

水洗法回收高铝煤焦催化气化催化剂的实验研究

王永伟^{1,2*}, 黄戒介²

(1. 新疆大学化学化工学院, 新疆 乌鲁木齐 830046;

2. 中国科学院山西煤炭化学研究所, 山西 太原 030001)

摘要:采用水洗法回收孙家壕(SJH)高铝煤焦 Na_2CO_3 催化气化灰渣中的钠催化剂, 结合 ICP 和 XRD 表征方法, 研究了高铝煤焦催化气化的失活规律和回收特性。在高铝煤焦催化气化过程中, Na_2CO_3 与煤中矿物质发生反应生成 NaAlSiO_4 是造成 Na_2CO_3 催化剂失活的原因。以水为溶剂回收不同 Na_2CO_3 负载量的煤焦催化灰渣中的钠催化剂时, 钠催化剂的回收率随着 Na_2CO_3 负载量的增大而增大。当用盐酸回收时, 钠催化剂的回收率显著增加, 表明相当一部分钠生成不溶于水但可溶于盐酸的 NaAlSiO_4 。钠催化剂的最大失活量相当于 9% Na_2CO_3 负载量。

关键词:水洗法; 高铝煤焦; 催化气化; 催化剂回收

中图分类号: TQ546.8

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2019)05-0160-04

DOI: 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2019.05.035

Experimental study on recovery of catalyst for high aluminum coal char gasification with water leaching method

WANG Yong-wei^{1,2*}, HUANG Jie-jie²

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Xinjiang University, Urumqi 830046, China;

2. Institute of Coal Chemistry of Chinese Academy of Sciences, Taiyuan 030001, China)

Abstract: The deactivation mechanism and recovery characteristics of gasification catalyst are investigated through the recovery of sodium-based catalyst from Na_2CO_3 -catalyzed gasification residues of Sunjiahao (SJH) high-aluminum coal char with water leaching method combined with ICP and XRD characterization. Na_2CO_3 reacts with the minerals in coal char to form NaAlSiO_4 during the catalytic gasification process of high-aluminum coal char, leading to the deactivation of Na_2CO_3 catalyst. The recovery rate of sodium-based catalyst increases with the increment of Na_2CO_3 loading amount in gasification process when water is used as recovery solvent to recover sodium-based catalyst from ash residues generated in the catalytic gasification of SJH char with different Na_2CO_3 loading amount. The recovery rate is remarkably higher when diluted hydrochloric acid is used as extraction agent, suggesting that substantial sodium forms NaAlSiO_4 that is water insoluble but soluble in hydrochloric acid. Moreover, the deactivation amount of sodium catalyst reaches saturation level when the catalyst loading amount is 9% on the basis of the dry char mass.

Key words: water leaching method; high aluminum coal char; catalytic gasification; catalyst recovery

天然气需求量增加推动了煤制合成天然气 (Synthetic or Substitute Natural Gas, SNG) 的发展, 而催化气化是生产 SNG 的最佳方法^[1], 因此, 通过煤催化气化制 SNG 成为当前研究的热点。煤催化气化已有几十年的发展历史, 但至今仍然没有实现工业化的原因是催化气化需要克服的技术难题依然没有得到有效解决。催化剂失活是制约煤催化气化发展的重要因素之一, 其中煤中的矿物质是造成催化剂失活的主要原因。虽然碱金属碳酸盐对煤气化反应具有良好的催化作用, 但是碱金属容易在气化过程中与煤中矿物质反应生成不溶于水的硅铝酸

盐^[2-6], 导致催化剂失活和回收困难, 增大了催化剂的回收成本。文献[7-9]中研究了 K_2CO_3 在煤水蒸气气化过程中的迁移规律和失活机理, 结果表明 K_2CO_3 失活与煤中的铝有关, 失活的钾催化剂量与煤中的铝含量成线性关系。煤气化催化剂的回收方法主要包括: 酸洗法^[10-11]、水洗法^[12,13]、石灰水回收法^[14-16]和磁选分离法^[17]。酸洗法回收煤气化催化剂的回收率较高, 但回收过程中使催化剂中引入酸根离子, 导致催化剂活性降低; 酸对设备有腐蚀性, 对设备材质要求较高; 酸洗法回收催化剂需要除杂, 程序复杂、成本较高。磁选分离法回收率较低, 而且

