



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113042031 A

(43) 申请公布日 2021.06.29

(21) 申请号 202110332830.4

(22) 申请日 2021.03.29

(71) 申请人 安徽元琛环保科技股份有限公司
地址 236000 安徽省合肥市新站区站北社
区西淝河路

(72) 发明人 王光应 梁燕 潘有春 徐辉

(74) 专利代理机构 合肥市浩智运专利代理事务
所(普通合伙) 34124

代理人 叶濛濛

(51) Int. Cl.

B01J 23/30 (2006.01)

B01J 37/03 (2006.01)

B01J 37/08 (2006.01)

B01D 53/86 (2006.01)

B01D 53/56 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种低温催化剂的制备方法及其制得的催化剂

(57) 摘要

本发明公开一种低温催化剂的制备方法,涉及催化剂技术领域,基于现有的低温脱硝催化剂的生产成本高、生产工艺难把控的问题而提出的。本发明包括以下步骤:(1)钨矿碱浸出工艺;(2)粗钨酸钠除磷、砷工艺;(3)纯净物质调配;(4)将步骤(3)调配好的混合物依次经过混炼、干燥、煅烧处理,制得低温催化剂成品。本发明还提供由上述制备方法制得的催化剂。本发明通过钨矿反选方法达到初提纯的目的,钨矿经过碱浸出环节和除磷、砷环节,把有害和无用的元素分离,得到多种对NO_x选择性脱除有益元素,采用钨矿反选的方法,不仅缩短了钨矿提纯的工序,同时降低了低温催化剂的生产成本。

1. 一种低温催化剂的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 钨矿碱浸出工艺:将钨矿浸渍在碱化合物中,在温度为20-25℃下,浸出2-5.5h;然后将温度提高至160-300℃后,继续浸出10-20min;

(2) 粗钨酸钠除磷、砷工艺:常温条件下,将步骤(1)中经钨矿碱浸出工艺处理后得到的钨矿与盐溶液混合,搅拌,制得混合物;

(3) 纯净物质调配:常温条件下,向步骤(2)中制得的混合物中加入纯净化合物,搅拌混合均匀;

(4) 将步骤(3)调配好的混合物依次经过混炼、干燥、煅烧处理,制得低温催化剂成品。

2. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中钨矿包括白钨精矿或黑钨精矿。

3. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(1)中碱化合物包括碳酸钠、氢氧化钠、氟化钠中的一种或几种。

4. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(2)中盐溶液包括氯化镁、磷酸铵镁、六水磷酸铵镁中的一种或几种。

5. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中纯净化合物为七钼酸铵、偏钨酸铵、醋酸铈、草酸铈等一种或者几种。

6. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(3)中纯净化合物的质量为步骤(2)中制得的混合物质量的0-10%。

7. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)中混炼温度为80-90℃,pH>8。

8. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)中干燥温度为40-60℃,干燥周期为10-12天。

9. 根据权利要求1所述的一种低温催化剂的制备方法,其特征在于:所述步骤(4)中煅烧温度为600-615℃,煅烧时间为30-32h。

10. 根据权利要求1-9任一项所述的一种低温催化剂的制备方法制得的低温催化剂。

一种低温催化剂的制备方法及其制得的催化剂

技术领域

[0001] 本发明涉及催化剂技术领域,具体涉及一种低温催化剂的制备方法及其制得的催化剂。

背景技术

[0002] 随着国民经济发展、人口增长和城市化进程的加快,随之而来的环境污染问题日益凸显,尤其是SO₂和NO_x的排放问题。大气中的NO_x能引起酸雨、光化学烟雾、地表水富营养化等破坏环境并危及人类健康的一系列问题。目前脱硝效率最高、最为成熟的技术是选择性催化还原(SCR)技术。

[0003] 传统的脱硝催化剂的制作工艺需要采购大量偏贵的化学材料,如专利CN110841653A公开了一种低温脱硝催化剂的制备方法,包括如下步骤:将硅藻土、煤系高岭土、氧化铝粉末、二氧化钛粉末、菱铁矿加入水中,然后高温震荡,得到混合物溶液;将上述混合溶液过滤、烘干、煅烧,得到混合物;将得到的混合物放入容器中,加入去离子水,并加入Mn(NO₃)₂、Ce(NO₃)₃·6H₂O、Fe(NO₃)₃·9H₂O和Sm(NO₃)₃·6H₂O,在磁性搅拌器其上充分搅拌溶解,得到混合液;缓慢向上述混合液滴加碳酸氢铵调节pH值在8-10左右,滴加NH₃·H₂O,调节溶液的pH到9-10,继续搅拌,室温条件下陈化;然后置于烘箱内烘干,置于马弗炉中煅烧,然后压片、破碎、过筛,得到低温脱硝催化剂。该技术存在的问题如下:化学材料纯度要求较高,造成成本高;多种原材料的分批次添加以及均匀性的要求,给混炼工艺把控也带来难度。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题在于解决现有的低温脱硝催化剂的生产成本高、生产工艺难把控的问题。

