



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 298 206 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 01 D 39/20

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD B 01 D / 236 626 3	(22)	08.01.82	(44)	13.02.92
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) siehe (73)

(72) Bettke, Wolfram, Dr.-Ing. Dipl.-Ing.; Gerth, Hans-Stefan, Dr.-Ing. Dipl.-Ing.; Häntzschel, Horst, Dr. rer. nat.;
Heinke, Martin; Höse, Werner, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Reichardt, Gerhard; Seidel, Rüdiger, Dr. rer. nat.
Dipl.-Chem., DE

(73) Chemie AG Bitterfeld – Wolfen, Zörbiger Straße, O - 4400 Bitterfeld, DE

(74) Chemie AG Bitterfeld – Patentabteilung, Zörbiger Straße, O - 4400 Bitterfeld, DE

(54) Verfahren zur Herstellung phosphatgebundener Filterkerne II

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von phosphatgebundenen Filterkernen, die für den Einsatz in gasförmigen und flüssigen organischen Medien, besonders in Kältekreisläufen, zur Entfernung von Wasser, Partikeln, Säuren und Ölhärzen vorgesehen sind. Zur Erzielung ausgezeichneter Sorptionseigenschaften ist bei der Herstellung dieser Feststoff-Filterkerne neben Phosphatbinder, Tonpulver und zeolithischen Molekularsieben Tonerdegranulat mit spezifischen Oberflächen nach BET zwischen 200 und 300 m²/g einzusetzen.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung phosphatgebundener Filterkerne mit ausgezeichneten Sorptionseigenschaften für den Einsatz in Kälteanlagen, in denen in kurzer Zeit Sorptionsvorgänge zu beenden sind, durch Vermischen einer sauren Monoaluminiummonophosphatlösung mit Tonerdegranulat unter Zusatz von Tonpulver, Hinzufügen von zeolithischem Molekularsieb, Homogenisieren der Masse, Verformen zu Filterkernen, Vortrocknen, Tauchen in Monoaluminiummonophosphatlösung und Glühen, **gekennzeichnet dadurch**, daß Tonerdegranulat mit spezifischen Oberflächen nach BET zwischen 200 und 300 m²/g verwendet wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von chemisch-aktiven, porösen Filterkernen, die vorwiegend in Kältekreisläufen eingesetzt werden. Allgemein handelt es sich um Feststoff-Filterkörper für den Einsatz in gasförmigen und flüssigen organischen Medien mit sehr guten Trocknungseigenschaften, Partikelrückhaltevermögen, Säurebindungsvermögen und Ölharzadsorption.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, Filterkörper, die aus mehreren Adsorbentien, wie beispielsweise Aluminiumoxid, Aluminiumsilikat, zeolithischem Molekularsieb und Bindemittel bestehen, in kontinuierlich arbeitenden Trocknungs-, Adsorptions- und Kontaktanlagen mit strömenden Gasen und Flüssigkeiten einzusetzen. Die DD-PS 97 552 und DD-PS 106 138 haben Verfahren zur Herstellung von aktiven Filterkörpern zum Inhalt, wobei u. z. ein Bindemittel aus Phosphorsäure und Aluminiumhydroxid im Gewichtsverhältnis der dazugehörigen Oxide von $P_2O_5:Al_2O_3 = 3:x$, wobei $x \leq 1$ ist, verwendet wird. In das Abbindesystem, bestehend aus festen Aluminiumoxidkörpern, Tonpulver und flüssigem Phosphatbinder, werden Sorptionsmittel in Form von Granalien aus zeolithischen Molekularsieben, Silikagelen oder Magnesiumoxid zugegeben, wobei die zum Verbundsystem gehörenden Aluminiumoxidkörner ebenfalls als Adsorbens wirken. Für die Anwendungstechnik dieser Filterkerne ist sowohl die Verbundfestigkeit als auch die Adsorptionsfähigkeit zu berücksichtigen, wobei je nach Anwendungsfall einem dieser Parameter der Vorrang gebührt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist, Filterkörper herzustellen, die ausgezeichnete Adsorptionseigenschaften besitzen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es wurde gefunden, daß die spezifische Oberfläche der zur Verbundmasse gehörenden Tonerdekörner die Gebrauchswerteigenschaften der Filterkerne entscheidend beeinflusst. Erfindungsgemäß wird durch Vermischen einer sauren Monoaluminiummonophosphatlösung mit Tonerdesplitt unter Zusatz von Tonpulver eine Verbundmasse hergestellt, in der zur Erhöhung der Sorptionsfähigkeit zeolithische Molekularsiebkugeln eingebettet werden. Nach dem Homogenisieren wird aus der Masse mittels einer Preßvorrichtung ein Filterkörper geformt, der nach Vortrocknen, Tauchen in Monoaluminiummonophosphatlösung und Glühen seine Gebrauchswerteigenschaften erhält. Es hat sich gezeigt, daß nach dem Glühen der Filterkerne, was die Erhärtung des Abbindesystems Phosphatbinder-Aluminiumoxidkörner-Tonpulver wesentlich beschleunigt, ein gas- und flüssigkeitsdurchlässiger, abriebfester, poröser Filterkörper entsteht, dessen Verbundfestigkeit und Sorptionsfähigkeit durch die spezifische Oberfläche nach BET der eingesetzten Aluminiumoxidkomponente bestimmt wird.

