

平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「油分含有廃棄物の高効率回収システムの開発」

研究成果等報告書

平成22年 3月

委託者 近畿経済産業局

委託先 和歌山染工株式会社

目 次

第1章 研究開発の概要

1. 1 研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1. 1. 1 研究背景	1
1. 1. 2 研究目的及び目標	3
1. 2 研究体制	5
1. 2. 1 研究組織・管理体制	5
1. 2. 2 研究実施場所	5
1. 2. 3 研究者氏名	5
1. 2. 4 協力者	6
1. 2. 5 連絡窓口	6
1. 3 研究成果の概要	7
1. 3. 1 実証装置の開発	7
1. 3. 2 回収率の向上、回収成分の検証（品質特性）の開発	7
1. 3. 3 再利用の成果確認	7
1. 3. 4 未成果（残課題）	8

第2章 本論

2. 1 はじめに	9
2. 2 回分(バッチ)式による安全性と物質収支の検証装置	9
2. 2. 1 装置内の可視化による検証	9
2. 2. 2 検証	11
2. 2. 3 結果	11
2. 2. 4 考察	16
2. 3 連続(コンティニアス)式により、連続性、安全性・物質収支、 回収油分・水分の品質検証	17
2. 3. 1 連続装置	17
2. 3. 2 検証	18
2. 3. 3 結果	18

2. 3. 4	考察	19
2. 4	加熱水蒸気油分回収実証試験機装置の開発	20
2. 4. 1	基本仕様	20
2. 4. 2	検証	22
2. 4. 3	結果	22
2. 4. 4	考察	24
2. 4. 5	実施に関する装置の改良	24
2. 5	加熱水蒸気油分回収実証試験機装置の設置図及び写真	26
2. 5. 1	設置図及び写真	26
2. 6	織染加工場で水蒸気連続油分回収装置の実証機の検証	
	ならびに回収した油分、水分、残渣の再利用課題への対応	28
2. 6. 1	実証機を織染加工場にて検証を行うためシステムの構築 と回収された物質の再利用適正試験実施	28
2. 6. 2	織染加工場の未使用プリントインク回収による 環境負荷低減化課題	31
第3章 全体総括		
3. 1	研究成果	32
3. 2	開発後の課題	32
3. 3	開発後の事業展開	32

第1章 研究開発の概要

織染加工場で発生する未使用プリントインクは、油分含有の廃棄物として処理されている。この未使用プリントインクを、加熱水蒸気連続油分回収装置を用いて、油分、水分、固形分に分離させるシステムを確立させる。

まず、近畿大学 岩村教授らが研究開発した高効率で分別回収できる「加熱水蒸気連続油分回収装置」(特許第 3321415 号)の技術を用いた実証装置の研究開発を行い、織染加工場で発生する油分含有廃棄物から、高効率で油分回収を実施する。

1. 1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1. 1. 1 研究背景

当該特定ものづくり基盤技術において達成しようとする高度化の目標

(14) 織染加工に係る技術に関する事項

織染加工に係る技術において達成すべき高度化目標

(3) 環境・エネルギーに関する事項

①川下製造業者の抱える課題及び要請(ニーズ)

イ. 環境配慮

②上記を踏まえた高度化目標

オ. 染色プロセス等の環境負荷低減を目標とした、排水浄化、有害物質削減プロセス等の開発

綿織物のプリントにおいて主に用いられているプリントインクは、油成分であるターペン(灯油)を含有した水溶性エマルジョンであり、この水溶性エマルジョンインクは綿織物のプリントにおいて、色の発色が非常に優れており、長年、綿織物工場で使用されている。この日本独自のインク作成技術は現時点においても、代替技術は確認されていない。

しかしながら、織染加工で実使用される油分含有廃棄物のほかに、未使用プリントインク(未使用プリントインク/実使用インク=10%)が発生し、これが油分含有廃棄物となり、そのまま廃棄処分される。または、織染加工場における廃水処理施設で汚泥として回収した後、産業廃棄物処理される。織染加工場では、発生する未使用インクの削減努力を行っているにも関わらず、最近の社会ニーズの多様化のため小ロット化の傾向にあり、削減が困難な状況である。

また、廃水処理における多量の排出油分の流入は、処理剤の大量使用や発生汚泥の排出量の増大等、多大な悪影響を与え、環境負荷に大きく影響を与えているのが現状

の姿であった。



図 1.1.1 従来の未使用プリントインク処理方法

今回、近畿大学岩村教授らが研究開発した高効率で分別回収できる「加熱水蒸気連続油分回収装置」(特許第 3 3 2 1 4 1 5 号)の技術を活用したラボ小試験において、織染加工場で多量に発生する未使用プリントインク(油分含有廃棄物)から 99%以上の高効率で純正ターペン(灯油)が回収できることが確認された。ここで得られた回収油分は、新エネルギー源として又は新規プリントインクの材料として活用可能の範囲であることが認められた。また、同時に回収水分が再利用でき、残渣固形物は最小限の回収となった。

「加熱水蒸気連続油分回収装置」の特徴は、エネルギーメリット、ランニングコスト、安全性も非常に優れている点である。

まず、現状、油分回収装置には、ロータリーキルン(乾留装置)を用いているのが殆どであるが、これは加熱媒体がバーナー加熱であるため、高温を必要とする油分回収においては安全性が低い。しかし今回の回収装置は、水蒸気蒸留法であるため、加熱媒体が水蒸気で安全性に優れ、加熱による成分変性が起こりにくいというメリットがある。

しかし、水蒸気蒸留法は、加熱媒体が水蒸気であるため蒸気温度が 150℃未満である。そのため高温を必要とする油分回収には適さないという課題があった。

また、ランニングコストを低くするためにも、連続式での処理が必要とされるが、連続式ではさらに処理温度が下がるため水蒸気蒸留では連続式が困難であった。

上記課題を解決するために、高温での水蒸気発生装置が必要であったが、岩村教授らの研究で、通電した電気抵抗を有するパイプに水または蒸気を通すことにより、加熱温度 750℃の蒸気を得ることが可能になった。そのため油分含有の廃棄物の分別回収を水蒸気蒸留法で実行することが可能となった。また、本法では、蒸気温度が 300℃～500℃で、かつ線速度がマッハ 1～3 程度のベクトル(運動エネルギー)を有するため、油分含有廃棄物を攪拌しながら効率よく連続式で行うことも可能にした点である。

この技術は、まだ研究室レベルのものであり、まず実証機の研究開発を行う必要がある。

世界的オイル高騰の中で、ターペン（灯油）購入費用の増大は、織染加工企業の経営にとって負担が大きい。そのため、織染加工場で発生する未使用プリントインクから油分（ターペン）を分別回収し、再利用することによってCO₂の排出軽減、廃棄物の環境処分処理費用低減化、環境負荷軽減化によって環境的、経済的効果が得られる。

油分含有廃棄物の削減及びCO₂の発生量の軽減化等の最大限の効果を引出すために、ラボ小試験で得られた知見に基づき、織染加工工場からの油分含有廃棄物排出規模に対応可能な実証装置の研究開発を実施することにした。

1. 1. 2 研究目的及び目標

近畿大学岩村教授らが研究開発した高効率で分別回収できる「加熱水蒸気連続油分回収装置」（特許第3321415号）の技術を用いた実証装置の研究開発を行い、ラボ小試験で得られた知見に基づき、織染工場で発生する油分含有廃棄物から、排出規模に対応可能な高効率での油分回収を目的とした。

また、環境配慮の観点から、織染加工で、実使用されるプリントインクの約10%が、未使用として発生し、これが油分含有廃棄物となり、環境負荷に大きく影響を与えているのが現状である。織染加工場において、この油分含有廃棄物（未使用プリントインク）の削減が本研究開発の課題であった。

染色プロセス等の環境負荷低減を目標とした、排水浄化、有害物質削減プロセス等の開発を高度化目標とする。課題を解決するため、岩村教授らが研究開発した「加熱水蒸気連続油分回収装置」の技術を用いて、織染加工場で多量に発生する未使用プリントインク（油分含有廃棄物）から、ほぼ定量的に純正ターペン（灯油）として分別回収できることが研究室レベルで実証確認された。

そこで、ラボ小試験機を用い、更に実験研究を行い、そのデータをもとに、0.2ト/分の処理が可能な装置能力の理論化、加熱水蒸気発生装置の開発、高温連続運転による装置の安全性、設備の摩耗（機械的腐食）、引火等による爆発防止等の検討と対策を行い、今回、この実用装置を製作し新装置の実用化研究を行う。

