

マイクロ波を利用した高品位活性炭の実用的製造技術の開発

高温高压流体技術研究所

陳 再華

【はじめに】

活性炭は水処理や脱臭用など幅広く用いられている。水処理用としては浄水、廃水処理、脱色・精製、医薬製造、醸造などに利用されている。また気相用としては、空気の清浄化、冷蔵庫等の脱臭、ガス分離、溶剤の回収などに利用されている。その他、触媒担体や電気二重層キャパシタなどへの応用が始まっている。特に、高比表面積を有する高品位活性炭はキャパシタ用や触媒担体への利用が伸びてきている。

近年、炭素材料分野におけるマイクロ波の応用が広がっており、活性炭の賦活・再生及び改質、金属ナノ粒子担持炭素材料の製造及びカーボンナノチューブの製造などの研究が盛んに行われている。マイクロ波加熱法の特徴は局所的な内部の急速加熱であり、被加熱物内部の温度が高く、熱は内部から外部に向けて流れ、熱分解反応、炭化・賦活は内部から急速に進行するため、効率よく加熱できる。

特に、炭素はマイクロ波吸収性が大きく、原料が分解して炭化が始まると急激に温度が上昇し、炭化・賦活が急速に進行する。分解反応は内部から進行するため内部に未分解部分や反応生成物の付着などが見られず、均一な炭素材料が得られることが報告されている。

また、通常の外部加熱法とマイクロ波加熱を併用することにより、内部と外部を均一に加熱でき、加熱分解物などの再付着のない賦活ができるのみならず、賦活速度が著しく大きく、賦活時間を大幅に短縮できることを認めた。このハイブリッド加熱法で調製した多孔性活性炭の電気二重層キャパシタとしての性能が著しく大きくなることを認めた。この高品位活性炭の実用化を目指して、連続製造装置の開発研究に着手した。

【実験装置と実験方法】

内部加熱と外部加熱を同時に制御できる反応装置として、図1に示す装置を開発した。簡易型のマイクロ波装置内に、断熱材の内部にマイクロ波吸収性のSiCを塗布した炉を置き、その内部に反応容器を設置し、温度計測・制御しながらマイクロ波を照射した。原料としては灰分含量の少ない高分子材料（PET等）を用い、窒素気流中でアルカリ賦活法（KOH）で活性炭を調製した。

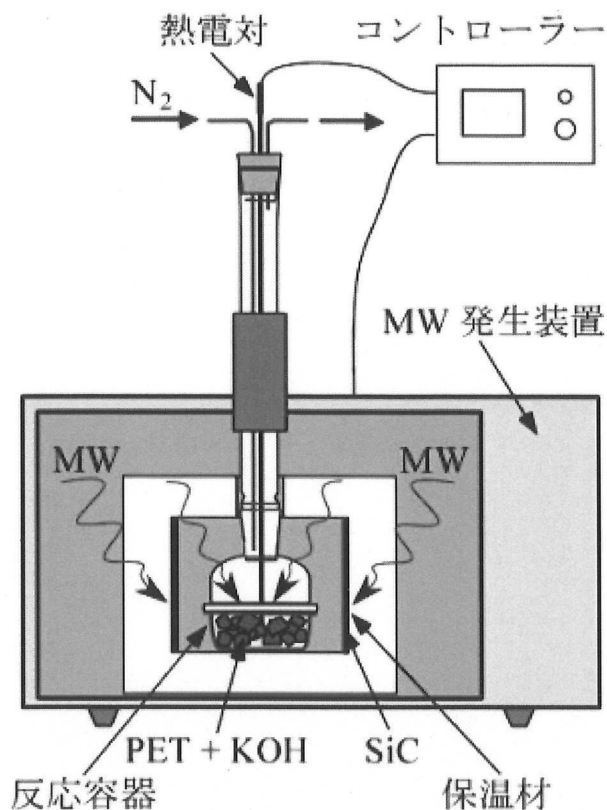


図1 小型ハイブリッド型反応炉

本装置にマイクロ波を照射すると断熱材に塗布したSiCが加熱され、反応容器の外部から加熱すると同時に、原料は上部から直接にマイクロ波加熱される。本装置では外部加熱と内部加熱を同時に制御ができる。活性炭の製造手順は下記の通りである。

有機質原料→前処理(KOHの混合等)→炭化→賦活→洗浄→乾燥→粉碎→活性炭
(PET他)