收稿日期: 2018-08-22; 修回日期: 2019-03-12

基金项目: 新疆大学博士毕业生科研启动基金 (BS160223); 中国科学院战略性先导科技专项 (XDA07050100)

作者简介: 王永伟 (1977-), 男, 博士, 副教授, 研究方向为煤催化气化, 通讯联系人, wgreat@126.com。

催化剂容易与载体发生反应。石灰水回收法条件苛刻。虽然水洗法回收率较低,但成本低廉,对环境友好。

采用高铝煤催化气化时,高铝煤中富含的铝会导致碱金属催化剂失活,影响催化剂回收。因此,笔者采用水洗法回收高铝煤焦 Na_2CO_3 催化气化残渣中的催化剂,并对钠催化剂的回收特性及失活规律进行了研究,期望为高铝煤的清洁利用提供一定的理论依据。

1 实验部分

1.1 实验原料

选取内蒙古孙家壕煤为原煤样,实验之前,先将原煤样破碎、筛分得到小于 120 目的样品,在 105°C 干燥 10 h,放入干燥器中保存备用。根据前期的研究^[18-19],将原煤样于 800°C 制成煤焦(SJHC)和脱灰煤焦(SJHAC),原煤、煤焦和脱灰煤焦的工业分析和元素分析如表 1 所示,灰成分分析如表 2 所示。实验原料为孙家壕煤焦和脱灰煤焦的 Na_2CO_3 催化气化残渣。

表 1 孙家壕原煤、煤焦和脱灰煤焦的工业分析和元素分析

样品	工业分析(质量分数/%)				元素分析(质量分数/%)					
	V_{ad}	FC_{ad}	A_{ad}	M_{ad}	C_{daf}	H_{daf}	N_{daf}	S_{daf}	O_{daf}^*	
SJH coal	29.6	51.2	16.9	2.3	78.8	4.9	1.5	0.8	14.0	
SJHC	2.4	77.1	20.1	0.4	94.4	0.9	1.3	0.8	2.6	
SJHAC	2.4	92.4	4.8	0.4	94.2	1.2	1.2	0.8	2.6	

注:ad 为空气干燥基;daf 为干燥无灰基;* 为差减。

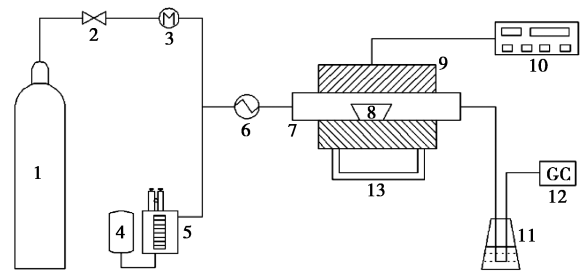
表 2 孙家壕原煤的灰成分组成

样品	质量分数/%									
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	TiO_2	SO_3	K_2O	Na_2O	P_2O_5
SJH coal	36.29	46.34	6.38	2.61	2.18	3.57	0.45	0.42	0.76	0.03
SJHC	36.09	46.64	6.58	2.51	2.08	3.50	0.43	0.27	0.42	0.04
SJHAC	10.21	52.28	32.50	0.83	0.46	0.67	0.88	0.02	0.09	0.06

1.2 不脱灰煤焦和脱灰煤焦催化气化灰渣的制备

煤焦中的灰分对催化气化的回收有很大的影响。因此首先考察了不脱灰煤焦催化气化灰渣中催化剂的回收。为了使煤焦有较高的催化反应性,采用浸渍法将 Na_2CO_3 负载到煤焦上,以煤焦质量为基准, Na_2CO_3 负载量分别为 7.5%、10%、12.5% 和 15%。然后利用常压固定床催化气化反应装置(如图 1 所示)在 800°C 下将煤焦催化完全,制备催化

