

技術紹介

DR-PSA 式キセノン回収装置の開発

Development of DR-PSA Xenon Recovery System

山脇正也* 石原良夫**
 MASAYA Yamawaki YOSHIO Ishihara

1. はじめに

希ガス元素の1つである「キセノン (Xe)」は主に照明等で使用されてきたが、近年は半導体製造工程におけるプラズマプロセスでの利用、プラズマディスプレイパネルの放電用封入ガス、キセノンイオンエンジンなど用途が広がっており、需要が急増している。

一方で Xe は大型深冷空気分離装置で酸素や窒素を製造する際の副産品として製造しているが、原料となる空気中の Xe は 87 ppb であるため非常に高価で、かつ生産量は限られている。空気分離装置では Xe 生産量のみを増やすことはできないため、急増した Xe 需要に対応するには Xe の回収・再利用が必要不可欠である。

当社では Xe 回収・再利用できる Xe 回収装置を開発してきた¹⁾。今回、高純度 Xe 回収と高回収率を両立できる Dual Reflux Pressure Swing Adsorption; DR-PSA (二元還流型圧カスイング吸着法) を用いた Xe 回収技術を開発し、評価装置を製作した。本稿では評価装置を用いた Xe 回収性能の確認を行ったので報告する。

2. DR-PSA 法

DR-PSA 法は、図 1 に示す代表的な PSA プロセスの一つで、Stripping Reflux; SR (難吸着成分還流)-PSA と、Enriching Reflux; ER (易吸着成分還流)-PSA の両

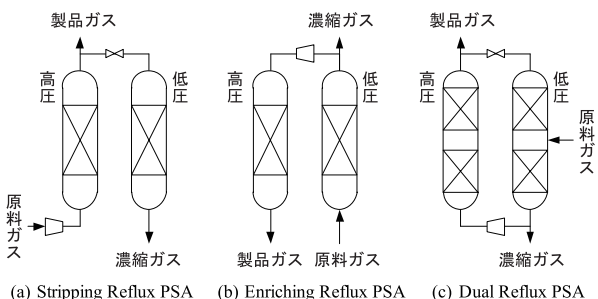


図 1 代表的な PSA プロセス

* 電子機材事業本部 事業戦略推進部 先端技術開発部
 ** 電子機材事業本部 事業戦略推進部

機能を兼ね備えている。低濃度の成分を高倍率で濃縮し、高効率で回収することができるプロセスである。

3. DR-PSA 式 Xe 回収実証試験装置

評価装置のフロー図を図 2 に、装置仕様概要を表 1 に示す。評価装置は、Xe/N₂ 混合ガスを原料として回収 Xe 純度 99.9% 以上、Xe 回収率 99% 以上の性能を目標としてシミュレーションした設計条件を基に製作した。

本装置は原料ガスを貯留する原料タンク、濃縮した Xe を貯留する濃縮タンク、排ガスを貯留する排ガスタンク、図 3 で示される吸着特性を有する吸着剤²⁾を充填した 4 本の吸着筒、原料タンクまたは濃縮タンクから吸着筒へガスを昇圧供給するコンプレッサで構成される。

表 1 評価装置仕様概要

装置寸法	W 1600 × D 800 × H 1800 mm (制御 BOX 含まず)
吸着筒	80 A L: 500 mm
圧縮機能力	22 L(normal)/min
原料ガス	~ 2.5 L(normal)/min
Xe 回収量	~ 1.0 L(normal)/min
操作圧力	0 ~ 400 kPa(gauge)
操作温度	常温

