



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 00803176.2

[45] 授权公告日 2005 年 6 月 22 日

[11] 授权公告号 CN 1207207C

[22] 申请日 2000.1.27 [21] 申请号 00803176.2

[30] 优先权

[32] 1999.1.29 [33] US [31] 60/117,933

[32] 1999.2.16 [33] US [31] 09/250,346

[86] 国际申请 PCT/EP2000/000606 2000.1.27

[87] 国际公布 WO2000/044671 英 2000.8.3

[85] 进入国家阶段日期 2001.7.27

[71] 专利权人 阿克佐诺贝尔公司

地址 荷兰阿纳姆

[72] 发明人 D·斯塔米勒斯 M·布莱迪

W·乔恩斯

审查员 焦 磊

[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

代理人 杜京英

权利要求书 1 页 说明书 11 页 附图 9 页

[54] 发明名称 用勃姆石制备阴离子粘土的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种用于合成阴离子粘土的经济和环境友好的方法。涉及使含勃姆石的浆料与镁源反应。无需洗涤和过滤产物。可以通过喷雾干燥直接形成微球或可以挤出成型体。在生产含有阴离子粘土的催化剂、吸附剂、药品、化妆品、洗涤剂和其它日用品时,该产物可与其它成分相结合。

1、一种制备阴离子粘土的方法，其中使基本上由(i)水、(ii)勃姆石、和(iii) MgO 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 和/或 MgCO_3 组成的浆料反应从而获得阴离子粘土。

2、根据权利要求1的方法，其中所述勃姆石为假勃姆石。

3、根据权利要求1的方法，其中所述反应在 $0 \sim 100^\circ\text{C}$ 的温度、在大气压或高于大气压下进行。

4、根据权利要求1的方法，其中所述反应在高于 50°C 的温度、在大气压或高于大气压下进行。

5、根据权利要求1的方法，其中所述反应在高于 100°C 的温度下和增加的壓力下进行。

6、根据权利要求1的方法，其中基本上由(i)水和(ii)勃姆石组成的第一浆料与基本上由(i)水和(ii) MgO 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 和/或 MgCO_3 组成的第二浆料相混合。

7、根据权利要求6的方法，其中该方法以连续模式进行。

8、根据权利要求1的方法，其中对所述阴离子粘土进行离子交换处理。

9、根据权利要求1的方法，其中所述阴离子粘土与柱阴离子进行离子交换。

10、根据权利要求9的方法，其中所述柱阴离子是 $\text{V}_{10}\text{O}_{28}^{6-}$ 和 $\text{Mo}_7\text{O}_{24}^{6-}$ 。

11、根据权利要求1的方法，其中金属或非金属沉积在所述阴离子粘土上。

用勃姆石制备阴离子粘土的方法

背景技术

本发明涉及一种阴离子粘土的制备以及通过热处理该阴离子粘土来制备 Mg-Al 固溶体。阴离子粘土具有晶体结构，它是由金属氢氧化物的特定组合构成的带正电荷的层组成的，层间有阴离子和水分子。水滑石是天然存在的阴离子粘土的一个实例，其中碳酸根是主要存在的阴离子。羟镁铝石是一种阴离子粘土，其中 OH^- 是主要存在的阴离子。

在水滑石类阴离子粘土中，水镁石状主层由层间相互交替的八面体层构成，在该中间层中分散有水分子和阴离子，尤其是碳酸根离子。该中间层含有下述阴离子，例如： NO_3^- 、 OH^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 SO_4^{2-} 、 SiO_3^{2-} 、 CrO_4^{2-} 、 BO_3^{2-} 、 MnO_4^- 、 HGao_3^{2-} 、 HVO_4^{2-} 、 ClO_4^- 、 BO_3^{2-} ；柱阴离子，如 $\text{V}_{10}\text{O}_{28}^{6-}$ 和 $\text{MO}_7\text{O}_{24}^{6-}$ ；单羧酸根，如醋酸根；二羧酸根，如草酸根；烷基磺酸根，如月桂基磺酸根。

应注意到，使用各种术语来描述本发明中的阴离子粘土材料。本领域的熟练人员可交替使用水滑石状和层状双氢氧化物。在本专利申请中，我们所指的材料是阴离子粘土，包括在术语水滑石状和层状双氢氧化物材料之内。

在许多公开出版的现有技术中均描述了阴离子粘土的制备。

近来，出版了关于阴离子粘土化学的两篇重要综述，其中发表在“Catalysis Today”，11（1991）（Elsevier Science Publishers B. V. Amsterdam）上的 F. Cavani 等人的“水滑石型阴离子粘土：制备、性能和用途”中总结了阴离子粘土合成的合成方法。

J P Besse 和其他人的“阴离子粘土：在柱化学中的倾向，其合成和微孔固体”（1992），2，108，（编辑：M. I. Occelli, H. E. Robson, Van Nostrand Reinhold, N. Y.）。

在这些综述中，作者们阐述了阴离子粘土的特征在于，在 500℃ 的温

和煅烧下形成无序的 MgO 状产物。所述无序的 MgO 状产物与尖晶石(经过剧烈煅烧得到的)是可区分的,并且可与阴离子粘土区分开。在本专利申请中,我们所述无序的 MgO 状材料指的是 Mg-Al 固溶体。而且,这些 Mg-Al 固溶体具有公知的记忆功能,其中将此种煅烧材料暴露于水中将导致阴离子粘土结构的重新形成。

关于阴离子粘土方面的工作,可参看下述参考文献:

Helv. Chim. Acta, 25, 106-137 和 555-569 (1942)

《美国陶瓷学会杂志》J. Am. Ceram. Soc., 42, no. 3, 121 (1959)

化学通信(日本)(Chemistry Letters (Japan)), 843 (1973)

粘土和粘土矿物, 23, 369 (1975)

粘土和粘土矿物, 28, 50 (1980)

粘土和粘土矿物, 34, 507 (1996)

材料化学和物理, 14, 569 (1986)

此外,还有关于阴离子粘土的使用和其制备方法的大量专利文献。

欧洲专利申请 0536879 中描述了一种将 pH 依赖阴离子引入粘土中的方法。该粘土是通过将 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 和 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 溶液加入到含硼酸根阴离子的碱性溶液中制备的。而后过滤该产物,用水反复洗涤,并干燥过夜。另外,使用 Zn/Mg 混合物。

在 Miyata 等人的发明名称为“复合金属氢氧化物”的 US3796792 中,制备了一系列(a range of)的材料,在其中引入了广泛的阳离子,包括 Sc、La、Th、In 等。在给出的实施例中,制备二价和三价阳离子的溶液并与碱混合以导致共沉淀。过滤所得到的产物,用水洗涤,并在 80℃ 干燥。实施例 1 涉及 Mg 和 Sb,实施例 3 涉及 Mg 和 Bi。还给出了其它实施例,并且在每种情况下,在高 pH 下阴离子粘土沉淀前,用可溶性盐来制备溶液。

