

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年10月17日(17.10.2024)



(10) 国際公開番号

WO 2024/214584 A1

(51) 国際特許分類:
B01D 21/01 (2006.01) *C02F 11/121* (2019.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/013416

(22) 国際出願日: 2024年4月1日(01.04.2024)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2023-064015 2023年4月11日(11.04.2023) JP

(71) 出願人: 帝人フロンティア株式会社 (TEIJIN FRONTIER CO., LTD.) [JP/JP]; 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島三丁目2番4号 Osaka (JP).

(72) 発明者: 林 邦香 (Hayashi Kunika); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島三丁目2番4号 帝人フロンティア株式会社内 Osaka (JP). 西尾 俊幸 (Nishio Toshiyuki); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島三丁目2番4号 帝人フロンティア株式会社内 Osaka (JP). 丹下 真也 (Tange Shinya); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島三丁目2番4号 帝人フロンティア株式会社内 Osaka (JP).

(74) 代理人: 為山 太郎 (TAMEYAMA Taro); 〒1000013 東京都千代田区霞が関三丁目2番1号 帝人株式会社内 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,

HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: DEHYDRATION AID AND METHOD FOR DEHYDRATING SLUDGE

(54) 発明の名称: 脱水助剤および汚泥の脱水方法

(57) Abstract: Provided is a dehydration aid comprising short hydrophobic fibers and surfactants adhered to the surfaces thereof, characterized in that the surfactants comprise a cationic surfactant and a nonionic surfactant, the cationic surfactant is a surfactant which upon adhesion to the short hydrophobic fibers changes the zeta potential of the short hydrophobic fibers by +50 mV or more, and the nonionic surfactant has an HLB of 7-13. This dehydration aid is evenly dispersible in water and, after floc formation with sludge, enables the sludge to be easily dehydrated and have a reduced water content after the dehydration.

(57) 要約: 疎水性短繊維およびその表面に付着した界面活性剤からなる脱水助剤であって、界面活性剤はカチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤からなり、カチオン性界面活性剤は疎水性短繊維への付着によって疎水性短繊維のゼータ電位を+50 mV以上変化させる界面活性剤であり、ノニオン性界面活性剤はそのHLBが7~13であることを特徴とする脱水助剤により、脱水助剤の水への分散性が均一であり、且つ汚泥とフロック形成後の脱水性が良く、脱水後に含水率を低くすることができる脱水助剤を提供する。

WO 2024/214584 A1

明 細 書

発明の名称：脱水助剤および汚泥の脱水方法

技術分野

[0001] 本発明は脱水助剤に関し、詳しくは汚泥の脱水に用いる繊維状の脱水助剤に関する。さらに、その脱水助剤を用いた汚泥の脱水方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、環境負荷の低減のために、生活排水や工場排水等の有機性排水を生物処理することが増え、これに伴い発生する余剰汚泥が増えている。一般的に、余剰汚泥は、脱水することにより減量した上で廃棄または再利用される。

[0003] 廃棄される場合、多くは焼却処分されるが、汚泥の水分率が高いと、焼却や運搬でのエネルギー負荷が高くなる。このため、脱水汚泥の含水率を下げることが望まれている。

[0004] このなか、脱水する汚泥に、凝集剤と、脱水助剤の繊維を添加し、汚泥を脱水しやすくして脱水する方法が提案されている（特許文献1、2）。この方法において、脱水助剤として、水分散性を向上させるために親水性が比較的高い再生セルロース繊維が用いられている。このため、脱水ケーキの含水率を低くすることの妨げとなっている。

[0005] また、脱水助剤としてパルプを用い、これに－（マイナス）電位を増大させる界面活性剤を作用させ、水に分散した状態で、電荷による相互反発によりパルプの分散を均一に行い、脱水助剤としての効果を高める方法が提案されている（特許文献3）。

[0006] この方法による場合、汚泥のゼータ電位が－（マイナス）電位であることから、脱水に適したフロックを形成させるためにカチオン系高分子凝集剤を多く混合することが必要となり、高コストとなってしまう。

[0007] さらに、合成繊維、半合成繊維、再生繊維および天然繊維の表面を親水性油剤で処理した繊維状物と凝集剤とを用いる方法が提案されている（特許文

献4)。

[0008] この方法の場合、親水性油剤によって繊維の水への投入時の均一分散性は良好となることが想定されるが、これに凝集剤を加えて汚泥に作用させた組成物は、親水性油剤が含まれるため、必ずしも脱水性が向上することにはならない。

