

設備紹介

窒素中の一酸化炭素除去装置

Apparatus for Removal of Carbon Monoxide from Nitrogen

1. はじめに

ここ数年、各地のサンソセンターにおいて製品窒素（以下 N_2 ）中の一酸化炭素（以下 CO）濃度が増加傾向にある。その要因として原料空气中 CO 濃度の上昇が挙げられる。半導体産業向け N_2 には特に CO 濃度に関する品質管理契約値が存在するケースが多く、その契約値を超えないよう CO 濃度の管理が必要となる。当社 JN シリーズなどの窒素製造装置での CO 除去は原料空気の段階で、常温で反応する特殊な触媒を前処理吸着器に充てんする方法を採用している。しかし、CO 除去設備を有していない既存の空気分離装置では、CO 除去の必要性が生じた場合、新たに設備を追加することになる。その場合、触媒にかかるコストなどを考慮すると、原料空気側よりも製品 N_2 側で CO を除去する方が好ましい。

従来技術では、 N_2 中から CO を除去する方法として触媒を用いた以下の2つが挙げられる。

(1) 酸化反応により CO を除去する方式

原料 N_2 ガスに酸素を添加し、CO を酸化させて CO_2 とし、さらに過剰の酸素は水素を添加し、 H_2O に転換する。発生した CO_2 、 H_2O は前処理吸着器と同様にそれぞれ合成ゼオライト、活性アルミナで吸着除去する。

(2) 化学反応により CO を除去する方式

金属触媒により CO を化学的に吸着させる。その際、添加ガスは不要であるが、触媒再生時に水素が必要となる。

以上のように、これまでの技術は触媒を用いた方式が主流であり、酸素や水素など添加ガスや高価な金属触媒が必要となる。

今回、新たに当社独自技術となる吸着方式の CO 除去装置を開発し実機として設置したので、その設備について紹介する。

2. 設備概要

本設備は半導体関連ユーザー向けの N_2 ガスラインに設置され、2005年12月より客先に送ガスを開始した。装置の外観を図1に示す。装置はメンテナンス



図1 CO 除去装置外観

スペースを確保しつつ、かつ4 m 四方の架台にコンパクトに収まっている。また、ガスの供給は、原料 N_2 ガス自体に圧力があり圧縮機を持たないことから騒音も少ない。

2.1 装置構成

本設備の形式は「縦型2塔切り替え TSA (Thermal Swing Adsorption) 方式」を採用している。装置の系統図を図2に示す。

本設備を用いて精製した N_2 ガスは管理室内分析室にある CO 分析計で連続分析し、常時 CO 濃度をモニターしている。また、装置からの警報は一括して管理室内の監視盤に取り込まれており、温度、圧力などの異常により CO 除去装置に警報が発生した場合、監視盤に警報表示されると同時に自動的に装置バイパス運転に切り替わる。

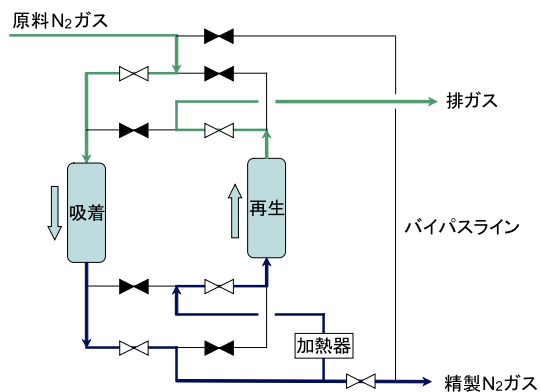


図2 CO 除去装置系統図

2.2 仕様

装置の仕様を表1に示す。

| | | |
|-----------------------|----------------------|------------------------|
| 原料 N ₂ ガス | 精製圧力 | 0.7 MPa (gauge) |
| | 精製温度 | 40℃ |
| | 原料 CO 濃度 | 2 ppm |
| プロセス | 切り替え時間 | 24 h |
| | 加熱時間 | 4.5 h |
| 製品 N ₂ ガス | 製品 N ₂ 流量 | 600 Nm ³ /h |
| | 製品 N ₂ 純度 | CO ≤ 0.1 ppm |
| (実績値：検出下限 (1 ppb) 以下) | | |