灰。详细的实验步骤如下:(1)称取 1 g 样品装入瓷舟中,将瓷舟置于石英管反应器的进样口处,然后密封反应系统;(2)在 N_2 气氛($100\text{ mL}/\text{min}$)下将反应器由室温以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率加热到设定温度,打开双柱塞泵,设定流量,同时打开水蒸气发生装置,将水蒸气通入反应器中;(3)系统稳定后,将瓷舟推入反应器中部恒温区,开始催化反应;(4)采用气相色谱仪检测反应器出口气体组成,当气体产物达到实验要求后,将水蒸气关闭,催化反应结束;(5)催化残渣在 N_2 中冷却至室温后,取出并放入烘箱中于 105°C 烘干 2 h,将催化灰渣在 105°C 干燥 2 h,用玛瑙研钵研磨均匀后,放入干燥器中备用。



1— N_2 钢瓶;2—调节阀;3—质量流量计;4—水源;
5—双柱塞泵;6—加热套;7—石英管反应器;8—瓷舟;
9—电炉;10—温控仪;11—冷阱;12—气相色谱仪;13—支架

图 1 常压固定床催化气化反应装置

制备脱灰煤焦催化气化灰渣时,以脱灰煤焦为实验样品,采用浸渍法将其负载 15% Na_2CO_3 ,然后在常压固定床催化气化反应装置上制备催化灰渣,制备方法与不脱灰煤焦催化灰渣的制备方法相同。

1.3 钠的回收

水、1 mol/L 乙酸铵溶液、饱和石灰水和(1:1)盐酸作为催化灰渣的回收试剂,采用溶液提取法对催化灰渣中的钠催化剂进行回收。对于脱灰煤焦催化灰渣中的催化剂,仅仅采用水洗法进行回收。具体的回收方法如下:准确称取 0.5 g 催化灰渣于 400 mL 烧杯中,分别用去离子水、1 mol/L 乙酸铵溶液、饱和石灰水和稀盐酸(1:1)作溶剂,加入 100 mL 溶剂于烧杯中,置于 60°C 的恒温水浴锅中搅拌 2 h,过滤,用热的去离子水洗涤 6~8 次,将滤液定容到 500 mL,移入塑料试剂瓶中用来测定钠催化剂的回收率。

1.4 样品表征

采用 Thermo ICAP 6300 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP)对催化剂回收溶液进行钠离子测定。高铝煤焦催化灰渣和催化剂回收残渣

的矿物相组成采用日本理学 RIGAKUD/max-rB X-射线衍射仪 (XRD) 进行表征。将样品颗粒研碎至粒径小于 0.074 mm, 在管电压为 40 kV, 管电流为 100 mA, $K\alpha_1 = 0.154\ 08\ \text{nm}$, 衍射角 $5 \sim 90^\circ$ 扫描, 扫描速度为 $4^\circ/\text{min}$ 下, 得到衍射峰的角度及对应的衍射强度, 以确定矿石晶体的种类及相对质量分数。

1.5 计算方法

以钠原子的质量为基准计算钠催化剂回收率, 计算公式如下:

$$\eta = [m_{\text{活}} / (m_{\text{总}} - m_{\text{挥发}} - m_{\text{失活}})] \times 100\% \quad (1)$$

其中: η 为钠催化剂的回收率; $m_{\text{活}}$ 为可溶钠的质量; $m_{\text{总}}$ 为加入钠催化剂的总质量; $m_{\text{挥发}}$ 为挥发的钠的质量; $m_{\text{失活}}$ 为不可溶钠的质量。

钠催化剂失活率的计算以煤焦质量为基准, 计算公式如下:

$$\eta_{\text{d}} = (m_{\text{失活}} / m_{\text{煤焦}}) \times 100\% \quad (2)$$

其中: η_{d} 为钠催化剂的失活率; $m_{\text{失活}}$ 为不可溶钠的质量; $m_{\text{煤焦}}$ 为煤焦的质量。

2 结果与讨论

2.1 Na_2CO_3 质量分数对钠催化剂回收率的影响

采用水洗法回收不同 Na_2CO_3 质量分数的催化灰渣中钠的回收率结果如图 2 所示。由图 2 可以看出, 钠回收率随着 Na_2CO_3 质量分数的增大而增大, 当 Na_2CO_3 质量分数由 7.5% 增大到 10% 时, 钠催化剂的回收率明显增大; 但是当催化剂的质量分数从 10% 增加到 15% 时, 钠催化剂的回收率增加速度变慢, 这与钠催化剂在气化过程中的失活有关。当催化剂质量分数为 15% 时, 钠催化剂的回收率为 39.5%。然而文献 [13] 中报道的气化催化剂的回收率为 80%, 远大于本实验的回收率, 这与采用的煤种和实验条件不同有关。

