

## 高性能脱臭剤の開発 (第3報)

### 活性炭の加熱脱着性能と板状吸着体の作製

山本 健, 青山 進, 中濱久雄<sup>\*1</sup>, 松浦 力

## Development of High Performance Deodorants III

### Evaluation of heat desorption performance of the active carbon and manufacturing of the absorption fins

YAMAMOTO Ken, AOYAMA Susumu, NAKAHAMA Hisao<sup>\*1</sup> and MATSUURA Tsutomu

In order to evaluate gas adsorption and desorption performance of the active carbon, it was forced to desorb by heating after being forced to adsorb toluene based on the method Japanese Industrial Standard (JIS) K 1474. Furthermore the active carbon, diatomaceous earth and acrylic emulsion binder were mixed and applied to the metal plate. These adsorption and adhesion performance were estimated.

As the results followings were found. If heating temperature of the active carbon were high, desorption rates of toluene of it increased. When a kind of a heating furnace changed, desorption rates of the active carbon changed. If heating time of the active carbon became long, desorption rates increased. When the active carbon repeated absorption and desorption, the second time absorption rate decreased in comparison with the first time absorption rate remarkably. The deodorant applied to stainless steel plate that was consist of the active carbon, the diatomaceous earth and the acrylic emulsion, absorbed toluene gas up to 16 weight percent of the deodorant paste.

活性炭のトルエン吸着性能および脱着性能を評価するために、JIS 溶剤蒸気吸着性能に準じてトルエンを吸着させた後、加熱脱着を行った。また、活性炭、ケイソウ土、接着剤を混合して金属板に塗布し、その接着性と吸着性能を評価した。

その結果、以下のことが分かった。活性炭の加熱温度が高いと脱着率が増加する、加熱条件が同じでも加熱炉の種類によって脱着率が変わる、加熱時間が長くなると脱着率が増加する、吸着・脱着を繰り返し行った場合、1回目と2回目では吸着率が大きく減少するが、2回目以降はほとんど変化しない、活性炭、ケイソウ土、アクリルエマルジョン系接着剤を混合しステンレス板に塗布すると、吸着剤重量の16%程度のトルエンを吸着する。

キーワード：活性炭素, 揮発性有機化合物, 有機溶剤, 珪藻土

## 1. 緒 言

活性炭は、代表的な吸着剤のひとつで、水質浄化や悪臭物質の吸着に利用されている。使用済みの活性炭は、主に焼却処分されており、再生はごく一部でしか行われていない。しかし、二酸化炭素放出量や廃棄物削減の要求が高まり、活性炭の再生利用は増加すると予想される。再生の方法として、塩酸や有機溶剤で処理する薬品再生法、水蒸気や炭酸ガスを利用し700~1000℃で再賦活する焙焼再賦活法、好気性分解や嫌気性分解を利用した微生物分解法、一度吸着した物質を脱着する吸脱着再生法などがある。脱着再生法は、加熱を中心とした熱スイング法、圧力を変化させる圧力スイング法、両者を併用し

平成16年度地域産業集積中小企業等活性化補助金 関連

機関支援強化事業費補助事業

2005.6.30 受理 生活技術部

\*1 情報技術部

た方法に分けられる。このうち、熱スイング法は、焙焼再賦活法などに比べ十分な再生ができないが、200℃程度の比較的低温で再生が可能なこと、薬品や微生物が不必要なこと、簡単な装置で脱着が行えることなどの利点がある。

本研究では比較的簡易な再生方法である熱スイング法を用いて効率的に活性炭を再生することを目標に、トルエンを吸着した活性炭の加熱脱着を評価した。JIS K 1474 活性炭試験方法、溶剤蒸気吸着性能に準じ、活性炭に吸着したトルエンを、各加熱温度で脱着した。また、一定の条件で吸着と再生を繰り返し行った場合の、吸着率および脱着率の変化を測定した。また、接着剤と混合した活性炭を、金属板に塗布した板状吸着体を作製し、その接着性およびトルエン蒸気の吸着・脱着性能の評価を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 活性炭

加熱脱着、繰り返し吸着は、U字管、秤量瓶などへ短時間で詰め替える作業性を考慮し、粒状活性炭((株)和光純薬)を用いた。板状吸着体の作製は、接着剤への分散性を考慮し、粉状活性炭(フタムラ化学(株)、P(元炭H))を用いた。これらの活性炭の比表面積をBET1点法、連続流動法による比表面積測定装置(ユアサイオニクス(株)、MONOSORB)で測定したところ、粒状活性炭が1080 m<sup>2</sup>/g、粉状活性炭は950m<sup>2</sup>/gであった。

