



〈技術レポート〉

難脱着性溶剤濃縮装置

T/# 8805-SC-H ソルベントクリーン「高温クリーニングシステム」

工業製品第二事業部 ハニカムフィルター事業開発部 環境装置チーム 山下 勝 宏
田中 康 弘
加藤 貴 宏

地球規模での大気汚染が叫ばれている今日、光化学反応によりオキシダントを生成する原因物質の一つである揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compound 以下VOCと称す) の排出規制が強化されつつある。そのため低濃度・大風量のVOC排ガスを吸着材に吸着させ、その何分の一かの加熱空気で脱着させることによる高濃度・低風量に濃縮する技術に関心が高まっている。しかし、このシステムは半導体や液晶工場からの排気のように高沸点成分を含む排気、或いは重合物質が含まれる排気の処理に対しては、それらの成分の蓄積による性能低下という問題点を有している。

弊社では、吸着した高沸点成分、或いは重合物質等を含む排気を300°Cの高温空気にて脱着・再生する「高温クリーニングシステム」を新たに開発した。このシステムは高沸点物や重合物に対して有効であるばかりでなく、高性能を長期間保つ上でも有用な技術である。

1. はじめに

近年、人類は多くの化学物質を生産、使用することにより日常生活を便利で豊かなものにしてきた。しかし、一方でそれらの化学物質による汚染が、環境や人体そして生態系に及ぼす影響が憂慮されており、地球規模での環境汚染防止が叫ばれている。これに伴い欧米諸国においては、発癌等の深刻な健康障害が懸念されるVOCの排出規制が強まってきている。最近では日本においても大気汚染防止法やPRTRの導入等によるVOC処理の必要性が高まってきている。

これまでの有機溶剤処理は、設備費や運転費の面から局所排気のような高濃度・小風量のガスを燃焼、或いは回収することにより行なわれてきた。しかし近年では作業環境や排出に関する規制により、低濃度・大風量の排気処理も必要不可欠になってきている。

従来、弊社では機能材として疎水性ゼオライト、或いは高機能活性炭を担持したハニカム構造体を用いた濃縮ローターによりVOCを選択吸着して高濃度・小風量に濃縮する装置「ソルベントクリ

ーン」による濃縮処理を行なってきたが、半導体関連工場からの排気ガスは、殆どが200°C以上の高沸点溶剤を微量含んでおり、従来の濃縮技術では成分が濃縮ローターへ蓄積してしまうため、濃縮装置の性能や寿命の低下を引き起こし、最悪の場合は発火等の事故が起こってしまう。

そこで弊社では高温空気を定期的に脱着ガスとして流すことにより、これらの難脱着性溶剤を含む排気を長時間性能を低下させることなく濃縮処理できるシステムを開発した。本報では溶剤濃縮機「ソルベントクリーン」の応用範囲を広げる「高温クリーニングシステム」について紹介する。