特許文献1：特許第4817431号公報

特許文献2：特許第5658107号公報

特許文献3：特許第6411182号公報

特許文献4：特開2018-167191号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0009] 本発明は、脱水助剤の汚泥への分散性が均一であり、かつフロック形成後の脱水性が良く、脱水後の含水率を低くすることができる脱水助剤を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0010] すなわち本発明は、疎水性短繊維およびその表面に付着した界面活性剤からなる脱水助剤であって、界面活性剤はカチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤からなり、カチオン性界面活性剤は疎水性短繊維への付着によって疎水性短繊維のゼータ電位を+50mV以上変化させる界面活性剤であり、ノニオン性界面活性剤はそのHLBが7～13であることを特徴とする脱水助剤である。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、脱水助剤の汚泥への分散性が均一であり、かつフロック形成後の脱水性が良く、脱水後の含水率を低くすることができる脱水助剤を提供することができる。

発明を実施するための最良の形態

[0012] 以下、本発明を詳細に説明する。

[0013] 〔疎水性短繊維〕

本発明における疎水性短繊維は、疎水性繊維の短繊維である。本発明における疎水性繊維は、JIS L-1015記載の水分率が3.0重量%以下の繊維であり、具体的にはポリエステル繊維、ポリオレフィン繊維、ポリ乳酸繊維、アクリル繊維を例示することができる。なかでもポリエステル繊維が好ましく、特にポリエチレンテレフタレート繊維、ポリブチレンテレフタレート繊維が好ましい。すなわち、疎水性短繊維として、ポリエステル短繊維が好ましく、ポリエチレンテレフタレート短繊維、ポリブチレンテレフタレート短繊維が特に好ましい。

[0014] 疎水性短繊維の繊維直径は、好ましくは3~100 μ m、さらに好ましくは4~50 μ m、特に好ましくは5~30 μ mである。繊維直径が3 μ m未満であると、疎水性短繊維同士の凝集性が強くなり、水中および汚泥中に均一に分散し難くなり好ましくない。他方、繊維直径が100 μ mを超えると、毛細管現象効果が低くなるため、汚泥中の保有水を引き出せなくなるため好ましくない。

[0015] 疎水性短繊維は、複数の疎水性短繊維が集まった短繊維集合体の状態で、脱水助剤として用いられる。この短繊維集合体を構成する1本1本の疎水性短繊維の繊維直径は同じであることが好ましい。ここで、繊維直径が同じであるとは、繊維直径の最大値と最小値との相違が20%以下、好ましくは10%以下であることを意味する。

[0016] 疎水性短繊維の繊維長は、好ましくは1~50mm、さらに好ましくは3~20mmである。短繊維集合体を構成する1本1本の疎水性短繊維の繊維長は同じであることが好ましい。ここで、繊維長が同じであるとは、繊維長の最大値と最小値との差が20%以下、好ましくは10%以下であることを意味する。疎水性短繊維の繊維長が1mm未満であると、毛細管現象における導水路としての効果を十分発揮できず好ましくない。他方、繊維長が50mmを超えると、疎水性短繊維同士の絡み付きが起こり、水中および汚泥中への分散性が悪くなり、また、脱水機フィルターへの絡み付きにより閉塞を

発生させるため好ましくない。

[0017] 〔界面活性剤〕

市販品として入手できる疎水性繊維には、紡糸に必要な油剤が付与されている。一般的に油剤は鉱物油と鉱物油を水に乳化させるために、また、帯電防止性能を付与するために、ノニオン性界面活性剤とアニオン性界面活性剤より構成されている。この疎水性繊維をそのまま用いただけでは、汚泥を含む水への分散性が良くない。

[0018] 本発明においては紡糸油剤が付着した疎水性短繊維の表面に、さらにカチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤を付与する。

[0019] 〔カチオン性界面活性剤〕

本発明において用いるカチオン性界面活性剤は、疎水性短繊維に付着することによって疎水性短繊維のゼータ電位を+50 mV以上変化させる性質をもつ界面活性剤である。

[0020] 疎水性短繊維の繊維表面のゼータ電位は、一般的に-(マイナス)であるため、カチオン性界面活性剤とノニオン性界面活性剤の存在下において、カチオン性界面活性剤が疎水性短繊維の表面に吸着し、同時に、カチオン性界面活性剤の疎水基にノニオン性界面活性剤の疎水基が吸着する。

