

ケーキレス型巡回式クロスフローを用いた切削排液の油水分離

研究代表者 東海国立大学機構 岐阜大学 大学院工学研究科 准教授 小林 信介

1. はじめに

機械加工においては、加工製品の潤滑・冷却、また工具摩耗抑制のため、切削剤が用いられている。切削剤は、使用用途に応じて特徴や性能、含まれる化学物質は大きく異なるものの、一般的に鉱物油や水、界面活性剤、そして防腐剤などが含まれており、使用後の切削排液は各種切削剤に加えて、切削くずが混合された状態で排出されている。そのため、放流前には排液処理が必要不可欠となっている。

現在、切削排液は、焼却処理、蒸留、化学処理や生物処理などの処理が施された後、廃棄、あるいは放流されている。焼却処理は、現在事業化されている処理方法の中で最も簡便な処理方法であるため広く用いられているものの、莫大なエネルギーを要するとともにCO₂発生量が多い。蒸留処理においては、切削剤の分離・リサイクルが可能ではあるものの、分離に要するエネルギー消費が大きいという課題がある。現在は様々な環境基準を満たす必要があるため、化学的処理による凝集分離と生物的处理を組み合わせた排液処理が行われている。しかしながら、排液処理後には汚泥処理が必要なことや、排液には凝集困難な物質や生物分解が困難な成分も含まれており、処理の安定性や運転管理上の問題も少なくない。また、近年ではポリオキシアルキレングリコール（POA）等の合成油脂を主成分とする次世代型切削剤も開発されており、耐腐食性や耐久性は従来型の天然油脂に比べて優れている反面、合成油脂の凝集性は乏しく、また生分解性が低いため化学処理や生物処理など、従来の排液処理技術の適用が困難となっている。そのため近年では従来の処理方法に加えて、電場やマイクロバブルを利用した高度処理技術が再提案されており、実用化に向けた開発も進められている。

一方、エマルジョンの分離においては、熱や化学物質を加えない膜を用いた技術開発も進められ、商品化されているエマルジョンの分離装置も少なくない。超極細の繊維フィルターを用いたコアレス分離技術は、精密膜分離とは異なる原理で水溶液中にミクロンサイズで分散するオイルミセルを高効率、かつ比較的簡便に分離可能であることから既に多くの現場で用いられている。しかしながら、界面活性剤が混入した乳化液の処理においては化学物質の添加が必要とされている。セラミックスフィルター等の膜を用いたクロスフロー分離技術も近年は排水処理への適用が進められており、親水性膜やセラミックフィルターを用いて水や油、微粒子が効率的に分離可能であることが報告されている。クロスフロー分離技術の中には、ケーキ成長抑制効果や分離率に優れた巡回式のクロスフロー技術も開発されており、様々な固液分離に適用され、一般的なクロスフロー分離に比べて速い分離速度が得られることで注目を集めている。そのため、研究者らは水と油が混合したエマルジョンの分離に巡回式クロスフロー分離技術を適用し、水と油、さらには微粒子な

ど、様々な物質が混合する切削排液の巡回式クロスフローによる分離を行い、エマルジョン循環流量やフィルター目開きなどの分離条件、切削排液の種類が油水分離速度や分離率に与える影響について評価を行ってきた。その結果、前報¹⁾においてエマルジョン流量を増大させるとともに、フィルター部の圧損が増大し、透過流束も増大する傾向が見られ、またエマルジョン種も透過流束に大きな影響を与えており、初期粘度が高いエマルジョンほど透過流束が小さくなる傾向が見られた。さらに、フィルター目開きも透過流束に大きな影響を与えており、フィルター目開きが大きいほど透過流束は大きくなったものの、分離率についてはエマルジョン流量やエマルジョン種、フィルター目開きに関わらず、99%以上の分離率が得られることを明らかにした。巡回式クロスフローは、従来のクロスフローに比べて分離速度は速く、分離効率も高い点で大きな利点があることが明らかとなったものの、実用化のためにはさらに速い透過速度を実現する必要がある。

そこで本研究は、巡回式クロスフローによる油水分離技術を実用化するため、ろ過速度の向上を図った。上述したようにフィルター目開きは透過流束に大きな影響を与える一方で、分離率に大きな影響を及ぼさないことから、透過流束向上のため、これまで用いていた1.2および2.5 μm のフィルターに対して、目開き10 μm のフィルターを用いて分離実験を行うとともに、大きなエマルジョン循環流量で運転可能なポンプを用いて分離実験を行った。