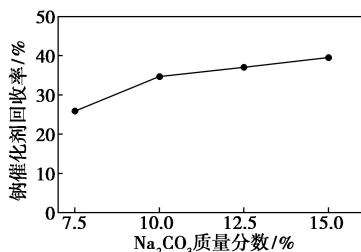


图 2 Na_2CO_3 质量分数对钠回收率的影响

2.2 不脱灰煤焦与脱灰煤焦在催化气化过程中钠回收率比较

为了考察煤焦中的灰分对钠催化剂回收率的影响, 以不脱灰煤焦和脱灰煤焦为实验样品, 分别负载

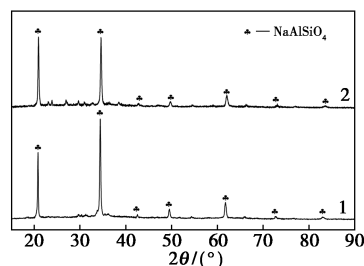
15% Na_2CO_3 , 利用常压固定床催化气化反应装置, 在 800°C 下制备气化灰, 并采用水洗法回收钠催化剂, 回收率结果如表 3 所示。由表 3 可以看出, 脱灰煤焦催化灰渣的催化剂回收率显著高于不脱灰煤焦催化灰渣, 前者高达 89.1%, 而后者仅为 39.5%, 表明灰分对催化剂回收率有显著影响, 灰分中的矿物质与 Na_2CO_3 催化剂在气化过程中生成水不溶的硅铝酸钠是导致催化剂回收率低的主要原因。

表 3 水洗法回收 SJHC 和 SJHAC 催化灰渣中钠催化剂的回收率

试样	SJHC 催化灰渣	SJHAC 催化灰渣
钠催化剂回收率 / %	89.1	39.5

2.3 钠催化剂回收残渣的 XRD 分析

对催化灰渣采用水洗法回收钠催化剂的残渣进行物相分析, 结果如图 3 所示。由图 3 可以看出, 残渣的主要矿物相为 NaAlSiO_4 , 与催化灰渣的物相组成相比变化不大。同时也可以看出, NaAlSiO_4 不溶于水。因此, 采用水洗法无法回收生成硅铝酸钠的那一部分钠, 导致钠催化剂的回收率较低。



1—水洗前; 2—水洗后

图 3 质量分数为 15% 的 Na_2CO_3 煤焦气化灰渣水洗前后的 XRD 谱图

2.4 Na_2CO_3 质量分数对钠失活率的影响

为了考察 Na_2CO_3 在煤焦气化过程中的失活规律, 将煤焦分别负载质量分数为 7.5%、10%、12.5% 和 15% Na_2CO_3 , 利用常压固定床催化气化反应装置制备催化灰渣。然后采用水洗法回收灰渣中的可溶性钠催化剂, 剩余的不溶钠作为失活钠。将不溶钠和煤焦的质量比作为钠失活率。 Na_2CO_3 质量分数对钠失活率的影响如表 4 所示。由表 4 可以看出, 当 Na_2CO_3 质量分数由 7.5% 增加到 10% 时, 钠失活率显著增大; 但当 Na_2CO_3 质量分数由 10% 增加到 15% 时, 钠失活率基本不变, 说明钠的失活