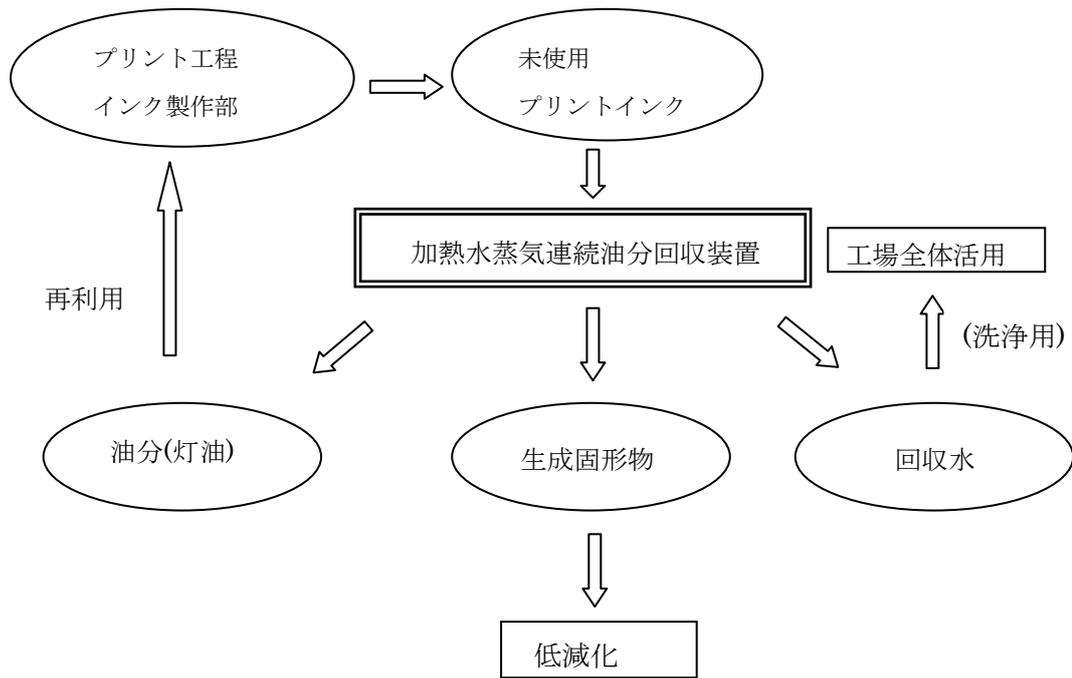
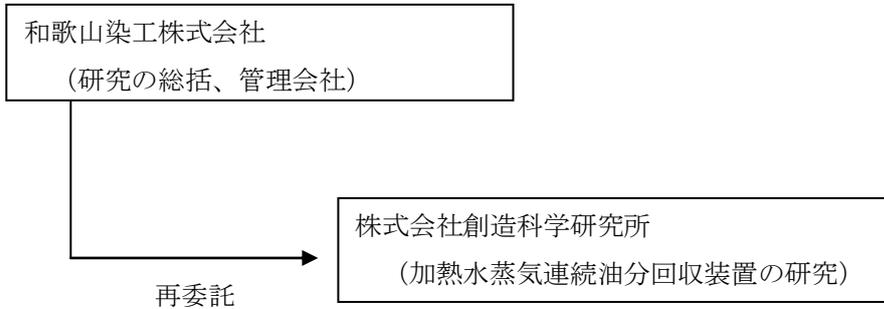


図 1.1.2 本研究 油分回収システム

また、本装置を用いて未使用プリントインクを回収し再利用を行い産業廃棄物の削減、廃水処理負荷の低減化及び産業廃棄物処理から発生するCO₂排出量の軽減化を研究目標とした。

1. 2 研究体制

1. 2. 1 研究組織、管理体制



1. 2. 2 研究実施場所

機関名	住所
和歌山染工株式会社	和歌山市納定3番地
株式会社創造科学研究所	大阪府八尾市美園町4丁目70番地3

1. 2. 3 研究者氏名

氏名	所属	役職
水山 圭三	和歌山染工株式会社	生産本部 副工場長
高橋 史明	和歌山染工株式会社	営業技術担当 取締役
森脇 和彦	和歌山染工株式会社	施設部部長代理
酒田 勝也	和歌山染工株式会社	技術研究部主任
岩村 淳一	株式会社創造科学研究所	取締役

山名 未早紀	株式会社創造科学研究所	研究開発員
高橋 大樹	株式会社創造科学研究所	研究開発員

1. 2. 4 協力者

氏名	所属	役職
杉浦 渉	大阪教育大学	講師

1. 2. 5 連絡窓口

水山 圭三	和歌山染工株式会社	生産本部 副工場長
	TEL 073-471-5152 FAX 073-471-5158 E-mail : mizuyama@wsk.co.jp	
岩村 淳一	株式会社創造科学研究所	取締役
	TEL 0729-98-4364 FAX 0729-91-3511	

1. 3 研究成果の概要

1. 3. 1 実証装置の開発

「加熱水蒸気連続油分回収装置」を設計し、和歌山染工（株）に設置した。その後運転を続けながら、加熱用フレキシブルチューブと蒸気配管のジョイント部分に蒸気を送り水分溜りが発生することなく、完全な絶縁性を確認した。まず、蒸気 3 k g 圧と高温（5 0 0℃）に耐え得る発熱体フレキシブルチューブの作成及びこの加熱装置と攪拌分離装置との過熱水蒸気接続部材（フランジ）の検証を行い、電気絶縁性を有する特殊セラミックを使用することで、高温、高圧蒸気対応できる加熱機と攪拌分離装置との接合を完成した。

次に、油分分離機の運転を行い、未使用インクの特性を把握し改良を加え、スクリー部の高温連続運転を可能とした。

また、コンデンサー部出口に排風装置を設置し、凝縮液体を効率的に排出ことが出来た。

未使用インクを「加熱水蒸気連続油分回収装置」に投入し、回収システムの自動運転を実施した。この結果、装置能力の理論化（処理量、処理温度、蒸気量）の適性設定を確認し、反応槽の実証機規模での高温連続運転による装置の安全性（化学的腐食、Corrosion）、設備の磨耗（機械的腐食、Erosion）、引火（暴発防止）の確認試験の結果すべて良好であることを確認した。

1. 3. 2 回収率の向上、回収成分の検証（品質特性）の開発

油分（ターペン）の回収率 9 5 % を目標にし、今回ほぼ定量的に回収できた。回収熱の影響も受けず、油分（ターペン）の品質劣化はなく、再利用に充分活用できる品質が確保された。

1. 3. 3 再利用の成果確認

（1）回収された油分の適性試験

回収油分（ターペン）は、ガスクロマトグラム分析及びプリントテスト結果より再利用可能であることを確認した。

（2）回収水分の適性試験

水質分析結果より、工場内での洗浄水として再利用可能であることを確認した。

1. 3. 4 未成果（残課題）

（１）長期連続運転による実証機の安全性、耐久性の確認

今回の研究期間中だけでは、まだ実用的な長期連続運転に耐える安全性、機械耐久性が確認できず今後の課題となった。

（２）固形残渣の低減化

回収された残渣は軽減化ができたが、研究終了時点では、含水率が84%であり、更に低減化を進める必要がある。

（３）回収水の水質分析と工場内再利用

回収水は工場内一般染色用設備の洗浄水として再利用可能であるが、回収水の成分は染色用水としての最終適性判断が得られず、今後の課題となった。

（４）織染加工場の未使用プリントインク回収による環境負荷低減化

染色工場における排水処理後の水質向上は、期間変動（時系列変動）に関する各データの収集が短期間にできず、明確な要因分析が未達となった。引続きデータの集積を実施する必要がある。

第2章 本論

2. 1 はじめに

当該分野で用いられるプリントインクの多くはターペン¹⁾を含有した水溶性エマルジョンである。それらのプリントインクには21%のターペンが配合されている。

プリントインク使用に当たって約10%の未使用プリントインクが発生する。これらは現在そのまま廃棄処分されているのが現状である。本装置はこれらの廃棄物から効率よくターペンを回収することを目的としている。市場における処理装置で得られる回収油分はエマルジョンオイル²⁾・エマルジョン状態で存在して、商品価値が低く、製造時に時折爆発する事故を伴う。事故を未然に防ぐためには、装置の中で起こる化学的・物理的变化を十分に把握する必要がある。そこで本事業を実施するに当たって検証段階を2つの予備実験及び実証装置の開発を3段階で行い、その安全性、経済性、社会貢献度について検証した。

1) ターペン：灯油留分

2) エマルジョンオイル：油分と水分が懸濁(Suspension)状態で存在しているのが一般的着色(濃い灰色)、透視度が極めて悪い(透視度1以下)

2. 2 回分(バッチ)式による安全性と物質収支の検証装置

2. 2. 1 装置内の可視化による検証

図2.2.1の本事業概念図に沿って、パイレックス製ガラス容器を用いてPhot2.2.1の装置を構築した。

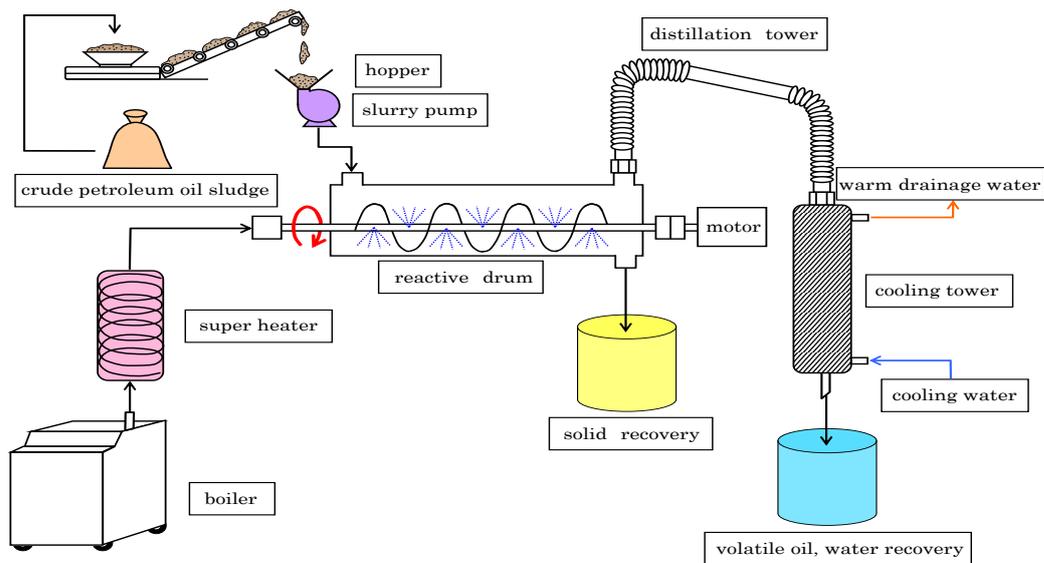
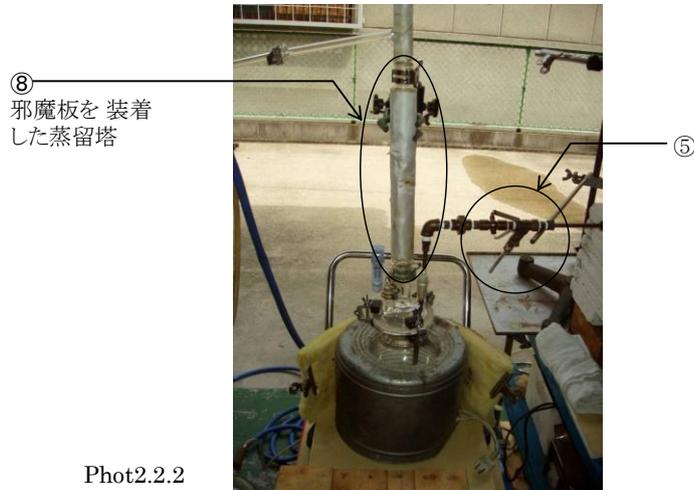