[0005] 本发明通过以下技术手段实现解决上述技术问题的:

[0006] 一种低温催化剂的制备方法,包括以下步骤:

[0007] (1) 钨矿碱浸出工艺:按照钨矿的质量为和碱化合物质量的40-70%的比例,将钨矿浸渍在碱化合物中,在温度为20-25℃下,浸出2-5.5h;然后将温度提高至160-300℃后,继续浸出10-20min;

[0008] (2) 粗钨酸钠除磷、砷工艺:常温条件下,将步骤(1)中经碱浸出工艺处理后得到的钨矿与盐溶液混合,搅拌,制得混合物,盐溶液的质量为经碱浸出工艺处理后得到的钨矿质量的5-50%;

[0009] (3) 纯净物质调配:常温条件下,向步骤(2)中制得的混合物中加入纯净化合物,搅拌混合均匀;

[0010] (4) 将步骤(3)调配好的混合物依次经过混炼、干燥、煅烧处理,制得低温催化剂成品。

[0011] 本发明通过钨矿反选方法达到初提纯的目的,钨矿经过碱浸出环节和除磷、砷环

节,把有害和无用的元素分离,得到多种对NO_x选择性脱除有益元素,采用钨矿反选的方法,不仅缩短了钨矿提纯的工序,同时降低了低温催化剂的生产成本。

[0012] 优选地,所述步骤(1)中钨矿包括白钨精矿或黑钨精矿。

[0013] 优选地,所述步骤(1)中碱化合物包括碳酸钠、氢氧化钠、氟化钠中的一种或几种。

[0014] 优选地,所述步骤(2)中盐溶液包括氯化镁、磷酸铵镁、六水磷酸铵镁中的一种或几种。

[0015] 优选地,所述步骤(3)中纯净化合物为七钼酸铵、偏钨酸铵、醋酸铈、草酸铈等一种或者几种。

[0016] 优选地,所述步骤(3)中纯净化合物的质量为步骤(2)中制得的混合物质量的0-10%。

[0017] 优选地,所述步骤(4)中混炼温度为80-90℃,pH>8。

[0018] 优选地,所述步骤(4)中干燥温度为40-60℃,干燥周期为10-12天。

[0019] 优选地,所述步骤(4)中煅烧温度为600-615℃,煅烧时间为30-32h。

[0020] 本发明还提供上述制备方法制得的低温催化剂。

[0021] 本发明具有如下的有益效果:本发明通过钨矿反选方法达到初提纯的目的,钨矿经过碱浸出环节和除磷、砷环节,把有害和无用的元素分离,得到多种对NO_x选择性脱除有益元素,采用钨矿反选的方法,不仅缩短了钨矿提纯的工序,同时降低了低温催化剂的生产成本。

具体实施方式

[0022] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0023] 下述实施例中所用的试验材料和试剂等,如无特殊说明,均可从商业途径获得。

[0024] 实施例中未注明具体技术或条件者,均可以按照本领域内的文献所描述的技术或条件或者按照产品说明书进行。

[0025] 实施例1

[0026] 一种低温催化剂的制备方法,包括以下步骤:

[0027] (1)将白钨精矿经过碳酸钠溶液浸出处理,先于20℃下浸出2h,然后将温度提高至160℃后,继续浸出10min,白钨精矿的质量为碳酸钠溶液质量的50%;

[0028] (2)常温条件下,将步骤(1)中经钨矿碱浸出工艺处理后得到的钨矿与六水磷酸铵镁溶液混合,搅拌,制得混合物,六水磷酸铵镁溶液的质量为经碱浸出工艺处理后得到的钨矿质量的20%;对制得的混合物进行元素成分和含量分析,分析的结果如表1所示;

[0029] (3)纯净物质调配:常温条件下,向步骤(2)中制得的混合物中加入七钼酸铵,搅拌混合均匀,加入的七钼酸铵的质量为混合物质量的10%;

[0030] (4)将步骤(3)调配好的混合物依次经过混炼、干燥、煅烧处理,混炼的温度为90℃,pH值达到8以上,干燥周期12天,干燥温度为50℃,煅烧温度为615℃,煅烧时间为32h,制得低温催化剂成品。

[0031] 表1为实施例1的混合物的元素成分和含量分析结果

[0032]	成分	三氧化钨	钼	锰	铜	锡	硅	锑	铋	铁	钙
	含量/%	65	0.7	0.04	0.15	0.13	0.2	0.02	0.1	0.1	5

[0033] 将本实施例制备的低温催化剂成品进行X射线荧光光谱分析(XRF检测),分析结果如表2所示。

[0034] 表2为实施例1制备的低温催化剂成品进行X射线荧光光谱分析结果

[0035]	成分	五氧化二钒	三氧化钨	二氧化钛	三氧化钼
	含量/%	2	5	84	4

[0036] 将本实施例制备的低温催化剂成品进行脱硝效率检测,检测结果如表3所示。

[0037] 表3为实施例1制备的低温催化剂成品的脱硝效率检测结果

[0038]	温度/°C	120	140	160	180	200	220	240	260
	脱硝效率/%	34.2	48.1	67.4	81.1	87.2	90.1	91.9	93.3

