環境省委託事業

令和5年度

脱炭素型循環経済システム構築促進事業のうち、

プラスチック等資源循環システム構築実証事業

(うち、廃油のリサイクルプロセス構築・省CO2化実証事業)

(廃潤滑油を活用した潤滑油基油へのリサイクルプロセス構築)

成果報告書

令和6年2月

E N E O S 株 式 会 社

サマリー（日本語）

潤滑油のマテリアルリサイクルとして有効な手段の一つと考えられる「再生基油」について、同事業を社会実装する際の主要課題について整理した。

まず、原材料となる使用済み潤滑油について、その種類と使用履歴を追跡しながら分析し、再生基油製造に適した原材料の探索を行った。その結果、自動車用潤滑油を中心としつつも、油圧作動油等の機械油を中心とした工業用潤滑油も適用可能であることを確認した。

次に、製造プロセスについては、使用済み潤滑油に含有される添加剤および金属分の除去と、再生基油の性能向上に必要な主要プロセスである「薄膜真空蒸留」「溶剤精製」「水素化精製」を実施し、これらの組み合わせにより API グループ II や III 相当の性能を持つ再生基油の試製に成功した。自動車用潤滑油および工業用潤滑油をはじめとした幅広い潤滑油製品に適用できることが期待される。なお、一部工程は実験室レベルのごく小規模なスケールで実施したため、収率については今後のスケールアップでの精査が必要である。

また、LCA 上における CO2 排出量について、海外先行事例やバージン製品のプロセスも参照にしながら概算を試みた。本事業においては、実測および詳細データに基づく試算を行うことは極めて困難であったため、CO2 排出量の有効性については、今後の事業モデル構築や精製プロセス設計と合わせた精査が必要との結論に至った。

最後に、事業化を検討する際の課題として特に重要な「使用済み潤滑油の回収スキーム」「想定される経済性」を考察した。現在、再生重油事業で用いられている回収スキームを活用することは有効であり、本事業を成立させるための必須要件であるといえる。一方、非化石エネルギー扱いである再生重油の需要と価格の高止まりは、使用済み潤滑油の確保と事業の経済性を困難にする可能性が高く、中長期的な視点で「サーマルリサイクルとマテリアルリサイクルのバランス目標」を設定することが肝要である。

以上の結論として、再生基油事業は我が国における潤滑油のマテリアルリサイクルの手段として有効であり、その社会的な意義からも早期導入が望ましいことが示唆された。今後、既存のサーマルリサイクルである再生重油事業と並行した形での社会実装化に向け、詳細設計を進めていきたい。

Summary (English)

Re-refined base oil (RRBO) is one of the effective methods for material recycling of lubricating oil. We have summarized the main issues that will be faced when implementing this project in society.

First, we analyzed used lubricating oil (ULO), which is the raw material for RRBO. While tracking its type and usage history, we tried to search for ULO sources suitable for producing RRBO. As a result, we confirmed that the product could be applied not only to automotive lubricating oils, but also to industrial lubricating oils, mainly machine oils such as hydraulic fluids.

Next, regarding the re-refining process, we have conducted the process of the thin film evaporation, solvent extraction, and hydrogen treating/cracking, which are the main processes necessary to remove additives and metals from ULO and improve the performance of RRBO. By combining these methods, we succeeded in trial producing a RRBO with performance equivalent to API Group II or III, which can be applied to a wide range of finished lubricant products, including automotive and industrial lubricants. Since we carried out on a very small scale, the production yield will need to be carefully examined in future scale-ups.

We have also tried to estimate CO₂ emissions based on life cycle assessment (LCA) by referring to overseas precedents and processes for virgin lube base oils. Through this project, we found the difficulty to make a trial calculation due to lack of actual measurements and detailed data, so we have concluded that the effectiveness of CO₂ emissions needs to be examined closely in conjunction with future business model construction and re-refining process design.

Finally, we considered the ULO collection scheme and assumed economic efficiency, which are particularly crucial issues for considering commercialization. Utilizing the current ULO collecting systems used in the recycled heavy oil is very effective and could be essential requirement for the success of this project. On the other hand, the continued high demand and price of recycled heavy oil, which is treated as a "non-fossil/renewable energy" currently, is likely to make

it difficult to secure ULO for RRBO and make business economical.

The RRBO is an effective means of material recycling of lubricating oil in Japan, and that early implementation is desirable. In the future, we would like to proceed with detailed designs for social implementation in parallel with the existing thermal recycling recycled heavy oil business.

目 次

第1章 事業の概要	
1. 1 事業の目的	・・・8
1. 2 事業の方法	・・・9
1. 2. 1 事業の体制	・・・9
1. 2. 2 事業の期間	・・・9
第2章 海外の基油再生事業者に対する調査	
2. 1 はじめに	・・・10
2. 2 AVISTA OIL AG	・・・12
2. 3 ITELUM Regeneration S.p.A.	・・・15
2. 4 PURAGLOBE Inc.	・・・17
2. 5 まとめ	・・・19
第3章 廃潤滑油からの基油製造評価	
3. 1 廃潤滑油の性状	・・・22
3. 1. 1 はじめに	・・・22
3. 1. 2 廃潤滑油の回収	・・・26
3. 1. 3 廃潤滑油の分析	・・・29
3. 1. 4 本プロジェクトにおける廃潤滑油の評価	・・・35
3. 1. 5 まとめ	・・・40
3. 2 廃潤滑油の前処理	・・・41
3. 2. 1 はじめに	・・・41
3. 2. 2 ディソルター	・・・42
3. 2. 3 実験	・・・44
3. 2. 3. 1 評価方法と試料油	・・・44
3. 2. 3. 2 評価結果	・・・46
3. 2. 3. 3 まとめ	・・・47

3. 3	薄膜真空蒸留	・・・48
3. 3. 1	はじめに	・・・48
3. 3. 2	実験	・・・49
3. 3. 2. 1	潤滑油添加剤	・・・49
3. 3. 2. 2	薄膜真空蒸留装置	・・・52
3. 3. 2. 3	試料油	・・・55
3. 3. 2. 4	新油を用いた試験条件検討	・・・57
3. 3. 2. 5	廃潤滑油処理	・・・62
3. 3. 3	薄膜真空蒸留まとめ	・・・63
3. 4	溶剤抽出による添加剤除去	・・・75
3. 4. 1	はじめに	・・・75
3. 4. 2	実験	・・・76
3. 4. 2. 1	新油を用いた抽出条件の検討	・・・76
3. 4. 2. 2	重質添加剤（粘度指数向上剤）を除いた抽出条件の検討	・・・85
3. 4. 2. 3	廃潤滑油を用いた抽出条件検討	・・・88
3. 4. 2. 4	薄膜真空蒸留後の廃潤滑油を用いた抽出条件検討	・・・92
3. 4. 3	まとめ	・・・93
3. 5	水素化精製	・・・94
3. 5. 1	はじめに	・・・94
3. 5. 2	評価装置、試料油および実験条件	・・・96
3. 5. 3	実験結果	・・・98
3. 5. 4	まとめ	・・・121
第4章 プロセス検討		
4. 1	はじめに	・・・123
4. 2	本事業検討プロセス	・・・124
4. 3	プロセスの検証	・・・126
4. 3. 1	使用済潤滑油	・・・126

4. 3. 2	薄膜真空蒸留	・・・	129
4. 3. 3	溶剤抽出	・・・	133
4. 3. 4	水素化精製	・・・	136
4. 4	再生基油を用いたエンジン油の試製	・・・	140
4. 5	まとめ	・・・	143
第5章 再生基油事業の LCA			
5. 1	再生基油事業に関する LCA へのアプローチ	・・・	144
5. 2	LCA の評価	・・・	145
5. 2. 1	バウンダリ①の LCA	・・・	145
5. 2. 1. 1	目的及び調査範囲の設定	・・・	145
5. 2. 1. 2	インベントリ分析・影響評価	・・・	146
5. 2. 1. 3	解釈	・・・	148
5. 2. 2	バウンダリ②の LCA	・・・	149
5. 2. 2. 1	目的及び調査範囲の設定	・・・	149
5. 2. 2. 2	インベントリ分析・影響評価	・・・	150
5. 2. 2. 3	解釈	・・・	151
5. 3	生産工程のラボ評価における CO2 排出量	・・・	153
5. 4	まとめ	・・・	156
第6章 社会実装に向けて			
6. 1	はじめに	・・・	158
6. 2	実装化の課題	・・・	159
6. 2. 1	使用済み潤滑油の種類	・・・	159
6. 2. 2	使用済み潤滑油の回収システム	・・・	161
6. 2. 3	製造プロセスの選択と事業モデルへの影響	・・・	163
6. 2. 4	経済性の確保	・・・	167
6. 2. 5	サーマルリサイクルとの適切なバランス	・・・	169
6. 3	まとめ	・・・	171

第1章 事業の概要

1.1 事業の目的

潤滑油は、自動車や工作機械など、さまざまな機械分野で使用されており、我が国の産業基盤を支える上で不可欠な存在である。近年のトレンドである「低炭素化・脱炭素化」社会へ貢献する『機能材料』としての期待も大きい。