図 2.2.1 本事業概念図



Phot2.2.1 回分式試験機

- | | |
|-----------|-----------|
| ①:ジェネレーター | ⑥:蒸気投入ノズル |
| ②:変圧器 | ⑦:ガラス容器 |
| ③:過熱器 | ⑧:蒸留塔 |
| ④:絶縁部 | ⑨:冷却管 |
| ⑤:温度確認ノズル | |



Phot2.2.2

2. 2. 2 検証

パイレックス製セパラブルガラス 1L 容器(以下, 容器)にプリントインク廃棄物 100g を秤込み, 一方, Phot.2.2.2 の過熱蒸気バイパスより所定の温度である 300℃, 500℃ の蒸気温度を確認した後, 容器内に過熱蒸気を導入し検証を実施した。

300℃	実験 No.	I	II	平均	
処理条件	ジェネレーター圧力 (Mpa)	0.3	0.3	0.3	
	電流 (A)	15.1	15.0	15.1	
	電圧 (V)	50.5	51.1	50.8	
	処理時間 (min)	10.0	10.0	10.0	
	冷却水流量 (l/min)	5.2	5.2	5.2	
500℃	実験 No.	I	II	III	平均
処理条件	ジェネレーター圧力 (Mpa)	0.30	0.30	0.30	0.3
	電流 (A)	20.10	20.00	20.00	20.0
	電圧 (V)	65.2	66.1	65.9	65.7
	処理時間 (min)	15.0	15.0	15.0	15.0
	冷却水流量 (l/min)	5.2	5.2	5.2	5.2

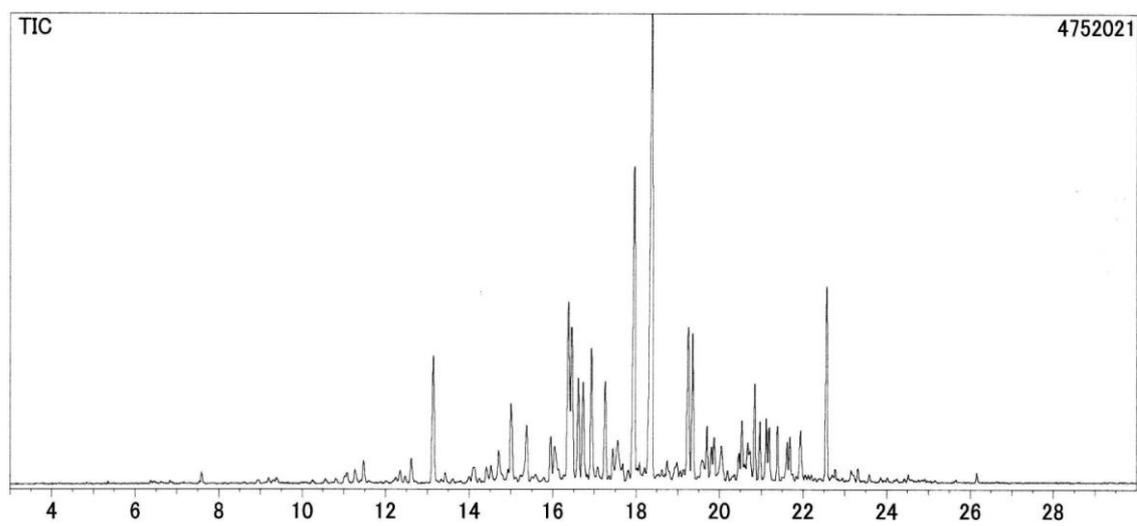
2. 2. 3 結果

導入蒸気温度 300℃, 500℃の結果を結果 1, 2 に示した。

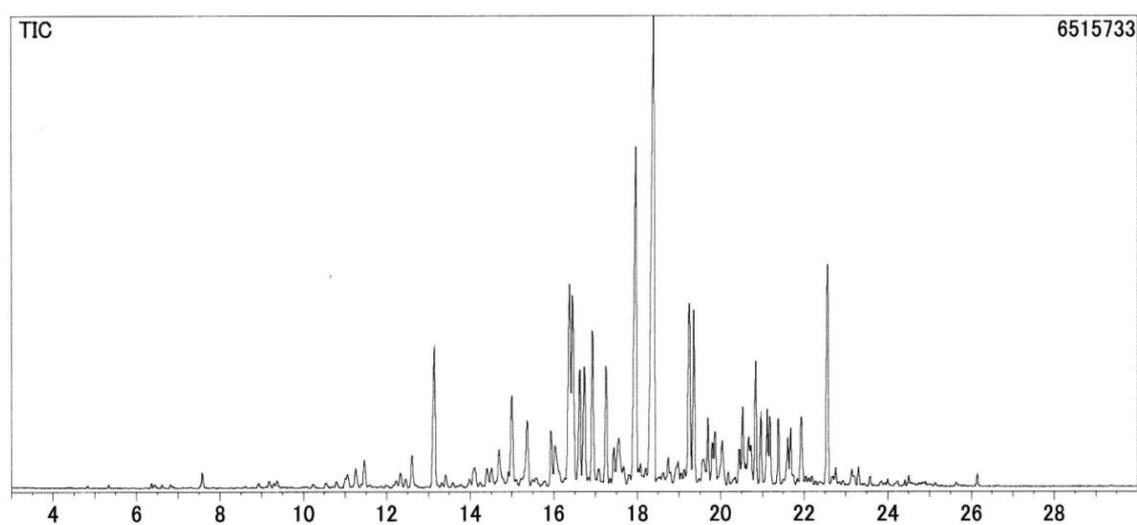
結果 1 処理温度 300℃

処理結果	実験 No.	I	II	平均
	処理サンプル量 (g)	100.3	100.3	100.3
	釜残渣 (g)	36.6	36.1	36.4
	回収オイル (g)	21.1	21.6	21.3
	回収水 (g)	671.9	632.4	652.2

- ・回収油分（ターペン）(GCMS-QP5050：株式会社島津製作所)