2. 実験装置および実験方法

2. 1. 小型巡回式クロスフロー実験装置によるエマルジョン分離実験

小型巡回式クロスフロー実験装置を用い、エマルジョン種や流量などの分離条件を変化させ、分離条件が分離速度や分離率に与える影響について評価を行った。Fig.1 に切削排液（以下、エマルジョンという。）の油水分離に用いた巡回式クロスフロー装置概略図を示す。装置はエマルジョンタンク、渦巻きポンプ、巡回ロッドを内挿した円筒形中空セラミックフィルター、流量計および圧力計から構成されている。当該実験においては、これまで分離実験を実施した目開き1.2 μm 、2.5 μm のフィルター¹⁾に加えて新たに材質の異なる目開き10 μm のセラミックフィルターを準備した。Fig.2 に示すように10 μm フィルターは、内径12 mm、長さ300 mm、肉厚約4 mmの中空円筒形セラミック製で、フィルター内部に2 mmのリードワイヤーを10 mmピッチで螺旋状に巻き付けた外径8 mmの亚克力製の10 μm 専用の巡回ロッドが挿入してある。螺旋ピッチの間をエマルジョンが巡回しながら高速で通過するため、フィルター内面に形成されるケーキはせん断力によりかきとられることから、従来のクロスフローよりも分離速度が速い点で優れている。特に油水分離においては巡回時の遠心力による比重分離効果も期待できる。

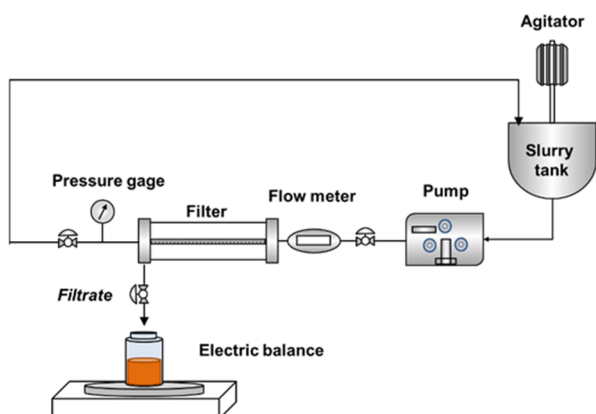


Fig.1 小型巡回式クロスフロー実験装置概略図



Fig.2 10μm セラミック
フィルターと巡回ロッド

当該実験においては、切削工場から排出される実排液エマルジョン B を用いた。用いたエマルジョンの性状を Table 1 に示しておく。エマルジョンの粘度は回転粘度計（TOKI SANGYO, TVB10）を用いて測定しており、分離実験時のエマルジョン温度 23 °C の値を示している。また、当該実験で実施した分離条件を Table 2 にまとめて示す。エマルジョン分離の評価には、ろ過速度および分離率を用いた。また、分離率の妥当性を評価するため、FT-IR による官能基分析も行った。ここで、ろ過速度は、ろ液重量の時間微分値であり、分離率は、 $\text{分離率} [\%] = (\text{エマルジョン原液に含まれる油割合} [\%] - \text{ろ液に含まれる油割合} [\%]) / \text{原液に含まれる油割合} [\%] \times 100$ と定義しており、フィルターにより分離されたろ液中に含まれる油の割合を示している。ろ液中に含まれる油の量については、107 °C の乾燥器にて水を蒸発させて得られる残渣重量を用いた。

Table 1 エマルジョン中の油分割合およびエマルジョンの見かけ粘度

エマルジョン種	油分割合 [%]	粘度 [mPa・s] (@23 °C)
B	50.0	760

Table 2 エマルジョン分離実験条件

Run No.	エマルジョン	エマルジョン循環流量[L/min]	フィルター目開き[μm]
1	B	2	10
2	B	2	2.5
3	B	2	1.2

2. 2. モーノポンプを用いたエマルジョン分離実証実験

小型巡回式クロスフロー実験に対して、エマルジョンの大流量循環が可能なモーノポンプを使用し実機を想定したエマルジョン分離実験を実施した。基本的装置構成は小型試験装置と同様であるが、ポンプ性能が大きく異なっており、使用したモーノポンプは最大

30 L/min（吐出圧力 1 MPa）までエマルジョンを循環させることができる。実験には 10 μm のセラミックフィルターを用いた。ただし、実験には同目開きではあるが、2 つの異なるフィルターを用いている。分離実験に使用したエマルジョン性状を Table 3 に示す。実験では、フィルター能力を確認するため、フィルター部に水のみを流通させる運転（以下、水運転）を実施し、その後エマルジョンの分離実験を実施した。また、フィルターの目詰まりおよび水によるフィルター再生の可能性について評価するため、エマルジョン分離実験後に水運転による水のフィルター透過実験を実施した。

