



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104645997 A

(43) 申请公布日 2015. 05. 27

(21) 申请号 201510075631. 4

(22) 申请日 2015. 02. 12

(71) 申请人 上海摩醇动力技术有限公司  
地址 201216 上海市松江区新飞路 1500 弄  
19 号一楼

(72) 发明人 向华 钟才新

(74) 专利代理机构 上海金盛协力知识产权代理  
有限公司 31242

代理人 王松

(51) Int. Cl.  
B01J 23/83(2006. 01)

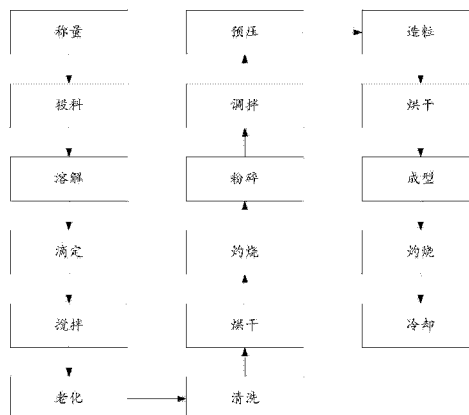
权利要求书3页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种铜基催化剂的制备工艺

(57) 摘要

本发明揭示了一种铜基催化剂的制备工艺，在粉碎原料时加入羟乙基纤维素作为造孔剂；而后进行造粒。具体包括如下步骤：原料称重；将称重后的细颗粒原料投放入反应罐中；向反应罐中加入去离子水，将原料溶解；向反应罐中加入碳酸钠，进行搅拌；沉淀；静置；清洗；真空过滤；利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥；利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧；向固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素，而后利用粉碎机进行粉碎；加入去离子水，在托盘中进行调拌；利用预压机将料预压；利用造粒机造粒；将造粒机形成的颗粒干燥；利用压片机将干燥后的颗粒压片成型；放入马弗炉进行灼烧。本发明可降低制粒的堆积密度，减轻催化剂的重量；降低催化剂的生产成本。



1. 一种铜基催化剂的制备工艺,其特征在于,所述制备工艺包括如下步骤:

步骤 S1、原料称重;利用电子天平称取设定量的硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸钴;

步骤 S2、将称重后的细颗粒原料投入反应罐中,反应罐的容积为 50L;

步骤 S3、向反应罐中加入去离子水,将原料溶解;设定反应罐的转速为 450r/min,温度为 60°C;

步骤 S3'、加入氧化铝作为结晶核和载体;

步骤 S4、向反应罐中以 23ml/min 加入 0.1mol/l 浓度的碳酸钠;搅拌速度 550r/min,温度设定为恒温 60°C;

步骤 S5、继续搅拌反应罐中的溶液;搅拌速度 550r/min,温度设定为恒温 60°C;

步骤 S6、将反应罐的温度从 60°C 冷却到室温,放置 8 小时;

步骤 S7、将反应罐中沉淀物放入抽滤中,用去离子水清洗 3~6 次;

步骤 S8、利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥,温度设定为 120°C,干燥时间为 4 小时;

步骤 S9、利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧;升温至 350°C,升温时间为 30 分钟;恒温在 350°C,恒温时间为 4 小时;降温至 200°C,降温时间为 3 小时;

步骤 S10、向固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素,而后利用粉碎机进行粉碎;

步骤 S11、向粉碎后的粉末中加入粉碎后粉末总质量 20% 的去离子水,在托盘中调拌 1 小时;

步骤 S12、用预压机预压经过调拌的物料;

步骤 S13、利用造粒机按照设定规格进行造粒;

步骤 S14、将造粒机形成的颗粒在干燥箱中以 120°C 的温度干燥 4 小时;

步骤 S15、利用压片机将干燥后的颗粒压片成型,轴向强度为 250N/cm,车速为 4.0r/min;

步骤 S16、将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧;升温至 450°C,升温时间为 30 分钟;恒温在 450°C,恒温时间为 4 小时;降温至 200°C,降温时间为 3 小时;

步骤 S17、将成型的物料冷却。

2. 一种铜基催化剂的制备工艺,其特征在于,在粉碎原料时加入羟乙基纤维素,羟乙基纤维素作为造孔剂;而后进行造粒。

3. 根据权利要求 2 所述的铜基催化剂的制备工艺,其特征在于:

所述制备工艺包括如下步骤:

步骤 S1、原料称重;利用电子天平称取设定量的硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸钴;