[0021] 紡糸時に付与された油剤には一般的にノニオン性界面活性剤とアニオン性界面活性剤が使用されているが、その内アニオン性界面活性剤が繊維のゼータ電位をさらに-(マイナス)に押し下げている。本発明ではさらに、これにカチオン性界面活性剤を付与することで、電荷が中和され、その結果、ゼータ電位を押し上げることができる。

[0022] 汚泥は-(マイナス)のゼータ電位を有するため、カチオン性界面活性剤が吸着した疎水性短繊維が汚泥に吸着することで、脱水時に導水管として働く。

[0023] ここで、高い脱水率を得るために、カチオン性界面活性剤は、紡糸油剤に使用されているアニオン性界面活性剤の電荷を中和し、さらに疎水性短繊維のゼータ電位をより+(プラス)方向に変化させることが望ましい。このた

め、本発明では、カチオン性界面活性剤として、ゼータ電位を+50 mV以上変化させる性質をもつカチオン性界面活性剤を用いる。

[0024] 疎水性短繊維表面は、そもそも−（マイナス）のゼータ電位であり、さらにそこに紡糸油剤が付着していることでゼータ電位がさらに−（マイナス）方向にシフトしている。本発明では、この疎水性短繊維に上記のカチオン性界面活性剤を付着させることにより、疎水性短繊維表面のゼータ電位を+（プラス）方向にシフトさせる。この結果、そもそも−（マイナス）のゼータ電位を有する汚泥と、上記の疎水性短繊維とが、凝集剤を介して良好なフロックを形成することになり、汚泥の脱水率を向上させることができる。

[0025] この疎水性短繊維の繊維表面のゼータ電位を+50 mV以上変化させるカチオン性界面活性剤として、好ましくは第四級アンモニウム塩を用いる。この場合、疎水性繊維の表面に付着している界面活性剤中の窒素濃度は、第四級アンモニウム塩の窒素元素に由来する。カチオン性界面活性剤によって疎水性短繊維表面のゼータ電位を+50 mV以上変化させるために、界面活性剤中の窒素濃度を好ましくは500 ppm以上、さらに好ましくは750 ppm以上とする。なお、この界面活性剤中の窒素濃度は、疎水性短繊維の繊維表面にそもそも付着していた油剤に含まれていた成分の窒素元素を含む値として算出される。

[0026] カチオン性界面活性剤は、その分子中に疎水基を含む。この疎水基は、好ましくはモノアルキル型またはジアルキル型である。いずれの場合も、アルキル基の炭素数は、水への分散性、疎水性短繊維への付着性、またノニオン性界面活性剤との相溶性等の観点から、好ましくは8~22である。

[0027] この様なカチオン性界面活性剤として、具体的には、ステアルトリモニウムクロリド、ステアルトリモニウムブロミド、セトリモニウムクロリド、セトリモニウムブロミド、ベントリモニウムクロリド、ジステアリルジモニウムクロリド、ジセチルジモニウムクロリド、イソステアリルラウリルジモニウムクロリドを例示することができる。

[0028] [ノニオン性界面活性剤]

疎水性短繊維は、そもそも水への濡れ性が悪く、水への分散性が低い。一般的に、紡糸時に繊維に付与される油剤には、ノニオン性界面活性剤やアニオン性界面活性剤が含まれている。これらの界面活性剤は、あくまで水系油剤を作るためと、帯電防止機能を発現させるために添加されている。これは、繊維束を構成するフィラメント1本1本の水中への分散性の向上のために添加されているのではない。このため、繊維束を構成するフィラメントの水への良好な分散性は、市販の繊維をそのまま用いるだけでは、得ることができない。

[0029] 本発明の脱水助剤の水への分散性は、疎水性短繊維の表面に付着した、HLBが7～13のノニオン性界面活性剤が担う。HLBは、界面活性剤の親水性と親油性（疎水性）の程度を表す尺度であり、親水性が強いものほど値が大きい。HLBは、0（親油性）から20（親水性）の間の値を取る。ノニオン性界面活性剤において、HLBは、下記のGriffinの式により求められる。

$$HLB = 20 \cdot M_w / M$$

（ただし、 M_w は親水基の分子量、 M はノニオン性界面活性剤の分子量である。）

[0030] ノニオン性界面活性剤のHLBが13を超えると、水への分散性は良好となるが、親水性が高くなることから保水性が高くなり、良好な脱水率を得ることができない。他方、ノニオン性界面活性剤のHLBが7未満であると、疎水性短繊維との相互作用こそ強いものの、水への濡れ性が低く、水中への分散性が悪い。