2. 連続回転式溶剤濃縮基本システム

クリーニングシステムを紹介するにあたり、溶剤濃縮ローターを使用する溶剤濃縮の基本システムについて説明する (図1参照)。

① 吸着材を担持した濃縮ローターを吸着 (処理) ゾーンと脱着 (濃縮) ゾーンとに区分した構造の中で回転させる。

② 大風量で低濃度溶剤を含んだ処理空気は、吸着 (処理) ゾーンで吸着材に吸着除去され、浄

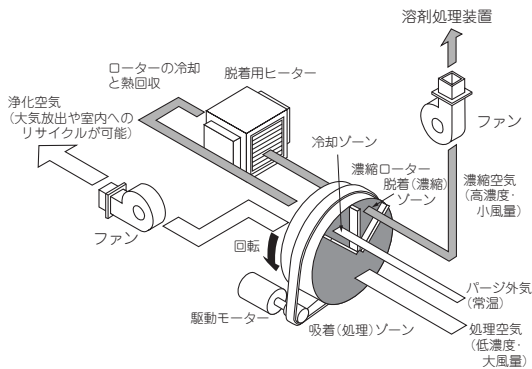


図1 溶剤濃縮基本システム

化空気として排出される。

③ 溶剤を吸着したローターは、脱着（濃縮）ゾーンに移り少風量の加熱空気により、吸着された溶剤が脱着され、溶剤が濃縮された空気となる。

この基本システムにより、大風量で低濃度の処理空気が、少風量で高濃度の濃縮空気に変換されるため、従来の燃焼装置や回収装置等の装置を用いて効率良く処理が可能となる。

3. 空気処理における問題点と再生法

LCD（液晶ディスプレイ）製造工場で三年間、従来の方法で使用され性能低下をきたした濃縮ローターを入手し分析した。このローターは、処理ライン入口側に低極性溶剤用疎水性ゼオライト、出口側に極性溶剤用疎水性ゼオライトを使用した二種類のローターの組み合わせで用いられていたものである。ローターの分析結果を述べる。

写真1は濃縮ローター（以後未再生素子と記載）の写真であり、相当量の有機物の付着と目詰まりが観察される。

このローターの残存有機物量を測定する目的で熱重量分析・示差熱分析（以下TG-DTAと記載）を行なった。結果を図2に示すが、濃縮ローター重量に対して、入口側ローターは14.62 wt.%(a)、出口側ローターで26.17 wt.%(b)の重量減少がみられた。ここでいう重量減少とは、加熱により脱着した有機物量、つまり残存有機物量を意味して

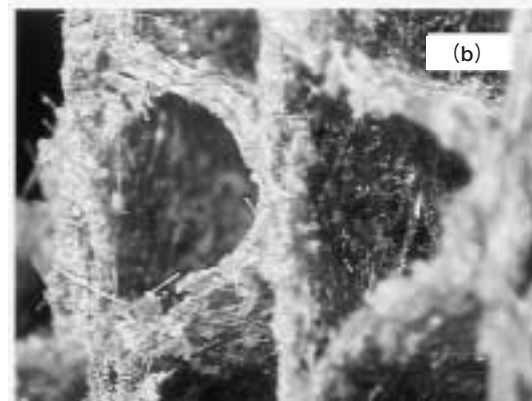
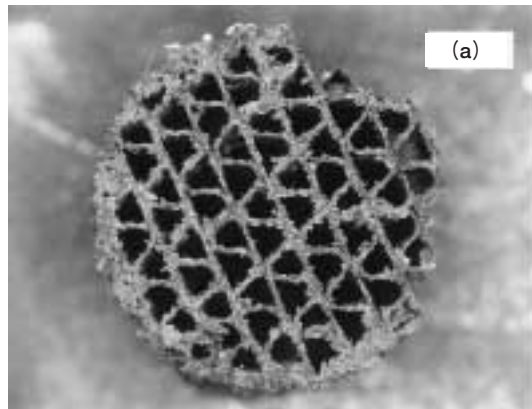


写真1 未再生素子
(a)：側面、(b)：拡大

おり、水分の脱着による重量減少を除くために150から500℃の間での減少を指している。これら残存有機物量の増加は、濃縮ローターが目詰まりし再生風量が不足することによる過昇温や、残存有機物自体の蓄熱等による発火の原因になると考えられる。

図2は 300℃ を超える温度においても重量減少することを示している。従来のシステムは、各ゾーンを間仕切るシール材の耐熱温度が低く、処理温度に限界があったため、これらの残存有機物の大半が、濃縮ローターの再生温度において脱着されずに蓄積したものである。又、赤外線分光法（IR）、ガスクロマトグラフィー—質量分析（GC/MS）より、残存している有機物の主成分がアミド系溶剤であることが確認されており、これ

