

県産資源活用による水処理用吸着剤の実用化に関する研究 (2)

— 使用済み吸着剤の再生試験 —

化学室 比嘉三利・平良直秀

1. はじめに

前報¹⁾では製糖副産物のバガスの燃焼ばいじん(シンダー)から試作した吸着剤について、製糖蜜廃液を対象に固定層吸着法による脱色試験を行い、一定の脱色効果を認め、同吸着剤の実際の呈色廃水への適応性があることを報告した。

吸着剤の実用化にあたっては、吸着操作過程で発生する使用済み吸着剤の効果的な利活用が重要となる。その手段の一つとして、使用済み吸着剤を再生して繰り返し使用する方法は経済的に有利であると言われている。ここで再生とは使用済み吸着剤から吸着物質を完全に脱離させて、吸着剤自体を変化させずに使用前の状態に戻すことである。

吸着剤の再生方法として、加熱再生法、薬品再生法、酸化分解法、微生物分解法等がある。その再生法の内、水処理用吸着剤の再生には加熱再生法が広く採用されている²⁾。加熱再生法は使用済み吸着剤の乾燥、焙焼(吸着物質の揮発、熱分解及び炭化)、賦活(炭化物の酸化分解及び活性化)の3工程で再生を行う方法である³⁾。

本研究では、シンダーから試作した水処理用吸着剤の実用化にあたっての効果的な利用技術を検討するため、製糖蜜廃液の脱色試験での使用済み吸着剤を対象に加熱法による再生を試み、2、3の知見を得たので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 試料

試料は製糖蜜廃液のカラム通水法による脱色実験での使用済み吸着剤を用い、あらかじめ110℃で1時間乾燥して、実験に供した。

2.2 実験装置

活性炭賦活試験装置(濁川理化工業製)を用いた。賦活炉は石英製回分式回転炉で試料室の容量は1ℓである。その装置概略図を図1に示す。

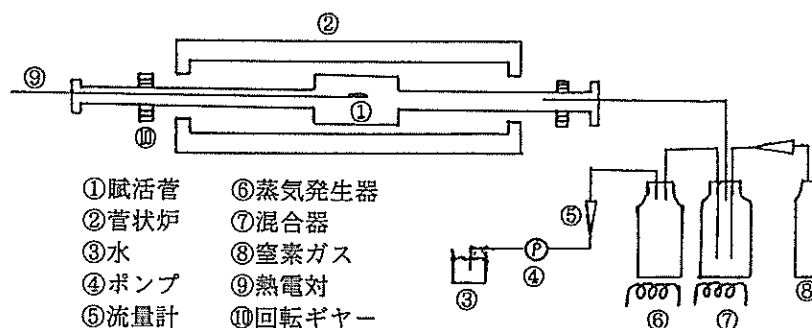


図1 実験装置概略図

2. 3 再生試験方法

本実験では水蒸気賦活方法で使用済み吸着剤の再生を行った。

回分式回転炉に試料100gを入れ、2rpmで炉を回転させ、窒素ガスを300ml/分の速度で通気しながら炉を所定の温度に上げた。その後、蒸気発生装置から発生する水蒸気を窒素ガスと共に炉内に通気し、所定の時間反応させた後、再び窒素ガスだけに切り替え、炉を冷却し、再生炭を得た。

再生炭についてヨウ素吸着力、メチレンブルー脱色力試験並びに比表面積を測定して、その性能評価を行った。

2. 4 吸着剤の試験方法

ヨウ素吸着力、メチレンブルー脱色力試験は水道用粉末活性炭試験方法 (JWWA K 113) に準拠して行った。また、熱重量減量曲線は示差熱天秤熱膨張計 (理学電気工業製) で測定し、比表面積はBET一点法表面積測定装置 (島津製作所製) で測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 熱分解性

使用済み吸着剤の吸着物質の熱分解性は、その脱離の難易を判断する指標となり、再生にあたって重要な物性である。

そこで、供試料の加熱分解の様相を知るため示差熱天秤熱膨張計を用い、空気雰囲気中で10°C/分の昇温速度で加熱を行った場合の熱重量減量曲線を図2に示す。450°C付近から急激な熱重量減量が始まり、500°C付近で減量が大となり、550°C付近で熱分解がほぼ終了する。550°C付近での重量減量は約38%である。これに対し、図3は未使用の吸着剤の熱重量減量曲線を示したものであるが、その重量減量は前者と比較して小さい。このことから、供試料の場合は吸着された有機物等の酸化分解により、重量減量は高いことが考えられる。一般的に熱重量減量曲線は吸着有機物の種類により、異なるパターンを示すことが知られ、熱重量曲線の典型的な形として、平衡脱離型 (昇温により平衡的に脱離する低分子有機物の脱離型)、熱分解脱離型 (有機物が低分子化して脱離する型)、難分解脱離型 (高分子の有機物の脱離型) に分類されている⁴⁾。本実験での供試料の熱重量減量曲線の形状から、被吸着物質は比較的熱分解し易いことが推察される。

