

F122

流動層滴下熱分解法で生成される Ni-水酸アパタイト粒子の粉体物性

(鹿大院理工) ○ (学)星野 哲也・(正)中里 勉*・(正)甲斐 敬美

緒言

流動層滴下熱分解法(DPFB)¹⁾は液状原料から直接粉体を生成でき、生成粉体が媒体粒子に付着し熱処理効果も期待できる技術である。この手法を新たな粒子設計手法として触媒微粉末合成法へ展開していくためには、合成粉体の物性を明らかにする必要がある。そこで本研究では、メタン改質触媒である Ni-水酸アパタイト微粉末 (Ni-HAp) をモデル物質として DPFB にて合成し、触媒前駆体スラリーの特性が及ぼす生成物微粉末の粉体物性への影響を調査した。

実験

Ni-HAp 粒子の前駆体スラリー原料として、Ca(OH)₂ と H₃PO₄ 水溶液(Ni 含有)を量論比(Ca/P のモル比 1.67)で混合しスラリー濃度 1、3、5 g/100ml-水に調製した試料を用意した。なお Ni の含有量は最終的に Ni-HAp 触媒としたときに 5.0 wt%となるように混合した。

媒体粒子には平均粒子径 300 μm アルミナボールを使用した。その物理特性を表 1 に示す。

流動層反応器は石英ガラス製で、内径 0.040 m、分散板からの高さ 0.80 m、加熱領域は分散板から高さ 0.50 m までである。流動化ガスには乾燥空気を使用した。マグネチックスターラーを使い Ni-HAp 前駆体スラリーを充分攪拌しながら、一定の温度で流動化している媒体粒子流動層にカセットチューブポンプを用いて一定の滴下速度(200 ml/h)で供給した。流動層から飛び出す生成物微粉末を小型のガラス製サイクロンにより回収した。運転中はサイクロンの外壁をリボンヒーターにより 423 K に加熱し、水分凝縮を防いだ。実験条件を表 2 に示す。

生成された Ni-HAp 粒子の強度をレーザー回折式粒度分布測定装置(HELOS&RODOS, Sympatec GmbH)を用い)乾式分散法にて評価した。また表面形状を SEM 観察した。

表 1 媒体粒子の物理的性質(1073 K)

粒子	d_{pc} [μm]	ρ_{pc} [kg/m ³]	U_{mf} [m/s]	U_t [m/s]
アルミナボール	300	3600	0.045	1.60

表 2 実験条件

空塔基準ガス速度、 U_0 [m/s]	0.50
スラリー濃度、 C [g/100ml-水]	1 ~ 5
スラリー供給速度、 F [ml/h]	200
層内温度、 T [K]	1073
静止層高、 L [m]	0.10

結果および考察

懸濁粒子の平均粒子径に大きな差は見られず、26.3 ~

28.6 μm の範囲にあった。生成した Ni-HAp 触媒微粉末の強度を調べるため、各気流分散圧力で乾式分散させたときの平均粒子径を図 1 に示す。生成 Ni-HAp 粒子の平均粒子径は分散圧力の増加に伴い減少し、百数十 μm だった生成粒子は 5 bar の分散圧力で約 8 μm まで解砕された。またこの凝集体は流動触媒粒子である FCC 触媒粒子と比較するともろいことが分かった。前駆体スラリー濃度を高くして合成したところ、粒子の強度がある程度改善される傾向が見られた。

図 2 に生成された Ni-HAp 粒子の表面の SEM 写真を示す(前駆体スラリー濃度 5 g/100ml-水)。特徴として、1 μm 以下の一次粒子から形成される凝集体であり、1 ~ 数 μm の大きさの細孔を持つ多孔質体であることが観察された。スラリー濃度 5 g/100ml-水の条件下で得られた多孔質体の比表面積は 22.6 m²/g であった。

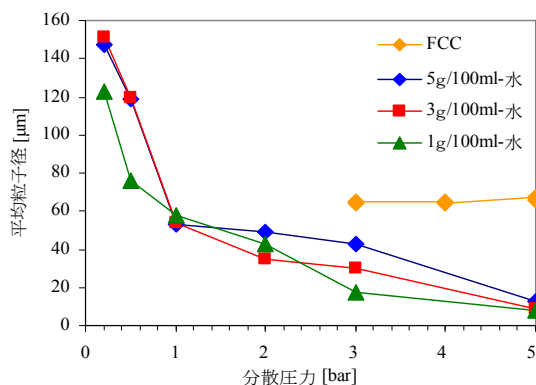


図 1 Ni-HAp 触媒粒子の乾式分散法による固さ評価

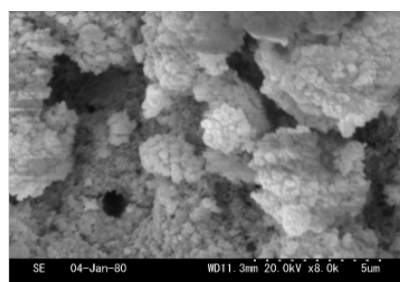


図 2 Ni-HAp 粒子表面の SEM 写真

謝辞

本研究は(独)科学技術振興機構による地域イノベーション創出総合支援事業の平成 21 年度シーズ発掘試験A(発掘型)の採択課題の一環として行われた。

参考文献

1) Nakagawa, N., *Proc. 7th SCEJ Symp. on Fluidization*, pp. 122-126 (2001)

* E-mail: nakazato@cen.kagoshima-u.ac.jp