步骤 S2、将称重后的细颗粒原料投入反应罐中;

步骤 S3、向反应罐中加入去离子水,将原料溶解;

步骤 S3'、加入氧化铝作为结晶核和载体;

步骤 S4、向反应罐中加入碳酸钠,进行搅拌;

步骤 S5、继续搅拌反应罐中的溶液;

步骤 S6、将反应罐的温度冷却到室温,放置设定时间;

步骤 S7、将反应罐中沉淀物放入抽滤机中,用抽滤机抽滤并用去离子水清洗;

步骤 S8、利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥;

步骤 S9、利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧；

步骤 S10、向固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素，而后利用粉碎机进行粉碎；

步骤 S11、向粉碎后的粉末中加入去离子水，在托盘中进行调拌；利用预压机将料预压；

步骤 S12、用预压机预压经过调拌的物料；

步骤 S13、利用造粒机按照设定规格进行造粒；

步骤 S14、将造粒机形成的颗粒在干燥箱中干燥；

步骤 S15、利用压片机将干燥后的颗粒压片成型；

步骤 S16、将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧；

步骤 S17、将成型的物料冷却。

4. 根据权利要求 2 所述的铜基催化剂的制备工艺，其特征在于：

步骤 S2 中，反应罐的容积为 50L。

5. 根据权利要求 2 所述的铜基催化剂的制备工艺，其特征在于：

步骤 S8 中，利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥，温度设定为 110 ~ 130℃；干燥时间为 3 ~ 5 小时。

6. 根据权利要求 2 所述的铜基催化剂的制备工艺，其特征在于：

步骤 S9 中，利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧；升温至 300-400℃，升温时间为 10-120 分钟；恒温在 300-400℃，恒温时间为 1-14 小时；降温至 100-300℃，降温时间为 1-10 小时。

7. 根据权利要求 2 所述的铜基催化剂的制备工艺，其特征在于：

步骤 S14 中，将造粒机形成的颗粒在干燥箱中以 110-130℃ 的温度干燥 1-14 小时；

步骤 S15 中，利用压片机将干燥后的颗粒压片成型，轴向强度为 200-300N/cm，车速为 1-14.0r/min。

8. 根据权利要求 2 所述的铜基催化剂的制备工艺，其特征在于：

步骤 S16 中，将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧；升温至 400-500℃，升温时间为 1-60 分钟；恒温在 400-500℃，恒温时间为 1-10 小时；降温至 100-300℃，降温时间为 1-9 小时。

9. 一种铜基催化剂的制备工艺，其特征在于，在密封的连续管路中生产催化剂，所述连续管路依次分为沉淀区、老化区、洗涤区、干燥区、焙烧区、粉碎区、造粒区、第二干燥区、第二焙烧区；

原料包括金属硝酸盐、沉淀剂溶液；金属硝酸盐包括过度金属硝酸盐以及稀土金属硝酸盐；过度金属硝酸盐包括硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸铁中的一种或多种，稀土金属硝酸盐包括硝酸镧、硝酸铈中的一种或多种；沉淀剂溶液包括氨水、碳酸钠中的一种或多种；

原料溶解后分别经过计量泵泵入管路，先后经过上述沉淀区、老化区、洗涤区、干燥区、焙烧区、粉碎区、造粒区、第二干燥区、第二焙烧区，最后得到催化剂；

所述连续管路包括第一连续管路、洗涤区管路、第二连续管路、粉碎区管路、造粒区管路、第三连续管路，第一连续管路包括沉淀区、老化区，第二连续管路包括干燥区、焙烧区，第三连续管路包括第二干燥区、第二焙烧区；第一连续管路的出口通过连接管路连接洗涤

区管路的入口,洗涤区管路的出口通过连接管路连接第二连续管路的入口,第二连续管路的出口连接粉碎区管路的入口,粉碎区管路的出口连接造粒区管路的入口,造粒区管路的出口连接第三连续管路的入口;

所述第一连续管路设有第一磁性螺旋轴,第二连续管路设有第二磁性螺旋轴,第三管路设有第三磁性螺旋轴;第一磁性螺旋轴、第二磁性螺旋轴、第三磁性螺旋轴分别通过各自的磁性驱动机构驱动;

洗涤区设有多级水力旋流器、固液混合器,通过多级水力旋流器实现固液分离,固体与洗涤水通过固液混合器的强力磁力搅拌实现打浆的目的;