回収油分（ターペン）のガスクロマトグラム



オリジナルターペンのガスクロマトグラム

解析結果を下図に示した。

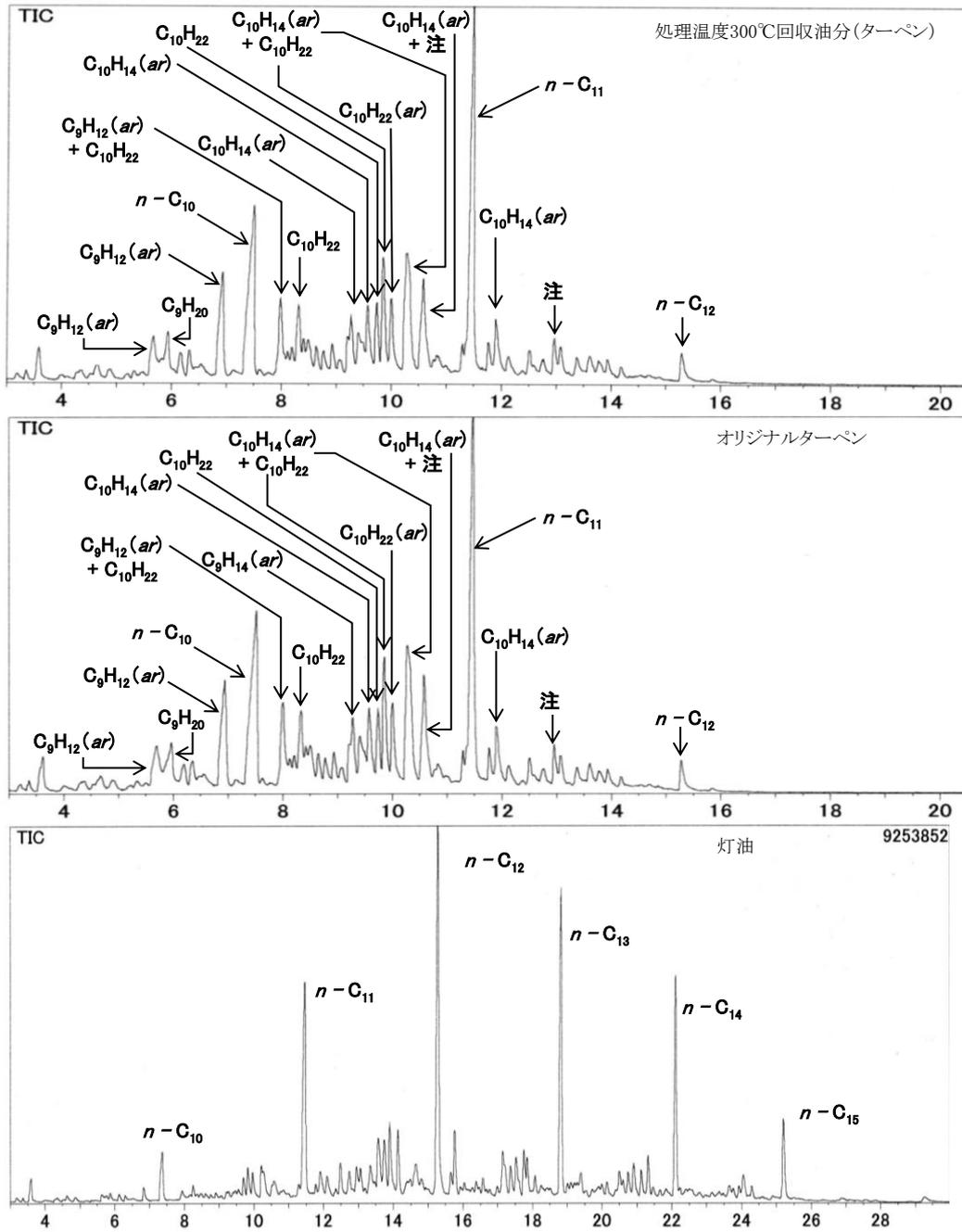


図 . 解析結果

・回収水の分析

pH：9.1 (pH メーター：東亜電波工業株式会社)

色度：32(超純水を 0 とする場合) (DR-2000：HACH)

濁度：4(超純水を 0 とする場合) (DR-2000：HACH)

・回収水の無機成分の分析 (PIA-1000：株式会社島津製作所)

測定イオン	Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
検出量(ppm)	検出せず	検出せず	痕跡	検出せず	検出せず	検出せず

・回収スラッジの有害物質(ICPM-8500：株式会社島津製作所)

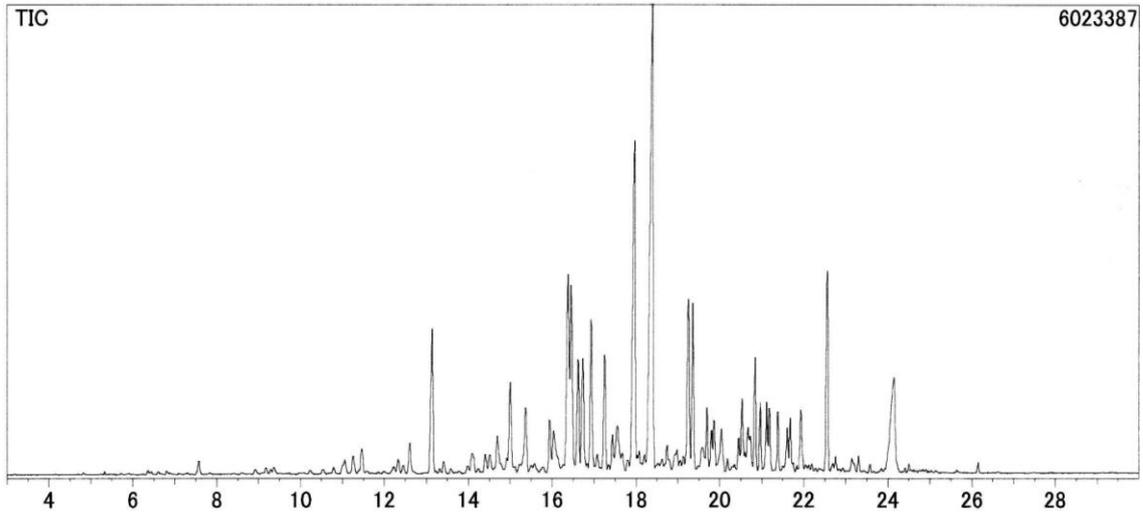
元素名	B	Al	Cr
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Mn	Fe	Cu
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Zn	As	Se
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Cd	Sn	Hg
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Pb		
測定濃度(ppm)	検出限界以下		

※ 検出限界とは規制値の 10 分の 1 を示す。

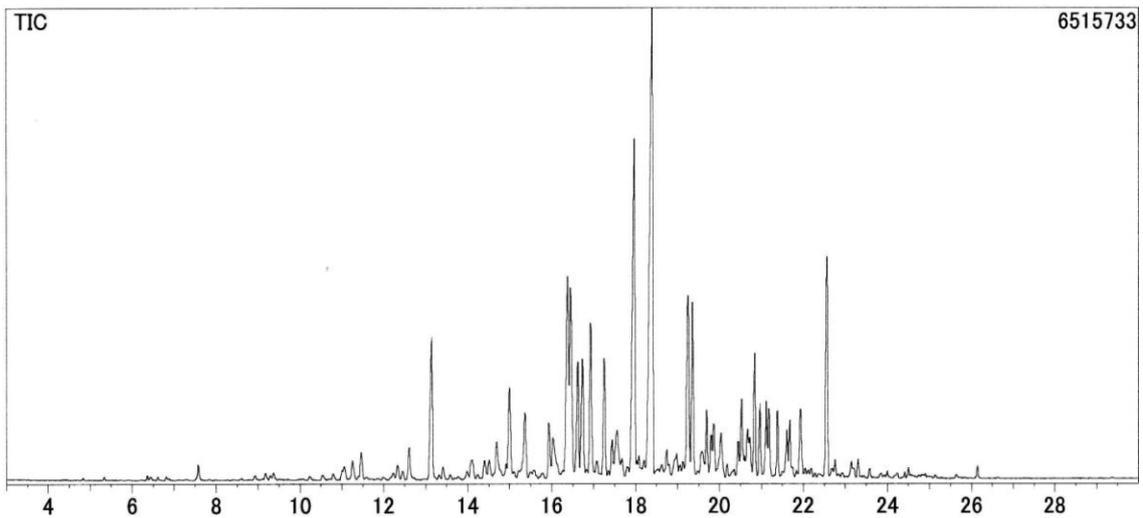
結果 2 処理温度 500℃

	実験 No.	I	II	III	平均
処理結果	処理サンプル量 (g)	100.4	100.1	100.3	100.3
	釜残渣 (g)	9.1	6.9	6.5	7.5
	回収オイル (g)	22.5	20.7	21.9	21.6
	回収水 (g)	938.0	945.7	982.6	955.4

- ・ 回収油分（ターペン）の分析（GCMS-QP5050 分析：株式会社島津製作所）



回収油分（ターペン）のガスクロマトグラム



オリジナルターペンのガスクロマトグラム

- ・ 回収水の分析

pH : 9.2 (pH メーター : 東亜電波工業株式会社)

色度 : 128(超純水を 0 とする場合) (DR-2000 : HACH)

濁度 : 24(超純水を 0 とする場合) (DR-2000 : HACH)

- ・ 回収スラッジの有害物質の分析 (ICPM-8500 : 株式会社島津製作所)

測定イオン	Li	Na	NH4	K	Mg	Ca
検出量(ppm)	検出せず	検出せず	痕跡	検出せず	検出せず	検出せず

・回収スラッジの有害物質

元素名	B	Al	Cr
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Mn	Fe	Cu
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Zn	As	Se
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Cd	Sn	Hg
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Pb		
測定濃度(ppm)	検出限界以下		

※ 検出限界とは規制値の10分の1を示す。

2. 2. 4 考察

予測通り蒸留塔のみ(ストレートパイプ)では管壁をつたわってカーボン様の物質の移動、飛沫が観察され留出油分、回収水に着色が認められた。これが一般的な乾留¹⁾あるいはロータリーキルン²⁾等から得られた油分がエマルジョン化する要因であり、内容物もしくはカーボン様物質が飛沫して留出を阻害して爆発事故につながる。この現象に対する対応は必要不可欠な条件である。突出蒸気と容器との近接したガラス面に腐食が観察されたことも重要で、本試験では蒸気突出ノズルと容器の距離を約2cmして試験を行った。また蒸留塔に邪魔板を設けて実施した。本試験において300℃条件下では回収油分・水分はいずれも無色透明な液体であり、回収固形分はやや柔らかい固形分であった。一方、500℃条件下では回収水分は無色透明な液体として得られたが、回収油分は淡い黄色の着色が認められ、回収固形分中の含水量は13.3%、300℃のそれは73.0%であった。ターペン配合比21%とした時の300℃における回収率は21.3%、500℃のそれは21.6%で、定量的に回収された。また500℃の増回収率は、クラッキングの関与を示唆している。

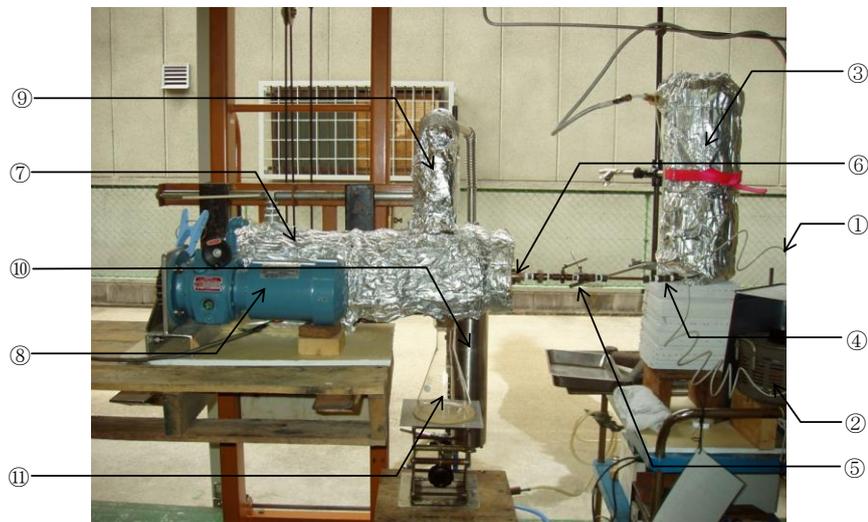
<脚注>

- 1) 乾留：固形有機物を無酸素下で熱分解する操作。例えば、松の根茎を乾留して松根油を製造する。
- 2) ロータリーキルン：回転式の炉中で無酸素状態で加熱し、乾燥、焼却などの処理をする。