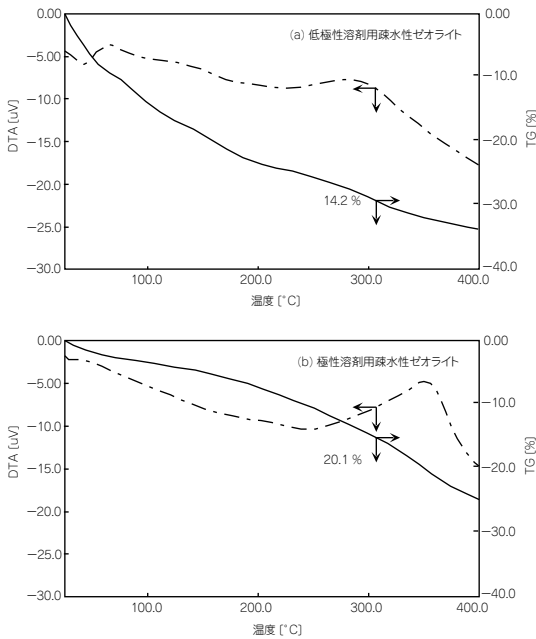


図2 未再生素子のTG-DTA曲線

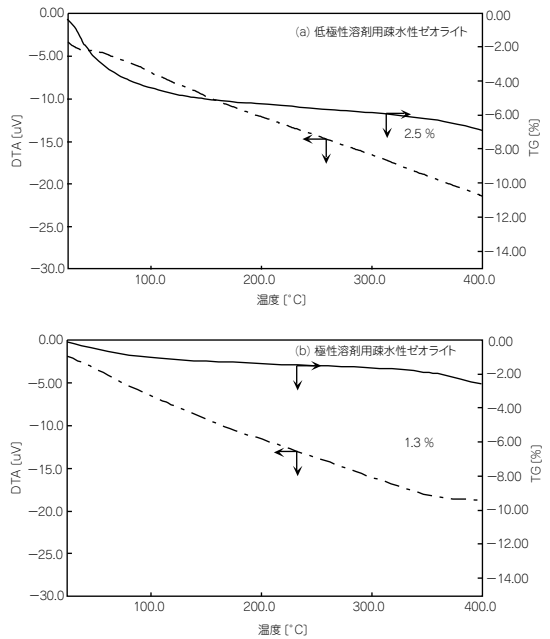


図3 300℃で高温再生した素子のTG-DTA曲線

らの付着物は、モノエタノールアミン (MEA) 等のアミン化合物が熱分解して生成したものと思われる。

このような通常の濃縮処理技術では性能低下を引き起こす高沸点物質や重合物といった難脱着性溶剤含有空気の処理技術を開発したので以下に述べる。

4. 再生方法の違いによる、その優劣

従来は、このような物質除去については、水洗する方法が主力であった。このため、高沸点物が吸

着したローターを、表1に示す様に水洗再生方法と今回開発した高温再生法の二種類の方法で比較検討した。TG-DTAによる有機物残存量で比較すると水洗再生法でも高温再生法でもある程度は回復することがわかる。しかし、高温再生素子の場合発火の恐れや、性能低下の問題はない程度まで回復するのにに対し (図3)、水洗再生素子は300℃付近に残存有機物の脱離による重量減少が見られることから十分に再生されていない (図4)。高温再生素子と水洗再生後の素子の写真を写真2に示す。高温再生素子(a)、水洗再生素子(b)

表1 高温再生と水洗再生の比較 (再生効果)

ローター種類	再生条件	残存有機物量 [%]	細孔容積 [cm ³ /kg]	B.E.T.表面積 [m ² /g]
低極性溶剤用 疎水性ゼオライト	未再生素子	14.2	11.1	19.5
	高温再生素子	2.5	72.4 (61%)	137.4 (61%)
	水洗再生素子	4.4	55.9 (47%)	104.1 (46%)
	未使用素子	1.9	118.7 (100%)	224.8 (100%)
極性溶剤用 疎水性ゼオライト	未再生素子	20.1	2.5	4.0
	高温再生素子	1.3	60.0 (85%)	121.2 (95%)
	水洗再生素子	5.0	24.0 (34%)	45.7 (36%)
	未使用素子	0.9	70.7 (100%)	127.9 (100%)