[0031] HLBが7～13のノニオン性界面活性剤として、ポリエーテル・ポリエステル共重合体、エステル型ノニオン性界面活性剤、エーテル型ノニオン性界面活性剤を例示することができる。

[0032] ポリエーテル・ポリエステル共重合体として、テレフタル酸-アルキレングリコール-ポリアルキレングリコール、テレフタル酸-イソフタル酸-アルキレングリコール-ポリアルキレングリコール、テレフタル酸-アルキレン

グリコールーポリアルキレングリコールモノエーテル、テレフタル酸ーイソフタル酸ーアルキレングリコールーポリアルキレングリコールモノエーテル等の共重合体を例示することができる。

[0033] ここでアルキレングリコールとして、エチレングリコール、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール、ペンタメチレングリコールが好ましい。ポリアルキレングリコールとして、ポリエチレングリコール、ポリエチレン・ポリプロピレングリコール共重合体、ポリプロピレングリコールが好ましい。ポリアルキレングリコールモノエーテルとして、ポリエチレングリコールのモノエーテルが好ましい。

[0034] エステル型ノニオン性界面活性剤として、高級脂肪酸のエチレンオキサイド付加物が好ましい。また、エーテル型ノニオン性界面活性剤として、高級アルコールのエチレンオキサイド付加物が好ましい。

[0035] このようにノニオン性界面活性剤は、その分子中に疎水基と親水基を含むため、疎水基が疎水性短繊維と相互作用し、親水基が水と相互作用することで、水中への良好な分散性を得ることができる。

[0036] 本発明では、カチオン性界面活性剤とノニオン性界面活性剤を併用することで、短繊維の水中への均一な分散および汚泥への良好な分散を達成することができ、良好な脱水性を得ることができる。

[0037] 本発明において付与するカチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤よりなる界面活性剤中におけるカチオン性界面活性剤由来の全窒素濃度は、その乾燥重量中好ましくは250ppm以上、さらに好ましくは500ppm以上、さらに好ましくは1000ppm以上である。250ppm未満であると、疎水性短繊維のゼータ電位を十分にプラス側に変化させるために多量に界面活性剤を付与させる必要があり、製造工程的にも、ハンドリング的にも、またコスト的にも好ましくない。

[0038] 界面活性剤には、ゼータ電位に影響を与えない範囲において、水への乳化を助ける乳化剤等が少量含まれてもよい。

[0039] 疎水性短繊維として、表面に付着している紡糸油剤が予め除去されたもの

を用いてもよく、その場合付与するカチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤混合物の濃度をより低くすることができる。

[0040] 〔製造方法〕

界面活性剤は、カチオン性界面活性剤とノニオン性界面活性剤の混合物を水系エマルジョンにして疎水性短繊維の表面に付着させることが好ましい。

[0041] 疎水性短繊維の表面に界面活性剤を付着させる方法として、所定の長さの疎水性短繊維にカットする前の疎水性繊維の連続繊維に、スリットオイリングにて界面活性剤を付着させ、その後に所定の長さに疎水性繊維の連続繊維をカットする方法を用いることができる。また、疎水性繊維の長繊維に界面活性剤の水溶液を噴霧し、その後に所定の長さにカットしてもよい。

[0042] また、所定の長さの疎水性短繊維にカットする前の、予め紡糸油剤を脱油した疎水性繊維の連続繊維を界面活性剤の水溶液の浴に潜らせ、疎水性繊維の連続繊維の表面に付着した余剰の水溶液をマングルで搾るかエアでサクションし、その後に所定の長さに疎水性繊維の連続繊維をカットする方法を用いることもできる。

[0043] 〔凝集剤〕

凝集剤として、無機凝集剤および高分子凝集剤のいずれも用いることができる。

[0044] 無機凝集剤をして、ポリ硫酸第二鉄（ポリ鉄）、ポリ塩化アルミニウム（PAC）、塩化第二鉄、硫酸アルミニウム（硫酸バンド）、消石灰、硫化第一鉄を例示することができる。

[0045] 高分子凝集剤として、ポリアクリルアミド、アクリルアミド・アクリル酸ソーダ共重合体、アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸ソーダ共重合体、アルキルアミノメタクリレート4級塩重合体、アルキルアミノメタクリレート4級塩・アクリルアミド共重合体、ポリビニルアミジン、キトサン、ポリグルタミン酸、アルギン酸、ペクチン、でんぷん、アクリル酸エステルとアクリルアミドとの共重合体およびメタクリル酸エステル重合体を例示することができる。