### 2.2 トルエンの吸着

吸着は、JIS K 1474 活性炭試験方法 5.1.2 溶剤蒸気の吸着性能に準じて行った。シャーレに重ならないように活性炭を入れ、温度 115℃の乾燥機中で3時間乾燥させた後、デシケータ中で冷却した。U字管の重量を測定した後、活性炭を入れて再度重量を測定した。溶剤蒸気吸着試験装置の温度を25℃にし、トルエン((株)和光純薬)の入ったろ過板付ガス洗浄瓶に乾燥空気を通過させた。その流量を0.193 リットル/min、希釈用乾燥空気の流量を1.8 リットル/minとし、混合瓶で混合して1/10希釈トルエン蒸気を作製した。1/10希釈トルエン蒸気をU字管に通し、活性炭にトルエンを吸着させた。しばらく放置後、U字管の重量を30分間隔で測定し、その間の増加重量が5mg以下になるまでトルエンを吸着させた。

吸着率の算出は、以下の式を用いた。

$$W = \frac{P}{S} \times 100 \quad (1)$$

ここで、

W: 活性炭の平衡吸着率 (%)

P: 活性炭の増加重量 (g)

S: 活性炭の重量 (g)

### 2.3 加熱脱着

#### 2.3.1 脱着率の加熱温度による変化

2.2によりトルエンを吸着した活性炭を重ならないように秤量瓶に入れ、重量を測定した。加熱炉の容積の差による脱着率の差を考慮するために、加熱炉として、熱風式恒温乾燥機(ヤマト科学(株)LC-112, 450×450×450mm, 容積90リットル)、マッフル炉FP-21(ヤマト科学(株)FP-21, 100×160×100mm, 容積1.6リットル)、マッフル炉FP-410(ヤマト科学(株)FP-410, 300×250×150mm, 容積11.3リットル)を使用した。温度100℃~300℃に設定した加熱炉内に秤量瓶を1時間放置し、デシケータ中で冷却した後重量を測定した。

脱着率の算出は、以下の式を用いた。

$$D = \frac{ma}{m \times \left(1 - \frac{100}{100 + W}\right)} \times 100 \quad (2)$$

ここで、

D: 脱着率 (%)

ma: 減少重量 (g)

m: 脱着前の活性炭の重量 (g)

W: 活性炭の1/10希釈トルエン蒸気平衡吸着率 (%)

#### 2.3.2 脱着率の加熱時間による変化

2.2によりトルエンを吸着した活性炭を秤量瓶に入れ、重量を測定した。温度60℃~200℃にした熱風式恒温乾燥機に秤量瓶を入れ、一定時間放置した。乾燥機から取り出し、デシケータ中で冷却した後重量を測定した。秤量瓶を再び乾燥機内に入れ、さらに一定時間放置した後、デシケータ内で冷却し、重量を測定した。脱着率の算出は式(1)を用いた。

### 2.4 繰り返し吸着性能

2.2によりトルエンを吸着した活性炭を秤量瓶に入れ、重量を測定した。温度200℃の熱風式恒温乾燥機中に秤量瓶を1時間放置し、デシケータ中で冷却した。重量を測定し、式(2)により脱着率を算出した。その後、2.2により再び活性炭にトルエンを吸着させ、同様の方法で脱着率を算出した。この操作を繰り返し30回行った。

### 2.5 板状吸着体の作製

#### 2.5.1 活性炭・ケイソウ土系

金属板として、厚さ1mmの銅板およびステンレス板を50×50mmに切断したものをを用いた。活性炭とケイソウ土((株)和光純薬)および水を表1の量で混合し、基材上に50×30×1mmで塗布した。温度60℃の乾燥機中で1時間乾燥させた。

#### 2.5.2 活性炭・ケイソウ土・接着剤

接着剤としてフェノール樹脂系接着剤(以下PX)、水性高分子イソシアネート系接着剤(以下KR)または、アクリルエマルジョン系接着剤(以下CA)を用いた。活性炭、ケイソウ土、接着剤と粘度調整のための水を混合し、2.5.1と同様に板状吸着体を作製した。また、接着性向上のために、一部のステンレス板に直径3mmの穴を10mm間隔で2行×4列、合計8個開けた。