在 Miyata 的发明名称为“复合金属氢氧化物”的 US3879523 中还概述了许多制备实施例。然而,根本的化学过程仍是基于可溶性盐的共沉淀,以及随后进行洗涤和干燥。必须强调的是,洗涤是此种制备过程所必需的部分,因为需要碱性溶液来产生使金属离子共沉淀的碱性环境,

并且这是由 $\text{NaOH}/\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液提供的。例如，残余的钠对于作为催化剂或氧化物载体的产物后来的性能会产生显著的有害影响。

在 US3879525 (Miyata) 中描述了极为相似的方法。

在 Miyata 等人的 US4351814 中，公开了一种制备纤维状水滑石的方法。该材料的结构与常规的片状形态不同。合成仍涉及可溶性盐。例如，制备 MgCl_2 和 CaCl_2 的混合物水溶液，并适当老化。由此，沉淀出针状产物 $\text{Mg}_2(\text{OH})_3\text{Cl} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。而后，单独的铝酸钠溶液在高压釜中与固体 $\text{Mg}_2(\text{OH})_3\text{Cl} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 反应，并且过滤产物，用水洗涤，并干燥。

在 Reichle 的 US4458026 中，公开了将热处理的阴离子粘土作为羟醛缩合反应的催化剂，同样使用由镁和铝的硝酸盐制成的溶液。将此种溶液加入到含 NaOH 和 Na_2CO_3 的第二溶液中。沉淀后，过滤浆料，并且在 125°C 下干燥前，用蒸馏水洗涤两次。

在 Misra 的 US4656156 中，公开了一种通过混合活化的氧化铝和水滑石来制备新的吸收剂。该水滑石是通过使活化的 MgO （通过活化镁化合物如碳酸镁或氢氧化镁制备的）与含铝酸盐、碳酸盐和氢氧根离子的水溶液反应而制备的。举例说，该溶液是由 NaOH 、 Na_2CO_3 和 Al_2O_3 制成的。具体地说，该合成包括使用工业的 Bayer 液 (Bayer Liquor) 作为 Al 源。在 105°C 下的干燥之前，将所得到的产物洗涤和过滤。

在 Misra 的 US4904457 中，公开了一种以高产率生产水滑石的方法，它通过使活化的氧化镁与含铝酸盐、碳酸盐和氢氧根离子的水溶液反应来进行。

在 US4656156 中再现了上述操作法。

在 Kelkar 等人的 US5507980 中，公开了一种制备含合成水滑石状粘合剂的新催化剂、催化剂载体和吸收剂的方法。典型的片状水滑石的合成方法包括使其中加入了醋酸以使之胶溶的假-勃姆石反应。尔后与氧化镁混合。更重要的是，在发明概述中清楚地说明，该发明使用单羧酸有机酸，如甲酸、丙酸和异丁酸。在该专利中，采用常规的方法制备水滑石。

在 US5439861 中公开了一种基于水滑石的、用于合成气生产的催化

剂的制备方法。该制备方法仍是基于可溶性盐通过与碱混合而导致的共沉淀，例如通过向 Na_2CO_3 和 NaOH 的溶液中加入 RhCl_3 、 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 的溶液。

而且在 Bhattacharyya 的 US5399537 中，在制备基于水滑石的含镍催化剂时，也采用了可溶性镁盐与铝盐的共沉淀。

在 Bhattacharyya 的 US5591418 中，公开了通过煅烧阴离子粘土而制备的用于从气体混合物中除去硫的氧化物或氮的氧化物的催化剂，所述阴离子粘土是通过 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 和 $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ 的溶液共沉淀而制备的。产物再次经过滤和用去离子水反复洗涤。

在 Pinnavaia 等人的 US5114898/WO 9110505 中，公开了用于从燃料气中除去硫氧化物的层状双氢氧化物吸附剂，其中层状双氢氧化物是通过使 Al 和 Mg 的硝酸盐或氯化物溶液与 NaOH 和 Na_2CO_3 的溶液反应制备的。在 US5079203/WO 9118670 中，公开了一种其间插入了多氧阴离子的层状双氢氧化物，其中母粘土是由共沉淀技术制备的。

在 Alcoa 的 US5578286 中，公开了一种羟镁铝石的制备方法。所述羟镁铝石可与二羧酸盐阴离子或多羧酸盐阴离子接触，以形成水滑石状材料。在实施例 5~6 中，在高的 CO_2 压力下，水菱镁矿与假勃姆石接触，以获得水滑石。

在 van Broekhoven 的 US4946581 和 US4952382 中，采用诸如 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 的可溶性盐与或不与稀土盐相结合的共沉淀来制备作为催化剂组分和添加剂的阴离子粘土。其中公开了多种阴离子和二价或三价阳离子。

如上述现有技术中描述的，阴离子粘土具有许多用途。

它们包括但不限于此：催化剂、吸附剂、钻探泥浆、催化剂载体和载体，填料，以及在医药领域中的用途。特别是 van Broekhoven 描述了它们在 SO_x 废料化学中的应用。

由于这些材料在大规模的商业应用中有广泛的多种用途，因而需要有利用可替代的廉价原材料的新方法，以提供更好的成本效益和与环境相容的制备阴离子粘土的方法。具体地说，由上述现有技术的描述可知，

制备方法可通过下述途径进行改进：使用较便宜的反应物源，更方便的反应物处理方法，使得无需洗涤或过滤，从而避免了与这些小颗粒材料有关的过滤问题，避免碱金属（其对于某些催化应用是特别不利的）：在现有技术的制备方法中，用有机酸使氧化铝胶溶。使用有机酸是昂贵的并在合成过程中引入附加步骤，因此是不合算的。而且，在对用现有技术的方法制得的阴离子粘土进行干燥或煅烧时，存在氮氧化物、卤素、硫氧化物等气体的排放，这将导致环境污染问题。

发明概述

本发明包括用新的原材料制备阴离子粘土的方法，以及在简单的方法中利用此种原材料，其中包括在环境温度或升高的温度下，在大气压或升高的压力下，使混合物在搅拌或不搅拌的条件下在水中反应。该方法可以在标准实验室/工业设备中操作。更具体地说，无需洗涤或过滤，并且在反应产物中可以有宽范围的 Mg/Al 比。

本发明涉及使用水悬浮液中的勃姆石，其中在环境温度或升高的温度下，加入镁源，例如 MgO 或水镁石，并且该反应混合物导致直接形成阴离子粘土。粉末 X 射线衍射图（PXRD）表明，该产物与用其它标准方法制得的阴离子粘土是可比的。该产物的物理和化学性能与那些用其它常规方法制得的阴离子粘土也是可比的。本发明的整个方法是非常灵活的，因此可以经济且对环境友好的方式制备出广泛的多种阴离子粘土组合物和阴离子粘土类材料，涉及例如碳酸盐、氢氧化物和其它阴离子。该方法可以分批或连续模式用一步法生产。