[0039] 实施例2

[0040] 一种低温催化剂的制备方法,包括以下步骤:

[0041] (1) 将黑钨精矿经过碳酸钠溶液浸出处理,先于25°C下浸出5h,然后将温度提高至200°C后,继续浸出15min,黑钨精矿的质量为碳酸钠溶液质量的50%;

[0042] (2) 常温条件下,将步骤(1)中经钨矿碱浸出工艺处理后得到的钨矿与六水磷酸铵镁混合,搅拌,制得混合物,六水磷酸铵镁溶液的质量为经碱浸出工艺处理后得到的钨矿质量的20%;对制得的混合物进行元素成分和含量分析,分析的结果如表4所示;

[0043] (3) 纯净物质调配:常温条件下,向步骤(2)中制得的混合物中加入七钼酸铵,搅拌均匀,加入的七钼酸铵的质量为混合物质量的10%;

[0044] (4) 将步骤(3)调配好的混合物依次经过混炼、干燥、煅烧处理,混炼的温度为90°C,pH值达到8以上,干燥周期12天,干燥温度为50°C,煅烧温度为615°C,煅烧时间为32h,制得低温催化剂成品。

[0045] 表4为实施例1的混合物的元素成分和含量分析结果

[0046]	成分	三氧化钨	钼	锰	铜	锡	硅	锑	铋	铁	铅
	含量/%	70	0.8	0.5	0.12	0.15	0.25	0.08	0.15	0.3	0.05

[0047] 将本实施例制备的低温催化剂成品进行X射线荧光光谱分析(XRF检测),分析结果如表5所示。

[0048] 表5为实施例2制备的低温催化剂成品进行X射线荧光光谱分析结果

[0049]	成分	五氧化二钒	三氧化钨	二氧化钛	三氧化钼
	含量/%	2	5	84	4

[0050] 将本实施例制备的低温催化剂成品进行脱硝效率检测,检测结果如表6所示。

[0051] 表6为实施例2制备的低温催化剂成品的脱硝效率检测结果

[0052]	温度/°C	120	140	160	180	200	220	240	260
	脱硝效率/%	35.2	47.1	69.6	83.2	88.5	92.5	94.9	96.6

[0053] 实施例3

[0054] 一种低温催化剂的制备方法,包括以下步骤:

[0055] (1) 将钨精矿经过碳酸钠溶液浸出处理,先于2℃下浸出5h,然后将温度提高至300℃后,继续浸出20min,钨精矿的质量为碳酸钠溶液质量的50%;

[0056] (2) 常温条件下,将步骤(1)中经钨矿碱浸出工艺处理后得到的钨矿与六水磷酸铵镁混合,搅拌,制得混合物,六水磷酸铵镁溶液的质量为经碱浸出工艺处理后得到的钨矿质量的20%;对制得的混合物进行元素成分和含量分析,分析的结果如表7所示;

[0057] (3) 纯净物质调配:常温条件下,向步骤(2)中制得的混合物中加入七钼酸铵,搅拌混合均匀,加入的七钼酸铵的质量为混合物质量的10%;

[0058] (4) 将步骤(3)调配好的混合物依次经过混炼、干燥、煅烧处理,混炼的温度为98℃,pH值达到9,干燥周期13天,干燥温度为55℃,煅烧温度为610℃,煅烧时间为31h,制得低温催化剂成品。

[0059] 表7为实施例2的混合物的元素成分和含量分析结果

[0060]	成分	三氧化钨	钼	锰	铜	锡	硅	锑	铋	铁	铅
	含量/%	68	0.9	0.6	0.22	0.25	0.2	0.09	0.17	0.2	0.04

[0061] 将本实施例制备的低温催化剂成品进行X射线荧光光谱分析(XRF检测),分析结果如表8所示。

[0062] 表8为实施例3制备的低温催化剂成品进行X射线荧光光谱分析结果

[0063]	成分	五氧化二钒	三氧化钨	二氧化钛	三氧化钼
	含量/%	2.5	8	82	5

[0064] 将本实施例制备的低温催化剂成品进行脱硝效率检测,检测结果如表9所示。

[0065] 表9为实施例3制备的低温催化剂成品的脱硝效率检测结果

[0066]	温度/℃	120	140	160	180	200	220	240	260
	脱硝效率/%	36.2	46.1	69.7	84.2	89.5	93.2	95.2	97.4

[0067] 本发明通过钨矿反选方法达到初提纯的目的,钨矿经过碱浸出环节和除磷、砷环节,把有害和无用的元素分离,得到多种对NO_x选择性脱除有益元素,采用钨矿反选的方法,不仅缩短了钨矿提纯的工序,同时降低了低温催化剂的生产成本。

[0068] 以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。