达到饱和。钠失活率随 Na_2CO_3 质量分数的增大先增大后不变,这与钠和煤焦中矿物质之间的化学反应存在化学平衡有关,远离平衡时,失活率变化大;接近平衡时,变化较小。这又进一步说明了质量分数为 15% Na_2CO_3 煤焦的气化反应性比质量分数为 10% Na_2CO_3 煤焦气化反应性突然增大的原因。钠的饱和失活率为 $0.0392 \text{ g}(\text{Na})/\text{g}(\text{SJHC})$, 换算为 Na_2CO_3 的质量分数,失活达到饱和时 Na_2CO_3 质量分数大约为 9%,此时钠与煤灰中铝的摩尔比基本成 1:1 的关系,文献[7-8]中提出了钾催化剂在煤焦水蒸气气化过程中的失活量与煤焦中的铝的质量分数成 1:1 的线性关系,与本实验的结论相符。

表 4 Na_2CO_3 质量分数(以煤焦质量为基准)对钠失活率的影响

Na_2CO_3 质量分数/%	7.5	10.0	12.5	15.0
钠失活率/[$\text{g}(\text{Na}) \cdot \text{g}^{-1}(\text{SJHC})$]	0.0355	0.0392	0.0380	0.0392

2.5 不同回收溶剂对钠回收率的影响

利用水洗法回收催化气化灰渣中的钠催化剂时,回收率较低。文献[20]中指出乙酸铵溶液和盐酸淋洗对气流床煤气化灰中无机金属的溶出率较水洗好。Yuan 等^[16]利用石灰水回收煤气化残渣中的钾催化剂,回收率大于 90%。因此,笔者分别用 1 mol/L 乙酸铵溶液、饱和石灰水和(1:1)盐酸为回收溶剂,从 Na_2CO_3 催化气化灰渣中回收钠催化剂,并将回收效果与水洗法进行对比。不同方法回收率结果如表 5 所示。从表 5 中可以看出,盐酸为回收溶剂时回收率最高,达到 89%,表明大部分 NaAlSiO_4 可溶于盐酸。而乙酸铵溶液为回收溶剂时回收率稍微大于水洗时的回收率,然而采用饱和石灰水回收钠催化剂时,回收率与水洗法相比有所增大,但增加幅度不大,而文献[14-16]中,在 N_2 气氛和加压的条件下采用石灰水回收煤气化灰中的钾催化剂,回收率较高。表明常压和空气气氛中饱和石灰水中的 Ca^{2+} 无法将 NaAlSiO_4 中的 Na 置换出来,导致其回收率较低。

表 5 水洗法、石灰水法、乙酸铵溶液法和盐酸法钠回收率的比较

回收方法	水洗法	石灰水法	乙酸铵法	盐酸法
钠回收率/%	39.5	40.6	41.5	89.5

3 结论

研究了孙家壕煤焦催化气化过程中钠催化剂的

回收特性和失活规律,得到的主要结论如下:

(1)水洗法回收钠催化剂的回收率较低,但是用盐酸作溶剂回收钠催化剂时回收率达到 89%,表明催化气化灰中相当一部分钠以不溶于水但可溶于盐酸的 NaAlSiO_4 形式存在。