これまで、潤滑油事業は従来から高性能な環境配慮型商品（省エネルギー・長寿命など）を市場に投入し、低炭素社会（特に Scope3 である需要家での潤滑油製品使用過程における CO2 排出量削減）への進展に貢献してきた。近年では素材そのものの低炭素化も求められるようになり、従来の原油由来の潤滑油基油に加えて「植物由来基油」「再生基油（廃潤滑油からのリサイクル）」への注目が高まっている。

現在、北米や欧州では再生基油市場が一定程度存在し、低炭素素材としての認知度も上がっているものの、我が国においては市場そのものが存在せず、2020年の1年間に発生した廃潤滑油約73万kLのうち、約44万kLが燃料（再生重油）として利用された他、自家燃料としても約5万kLが焼却され、年間約130万トンのCO2が発生している。今後、潤滑油のサーマルリサイクルに加えて「マテリアルリサイクル」を社会へ提示していくためには、再生基油製造の技術確立に加えて、廃潤滑油の回収ルールや再生基油の品質規格等も整理していく必要がある。

本事業では再生基油が社会実装されるためにクリアすべき課題を明確にすることを目的とし、我が国における廃潤滑油の実態把握と再生技術の有効性確認を通じて、技術面での課題解決を目指す。加えて、潤滑油ライフサイクル上のCO2排出量の考え方についても基本的な論点整理を行いつつ、我が国の実態に合った潤滑油マテリアルサイクル構築に向けたシステムの提言を目指す。

1. 2 事業の方法

1. 2. 1 事業の体制

本事業は ENEOS 株式会社が環境省から受託し、実施した。実施体制は、図 1-1 に示すとおりである。一部の特殊な試験等については、外部専門機関に外注して実施した。

図 1-1 事業の実施体制

1. 2. 2 事業の実施期間

事業の実施期間は、次のとおりである。

2022 年 10 月 6 日～2024 年 2 月 29 日

第2章 海外の基油再生事業者に対する調査

2.1 はじめに

海外では既に廃潤滑油のマテリアルリサイクルが行われており、基油再生事業者がその地域ごとに必要な品質の再生基油を製造している。図2-1に、日本・米国・欧州における潤滑油の販売から再生基油（図中の「再精製基油」）に至るまでのマテリアルバランスを示す。日本では廃潤滑油（図中の「使用済潤滑油」）の回収率は米国や欧州と遜色ない値であるが、そのほとんどが燃料として使用されており再生基油として生まれ変わるマテリアルリサイクルは行われていない。一方で、欧州では回収された廃潤滑油の半分以上が再生基油となっている。

図2-1 日米欧の潤滑油リサイクルにおけるマテリアルバランス(出典 文献1)

潤滑油の基油は米国石油協会（American Petroleum Institute: API）により、表2-1のようにグループⅠからグループⅤに分類されており、うちグループⅠからⅢが鉱油系の基油である。その性状は、硫黄分・飽和分・粘度指数により規定され、グループⅠ、Ⅱ、Ⅲの順に精製度が高くなり、価格も概ねその順に高価になっていく。

表2-1 米国石油協会の基油カテゴリー(出典 文献2)

分類	硫黄分		飽和分, %	粘度指数
グループⅠ	≧0.03	and/or	≦90	80~119 (100)
グループⅡ	≦0.03	and	≧90	80~119 (100)
グループⅢ	≦0.03	and	≧90	≧120 (125)
グループⅣ	ポリ- α -オレフィン (PAOs)			
グループⅤ	グループⅠ~Ⅳ以外 (エステル)			

潤滑油製品に使用される基油としては、グループⅠ基油の使用量は減少しており、燃費や酸化安定性向上のためにより精製度の高いグループⅡ、Ⅲ基油がますます使用されるようになってきている。欧州における廃潤滑油の再精製工場としてはグループⅠ基油を製造するものがまだ多いが、上記背景からグループⅠ基油製造工場が世界中で閉鎖され始めている現状を鑑みると、再生基油についても新規の工場ではグループⅡ、Ⅱ+、Ⅲ基油の製造へと切り替わっていくものと想定される。

そこで、欧州の基油再生事業者のうち、グループⅠ、Ⅱ、Ⅲ基油を製造している代表的な数社についてヒアリングや文献・Web ページからの情報収集を行い、それぞれの再生基油製造プロセスを調査した。

調査対象とした事業者を下記に示す。

- ・ AVISTA OIL AG

米国と欧州に再生工場を有する基油再生事業者の欧州部門。グループⅠ基油を製造。

- ・ ITELUM Regeneration S.p.A

イタリアの基油再生・潤滑油販売事業者。グループⅡ基油を製造。

- ・ PURAGLOBE Inc.

ドイツの基油再生・潤滑油販売事業者。グループⅢ基油を製造。

2. 2 AVISTA OIL AG

AVISTA OIL は 1951 年にドイツで設立され、それ以来欧州の再生基油業界をリードし続けている歴史ある基油再生事業者である。廃潤滑油の総処理量は約 25 万トン/年であり、欧州最大の事業規模を有する。ドイツとデンマークに再精製工場があり、米国でも再精製工場を運営している(処理能力: 16 万トン/年)。米国では、グループⅡ+基油およびグループⅢ基油を製造し、欧州ではグループⅠ+の再生基油を製造している。

潤滑油基油の精製度は年々向上しており、それに伴って廃潤滑油を原料として製造される再生基油の品質も向上している。欧州の AVISTA OIL ではエネルギー消費の大きい水素化処理は行わず、特許取得済の ESR(Enhanced Selective Refining)技術により、高品質の基油を製造している。具体的には以下のような手法が採用されている。(工程図については図 2-2、2-3 参照)

- ・常圧蒸留による水分と軽質分の除去
- ・減圧蒸留による軽油留分の除去
- ・高真空薄膜蒸留による重質分の除去
- ・分留による潤滑油留分の分別(沸点範囲による分画)
- ・溶媒-溶媒抽出による精製(強力な選択的精製、「ESR」)

AVISTA OIL Re-Refining Technology

図 2 - 2 AVISTA OIL 精製プロセス概略(出典 文献 3)

図 2 - 3 AVISTA OIL Re-Refining Process (出典 文献 4)

上述のように、化学反応を行わずに不要な成分を分離することで製造する再生基油の品質を向上させている。従来のバージン基油精製工程と比較して二酸化炭素を 30%削減できるとしており、水素化処理を行う再精製工場と比較して設備投資額が低く、投資しやすいというメリットもある。使用する溶剤も再精製して繰り返し使え、廃棄物を一切出さない工場として操業を続けている。

2. 3 ITELYUM Regeneration S.p.A.

ITELYUM は 2019 年に Viscolube、Bitolea を買収し設立されたイタリアの基油再生会社である。Viscolube は再生基油を、Bitolea は再精製溶剤を専門に扱う企業であった。Viscolube は 1963 年に設立された企業で、イタリアに 2 ヶ所ある再精製工場は 20 万トン/年の廃潤滑油処理能力がある。Viscolube は、独自の特許技術である Revivoil を保有しており、グループ I +、II + 基油を製造していた。この技術を ITELYUM が引き継ぎ今日に至っている。

Viscolube が有していた Revivoil プロセスは、フランスの Axens と共同で開発されたものである。この Revivoil プロセスの応用技術が世界で最も使われている再精製プロセスであり、製造される再生基油のうちグループ I + が 90%以上を占める。プロセスの概要を図 2-4 に示す。

① フラッシュ

廃潤滑油を 140°C に加熱
真空カラムで蒸留し水と
軽質炭化水素を分離

② 脱アスファルト

360°C で蒸留し粘度ごとに
留分を抽出
アスファルトは底部に回収

③ 水素化脱硫

水素と混合し 300°C に加熱
硫黄と多環芳香族が少ない
無色透明な基油に精製

図 2-4 ITELYUM 再精製プロセス概要(出典 文献 5)

Revivoil プロセスにより、100kg の廃潤滑油から約 65kg の再生基油、14kg のビチューメン、8kg の軽油および8kg の水が得られる。廃棄物は4%のみとなっている。

図 2-5 Revivoil プロセスにより得られる生成物(出典 文献6)

2. 4 PURAGLOBE Inc.