附图说明

图 1（a）所示为商品 Catapal® 的 PXRD 图。

图 1（b）所示为商品 P3® 氧化铝的 PXRD 图。

图 1（c）所示为商品 Laroche® 氧化铝的 PXRD 图。

图 2 所示为商品阴离子粘土的 PXRD 图。

图 3 所示为用共沉淀法制得的 Mg-Al 碳酸盐阴离子粘土的 PXRD 图。

图 4 所示为用本发明方法制备的阴离子粘土的 PXRD 图，其中 Catapal® 与 MgO 反应。

图 5 所示为用本发明方法制备的阴离子粘土的 PXRD 图，其中 MgO 与 Catapal ® 反应。

图 6 所示为用本发明方法制备的阴离子粘土的 PXRD 图，其中 MgO 与 Laroche ® 氧化铝反应。

图 7 所示为用本发明方法制备的阴离子粘土的 PXRD 图，其中 MgO 与 P3 ® 氧化铝反应。

图 8 所示为用本发明方法制备的阴离子粘土的 PXRD 图，其中 MgO 与 P3 ® 氧化铝反应。

发明详述

本发明涉及一种阴离子粘土的制备方法。具体地说，它公开了一种通过使基本上由(i)水、(ii)勃姆石、和(iii)MgO、Mg(OH)₂ 和/或 MgCO₃ 组成的浆料反应制备阴离子粘土的方法。所述 Mg 源与勃姆石之间的反应直接形成阴离子粘土。所述反应发生在室温或更高的温度下。在高于 100℃ 的温度下，该反应优选在自发 (autogeneous) 条件下进行。根据本发明的方法，碳酸根、羟基掺合到中间层区域中作为所需电荷平衡阴离子。

由该方法制备的阴离子粘土具有与上述常规的方法制备的阴离子粘土有关的公知性能和特性 (例如，化学分析、粉末 X 射线衍射图、FTIR、热分解特性、表面积、孔体积以及孔径分布)。

经加热，阴离子粘土通常形成 Mg-Al 固溶体，并且在较高温度下，形成尖晶石。当用作催化剂、吸附剂 (例如，催化裂解反应的 SO_x 吸附剂) 或催化剂载体时，通常在制备过程中对本发明的阴离子粘土进行加热，因此形成 Mg-Al 固溶体形式。在用于 FCC 设备中期间，催化剂或吸附剂由阴离子粘土转变为 Mg-Al 固溶体。

因此，本发明还涉及一种方法，其中将由本发明的反应制备的阴离子粘土在 300 ~ 1200℃ 的温度下进行热处理，以形成含 Mg-Al 的固溶体和/或尖晶石。

根据本发明的阴离子粘土具有与以下通式相应的层状结构



其中 m 和 n 具有的值使得 $m/n=1\sim 10$, 优选为 $1\sim 6$, b 的值为 $0\sim 10$, 通常为 $2\sim 6$, 并且经常为约 4。X 可为 CO_3^{2-} 、 OH^- 或任何其它通常存在于阴离子粘土中间层中的阴离子。更优选的是 m/n 的值为 $2\sim 4$, 尤其是接近于 3 的值。

由于在本专利中公开的方法无需洗涤产物或过滤, 因此没有滤液废物或气体排放(例如, 由酸的分解产生的), 使得该方法特别环境友好并且更能满足对商业生产的影响越来越大的环境约束的需要。该产物可以直接喷雾干燥形成微球或挤出成型体。

氧化铝源

本发明包括使用勃姆石。它包括勃姆石和假勃姆石, 如 Vista Catapal A®, Condea Dispersal P3®, Condea P200®, Laroche Versal 250® 等等。要特别强调的是, 无需使勃姆石胶溶。但是, 允许用无机酸使勃姆石胶溶。这些类型的酸是不昂贵的, 并且使用无机酸使该方法更经济。本发明包含使用勃姆石和假勃姆石的混合物。

镁源

可使用的含镁源为 MgO 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 和/或 MgCO_3 , 因为它们便宜、易于获得并且在本发明的反应中活泼。

条件

所有需要的条件是, 在水悬浮液中、在空气中及搅拌下, 在环境温度或升高的温度下、在大气压或升高的压力下, 简单混合镁源和勃姆石。通常, 在大气压下或高于大气压下使用 $0\sim 100^\circ\text{C}$ 的温度。优选在高于 50°C 的温度而不是在室温下进行, 因为与在室温下获得的阴离子粘土相比, 这样将得到在 X 射线衍射图中峰形更尖锐的阴离子粘土。如果希望得到主要有氢氧化物阴离子的阴离子粘土, 可以用氮气或惰性气体净化浆料, 但是通常并不需要这样。因此, 反应可以在存在 CO_2 的情况下进行。所述 CO_2 可以是空气中通常存在的 CO_2 , 或者也可以是由外源加入到反应体系中的 CO_2 。

所述水悬浮液可以通过将起始原料的浆料相混合来获得, 也可通过向勃姆石的浆料中加入镁源来获得或者反之亦然。在有特定设备的条件

下,该方法适用于水热法(例如,在高压釜中,在温度高于 100℃和高压下)。这是特别有利的,因为它较快,并可获得较高的转化率。无需洗涤或过滤产物,因而在使用其它制备方法时通常会遇到的不希望的离子(例如,钠、铵、氯、硫酸根)在该产物中没有。

在本发明另一个实施方案中,该方法为两步法,例如,对勃姆石和镁源的浆料在温和的温度下进行热处理,随后进行水热法处理。如果需要,可以将预先形成的阴离子粘土加入到反应混合物中。所述预先形成的粘土可以是来自反应混合物的再循环阴离子粘土,或是根据本发明的方法或任何其它方法单独制备的阴离子粘土。

由于简单,通过使含勃姆石的第一浆料与含镁源的第二浆料相混合,并使混合的浆料通过反应器容器,该方法可以连续模式进行,该反应器容器可在低于 100℃和大气压下操作,或者在高于 100℃和自发条件下操作。在浆料混合前,可对所述第一和/或第二浆料进行处理。

如上所述,如果需要,在反应过程中或反应前,可将例如用于调节 pH 值的无机酸和碱加入到浆料中,或者在将其混合到浆料中之前,加入到单独的反应物中。

如果需要,根据本发明方法制备的阴离子粘土可以进行离子交换。经过离子交换,中间层电荷平衡阴离子被其它阴离子代替。所述其它阴离子是通常存在于阴离子粘土中的那些,并包括柱阴离子,如 $V_{10}O_{28}^{-6}$ 和 $MO_7O_{24}^{6-}$ 。所述离子交换可以在干燥之前进行,或者在浆料中形成了阴离子粘土之后进行。

本发明的方法在制备具有宽范围 Mg:Al 比的产物时具有非常大的灵活性。该 Mg:Al 比可为 0.1~10,优选为 1~6,更优选为 2~4,特别优选为接近于 3。

如果使用过量的勃姆石,制得的组合物中将含有阴离子粘土和未反应的勃姆石。在所述组合物中,阴离子粘土和勃姆石紧密混合,而不是以诸如阴离子粘土和勃姆石的物理混合的混合物形式的分离相形式存在。所述组合物特别适用于作为添加剂或作为用于烃转化的催化剂基体。该组合物特别适用于从 FCC 中的汽油和柴油馏分中除去硫,从 FCC 中