(2)催化气化过程中, Na_2CO_3 与高铝煤焦中的矿物质发生反应生成 NaAlSiO_4 是造成 Na_2CO_3 催化剂失活的原因。

(3)以煤焦的质量为基准,钠催化剂失活达到饱和时 Na_2CO_3 质量分数大约为 9%。

参考文献

- [1] Kopyscinski J, Schildhauer T J, Biollaz S M A. Production of synthetic natural gas (SNG) from coal and dry biomass-A technology review from 1950 to 2009[J]. Fuel, 2010, 89: 1763-1783.
- [2] Hirsch R L, Gallagher J E, Lessard R R, et al. Catalytic coal gasification: An emerging technology[J]. Science, 1982, 215: 121-127.
- [3] Wood B J, Sancier K M. The mechanism of the catalytic gasification of coal char: A critical review[J]. Cat Rev-Sci Eng, 1984, 26: 233-279.
- [4] Vuthaluru H B, Domazetis G, Wall T F, et al. Reducing fly ash deposition by pretreatment of brown coal: Effect of aluminium on ash character[J]. Fuel Process Technol, 1996, 46: 117-132.
- [5] Kosminski A, Ross D P, Agnew J B. Reactions between sodium and kaolin during gasification of a low-rank coal[J]. Fuel Process Technol, 2006, 87(12): 1051-1062.
- [6] Kosminski A, Ross D P, Agnew J B. Reactions between sodium and silica during gasification of a low-rank coal[J]. Fuel Process Technol, 2006, 87(12): 1037-1049.
- [7] Wang X, Zhu H, Wang X, et al. Transformation and reactivity of a potassium catalyst during coal-steam catalytic pyrolysis and gasification[J]. Energy Technol, 2014, 2(7): 598-603.
- [8] 王兴军, 陈凡敏, 刘海峰, 等. 煤水蒸气气化过程中钾催化剂与矿物质的相互作用[J]. 燃料化学学报, 2013, 41(1): 9-13.
- [9] Zhang J, Zhang L, Yang Z, et al. Effect of bauxite additives on ash sintering characteristics during the K_2CO_3 -catalyzed steam gasification of lignite[J]. RSC Adv, 2015, 5(9): 6720-6727.
- [10] Sheth A C, Sastry C, Yeboah Y D, et al. Catalytic gasification of coal using eutectic salts: Recovery, regeneration, and recycle of spent eutectic catalysts[J]. J Air Waste Manage Assoc, 2003, 53(4): 451-460.
- [11] Zhang Y, Ashizawa M, Kajitani S, et al. A new approach to catalytic coal gasification: The recovery and reuse of calcium using biomass derived crude vinegars[J]. Fuel, 2010, 89(2): 417-422.
- [12] Nahas N C. Exxon catalytic coal gasification process[J]. Fuel, 1983, 62: 238-240.
- [13] 陈杰, 陈凡敏, 王兴军, 等. 煤催化气化过程中钾催化剂回收的实验研究[J]. 化学工程, 2012, 40(6): 68-71.
- [14] Yuan X, Fan S, Zhao L, et al. Investigations of both catalytic steam gasification of Indonesian lanna coal and potassium catalyst recovery using K_2CO_3 as a catalyst[J]. Energy Fuels, 2016, 30: 2492-2502.

(下转第 165 页)

1.2 仪器及试剂

仪器: X 射线衍射仪, SmarLab 9kw 型, 日本 Rigaku 公司生产; 傅里叶红外光谱仪, FTS-65A1896 型, 美国 Bio-Rad 公司生产; 透射电子显微镜, JEM-2100 型, 日本 JEOL 公司生产; 紫外-可见分光光度计, TU-1810PC 型, 北京普析通用仪器有限公司生产; 原子吸收分光光度计, M6, 热电公司生产。

试剂: 钼酸铵、考马斯亮蓝、硝酸、无水乙醇。

2 实验方法

2.1 α -MoO₃ 的制备

在室温下, 称取 1.412 4 g (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O 溶于 20 mL 去离子水中, 并磁力搅拌 30 min 制成悬浮溶液, 向溶液中缓慢加入 4 mol/L 的硝酸溶液, 边滴加边搅拌, 调节溶液的 pH 为 0, 即得所需的前驱液。再将前驱液放入容积为 100 mL 的水热反应釜中, 密封。将反应釜放入电热恒温鼓风干燥箱中, 设置水热反应温度为 200℃, 反应时间为 24 h。反应结束后, 取出釜中的产物, 通过离心收集沉淀, 依次用蒸馏水和无水乙醇洗涤数次, 将样品在 60℃ 下干燥 5 h 可得最终产物。

2.2 铜绿微囊藻的培养

铜绿微囊藻 FACHB-942 购自中科院水生生物研究所, 藻细胞用 BG-11 培养基在人工气候箱中培养, 温度控制在 (25±1)℃, 光照强度为 1 000 Lx, 光暗周期 (12 h/12 h)^[15-16]。所用仪器和配制的液体培养基经过 120℃ 灭菌。