PURAGLOBE の SYNTAINICS 基油は、再生基油としては世界初のグループⅢ基油として 2017 年にドイツで、2020 年にアメリカで製造を開始した。ドイツ工場ではもともとグループⅡ基油を製造していたが、2017 年にグループⅢ基油製造への切替を行っている。ドイツ・アメリカの 2 工場の製造工程は同一であり、各工場 10 万トン/年のグループⅢ基油を製造している。同社のグループⅢ基油の品質は高く、日本の代表的な自動車メーカーのエンジン油の基油としても採用実績がある。

同社は 2000 年代初頭に、Honeywell UOP HyLube™および HyLubeSAT™テクノロジーにより、廃潤滑油をグループⅡ基油に変換する独自の製法を開発した。それ以来、同社は独自技術の開発を進め、廃潤滑油をグループⅢ基油に再設計すると同時に、CO₂ 排出量を削減し、ゼロウェイスト精製を実現している。同社の技術は、再精製技術の中で二酸化炭素排出量削減に一番効果を発揮することが第三者機関(IFEU)により証明されており、現状では世界最先端レベルであると考えられる。

同社は UOP からライセンスを受けているが、このライセンス料は、相当高額ではないかと言われている。しかしながら、グループⅢ基油の価格は安定的に高いことから、PURAGLOBE は投資金額に十分見合うマージンが取れていると推測される。

Honeywell UOP HyLube™および HyLubeSAT™テクノロジーの概略は以下のとおりである。(出典 文献 7)

- ①廃潤滑油を高温の水素と混合する。50～70%の油が気相に移行し、底部に残渣が残る。
- ②気相に移行した油の蒸気は、高圧水素化反応器に導入される。高圧水素化反応器では、特殊な触媒を用いて、60～80 気圧、300～350℃で直接接触水素化(HyLube プロセス)が行われ、金属化合物や硫黄、窒素、塩素化合物が除去され、芳香族化合物が飽和される。
- ③水素化された油成分は反応生成物と循環ガスから分離され、分留塔でそれぞれの粘度グレードの基油と副生成物のガソリンおよび軽油に分離される。
- ④①で底部に残った残渣は、蒸気を使ったストリップングカラムにより重油およびその他の油蒸気に分離される。

2017 年に稼働した PURALUBE Raffinerie GmbH の HyLube-SAT プロセスでは、グループⅡ、Ⅲ基油を生産している。基油は 100 気圧まで圧縮され、新開発の白金触媒システムを搭載した 2 基の高圧水素化反応器により高純度水素で処理される。この水素化により飽和炭化水素の収量は増加し、含有している硫黄分は硫化物として除去され減少させることが可能とな

る。ホットセパレーターとコールドセパレーターにより、生じた硫化物やハロゲン化物を洗浄し、過剰な水素はサイクルの最初に戻される。本プロセスに最も近いとされている Honeywell UOP の Direct Contact Hydrogenation プロセスを図 2-6 に示す。

図 2-6 UOP - Direct Contact Hydrogenation, Re-refined Base Oils Premium Quality
Adopting a Low Cost Process (出典 文献 4)

2. 5 まとめ

調査した各事業者の情報を基に、グループⅠ、Ⅱ、Ⅲそれぞれの品質の再生基油を製造するプロセスの特徴を表2-2にまとめた。グループⅠおよびⅡの再生基油製造工程では、水分を含む軽質分およびアスファルトなどの重質分を除去する前処理工程は共通しており、グループⅠを製造する場合はそこからさらに溶剤抽出による精製、グループⅡを製造する場合は水素化による精製が行われる。グループⅢを製造する際の精製も水素化によるものではあるが、特殊な触媒を用いた高温高圧条件で行われ、グループⅡの場合と比べてより精製度が高くなる。2.4節で取り上げたプロセスでは、一部重質分は簡易的に分別されるものの、グループⅠ、Ⅱの場合ほど厳密な前処理工程は経ておらず、廃潤滑油をそのまま水素化にかけている。水素化は一部で分解反応も起こるような高温高圧の条件下で行われ、後工程で分解生成物も含めた軽質分を分別していると推測される。

表2-2 再生基油の品質とその製造プロセスの特徴

再生基油品質	工程	特徴
グループⅠ (AVISTA OIL)	<ul style="list-style-type: none"> ・水分/軽質分の除去 ・重質分の除去 ・溶剤抽出 	<ul style="list-style-type: none"> ○設備投資額が低く抑えられる ○エネルギー消費の大きい水素化が不要 △製品の付加価値が低い
グループⅡ (ITELYUM)	<ul style="list-style-type: none"> ・水分/軽質分の除去 ・重質分の除去 ・水素化精製 	<ul style="list-style-type: none"> ○製品の付加価値が高い △水素化のための設備投資が必要 △原料となる廃潤滑油の品質を選別する必要がある
グループⅢ (PURAGLOBE)	<ul style="list-style-type: none"> ・重質分の除去 ・水素化精製(より高温高圧) ・軽質分(水素化による分解物含む)の除去 	<ul style="list-style-type: none"> ○製品の付加価値が非常に高い ○前処理の一部を省略可能 △設備投資額やライセンス料がさらに高額 △原料となる廃潤滑油の品質をより厳しく選別する必要がある △分解により収率が低下する可能性

これらプロセスの長所・短所をそれぞれ把握したうえで再生基油の目標品質を定め、廃潤滑油の収集方法、再生処理方法を選定する必要がある。本章の冒頭で述べた通り、燃費や酸化安定性向上のためにグループⅡ、Ⅲ基油の使用量が増加しグループⅠ基油は減少傾向にあること、当社も含めた日本国内のほとんどの製油所ではグループⅠ基油が製造されていることから、本事業ではグループⅡ以上の品質の再生基油を製造することを目標に実証を行うこととした。

文献

- 1) 第 42 回絶縁油分科会研究発表会要旨集
- 2) Base Oil Interchangeability Guidelines: API Publication 1509, API 13th Ed., Washington D. C. (1995)
- 3) AVISTA OIL: AVISTA OIL Process
- 4) Fabio Dalla Giovanna: Re-refined Base Oils of Premium Quality Adopting a Low Cost Process
- 5) ITELYUM: TECHNOLOGICAL PROCESS
<https://www.itelyum-regeneration.com/en/technological-process/>
- 6) ITELYUM: ENVIRONMENTAL PROTECTION,
<https://www.itelyum-regeneration.com/en/environmental-protection/>
- 7) (一社)潤滑油協会 : 令和 2 年度燃料安定供給対策に関する調査等事業(潤滑油の安定供給に向けた原料確保の多様化に

第3章 廃潤滑油からの再生基油製造評価

3.1 廃潤滑油の性状

3.1.1 はじめに

第1章で示した通り、日本で使用されるエンジン油や工業用潤滑油のうち使用時に損失される量を除くと廃潤滑油の約80%が再生重油製造業者や廃油採取業者によって回収されている。それら廃潤滑油の回収方法は専用ローリー、廃潤滑油専用容器やドラムのトラックによる回収、また量が多い場合には専用船などにより回収されている。ただし回収方法の効率化により、一か所で全国から回収する方法ではなく、廃潤滑油が得られやすい地域に小さな拠点を置き回収し処理施設において処理するという方法が取られているようである。

廃潤滑油は使用環境、回収場所、回収容器内での混合や元オイルの種類、性状や粘度グレードなどにより大きく異なることが予想される。再生重油に適しているのは得られる熱量の関係から油分の多い（添加剤添加量の少ない）工業用潤滑油が良いようである。しかし工業用の機械などは年に1回や数年に1回とほぼ定期的に更油としているため、様々な回数場所や常時得られるエンジン油が多く回収されている。それらを再生重油に改質するにはすべて同じ工程ではなく、廃潤滑油の性状によりいくつかのパターンに分けられている。例えば、廃潤滑油が工業用系の場合は、先述したように添加剤含有量も少なく屋内で使用されることが多いため劣化が軽微であることから、含有する水分や夾雑物（不溶解分）を油水分離装置や遠心分離装置などを使用して除去することでそのまま製品になるものが多い。一方で自動車の廃潤滑油は添加剤の添加量が多く、回収場所によりガソリンエンジン油、ディーゼルエンジン油、駆動系油やブレーキフルードなどの様々な廃潤滑油が混合されている場合には、金属系添加剤を取り除くための白土処理などにより精製処理を行い再生重油用に処理されているようである。再生重油精製工程などにより得られた不溶解分などの一部は燃焼廃棄されるとともに、回収可能な油分については補助燃料などに使用される。

図3-1にオイルリサイクル協同組合が示す廃油再生処理工場（中間処理）のフローを示す。廃潤滑油から得られる製品は再生重油のみでなく、コンクリート剥離剤、再生潤滑油などに分類され、様々な使用場所に販売されている。

図3-1 廃油再生処理と製品 (出典 文献1)

廃潤滑油を再生基油として使用する場合には再生される基油の品質が重要になる。再生基油の品質は各種潤滑油への適用を想定した場合、理想的にはバージン基油と同じであることが好ましい。特に、添加剤残存物などの残金属分がある場合には再生基油の適用可能な潤滑油に制限が出るのが想定され、不純物を取り除くことが必要である。

2.1節でも示したとおり、潤滑油の基油は米国石油協会 (American Petroleum Institute: API) により表2-1 (再掲) のように分類されている。このカテゴリーは硫黄分、飽和分と粘度指数から分類されており、ここではその品質と精製プロセスについて簡単に記載する。グループⅠは溶剤精製基油であり、日本のほとんどの製油所はこの製造方法により基油を製造している。グループⅡとグループⅢの精製方法は溶剤ではなく、水素化触媒により行われている。グループⅡとグループⅢを比較すると、その差異は粘度指数であり、これはグループⅡでは芳香族の核水添までの反応であるのに対して、グループⅢは核水添されたナフテン環の開環までの反応である。グループⅢ基油は元々重質分から分解軽油などを製造するプロセスから得られる留分であるため、高粘度基油は製造しにくく収率が低いため価格も高価となっている。日本では工業用潤滑油にはグループⅠ基油が、ガソリンエンジン油にはグループⅢ基油が使用されている。また、現在のディーゼルエンジン油の規格ではその基油にグループⅡが適しているが、日本ではあまり製造されていないためグループⅠとⅢの混合物が多用されている。

