非晶二氧化硅-氧化铝具有许多工业用途,例如在暴露于例如高于 500°C 的高温的系统的结构中的应用,或者用作暴露于例如高于 500°C 的高温的系统的部件。

[0004] WO-A-2009/029580描述了用于制备非晶二氧化硅-氧化铝的pH摆动方法。所获得的非晶二氧化硅-氧化铝被描述为具有从225至 $325\text{m}^2/\text{g}$ 的表面积。在WO-A-2009/029579中给出了所获得的组合物的其它信息,其描述了所获得的组合物具有大于51%、更特别是大于54%的孔隙体积,所述的孔隙具有大于350埃的孔隙直径。上限值小于90%,或者小于80%,或者甚至是小于70%。

[0005] 本发明的目标在于制备具有高表面积的二氧化硅-氧化铝组合物,同时仍然具有通过WO-A-2009/029580的方法制备的二氧化硅-氧化铝的有利的高宏观孔隙率。

[0006] 现在,本发明的方法涉及一种用于制备二氧化硅-氧化铝组合物的方法,所述二氧化硅-氧化铝组合物包含从30wt%至70wt%的二氧化硅和从70wt%至30wt%的氧化铝,所述方法包含:

[0007] (a) 制备含水混合物,所述含水混合物包含硫酸铝并具有处于从1.0至6.5的范围内的pH;

[0008] (b) 将碱金属铝酸盐添加至在步骤(a)中获得的混合物,以将混合物的pH提高至从7.1至12的范围内;

[0009] (c) 将硫酸铝添加至在步骤(b)中获得的混合物,以将混合物的pH降低至从1.5至6.5的范围内;

[0010] (d) 将碱金属硅酸盐添加至在步骤(c)中获得的混合物,以将混合物的pH提高至从6.5至11的范围内,

[0011] 其中,制备方法的最后步骤为

[0012] (v) 将硫酸铝添加至在包含步骤(a)-(d)的过程中获得的混合物,以将混合物的pH降低至从2至8的范围内;

[0013] (w) 将碱金属硅酸盐添加至在步骤(v)中获得的混合物,以提高混合物的pH,

[0014] (x) 向在步骤(w)中获得的混合物添加(i) 碱金属铝酸盐以将混合物的pH改变至从7.8至12,和(ii) 硫酸铝以将混合物的pH改变至从1.5至7.7的范围内,其中步骤(i)可位于步骤(ii)之前或之后,

[0015] (y) 用pH为从7.5至12的碱性溶液处理在步骤(x)中获得的混合物,和

[0016] (z) 由在步骤(y)中获得的混合物回收沉淀物固体,以获得包含从30wt%至70wt%的二氧化硅和从70wt%至30wt%的氧化铝的二氧化硅-氧化铝组合物。

[0017] 一种替代性的方法进一步包含 (e) 将硫酸铝添加至在步骤 (d) 中获得的混合物, 以将混合物的 pH 降低至从 1.5 至 7.0 的范围内, 和 (f) 将碱金属铝酸盐添加至在步骤 (e) 中获得的混合物, 以将混合物的 pH 提高至从 7.5 至 12 的范围内。

[0018] 不希望被任何理论所限制, 认为根据本发明制备的二氧化硅-氧化铝改进的表面积是因为这样的事实: 沉淀方法的最后步骤由添加硫酸铝、随后添加硅酸盐、随后添加铝酸盐和硫酸铝构成, 其中最后两种化合物可以以任何次序进行添加。

[0019] 此外, 发现通过本发明获得的二氧化硅-氧化铝在颗粒外部包含相对大百分比的氧化铝, 其可以改进所获得的二氧化硅-氧化铝的压出性能。本发明方法本身的优点在于其为相当简单的并且是经济的。