## 3. 結果

### 3.1 脱着率の加熱温度による変化

図1に1/10希釈トルエン蒸気を吸着した活性炭の脱着率と加熱温度の関係を示す。図より、加熱温度が上昇すると脱着率が増加した。しかし、どの加熱炉を用いても85~90%程度以上は脱着しなかった。一般的に活性炭の吸着は、可逆的な吸着と不可逆的な吸着に分けられる。本研究の場合、可逆的な吸着は全吸着量の85~90%程度で、残りの不可逆な吸着は脱着しないと考えられる。また、200℃以下の場合、熱風式乾燥機、FP-21, FP410の順に脱着率が高い。原因として加熱炉の容積、換気率などの影響が考えられる。加熱温度が同じ場合、容積の最も大きい熱風式乾燥機が脱着率は最も高いが、容積の最も小さいFP-21は、FP-410より脱着率が高い。したがっ

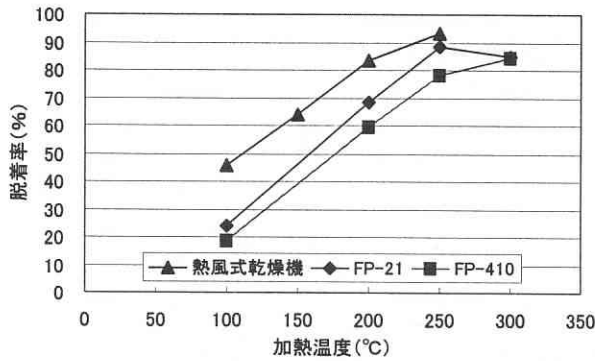


図1 1/10希釈トルエン蒸気を吸着した活性炭の脱着率と加熱温度

て、気密性など本研究では確認できないその他の要因が考えられる。

### 3.2 脱着率の加熱時間による変化

図2に1/10希釈トルエン蒸気を吸着した活性炭の脱着率と加熱時間の関係を示す。図より、加熱時間が増加すると脱着率が増加する傾向があった。また、脱着時間が同じ場合、高い温度で加熱した活性炭は、低い温度で加熱した活性炭より脱着率が高かった。脱着温度が200°Cの場合、脱着率が90%程度までは急に脱着するが、それ以上は緩やかにしか脱着しなかった。熱風式乾燥機で効率的に脱着をするためには、温度200°Cで1時間程度の加熱が必要であると考えられる。

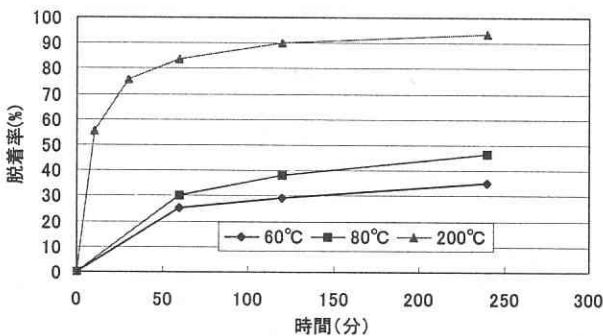


図2 1/10希釈トルエン蒸気を吸着した活性炭の脱着率と加熱時間

### 3.3 繰り返し吸着性能

図3に活性炭の1/10希釈トルエン蒸気の吸着率と温度200°Cの乾燥機中で1時間放置した時の脱着率を示す。図3より、1回目の吸着率は、39.9%で、2回目は31.3%に減少する。その後は徐々に吸着率が減少し、30回目は27.7%であった。不可逆的な吸着は、1回目の吸着時に多くおこるが、2回目以降はほとんどおきないことが考えられる。2回目以降も吸着率は徐々に減少する。しかし、その割合は30回目で全吸着量の10%程度であり、初回と2回目の吸着で20%以上減少することと比べると小さい。また、1回目の脱着率は83.2%で、その後は100%前後になった。1回目の加熱で脱着した部分は同条件で行

う2回目以降の加熱でも脱着が可能であることが考えられ、この条件により、十分な再生が行われている。また、脱着率が100%を超えている場合もあった。加熱脱着後から冷却、重量測定、トルエン再吸着までの間に、湿度や臭気など雰囲気中の吸着質を吸着したため、トルエンの吸着が十分に行えなかったこと、それらトルエン以外の吸着質を加熱脱着したため、重量が減少したことなどが原因として考えられる。