所述制备工艺具体包括如下步骤:

沉淀步骤:在沉淀区内置 pH 计自控泵,通过 pH 计自控泵控制流量从而控制 pH 值,将 pH 值控制在 5 ~ 11,由第一磁性螺旋轴搅拌实现沉淀区的均匀反应;沉淀区的温度控制在 35 ~ 85℃;

老化步骤:在老化区浆料管道形状为直线形或蛇形或螺旋形,与沉淀区采用隔栅避免已沉淀完全的浆料进入老化区;老化区的温度设定为 35 ~ 85℃;

洗涤步骤:在洗涤区通过多级水力旋流器实现固液分离,固体与洗涤水通过固液混合器的强力磁力搅拌实现打浆的目的;洗涤区的温度设定为 20 ~ 85℃;

干燥步骤:在干燥区采用第二磁力螺旋轴推动物料;干燥区的温度设定为 100 ~ 160℃;

焙烧步骤:在焙烧区采用第二磁力螺旋轴推动物料,最后从管路出口排出固态物;焙烧区的温度设定为 160-850℃;

粉碎步骤:向经过焙烧区焙烧的固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素,而后利用粉碎机进行粉碎;

造粒步骤:向粉碎后的粉末中加入粉碎后粉末总质量 20% 的去离子水,通过调拌机构调拌设定时间;用预压机预压经过调拌的物料;利用造粒装置按照设定规格进行造粒;

第二干燥步骤:在第二干燥区采用第三磁力螺旋轴推动物料;第二干燥区的温度设定为 100 ~ 160℃;

第二焙烧步骤:在焙烧区采用第二磁力螺旋轴推动物料,最后从管路出口排出固态物;焙烧区的温度设定为:升温至 450℃,升温时间为 30 分钟;恒温在 450℃,恒温时间为 4 小时;降温至 200℃,降温时间为 3 小时。

## 一种铜基催化剂的制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于催化剂制备技术领域,涉及一种催化剂制备工艺,尤其涉及一种铜基催化剂的制备工艺。

### 背景技术

[0002] 近年来,随着质子交换膜燃料电池的发展,特别是其应用于汽车以及分布式发电,迫切需要小型高效、高效、分散的移动制氢系统以供应原料氢。于是出现了各式各样的制氢系统,同时也出现了各式各样的制氢方法。

[0003] 例如中国专利 CN202519022U 揭示的一种甲醇水蒸气重整制氢设备,所述设备包括液体储存容器、换热器、气化室、重整室、分离室。所述设备包括一个或多个加热单元,为制氢设备需要温度控制的部件进行温度控制;加热单元通过分离室输出的余气或/和制得的氢气加热。重整室与分离室之间的传送通道经过一预热控温机构,该预热控温机构用以加热从重整室输出的气体;所述预热控温机构作为重整室与分离室之间的缓冲,使得从重整室输出的气体的温度与分离室的温度相同或接近。

[0004] 又如中国专利公开号 CN101033059 提供的制氢方法,该制氢方法由于其不需要外部供热,容易实现现场制热,所以受到广泛关注。此方法中采用弛放气进行加热系统,产生的结果是系统各部位受热不均匀,最直接,也是最影响的是催化剂的催化活性。

[0005] 目前市场上的铜基催化剂的堆积密度大于 1.20g/mm<sup>3</sup>,重量大,不利于便携式的制氢设备使用。

[0006] 有鉴于此,如今迫切需要设计一种新的甲醇制氢铜基催化剂,以便克服现有催化剂的上述缺陷。

### 发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题是:提供一种铜基催化剂的制备工艺,可降低制粒的堆积密度,减轻催化剂的重量;降低催化剂的生产成本。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明采用如下技术方案:

[0009] 一种铜基催化剂的制备工艺,所述制备工艺包括如下步骤:

[0010] 步骤 S1、原料称重;利用电子天平称取设定量的硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸钴;

[0011] 步骤 S2、将称重后的细颗粒原料投放入反应罐中,反应罐的容积为 50L;

[0012] 步骤 S3、向反应罐中加入去离子水,将原料溶解;设定反应罐的转速为 450r/min,温度为 60°C;

[0013] 步骤 S3'、加入氧化铝作为结晶核和载体;

[0014] 步骤 S4、向反应罐中以 23ml/min 加入 0.1mol/l 浓度的碳酸钠;搅拌速度 550r/min,温度设定为恒温 60°C;