高温再生：300℃, 12時間, 水洗再生：素子の体積に対し15倍の水に5分間浸漬
()内は未使用素子に対する再生割合を示す

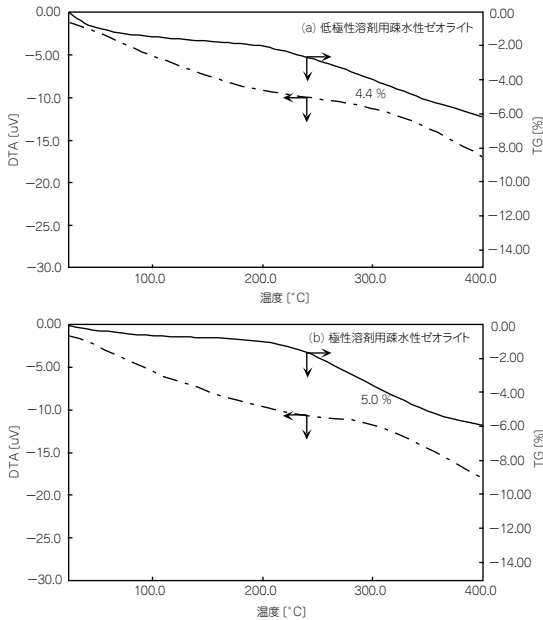


図4 水洗再生した素子のTG-DTA曲線

共に外観上は相当量の有機物が除去されていることがわかるが、水洗再生方法は水洗後の排水処理が問題となる上、水に溶けない物質は除去されないという問題がある。

細孔容積，比表面積（B.E.T.）で比較すると，300℃で12時間加熱した素子は，未使用素子と比較して細孔容積において約60～85%，B.E.T.表面積において約60～95%まで回復しているが，水洗再生素子は細孔容積，B.E.T.表面積ともに約35～45%までしか再生されないことがわかる。

また，高温再生方法は，システム面においても

表2 高温再生法と水洗再生法のシステム面における比較

高温再生	水洗
<ul style="list-style-type: none"> ・高温再生用の熱源を確保することで対応可能浸漬する必要あり。 ・オンラインでクリーニング可能 ・再生が容易で安価 	<ul style="list-style-type: none"> ・ローターを取り外し，多量の水に浸漬する必要あり。 （ローターの体積に対して15倍の水量が必要） ・スプレー式の洗浄では，洗浄不充分。目詰まりを引き起こし発火の原因となる。 ・多量の廃液が出る。 ・取り外し，水洗，乾燥，設置で作業時間が長い。 ・再生に係る費用が高価