Table 3 エマルジョン中の油分割合およびエマルジョンの見かけ粘度

エマルジョン種	油分割合 [%]	粘度 [mPa・s] (@9°C)
E	55.2	340

3. 実験結果および考察

3. 1. 小型試験装置による分離実験

Fig.3 にエマルジョン流量を 1-5 L/min に変化させたときの、各目開きにおけるエマルジョン循環流量とフィルターの圧力損失の関係を示す。分離実験時のフィルター部の圧力損失は分離実験中はほぼ一定である。当該条件の範囲においてはエマルジョン流量と圧力は比例関係にあり、10 μm フィルターは、フィルター目開きが大きいにも関わらず 1.2 μm 、2.5 μm のフィルターと比べて約 10 倍の圧力がかかっていた。フィルターの大きさやロッド径、さらにはフィルター断面積や材質が異なっているため、圧力損失に違いはみられるものと考えていたが、その差は大きく、フィルター内表面の粗さが影響しているものと思われ、フィルター固有の特性であると考えられる。

Fig.4 にエマルジョン B を流量 2 L/min で分離したときの処理時間に対する積算ろ液重量を示す。フィルター目開きによりろ液量は異なり、当然のことではあるが、フィルター目開きが大きいほど多くのろ液量を得られた。フィルターの性状や材質が大きく異なることから、10 μm フィルターについてはフィルター目開きに対し

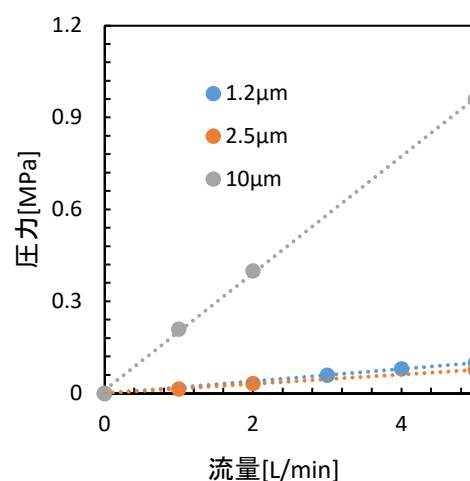


Fig.3 流量と圧力の関係

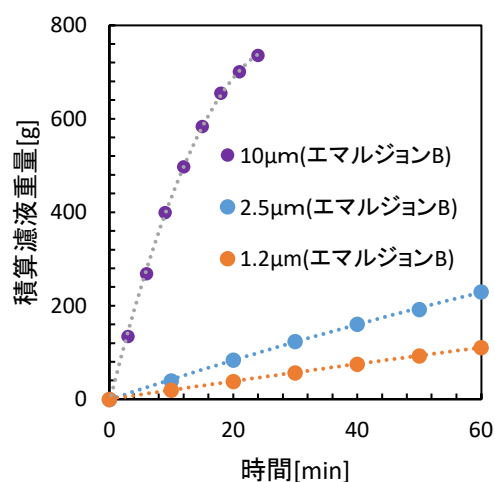


Fig.4 積算ろ液重量の比較

て想定以上の多くのろ液が得られており、これはフィルター部の圧力損失が大きいことが影響していると考えられる。ただし、20 分後にはフィルター部の圧力が急激に増大し、その後すぐに閉塞してしまった。10 μm フィルターを用いることで大きな透過流束が期待できるものの、その一方で粒子等の不純物を含むエマルジョンの分離においては閉塞のリスクもあることも示唆された。

Fig.5 に流量 2 L/min の条件での 10 μm フィルターのろ過速度を示す。処理時間とともにろ過速度が小さくなり、次第に一定値になっていくことが分かる。これは、前報りで実施した 1.2 μm 、2.5 μm のろ過速度の結果にも見られた傾向と同様であり、フィルター面へのケーキ堆積速度とせん断力によるケーキ剥離速度が平衡状態に達し、フィルター内表面のケーキ厚さが一定になっているためであると推察している。ただし、ろ過速度は安定しておらず、15 分後くらいからさらにろ過速度が下がっており、フィ