[0015] 步骤 S5、继续搅拌反应罐中的溶液;搅拌速度 550r/min,温度设定为恒温 60°C;

[0016] 步骤 S6、将反应罐的温度从 60°C 冷却到室温,放置 8 小时;

- [0017] 步骤 S7、将反应罐中沉淀物放入抽滤中,用去离子水清洗 3 ~ 6 次;
- [0018] 步骤 S8、利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥,温度设定为 120℃,干燥时间为 4 小时;
- [0019] 步骤 S9、利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧;升温至 350℃,升温时间为 30 分钟;恒温在 350℃,恒温时间为 4 小时;降温至 200℃,降温时间为 3 小时;
- [0020] 步骤 S10、向固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素,而后利用粉碎机进行粉碎;
- [0021] 步骤 S11、向粉碎后的粉末中加入粉碎后粉末总质量 20% 的去离子水,在托盘中调拌 1 小时;
- [0022] 步骤 S12、用预压机预压经过调拌的物料;
- [0023] 步骤 S13、利用造粒机按照设定规格进行造粒;
- [0024] 步骤 S14、将造粒机形成的颗粒在干燥箱中以 120℃ 的温度干燥 4 小时;
- [0025] 步骤 S15、利用压片机将干燥后的颗粒压片成型,轴向强度为 250N/cm,车速为 4.0r/min;
- [0026] 步骤 S16、将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧;升温至 450℃,升温时间为 30 分钟;恒温在 450℃,恒温时间为 4 小时;降温至 200℃,降温时间为 3 小时;
- [0027] 步骤 S17、将成型的物料冷却。
- [0028] 一种铜基催化剂的制备工艺,在粉碎原料时加入羟乙基纤维素,羟乙基纤维素作为造孔剂;而后进行造粒。
- [0029] 作为本发明的一种优选方案,所述制备工艺包括如下步骤:
- [0030] 步骤 S1、原料称重;利用电子天平称取设定量的硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸钴;
- [0031] 步骤 S2、将称重后的细颗粒原料投放入反应罐中;
- [0032] 步骤 S3、向反应罐中加入去离子水,将原料溶解;
- [0033] 步骤 S3'、加入氧化铝作为结晶核和载体;
- [0034] 步骤 S4、向反应罐中加入碳酸钠,进行搅拌;
- [0035] 步骤 S5、继续搅拌反应罐中的溶液;
- [0036] 步骤 S6、将反应罐的温度冷却到室温,放置设定时间;
- [0037] 步骤 S7、将反应罐中沉淀物放入抽滤机中,用抽滤机抽滤并用去离子水清洗;
- [0038] 步骤 S8、利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥;
- [0039] 步骤 S9、利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧;
- [0040] 步骤 S10、向固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素,而后利用粉碎机进行粉碎;
- [0041] 步骤 S11、向粉碎后的粉末中加入去离子水,在托盘中进行调拌;利用预压机将料预压;
- [0042] 步骤 S12、用预压机预压经过调拌的物料;
- [0043] 步骤 S13、利用造粒机按照设定规格进行造粒;
- [0044] 步骤 S14、将造粒机形成的颗粒在干燥箱中干燥;
- [0045] 步骤 S15、利用压片机将干燥后的颗粒压片成型;
- [0046] 步骤 S16、将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧;

[0047] 步骤 S17、将成型的物料冷却。

[0048] 作为本发明的一种优选方案,步骤 S2 中,反应罐的容积为 50L。

[0049] 作为本发明的一种优选方案,步骤 S8 中,利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥,温度设定为 110 ~ 130℃;干燥时间为 3 ~ 5 小时。

[0050] 作为本发明的一种优选方案,步骤 S9 中,利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧;升温至 300-400℃,升温时间为 10-120 分钟;恒温在 300-400℃,恒温时间为 1-14 小时;降温至 100-300℃,降温时间为 1-10 小时。

[0051] 作为本发明的一种优选方案,步骤 S14 中,将造粒机形成的颗粒在干燥箱中以 110-130℃ 的温度干燥 1-14 小时;

[0052] 步骤 S15 中,利用压片机将干燥后的颗粒压片成型,轴向强度为 200-300N/cm,车速为 1-14.0r/min。

[0053] 作为本发明的一种优选方案,步骤 S16 中,将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧;升温至 400-500℃,升温时间为 1-60 分钟;恒温在 400-500℃,恒温时间为 1-10 小时;降温至 100-300℃,降温时间为 1-9 小时。