[0020] 在本发明中施加的碱金属硅酸盐和碱金属铝酸盐可以包含任何碱金属。优选的碱金属为钾和钠。对于硅酸盐和铝酸盐两者来说, 钠为最优选的碱金属。

[0021] 本发明的方法涉及水和硫酸铝的混合物的制备, 随后添加铝酸盐提高混合物的 pH, 添加硫酸铝降低混合物的 pH, 添加硅酸盐提高混合物的 pH, 任选地重复硫酸铝和铝酸盐的相继添加, 并且通过添加硫酸铝、随后添加硅酸盐、随后添加铝酸盐和硫酸铝来结束制备过程, 其中后两种化合物可以以任何次序进行添加。

[0022] 据认为这种 pH 摆动制备方法提供具有提高的表面积与独特的进一步物理和催化性质组合的二氧化硅-氧化铝组合物。

[0023] 本发明的 pH 摆动方法的一个有利特征在于, 其允许使用单一容器来执行所述方法的混合和沉淀反应。注意到在许多制备二氧化硅-氧化铝的现有技术方法中, 需要多个处理罐来进行所述方法的各个步骤, 例如可在与用于制备硅溶胶的容器不同的容器中执行凝胶化步骤, 并且在执行现有技术方法的一些其它步骤时也可使用不同的容器。本发明的方法在另一方面提供了在其中添加各种组分的单一混合或反应区域的使用。这消除了通常与需要使用多个混合、反应和转移罐或容器的现有技术二氧化硅-氧化铝制备方法相关的一些制备复杂性。

[0024] 本发明的 pH 摆动方法的另一个优点在于其可以显著地降低对于制备最终浆料所需要的总体制备和沉淀时间, 从该最终浆料回收包含本发明方法的非晶二氧化硅-氧化铝的沉淀物固体。可以使用于将一个或多个 pH 摆动的每个步骤的组分添加至制备混合物的经过时间最小化, 以提供用于制备包括沉淀物固体的最终浆料的短的总体沉淀时间。在许多情况中, 用于制备最终浆料的经过时间可以显著地短于现有技术方法的那些。可以在从 10 分钟至 6 小时、更特别是从 15 至 350 分钟、更特别是从 20 至 300 分钟、最特别是从 30 至 200 分钟的时间范围内执行本发明从首次添加硫酸铝至在步骤 (z) 中回收沉淀物固体的方法。

[0025] 总的来说, 本发明方法初始包括以这样的量结合水和硫酸铝: 以便提供混合物, 所述混合物具有酸性 pH, 其所需地处于从 1.0 至 6.5、并且优选从 1 至 6 的范围内。最优选地, 初始混合物应当具有处于从 1.0 至 5.0 且特别优选从 1.2 至 4.0 的范围内的 pH。

[0026] 一旦形成这种初始混合物, 所述方法的下一个步骤就包括将一定量的铝酸盐以这样的量添加至初始混合物: 以便提高所得的混合物的 pH, 从而其呈碱性, 优选地处于从 7.1 至 12、并且优选从 7.2 至 11 的范围内。最优选的是, pH 处于从 7.2 至 10 的范围内。

[0027] 包括在添加硫酸铝以降低混合物的 pH、随后单独地添加铝酸钠或硅酸钠以提高混合物的 pH 之后混合物 pH 的变化的这两个方法步骤一起在这里被认为是一次 pH 摆动。

[0028] pH摆动方法的两个添加步骤之间经过的时间不需要是长的,但是其仅需要是足够长得允许所添加的组分的大量混合。在其中将组分在单一混合区域中组合在一起的情况下,需要混合时间足以允许组分的混合,从而提供基本上均匀的制备混合物。本发明方法的一个重要的特征在于多次pH摆动在制备变成二氧化硅-氧化铝组合物的最终浆料的制备混合物中的应用,该最终浆料可以是二氧化硅和氧化铝共凝胶或者另外是包含二氧化硅-氧化铝的沉淀物固体的浆料。