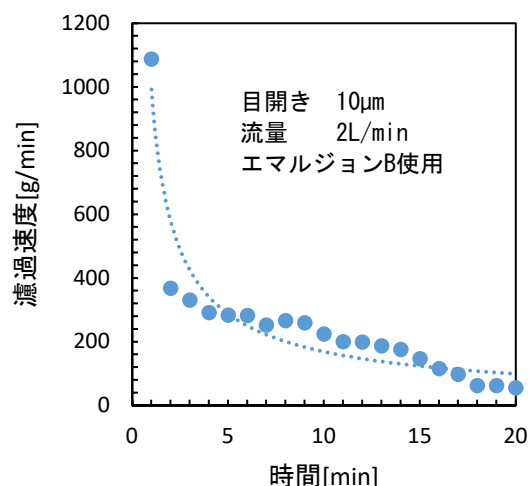


Fig.5 10 μm フィルターろ過速度

ルターによる一定のろ過、つまり一定のケーキ層が形成されていなかったことが示唆される。ひとたび不安定になると閉塞となる危険があり、一気にフィルター圧力が上昇することから、比較的目的の大きなフィルターを用いて分離運転を行う場合には、事前に粒子を分離する、透過速度のモニタリングを行う等の閉塞対策が必要であると考えられる。

各条件で得られたエマルジョンの分離率を Table 4 にまとめて示す。10 μm フィルターを用いた場合でも 99.1%と非常に高い分離率が得られた。分離率の精度については今後も検討を重ねていく必要があるが、フィルター目開きが大きくなることにより分離率が若干低下する傾向が見られた。ただし、高いろ過速度が得られたにも関わらず高い分離率が得られている。これはろ過表面に形成されている油のケーキが原因であると考えられ、油のケーキがオイルミセルのフィルター透過を防いでいるため目開きの大きなフィルターを用いても油水の高効率分離が可能であるものと考えられる。

Table 4 各種分離条件におけるエマルジョンの分離率

フィルター目開き [μm]	10	2.5	1.2
分離率 [%]	99.10	99.29	99.69

Fig.6 にエマルジョン B 原液および異なる分離条件で得られたろ液の FT-IR スペクトルを示す。10 μm フィルターのろ液に関しても、1.2 μm 、2.5 μm のものとほぼ同様のスペクトルが得られた。分離率の結果に見られるようにろ液のほとんどは水であることから

3000-3600 cm^{-1} に水由来の大きなピークが見られるものの、鉱物油由来の 1400-1500 cm^{-1} および 2800-3000 cm^{-1} にピークは全く見られておらず、材質の異なる 10 μm フィルターに関しても巡回式クロスフローにより鉱物油が分離可能であることが明らかとなった。ただし、水溶液中に溶解している脂肪酸類のセラミックフィルターによる物理分離は困難であり、逆にろ液中の C=O に由来する 1600-1650 cm^{-1} ピークは大きくなる傾向も同様に見られた。

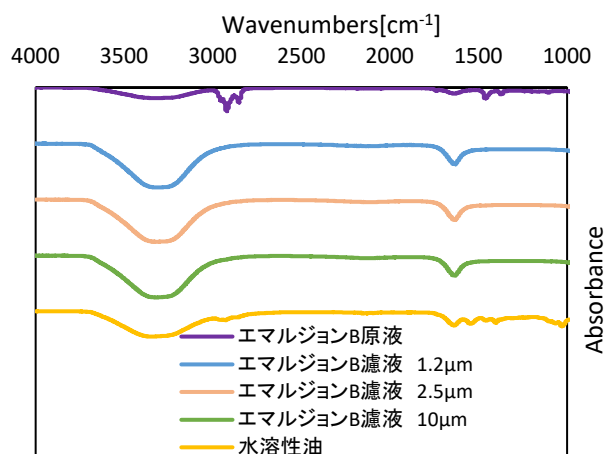


Fig.6 原液およびろ液の FT-IR スペクトル

3. 2. モーノポンプを用いたエマルジョン分離実証実験

エマルジョンの油水分離を行う前に水運転を実施した。分離条件を Table 5 にまとめて示す。Run 1-9 までは連続して実験を行い、フィルター交換後 Run 10-17 の分離実験を実施した。エマルジョン分離における評価方法については、小型実験と同じである。

Table 5 実験条件

Run No.	フィルター	循環液	インバーター [Hz]	循環流量 [L/min]
1	No.1 Filter	水	1.5	2.1
2		水	1.7	2.4
3		エマルジョン	1.5	2.1
4		エマルジョン	2	2.87
5		エマルジョン	3	4.4
6		水	1.5	2.1
7		水	2	2.87
8		水	2.5	3.63
9		水+界面活性剤	2.5	3.63
10	No.2 Filter	水	1.25	1.7
11		水	1.4	1.9
12		水	1.5	2.1
13		エマルジョン	5	7.4
14		エマルジョン	5.5	8.2
15		エマルジョン	6	8.9
16		エマルジョン	7	10.4
17		水	5	7.4