[0054] 一种铜基催化剂的制备工艺,在密封的连续管路中生产催化剂,所述连续管路依次分为沉淀区、老化区、洗涤区、干燥区、焙烧区、粉碎区、造粒区、第二干燥区、第二焙烧区;

[0055] 原料包括金属硝酸盐、沉淀剂溶液;金属硝酸盐包括过度金属硝酸盐以及稀土金属硝酸盐;过度金属硝酸盐包括硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸铁中的一种或多种,稀土金属硝酸盐包括硝酸镧、硝酸铈中的一种或多种;沉淀剂溶液包括氨水、碳酸钠中的一种或多种;

[0056] 原料溶解后分别经过计量泵泵入管路,先后经过上述沉淀区、老化区、洗涤区、干燥区、焙烧区、粉碎区、造粒区、第二干燥区、第二焙烧区,最后得到催化剂;

[0057] 所述连续管路包括第一连续管路、洗涤区管路、第二连续管路、粉碎区管路、造粒区管路、第三连续管路,第一连续管路包括沉淀区、老化区,第二连续管路包括干燥区、焙烧区,第三连续管路包括第二干燥区、第二焙烧区;第一连续管路的出口通过连接管路连接洗涤区管路的入口,洗涤区管路的出口通过连接管路连接第二连续管路的入口,第二连续管路的出口连接粉碎区管路的入口,粉碎区管路的出口连接造粒区管路的入口,造粒区管路的出口连接第三连续管路的入口;

[0058] 所述第一连续管路设有第一磁性螺旋轴,第二连续管路设有第二磁性螺旋轴,第三管路设有第三磁性螺旋轴;第一磁性螺旋轴、第二磁性螺旋轴、第三磁性螺旋轴分别通过各自的磁性驱动机构驱动;

[0059] 洗涤区设有多级水力旋流器、固液混合器,通过多级水力旋流器实现固液分离,固体与洗涤水通过固液混合器的强力磁力搅拌实现打浆的目的;

[0060] 所述制备工艺具体包括如下步骤:

[0061] 沉淀步骤:在沉淀区内置 pH 计自控泵,通过 pH 计自控泵控制流量从而控制 pH 值,将 pH 值控制在 5 ~ 11,由第一磁性螺旋轴搅拌实现沉淀区的均匀反应;沉淀区的温度控制在 35 ~ 85℃;

[0062] 老化步骤:在老化区浆料管道形状为直线形或蛇形或螺旋形,与沉淀区采用隔栅

避免已沉淀完全的浆料进入老化区；老化区的温度设定为 35 ~ 85℃；

[0063] 洗涤步骤：在洗涤区通过多级水力旋流器实现固液分离，固体与洗涤水通过固液混合器的强力磁力搅拌实现打浆的目的；洗涤区的温度设定为 20 ~ 85℃；

[0064] 干燥步骤：在干燥区采用第二磁力螺旋轴推动物料；干燥区的温度设定为 100 ~ 160℃；

[0065] 焙烧步骤：在焙烧区采用第二磁力螺旋轴推动物料，最后从管路出口排出固态物；焙烧区的温度设定为 160-850℃；

[0066] 粉碎步骤：向经过焙烧区焙烧的固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素，而后利用粉碎机进行粉碎；

[0067] 造粒步骤：向粉碎后的粉末中加入粉碎后粉末总质量 20% 的去离子水，通过调拌机构调拌设定时间；用预压机预压经过调拌的物料；利用造粒装置按照设定规格进行造粒；

[0068] 第二干燥步骤：在第二干燥区采用第三磁力螺旋轴推动物料；第二干燥区的温度设定为 100 ~ 160℃；

[0069] 第二焙烧步骤：在焙烧区采用第二磁力螺旋轴推动物料，最后从管路出口排出固态物；焙烧区的温度设定为：升温至 450℃，升温时间为 30 分钟；恒温在 450℃，恒温时间为 4 小时；降温至 200℃，降温时间为 3 小时。

[0070] 本发明的有益效果在于：本发明提出的铜基催化剂的制备工艺，可降低制粒的堆积密度，减轻催化剂的重量；降低催化剂的生产成本。通过羟乙基纤维素作为造孔剂，原料容易得到，成本低；制得的催化剂为粒状，便于作为小型甲醇制氢设备中使用。