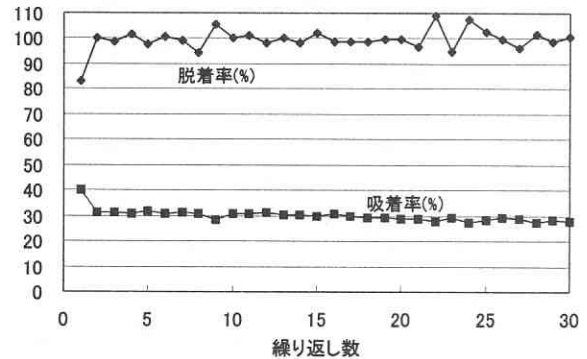


図3 活性炭の1/10希釈トルエン蒸気の平衡吸着率と200°C、1時間で加熱した場合の脱着率の繰り返しによる変化

### 3.4 板状吸着体の接着性

#### 3.4.1 活性炭・ケイソウ土系

表1に各試験片の接着性能を示す。接着性を6(良い)~1(悪い)まで評価した。銅板の場合、ステンレス板に比べやや接着性が良かったが、大きな差は見られなかった。どの試験片も裏面からの強打に耐えられない接着性4以下であるため、十分な接着性は得られなかった。ケ

表1 板状吸着体の接着性と活性炭・ケイソウ土の配合割合および金属板の種類

活性炭	ケイソウ土	金属板	接着性
33.3%	66.7%	銅	4
		ステンレス	4
40%	60%	銅	3
		ステンレス	2
50%	50%	銅	3
		ステンレス	2
60%	40%	銅	2
		ステンレス	2
66.7%	33.3%	銅	2
		ステンレス	2

接着性

- 6：裏面から小型ハンマーで10回強打してもはく離なし
- 5：裏面から強打により一部はく離
- 4：裏面から強打で大部分はく離
- 3：裏面から数回軽打で一部はく離
- 2：裏面から数回軽打で大部分はく離
- 1：裏返すと大部分はく離

表2 板状吸着体の接着性と活性炭，ケイソウ土，接着剤の配合割合および金属板の種類

接着剤種類, 割合(%)	活性炭(%)	ケイソウ土(%)	金属板	穴加工	接着性
KR, 16.7	41.7	41.7	銅	なし	2
			ステンレス	なし	4
KR, 28.6	35.7	35.7	銅	なし	2
			ステンレス	なし	1
PX, 10.1	44.9	44.9	銅	なし	2~3
			ステンレス	なし	4~5
PX, 18.4	40.8	40.8	銅	なし	2
			ステンレス	なし	2
PX, 36.0	32.0	32.0	ステンレス	あり	6
CA, 8.9	45.6	45.6	銅	なし	4
			ステンレス	なし	6
CA, 16.3	41.8	41.8	ステンレス	なし	6
CA, 8.9	45.6	45.6	ステンレス	なし	6
CA, 4.7	47.7	47.7	ステンレス	なし	5
CA, 19.6	40.2	40.2	ステンレス	あり	5
CA, 49.3	41.8	41.8	ステンレス	あり	6
CA, 12.9	43.6	43.6	ステンレス	あり	5
CA, 8.9	45.6	45.6	ステンレス	あり	6

イソウ土の多い試験片は、少ない試験片に比べ、接着性が良かったこと、活性炭の割合が多いほど吸着能力が高いと予想されることを考慮し、以後活性炭とケイソウ土の配合比は1:1にすることとした。また、ケイソウ土のみでは十分な接着強度が得られなかったため、接着剤の配合について検討した。

### 3.4.2 活性炭・ケイソウ土・接着剤

表2に各試験片の接着強度を示す。表1と同様に接着性を6段階で評価した。接着剤の割合は、加熱残分を接着剤の重量とし、水を除いて算出した。どの接着剤でも、ステンレス板での接着性は銅板での接着性より良かったが大きな差は見られなかった。また、PXはステンレス板に穴があると接着性が向上した。CAはステンレス板に穴加工の有無に関わらず接着性が良いため、穴の効果を確認できなかった。したがって、CA系接着剤を用いる場合、穴加工の必要はないと考えられる。

