

使用済み酸化チタン系脱硝触媒の洗浄前後における 表面付着物量比較測定

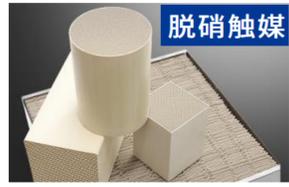
～あいち産業科学技術総合センター 利用促進研究～

あいち産業科学技術総合センター 山田圭二、清水彰子、船越吾郎、中尾俊章
 イベデンエンジニアリング株式会社 小縣早苗、佐野誉、大矢智一

【概要】

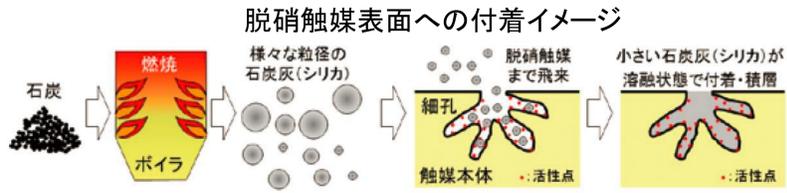
火力発電所やごみ焼却場などで使われる酸化チタン系脱硝触媒は、長時間使用することでSi、Ca、Al、Feの酸化物など粒子表面に付着し触媒性能が劣化するため、定期的な交換を行う必要があった。しかし、近年その交換コストの削減として付着物の除去洗浄による性能回復技術が開発されており、品質管理として除去洗浄前後で付着物量を比較する測定法が求められている。

そこで本研究では、使用済み酸化チタン系脱硝触媒の洗浄前後の品質管理の評価方法として波長分散型蛍光X線分析法、マイクロ波加熱酸分解/誘導結合プラズマ発光分析法(ICP-OES)、レーザーアブレーション/ICP-OESを用いて、洗浄前後の触媒のSi、Ca、Al、Feを測定して検討を行った。



石炭火力発電所をはじめとする産業施設向けならびにディーゼル車向けのNOx浄化触媒

イベデン株式会社HPより抜粋

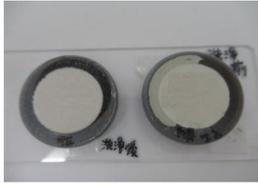


中部電力技術開発ニュース(2016.8)「碧南火力発電所脱硝触媒への化学洗浄技術の適用」より抜粋

【研究成果】

波長分散型蛍光X線分析法(固体バルク分析)

【試料調製】



触媒を乳鉢で粉砕して均一化した粉末をφ12mm×3mmにプレス成形

【分析条件】

測定元素:F~U(周期表)
 照射径:φ10mm
 測定時間:30min

【測定結果】

定性分析で検出された元素について、酸化物換算でファンダメンタルパラメーター(FP)法による半定量分析をおこなった。

成分名	分析値[mass%]		洗浄後/洗浄前
	洗浄前	洗浄後	
SiO ₂	4.0	4.0	1.0
CaO	1.3	1.3	1.0
Al ₂ O ₃	0.77	0.77	1.0
Fe ₂ O ₃	0.08	0.05	0.63

Feのみ洗浄前後の差を確認できた。

マイクロ波加熱酸分解/ICP-OES(全溶解分析)

【試料調製】



【分析条件】

マイクロ波加熱酸分解 分解温度:150°C(30分)
 ICP-OES 測定波長:Si I 251.612nm, Ca II 396.847nm, Al II 167.078nm, Fe II 259.941nm

【測定結果】

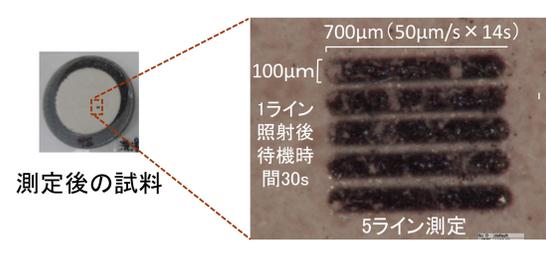
元素	分析値[wt%] (n=2)		洗浄後/洗浄前
	洗浄前	洗浄後	
Si	2.2	2.1	0.95
Ca	0.81	0.81	1.0
Al	0.52	0.48	0.92
Fe	0.04	0.02	0.50

Si、Al、Feで洗浄前後の差を確認できた。

レーザーアブレーション/ICP-OES(表面分析)

【試料調製】

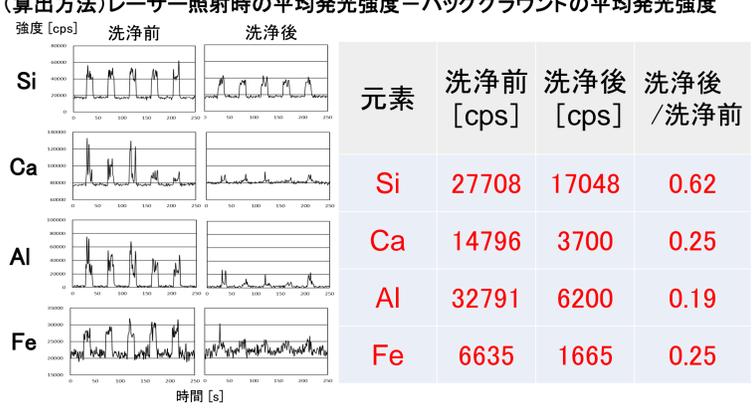
触媒を乳鉢で粉砕して均一化した粉末をφ12mm×3mmにプレス成形



【分析条件】

レーザーアブレーション レーザー特性:213nm Nd-YAG
 照射径:100μm 走査速度:50μm/s
 レーザー出力:40% 3.9mJ/cm² パルス周期:1Hz
 ICP-OES 測定波長:Si I 251.612nm, Ca II 315.887nm, Al II 167.078nm, Fe II 238.204nm
 データスキャン速度:1回/s

【測定結果】



全ての元素で洗浄前後の差を確認できた。

【まとめ】

洗浄前後の触媒についてSi、Ca、Al、Feを測定して比較した結果

測定方法	Si	Ca	Al	Fe
波長分散型蛍光X線分析法	×	×	×	○
マイクロ波加熱酸分解/ICP-OES	○	×	○	○
レーザーアブレーション/ICP-OES	○	○	○	○

(差あり○ 差なし×)

- ・レーザーアブレーション/ICP-OESでは、表面にある付着物をレーザーアブレーションによって微粒子に生成しやすいことから洗浄前後の差を敏感に捉えられたと考えられる。
- ・波長分散型蛍光X線分析法では、重金属元素より感度の劣る軽元素は、感度的に付着物量の差を得ることは難しいことがわかった。
- ・マイクロ波加熱酸分解/ICP-OESでは、Caは差がないこと、Si、Al、Feでもその差は小さいことから表面付着物は極微量であることがわかった。
- ・使用済み酸化チタン系脱硝触媒の洗浄前後の品質評価方法としてレーザーアブレーション/ICP-OESが適していることがわかった。