



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106215981 A

(43)申请公布日 2016.12.14

(21)申请号 201610590668.5

(22)申请日 2016.07.25

(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 许小兵 徐辉 刘江峰

(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 丁瑞瑞

(51) Int. Cl.

B01J 38/52(2006.01)

B01J 38/60(2006.01)

B01D 53/86(2006.01)

B01D 53/54(2006.01)

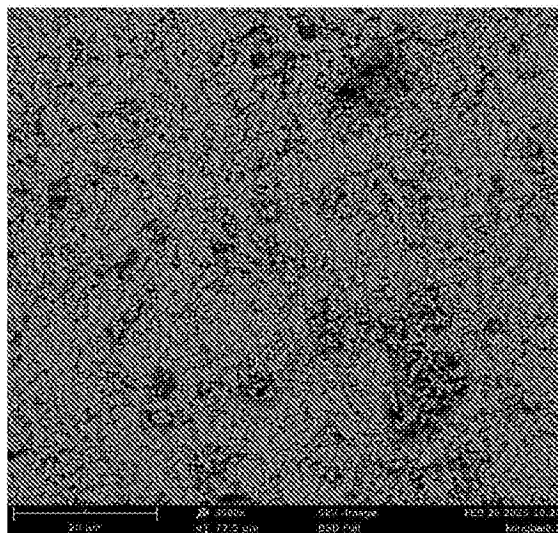
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法

(57)摘要

本发明涉及废旧催化剂回收技术领域,特别是涉及一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法。包括如下步骤:(1)除尘:取失活催化剂样品吹扫表面灰尘;(2)水洗:除尘后样品浸于去离子水中使用超声波发生器超声水洗;(3)酸洗:水洗后样品置于由脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇脂肪酸酯和硫酸组成的混合酸液中,使用超声波发生器超声酸洗;(4)干燥:酸洗后的样品置于真空干燥箱中烘干得再生催化剂。与现有废烟气脱硝催化剂再生技术相比,本发明可以一次性解决堵塞和中毒两种导致催化剂失活的问题,同时减少了清洗步骤,降低催化剂活性损失,减轻水污染。



1. 一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,包括如下步骤:(1)除尘:取失活催化剂样品吹扫表面灰尘;(2)水洗:除尘后样品浸于去离子水中使用超声波发生器超声水洗;(3)酸洗:水洗后样品置于由脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇脂肪酸酯和硫酸组成的混合酸液中,使用超声波发生器超声酸洗;(4)干燥:酸洗后的样品置于真空干燥箱中烘干得再生催化剂。

2. 根据权利要求1所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(1)中,所述样品切割成20-30g的小样进行吹灰除尘。

3. 根据权利要求1所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(2)中,所述除尘后催化剂置于500mL去离子水溶液中,所述超声水洗时间为20-40分钟,所述超声波发生器水洗功率为1-10kw。

4. 根据权利要求3所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(2)中,所述超声水洗时间为20分钟,所述超声波发生器水洗功率为3kw。

5. 根据权利要求1所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(3)中,所述混合酸液中所述脂肪醇聚氧乙烯醚和聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数都为0.01-0.05wt%,所述硫酸的浓度为0.05-1mol/L。

6. 根据权利要求5所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(3)中,所述混合酸液中所述脂肪醇聚氧乙烯醚和聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数都为0.03wt%,所述硫酸的浓度为0.1mol/L。

7. 根据权利要求1所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(3)中,所述水洗后的催化剂置于500mL混合酸液中,所述超声酸洗时间为20-40分钟,所述超声波发生器酸洗功率为1-5kw。

8. 根据权利要求7所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(3)中,超声酸洗时间为25分钟,超声波发生器功率为2kw。

9. 根据权利要求1所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(4)中,所述酸洗后的催化剂样品的干燥温度为100-150℃,干燥时间为3-8h。

10. 根据权利要求9所述一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其特征在于,所述步骤(4)中,所述酸洗后的催化剂样品的干燥温度为140℃,干燥时间为4.5h。

一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法

技术领域

[0001] 本发明涉及废旧催化剂回收技术领域,特别是涉及一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法。

背景技术

[0002] 选择性催化还原(SCR)是我国目前燃煤电站最主要的脱硝技术,催化剂是SCR系统的重要组成部分,其性能直接影响SCR系统的脱硝效率。目前SCR催化剂主要为蜂窝式、平板式和波纹板式,主要成分为 TiO_2 、 V_2O_5 、 WO_3 、 MoO_3 。我国目前燃煤电厂烟气脱硝工程都采用高温高尘布置,废烟气脱硝催化剂在使用期间由于烟气中的粉尘的持续冲刷,会导致催化剂的微孔堵塞或碱金属、碱土金属、砷等中毒的失活现象,SCR催化剂制备费用很高,替换失活催化剂代价昂贵,因此,通过对脱硝效率很低甚至失活的SCR催化剂进行清洗和再生,可以实现资源再利用。催化剂堵塞通常可以通过超声等技术进行清洗,而催化剂的中毒也可以通过酸洗来进行修复,但是多次的工艺清洗会导致催化剂中的活性成分五氧化二钒大量损失,并进入清洗水溶液中,产生污染。