Fig.7に10 μm のフィルター2本を用いて水運転を実施したときのフィルター部圧力損失と透過流束の関係を示す。ここで透過流束とはエマルジョンの分離時に最終的に安定するろ過速度を表している。先にも示したように、循環流量を増大させることでほぼ線形的にフィルター部の圧力損失は増大する。そのため、流量が少ない（フィルター部圧力損失が小さい）場合には、得られる透過流束に大きな違いは見られなかった。循環流量を増大させるとフィルター部の圧力損失も増大し、図に示すようにフィルター部の圧力損失が大きくなるほど透過流束は大きくなり、フィルター部圧力損失と透過流量には線形的関係が見られた。フィルター部の圧力損失はフィルターにより異なるが、水を循環させた場合には極めて低い圧力損失で大量の水がフィルター部を通過することになる。

水運転実施後に、エマルジョン E を用いた油水分離実験を実施した。エマルジョン循環前後のフィルターの様子を Fig.8 に示す。フィルターには旋回ロッドが挿入してあることから、エマルジョンをフィルターに流通させることで黒色のらせん状の模様が浮き上がり、エマルジョン（油）が透過していることが伺え、またフィルターが黒色に変色していることから、分離の初期段階においては水だけではなく油も透過していることが伺える。

Fig.9 にエマルジョン循環流量とフィルター部圧力損失の関係を示す。水運転同様にエマルジョン循環流量を増大させるとともに、フィルター部の圧力損失は線形的に増大する傾向にある。フィルターによりエマルジョン循環量に対するフィルター部圧力損失の

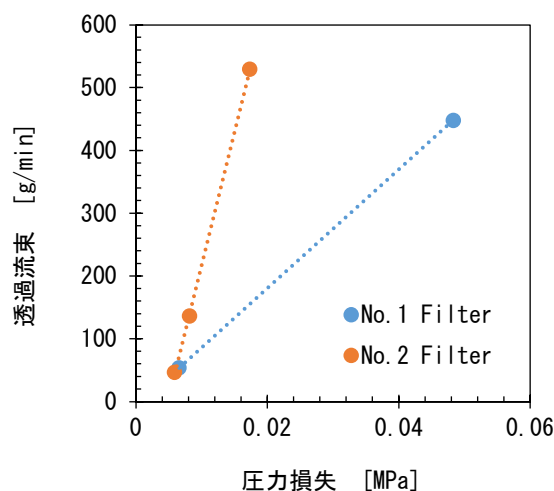


Fig.7 10 μm フィルターの水運転におけるフィルター部圧力損失と透過流束の関係



Fig.8 エマルジョン流通前後のフィルターの様子 左:新品フィルター 右:分離後

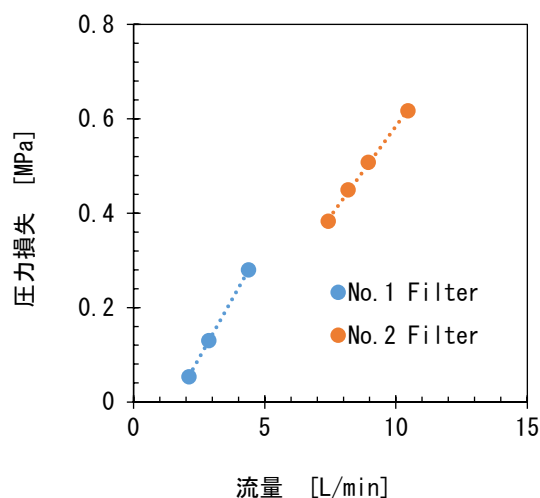


Fig.9 10 μm フィルターのエマルジョン循環量とフィルター部圧力損失の関係

傾きは異なっており、水運転の場合と同様にエマルジョンを循環させた場合においてもNo.2フィルターの方が流量に対する圧力増大の割合は小さかった。

No.1 フィルターおよび No.2 フィルターを用いてエマルジョン循環させたときのろ過速度を Fig.10 と Fig.11 にそれぞれ示す。循環流量に関わらず、ろ過開始初期の段階では比較的多くのろ液が得られるものの、その後ろ過時間とともに減少し、一定の透過流束が得られる。これは、これまでも説明してきたようにケーキのフィルター表面への堆積とエマルジョン循環に伴うケーキの剥離のバランスによるものと考えられる。フィルターによりろ過速度は大きく異なるが、この傾向はフィルターに関わらず同じであった。最終的に一定となる透過流束については循環流量、つまりフィルター部の圧力損失が大きい方が大きくなる傾向が見られている。