除去 SO_x 和 NO_x ，以及作为金属阱。本发明还涉及含阴离子粘土和勃姆石的组合物。所述组合物可通过本发明的方法获得，其中仅有部分勃姆石与镁源反应，以获得阴离子粘土。剩余未反应的勃姆石留在组合物中。

另一方面，也可使用过量的镁源，以获得含阴离子粘土和镁化合物的组合物，该镁化合物通常以氧化物或氢氧化物的形式存在。通过控制方法条件，还可以用本发明的方法制备含阴离子粘土、勃姆石和镁化合物的组合物。在所述组合物中，阴离子粘土、镁化合物和任选的勃姆石紧密混合，而不是以诸如阴离子粘土、镁化合物和勃姆石的物理混合的混合物的分离相形式存在。这些组合物非常适合于用作添加剂或用作烃转化的催化剂基体。这些组合物特别适用于作为 FCC 中的金属阱。

对于某些用途，希望含有添加剂，可存在有金属或非金属，例如稀土金属、Si、P、B、第 VI 族、第 VIII 族、碱土金属（例如 Ca 和 Ba）和/或过渡金属（例如，Mn、Fe、Ti、Zr、Cu、Ni、Zn、Mo、Sn）。所述金属可容易地沉积在阴离子粘土、本发明的固溶体、含勃姆石和阴离子粘土的组合物或者含阴离子粘土、镁源和任选的勃姆石的组合物上。

本发明将结合下述实施例进行说明，这些实施例决不是对本发明的限制。

实施例

比较例是基于现有技术的

比较例 1a

Vista Catapal A ® 的 PXRD 图。（图（1a））。

比较例 1b

Condea Dispersal P3 ® 氧化铝的 PXRD 图。（图（1b））。

比较例 1c

Laroche Versal 250 ® 的 PXRD 图。（图（1c））。

比较例 2

由 Reheis Corporation ® 获得的可商购的阴离子粘土试样。其 PXRD 图示于图 2 中。

比较例 3

该比较例用于说明将 Mg 和 Al 的盐溶液加入到碱的溶液中的共沉淀方法。(US3979523 受让人 Kyowa Chemical Industry, 日本)。

在室温下, 将在 100 ml 蒸馏水中含有 0.04M 的 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 和 0.08M 的 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的溶液滴加到含有 0.05M 的 Na_2CO_3 的 150 ml 蒸馏水中, 同时剧烈搅拌。Mg/Al 比为 2.0。通过加入 3N 的 NaOH 使 pH 保持在接近于 10, 并且使所得到的浆料在室温下老化过夜。用离心分离法分离沉淀, 用热蒸馏水洗涤数次, 而后在 65℃ 干燥过夜。

由该试样获得的 PXRD 图样示于图 3 中。结果如下:

d(A)	7.84	3.90	2.56
I/I ₀	100	40	20

热重量分析显示三个重量损失: 在约 100、250 和 450℃, 这归因于物理吸附水的损失, 中间层水的损失和 CO_2 的损失, 以及晶格脱羟基作用。

本发明的实施例

下述实施例说明 Vista Catapal A ®、Laroche Versal 250 ®、Condea P200 ®和 Condea Disperal P3 ®的使用。

实施例 4

在 65℃ 下, 在 50 ml 水中制备含有 3.92 g MgO 的浆料。加入 1.80 g 的 Vista Catapal A ®。在 65℃ 下搅拌该混合物 18 小时, 而后在 65℃ 下干燥 18 小时 (图 4)。

实施例 5

通过将在 53 g 水中的 13.53 g 铝假勃姆石 (Vistal Catapal A ®) (混合 15 分钟) 加入到在 19 g 水中的 18.24 g MgO 的混合物 (Mg:Al 比为 2.3) 中来制备氧化铝浆料。所得到的混合物在捏合机中混合 15 分钟。最终的 pH 值为 9.96。在 85℃ 下, 使该浆料在密封的容器中老化 48 小时。产物在 100℃ 的干燥箱中干燥 (图 5)。

实施例 6

在 65℃ 下, 在 50 ml 水中制备含有 3.92 g MgO 的浆料。加入 1.80 g 的 Laroche Versal 250 ®。在 65℃ 下搅拌该混合物 18 小时, 而后在 65℃

下干燥 18 小时 (图 6)。

实施例 7

在 65℃ 下, 在 50 ml 水中制备含有 3.92 g MgO 的浆料。加入 1.8 g 的 Condea Dispersal P3。在 65℃ 下搅拌该混合物 18 小时, 而后在 65℃ 下干燥 18 小时 (图 7)。

实施例 8

通过将在 32 g 水中的 43.86 g 铝假勃姆石 (Condea Dispersal P3 ®) (混合 15 分钟) 加入到在 28 g 水中的 27.28 g MgO 的混合物 (Mg:Al 比为 2.3) 中来制备氧化铝浆料。所得到的混合物在捏合机中混合 15 分钟。最终的 pH 值为 9.17。在 85℃ 下, 使该浆料在密封的容器中老化 48 小时。产物在 100℃ 的干燥箱中干燥 (图 8)。

实施例 9

在 65℃ 下, 在 50 ml 水中制备含有 3.92 g MgO 的浆料。加入 1.8 g 的 Condea P200 ®。在 65℃ 下搅拌该混合物 18 小时, 而后在 65℃ 下干燥 18 小时 (图 7)。

实施例 10

在 65℃ 下, 在 50 ml 水中制备含有 3.92 g MgO 的浆料。加入 1.8 g 的 Condea Dispersal P3 ®。在 185℃ 的高压釜中加热该混合物 4 小时, 并在 65℃ 下干燥产物 18 小时。