[0029] 混合或反应容器可以是本领域技术人员已知的任何合适的容器和相关的设备,包括容器,该容器装备有用于搅拌容器内容物的装置,例如旋转叶轮,从而提供对于其中组分的混合或分散以及本发明方法的制备混合物的沉淀物固体的悬浮和分散。所述容器还可以装备有用于与容器的内容物交换热量的装置,以便提供对于容器内容物的温度控制。

[0030] 需要使混合所述方法的每个添加步骤的组分所需要的时间最小化至仅在混合区域中提供均匀混合物所需要的时间。虽然混合时间取决于所利用的设备的类型、设备尺寸和其它因素而可变化,但是组合、混合和分散组分所需要的时间通常应当处于每个添加步骤从1至30分钟的范围内。

[0031] 在前述的pH摆动完成后,再次将硫酸铝引入混合区域中,并以这样的量将硫酸铝与在混合区域中包含的制备混合物混合:以便将其pH降低至从1.5至6.5、优选从2至6、最优选从2.5至5.5并且特别优选从3.1至5.1的范围内。该步骤之后为将硅酸盐引入混合区域中,并以这样的量将硅酸盐与混合区域中的制备混合物混合:以便将混合物的pH提高至从6.5至11、优选从6.5至9.2、更优选从7至8.8并且最优选从7.2至8.5的范围内,这完成第二次pH摆动。

[0032] 在第二次pH摆动完成后,所获得的二氧化硅-氧化铝组合物可以经受进一步的pH摆动,或者可以经受制备方法的最后步骤。

[0033] 如果二氧化硅-氧化铝组合物将经受进一步的pH摆动,那么该第三次pH摆动将类似于第一次pH摆动。任选的第三次pH摆动再次包含将硫酸铝引入混合区域中,并以这样的量将硫酸铝与在混合区域中包含的制备混合物混合:以便将其pH降低至从1.5至7.0、优选从2至6、最优选从2.5至5.5并且特别优选从3.0至5.1的范围内。该步骤之后为将铝酸盐引入混合区域中,并以这样的量将铝酸盐与混合区域中的制备混合物混合:以便将混合物的pH提高至从7.5至12、优选从8至11并且最优选从9至10的范围内,这完成所述任选的第三次pH摆动。

[0034] 本发明方法的最后步骤为一次、但是为最后的pH摆动,其类似于第二次pH摆动,并且所述最后的pH摆动包含以任何次序添加硫酸铝和铝酸盐。

[0035] 在所述一次、但是为最后的pH摆动中,将硫酸铝引入混合区域中,并以这样的量将硫酸铝与在混合区域中包含的制备混合物混合:以便将其pH优选降低至从2至8、优选从2.5至7.5的范围内的pH。如果施加第三次pH摆动步骤,那么在这一次、但是为最后的pH摆动中的pH最优选为从3至7.5,更特别是从4至7.5。如果不施加第三次pH摆动,并且将在步骤(e)中获得的混合物用于步骤(w)中,那么在步骤(v)中获得的混合物的pH为从2.5至6,更特别是从2.5至5。

[0036] 这种步骤(v)之后为将硅酸盐引入混合区域中,并以这样的量将硅酸盐与混合区域中的制备混合物混合:以便提高混合物的pH。如果施加第三次pH摆动步骤,那么在步骤

(w) 中获得的混合物的pH优选为从6至10,更特别是从7至9.5。如果不施加第三次pH摆动,那么在步骤(w)中获得的混合物的pH优选为从2.5至6,更特别是从2.5至5。

[0037] 最后的pH摆动包含(i)以这样的量添加碱金属铝酸盐:以便提供混合物,该混合物具有所需地处于从7.8至12并且优选从7.8至11的范围内的pH,和(ii)以这样的量添加一定量的硫酸铝:以便提供混合物,该混合物具有从1.5至7.7、并且优选从2至7.7、更特别是从3至7.5的pH范围。

