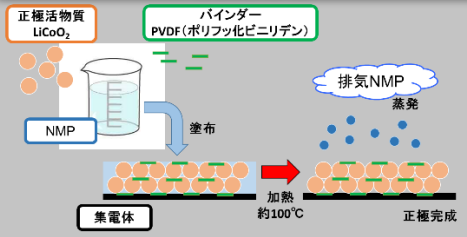


電気自動車に用いるLiイオン電池製造での排気ガス中NMPの冷却凝縮による回収・精製技術の開発

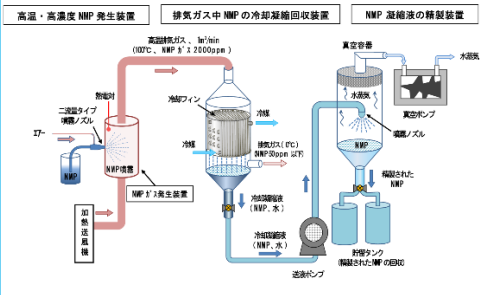
慶應義塾大学理工学部環境化学研究室

NMP(N-Methyl-2-Pyrrolidone)の用途 (正極製造過程)



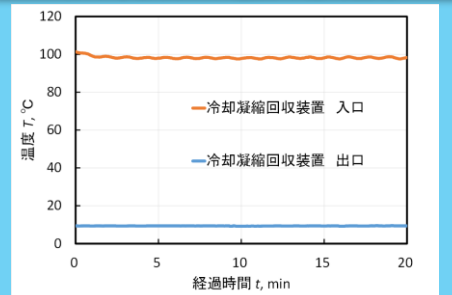
NMPはLiイオン電池の正極材料である、正極活物質とバインダーを溶解させる溶剤であり、集電体に塗布された後に、加熱処理が行われ、蒸発、排気される

排気ガス中NMPの冷却凝縮回収装置およびNMP凝縮液の精製装置



本装置では排気ガス中NMPを冷却凝縮回収装置にて液体として回収し、空気流動真空蒸発法を用いて精製を行う

排気ガス中NMPの冷却凝縮回収装置における排気ガス温度の経時変化



NMPガス発生条件: 送風量 1.0m³/min、加熱送風温度 175°C、噴霧流量 16.7mL/min
冷却凝縮回収装置入口、出口温度: 98.3±0.6°C、9.4±0.1°C (n=1200)
排気ガス温度を98.3°Cより9.4°Cまで低下できた

冷却凝縮回収装置における排気ガス中NMPの回収率

サンプリング時間 t, min	NMPガス濃度 C, ppm		回収率, %
	冷却凝縮装置 入口	冷却凝縮装置 出口	
	(98.3±0.6°C) (9.4±0.1°C)		
5	2020	146	92.8
10	1878	197	89.5
15	2523	109	95.7
20	1800	79	95.6
Ave.	2055	133	93.4
S.D.	281	44	-

分析装置: GC-2014 (SHIMADZU)

NMPガス発生条件: 送風量 1.0m³/min、加熱送風温度 175°C、噴霧流量 16.7mL/min

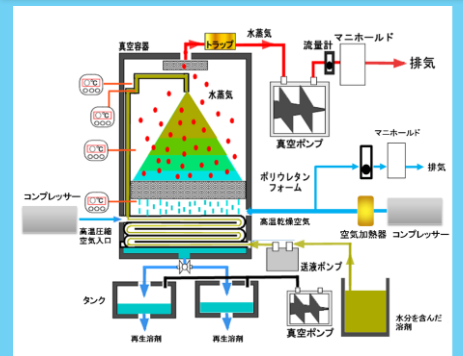
冷却凝縮回収装置入口、出口温度: 98.3±0.6°C、9.4±0.1°C (n=1200)