2. 3 連続(コンティニアス)式により, 連続性, 安全性・物質収支, 回収油分・水分の品質検証

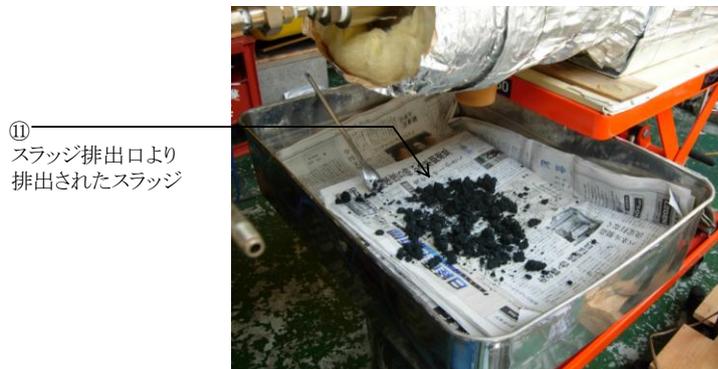
2. 3. 1 連続装置

先に示した概念図(図 2.2.1)に沿って2. 2. 4の考察を踏まえ構築されたのが Phot2.3.1 である。冷却器は蛇管式のものでは対応が出来なかったため, 多管式冷却管を用いて冷却し, 冷却塔にはフレキシブルパイプを用い, 空冷部分での冷却にも配慮した。



Phot2.3.1 連続式試験機

- | | | |
|-----------|---------|------------|
| ①:ジェネレーター | ⑥:蒸気投入口 | ⑪:回収スラッジ受け |
| ②:変圧器 | ⑦:分離機 | |
| ③:過熱器 | ⑧:モーター | |
| ④:絶縁部 | ⑨:蒸留塔 | |
| ⑤:温度確認ノズル | ⑩:冷却管 | |



Phot.2.3.2 スラッジ

2. 3. 2 検証

下記の条件下で検証を実施した。

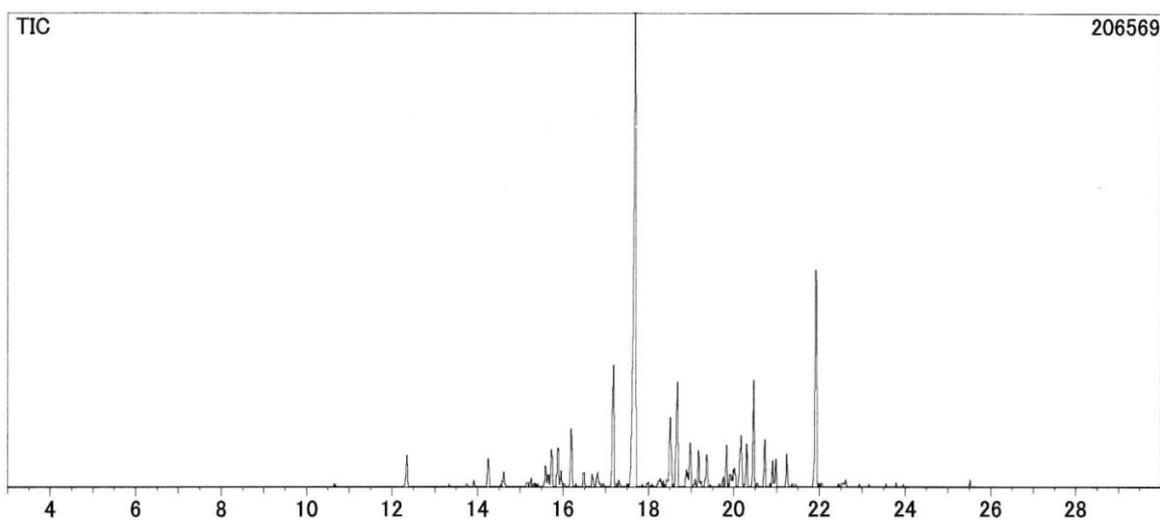
処理温度(°C)	500
処理時間(min)	60.0
ジェネレーター圧力(MPa)	0.3
電流(A)	20.0
電圧(V)	66.4
冷却水流量(L/min)	2.6~3.0

2. 3. 3 結果

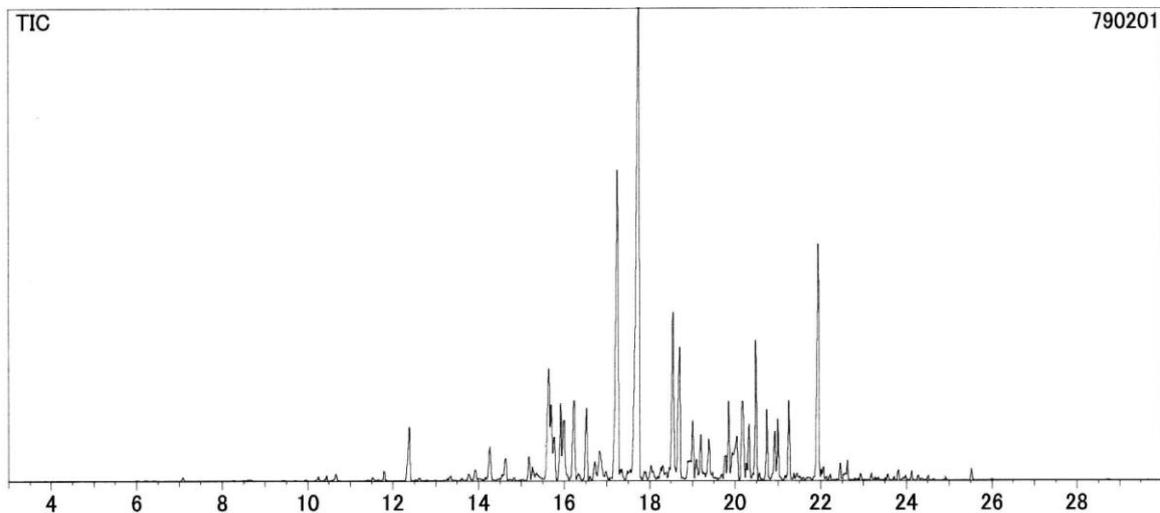
導入蒸気温度 500°Cの結果を結果 3 に示した。また、回収スラッジについては phot2.3.2 に示した。また、得られた回収ターペンを用いた染色試験結果は別の章で述べる。

結果 3

・回収油分（ターペン）の分析（GCMS-QP5050 分析：株式会社島津製作所）



回収油分（ターペン）のガスクロマトグラム



オリジナルターペンのガスクロマトグラム

2. 3. 4 考察

処理温度 300°C 処理で得られた油分、回収水、回収スラッジは良好であった。500°C 処理では油分には若干の着色が認められたが許容される範囲で、プリントテスト結果からもオリジナルターペン、回収ターペンを用いた場合に有意差は認められなかった。また、回収水、回収スラッジも良好であった。

処理後の安全については、300°C 処理において問題は生じなかったが、500°C において蒸気、加熱装置が停止した状態では発煙が認められ、自然発火の危険性を有していた。蒸気を継続しながら、装置内の対象廃棄物（未使用プリントインク）を出来るだけ排出し、装置内温度を 300°C 以下にした後に停止する必要がある。この現象は装置を拡大する上で極めて重要である。これらのことから、実証装置においては処理温度が 500°C 以下で 95% 以上の回収率が得られる低い処理温度が必要である。また、装置のスケールアップにしたがって、加熱部の絶縁トラブルがあった。