↑ ↑
MW照射

得られた活性炭について、比表面積、細孔分布、SEM・TEM、X線回折、表面官能基及び静電容量、充放電特性等を測定した。

ガス炉にマイクロ波を導入した大型のハイブリッド炉(260L)を試作し、調製条件と得られる活性炭の特性との関係を調べ、最適条件を解明した。

【実験結果】

有機質原料を一定量取り、通常の電気炉とハイブリッド炉の昇温速度を調べた。その結果を図2に示す。

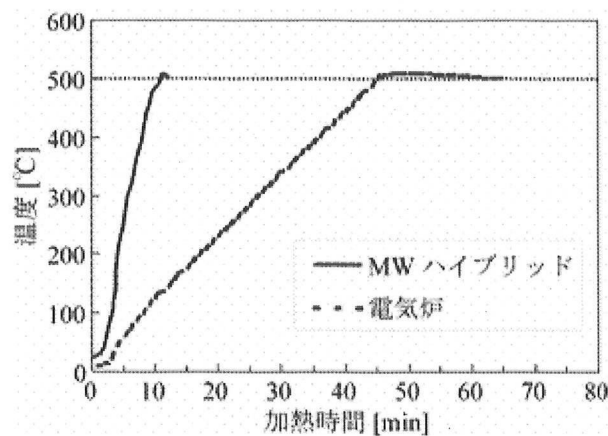


図2 MWハイブリッド装置を用いて合成高分子原料の加熱速度を電気炉加熱と比較

電気炉では500℃間で加熱するのに45分以上要するが、ハイブリッド炉では10分程度であった。

図3に大型ハイブリッド炉における賦活時間と生成した活性炭の比表面積及び収率を示す。

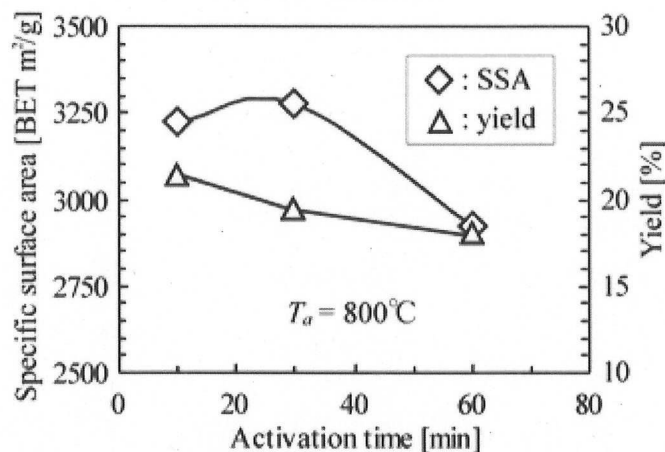


図3 賦活時間と比表面積と収率

賦活温度800℃では10分でも比表面積が3200m²/gに達することが分かる。

細孔分布は細孔径1～3nmにピークを有するものであった。これらの活性炭について静電容量を測定し、優れた性能を有することを認めた。キャパシタとして利用する場合、容積当たりの静電容量及びエネルギー密度の高いものが望まれており、最近、比重の高い高比表面積の活性炭の開発を進めてきた。図4に示すように研究が進展するごとに静電容量及びエネルギー密度が高くなり、市販品より2～3割性能が高いものが得られている。

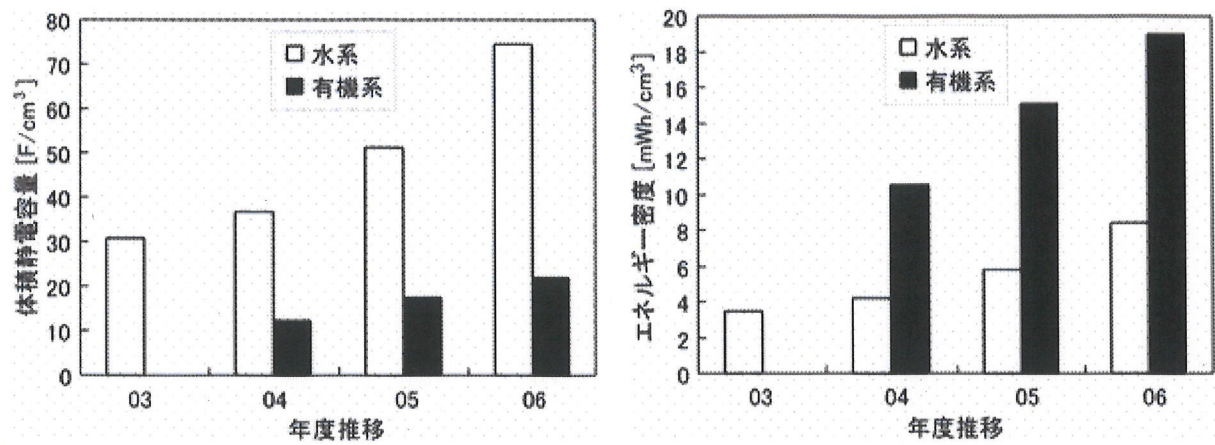


図4 活性炭のキャパシタ性能の年度別推移

水系での静電容量が $75\text{F}/\text{cm}^3$ 、有機溶媒系では $20\text{F}/\text{cm}^3$ を越えている。また、エネルギー密度は水系で $8\text{mWh}/\text{cm}^3$ 、有機系で $19\text{mWh}/\text{cm}^3$ を越えており、実用化に一步近づいた。

このことから㈱カナックでは電気二重層キャパシタ用の活性炭の製造技術を実用化するために、ハイブリッド型の連続反応炉を設計し、製作を目指しているところである。