そのため廃潤滑油として回収される潤滑油はグループⅠまたはグループⅢの基油が使用されている。廃潤滑油から再生基油を製造する場合工業用潤滑油やエンジン油を単独で処理することでグループⅠやグループⅢに再生することが可能と考えられる。ただし、廃潤滑油を回収する際にこれらが混合した場合、あるいは工場などの使用場所で廃油タンクが存在し、様々な廃潤滑油が混合する場合など単独で回収できない場合がほとんどと考えると混合されたものをどのカテゴリーの基油に仕上げるか、は大きな課題と言える。これらの影響を調べるためには再生重油業者や様々な場所から廃潤滑油を回収し、その性状を評価し、混合の可能性や使用可否についての指標を得ることも必要と考える。また、最終目標である再生油の事業化を想定した場合には、回収場所、回収油の性状および回収量を明確にすることが必要であり、これらは回収方法として潤滑油の品質と同じ重要度であると考えられる。

表 2-1 米国石油協会の基油カテゴリー (再掲)

分類	硫黄分		飽和分, %	粘度指数
グループ I	≥ 0.03	and/or	≤ 90	80~119 (100)
グループ II	≤ 0.03	and	≥ 90	80~119 (100)
グループ III	≤ 0.03	and	≥ 90	≥ 120 (125)
グループ IV	ポリ- α -オレフィン (PAOs)			
グループ V	グループ I~IV以外 (エステル)			

3. 1. 2 廃潤滑油の回収

廃潤滑油を回収するため、国内の各地域での再生重油業者、潤滑油更油業者およびカーディーラーとの交渉を行い、サンプルとして廃潤滑油を入手した。先述した通り、廃潤滑油の品質としては様々な劣化・混合状態であることが想定されるため、再生重油業者からは回収したその状態でのサンプルと回収業者にて再生重油処理を行ったいわゆる再生重油製品も入手した。また、カーディーラーにおいては潤滑油の劣化度合いについても把握できるようにある程度油種をしぼり選択回収することも実施した。一方、再生重油にはJISで定めた規格があり、その規格に沿った再生重油を製造している場合と、規格には合わないが廃潤滑油のコストメリットをアピールポイントとして再生重油を製造している場合があるようである。表3-1に、再生重油の品質規定（JIS K 2170）を示す。1種、2種での差異は硫黄分、塩素分及び水分であるがその他の規格値は双方ともに同じである。再生重油は廃棄物を利用している点から燃焼時のCO₂排出量のカウントが不要であるが、環境に影響を及ぼす硫黄や塩素については留意が必要であるため、これらを混合しないような収集・回収方法が望まれる。

表3-1 再生重油の性状表

	1種	2種
引火点, °C	70以上	70以上
動粘度, mm ² /s (50°C)	50以下	50以下
流動点, °C	-10以下	-10以下
灰分, 質量%	1.0以下	1.0以下
硫黄分, 質量%	0.6以下	1.0以下
塩素分, 質量ppm	0.05以下	0.1以下
水分, 質量%	1.0以下	5.0以下
総発熱量, MJ/kg	41.8以上	41.8以上

また、オイルリサイクル協同組合では再生重油に適した潤滑油と適さない潤滑油に分類している。表3-2にそれらをまとめて示す。再生重油に適した潤滑油としては、エンジン油、油圧作動油、タービン油、スピンドル油、コンプレッサー油、ギヤ油、フラッシングオイル、非塩素系金属加工油や熱媒体油としている。一方適さない油としては、塩素系・水系金属加工油、不凍液、クーラント、ブレーキ油、グリース、ワックス、難燃性作動油、シリコン油、動物油、などが挙げられている。適さない油種を見ると、通常の鉱油系でも添加剤添加量の多い油種、リン酸エステル（難燃性作動油）やシリコン油などの合成油やエステル油などが

含まれている。これらは容易に燃焼しない油種でありこれらが混合していない油種を選定して評価することが必要である。

表 3 - 2 再生重油適正油および不適正油（出典 文献 2）

再生に適した油種	エンジン油、油圧作動油、タービン油、スピンドル油、コンプレッサー油、ギヤ油、フラッシングオイル、非塩素系金属加工油、熱媒体油
再生に適さない油種	塩素系・水系金属加工油、不凍液、クーラント、ブレーキ油、グリース、ワックス、難燃性作動油、シリコン油、動物油

表 3 - 3 に本年度回収した廃潤滑油についての情報を示す。再生重油業者から入手した評価廃潤滑油は再生重油処理され再生重油として販売しているものである。再生重油業者 B では遠心分離ろ過などの再生処理前の回収した状態の廃潤滑油とそれを再生重油として処理を実施したものである。本油の比較により再生処理の効果を確認することが可能と考える。また、同社では工業用油系のタービン油を原料とした再生重油も入手することができた。最後のカーディーラーからの回収油についてはエンジン油の交換時に自動車から直接採取したものであり、その他のオイルの混合がない状態で回収されたものである。

表 3 - 3 回収油の情報

	回収場所	油種	備考
R5-1	再生重油業者 A	再生重油	—
R5-2	再生重油業者 B	回収油	回収状態
R5-3	再生重油業者 B	再生重油	夾雑物除去
R5-4	再生重油業者 B	再生重油	工業用油系
R5-5	カーディーラー A	回収油	元油種確認
R5-6	カーディーラー B	回収油	元油種確認

また、表 3-4 には昨年度回収した廃潤滑油の情報を示す。回収した業者については本年度と同じであるが混合タンクでは様々な油種が混合していることが想定される。また、機械油の場合直接回収が可能であり油種も明確にすることができることから、使用可否についての判断が容易となる。社内にて回収した使用済エンジン油は新油性状が明確なため劣化度を想定することが可能であり、カーショップから回収した廃潤滑油については本年度回収したカーディーラー油と同程度の劣化と考えられる。また、1 種類であるが駆動系油（CVT フルード）も評価した。ただし、駆動系油は無交換使用が基本であるため、市場に廃潤滑油として出回ることはあまりないと想定される。

表 3-4 R 4 年度回収油の情報

	回収場所	油種	備考
R4-1	再生重油業者 A	回収タンク 1	混合タンク
R4-2	再生重油業者 A	回収タンク 2	混合タンク
R4-3	再生重油業者 B	回収タンク	混合タンク
R4-4	潤滑油管理業者	更油現場 1	機械（使用期間不明）
R4-5	潤滑油管理業者	更油現場 2	機械（使用期間不明）
R4-6	潤滑油管理業者	更油現場 3	機械（使用期間不明）
R4-7	潤滑油管理業者	更油現場 4	機械（使用期間不明）
R4-8	潤滑油管理業者	更油現場 5	機械（使用期間不明）
R4-9	ENEOS 研究所内	社員使用油	一般使用
R4-10	ENEOS 研究所内	社員使用油	一般使用
R4-11	ENEOS 研究所内	社員使用油	通勤使用
R4-12	カーショップ	オイル交換時	一般使用
R4-13	カーメーカー	耐久試験油	耐久評価装置

3. 1. 3 廃潤滑油の分析

表3-5に本年度回収した試料油の性状を示す。また図3-2から3-6に赤外吸収スペクトルを示す。まず再生重油業者から回収されたR5-1は再生重油業者Aの再生重油である。金属分から自動車用の処方系ではあるがエンジン油やディーゼルエンジン油ほどの金属分ではないため、建機などの作動油と推察される。塩基価が劣化の指標であり、この値が小さくなると燃焼等で発生する酸成分を中和する機能が低下し劣化が加速する。本分析結果では塩基価の残存も認められることから劣化は比較的穏やかであり基油成分が重合するような大幅な劣化は起きていないものと考えられる。続いて再生重油業者Bから回収したR5-2とR5-3について解析する。これらはそれぞれ回収後の未処理品、再生重油処理品に該当する。両者の物性にほとんど差異はなく水分にのみ違いが認められる。表3-1に示した重油の品質が変わるほどではないが、水分を低減することで燃焼効率が高まるためと考えられる。続いて、工業用油系の再生重油であるR5-4は金属分もほとんど含有せず不溶解分もないため、非常に劣化度の少ない状態であると考えられる。加えて、その密度から使用されている基油は先述したグループⅡと推定され、芳香族も少なく燃焼エネルギーを多く得られ、再生重油としては非常に有用と考えられる。最後にカーディーラーから回収した廃エンジン油R5-5、R5-6であるが、塩基価残存量やペンタン不溶解分などから劣化度合いは非常に軽微であることが推察される。添加剤由来の金属分（リン、亜鉛、カルシウム、マグネシウムやモリブデン）がやや多いため、燃焼時の灰分となることが想定されるものの、劣化度が軽微なため再生も容易であると考えられる。なお、両油は同様の物性を示すものの、図3-7と3-8のガスクロ蒸留データの通り、使用されている基油は大きく異なることが分かる。ガスクロ蒸留の結果より、R5-5はグループⅢ基油を使用し、R5-6は合成油であるポリ- α -オレフィン（PAO，API：グループV）を使用していると考えられる。PAOは高性能エンジン油に多用されており、粘度指数および低温流動性に優れた合成油である。グループⅢ基油とグループV基油は同じ炭化水素系の基油であるため混合性には特に問題はなく、これらが混合しても再生には影響はないと推定される。