2.3 除藻效果及细胞完整性检验

当铜绿微囊藻生长到对数期时 (通常在接种后 10 d), 离心收取藻细胞, 弃去上清液, 用去离子水配制成一定浓度的藻悬液。取 100 mL 藻悬液加入到 250 mL 锥形瓶中, 加入一定量的二维 α -MoO₃, 搅拌一定时间, 静止 1 h 后, 取样, 按照 Jensen 等^[17] 所述

的方法测其叶绿素 a 的浓度。叶绿素 a 的去除率为:

$$\eta(\%) = (1 - C/C_0) \times 100\% \quad (1)$$

其中: η 为叶绿素 a 的去除率; C_0 和 C 分别为实验前和实验后样品的叶绿素 a 浓度。

按照 Bradford 等^[18] 的方法测定可溶性蛋白浓度, 可溶性蛋白浓度是检测藻细胞生理代谢功能的一个重要指标。通过原子吸收光谱在 766.5 nm 下检测 K⁺ 浓度, 用以验证藻细胞的完整性。在对照试验中, 将铜绿微囊藻细胞在沸水中加热 10 min 以完全破坏细胞膜, 然后测量藻细胞中的最大 K⁺ 浓度^[19-20]。计算释放的 K⁺ 的速率:

$$\% K^+ \text{ release} = [(C_t - C_0)/(C_m - C_0)] \times 100\% \quad (2)$$

式中: C_m 为对照试验中的最大 K⁺ 浓度; C_t 为接触时间 t 时的 K⁺ 浓度; C_0 为没有铜绿微囊藻细胞的培养物中的 K⁺ 浓度。

3 结果与讨论

3.1 材料表征

实验所制 α -MoO₃ 的 XRD 谱图如图 1(a) 所示。由图 1(a) 可以看出, α -MoO₃ 的主要衍射峰出现在 12.8、25.7° 和 39.0°, 这与 α -MoO₃ (ICDD No: 35-0609) 的 (020)、(040) 和 (060) 晶面一致。此外, XRD 图谱衍射峰尖锐, 没有其他杂峰存在, 说明样品很好地结晶且没有杂质存在。 α -MoO₃ 的傅里叶变换红外光谱图如图 1(b) 所示。由图 1(b) 可以看出, 在 988 cm⁻¹ 处是端氧对称伸缩振动 (Mo=O) 吸收峰, 877 cm⁻¹ 处的吸收峰是由 2 个相连的 [MoO₆] 八面体共用氧原子引起的, 对应桥连氧 Mo—O—Mo 的不对称伸缩振动, 在 594 cm⁻¹ 处为桥连氧的对称伸缩振动 (OMo₃) 吸收峰, 即由 3 个 [MoO₆] 八面体的边共享氧原子引起。

(上接第 163 页)

- [15] Yuan X, Fan S, Choi S W, *et al.* Potassium catalyst recovery process and performance evaluation of the recovered catalyst in the K₂CO₃-catalyzed steam gasification system [J]. *Appl Energy*, 2017, 195: 850-860.
- [16] Yuan X, Zhao L, Namkung H, *et al.* Lab-scale investigations on catalyst recovery of gasified residue collected from the potassium-catalyzed steam gasification process [J]. *Fuel Process Technol*, 2016, 141: 44-53.
- [17] Kim Y K, Park J I, Jung D, *et al.* Low-temperature catalytic conversion of lignite: 2. Recovery and reuse of potassium carbonate suppor-

ted on perovskite oxide in steam gasification [J]. *J Ind Eng Chem*, 2014, 20(1): 194-201.

- [18] Wang Y, Wang Z, Huang J, *et al.* Investigation into the characteristics of Na₂CO₃-catalyzed steam gasification for a high-aluminum coal char [J]. *J Therm Anal Calorim*, 2018, 131(2): 1213-1220.
- [19] Wang Y, Wang Z, Huang J, *et al.* Catalytic gasification activity of Na₂CO₃ and comparison with K₂CO₃ for a high-aluminum coal char [J]. *Energy Fuels*, 2015, 29(10): 6988-6998.
- [20] Wu S, Huang S, Wu Y, *et al.* Characteristics and catalytic actions of inorganic constituents from entrained-flow coal gasification slag [J]. *J Energy Inst*, 2015, 88(1): 93-103. ■