### 3.5 板状吸着体の吸着性能

活性炭 41.8%、ケイソウ土 41.8%、CA16.3%で混合し、水で粘度調整をしてステンレス板に混合物を塗布した。温度 60℃の乾燥機中で1時間放置したものを板状吸着体として用いた。トルエン溶液を入れたシャーレをステンレスバット内に入れ、板状吸着体をその中に入れた。蓋をして温度 25 度の恒温機中で4時間放置した。板状吸着体の重量を測定し、温度 50℃~200℃の熱風式乾燥機内で2時間放置し、デシケーター内で冷却した後重量を測定した。その結果を、図4に示す。板状吸着体の1回目のトルエン吸着性能は13~20%、平均16.6%であった。吸着2回目の吸着率は、10~15%で、脱着温度が高いと高くなる傾向があった。脱着1回目は、脱着温度が上昇すると脱着率が上昇し、脱着2回目はすべての温度で脱着率が100%程度になった。このことから、3.3と同様に、不可

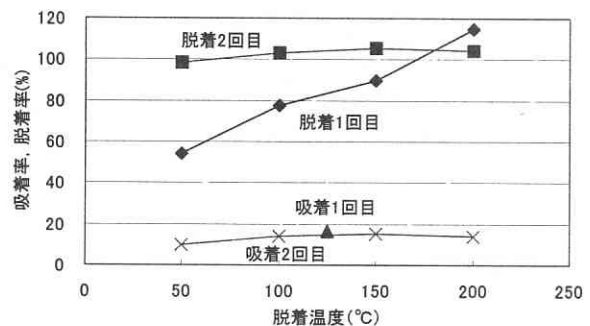


図4 吸着フィンの吸着性能

逆的な吸着は1回目で多くおこり、2回目以降はほとんどおきないこと、1回目で脱着した部分に2回目の吸着で吸着したトルエンは、2回目の脱着でも脱着すると考えられる、したがって、3回目以降の吸着率および脱着率は、2回目と同程度であると予想される。

## 4. 結 言

活性炭の加熱脱着性能を評価するために、JIS K 1474 活性炭試験方法 5.1.2 溶剤蒸気の吸着性能に準じて1/10希釈トルエン蒸気を吸着した活性炭を加熱脱着させた。また、板状吸着体を作製し、その接着性と吸着性能を測定した結果、以下の結論を得た。

- 1) 加熱温度が200℃以下の場合、加熱温度が高いと脱着率が増加した。
- 2) 加熱温度が同じでも、加熱炉の種類によって脱着率が変化した。
- 3) 加熱時間が長いと、脱着率が増加した。1回目の脱着では、100%は脱着しないが、2回目以降の脱着では100%脱着した。

- 4) 吸着・脱着を繰り返し行った場合、1回目と2回目では吸着率が大きく減少する。2回目から30回目までは徐々に減少する。1/10希釈トルエン蒸気を吸着した活性炭を加熱温度200℃、加熱時間1時間で脱着した場合、1回目の脱着率は83%程度、2回目以降は100%程度になった。
- 5) 活性炭、ケイソウ土を混合して銅板またはステンレス板に塗布した場合、裏面からの強打に耐える十分な接着性が得られない。
- 6) 活性炭、ケイソウ土、フェノール樹脂系接着剤または水性高分子イソシアネート系接着剤を混合して穴を開けたステンレス板に塗布すると穴のないステンレス板に比べて接着性が向上した。しかし、アクリルエマルジョン系接着剤の場合、接着性の差は確認できなかった。
- 7) 活性炭、ケイソウ土、アクリルエマルジョン系接着剤を混合しステンレス板に塗布すると、1回目は吸着剤重量の16%程度のトルエンを吸着した。

## 文 献

- 1) 山本 健, 青山 進: 広島県立東部工業技術センター研究報告, **15**, 77-80 (2002).
- 2) 山本 健, 青山 進, 松浦 力, 小村直樹: 広島県立東部工業技術センター研究報告, **17**, 66-69 (2004).
- 3) 青山 進, 山本 健, 小村直樹, 松浦 力: 広島県立東部工業技術センター研究報告, **17**, 70-73 (2004).
- 4) 日本規格協会: JIS K 1474 活性炭試験方法 (1991).
- 5) 真田雄三, 鈴木基之, 藤元 薫: 活性炭, 1992, 71-107.
- 6) 日本規格協会: JIS K 1474 活性炭試験方法 (1991).