表 3-5 回収廃潤滑油および再生重油分析結果

		R5-1	R5-2	R5-3	R5-4	R5-5	R5-6
廃油種類		GE0	GE0	GE0	タービン油	GE0	GE0
再生重油/回収油		再生重油	回収油	再生重油	再生重油	回収油	回収油
密度	g/cm ³	0.867	0.8587	0.8586	0.8442	0.847	0.8415
動粘度	mm ² /s	17.27	35.76	35.79	33.3	27.38	26.42
動粘度	mm ² /s	3.95	7.028	7.032	6.056	6.804	6.845
粘度指数		127	162	162	130	224	238
酸価 (電位差滴定法)	mgKOH/g	1.6	1.29	1.25	0.07	2.87	2.44
塩基価 (塩酸法)	mgKOH/g	0.59	1.34	1.34	0.03	1.91	4.28
塩基価 (過塩素酸法)	mgKOH/g	1.08	4.37	4.37	0.52	6.2	7.87
水分 (KF気化法)	質量ppm	515	1080	768	455	754	865
ベンゼン不溶解分(A法)	質量%	0.01	0.04	0.02	0.01	0.01	0.01
ベンゼン不溶解分(B法)	質量%	0.01	0.03	0.04	0	0.01	0.01
流動点	°C	-40	<-45	<-45	-20		-
ガリソ希釈(GC)	質量%	6.7	3.4	3.3	-	2	1.5
元素分析							
Ag	質量ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Al	質量ppm	18	3	4	1 未満	2	1 未満
B	質量ppm	2	36	38	5	70	100
Ba	質量ppm	20	4	4	1 未満	1 未満	1 未満
Ca	質量ppm	130	910	1000	10	1400	1400
Cr	質量ppm	1	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Cu	質量ppm	7	7	7	1 未満	3	1 未満
Fe	質量ppm	160	18	20	1 未満	8	3
K	質量ppm	100 未満	100 未満	100 未満	100 未満	100 未満	100 未満
Mg	質量ppm	2	78	96	1 未満	340	400
Mn	質量ppm	3	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Mo	質量ppm	2	300	330	2	930	770
Na	質量ppm	5 未満	22	25	5 未満	5 未満	5 未満
Ni	質量ppm	2	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
P	質量ppm	330	540	600	10 未満	880	820
Pb	質量ppm	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満
S	質量ppm	0.55	0.26	0.3	0.01 未満	0.23	0.24
Si	質量ppm	100	12	15	1 未満	16	10
Sn	質量ppm	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満
V	質量ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Zn	質量ppm	430	610	680	5	900	930
OT	質量ppm	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
硫黄分	質量ppm	5627	3265	3212	29	2338	2418
塩素分	質量ppm	393	46	46	10 未満	12	16
微量窒素	質量ppm	0.02	0.11	0.1	0.06	6	0.08
赤外吸収スペクトル		○	測定不可	○	○	○	○

図 3 - 2 サンプル R5-1 の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 サンプル R5-3 の赤外吸収スペクトル

図 3 - 4 サンプル R5-4 の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 サンプル R5-5 の赤外吸収スペクトル

図 3 - 6 サンプル R5-6 の赤外吸収スペクトル

図 3-7 サンプル R5-6 のガスクロマトグラム

図 3-8 サンプル R5-6 のガスクロマトグラム

3. 1. 4 本プロジェクトにおける廃潤滑油の評価

本プロジェクトにおいて回収分析した結果を表3-6にまとめる。同表は自動車用潤滑油と工業用潤滑油に分類した上で用途区分したものである。詳細データを表3-7～10に示す通り、全試料19本のうち自動車用が12本と全体の6割強を占める。自動車用においてはガスエンジン油が高粘度品であるほかは、ガソリンエンジン油や駆動系油はほぼ同じ粘度グレードとなっている。潤滑油の劣化度の指標としては酸価が挙げられるが、自動車用油は添加剤に由来する初期酸価の数値以上にはなっていない。また、金属分なども初期の値とほとんど変化がないため、潤滑油自体の劣化は軽微であると考えられる。そのため、含有する基油の劣化も非常に軽微であることがうかがえる。一方、工業用潤滑油について金属加工油以外はやや粘度が高いほか、塩素含有量が非常に多い油種もあることから、基油への再生においては分析結果に基づいて回収の可否判断することが肝要と考える。なお、オイルリサイクル協同組合によれば、回収される廃潤滑油の7割前後が自動車用潤滑油とのことであり、本プロジェクトにおける回収比率と凡そ一致するものであった。以上のことから、当社が想定する基油再生プロセスの中心原料としては、劣化度が低く市場流通量も多い自動車用潤滑油が優位であると考えられる。

表3-6 本プロジェクト回収潤滑油一覧表

	用途	本数	40℃動粘度 粘度範囲	酸価 mgKOH/g	塩素 ppm	水分	硫黄	Si	P	Zn	Ca	Mo
						%(最大値)						
自動車用	ガソリンエンジン油	10	17~44	4.5	66	1.5	0.3	50	800	950	2200	890
	ガスエンジン油	1	145	2.2	<10	0.65	4.6	2	452	481	1560	<10
	駆動系油	1	22	0.58	45	0.06	0.2	38	660	<1	390	<10
工業用	金属加工油	2	20~25	0.94	1360	>5	0.7	450	1040	252	72	<10
	作動油	2	44~46	0.34	<10	0.08	0.2	<1	340	258	7	<10
	ギヤ油	2	180~360	0.15	288	>3	0.8	5	60	13	589	99
	タービン油	1	33	0.07	<10	0.05	0.01	<1	<10	<10	10	2
合計		19										

表3-7 再生油業者AおよびBから入手した廃潤滑油の分析結果

	潤滑油管理会社			
	廃潤滑油D	廃潤滑油E	廃潤滑油F	廃潤滑油G
油種	作動油	作動油	ギヤ油	ギヤ油
外観	46	46A	TS150	TS460
動粘度, mm ² /s				
40°C	45.2	44.3	182.8	375.9
100°C	6.79	6.8	16.9	-
粘度指数	104	108	98	-
流動点, °C	-25	-35	-20	-20
酸価, mgKOH/g	0.34	0.13	0.1	0.15
硫黄分, mass%	0.22	0.04	0.82	0.75
水分 (KF気化法), massppm	79	26	3,000	3,000
窒素分 (化学発光), massppm	<10	<10		0.02
不溶解分 (ペンタン) A法	0.01	0.02	0.04	0.26
塩素分, massppm	<10	<10	288	13
ICP金属分析, ppm				
Fe	12	3	10	19
Pb	<1	<1	<1	<1
Cu	8	<1	2	<1
Cr	4	<1	<1	<1
Al	<1	<1	<1	<1
Ni	<1	<1	<1	<1
Ag	<1	<1	<1	<1
Sn	<1	<1	<1	<1
Si	<1	<1	4	5
B	<1	<1	8	43
Na	<1	<1	<1	<1
P	241	342	48	61
Zn	258	8	2	13
Ca	7	<1	67	589
Ba	<1	<1	<1	<1
Mg	<1	<1	<1	1
Mo	<1	<1	99	94

表3-8 潤滑油管理会社から入手した工業用潤滑油の分析結果

	再生重油業者A		再生従業者B	潤滑油管理会社
	廃潤滑油A	廃潤滑油B	廃潤滑油C	廃潤滑油D
油種	機械油・加工油	機械油・加工油	エンジン油	ガスエンジン油
外観	褐色不透明	褐色不透明	褐色不透明	褐色不透明
動粘度, mm ² /s				
40°C	24.3	20.5	37.3	144.6
100°C	4.99	4.49	7.38	15.99
粘度指数	134	135	168	163
流動点, °C	-37.5	-37.5	-40	-
酸価, mgKOH/g	21.9	2.54	1.46	2.2
塩基価 (塩酸法), mgKOH/g	0.29	0.94	2.21	1.59
塩基価 (過塩素酸法), mgKOH/g	0.77	1.48	5.61	5.56
硫黄分, mass%	0.65	0.57	0.28	4.6
水分 (KF気化法), massppm	1,560	9,420	15,200	6,490
窒素分 (化学発光), massppm	40	30	1100	
灰分, mass%	0.31	0.19	0.62	-
硫酸灰分, mass%	0.31	0.2	0.72	-
塩素分, massppm	716	1,360	30	<10
ICP金属分析, ppm				
Fe	434	284	19	4
Pb	8	9	4	2
Cu	145	11	8	5
Cr	10	3	<1	<1
Al	67	48	3	2
Ni	5	4	<1	<1
Ag	8	2	3	<1
Sn	20	<1	<1	<1
Si	454	402	18	2
B	18	7	165	167
Na	29	4	24	2
P	1040	234	625	452
Zn	19	252	689	481
Ca	10	72	1,280	1,560
Ba	13	38	3	<1
Mg	<1	1	159	9
Mo	8	3	275	<1