[0046] 〔脱水用汚泥組成物〕

本発明の脱水助剤を用いて汚泥を脱水するときには、本発明の脱水助剤、汚泥および凝集剤からなる脱水用汚泥組成物とし、この脱水用汚泥組成物を脱水する。具体的には、脱水助剤を汚泥に分散し、これに予め水に分散した凝集剤を添加および攪拌することで、凝集した脱水用汚泥組成物とし、この脱水用汚泥組成物を脱水する。

[0047] 汚泥として、下水処理場、農業集落排水施設、浄化槽、し尿処理施設、産業排水処理施設、浄水場、製紙工場および鉱山からの汚泥を例示することができる。汚泥の含水率は、汚泥脱水機のハンドリングの観点から、好ましくは90～99.9重量%、さらに好ましくは95～99.5重量%、特に好ましくは96～99重量%である。

[0048] 本発明の脱水助剤は、100重量部の汚泥固形分（汚泥TS）に対して、コストも考慮した上で脱水ケーキ含水率を下げる観点から、好ましくは0.3～10重量部、さらに好ましくは0.6～6重量部を添加する。凝集剤の添加量は、100重量部の汚泥TSに対して、例えば0.1～3重量部を添加する。

[0049] 本発明の脱水助剤は、遠心脱水機、ベルトプレス、スクリーンプレス、フィルタープレス、多重円盤型脱水機、二重円筒加圧脱水機などの脱水機を用いた脱水に適した脱水用汚泥組成物である。

[0050] 〔脱水方法〕

本発明の脱水助剤は、

（工程1）本発明の脱水助剤を汚泥に分散させる工程、

（工程2）水に分散した凝集剤を汚泥に添加および攪拌して汚泥を凝集する工程、および

（工程3）凝集した汚泥を脱水する工程

を含む脱水方法において、好適に使用することができる。

[0051] すなわち本発明によれば、

（工程1）上述の脱水助剤を汚泥に分散させる工程、

(工程2) 水に分散した凝集剤を汚泥に添加および攪拌して汚泥を凝集する工程、および

(工程3) 凝集した汚泥を脱水する工程
をこの順序で含む、汚泥の脱水方法が提供される。

実施例

[0052] 以下、実施例を挙げて本発明を詳述する。測定および評価は以下の方法で行った。なお、汚泥TSは、汚泥の全蒸発残留物であり、すなわち、汚泥のスラリー中に含まれる固形物の全体量である。

(1) 油剤および界面活性剤の付着量

市中で手に入る疎水性繊維に付与されている油剤の量およびその疎水性繊維に付与されるカチオン性界面活性剤とアニオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の量は、105℃でサンプルを一晩乾燥させた後、JIS L 1013 2010 8. 27 (c) メタノール抽出法にて測定した。

[0053] (2) 全窒素濃度

付与するカチオン性界面活性剤およびアニオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤中のカチオン性界面活性剤の全窒素濃度および疎水性繊維表面に付着した油剤および界面活性剤中のカチオン性界面活性剤の全窒素濃度の測定は下記方法により実施した。

1) 前処理

カチオン性界面活性剤およびアニオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の場合、シャーレに薄く均等に広げた後、重量変化が無くなるまで50℃で真空乾燥した。

また、疎水性繊維表面に付着した油剤および付与された界面活性剤の場合、上記(1)にてメタノール抽出された溶液をシャーレに移した後、50℃の乾燥器にてメタノールを除去した後、重量変化が無くなるまで50℃で真空乾燥した。

2) 全窒素分析

TN-2100H日東精工アナリテック製微量全窒素分析装置を用い、酸

化燃焼・化学発光法にて窒素の定量分析を行った。

[0054] (3) 短繊維のゼータ電位

短繊維のサンプルを測定用カラムに、サンプルが移動しないように両端多孔板の間に密に充填し、一方向から一定圧力が掛かるように加圧することで発生する流動電位を各 pH にて測定し、下記式よりゼータ電位を求めた。この際、pH を下げる方向に変化せる場合は純水で希釈した塩酸を添加し、他方、pH を上げる方向に変化させる場合は純水で希釈した水酸化カリウムを添加して pH を調節した。

$$\text{ゼータ電位} = -\Delta V \times \eta \times k / (\varepsilon \times \Delta P)$$