Fig.12 にフィルター部の圧力損失と透過流束の関係を示す。フィルターに関わらず、フィルター部の圧力損失の増大とともに透過流束の増大が見られ、透過流束についてもフィルター部圧力損失と線形関係が得られることが明らかとなった。また、当該フィルターにおいてはフィルター部圧力損失と透過流束の傾きはほぼ同じであった。そのため、エマルジョン循環流量、あるいはフィルター部の圧力損失を高くすることで透過流束を向上させることが可能であると考えられる。

旋回式クロスフローにおいてはエマルジョンを循環させ油水の分離を行うことから、エマルジョン循環量に対する分離液量

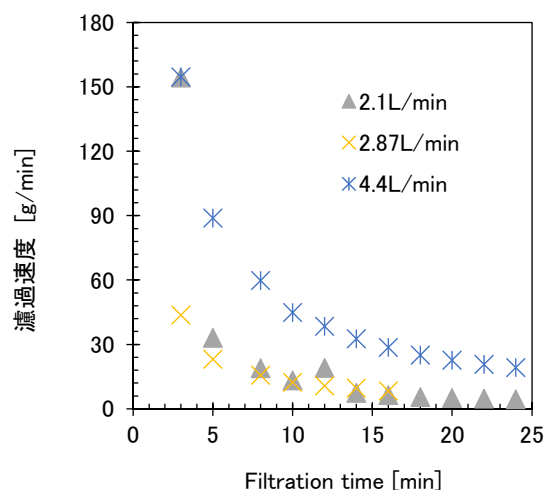


Fig.10 No.1 フィルターにおけるろ過時間とろ過速度の関係

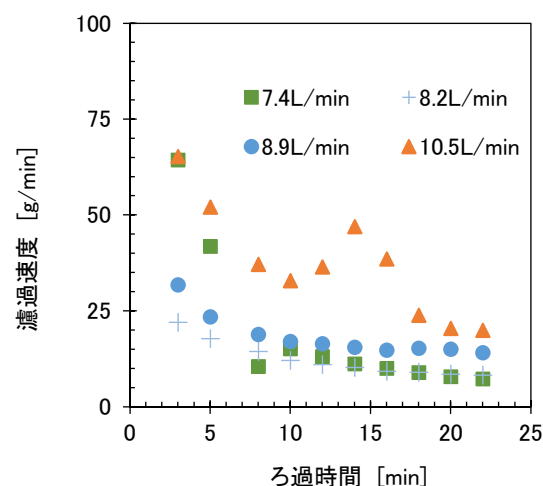


Fig.11 No.2 フィルターにおけるろ過時間とろ過速度の関係

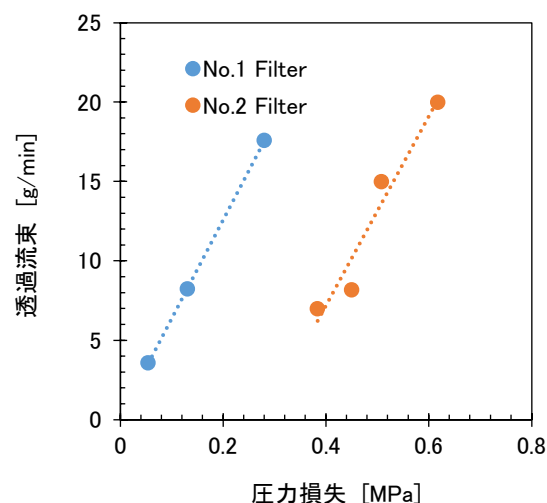


Fig.12 10 μm フィルターのフィルター部圧力損失と透過流束の関係

も重要となる。そこで、Fig.13 に分離効率を示す。分離効率はエマルジョン中の水の循環量に対する得られるろ液量を 100% 表示で表した指標である。分離効率もフィルター部の圧力損失が高くなるとともに増大していた。フィルター部圧力に対して高い透過流束が得られる No.1 フィルターの方が分離効率は高く、圧力に対する傾きも大きくなっていた。ただし、当該実験条件における分離効率は 1% 以下であり、実用化のためには分離速度の向上とともに、分離効率の向上が必要となる。エマルジョン循環量を大きくすれば高い分離速度や分離効率を得ることができる一方で、消費電力量が増大することも懸念される。圧力を増大させる手法として、ロッド径やピッチを変えることも可能であるため、今後はロッド径やピッチ幅などを変化させ、分離速度や分離効率を向上させる必要がある。