2.3 CO 除去性能

表1に示したように、原料 N₂ ガス中 CO 濃度の仕様値は 2 ppm としているが、実際の CO 濃度は一定値ではなく、周囲の大気環境に依存し時間的に変動する。そこで、一時的に高い濃度の CO が装置内に流入した時、製品 N₂ ガス中に CO が流出しないかを確認した。確認方法は、元々原料 N₂ ガス中に含まれる CO に、さらに一定量の CO を加え、装置内に導入する CO 濃度を高く設定し、製品 N₂ ガス中の CO 濃度を分析した。結果を図3に示す。これより原料 N₂ ガス中の CO 濃度が高い濃度で変動しても製品 N₂ ガス中に CO は流出せず、本装置で除去できることを確認した。

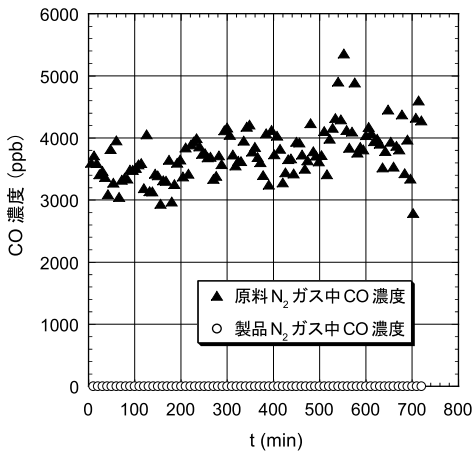


図3 CO 除去性能

3. 特長

(1) 本装置は従来の触媒を用いた CO 除去方式と異なり、酸素や水素などの添加ガスを必要としない。また、ゲッター精製器と異なり加熱のみで吸着剤の再生が可能であり、吸着剤の繰り返し使用も可

能である。

- (2) 本装置は、当社が独自に開発した吸着剤を使用しており、微量成分除去に必要な低分圧における CO 吸着量が多いという特徴を持つ。このことが微量 CO の除去を可能としている。
- (3) 加熱時間の延長により CO 除去性能を向上させることができる(図4参照)。例えば一時的あるいは将来の継続的な CO 濃度上昇に対応する必要がある場合、加熱時間を現状の 4.5 h から 7.5 h にすることで CO 除去性能を 30% 近くアップさせることができる。このようにプロセス上柔軟な対応が可能となっている。
- (4) 本吸着剤は少ない量で CO を除去することができるため、必然的に流速が速くなる。そこでダウンフロー方式を採用することにより吸着剤の流動化を防いでいる。

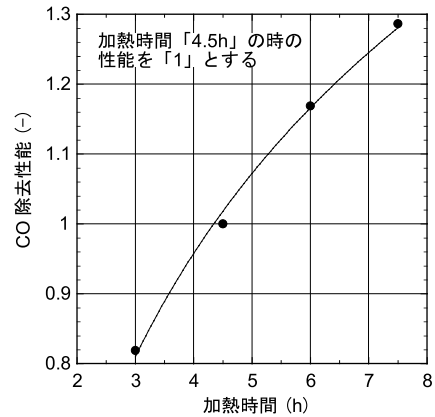


図4 加熱時間と CO 除去性能の関係

4. おわりに

今回、当社の独自技術である吸着方式の CO 除去装置を開発、実機を N₂ ガスラインに設置し、製品 N₂ ガス中の CO 濃度を保証範囲内に低減することができた。すでに同様の問題を有する国内の装置については本装置による対策の実施が検討されている。

原料空気中の CO 濃度上昇の問題は国内のみならず世界的にも同様の問題を抱えており、海外において今後本装置の必要性が高まると考えている。

(開発・エンジニアリング本部山梨研究所吸着技術研究室)
飛弾野龍也, 武井宏之, 中村章寛