图 1 (a) Catapal

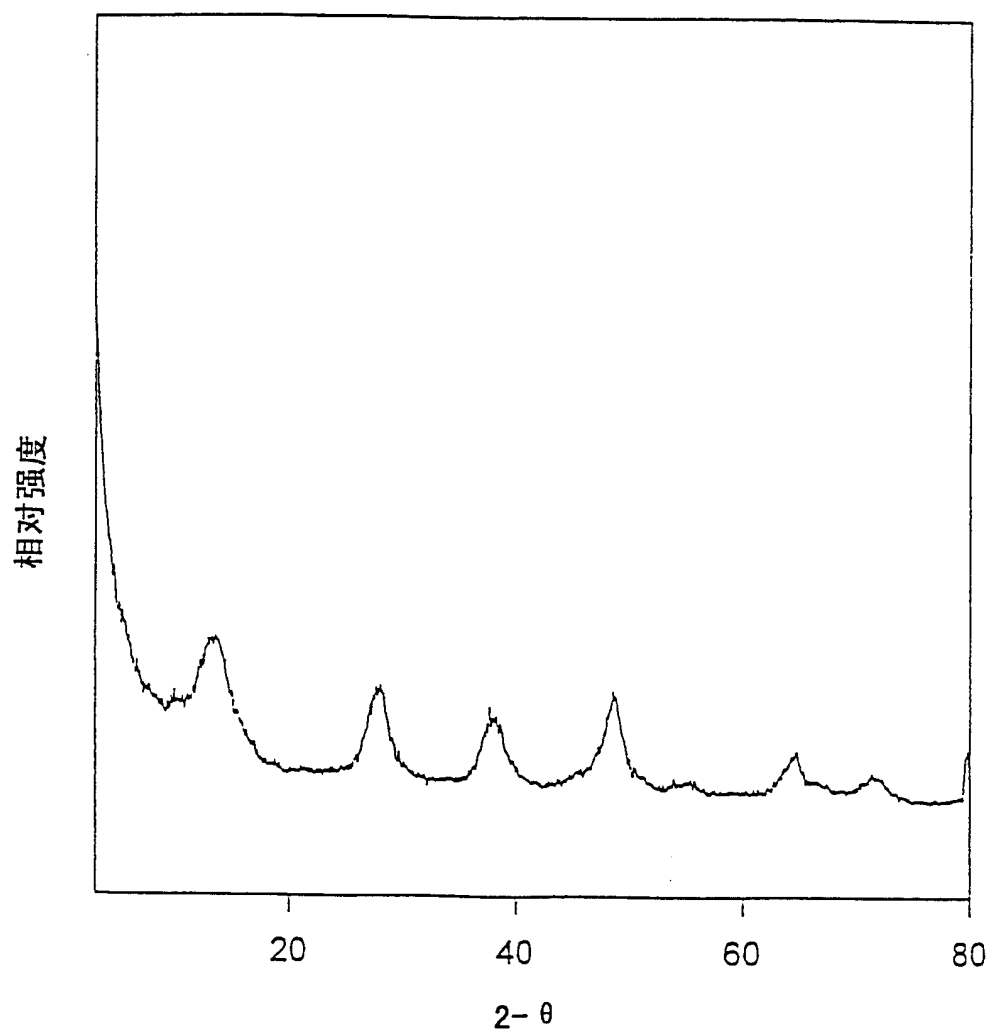


图 1 (b) P3 alumina

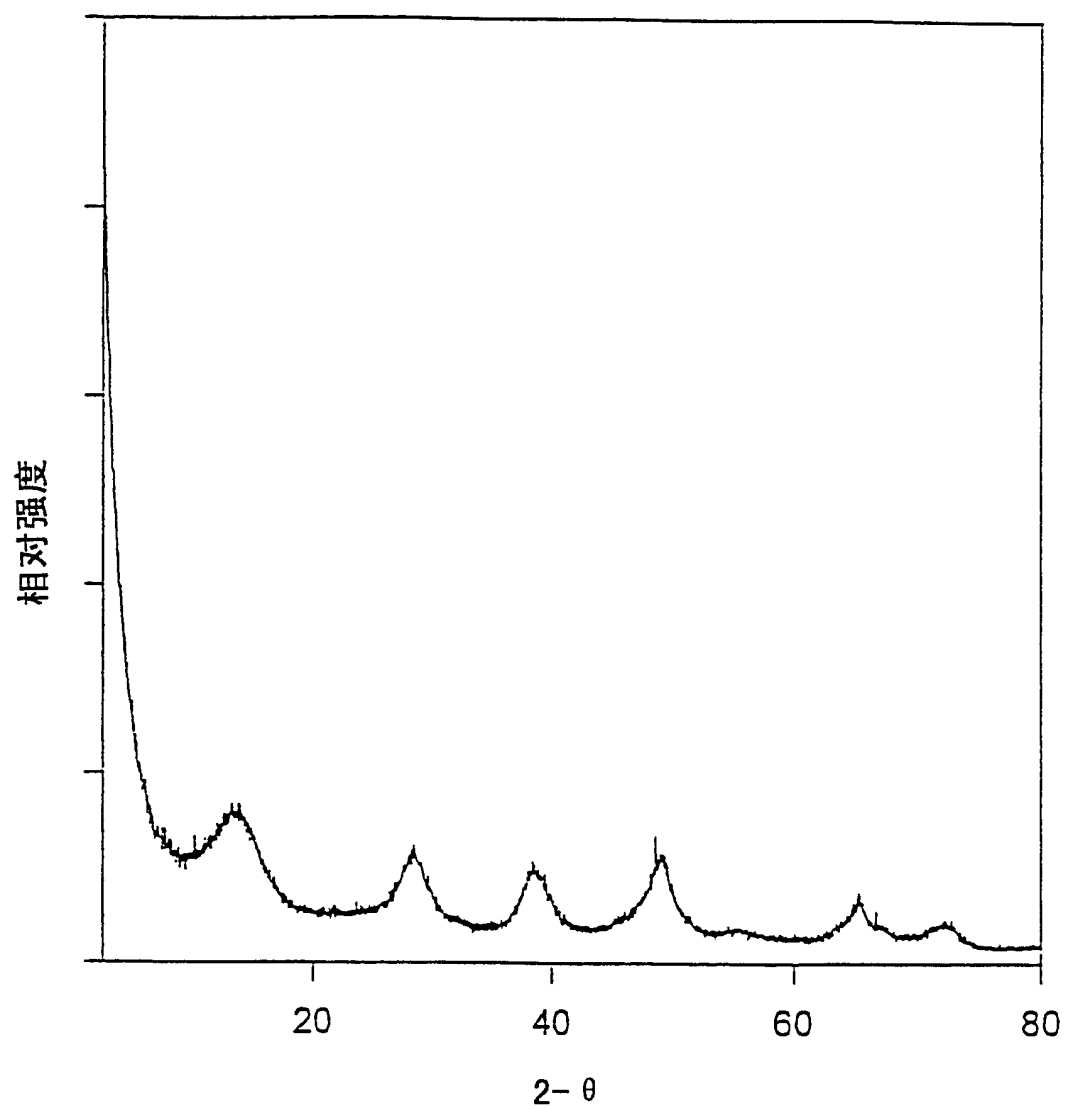


图 1 (c) Laroche 氧化铝

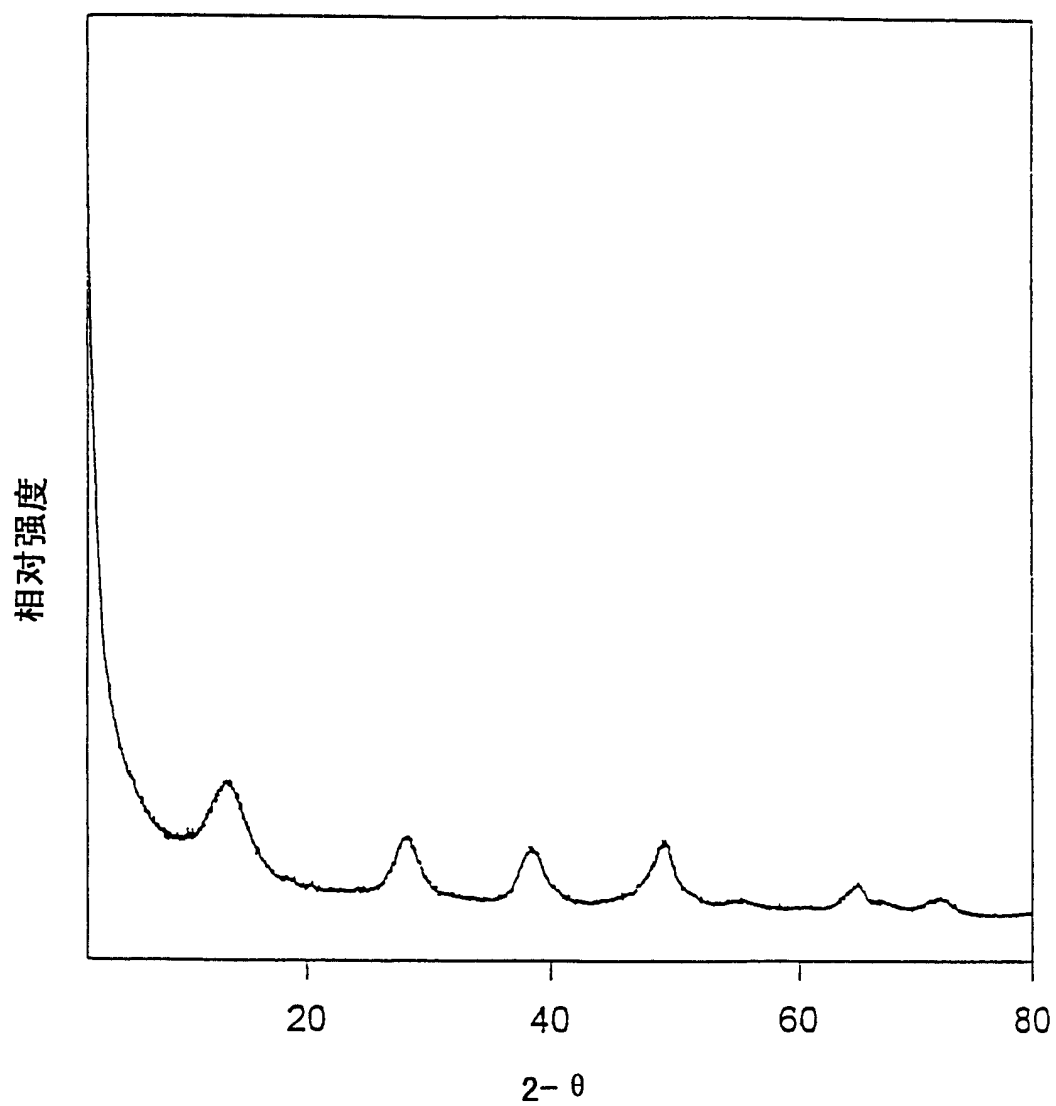