ΔV : 流動電位

η : 測定液の粘度

k : 測定液の電気伝導度

ε : 測定液の誘電率

ΔP : 両端多孔板間の圧損

[0055] (4) 脱水助剤の汚泥への分散状態

余剰汚泥 200 ml に、汚泥 TS に対して 3 重量%の脱水助剤を添加し、攪拌機で 150 rpm、5 分間攪拌した。

この時の状態を目視観察し、下記の基準で評価した。

繊維 1 本 1 本まで均一に分散している A

繊維束の塊が少しある B

繊維束の塊が有る C

[0056] (5) 脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態

余剰汚泥 200 ml に、汚泥 TS に対して 3 重量%の脱水助剤を添加し、攪拌機で 150 rpm、5 分間攪拌した。その後、カチオン系凝集剤を TS に対して 2 重量%添加し、150 rpm で 60 秒間攪拌した後、60 rpm で 5 分間攪拌し脱水用汚泥組成物を得た。これをろ布（中尾フィルター製 P P 9 A 2 5）上で 30 秒程度重力ろ過した後、圧空を利用したピストン型脱水機を用いて、0.6 MPa の圧力で 5 分間圧搾し、脱水ケーキを得た。

このときの脱水ケーキの状態を目視観察して、下記基準で評価した。

繊維 1 本 1 本まで均一に分散している	A
繊維束の塊が少しある	B
繊維束の塊が有る	C

[0057] (6) 脱水ケーキ含水率

上記 (5) で得られた脱水ケーキの含水率を下記の手順に従い測定した。

- 1) アルミカップの空重量 X (g) を測定する。
- 2) 測定対象の脱水ケーキをアルミカップに移し、脱水ケーキとアルミカップの合計重量 Y (g) を測定する。
- 3) アルミカップごと脱水ケーキを乾燥機に入れ、105℃で一晩乾燥させる。
- 4) 放冷後、アルミカップごと脱水ケーキとアルミカップの合計重量 Z (g) を測定する。
- 5) 以下に示す計算式により、脱水ケーキの含水率を算出する。

$$\text{含水率 (重量\%)} = (Y - Z) / (Y - X)$$

[0058] (7) 脱水ケーキ発生量削減率

脱水ケーキ発生量削減率を下記の手順に従い測定した。

- 1) 汚泥 TS 濃度 A (重量%) の汚泥に、高分子凝集剤を汚泥 TS に対して B (重量%) 添加し、そのまま脱水機により脱水して脱水ケーキとし、脱水後の脱水ケーキの含水率 X (重量%) を測定する。

- 2) 下記計算式で、汚泥量 100 トン、脱水助剤の添加なしの場合の脱水ケーキの発生量 D₀ (トン) を算出する。

$$D_0 = (100 \text{ トン} \times A \text{ (重量\%)} + 100 \text{ トン} \times A \text{ (重量\%)} \times B \text{ (重量\%)}) / (1 - X \text{ (重量\%)})$$

- 3) 汚泥 TS 濃度 A (重量%) の汚泥に、脱水助剤を汚泥 TS に対して C (重量%) 添加して攪拌し、さらに高分子凝集剤を汚泥 TS に対して B (重

量%) 添加して攪拌する。その後、脱水機により脱水して脱水ケーキとし、脱水ケーキの含水率 Y (重量%) を測定する。

4) 以下の計算式で、汚泥量 100 トン、脱水助剤の添加ありの場合の脱水ケーキ発生量 D_1 (トン) を算出する。

$$D_1 = (100 \text{ トン} \times A \text{ (重量\%)} + 100 \text{ トン} \times A \text{ (重量\%)} \times (B + C) \text{ (重量\%)}) / (1 - Y \text{ (重量\%)})$$

5) 以下の計算式で、脱水ケーキ発生量削減率を計算する。

$$\text{脱水ケーキ発生量削減率 (重量\%)} = (1 - D_1 / D_0) \times 100$$

[0059] [実施例 1]

第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤由来の全窒素濃度が 1000 ppm である第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤と HLB = 11 のポリエーテル・エステル共重合体であるノニオン性界面活性剤との混合物よりなる界面活性剤の水溶液を用意した。これを用いて、繊維表面に付着した油剤および界面活性剤の付着量が繊維重量に対し 1.2 重量%であり、繊維表面に付着した油剤および界面活性剤中の全窒素濃度が 500 ppm である、単糸繊度 0.6 dTex かつ長さ 10 mm のポリエステル短繊維と 3.3 dTex 長さが 10 mm のポリエステル短繊維との重量比 2 : 1 の混合物である脱水助剤を作成した。