排気ガス中NMPを93%以上回収できた

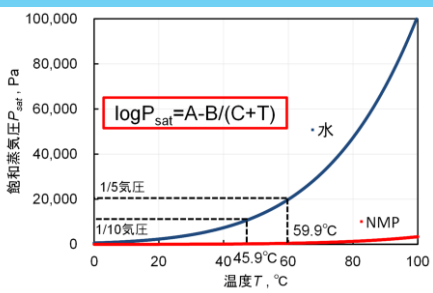
空気流動真空蒸発法を用いた溶剤中水分蒸発分離装置写真



溶剤中水分蒸発分離装置の概略図

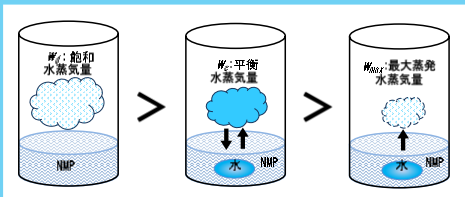


Antoine式により求めた水、NMPの飽和蒸気圧曲線



1/5 気圧で実験を行う際には60°C以上、1/10 気圧で行う際には46°C以上に設定する

溶剤 NMP 中水分を 100%回収するための条件



溶剤 NMP 中水分を 100%回収するためには $W_d > W_e > W_{max}$ の関係が必要

溶剤 NMP 中水分の蒸発分離における各パラメータについて

溶剤からの平衡蒸発水分量 w_e は(1)式のように表すことができる。

$$w_e = P_{\text{sat}} \times \beta \times x \times \frac{V_0}{P} \times \frac{18}{24.45} \dots (1)$$

P_{sat} [Pa]: 飽和蒸気圧、 β [-]: 補正係数 (UNIFAC法より算出)
 x [-]: 溶剤中水分モル分率、 P [Pa]: 真空容器内圧力
 V_0 [L/min]: 導入空気流量、 Q_L [L/min]: 溶剤噴霧流量

空气中飽和水分量 w_d は(2)式で表すことができる。

$$w_d = w_{\text{sat}} \times \frac{V_0}{1000} \dots (2)$$

w_{sat} [g/m³]: 各温度における飽和水蒸気濃度、 V_0 [L/min]: 導入空気流量

溶剤中水分最大蒸発量 w_{max} は(3)式で表すことができる。

$$w_{max} = c \times Q_L \dots (3)$$

c [g/L]: 溶剤中水分濃度、 Q_L [L/min]: 溶剤噴霧流量

1) DBST GmbH Vapor Pressure Calculation
(http://dbonline.ddbst.com/AntoineCalculation/AntoineCalculationCGI.exe?component=N-Methyl-2-pyrrolidone)

空気流動真空蒸発法を用いた溶剤 NMP 中水分の蒸発分離の実験条件

実験条件	値
蒸発温度 T, °C	60.3
導入する溶剤 NMP 中水分濃度 C, g/L	104.3
溶剤噴霧流量 Q _L , L/min	0.015
導入空気流量, L/min	100
気液流量比, -	6700
w _d , g/min	13.1
w _e , g/min	12.8
w _{max} , g/min	1.6

溶剤 NMP 中水分蒸発分離実験における水分の回収率

No.	NMP 中水分濃度 c*, g/L		回収率 %
	蒸発分離前	蒸発分離後	
1	104.4	9.2	91.2
2	101.9	10.1	90.1
3	105.1	10.8	89.7
4	105.6	10.8	89.8
5	105.6	11.0	89.6
Ave.	104.5	10.38	90.1
S.D.	1.38	0.66	0.6
R.S.D., %	1.3	6.4	0.6

測定装置: MKC-710 (京都電子工業株式会社)
実験条件: 溶剤噴霧流量 0.015 L/min、導入空気流量 100 L/min
10分以降の蒸発温度の平均値 60.3±1.1°C (n=2100)

まとめ

- 排気ガス中NMPの冷却凝縮回収装置を用いることで、98.3°Cの排気ガスを9.4°Cまで低下させることができ、NMPガス濃度を2055 ppmより133 ppmまで減少し、排気ガス中NMPを93%回収できた。
- 溶剤からの平衡水分蒸発量 w_e 、空气中飽和水分量 w_d 、溶剤中水分最大蒸発量 w_{max} を考慮すると、溶剤中に含まれる水分をすべて蒸発させることができるような条件を設定することができる。
- 溶剤 NMP 中水分蒸発分離において、 $w_d > w_e > w_{max}$ を満たすような条件で実験を行ったところ、溶剤 NMP (水分濃度 10%) 中水分蒸発分離において、90.1%と、非常に高い回収率を得ることができた。