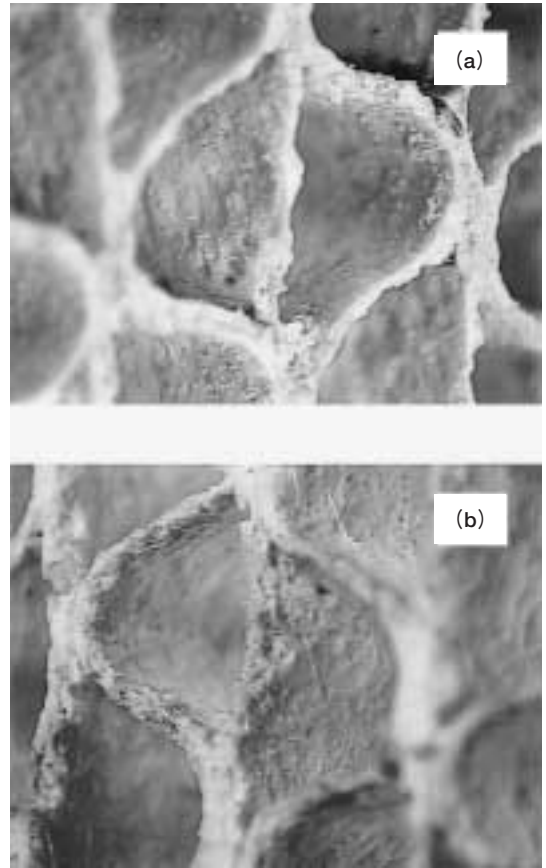


写真2 再生素子断面拡大写真
(a)：高温再生素子，(b)：水洗再生素子

優れた特徴を持っている。水洗再生との比較を表2に示す。最大の特徴は，濃縮処理を行ないながら，オンラインでクリーニングできる点にあり，半導体・液晶のような停止することが許されないラインに対して有効な再生方式である。又，水洗再生はラインを停止する必要があるだけでなく，写真3に示す様な洗浄液の処理に，燃焼処理と比較して膨大な処理費用を要し，その排水処理をクリーニングの度に行なう必要がある。参考のため未再生素子の洗浄に用いた洗浄液の写真を写真3に示す。

そこで弊社では，これらの問題点を解決すべく，再生ゾーンを耐熱材でシールすること，及びローターアセンブリーの耐熱温度を上げることにより高い再生温度を可能とする「高温クリーニング



写真3 溶剤残存素子 漬後の洗浄液
(漬時間5分間)

システム」を開発した。このシステムは、ローターの取り外しやクリーニングに係る作業が一切不要であり、ユーザー自身が手軽にクリーニングできるシステムである。

5. 高温クリーニングシステム

高温の加熱空気でローターを再生する高温クリーニングシステムにおいては、濃縮ローターが蓄熱して高温になるため、従来のシール材では耐熱性が不足し、寿命が短く、短時間でシステムの性能低下が生じてしまう。そのため、高温で断熱性、摺動性のあるシール材の開発、及びローターの改良を行ない、寿命とシステム特性の両面からこれらの問題を解決した。

5.1 耐熱シール材

シール材は、常に濃縮ローター表面を摺動するため、磨耗の少ない材料であることが必要であるが、一般的に耐熱性のあるシール材は硬く脆い性質をもっていることから、摺動に伴う磨耗が問題となってくる。濃縮ローターは大寸法にするために金属のスポーク、及びローターの飛び出し防止のために分割部には何らかの金属を使用せざるを得ない。そこで、金属と耐熱シール材間の磨耗量を測定し、実用に耐える耐熱シール材を選定した。試験方法は耐熱シール材を上部で固定し、金属板を下で回転させることにより行なった。測定条件は通常運転の再生温度である200℃の温度雰囲気、荷重 $1.27 \times 10^6 \text{Pa}$ にて摺動距離50kmとした。この荷重は実機のシール材の押付圧、摺動距離は

約一月半の稼働量にあたる。その結果、テストに用いた耐熱シール材試料の初期重量に対して、 $5.4 \times 10^{-3} \text{wt.}\%$ の磨耗量である耐熱シール材を得る事ができた。この磨耗量は、寿命低下・シール性の低下には影響しない量である。この結果と、耐熱シール材の熱的安定性から、定期的に溶剤脱着のための高温をかけることが出来るようになった。

5.2 再生条件の見極め

高温再生システムの最大のポイントは、高温再生部入口側と出口側の温度が高く、付着した溶剤が脱着することである。それらのファクターは、再生ゾーンの通過風速と濃縮ローターの回転数で決定されるため、それらの条件を変えて、その時の再生出口側温度を測定した。再生出口側温度は図5に示すように四ヶ所で測定し、その測定結果を図6に示す。この結果より、再生側の通過面速が速く、濃縮ローター回転数が小さい程、濃縮出口側温度が高くなりクリーニング効果は高いといえる。実際のシステムでは、高沸点物質の種類、及び量が異なるのでオンライン使用条件に合わせて高温クリーニングの時間頻度を高めることにより対応する。