[0060] この脱水助剤の短繊維の pH = 7.5 でのゼータ電位は、ノニオン性界面活性剤と第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液付着後において -33.9 mV であった。また、メタノールにて脱油後の前記短繊維のゼータ電位は -84.6 mV であった。すなわち、ノニオン性界面活性剤と第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤の混合物からなる界面活性剤の水溶液を付与することで、ゼータ電位は 50.7 mV 増加していた。

[0061] 脱水助剤の汚泥への分散状態、脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態、脱水

ケーキ含水率、および脱水ケーキ発生量削減率を測定した。結果を表1に示す。

[0062] 〔実施例2〕

第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤由来の全窒素濃度が1000 ppmである、第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤とHLB=11のポリエーテル・エステル共重合体であるノニオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液を用意した。これを用いて、繊維表面に付着した油剤および界面活性剤の付着量が繊維重量に対し2.4重量%であり、繊維表面に付着した油剤および界面活性剤中の全窒素濃度が840 ppmである、単糸繊度0.6 dTexかつ長さ10mmのポリエステル短繊維よりなる脱水助剤を作成した。

[0063] この脱水助剤の短繊維のpH=7.5でのゼータ電位は、ノニオン性界面活性剤と第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液付着後において-14.2 mVであった。また、メタノールにて脱油後の前記短繊維のゼータ電位は-84.6 mVであった。すなわち、ノニオン性界面活性剤と第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液を付与することで、ゼータ電位は70.4 mV増加していた。

[0064] 脱水助剤の汚泥への分散状態、脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態、脱水ケーキ含水率、および脱水ケーキ発生量削減率を測定した。結果を表1に示す。

[0065] 〔実施例3〕

第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤由来の全窒素濃度が1000 ppmである、第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤とHLB=11のポリエーテル・エステル共重合体であるノニオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液を用意した。これを用いて、繊維表面に付着した油剤および界面活性剤の付着量が繊維重量に対し2.0重量%であり、繊維表面に付着した油剤および界面活性剤中の全窒素濃度が790 ppmで

ある、単糸繊度0.6 d T e xかつ長さ10 mmのポリエステル短繊維と3.3 d T e x長さが10 mmのポリエステル短繊維との重量比2 : 1の混合物である脱水助剤を作成した。

[0066] この短繊維のpH=7.5でのゼータ電位は、ノニオン性界面活性剤と第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液付着後において-27.0 mVであった。また、メタノールにて脱油後の繊維のゼータ電位は-84.6 mVであった。すなわち、ノニオン性界面活性剤と第四級アンモニウム塩型カチオン性界面活性剤の混合物よりなる界面活性剤の水溶液を付与することで57.6 mV増加していた。

[0067] 脱水助剤の汚泥への分散状態、脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態、脱水ケーキ含水率、および脱水ケーキ発生量削減率を測定した。結果を表1に示す。

[0068] [比較例1]

予め脱油した繊維表面に、HLB=15ノニオン性界面活性剤を繊維重量に対して1.5重量%付与した、単糸繊度0.6 d T e xかつ長さ10 mmのポリエステル短繊維よりなる脱水助剤を作成した。

[0069] この短繊維のpH=7.5でのゼータ電位は、ノニオン性界面活性剤の水溶液付着後において-79.3 mVであった。また、メタノールにて脱油後の短繊維のゼータ電位は-84.6 mVであり、ノニオン性界面活性剤水溶液を付与することでゼータ電位の変化はほとんど無かった。

[0070] 脱水助剤の汚泥への分散状態、脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態、脱水ケーキ含水率、および脱水ケーキ発生量削減率を測定した。結果を表1に示す。

[0071] [比較例2]

アニオン性界面活性剤を含む油剤が繊維重量に対して0.5重量%付着している、市販品として手に入る単糸繊度0.6 d T e xのポリエステル繊維を、長さ10 mmにカットしてポリエステル短繊維とすることで脱水助剤を作成した。

[0072] この短繊維の pH = 7.5 でのゼータ電位は -125.9 mV であった。メタノールにて脱油後の短繊維のゼータ電位は -84.6 mV であった。すなわち、アニオン性界面活性剤を含む油剤にて 41.3 mV 低下していた。

[0073] 脱水助剤の汚泥への分散状態、脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態、脱水ケーキ含水率、および脱水ケーキ発生量削減率を測定した。結果を表 1 に示す。

[0074] [表1]

	脱水助剤の汚泥への分散状態	脱水助剤の脱水ケーキへの分散状態	脱水ケーキ含水率 (重量%) (脱水助剤なしのブランク含水率 (重量%))	脱水ケーキ発生量削減率 (重量%)
実施例 1	B	B	80.2 (82.2)	7.5
実施例 2	A	A	80.4 (82.2)	6.5
実施例 3	A	A	80.2 (82.7)	10.1
比較例 1	B	B	78.8 (79.9)	2.4
比較例 2	C	C	81.6 (82.2)	0.4