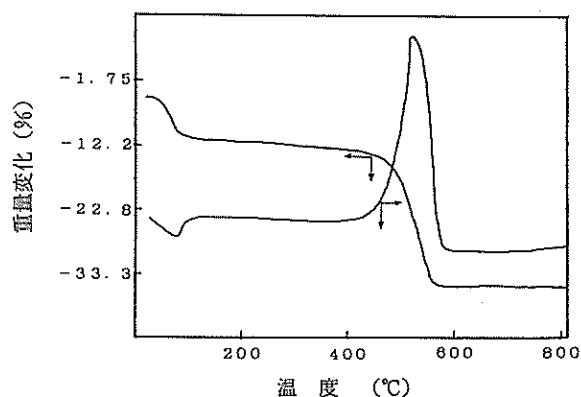


図2 使用済み吸着剤の熱重量減量曲線と示差熱分析結果

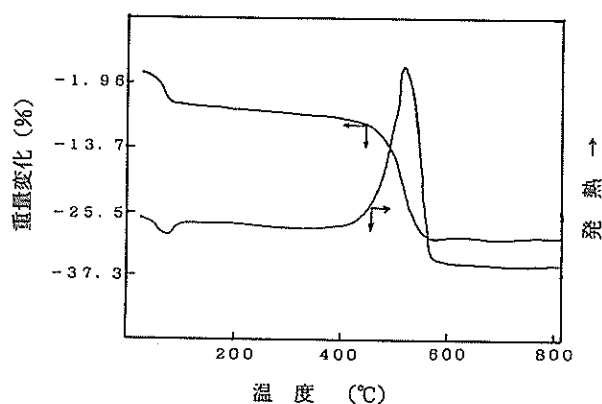


図3 新吸着剤の熱重量減量曲線と示差熱分析結果

3. 2 吸着性能と物性

供試料の再生前後の吸着性能及び物性を表1に示す。

表1 使用済み吸着剤の吸着性能及び物性

項目 種別		再生温度	ヨウ素吸着力 (mg/g)	メチレンブルー 脱色力(ml/g)	比表面積 (m ² /g)	収率 (%)
使用 済み 吸着 剤	再生前		253	30	168	
	再生後	600℃	285	39	180	93.6
		700℃	289	39	181	92.6
		800℃	298	46	176	87.4

液相吸着における吸着能指標のヨウ素吸着力は再生前が253mg/gを示すのに対し、再生後は再生温度600℃～700℃では285～289mg/gを示し、また再生温度800℃では298mg/gを示す。ヨウ素吸着力は再生を行うことにより高くなり、再生温度が高い程その吸着能は向上する傾向が見られる。

着色水の脱色力の評価指標のメチレンブルー脱色力は再生前が30ml/gを示し、再生後は温度600℃～700℃で39ml/g、温度800℃では46ml/gを示す。ヨウ素吸着能と同様、再生温度が高くなると、その吸着能は向上する。

吸着剤の細孔構造の目安となる比表面積は再生前が168m²/gを示すのに対し、再生後は176～181m²/gを示し、比表面積は大きくなる。この比表面積と吸着能は概ね正相関の関係があり、再生を行うことにより、比表面積が増し、吸着機能の向上が図られることが示される。

次に再生収率は経済性の面で重要となる。再生温度600～700℃での収率は約93%を示すのに対し、800℃では約87%を示し、収率は低下する。一般に水蒸気賦活において、賦活温度750℃以上では炭素と水蒸気との反応が進行することが知られている⁴⁾。このことから、再生温度800℃では炭化物の酸化分解による消耗が多くなるため収率は低下することも考えられる。

使用済み吸着剤の再生においては、収率が高くかつ吸着性能は高いことが望まれる。従って、再生条件（温度、水蒸気量、時間）の設定は極めて重要となる。

以上の結果から、本実験に供した使用済み吸着剤は加熱再生を行うことにより、吸着機能の一定の向上が認められ、再生後、繰り返し使用の可能性が示唆される。しかし、今回は1回再生の結果であり、反復再生した場合の効果については今後の検討を要する。

また、使用済み吸着剤の再生利用においては経済性を抜きにしては考えられない。シンダーから製造した吸着剤の実用化にあたっては、再生して循環使用を行うか、あるいは使用済み吸着剤を未再生で処分（例えば土壌改良剤等への利用）するかは吸着剤の製造並びに再生コストの検討等経済性の詳細な評価が不可欠となり、このことについては今後の重要な課題として残る。

4. おわりに

製糖副産物のバガスの燃焼ばいじん（シンダー）から試作した吸着剤の繰り返し再使用の可能性を検討するため、使用済み吸着剤の加熱再生法（水蒸気賦活）による再生を試み、次の結果を得た。

- (1) 使用済み吸着剤の吸着物質は熱分解し易いことが推察される。
- (2) ヨウ素吸着力，メチレンブルー脱色力は再生前後に差異がみられ、再生を行うことにより、吸着性能は向上する。
- (3) 比表面積は再生を行うことにより増大する。
- (4) 再生収率は再生温度が高くなると低下する。

以上の結果から、製糖蜜廃液の脱色試験に用いた使用済み吸着剤は加熱再生を行うことにより、一定の吸着性能の向上が認められ、繰り返し再使用の可能性が示唆される。しかし、その実用化を図る上で、再生コスト等経済性の評価は必要不可欠となり、今後の検討課題である。

参考文献

- 1) 比嘉三利、平良直秀、宮城周子、沖縄県工業試験場研究報告 20 p17~20 1992
- 2) 橋本健治、三浦孝一、工業用水 No. 248 p 9 1979
- 3) 浦野紘平 工業用水 No. 232 p 48 1978
- 4) 真田雄三、鈴木基之、藤本薫、新版活性炭—基礎と応用— p116~117 1992

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターに

ご連絡ください。