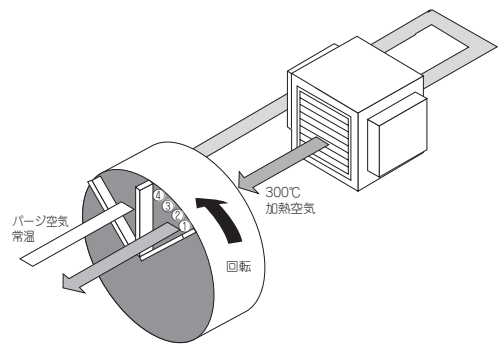


図5 高温クリーニング条件見極め試験における温度測定点

6. 高温クリーニングシステムの適用例

前項までで半導体排気のような微量高沸点成分、あるいは重合物質を含む排気に対する高温ク

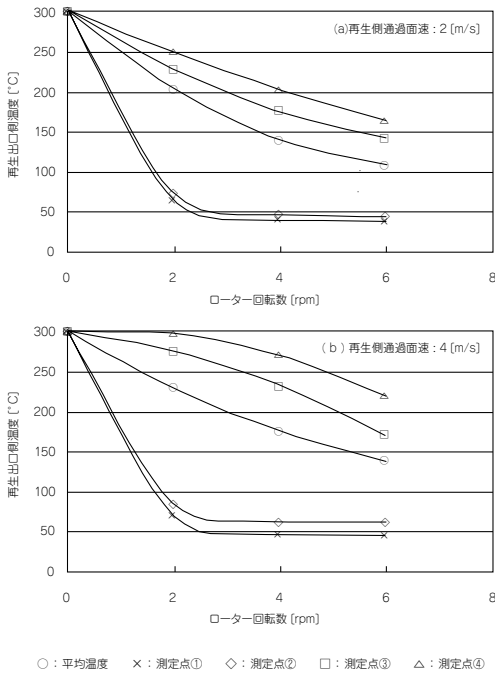


図6 ローター回転数と再生出口側温度の関係

リーニングシステムの優位性と、そのシステム確立に至る検討結果について述べてきた。ここでは、実際の適用例を紹介する。

6.1 LCD製造ラインからの排ガス処理への適用例

処理風量1000 [Nm³/min] のアセトン、イソプロピルアルコール (IPA) を主体とする排ガス200 [ppm] を10倍に濃縮する。その時の浄化効率は95%以上とする。LCD製造ラインからの排ガスであるため、MEA、ジメチルスルホキシド (DMSO)、ヘキサメチルジシラザン (HMDS)、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート (PGMEA) 等の高沸点成分が含まれる可能性が十分考えられる。そのため定期的に300℃の高温空気でクリーニングを行なう設計にした。設計仕様を表3、システムのフローを図7に示す。通常運転時には、濃縮空気と第一熱交換器を通った後の燃焼排ガスを熱交換することにより200℃の再生熱を得ているが、高温クリーニング時には、第一熱交換器を通った後のガスの一部を第二熱交換器に入れずに再生空気と混合し、再生空気温度

表3 設計仕様 (LCD製造ライン排ガス用途)

処理風量 [Nm ³ /min]	1,000
濃縮風量 [Nm ³ /min]	100
濃縮倍率 [倍]	10
溶剤濃度 [ppm]	200
濃縮濃度 [ppm]	1,900
浄化効率 [%]	95 以上
浄化濃度 [ppm]	10 以下
再生温度 []	200
高温クリーニング温度 []	300
設置場所	屋 外