[0038] 在最后的pH摆动完成时,用碱性溶液、更特别是碱金属氢氧化物、最优选为氢氧化钠来处理该混合物。碱性溶液的pH为从7.5至12,更优选为从8至11。这种处理使得根据本发明的二氧化硅-氧化铝固体从溶液中沉淀并分离。最后的步骤涉及回收在最终浆料中包含的沉淀物固体。

[0039] 优选从二氧化硅-氧化铝组合物移除可仍然存在的任何杂质和/或污染物。通常将存在的杂质和/或污染物为碱金属(更特别是钠),和/或硫酸盐。因此,对于步骤(z)优选的是额外地包含移除所不需要的组分。优选地,这通过使回收的沉淀物固体经受洗涤和/或离子交换来完成。每当需要时,可以执行这些处理中的每一个。在实际实践中,优选用水洗涤固体,随后使固体经受离子交换,并且随后再次用水洗涤固体。优选通过用离子交换溶液(更特别是包含来自钙盐、稀土金属盐、强酸(例如氯化氢和硫酸)以及铵盐(更特别是氯化铵和硝酸铵)中的一种或多种的溶液)处理固体来执行所述的离子交换。每当需要时,可以重复水洗涤和/或离子交换。

[0040] 制备混合物在本发明方法的混合区域中形成的温度条件可影响其二氧化硅-氧化铝最终产物的性质,较高的制备温度趋于产生为更加晶态的材料,并且较低的制备温度趋于产生为更加非晶的材料。因此,可需要控制方法步骤的混合和反应温度至所定义的一些温度范围内。通常地,每个pH摆动的混合和反应温度应当处于从20°C至90°C、优选从30°C至80°C并且最优选从40°C至70°C的范围内。特别需要的是,组分的混合和反应尽可能如使用典型的商用混合和反应方法设备可行的那样在靠近等温条件下发生。

[0041] 除了控制每次pH摆动的各个添加步骤的混合物pH以外,还需要以这样的量组合组分:以便提供最终的浆料混合物,基于制备混合物的总重量,该最终的浆料混合物具有从1至30重量百分比(wt.%)的固体含量,由其回收沉淀物固体。优选地,最终浆料混合物中的固体比例处于从2至20wt.%并且最优选从3至15wt.%的范围内。

[0042] 为了在本发明方法的最终浆料中提供所需重量百分比的沉淀物固体,在所需的一些范围内调节用于每次pH摆动的硫酸铝、铝酸钠和硅酸钠的相对量。例如,在涉及添加硫酸铝、随后添加铝酸钠的pH摆动中,添加至制备混合物的组分的铝酸钠与硫酸铝的重量比通常应当处于从0.1至1.5、但优选从0.3至1.1并且最优选从0.5至0.9的范围内。在涉及添加硫酸铝、随后添加硅酸钠的pH摆动中,硅酸钠与硫酸铝的重量比通常应当处于从0.5至5、但优选从1至4并且最优选从1.5至3的范围内。

[0043] 添加至本发明方法的制备混合物的硫酸铝、铝酸钠和硅酸钠的形式可以是作为干燥固体或者作为特定组分的水溶液。

[0044] 可以使用本领域技术人员已知的用于从最终浆料或制备混合物的剩余流体中分离沉淀物固体的任何合适的方法来回收沉淀物固体。这样的方法包括重力分离、压力分离和真空分离,并且可以包括设备例如带式过滤器、板框过滤器和旋转真空过滤器的使用。

[0045] 用水洗涤在步骤(z)中获得的经过滤的沉淀物固体或者滤饼,以移除杂质例如钠和硫酸盐。用于洗涤沉淀物固体的水的量可以是适合提供pH处于从2至7并且优选从2.5至5.5的所需范围内的洗涤粉末的任何量。在单次洗涤步骤中使用的水与干燥粉末的重量比可以处于从0.1:1至100:1、优选从0.5:1至50:1的范围内。可以使用一个或多个洗涤步骤来洗涤经过滤的沉淀物固体。