Verwendet man zur Herstellung eine Aluminiumoxidkomponente mit der spezifischen Oberfläche nach BET zwischen 200 und 300 m²/g, entsteht ein Filterkörper mit ausgezeichneten Sorptionseigenschaften.

Dieser Typ ist für Spezialaufgaben geeignet, bei denen es darauf ankommt, in sehr kurzer Zeit Sorptionsvorgänge zu beenden. Dies ist beispielsweise nach Ausbrennvorgängen (Havarie) in Kältekreisläufen erforderlich, aber auch für die Trocknung im Zustand der Erstmontage von Kälteanlagen (Kurzzeitfilter, Ausbrennfilter, Montagefilter).

Als Molekularsieb wird in bekannter Weise ein synthetisch hergestellter Zeolith vom Typ A in kugelförmiger Form verwendet.

Ausführungsbeispiel

500 g Tonerdegranulat der Kornfraktion 0,2 bis 0,8 mm, 200 g Tonerdegranulat der Kornfraktion 0,8 bis 1,2 mm, 40 g pulverförmiger Friedländer Blauton und 200 g zeolithisches Molekularsieb vom Typ 3 A in kugelförmiger Form der Fraktion 1,6 bis 3,15 mm werden mit 260 ml Monoaluminiummonophosphatlösung der Dichte $d = 1,4 \text{ g/cm}^3$ übergossen und in einem Mischer homogenisiert. Aus der entstandenen Masse von plastischer Konsistenz werden mittels einer Preßvorrichtung Filterkerne hergestellt, diese anschließend bei 200°C getrocknet, in diesem Zustand kurze Zeit in Monoaluminiummonophosphatlösung getaucht und schließlich bei 400°C gegläut.

In Abhängigkeit von der spezifischen Oberfläche nach BET der eingesetzten Tonerdesorte ergeben sich folgende Festigkeits- und Sorptionskennziffern, die in der Tabelle aufgeführt sind.

Probe	Spezifische Oberfläche nach BET des Al_2O_3 (m^2/g)	Druckfestig- ⁺ keit (MPa)	Wasserdampf- ⁺⁺ adsorptions- kapazität ($\text{g}/100\text{g}$)	Säure- ⁺⁺⁺ aufnahme (mg/g)
1	218,7	0,80	5,6	14,32
2	243,1	0,52	6,3	20,86
3	266,3	0,40	6,5	35,16
4	289,7	0,30	6,8	39,40

⁺ Ermittlung der Druckfestigkeit an Würfeln von 2 cm Kantenlänge, die aus den Filterkörpern herausgeschnitten worden waren.

⁺⁺ Bestimmung der Wasserdampfadsorptionskapazität nach TGL 22309, Blatt 7.

⁺⁺⁺ Bestimmung der Säureaufnahme nach Palmitinsäureverfahren.