表 3-9 社内外より入手した廃潤滑油の分析結果

	社内耐久試験				社外耐久試験	
	新油	廃潤滑油	新油	廃潤滑油	新油	耐久評価
油種	エンジン油				CVTF	
粘度グレード	0W-20					
使用履歴	-	耐久試験使用	-	耐久試験使用	-	耐久試験使用
動粘度, mm ² /s40°C	29.2	26.3	31.7	30.4	23.5	21.7
100°C	-	-	7.86		5.4	4.9
粘度指数	253	224	235		177	159
燃料希釈-ガソリン	-	0.3	-	0.4	-	-
酸価, mgKOH/g	2.46	2.24	2.14	1.98	0.61	0.58
塩基価 (塩酸法), mgKOH/g	4.92	2.68	6.05		0.96	0.25
塩基価 (過塩素酸法), mgKOH/g	8.01	8.42	6.98	7.57	2.95	1.84
水分 (KF気化法), massppm	-	532	-	147	248	424
窒素分 (化学発光), massppm	-	1300	540		-	-
不溶解分 (ペンタン) A法		0.03	-	0.04	-	0.03
すす量	N.D.	0.01	-	0.01	-	-
塩素分, massppm	<10	<10	<10	<10	<10	45
ICP金属分析, ppm						
Fe	<1	5	<1	4	<1	150
Pb	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Cu	<1	<1	<1	1	<1	8
Cr	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Al	<1	3	<1	2	<1	19
Ni	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Ag	<1	<1	<1	1	<1	<1
Sn	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Si	<1	19	5	9		
B	560	567	100	104	50	50
Na	<1	3	<1	2	<1	<1
P	810	797	840	795	230	330
Zn	940	941	950	875	<1	<1
Ca	1800	2,210	1,500	1,640	430	390
Ba	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Mg	160	170	420	376	<1	2
Mo	1100	890	300	308	<1	<1

表 3 - 1 0 市場回収廃潤滑油の性状

使用油	0W-8		0W-16		0W-20	
	新油	3,500km (半年)	新油	4,500km (1年)	新油	10,000km (約1年)
密度, g/cm ³	0.839	0.852	0.844	0.852	0.847	0.855
動粘度, mm ² /s						
40°C	23.4	17.4	30.2	25.2	46.2	43.8
100°C	5.03	4.09	6.9	5.71	8.77	8.12
粘度指数	149	140	200	180	170	161
酸価, mgKOH/g	1.64	2.28	2.34	2.75	1.8	4.74
塩基価, mgKOH/g(HCl)	4.66	2.7	5.25	2.66	3.65	0.76
塩基価, mgKOH/g	7.17	7.89	10.1	8.35	7.32	4.16
ガソリン希釈(GC),%	—	6.2	—	3.6	—	1.2
水分, ppm	186	764	515	1,080	885	1,060
硫黄分, ppm	2,727	2,097	2,531	2,215	2,192	2,044
塩素, ppm	<10	14	<10	32	83	60
ICP金属分析, ppm						
Fe	<1	<1	<1	<1	<1	10
Pb	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Cu	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Cr	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Al	<1	10	<1	4	<1	4
Ni	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Ag	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Sn	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Si	<10	<10	<10	<10	10	49
B	250	200	210	210	4	4
Na	<1	<1	<1	<1	<1	<1
P	740	680	760	720	780	720
Zn	860	790	920	850	900	840
Ca	1,300	1,300	1,500	1,300	940	1,000
Ba	<1	<1	<1	<1	<1	<1
Mg	500	490	660	720	820	830
Mo	840	700	770	650	<1	<1

3. 1. 5 まとめ

入手した廃潤滑油の評価より以下のことが確認された。

- ① 市場回収される廃潤滑油は回収メーカーによって油種が異なるが、メーカーにおいて再生重油原料としての適否判断がなされている。
- ② 市場回収される廃潤滑油の種類はエンジン油、機械用油および加工油等の工業用油に大別でき、約7割が自動車用エンジン油である。また、本検討においても同様の傾向が見られた。
- ③ 国内潤滑油製品に主に用いられる基油は、エンジン油が高性能な高度精製鉱油（グループⅢ）、機械油や加工油が一般鉱油（グループⅠ）であるため、高性能の再生基油を製造するには、エンジン油中心、更にはより多くの廃潤滑油を回収してることが望ましい。
- ④ 今回の分析から、回収された廃潤滑油は新油に対する性状変化が少なく、劣化の進行は添加剤に止まり、基油には殆ど及んでいないことが推察された。
- ⑤ 塩素分については含有水分により腐食性の強い塩酸を生じる可能性があるため、回収においては塩素分規定を設ける必要があると考えられる。

3. 2 廃潤滑油の前処理

3. 2. 1 はじめに

3. 1の廃潤滑油の性状に示した通り、廃潤滑油は元の成分の劣化物や他の潤滑油の混合とともに、潤滑油以外の成分として水分に加えて塩素を含有していることが確認された。塩素は無機塩素と有機塩素に分類されるが、再生プロセスにおいてはプラント設備の腐食など安全性に影響を及ぼすことが考えられる。石油精製においては原油も塩素分を含有しこの塩素分が高温となる常圧蒸留塔や高温高压となる水素化精製塔の塔頂部を腐食するため、原油中の塩素除去や反応塔の防食技術が進められている。廃潤滑油においては、3. 1で示した工業用潤滑油の金属加工油などで塩素を含有する添加剤が使用されており、このほかの潤滑油でも僅かではあるが塩素含有添加剤が使用されている場合がある。多くの廃潤滑油の塩素濃度は10～20ppmであるが水分共存下では塩酸などの強酸を生じる恐れがある。また、塩素源の物質によって除去方法は異なり、原油に含まれるような無機塩素であれば水洗浄で除去できるが、有機塩素は水素化精製設備等で分解されるため設備の防食対応が必要となる。このため、廃潤滑油でも同様の処理技術が必要と考えられる。

3. 2. 2 ディソルター

原油精製プロセスにおいては原油中の無機塩素が設備に悪影響を与えるため前処理にて除去することが好ましい。さらに原油も産油国により塩素含有量や無機、有機と種類が異なるため、それら様々な塩素を極力除去する必要がある。ディソルターは原油中の塩素分を取り除く装置であり、次のようなステップからなる。

1. 希釈水の注入と分散
2. 希釈した水と原油を乳化（エマルジョン）させる
3. 静電界におけるエマルジョンの分離
4. 静電合体と水滴の分離

図3-9に石油精製プロセスで使用される Single Stage Desalter 概略図を示す。原料である Crude Oil（原油）は水を混合され、ポンプで Desalter に移送される。図3-10に Desalter の概略図を示す様に、電氣的に系内に分散された水とオイルが接触することで、原油中の無機塩素を取り除くことが可能である。発生した塩素を含んだ水は排水処理によって処理される。この装置は1段または2段設計が可能であり含有する塩素量によって設計されるが、通常、製油所では2段システムが適用されている。

図3-11に本年度回収した廃潤滑油の塩素分を記載する。R5-4は新油では塩素を含まない工業用潤滑油であり、廃潤滑油として回収された後も塩素は検出されなかったことから、他油コンタミ等の生じない回収・保管状況下にあったことが窺える。一方、そのほかの廃潤滑油からは塩素が検出され、またその量も回収業者や回収場所によって異なることを確認した。再生重油業者Bやカーディーラーの回収油の塩素濃度が10~50ppm程度であるのに対し、再生重油業者Aの回収油の塩素濃度が400ppmと顕著に高いのは、再生重油業者Aがエンジン油以外に工業用潤滑油、特に金属加工油などを回収しているため、金属加工油由来の塩素分が混入した可能性が高い。先述した通り油中塩素はプラント設備に対し腐食等の悪影響を及ぼすため、脱塩素の可能性について評価を実施した。

図 3 - 9 Single Stage Desalter 概略図

図 3 - 10 静電脱塩装置概略図 (出典 文献 3)

図 3 - 11 回収油の塩素含有量 (R5 年度回収油)

3. 2. 3 実験

3. 2. 3. 1 評価方法と試料油

試料油に含有する塩素量を確認するため、新油において塩素を多く含有する試料油を選定して脱塩素効果を確認した。評価方法は、実機での水分離を考慮し以下の条件で実施した。

- 1) 試料油を定量秤量し、分液ロートにいれる
- 2) これに試料油と水が重量比で1 : 1となるように水を添加する
- 3) その後よく攪拌し、塩素分を水に抽出する。この時、油と水は乳化しエマルジョンを形成するため、赤外線ランプ等で加熱し、エマルジョン破壊を促進する。

(加熱静置は 55℃、2 時間実施した、図 3 - 1 2)

- 4) 二層分離した下層 (水層) を下から抜き、上層 (油層) を窒素で脱水する。
- 5) その後本操作を 2 回繰り返し、試料油中の塩素分を測定する

表 3 - 1 1 に試料油の性状を示す。試料油は自動車用エンジン油で 0W-20 の粘度グレードである。密度より使用している基油はグループ III 基油であるがモリブデンが未検出の点から省燃費型ではない 0W-20 油であると考えられる。本油について塩素濃度を測定した。塩素化合物には無機塩素と有機塩素があり、脱塩素工程において除去可能な塩素は無機塩素と考えられる。測定に関してはまず試料油中の全塩素分を測定し、イオン電極を用いて無機塩素分を測定することで、無機塩素量と有機塩素量を区別することが可能となる。試験に用いた試料油の全塩素分は 66ppm であり、イオン電極による無機塩素イオンが 28ppm であることから 38ppm が有機塩素であることが確認された。