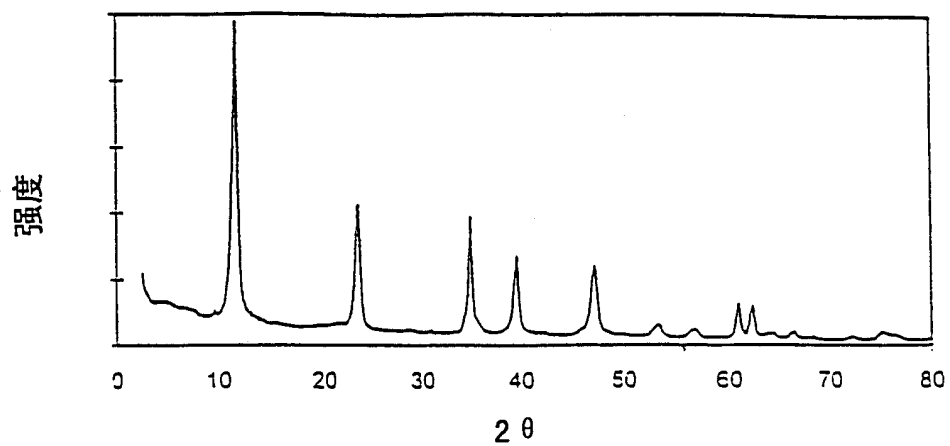


图 2

商购阴离子粘土的 X-射线衍射图

**图 3**

用共沉淀法制得的阴离子粘土的 X-射线衍射图

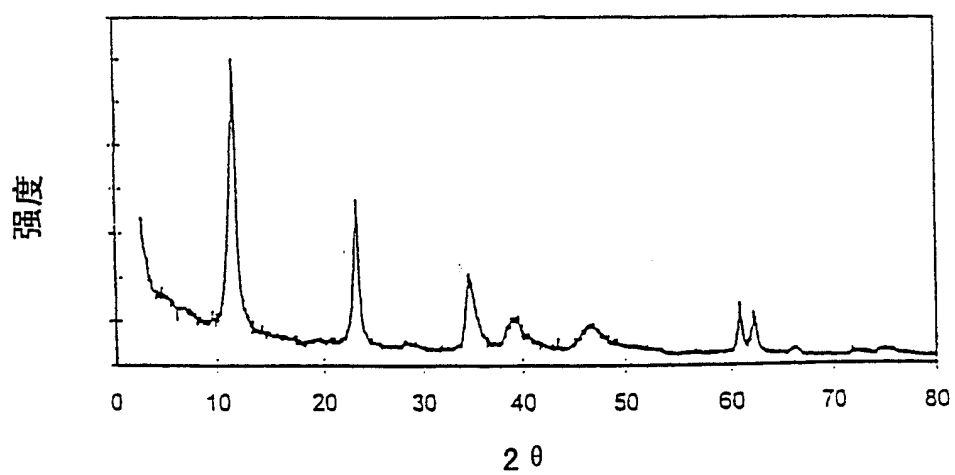


图 4 (Catapal+MgO)