[0003] 申请公布号为CN 102909104A的中国发明专利公开了一种SCR脱硝催化剂的热处理再生方法及装置,再生方法包括失活催化剂的吹灰处理工序以及催化剂热处理再生工序,其中热处理再生工序为将吹灰处理后的催化剂装入再生反应炉中,通入 NH_3 和 N_2 的混合气体,在炉温 $360^{\circ}C \sim 420^{\circ}C$ 的温度下热处理 $3h \sim 5h$,催化剂可以恢复部分活性,但效果有限,无法清除已堵塞的催化剂孔道。

[0004] 因此针对目前存在的上述问题,如何通过高效的SCR催化剂清洗再生技术,还原催化剂活性成为一急需解决的问题。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,通过超声酸洗液的工艺优化,可以一次性解决堵塞和中毒两种导致催化剂失活的问题,同时减少了清洗步骤,降低催化剂活性损失,减轻了水污染。

[0006] 本发明提供了一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,包括如下步骤:(1)除尘:取失活催化剂样品吹扫表面灰尘;(2)水洗:除尘后样品浸于去离子水中使用超声波发生器超声水洗;(3)酸洗:水洗后样品置于由脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇脂肪酸酯和硫酸组成的混合酸液中,使用超声波发生器超声酸洗;(4)干燥:酸洗后的样品置于真空干燥箱中烘干得再生催化剂。

[0007] 进一步的,为了便于清洗,把步骤(1)中样品随机切割成 $20-30g$ 的小样进行吹灰除尘。

[0008] 进一步的,为了清洗更完全,将步骤(2)中的除尘后样品浸于 $500mL$ 的去离子水溶液中进行超声,超声波发生器功率设置为 $1-10kw$,超声 $20-40$ 分钟。

[0009] 进一步的,步骤(2)中优选超声波发生器水洗功率为 $3kw$,超声时间为 20 分钟。

[0010] 进一步的,为了去除催化剂表面的有机物等其他渣滓,对步骤(3)中样品进行超声酸洗,水洗后样品浸于500mL混合酸液中,置于超声波发生器中进行酸洗,设置超声波发生器功率1-5kw,超声20-40分钟;其中混合酸液中脂肪醇聚氧乙烯醚和聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数均为0.01-0.05wt%,硫酸的浓度为0.05-1mol/L。

[0011] 进一步的,为了促进脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇脂肪酸酯和硫酸更好的发挥协同清洗、酸洗作用,步骤(3)中脂肪醇聚氧乙烯醚和聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数优选0.03wt%,硫酸的浓度优选0.1mol/L。

[0012] 进一步的,将步骤(4)中酸洗后样品置于真空干燥箱中进行干燥,干燥温度为100-150℃,干燥时间为3-8h,即得再生催化剂。

[0013] 进一步的,为了干燥更充分,步骤(4)中优选设置干燥温度为140℃,干燥时间为4.5h。

[0014] 与现有方法相比,本发明优点在于,混合液中脂肪醇聚氧乙烯醚、聚乙二醇脂肪酸酯的加入可以达到清洗的效果,硫酸的加入可以达到酸洗的效果;因此利用本发明废烟气脱硝催化剂酸洗技术,可以一次性解决堵塞和中毒两种导致催化剂失活的问题,同时减少了清洗步骤,降低催化剂活性损失,减轻水污染。

附图说明

[0015] 图1为未超声酸化失活催化剂样品扫描电镜图($\times 3500$);

[0016] 图2为实施例1中酸洗过的再生催化剂样品扫描电镜图($\times 3500$);

[0017] 图3为实施例2中酸洗过的再生催化剂样品扫描电镜图($\times 3500$)。

具体实施方式

[0018] 下面通过实施例进一步描述本发明的具体技术方案,以便于本领域的技术人员进一步的理解本发明,而不构成对其权利的限制。

[0019] 本发明公开了一种废烟气脱硝催化剂的超声酸洗再生方法,其步骤如下:

[0020] 实施例1

[0021] 参阅图1,取未经酸洗的失活催化剂样品,进行扫描电镜测试,放大3500倍,观察失活催化剂样品表面形貌。

[0022] 实施例2

[0023] 参阅图2,取失活催化剂,随机切割成20g小样,吹灰除尘,除去样品表面灰尘及杂质;

[0024] 将样品置于500mL的去离子水溶液中,放于功率为3kw的超声波发生器中超声水洗20分钟;

[0025] 配制混合酸液500mL,其中脂肪醇聚氧乙烯醚的质量分数为0.03wt%,聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数为0.03wt%,硫酸的浓度为0.1mol/L;

[0026] 将水洗过的催化剂样品浸入混合酸液中超声酸洗25分钟,超声波发生器功率为2kw;

[0027] 酸洗过的催化剂置于120℃真空干燥箱中干燥3h,即得再生催化剂;