2. 4 加熱水蒸気油分回収実証試験装置の開発

2. 4. 1. 基本仕様

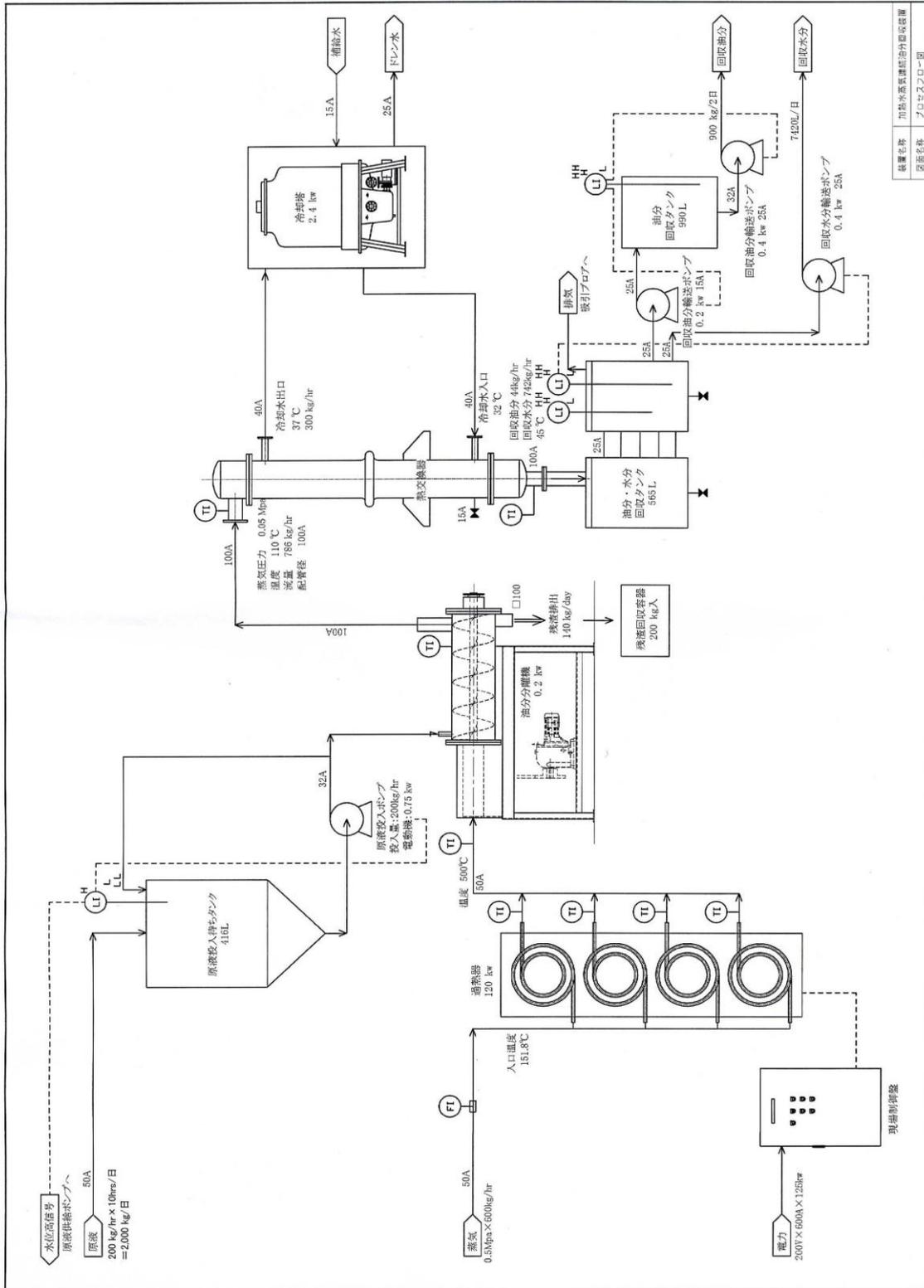
本システムは織染加工（染色加工）で使用する油分（灯油）をその他の廃棄物と高効率で分離し、再利用することによって、産業廃棄物の発生を大幅に削減することを目的とした油分回収システム実証機の基本的な仕様はつぎのとおりである。

計画条件

- ・原液（油分含有廃棄物）発生量、成分
発生量：2,000Kg/日（比重1.0）
成分：灯油 20wt%
残渣 80wt%（水、アルギン酸ソーダ他）
- ・処理量
200Kg/時
- ・灯油回収率
95wt%以上
- ・運転時間
Max10時間/日
- ・ユーティリティ
電源：AC200V×650A, 3相、60Hz
蒸気：0.5Mpa×600Kg/時
工業用水：0.1Mpa×20L/分
- ・設置場所
屋外

また、本装置は、取り扱う油分（ターペン）が危険物第4類第2石油類に属するため、少量危険物取扱装置となる

2. 2, 2. 3の結果, 考察を配慮し, 作製したのが図 2.4.1 フローチャートであり, それによって構築, 設置されたのが Phot.2.5.1 である。



装置名称 加圧水蒸気凝結油回収装置
 図面名称 プロセスフロー図

図 2.4.1 連続油分回収装置フローチャート

2. 4. 2 検証

低い条件から検証を実施した。

加熱部：350℃，処理部：300℃，原料送液：27.3kg/hr(15Hz)，35.2kg/hr(20Hz)，シャフト回転数：0.26rpm(30Hz)の条件下で検証した。この時の揮発油分回収量はそれぞれ 5.73kg/hr(15Hz)，7.39kg/hr であり，目標回収量は 39.9kg/hr(200kg/hr 時の理論回収量は 42.0kg/hr)であった。

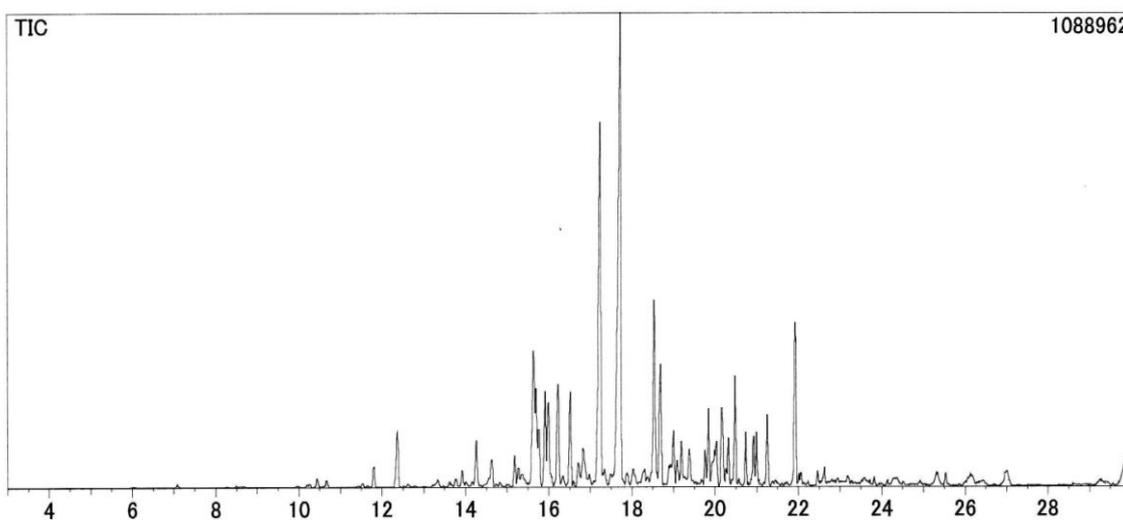
処理条件

原料投入 (Kg/H)		27.3	35.2
処理温度(℃)	過熱部	350	350
	油分分離機	300	300
シャフト回転数(rpm)		0.26	0.26
ジェネレーター圧力(MPa)		0.2	0.2

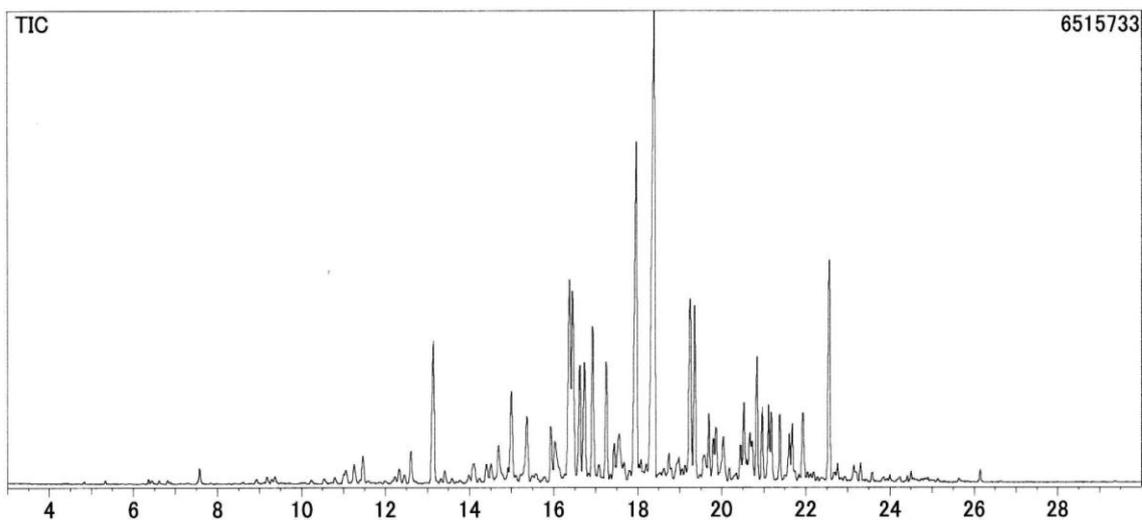
2. 4. 3 結果

今回の低条件下での揮発油分回収率は、ほぼ定量的におこなえたが、当初、200kg/Hでの処理を目標としていたため、それを考慮すると現時点の目標達成率はそれぞれ 14.4%，18.5%となる。また回収水のそれは 203.9kg/hr，200.4kg/hr であった。油分のガスクロマトグラムは下記に示し，回収水の pH，色度，濁度，回収水の無機成分および有害物質も併せて示した。また，残渣の飛沫は邪魔板を分離機出口に取り付けることにより余分な残渣成分を除外し，蒸留分のみコンデンスすることが可能となり，邪魔板出口に残渣の飛沫がなく有効的な効果が認められた。

- ・回収油分（ターペン）の分析（GCMS-QP5050 分析：株式会社島津製作所）



回収油分（ターペン）のガスクロマトグラム



オリジナルターペンのガスクロマトグラム

・回収水の分析

pH：9.0 (pHメーター：東亜電波工業株式会社)

色度：20(超純水を0とする場合) (DR-2000：HACH)

濁度：4(超純水を0とする場合) (DR-2000：HACH)

・回収水の無機成分の分析 (PIA-1000：株式会社島津製作所)

測定イオン	Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
検出量(ppm)	検出せず	検出せず	痕跡	検出せず	検出せず	検出せず

・回収水の有害物質の分析 (ICPM-8500：株式会社島津製作所)

元素名	B	Al	Cr
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Mn	Fe	Cu
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Zn	As	Se
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Cd	Sn	Hg
測定濃度(ppm)	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
元素名	Pb		
測定濃度(ppm)	検出限界以下		