[0046] 可以通过干燥和/或煅烧来进一步处理在步骤(z)中获得的沉淀物。

[0047] 还可以使用本领域技术人员已知的任何合适的干燥方法对在步骤(z)中获得的沉淀物进行闪速干燥、带式干燥或喷雾干燥。优选地,使所述组合物经受带式干燥或闪速干燥。

[0048] 可以通过干燥或煅烧或者二者来进一步加工通过本发明的方法获得的二氧化硅-氧化铝组合物。可以在空气或任何其它合适的气氛中、在其它合适的干燥条件下在处于从50℃至200℃、优选从60℃至180℃的范围内的干燥温度下执行干燥。优选在干燥之后,在合适的煅烧条件下并且特别是在含氧气氛例如空气中,在处于从250℃至1000℃、优选从275℃至850℃并且最优选从300℃至850℃的范围内的煅烧温度下煅烧该组合物。

[0049] 二氧化硅-氧化铝组合物可具有处于从30至70重量%的范围内的二氧化硅含量,所述重量百分比基于二氧化硅-氧化铝组合物的总干重。然而,优选的二氧化硅含量处于从40至60重量%的范围内。氧化铝可以以处于从30至70重量%、更特别是从40至60重量%的范围内的量存在于二氧化硅-氧化铝组合物中。

[0050] 通过本发明获得的二氧化硅-氧化铝组合物的特征在于其具有显著高的表面积和总孔隙体积。其表面积可以处于从300m²/g至500m²/g的范围内,但更特别地,其处于从320m²/g至450m²/g并且更特别是从330m²/g至420m²/g的范围内。通过根据ASTM测试D3663-03的BET方法对表面积进行测量。

[0051] 非晶二氧化硅-氧化铝组合物的总孔隙体积处于从0.8cc/gm至1.3cc/gm、更特别是从0.9cc/gm至1.2cc/gm并且最特别是从0.95cc/gm至1.1cc/gm的范围内。根据ASTM D6761-07(2012)对总孔隙体积进行测量。

[0052] 提出以下实施例以进一步说明本发明的一些方面,但是其并不视为对本发明范围的限定。

[0053] 实施例1

[0054] 该实施例说明了根据本发明的pH摆动方法和通过该pH摆动方法制备的非晶二氧化硅-氧化铝产物的物理性质。

[0055] 使用在单一的、所谓的碰撞槽(strike tank)中实施的包括四次或五次pH摆动的pH摆动沉淀方法来制备非晶二氧化硅-氧化铝粉末。在制备过程中,首先将水跟(water heel)添加至空的碰撞槽中。随后,根据在表1-5中所呈现的次序和相对量以相继的方式将硫酸铝、铝酸钠和硅酸钠的水溶液添加至在所述碰撞槽中包含的液体中,由此获得如同样在每个表格中示出的液体pH。表1描述了组合物A的制备,表2描述了组合物B的制备,表3描述了组合物C的制备并且表4描述了组合物D的制备。

[0056] 表5描述了根据WO-A-2009/029580的权利要求5制备的对比组合物,不同之处在于用碱性溶液代替水来洗涤沉淀物。

[0057] 在约55℃的温度和43rpm的恒定搅拌速率下执行各次pH摆动。每个步骤的添加和

混合时间约为五分钟。在最后的pH摆动结束时，最终液体或者浆料的固体含量为约6wt%。将pH为9.5的10wt%氢氧化钠溶液添加至所获得的混合物，并且将固体回收并用水洗涤。使回收和洗涤的固体经受离子交换、洗涤并且随后闪速干燥，以形成最终的非晶二氧化硅-氧化铝粉末。