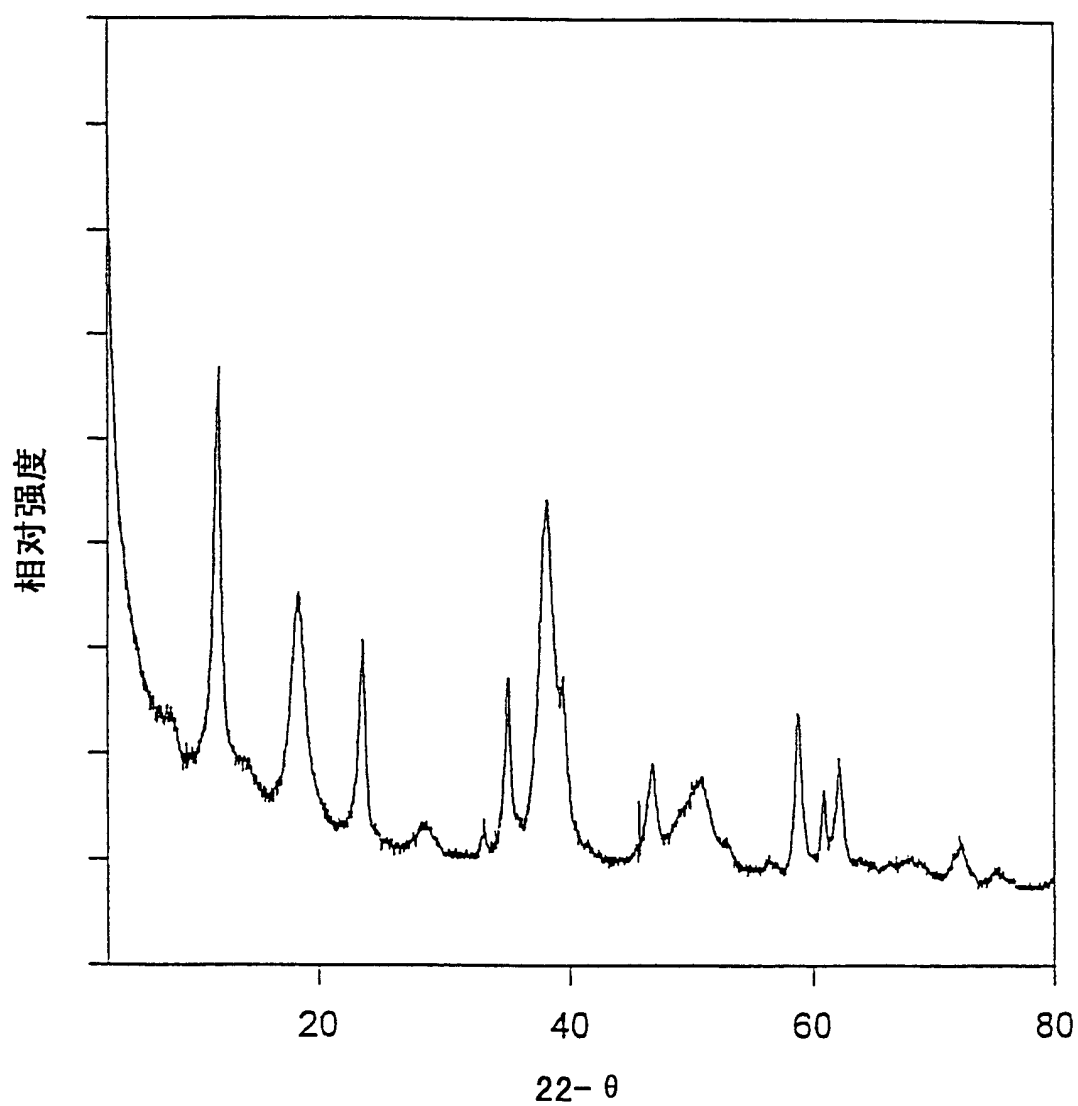


图 5 (Catapa1+MgO)

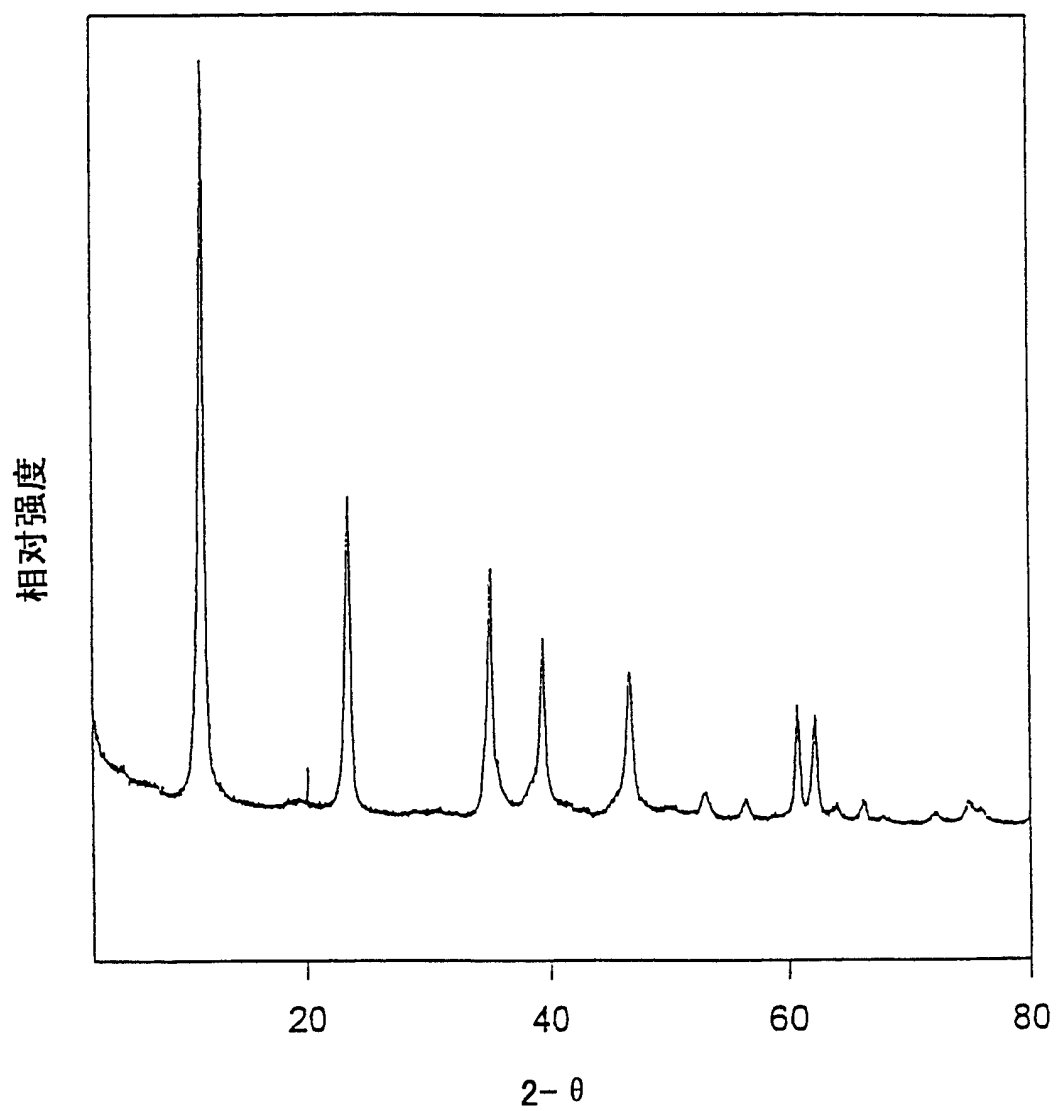


图 6 (Laroche+MgO)