※ 検出限界とは規制値の10分の1を示す。

・回収スラッジの分析（含有試験）（日本検査株式会社）

項目	単位	残渣	分析方法
熱灼減量	% (dry)	82.6	S63 環水管第 127 号
水分	%	84.0	S63 環水管第 127 号
油分(ノルマルヘキサン抽出物質)	% (dry)	0.40	S49 環境庁告示第 64 号付表 4 準拠

2. 4. 4 考察

今回、安全性の確認も兼ねて検証を実施しているため、実験現象の確認・検証が出来た。次の段階として加熱部・処理部温度、原料送液量、シャフト回転数、蒸気量(蒸気圧力)、これら最低 5 変数の条件設定を行い、的確な目標達成率を得ていく必要がある。

今後の課題として、

1. 変動要因が多変量であるため、凶解析を駆使して解を求め収率を向上させる必要がある。
2. 投入エネルギーと得られるベネフィットを増大させる必要がある。
3. 固形残渣の含水率を低減させる。
4. 10t/日の装置については新規事業展開を推進するため新たな検証が必要であるため今回の検証は極めて有効であったが、10t/日を超える量については新たな検証が必要である。そのため新たな研究共同体等を構成し検討する必要がある。

2. 4. 5 実施に関する装置の改良

(1) ランニングコストの軽減化対策

本システムの目的であるランニングコストの軽減化が求められている。初期の設計では、プラント消費電力の測定および監視ができないため、消費電力測定器を制御盤内に取り込む改造工事を実施した。その結果、プラント運転時の消費電力がリアルタイムに測定でき、ランニングコストの軽減化に寄与することが出来た。

(2) 安全性等の対策

本システムには、高温蒸気および高電圧電流を用いるため、特別な安全に関する制御システムが必要であり、制御回路に異常検知センサー等を組み込み、運転中異常が発生した場合、直ちに運転を遮断可能とした。

プラント稼働終了時、装置の運転を停止した時、分離機内に未処理原料が残存していた場合、高温機内において、乾燥油分が充満し、発火原因になると推測されるため、運転停止（プリントインク投入停止）後、アフターランを行い、機内中の未処理分を完全に処理して運転を自動的に停止させる様に改良を行った。

また、予想以上の過熱器本体及び蒸気配管等の熱によって、電線損傷し漏電するのを防止するため、電線を耐熱性（180℃）の物に変更を行った。

（3） 過熱器の電気絶縁対策

本過熱器は、水蒸気を通るパイプ自体が発熱して、加熱水蒸気を作り出すという特異的な装置であり、本研究の重要なテーマの一つでもある。

蒸気と電気一体型の特殊過熱器のため、過熱器と蒸気配管とを結ぶフランジ部の絶縁性能を確保することが極めて困難であったが、フレキシブルチューブ（発熱管）と蒸気配管のフランジ部に耐熱、耐電、耐圧材料を選択し、特殊なフランジ部の絶縁接合部を作成することで解決できた。

当初設計では、フランジ部の不具合から水蒸気漏れが発生するとともに、過熱装置本体のコイル（フレキシブルチューブ）を兼ねる蒸気配管とステンレス容器とが十分に絶縁性が得られなかった。フランジ部の変形で水蒸気漏れが発生し、パッキンが濡れて漏電の恐れが発生した。そこで、フランジ部の厚み及び径を改良し、シリコン製のOリングと遮熱の目的でセラミックリングおよびセラミックボルトを使用することで解決した。

また、本体内部のコイルは、保温および絶縁目的で耐火セメントで全体をコテ塗り施工にて覆っていたが、雨等の湿気で絶縁性が失われていることが判明。そこで耐火セメントの施工を中止し、コイルを絶縁性の耐火物性コイル支持材で挟む改良を行い、問題を解決した。

しかし、改良したフランジ部においても、Oリングとフランジ部の間に水蒸気が溜まり絶縁性が損なわれる時がある。今後、長期連続運転を実施する場合、より絶縁性が高く、より耐熱性があるパッキン等の素材改良、設計の見直しが必要と考えられ、今後の課題となる。

（4） 和歌山消防署の指導による仕様変更改造工事内容

本プラントで取り扱う油分が、第4類第2石油類に属するため、本機械装置が少量危険物取扱装置であり、和歌山消防署からの指導のもと、プラント内タンク総容量1,000L未満に改造する工事が必要となった。そのために、原料待ちタンクと油分・水分回収タンクの容量を変更した。

（5） 分離機内の耐熱性

過熱器で350℃まで高温となった加熱水蒸気は、分離機内で未使用プリントインクを攪拌するスクリー部から放出する。そのため、スクリー部には、連続運転するために、耐熱性と強度が非常に求められる。材質を当初SUS304に選定し研究を行ってきたが、より耐熱性のあるSUS310Sの素材での効果を確認する必要性があ

る。そこで、SUS310S 製のスクリーを用い耐熱、耐久性の研究を行った。一定の効果を確認するためには、より長期な連続運転が必要であり、今後の課題となった。

2. 5 加熱水蒸気油分回収実証試験装置の設置図及び写真

2. 5. 1 設置図及び写真

配管ルート図及び、配置図を図 2.5.1 に示す。設置設備の写真を Phot.2.5.1、Phot.2.5.2 に示す。

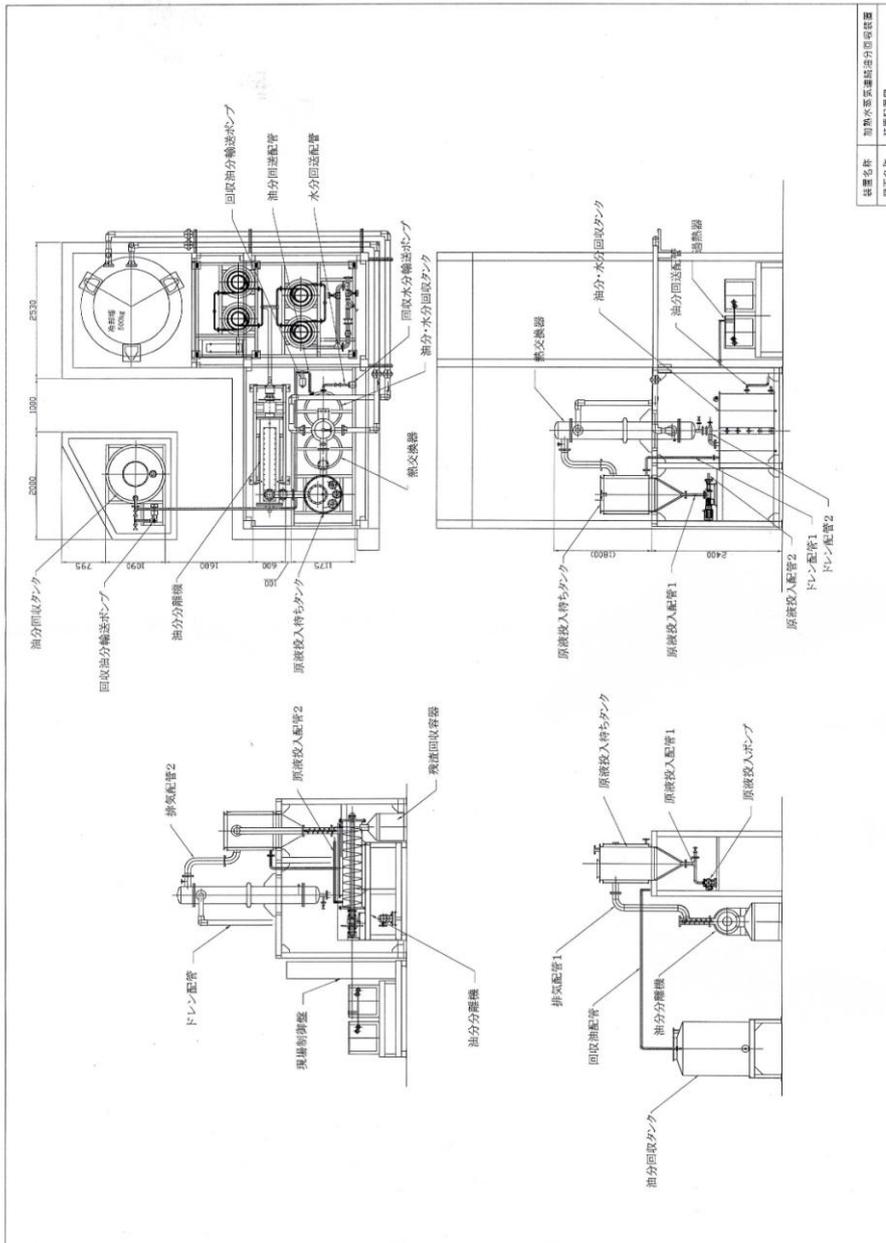


図 2.5.1 実証機の配置図、配管図

Phot.2.5.1 実証機全景 1



Phot.2.5.2 油分分離機



2. 6 織染加工場で水蒸気連続油分回収装置の実証機の検証ならびに回収した油分、水分、残渣の再利用課題への対応

2. 6. 1 実証機を織染加工場にて検証を行うためシステムの構築と回収された物質の再利用適正試験実施

(1) 回収再利用システムの構築

未使用インクの回収、実機から回収された物質を工場内で効率よく再利用できるためのシステム構築の設計を実施した。

織染加工場のプリント部からの発生する未使用プリントインクは、粘度 4,000～8,000 c p s、水分 70%前後、油分21%である。これをプラントまで、パイプラインで搬送させるのに十分な物性であると考えられたので、パイプラインによる搬送テストを行い、これが実証された。1.5Kwギアポンプで、未使用プリントインクが流速300L/Hで搬送できた。