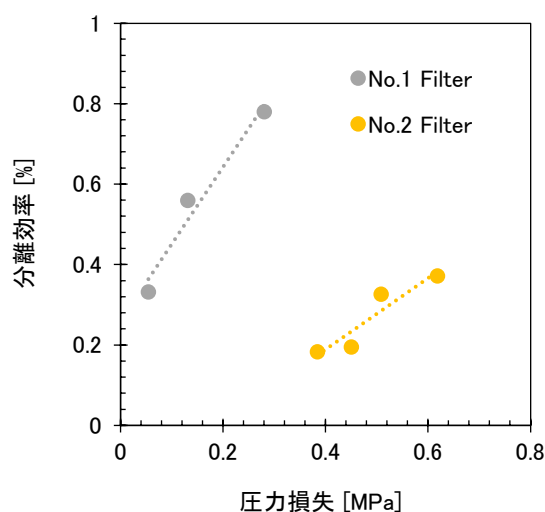


Fig.13 10 μm フィルターのフィルター部圧力損失と分離効率の関係

Fig.14 と Fig.15 に No.1 フィルターおよび No.2 フィルターを用いて分離を行った時の原液、分離初期、および安定後のろ液写真をそれぞれ示す。フィルターにより大きな差は見られず、原液に比べて分離開始後のろ液は黒く濁っているのに対して、安定後のろ液の色は薄くなっており、安定条件が形成された（透過流束が一定になる）後には、比較的良好な油水の分離ができているものと思われる。これは、分離開始直後は多くのろ液が得られるものの、フィルター内面に形成される油相のケーキが形成されておらず、多くの油がフィルターより排出されたものと考えられる。特に 10 μm フィルターはオイルミセルに対して目開きが大きいため、顕著に表れたものと推測される。エマルジョン流量を増大させると、ろ液速度が安定した後のろ液は徐々に濃くなっており、これはろ過時の圧力が大きく影響しているものと考えられる。

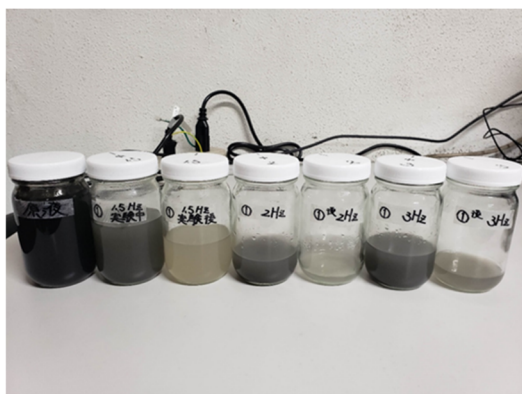


Fig.14 No.1 フィルター分離後のろ液の様子

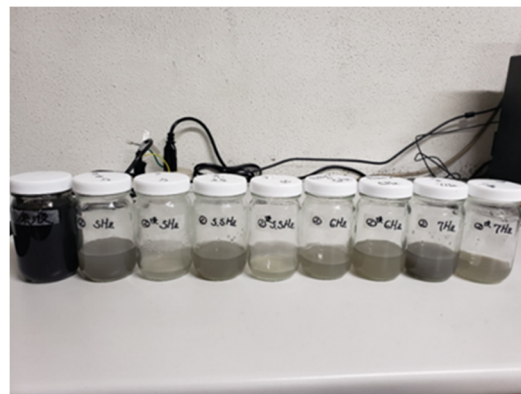


Fig.15 No.2 フィルター分離後のろ液の様子

Fig.16 にろ過時のフィルター部圧力損失と分離率の関係を示す。得られるろ液量は分離条件により大きく異なっているのに対して、フィルターや分離条件にかかわらず 0.999 以上の分離率が得られた。ただし、圧力が高くなるとともに若干分離率が低下する傾向が見られる。分離条件により分離率がほとんど変わらない理由としてフィルター内面に形成されるケーキによるものと考えられ、ケーキは圧縮性流体である油から形成されているため、圧力が高くなるとともに、ケーキ層が圧縮されることから、フィルター部の圧力によらず高い分離率が得られたものと考えられる。圧縮