[0058] 表1-组合物A

[0059]

pH 摆动	步骤编号	添加的组分	添加的组分的相对质量	添加后液体的 pH
	1	水跟	60.4	7
第一次 pH 摆动	2	硫酸铝	5.4	1.8
	3	铝酸钠	3.3	8.9
第二次 pH 摆动	4	硫酸铝	1.9	3.8
	5	硅酸钠	5.4	8.1
第三次 pH 摆动	6	硫酸铝	5.3	3.5

[0060]

	7	铝酸钠	4.0	9.4
第四次 pH 摆动	8	硫酸铝	1.9	6.4
	9	硅酸钠	5.4	8.5
第五次 pH 摆动	10	硫酸铝	4.6	4.1
	11	铝酸钠	2.4	8.5

[0061] 表2-组合物B

[0062]

pH 摆动	步骤编号	添加的组分	添加的组分的相对质量	添加后液体的 pH
	1	水跟	64.9	7
第一次 pH 摆动	2	硫酸铝	5.8	2.5
	3	铝酸钠	3.5	7.8
第二次 pH 摆动	4	硫酸铝	2.1	3.6
	5	硅酸钠	5.8	7.7
第三次 pH 摆动	6	硫酸铝	5.6	3.3
	7	硅酸钠	5.8	3.8
第四次 pH 摆动	8	铝酸钠	4.3	10.3
	9	硫酸铝	2.1	7.1

[0063] 表3-组合物C

[0064]

pH 摆动	步骤编号	添加的组分	添加的组分的相对质量	添加后液体的 pH
	1	水跟	60.4	7
第一次 pH 摆动	2	硫酸铝	5.4	1.8
	3	铝酸钠	3.3	8.9
第二次 pH 摆动	4	硫酸铝	1.9	3.8
	5	硅酸钠	5.4	8.1
第三次 pH 摆动	6	硫酸铝	5.3	3.5
	7	铝酸钠	4.0	9.4

[0065]

第四次 pH 摆动	8	硫酸铝	1.9	6.4
	9	硅酸钠	5.4	8.5
第五次 pH 摆动	10	铝酸钠	2.4	10.4
	11	硫酸铝	4.6	5.4

[0066] 表4-组合物D

[0067]

pH 摆动	步骤编号	添加的组分	添加的组分的相对质量	添加后液体的 pH
	1	水跟	57.7	7
第一次 pH 摆动	2	硫酸铝	5.1	1.8
	3	铝酸钠	3.1	8.9
第二次 pH 摆动	4	硫酸铝	1.8	3.8
	5	硅酸钠	5.2	8.1
第三次 pH 摆动	6	硫酸铝	5.0	3.5
	7	铝酸钠	3.8	9.4
第四次 pH 摆动	8	硫酸铝	1.8	6.4
	9	硅酸钠	5.2	8.5
第五次 pH 摆动	10	硫酸铝	4.4	4.1
	11	铝酸钠	2.3	8.5

[0068] 表5-对比组合物

[0069]

pH 摆动	步骤编号	添加的组分	添加的组分的相对质量	添加后液体的 pH
	1	水跟	64.3	
第一次 pH 摆动	2	硫酸铝	6.0	3.2
	3	铝酸钠	3.3	8.3
第二次 pH 摆动	4	硫酸铝	2.1	4.1
	5	硅酸钠	6.0	9.1
第三次 pH 摆动	6	硫酸铝	6.2	3.6

[0070]

	7	铝酸钠	4.1	9.1
第四次 pH 摆动	8	硫酸铝	2.0	6.5
	9	硅酸钠	6.1	9.6

[0071] 表6示出了所获得的粉末的物理性质。与根据WO-A-2009/29580的权利要求5制备的组合物相比,新材料显示出更高的表面积。

[0072] 表6-物理性质

[0073]

类型	表面积 (m ² /g)	Al ₂ O ₃ wt. %	SiO ₂ wt. %
对比例	234	46.3	51.6
试样 A	366	53.5	45.7
试样 B	369	43.0	50.2
试样 C	355	54.5	46.3
试样 D	393	55.9	44.3