[0028] 取样品进行扫描电镜测试,观察超声酸洗后催化剂样品的表面形貌。

[0029] 实施例3

[0030] 参阅图3,取失活催化剂,随机切割成25g小样,吹灰除尘,除去样品表面灰尘及杂粒;

[0031] 将样品置于500mL的去离子水溶液中,放于功率为1kw的超声波发生器中超声水洗40分钟;

[0032] 配制混合酸液500mL,其中脂肪醇聚氧乙烯醚的质量分数为0.01wt%,聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数为0.05wt%,硫酸的浓度为0.5mol/L;

[0033] 将水洗过的催化剂样品浸入混合酸液中超声酸洗20分钟,超声波发生器功率为5kw;

[0034] 酸洗过的催化剂置于100℃真空干燥箱中干燥8h,即得再生催化剂;

[0035] 取样品进行扫描电镜测试,观察超声酸洗后催化剂样品的表面形貌。

[0036] 实施例4

[0037] 取失活催化剂,随机切割成30g小样,吹灰除尘,除去样品表面灰尘及杂粒;

[0038] 将样品置于500mL的去离子水溶液中,放于功率为10kw的超声波发生器中超声水洗20分钟;

[0039] 配制混合酸液500mL,其中脂肪醇聚氧乙烯醚的质量分数为0.05wt%,聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数为0.04wt%,硫酸的浓度为0.05mol/L;

[0040] 将水洗过的催化剂样品浸入混合酸液中超声酸洗40分钟,超声波发生器功率为1kw;

[0041] 酸洗过的催化剂置于140℃真空干燥箱中干燥4.5h,即得再生催化剂。

[0042] 实施例5

[0043] 取失活催化剂,随机切割成26g小样,吹灰除尘,除去样品表面灰尘及杂粒;

[0044] 将样品置于500mL的去离子水溶液中,放于功率为8kw的超声波发生器中超声水洗26分钟;

[0045] 配制混合酸液500mL,其中脂肪醇聚氧乙烯醚的质量分数为0.03wt%,聚乙二醇脂肪酸酯的质量分数为0.05wt%,硫酸的浓度为1mol/L;

[0046] 将水洗过的催化剂样品浸入混合酸液中超声酸洗30分钟,超声波发生器功率为4kw;

[0047] 酸洗过的催化剂置于150℃真空干燥箱中干燥4h,即得再生催化剂。

[0048] 通过扫描电镜测试结果,对比观察催化剂表面形态,可看出,图2、图3中经过超声酸洗后的催化剂比图1中未做任何处理的催化剂表面洁净效果明显,说明了酸洗对废旧催化剂表面灰尘及中毒碱金属的去除有效果;对比不同酸浓度的混合酸液酸洗过的图2、图3,可知混合酸洗液的浓度对酸洗效果的影响差异不大。

[0049] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

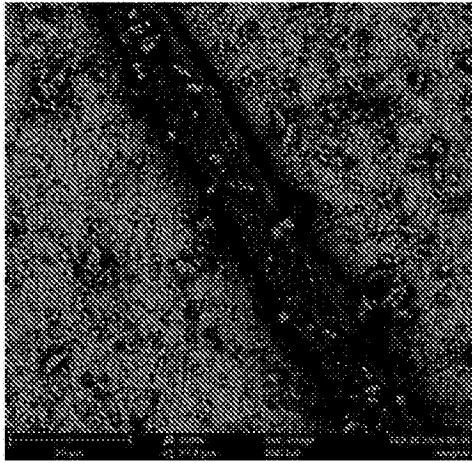


图1

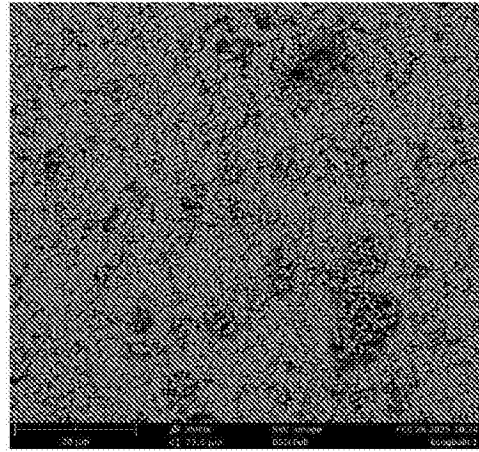


图2

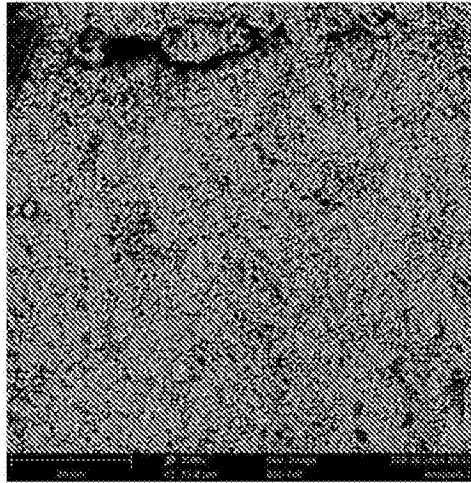


图3