## 附图说明

[0071] 图 1 为本发明铜基催化剂的制备工艺的流程图。

## 具体实施方式

[0072] 下面结合附图详细说明本发明的优选实施例。

[0073] 实施例一

[0074] 请参阅图 1，本发明揭示了一种铜基催化剂的制备工艺，所述制备工艺包括如下步骤：

[0075] 【步骤 S1】原料称重；利用电子天平称取设定量的硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸钴；

[0076] 【步骤 S2】将称重后的细颗粒原料投入反应罐中，反应罐的容积为 50L；

[0077] 【步骤 S3】向反应罐中加入去离子水，将原料溶解；设定反应罐的转速为 450r/min，温度为 60℃；

[0078] 【步骤 S3'】加入氧化铝作为结晶核和载体；

[0079] 【步骤 S4】向反应罐中以 23ml/min 加入 0.1Mol/l 浓度的碳酸钠；搅拌速度 550r/min，温度设定为恒温 60℃（也可以为其他温度，如 50-75℃）；

[0080] 【步骤 S5】继续搅拌反应罐中的溶液；搅拌速度 550r/min，温度设定为恒温 60℃；

[0081] 【步骤 S6】将反应罐的温度从 60℃（也可以为其他温度，如 50-75℃）冷却到室温，



放置 8 小时；

[0082] 【步骤 S7】将反应罐中沉淀物放入抽滤中,用去离子水清洗 3 ~ 6 次；

[0083] 【步骤 S8】利用干燥箱将过滤后的沉淀物干燥,温度设定为 120℃ (也可以为其他温度,如 105-130℃),干燥时间为 4 小时 (也可以为其他时间,如 3-5 小时),干燥后固态物的厚度可设定为 3cm；

[0084] 【步骤 S9】利用马弗炉对干燥后的固态物进行灼烧；升温至 350℃ (也可以为其他温度,如 300-400℃),升温时间为 30 分钟；恒温在 350℃ (也可以为其他温度,如 300-400℃),恒温时间为 4 小时；降温至 200℃ (也可以为其他温度,如 150-250℃),降温时间为 3 小时；

[0085] 【步骤 S10】向固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素,而后利用粉碎机进行粉碎；

[0086] 【步骤 S11】向粉碎后的粉末中加入粉碎后粉末总质量 20%的去离子水,在托盘中调拌 1 小时；

[0087] 【步骤 S12】用预压机预压经过调拌的物料；

[0088] 【步骤 S13】利用造粒机按照设定规格进行造粒；

[0089] 【步骤 S14】将造粒机形成的颗粒在干燥箱中以 120℃ (也可以为其他温度,如 100-150℃) 的温度干燥 4 小时；

[0090] 【步骤 S15】利用压片机将干燥后的颗粒压片成型,轴向强度为 250N/cm,车速为 4.0r/min；

[0091] 【步骤 S16】将经过压片机成型的物料放入马弗炉进行灼烧；升温至 450℃ (也可以为其他温度,如 400-500℃),升温时间为 30 分钟；恒温在 450℃ (也可以为其他温度,如 400-500℃),恒温时间为 4 小时；降温至 200℃ (也可以为其他温度,如 150-250℃),降温时间为 3 小时。

[0092] 【步骤 S17】将成型的物料冷却。

[0093] 实施例二

[0094] 本发明揭示一种铜基催化剂的制备工艺,在密封的连续管路中生产催化剂,所述连续管路依次分为沉淀区、老化区、洗涤区、干燥区、焙烧区、粉碎区、造粒区、第二干燥区、第二焙烧区。

[0095] 原料包括金属硝酸盐、沉淀剂溶液；金属硝酸盐包括过度金属硝酸盐以及稀土金属硝酸盐；过度金属硝酸盐包括硝酸铜、硝酸锌、硝酸铝、硝酸铁中的一种或多种,稀土金属硝酸盐包括硝酸镧、硝酸铈中的一种或多种；沉淀剂溶液包括氨水、碳酸钠中的一种或多种。

[0096] 原料溶解后分别经过计量泵泵入管路,先后经过上述沉淀区、老化区、洗涤区、干燥区、焙烧区、粉碎区、造粒区、第二干燥区、第二焙烧区,最后得到催化剂。

[0097] 所述连续管路包括第一连续管路、洗涤区管路、第二连续管路、粉碎区管路、造粒区管路、第三连续管路,第一连续管路包括沉淀区、老化区,第二连续管路包括干燥区、焙烧区,第三连续管路包括第二干燥区、第二焙烧区；第一连续管路的出口通过连接管路连接洗涤区管路的入口,洗涤区管路的出口通过连接管路连接第二连续管路的入口,第二连续管路的出口连接粉碎区管路的入口,粉碎区管路的出口连接造粒区管路的入口,造粒区管路