図 3 - 1 2 加熱放置後 (55℃、2 時間) の外観

表 3-11 脱塩素検討に用いた試料油の性状

使用油	0W-20
使用履歴	新油
密度, g/cm ³	0.847
動粘度, mm ² /s	
40°C	46.2
100°C	8.77
粘度指数	170
酸価, mgKOH/g	1.8
塩基価, mgKOH/g (HCl)	3.65
塩基価, mgKOH/g	7.32
ガソリン希釈 (GC) , %	—
水分, ppm	885
硫黄分, ppm	2,192
塩素, ppm	83
ICP金属分析, ppm	
Si	10
B	4
Na	<1
P	780
Zn	900
Ca	940
Ba	<1
Mg	820
Mo	<1
塩素分	66
無機塩素	28
有機塩素	38

3. 2. 3. 2 評価結果

図3-13に評価結果を示す。今回の実験では無機塩素を対象としているため有機塩素の測定は実施していない。また、試料油が少なくなるため1回目(N1)に引き続き2回目を実施しているが塩素分の測定は実施せず、3回目(N3)操作後の試料油について測定を実施した。その結果、1回目では新油中の無機塩素の約8割が残存したが、本操作を繰り返すことにより低減することが確認された。実プラントは本実験設備に比べて油水接触効率が高いほか、静電分離によりエマルジョンの早期破壊が促進されるため、分離効率は高くなると推定される。

図3-13 水抽出前後の無機塩素分測定結果

また表3-12にカーディーラーなどから回収された自動車用エンジン油の塩素分測定結果を示す。昨今のエンジン油は塩素含有添加剤を避ける傾向にあるが、汎用油についてはこの限りではないため、このような実情が少なからず反映された結果と考えられる。

表3-12 回収エンジン油の塩素分測定結果 (ppm)

	回収油1	回収油2	回収油3	回収油4
有機塩素	38	33	6	10
無機塩素	28	9	6	15
全塩素	66	42	12	25

3. 2. 3. 3 まとめ

以上の結果から廃潤滑油の前処理としての脱塩素について以下のことが確認された。

- ① 含有する塩素は無機塩素と有機塩素に分離される。
- ② 脱塩素としては、石油精製プラントで使用している Desalter があり、これは水を使用して無機塩素を取り除く工程である。
- ③ 今回 Desalter の効果と同様の試験を実施した結果、無機塩素の濃度は低減することを確認した。また、脱塩素の効果は水と油の接触効率の影響を大きく受けるため、実プラントにおいて確認が必要と考える。
- ④ 一方、有機塩素については本方法で除去することは難しいため、再生工程において有機塩素が分解しやすい工程では耐食処理などで対応することが必要となる。

3. 3 薄膜真空蒸留

3. 3. 1 はじめに

廃潤滑油から再生基油を精製するためには、廃潤滑油に含有している水分、軽質分（自動車用潤滑油では燃料など）、添加剤、添加剤劣化物や油不溶解分などの不純物を分離し、基油成分のみにして基油の骨格修復を行う必要がある。特に添加剤やその劣化物はバージン基油原料には本来含まれていないリン、亜鉛、カルシウム、マグネシウムやモリブデンなどを含んでいるほか、自動車用潤滑油では省燃費性の向上やエンジン内部の清浄性の向上、油中不溶解分の可溶化といった目的で、基油成分に比べて平均分子量が10～1000倍も大きい高分子化合物が用いられている。本プロジェクトではこれら金属含有化合物、高分子化合物の除去についてそれぞれ検討を行っており、高分子化合物の除去については薄膜真空蒸留の適用を検討した。

3. 3. 2 実験

3. 3. 2. 1 潤滑油添加剤

表3-13に潤滑油に使用される添加剤の種類、金属分含有の有無および重質型への分類について示す。表に示す様に潤滑油に添加される添加剤は、その効果の目的として様々な化合物が添加されている。それらの添加剤の中でも重質添加剤は、粘度指数向上剤、金属系清浄剤、無灰系分散剤、流動点降下剤および消泡剤である。この中で消泡剤の添加量は数十 ppm と非常に少なく動粘度などの物性への影響も認められないため、今回は除去効果の確認から除外する。その他の添加剤の添加量、粘度指数向上剤は0.5~3%程度、金属系清浄剤は2~5%程度、分散剤は3~5%程度、流動点降下剤は0.1~0.5%程度である。またそれらの分子量は、粘度指数向上剤はタイプにもよるが数万~数十万、金属系清浄剤は会合体を形成しているため明確ではないが数千、無灰系分散剤は数千程度であり、基油の分子量の300~500程度と比較して非常に大きいことが分かる。また、重質添加剤のうち、金属系清浄剤はカルシウムやマグネシウムなどの金属分を含有する。重質添加剤の添加量はおおよそ5~15%程度となるため、廃潤滑油から効率よく除去することが求められる。

また、表3-14に廃潤滑油として回収した代表的な油種としてエンジン油、ギヤ油、作動油および軸受け油の添加剤処方について取りまとめる。各種々とも目標の性能を得るため様々な添加剤が配合されていることが分かる。特にエンジン油は記載するすべての添加剤を配合している。ギヤ油、作動油、軸受油となるにしたがい添加剤の種類が少なくなることが分かる。すなわち、エンジン油を基準として再生油のプロセスを構築することで、その他の油種が混入してきても、様々な工程において分離可能と考えることができる。ただし、粘度グレードについてはエンジン油の方が低粘度なものが多いため、再生油の目標粘度グレードの選定によっては、原料として配合できない油種があることになる。

表 3-13 潤滑油用添加剤

	化合物の名称	重質型	含金属
粘度指数向上剤	ポリメタクリレート (PMA) エチレン・プロピレン共重合物 (OCP) ポリブテン	○	無
耐荷重添加剤	ジアルキル自チオリン酸亜鉛 (S, P, S・P を含む有機化合物)	—	有
金属系清浄剤	金属系サリシレート、スルフォネート、フェネート：金属はカルシウム、マグネシウム	○	
無灰系分散剤	コハク酸イミド、	○	有
酸化防止剤	ヒンダードフェノール、芳香族アミン、ジアルキルジチオリン酸亜鉛	—	無
流動点降下剤	ポリアルキルメタクリレート	○	無
消泡剤	ジメチルポリシロキサン、ジエチルシリケート	○	有
さび止め剤	多価アルコール、カルボン酸系、スルフォネート	—	有
腐食防止剤	金属ジチオホスフェイト、金属ジチオカーバメイト、ベンゾトリアゾール	—	有
摩擦調整剤	アミン系、エステル系、Mo 系 (MoDTC)	—	有

表 3-14 潤滑油用添加剤の配合例

	エンジン油	ギヤ油	作動油	軸受油
酸化防止剤	◎	◎	◎	◎
防錆剤	◎	◎	◎	◎
消泡剤	◎	◎	◎	◎
摩耗防止剤	◎	◎	◎	○
極圧添加剤	◎	◎	○	—
摩擦調整剤	◎	○	○	—
金属系清浄剤	◎	—	—	—
無灰系分散剤				
粘度指数向上剤	◎	○	○	○
流動点降下剤	◎	◎	◎	◎

◎：配合する、○：配合する場合有り、—：配合せず

3. 3. 2. 2 薄膜真空蒸留装置

軽質な基油と重質な添加剤など沸点の大きく異なるものを分離するには、一般的には蒸留が用いられる。石油製品の様に沸点の差が小さいものでも蒸留により分留することが可能である。一方、潤滑油と添加剤の場合には分子量の差異が大きく沸点の差異も大きい、潤滑油自体の沸点が高いため、留出量を多くするため温度を上げると滞留時間も長く物質の分解が始まるため通常の蒸留で高沸点の物を分留することは難しい。

薄膜真空蒸留は通常の蒸留の欠点をカバーした蒸留方式であり最大の利点は、高温にさらされる時間が短く熱履歴が少ないため熱に弱い物質であっても蒸留により分別することが可能なことである。さらに、蒸留の様に細かく分留するものではなく、極端に言えば軽質分と重質分の2つに分留することが可能である。廃エンジン油の様に、沸点の差異が大きく、軽質分である基油と重質分である重質添加剤を分別するには適した方法と言える。また、海外の再生油メーカーにおいても本装置を使用しているところがあり、本装置を導入しているメーカーでは基油成分が明確に分留されている。