油分回収装置によって分別されるターペン(油分)、水分、残渣固形物であるが、まず油分は、プリントインクに再利用することが目的であるため、一旦、回収されたターペン(油分)は、990KLの油分回収タンクで貯蔵し、各プリント部までパイプラインによって搬送するのが最も適切である。次に、水分であるが2.4.4で述べるように、工場で一般染色用設備の洗浄水として使用可能レベルであることが確認された。また、固形残渣は、本研究によって、廃棄物の排出量の低減化という目標は達することができたが、今後、ゼロエミッションを達成するためには、炭素化による固形燃料等への転用の研究が必要である。

上記、述べた様に、未使用インクの回収および分離された油分、水分は、パイプラインで効率的に目的に応じて十分搬送することができるレベルである。ただ、固形残渣物に関しては、引き続き研究が必要である。

(2) 回収油分(灯油)が、再利用インクとして使用できる品質が必須であるので、回収油分(灯油)とオリジナル灯油との関係を分析し対応する。

・回収油分の純度は、キャピラリカラムを用いてのガスクロマトグラフィー・質量分析計(GC・MS)による各成分の定量分析を行った。

結果は、2.4.4の分析結果より、問題がないことが確認できた。

・回収油分(灯油)を用いた再生インクとオリジナルインクが同品質であるために、織布を用いたプリント試験を実施した。

結果は、回収ターペンとオリジナルターペンと使用して、プリントインク作成しプリント試験を実施した。色比較を図 2.6.1 に示す。結果より、色の差は全くない。



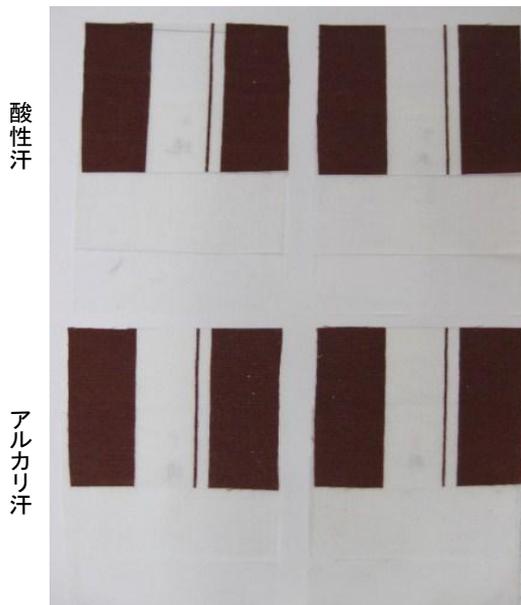
図 2.6.1 回収ターペンのプリント比較

・再生インクでプリント加工した製品の品質性能を分析する。プリント試験布の堅牢度試験(乾湿摩擦試験、汗試験、塩素処理水試験)を実施した。

結果は上記プリント物の品質試験である堅牢度試験(乾湿摩擦試験、汗試験、塩素処理水試験)を行った結果、全く、回収ターペンを使用したプリント物でも問題がないことが確認できた。

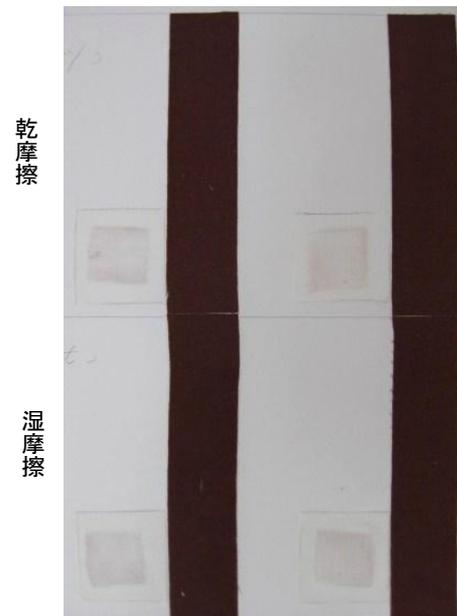
汗に対する堅牢度試験
(JIS L 0848)

ターペン 回収ターペン



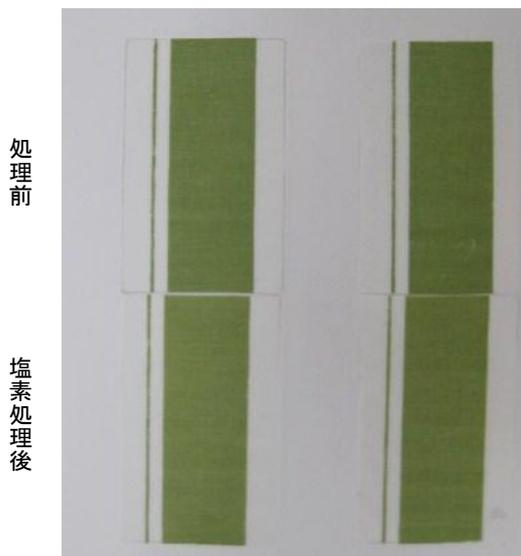
摩擦に対する堅牢度試験
(JIS L 0849)

ターペン 回収ターペン



塩素処理水に対する堅牢度試験
(JIS L 0884 A法)

ターペン 回収ターペン



判定結果

			ターペン	回収ターペン
汗 試験	酸	汚染	3-4級	3-4級
		変退色	5級	5級
	アルカリ	汚染	4級	4級
		変退色	5級	5級
摩擦 試験	乾	汚染	3級	3級
	湿	汚染	3級	3級
塩素水 試験		変退色	5級	5級

(3) 回収水分を織染加工場で再利用するため、品質を分析し、再利用可能な工程への解析と品質への対応を行う。

工場内に適する (PH6～8) の工業用水に準ずる値を確保(回収水の PH 測定、硬度測定等の分析)、および品質改良 (PH 調整、不純物の除去等) の検討を実施した。

結果は、2. 4. 4 の分析結果より、問題がないことが確認できた。

2. 6. 2 織染加工場の未使用プリントインク回収による環境負荷低減化課題

未使用プリントインクを回収した以後の織染加工場の環境負荷への影響調査を実施したが、回収量が実排水処理に対して極めて少量であり、排水処理場における薬剤使用量・スラッジ排出量・COD値・吸光度分析等による分析から排水処理施設負荷への影響は検証不可となった。環境負荷軽減化の検証は長期間回収後に判明するものと推測される。

第3章 全体総括

3. 1 研究成果

現在、油分回収は各分野で各種の方式が実施、発表されている。これら既知の油分回収装置は、減圧法、高温加熱法（乾溜法、ロータリーキルン法等）が知られているが、これらの現行方式は、回収オイルの成分が安定しにくいこと、残渣が高水分で排出されることにより、2次処理が必要となる。そのため、燃料消費による二酸化炭素の発生や、これに要するコストの増大も予想される等デメリットがある。

本研究開発では、従来型の欠点を排除しつつ、過熱蒸気の高効率活用により高純度の油分回収が達成できた。また、CO₂、経済性、安全性等の課題に対して、純正オイル回収可能な本研究開発システムは、現行システムに比較して優位なシステムが構築され、今後の新規ビジネスの展開において有望であることが確認された。

3. 2 開発後の課題

岩村教授が開発した特許技術を活用し各装置を設計・開発・設置し運転条件の設定を行うことで新たな技術の蓄積が得られた。しかしながら、本システムの運転実績が短期間であり、異分野における処理対象廃棄物への対応に関しては実証されていない。このため、本開発後は今後更に長期運転による検証が必要であり、本開発システムの異分野への市場拡大展開に注力すべきである。

開発後の課題として、本開発システムにおける更なる装置の安全性確保及び回収効率の向上・ランニングコストの削減が挙げられる。これらの課題は、処理対象廃棄物の成分に対応可能な新システムとして新たな条件設定が必要となる。特に、制御システム（蒸気・電気漏れ防止への検知装置の検証）を含む全システムの完全自動化およびゼロエミッションの最終目標に向けて更なる開発努力が重要と考えている。

3. 3 開発後の事業展開

今後、新規分野業態毎の市場調査を行うと共に実証試験を実施し、新規事業化を展開する。

本開発システムの同一線上にある下記の項目毎に、以下に示す新規事業の開発を目指す。

①クリーニング分野では灯油，ガソリン油，*n*-デカン等が使用され，それらのスラッジから洗浄溶剤を回収する。

②工業分野においては，焼き入れ時の洗浄油スラッジから洗浄油の回収，種々の洗浄油スラッジから洗浄油の回収を行う。

③石油分野では，オイルサンド，原油スラッジからの揮発油分を回収する。

特に、原油スラッジにおいて、日本が輸入している原油は高品質で、かつ原油洗浄するためスラッジに含有されている揮発油は約5%程度といわれている。一方、韓国等アジア地域においては低品質原油を輸入し、かつ原油洗浄しないため原油タンク1基(10万kl)あたり2,600tのスラッジが発生し、スラッジに約15%の揮発油分が含有している。これら原油スラッジから油分回収を行うためには、処理能力が10t/hという大規模な加熱水蒸気連続油分回収装置が必要となる。

今回の研究で、0.2t/hの処理能力をもつ加熱水蒸気連続油分回収装置を用いたシステムが実用化されると、クリーニング業界に望まれる小規模な装置(0.1t/h)はもちろんのこと、原油スラッジから油分回収を望まれる大規模な装置の実用化まで可能性がある。

本開発事業システムの販売に関しては、織染工場のみならず上記の各分野以外での固形分もしくは水分と揮発油分が混在するような油分含有産業廃棄物にも適用できるため、油分回収を望んでいる業界が多く存在している。新事業としての拡大はさらに有望である。