的出口连接第三连续管路的入口。

[0098] 所述第一连续管路设有第一磁性螺旋轴,第二连续管路设有第二磁性螺旋轴,第三管路设有第三磁性螺旋轴;第一磁性螺旋轴、第二磁性螺旋轴、第三磁性螺旋轴分别通过各自的磁性驱动机构驱动。

[0099] 洗涤区设有多级水力旋流器、固液混合器,通过多级水力旋流器实现固液分离,固体与洗涤水通过固液混合器的强力磁力搅拌实现打浆的目的。

[0100] 所述制备工艺具体包括如下步骤:

[0101] 沉淀步骤:在沉淀区内置 pH 计自控泵,通过 pH 计自控泵控制流量从而控制 pH 值,将 pH 值控制在 5 ~ 11,由第一磁性螺旋轴搅拌实现沉淀区的均匀反应;沉淀区的温度控制在 35 ~ 85℃;

[0102] 老化步骤:在老化区浆料管道形状为直线形或蛇形或螺旋形,与沉淀区采用隔栅避免已沉淀完全的浆料进入老化区;老化区的温度设定为 35 ~ 85℃;

[0103] 洗涤步骤:在洗涤区通过多级水力旋流器实现固液分离,固体与洗涤水通过固液混合器的强力磁力搅拌实现打浆的目的;洗涤区的温度设定为 -20 ~ 85℃;

[0104] 干燥步骤:在干燥区采用第二磁力螺旋轴推动物料;干燥区的温度设定为 100 ~ 160℃;

[0105] 焙烧步骤:在焙烧区采用第二磁力螺旋轴推动物料,最后从管路出口排出固态物;焙烧区的温度设定为 160-850℃;

[0106] 粉碎步骤:向经过焙烧区焙烧的固态物中加入石墨、拟薄水铝石、羟乙基纤维素,而后利用粉碎机进行粉碎;

[0107] 造粒步骤:向粉碎后的粉末中加入粉碎后粉末总质量 20% 的去离子水,通过调拌机构调拌设定时间;用预压机预压经过调拌的物料;利用造粒装置按照设定规格进行造粒;

[0108] 第二干燥步骤:在第二干燥区采用第三磁力螺旋轴推动物料;第二干燥区的温度设定为 100 ~ 160℃;

[0109] 第二焙烧步骤:在焙烧区采用第二磁力螺旋轴推动物料,最后从管路出口排出固态物;焙烧区的温度设定为:升温至 450℃,升温时间为 30 分钟;恒温在 450℃,恒温时间为 4 小时;降温至 200℃,降温时间为 3 小时。

[0110] 本实施例可实现自动化控制连续生产,降低耗能,提高生产效率,降低成本,可生产出高质量的催化剂产品;同时能有效避免有害气体扩散至空气中,更加环保。

[0111]

	催化剂组成	温度变化区间	甲醇转化率	氢气含量
现有方案 1	现有普通铜基催化剂	250℃-550℃	45%	40%
实施例一的方式 1	10 份的 CuO, 10 份的 ZnO, 1 份的 ZrO, 78 份的 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 0.5 份的 CeO <sub>2</sub> , 0.5 份的 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	250℃-550℃	93%	77%
实施例一的方式 2	2 份的 CuO, 2 份的 ZnO, 5 份的 ZrO, 81 份的 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 5 份的 CeO <sub>2</sub> , 5 份的 La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	250℃-550℃	78.3%	63%
实施例一的方式 3	20 份的 CuO, 20 份的 ZnO, 0.1 份的 ZrO, 59.9 份的 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	250℃-550℃	57%	61.3%

[0112]

实施例二	制得的铜基催化剂	250℃-550℃	93%	78%
------	----------	-----------	-----	-----

[0113] 综上所述,本发明提出的铜基催化剂的制备工艺,可降低制粒的堆积密度,减轻催化剂的重量;降低催化剂的生产成本。通过羟乙基纤维素作为造孔剂,原料容易得到,成本低;制得的催化剂为粒状,便于作为小型甲醇制氢设备中使用。