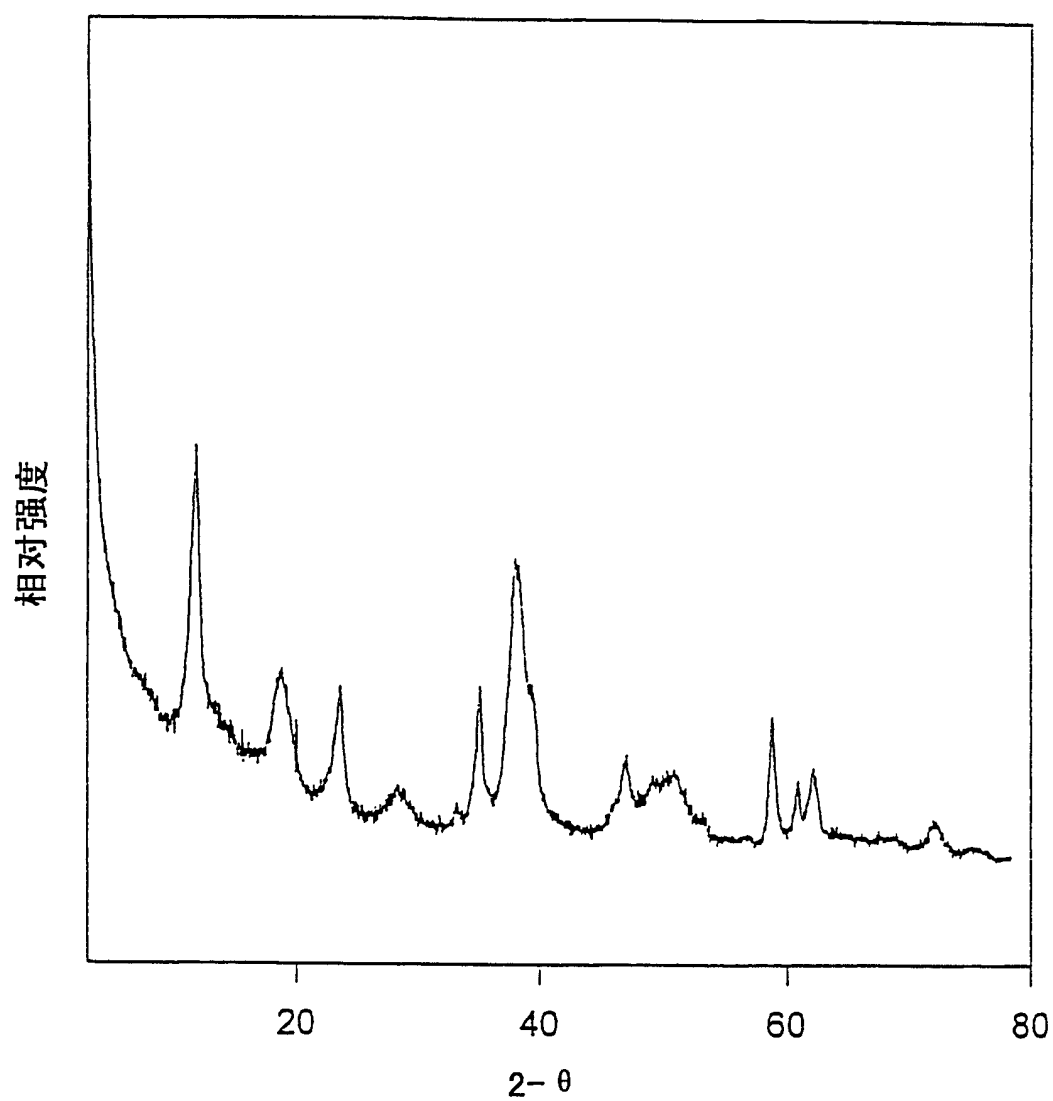


图 7 (P3+MgO)

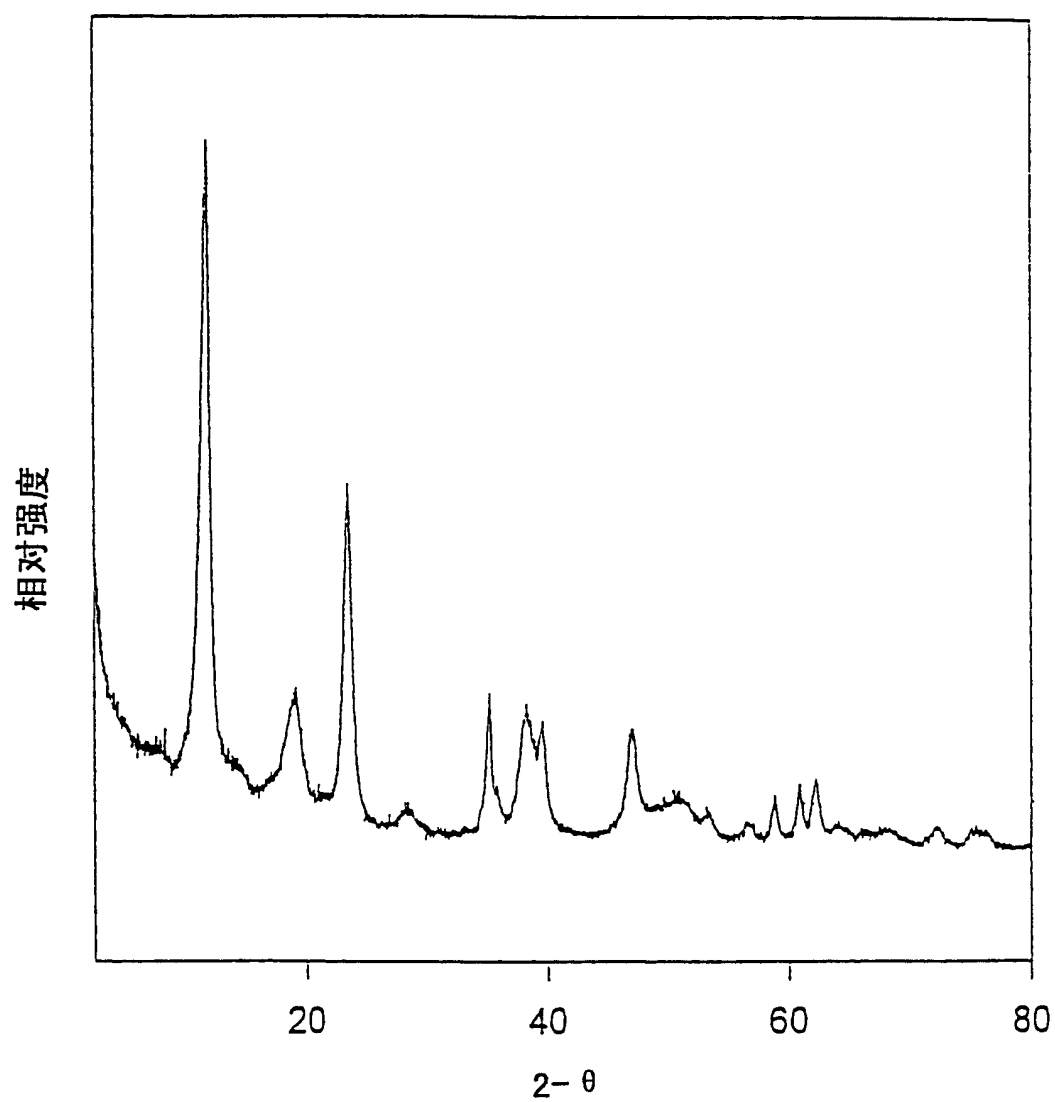


图 8 (P3+MgO)