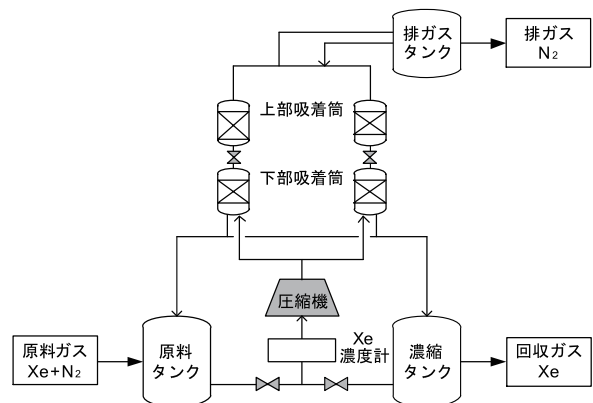


図 2 評価装置フロー

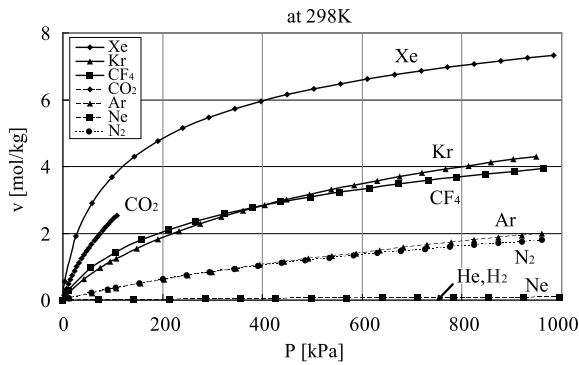


図3 各ガスの吸着等温線

原料タンクより昇圧後吸着筒へ供給される Xe/N₂ 混合ガスは吸着筒内で Xe が吸着し、高純度 N₂ として排ガスタンクに導出される。次に濃縮タンク内の濃縮 Xe を昇圧後吸着筒へ供給し下部吸着筒内に濃縮している Xe をさらに高濃度化する。その後、下部吸着筒に濃縮された Xe を濃縮タンクへ、上部吸着筒に残留する Xe および N₂ を原料タンクへ減圧して回収する。以上の操作を順次繰り返すことで濃縮タンクに Xe が高純度、高回収率で回収される。

4. 評価結果

4.1 Xe/N₂二成分原料ガス

回収操作における原料タンク内の Xe 濃度、吸着圧力、流量などの条件を変化させ、適正な操作条件を確認した後、Xe/N₂混合原料ガスの連続 Xe 回収試験を行った。

表2に原料ガスの条件および回収 Xe の純度、Xe 回収率を示す。なお Xe 回収率は式1の計算式を用いた。

$$\text{Xe 回収率} = \left(1 - \frac{\text{排ガス中 Xe 濃度} \times \text{排ガス流量}}{\text{回収 Xe 流量}} \right) \quad (1)$$

表2 Xe/N₂原料ガス Xe 回収評価結果

原料ガス		回収 Xe 純度 [% (volume)]	Xe 回収率 (%)
Xe 流量 [L(normal)/min]	N ₂ 流量		
0.2	1.8	99.98	99.8
0.5	0.5	99.98	> 99.9
	1.0	99.98	99.8
1.0	1.0	99.98	> 99.9

このように Xe 濃度 10~50%、流量 2L/min の Xe/N₂原料ガスより純度 99.98%、回収率 99.8%

以上で Xe を回収できることを確認した。回収 Xe 純度 99.98% は一般的に使用されるボンベ Xe 純度 99.999% には満たない。しかし吸着式精製器を用いることで同等の純度まで精製することは可能である。

4.2 多成分系原料ガス

原料ガスは Xe/N₂二成分であることはほとんどなく、多種の成分からなる混合ガスとなる。そのため評価装置を用いて、Ar, Ne, H₂, He, O₂を含む Xe 混合ガスを原料ガスとした Xe 回収評価を行った。表3に原料ガスの条件および回収した Xe の純度、Xe 回収率を示す。

表3 多成分原料ガス Xe 回収評価結果

原料ガス		回収 Xe 純度 [% (volume)]	Xe 回収率 (%)
Xe 流量 [L(normal)/min]	不純物流量		
1.0	Ar 1.0	99.98	99.8
1.0	Ne 1.0	99.98	99.8
1.0	N ₂ 0.75	99.98	99.8
	H ₂ 0.25		
1.0	N ₂ 0.75	99.98	99.8
	He 0.25		
1.0	N ₂ 0.8	99.98	99.8
	O ₂ 0.2		

Ar, Ne, H₂, He, O₂も N₂と同様に Xe を回収することができ、回収 Xe 純度、回収率とも N₂と同じ性能になることを確認した。

5. まとめ

高純度 Xe 回収と高回収率を両立できる DR-PSA 法を適用した Xe 回収評価装置を製作し、回収 Xe 純度 99.98%、Xe 回収率 99.8% の性能を確認した。

今後はシステムの改良と安全対策を進めようとしてフィールド試験を実施し、DR-PSA 式 Xe 回収装置の実用性確認と性能信頼性の向上を図る。

参考文献

- 1) 佐藤貴之, 山脇正也, 長谷川英晴, 石原良夫, 大見忠弘, 白井泰雪, 寺本章伸, 平山昌樹. 大陽日酸技報. 2005, (24), p.22-27.
- 2) Masaya, Yamawaki ; Tatsushi, Urakami ; Yoshio, Ishihara ; Tadaihiro, Ohmi. International Symposium on Semiconductor Manufacturing 2007 Conference Proceedings. 2007, 175.