[0114] 这里本发明的描述和应用是说明性的,并非想将本发明的范围限制在上述实施例中。这里所披露的实施例的变形和改变是可能的,对于那些本领域的普通技术人员来说实施例的替换和等效的各种部件是公知的。本领域技术人员应该清楚的是,在不脱离本发明的精神或本质特征的情况下,本发明可以以其它形式、结构、布置、比例,以及用其它组件、材料和部件来实现。在不脱离本发明范围和精神的情况下,可以对这里所披露的实施例进行其它变形和改变。

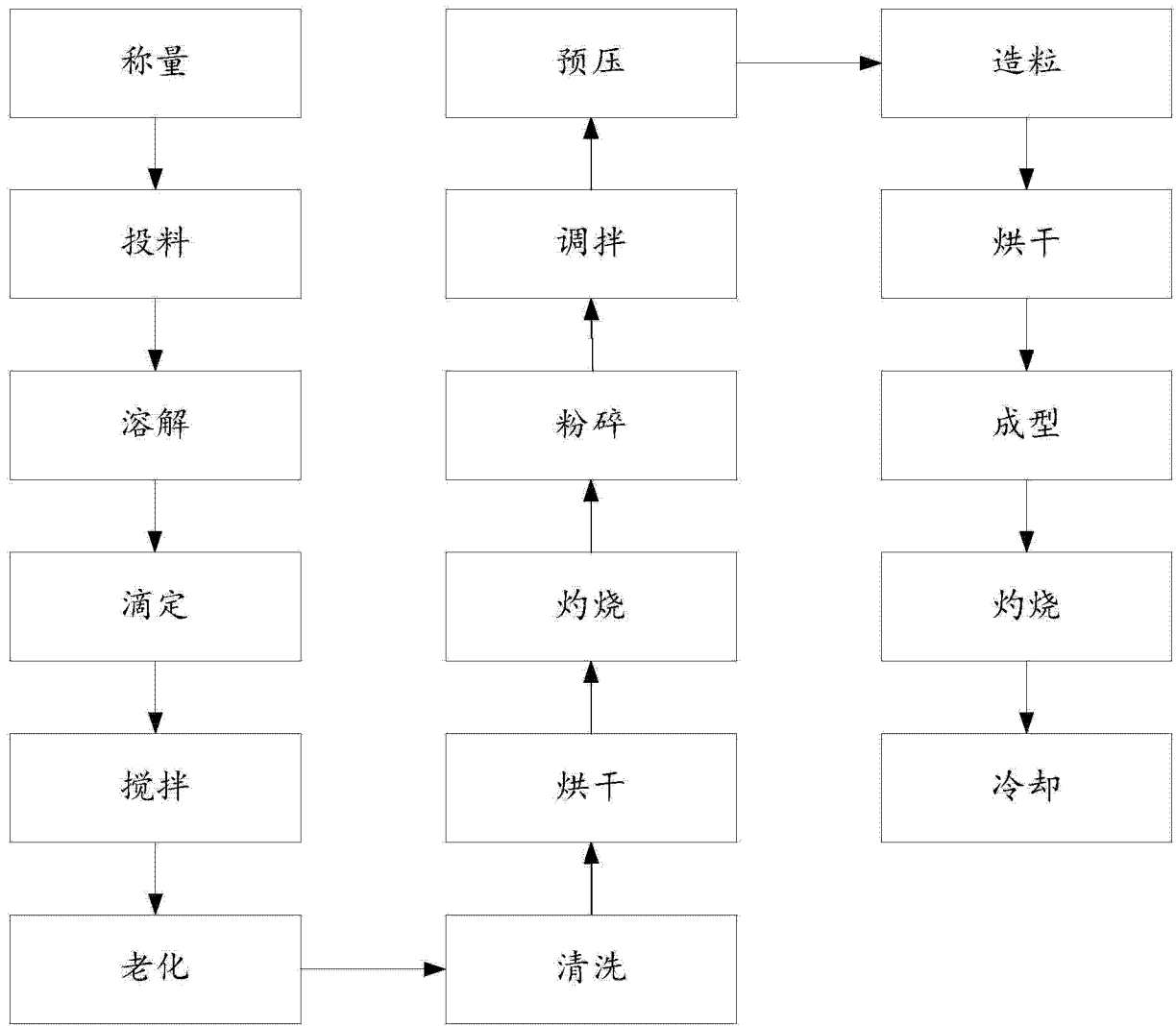


图 1