産業上の利用可能性

[0075] 本発明の脱水助剤は、下水処理場、浄化槽、し尿処理施設、産業排水処理施設、その他排水処理施設工場から発生する汚泥、浄水場にて発生する汚泥、製紙工場で発生する汚泥、建築・土木工事で発生する汚泥、鉱廃水由来の汚泥などの脱水剤として用いることができる。

請求の範囲

- [請求項1] 疎水性短繊維およびその表面に付着した界面活性剤からなる脱水助剤であって、界面活性剤はカチオン性界面活性剤およびノニオン性界面活性剤からなり、カチオン性界面活性剤は疎水性短繊維への付着によって疎水性短繊維のゼータ電位を+50 mV以上変化させる界面活性剤であり、ノニオン性界面活性剤はそのHLBが7～13であることを特徴とする脱水助剤。
- [請求項2] カチオン性界面活性剤が第四級アンモニウム塩であり、疎水性繊維の表面に付着した界面活性剤中の窒素濃度が500 ppm以上である、請求項1に記載の脱水助剤。
- [請求項3] 疎水性短繊維がポリエステル短繊維である、請求項1に記載の脱水助剤。
- [請求項4] 請求項1乃至3のいずれかに記載の脱水助剤、汚泥および凝集剤からなる、脱水用汚泥組成物。
- [請求項5] 請求項1乃至3のいずれかに記載の脱水助剤を汚泥に分散し、これに予め水に分散した凝集剤を添加および攪拌することで得られる、凝集した脱水用汚泥組成物。
- [請求項6] (工程1) 請求項1乃至3のいずれかに記載の脱水助剤を汚泥に分散させる工程、
(工程2) 水に分散した凝集剤を汚泥に添加および攪拌して汚泥を凝集する工程、および
(工程3) 凝集した汚泥を脱水する工程
をこの順序で含む、汚泥の脱水方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/013416

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>B01D 21/01</i> (2006.01)i; <i>C02F 11/121</i> (2019.01)i FI: B01D21/01 104; C02F11/121 ZAB According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) B01D21/01; C02F11/121		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2021/002243 A1 (TEIJIN FRONTIER CO., LTD.) 07 January 2021 (2021-01-07) claim 1, paragraphs [0014]-[0016], [0027], [0035], [0048], [0049]	1-6
Y	JP 56-97600 A (NICHIREKI KAGAKU KOGYO KK) 06 August 1981 (1981-08-06) claims, p. 2, lower right column, line 20 to p. 3, lower right column, line 8	1-6
A	JP 2023-10102 A (DEXERIALS CORP.) 20 January 2023 (2023-01-20) claims 1-3	1-6
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "D" document cited by the applicant in the international application "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 13 June 2024		Date of mailing of the international search report 25 June 2024
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No. PCT/JP2024/013416

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	2021/002243	A1	07 January 2021	CN	114174231	A	
				TW	202110752	A	

JP	56-97600	A	06 August 1981	(Family: none)			

JP	2023-10102	A	20 January 2023	CN	115594274	A	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） B01D 21/01(2006.01)i; C02F 11/121(2019.01)i FI: B01D21/01 104; C02F11/121 ZAB		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） B01D21/01; C02F11/121 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2024年 日本国実用新案登録公報 1996-2024年 日本国登録実用新案公報 1994-2024年		
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	WO 2021/002243 A1 (帝人フロンティア株式会社) 07.01.2021 (2021-01-07) 請求項1, 段落0014-0016, 0027, 0035, 0048-0049	1-6
Y	JP 56-97600 A (日漕化学工業株式会社) 06.08.1981 (1981-08-06) 特許請求の範囲, 第2頁右下欄第20行-第3頁右下欄第8行	1-6
A	JP 2023-10102 A (デクセリアルズ株式会社) 20.01.2023 (2023-01-20) 請求項1-3	1-6
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの “D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献 “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 13.06.2024	国際調査報告の発送日 25.06.2024	
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 石岡 隆 4D 2586 電話番号 03-3581-1101 内線 3421	

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/013416

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2021/002243 A1	07.01.2021	CN 114174231 A TW 202110752 A	
JP 56-97600 A	06.08.1981	(ファミリーなし)	
JP 2023-10102 A	20.01.2023	CN 115594274 A	