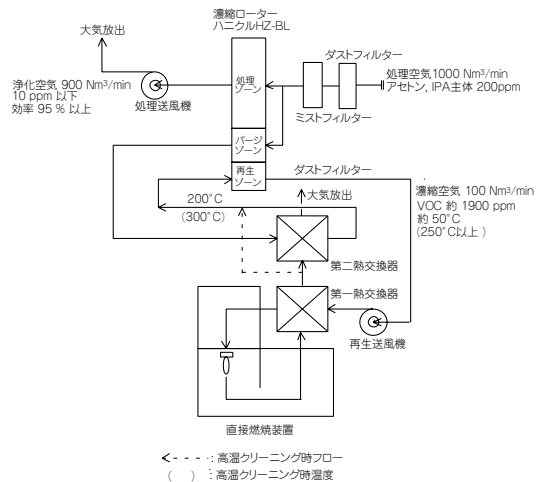


図7 フローシート (LCD製造ライン排ガス処理の例)

を300℃まで高めるシステムとして対応した (破線表示)。

6.2 塗料製造ラインからの排ガス処理への適用例

処理風量400 [Nm³/min] のメチルイソブチルケトン (MIBK)、メチルエチルケトン (MEK)、IPA、トルエンを主体とする排ガス121 [ppm] を10倍に濃縮する。その時の浄化効率は95%以上とする。この排ガスには重合物質であるイソシアネートが微量含まれている。設計仕様を表4、システムのフローを図8に示す。このシステムにおいては、高温クリーニング時に再生ガスを180℃から300℃まで加熱するだけの再熱パーナを設置し、300℃の再生空気を得る方法を取っている (破線表示)。

表4 設計仕様（塗料製造ライン排ガス用途）

処理風量 [Nm ³ /min]	400
濃縮風量 [Nm ³ /min]	40
濃縮倍率 [倍]	10
溶剤濃度 [ppm]	121
濃縮濃度 [ppm]	1,150
浄化効率 [%]	95 以上
浄化濃度 [ppm]	6 以下
再生温度 [°C]	200
高温クリーニング温度 [°C]	300
設置場所	屋 外

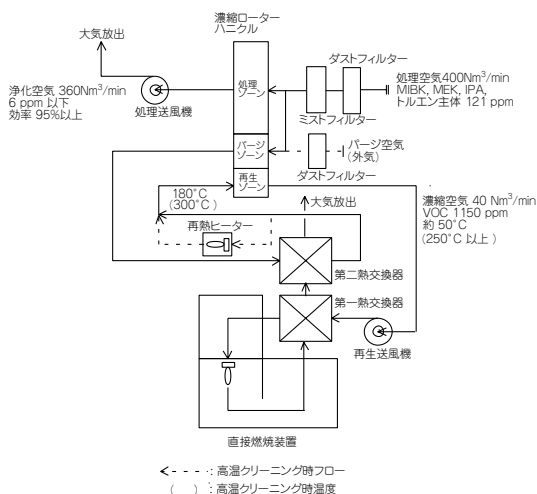


図8 フローシート（塗料製造ライン排ガス処理の例）

7. おわりに

環境問題に関する規制が年々厳しくなっており、その処理技術に関しても非常に高い性能が要求されている。有機溶剤排ガスの処理に関しても、

規制は厳しくなる一方であり、特に欧米においては非常に厳しい総量規制が行なわれている。

「高温クリーニングシステム」は、従来の濃縮装置には不向きであった難脱着性溶剤の濃縮処理を可能とするシステムである。これまで難脱着性溶剤を含むがために莫大な運転費がかかったり、処理されずに排気されていたような空気の処理も安価な運転費にて行うことができる。このシステムの優位性を御理解いただけた多くの企業がその処理に取り組まれることにより地球環境の保全に貢献できればと切に願う。

本報について、ユーザー各位の御意見、御要望等頂ければ幸いです。

筆者紹介



山下 勝宏

工業製品第二事業部
 ハニカムフィルター事業開発部
 環境装置チーム
 チームリーダー



田中 康弘

工業製品第二事業部
 ハニカムフィルター事業開発部
 環境装置チーム



加藤 貴宏

工業製品第二事業部
 ハニカムフィルター事業開発部
 環境装置チーム