

課題番号 06-017

## 平成 20 年度シーズ発掘試験（発掘型）研究報告書


報告日：平成 21 年 4 月 8 日

技術分野 83


課題名：膜ろ過による廃液中の有機溶媒の分離・回収装置の開発

研究期間：平成 20 年 7 月 4 日～平成 21 年 3 月 31 日

## 1. 担当コーディネータ

氏名（役職）	田草川 信雄（科学技術コーディネータ）	
所属機関名	国立大学法人 信州大学 産学官連携推進本部	
連絡先	所在地	〒380-8553 長野市若里4-17-1 信州大学地域共同研究センター 2F
	TEL/FAX	TEL 026-269-5642 FAX 026-269-5641
	E-mail	takusagawa@crc.shinshu-u.ac.jp

## 2. 代表研究者（代表研究者のみ記入してください。）

氏名（役職）	清野 竜太郎（准教授）	
所属機関名	信州大学工学部	
連絡先	所在地	〒380-8553 長野市若里4-17-1
	TEL/FAX	026-269-5403 / 026-269-5424
	E-mail	rkiyono@shinshu-u.ac.jp

## 3. 共同研究者（JSTと委託研究契約を締結した共同研究機関の場合のみ記入してください。）

氏名（役職）		
所属機関名		
連絡先	所在地	
	TEL/FAX	
	E-mail	

## 4. 試験研究の結果報告

## (1) 試験内容

①本課題は、インクや塗料などの有機溶媒を含有する廃液から、膜を利用した膜ろ過により有機溶媒のみを分離・回収する装置を開発することを目的とした。この装置の開発にあたっては、高いろ過性能と透過量を有する分離膜の作製とモジュール化が重要であり、さらに、実用化のためには、連続処理式装置の開発が必要であった。そのため、試験項目として (A) 膜の最適化、(B) 膜のモジュール化、(C) 連続処理のための装置の検討、を計画した。

② (A) 膜の最適化に関しては、シリコン系膜の架橋度や膜補強材（ガラス繊維や炭素繊維等）比率、加熱時間や温度等を様々に変えて膜を作製し、膜の分離性や透過性に与える影響を調べた。

(B) に関しては、通常のろ紙やガラス繊維を含有したろ紙等の支持体上に (A) で最適化した膜を複合化したり、架橋密度の高いシリコン膜を中空状化するなどして、膜のモジュール化を行った。(C) に関しては、(B) でモジュール化した膜材料を組み込んだ連続式回収処理装置の作製を検討した。なお、(A) ~ (C) に関して、当初の予定を全て実施した。

## (2) 得られた成果

①膜ろ過結果の一例を図 1 に示す。水溶性高分子であるポリエチレングリコール(PEG, 分子量 200) を PDMS と同量加えて膜を作製した後、PEG を水中に溶出させることにより調製した PDMS 膜とろ紙を複合化させた平膜状モジュール上に、顔料濃度が約 10wt% の廃液を置き、0.1 MPa の圧力をかけたときに膜を透過した透過量と、透過液中の顔料濃度を測定時間に対して図示した結果である。透過量は、ヘキサン換算で約  $14 \text{ l h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ MPa}^{-1}$  であった。透過液中の顔料濃度は 0.8wt% であり、供給液中の顔料濃度の 1/10 以下に抑えられ、透過液はほぼ透明な液であった。

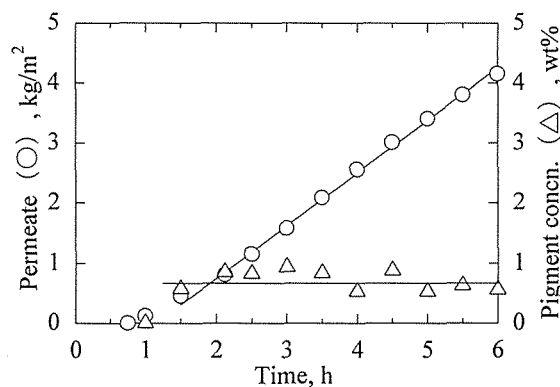


図 1. 透過量、透過液中の顔料濃度と時間の関係

他方、カーボンナノファイバーを補強材として PDMS に対して 5wt% 含有させた膜とろ紙の複合化モジュールでは、透過量は  $5.8 \text{ l h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ MPa}^{-1}$  であったが、供給液中の顔料濃度の 1/30 以下に抑えられた。この他、様々な系での検討を行い、用途に応じて顔料濃度と透過量を制御できることが確認できた。

なお、本研究成果の一部について以下の学会発表を行った。

・「カーボンナノチューブを含有したポリジメチルシロキサン膜の機能」, 清野ら, 膜シンポジウム 2008, 5-8, 2008/11/14-15.

