



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 301 239 A7

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 01 D 39/20

DEUTSCHES PATENTAMT

(21)	DD B 01 D / 236 627 1	(22)	08. 01. 82	(45)	05. 11. 92
(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., DF				
(73)	Chemie AG Bitterfeld-Wolfen, Zörbiger Straße, O - 4400 Bitterfeld; Armaturenwerk Altenburg, Winterstraße 24, O - 7400 Altenburg; ILK/A Luft- und Kältetechnik GmbH Dresden, Bertold-Brecht-Allee 20, O - 8019 Dresden, DE				

(54) Verfahren zur Herstellung phosphatgebundener Filterkerne

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung phosphatgebundener Filterkerne, die für den Einsatz in gasförmigen und flüssigen Medien, besonders in Kältekreisläufen, zur Entfernung von Wasser, Partikeln, Säuren und Ölhärzen vorgesehen sind. Zur Erzielung ausgezeichneter Festigkeitseigenschaften ist bei der Herstellung dieser Feststoff-Filterkerne neben Phosphatbinder, Tonpulver und zeolithischen Molekularsieben Tonerdegranulat mit spezifischen Oberflächen nach BET zwischen 100 und 220 m²/g einzusetzen.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Herstellung phosphatgebundener Filterkerne für den Einsatz in Kälteanlagen im fahrbaren und stationären Betrieb mit hochfesten Eigenschaften 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 100 und 220 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. a. 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 Abbinde-System, bestehend aus festen Aluminiumoxidkörnern, 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 sehr hohe Standfestigkeiten bei ausreichenden Sorptionsfähigkeiten 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 mit Wasser gesättigte zeolithische Molekularsiebkugeln eingebettet werden. Nach dem Homogenisieren wird aus der Masse mittels einer Preßvorrichtung ein Filterkern 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 Abbinde-Systems Phosphatbinder-Aluminiumoxidkörner-Tonpulver wesentlich beschleunigt, ein gas- und flüssigkeitsdurchlässiger, abriebfreier, poröser Filterkern entsteht, dessen Verbundfestigkeit und Sorptionsfähigkeit durch die spezifische Oberfläche nach BET der eingesetzten Aluminiumoxidkomponente bestimmt wird.

Setzt man eine Aluminiumoxidkomponente mit der spezifischen Oberfläche nach BET zwischen 100 und 220 m²/g ein, entsteht ein hochfester Filterkörper, der erhöhten mechanischen Belastungen ausgesetzt werden kann. Dieser Filterkörper ist als Universalfilter für Kälteaggregate im fahrbaren und stationären Betrieb den Erschütterungen gewachsen. 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 3A 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 geglüht. 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 (g/100g)	Säure- ^{***} aufnahme (mg/g)
1	109,5	2,62	3,9	3,20
2	135,7	2,37	4,1	5,38
3	156,2	2,02	4,6	6,90
4	173,7	1,54	5,2	7,72
5	218,7	0,80	5,6	14,32

^{*} Ermittlung der Druckfestigkeit an Würfeln von 2 cm Kantenlänge, die aus den Filterkörpern herausgeschnitten worden waren.

^{**} Bestimmung der Wasserdampfadsorptionskapazität nach TGL 22 309, Blatt 7.

^{***} Bestimmung der Säureaufnahme nach Palmitinsäureverfahren.