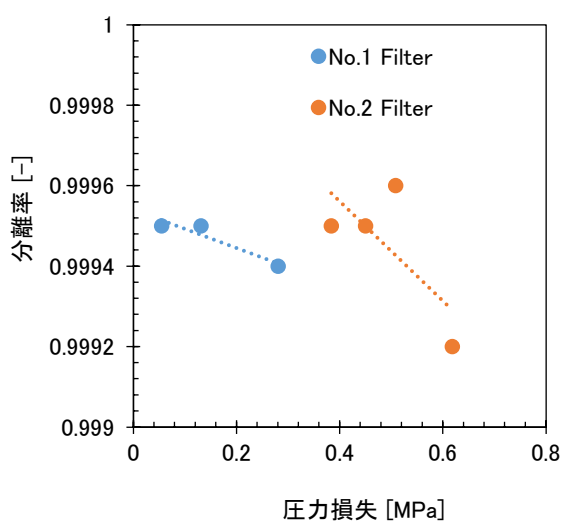


Fig.16 フィルター部圧力損失と分離率の関係

流体であることから、さらにフィルター部の圧損を大きくした場合には、透過速度が減少するものと考えられるが、現時点では確認ができていない。また、低流量で分離実験をしていた場合よりも分離効率が高くなっており、安定な油相ケーキをフィルター内部に形成するためにはエマルジョン循環量を大きくすることが重要であることも示唆された。

Fig.17 にエマルジョンの原液および分離後のろ液の FT-IR スペクトルを示す。図中の凡例はインバーターの周波数を示しており、周波数とエマルジョン循環量は比例している。ろ液については一定の透過流量に達した後に採取している。これまでに示してきたように FT-IR スペクトルには原液にみられる油のピークは見られず、また分離条件によらず、フィルターを用いて油分を除去可能であることが分かった。一方で、カルボニル基など親水基を有する油については、これまでの報告同様に分離はできておらず、水溶性の物質については別途処理が必要となる大きな課題である。

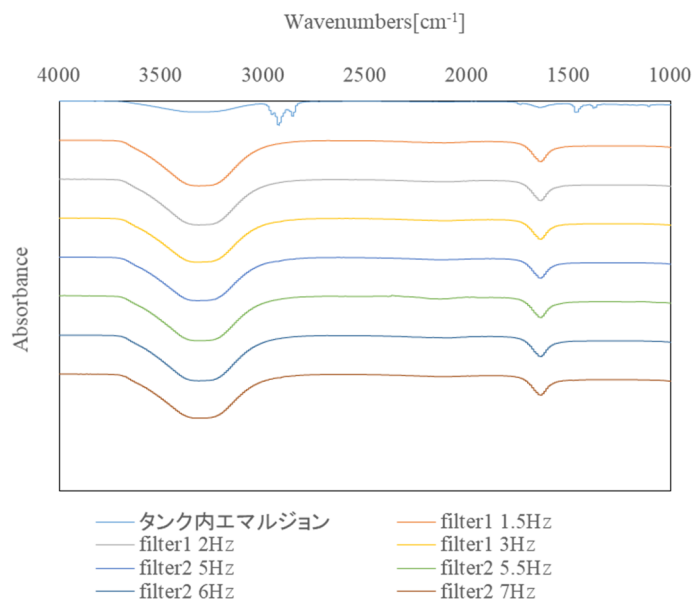


Fig.17 エマルジョン原液およびろ液の FT-IR スペクトル

4. まとめ

旋回式クロスフローを用いたエマルジョンの油水分離を実施し、以下の知見が得られた。

- フィルターの目開きにより透過流束は異なり、フィルター目開きが大きいほど透過流束は大きくなる。一方で、分離率はフィルターの目開きによらずほぼ一定であり、99%以上の分離率を達成可能であることが明らかになった。これは、フィルター内面に形成される油相のケーキによるものと考えられる。
- モーノポンプを使用し大流量でエマルジョンを循環させた場合、循環量の増大とともにフィルター部の圧力損失は増大し、それとともに透過流束も増大することが明らかとなった。フィルター部の圧力損失と透過流束には線形の関係がみられるため、循環量を大きくすることにより目標値を達成可能であることが示唆された。
- フィルター部の圧力損失が大きくなっても、分離率は大きく変化しておらず、圧力にかかわらず99%以上の分離効率が得られることが明らかとなった。これはフィルター内面に形成されている圧縮性流体である油のケーキが圧力を吸収していることが原因であると推測される。フィルター表面に形成される油のケーキの厚みが透過率と分離率に大きく影響しているものと考えられ、一方でフィルター部の圧力損失はケーキ厚みにも影響していると考えられることから、今後は最適化に向けた実験が必要となる。

謝辞

本研究の一部は、2018年度の公益財団法人JFE21世紀財団の技術研究助成により行われました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 小林信介、早津祥秀、加藤勇治、板谷義紀、セラミックフィルターを用いたクロスフローによる切削排液の分離、廃棄物資源循環学会論文誌, **29**, 219-226 (2018)