②達成目標として数十  $\text{l h}^{-1}$  程度の溶媒の回収能力を目標とした。ろ過性能をそれほど問わなければ十分目標は達成できた。ただ、ろ過液中の顔料濃度が、原液中の顔料濃度より 1/10 以下に抑えられた場合に限ると、透過量は最大でも約  $15 \text{ l h}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ MPa}^{-1}$  であり、目標値より若干低い値であった。また、連続式装置を作製した。

③実験室レベルの膜性能としては、実用化に向けた成果は得られたと考えている。今後は、装置のスケールアップに伴う膜の大量生産化や欠損の無い均一な膜作製技術の確立が必要になるが、これまでの実績から、克服できる課題と考えている。事実、次項 (3) で示すように、本技術に興味を頂いた企業もある。ただ、製品の経済性に影響を与える膜の寿命や劣化、装置の耐久性に関する検討は未だ行っておらず、今後の検討が必要である。

## (3) 今後の展開

①平成 21 年度の学会発表は現在のところ以下の 4 件を予定している。

1. 「ポリジメチルシロキサン膜を利用した廃液中の溶媒回収技術」, 清野ら, 日本膜学会第 31 年会 (H21.5.21-22)
2. 「ポリジメチルシロキサン-炭素繊維複合膜を用いた揮発性有機物質と水蒸気の分離技術」, 清野ら, 日本膜学会第 31 年会 (H21.5.21-22)
3. 「Separation technique of organic solvent in waste liquid using PDMS membranes」 kiyono et. al., 5<sup>th</sup> Conference of Aseanian Membrane Society (H21.7.12-14)
4. 「Separation of volatile organic compounds/water vapor using polydimethylsiloxane-carbon nanotube composite membranes」 kiyono et. al., 5<sup>th</sup> Conference of Aseanian Membrane Society (H21.7.12-14)

また、本技術に関する論文の投稿も検討している。

さらに、本結果に関心を頂いた地域の企業（機械製造業）と廃液からの有機溶媒の回収に関する共同研究の開始を計画している。

②本技術は、膜ろ過による溶媒の回収であるが、溶媒吸収材料による溶媒回収技術等も複合的に絡めて、従来の加熱による蒸留技術よりも、より安全で安価に溶媒を回収できる装置の開発を目指している。

## (4) 知的財産権について

②本技術の根本は一般的な膜ろ過であり、技術の本質は知的財産権にはならないと考えている。しかし、特定分野での利用や膜を組み込んだ装置としての利用等、共同研究を行う予定の企業と連携しながら知的財産権確保について検討する予定である。

## (5) 今後のフォローアップ等について（コーディネータ記載）

## (1) 膜の最適化の検討結果

膜の架橋度、補強材比率、加熱条件等が膜の透過性、分離性に及ぼす影響を調べた。

透過性は低いが高分離性は高く、実用可能な結果となった。なお、一般に、膜の分離性を高くすると透過性は低くなるとされている。透過量を増大するには膜面積と圧力で調節が

## (2) 今後の課題

①使用目的に沿って、透過性と分離性の調節が可能なシステムの開発。

②膜面積と圧力を増大することで透過量の増大が可能か？

③膜の補強材効果の検討

④膜の寿命の検討

地域の機械製造業の企業が、装置開発に関心をもっている。インク又は塗料を含む有機溶剤からの高純度溶剤の回収装置の開発が期待される。企業との共同研究の企画をコーディネータが支援する予定。平成 21 年度シーズ発掘試験研究予定の成果も考慮して、小規模廃液の汎用型処理装置として開発したい。