薄膜真空蒸留装置のタイプは大きく分けて2つあり、流下式薄膜真空蒸留と遠心式薄膜真空蒸留装置である。図3-14に薄膜真空蒸留装置のタイプ別概略図を示す。流下式は研究用として使用される場合が多く、遠心式は小型の実機などで使用されている。流下式は上部のモーターでワイパーと呼ばれる羽を容器内に接触させて回転し、熱源に対して薄膜を作成する。薄膜となった試料油は揮発しやすい成分が揮発し、中央のコンデンサと記載された冷却部で凝縮して揮発留分として回収される。一方蒸発しなかった成分は管壁をつたって残渣分として下部で回収される。蒸留のコントロールは真空度と管壁の温度であり、適切な条件を見出すことで試料油2つに分留することができる。一方遠心式は、加熱され回転する円盤中央に試料油を吹き付けると遠心力により試料油は外周方向に薄膜を作って流れる。その間に揮発しやすい成分は揮発し外側のコンデンサで凝縮して回収される。一方蒸発しなかった成分は外周まで到達し遠心力で円盤から排除、回収され残渣分として回収される。遠心板を使用するため、中・小型の実機などに使用されている。双方とも連続式で使用することが可能なため、実機などでの生産に適している。

図 3-14 薄膜真空蒸留装置概略図 (出典 文献4)

図 3-15 にラボ試験で使用した薄膜真空蒸留装置外観を示す。装置は流下式の薄膜真空蒸留装置である。右側に薄膜調整部を示す様に蒸発部にはジャケット式のヒーターを設置して温度をコントロールする。試料油は右上の試料導入部より加温されてワイパー部に導入される。その後加熱部で重質分と軽質分に分留され回収される。薄膜真空蒸留での操作は軽質分と重質分との分留であるため、先述した重質分濃度が鋭角な場合は、その添加量が理論的な収率となる。ただし、ラボの装置では分留された重質分の粘性が高いと図 3-16 に示す様に流動性が悪く受液器まで流れ出ないため閉塞を起こす危険性がある。ヒートガンなどで加熱して流すことが難しい場合は分留温度を下げる、あるいは真空度を下げ潤滑油留分を残渣の方に留出させ重質分を回収する方法がとられるため、理論上の回収率は 80~85%であるがラボ装置では 70~80%程度となる場合がある。

図 3 - 1 5 薄膜真空蒸留装置外観

図 3 - 1 6 重質分が滞留した外観

3. 3. 2. 3 試料油

ラボでの薄膜真空蒸留での収率向上検討には回収した廃潤滑油（自動車用エンジン油）を使用した、表3-15に分析結果を示す。廃潤滑油は社内通勤者使用油3油種を回収して分析使用した。廃潤滑油はいずれもガソリンエンジン油であり、添加剤添加量もほぼ同程度であることが分かる。ただし試料油1と3はその粘度指数からAPI 0W-20相当油であるのに対して、試料油2については0W-16相当油であると考えられる。新油データはないが、酸価も初期値よりやや低く、塩基価も残存しているため、劣化度合いは軽微な劣化と考えられる。また、金属分ほとんどの元素がほぼ同程度となっているが、シリコン（Si）のみ値が大きく異なっている。Siの発生源はFIPG（液体ガスケット）と考えられ、特に工場充填油（新車納入時に充填されている油）では、ガスケットの硬化が十分でないため、一部潤滑油に溶けだしてきているものと考えられる。加えて、粘度グレードが異なっても金蔵系清浄剤や無灰系分散剤の量は大きな変化はないが、粘度指数向上剤はその添加量が異なるため、数量が異なると考えられこの影響が収率にどのように影響するかが課題と考えられる。

表 3 - 1 5 薄膜真空蒸留用廃潤滑油サンプル

試験項目名	測定項目	単位	試料油 1	試料油 2	試料油 3
密度	15 ° C	g/cm ³	0.842	0.843	0.847
動粘度	40 ° C	mm ² /s	26.4	20.8	27.4
動粘度	100 ° C	mm ² /s	6.85	5.04	6.8
粘度指数			238	182	224
酸価		mgKOH/g	2.44	2.81	2.87
塩基価 (塩酸法)		mgKOH/g	4.28	2.64	1.91
塩基価 (過塩素酸法)		mgKOH/g	7.87	8.33	6.2
水分 (KF 気化法)		質量 ppm	865	1170	754
ペンタン不溶解分 (A 法)		質量%	0.01	0	0.01
ガソリン希釈 (GC)		質量%	1.5	5.4	2
元素分析	B	質量 ppm	100	240	70
元素分析	Ca	質量 ppm	1,400	1200	1,400
元素分析	Fe	質量 ppm	3	14	3
元素分析	Mg	質量 ppm	400	650	340
元素分析	Mo	質量 ppm	770	630	930
元素分析	P	質量 ppm	820	750	880
元素分析	S	質量%	0.24	0.19	0.23
元素分析	Si	質量 ppm	10	290	16
元素分析	Zn	質量 ppm	930	790	900
微量窒素	N	質量%	0.08	0.08	0.09

3. 3. 2. 4 新油を用いた試験条件検討

表3-16に新油を使用した試験条件検討経過を示す。実験は表に示す様に、本体温度、スキン温度、フィード温度、シリコン油温度、ワイパー回転および滴下速度からなる。この蒸留条件において分留に大きく影響するのは、蒸発温度を制御する本体温度とスキン温度、さらに蒸発表面に薄膜を制御する回転数と滴下速度である。この4項目を調整することで形成した薄膜から必要な留分を分離することが可能となる。また、フィード温度は滴下する試料油の温度であり、これは試料油を蒸発させるスキン温度の変化を小さくし、安定した温度を保つ。シリコン油は凝縮器の温度であり蒸発した成分を効率よく凝縮させるものである。この2つは安定運転や収率に影響を及ぼすが、先述の4項目に比べるとその影響は小さい。表3-16の実験経過を確認すると、本体温度とスキン温度の差異があるため、スキン温度を制御することが重要であることが分かる。その他の項目であるフィード温度は80℃、シリコン油温度は25℃、回転数は352rpmそして滴下速度は毎秒10~20滴であり、ゲルが発生する場合は滴下速度を上げて残留物への基油の量を多くすることで、流動性を保つこととなる。ただし、基油成分を残留物へ流すことは収率の低下につながる。試験機ではこの流路がむき出しになっているが、実機では全体を加熱しているため収率を高めることが可能と考える。

表3-17に新油を用いた2回目の試験経過を示す。1回目の実験において条件をほぼ確立しているため2回目のテストは短時間で終了している。特にスキン温度の高温化により効率よく分留できているが開始から2回残渣分留出側にゲルが認められたため、留出量を上げ流動性を確保している。その作業では留出物は軽いものが主体となるため粘度が低下したものと推察する。実験室における薄膜真空蒸留での収率向上はボトム側の流動性に大きく影響を受けるため、実機のような全体を加熱する方式であれば、流動性も確保でき、添加した重質分や不溶解分を効率よく除去できるため収率向上につながるものと考えられる。

表 3-16 新油を用いての蒸留条件の確認（1回目）

経過時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温 度[°C]	フィード 温度[°C]	チラー油 温[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
0:00	4.0	151.3	132	41	25	352	9
0:05	4.4	155へ変更					6
0:06	4.4	155	131	47.7	25	352	8
0:10	4.4	160へ変更					
0:12	4.4	163	135	53.8	25	352	
0:14	4.4	163	137	56.4	25	352	(*)
0:18	4.6	165へ変更					
0:21	4.6	165	140	63.3	25	352	10
0:26	4.9	170へ変更	142	69.2	25	352	10
0:30	4.9	173	144	72.5	25	352	10
0:38	5.0	169	147	79.4			7
0:39	5.1	175に変更					
0:42	5.1	176	148	82.5	25	352	8**
0:52	5.2	173.8	151	82.1	25	352	9
1:03	5.2	173.6	151	75.6	25	352	9
1:12	5.1	176	150	78.1	25.1	352	20
1:19	5.3	185に変更					
1:22	5.3	183.5	151	83.5	25	352	13***
1:27	5.3	185.5	154	81.3	25	352	20
1:36	5.3	186.5	157	71.1	25	352	

*: オーバーヘッド少、**: ボトムややゲル状、***: ゲル化開始

表 3-17 新油を用いての蒸留条件の確認（2回目）

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温 度[°C]	フィード 温度[°C]	チラー油 温[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
0:00	3.6	190.7	149	35.6	25	352	12
0:03	3.6	188	155	38.2	25	352	23
0:07	本体温度 200 へ変更						
0:11	4.0	197	157	47.3	25	352	17
0:14	4.1	201.8	161	50.8	25	352	16*
0:16	4.1	199.4	164	53.9	25	352	25
0:20	4.3	199.8	164	58.3	25	352	23
0:24	4.7	203.8	165	63.8	25	352	27
0:29	4.8	200.6	164	71.4	25	352	34
0:35	5.2	201.1	161	78.8	25	352	26*

*：ボトム側にゲル発生

表3-18に試験条件を、表3-19に得られた基油成分物性をとりまとめ記載する。1回目と2回目の条件の差異は本体温度およびスキン温度であり、本体温度およびスキン温度の双方を高くすることで分離が容易になることが分かる。また、この温度まで加熱することで、滴下速度を早くすることが可能となり、実験効率の向上を図ることが可能となる。

表3-19には試験結果を取りまとめているが、1回目と2回目での収率はそれぞれ58.2%、71.5%と大きく異なる。1回目は条件決めということもあり、温度条件を絞り切れていなかったが、2回目では本体温度とスキン温度を適切な温度にすることで、試験時間を含め効率が向上したものと推察される。一方得られた留出物の物性を見ると留出率は向上していることにより、より軽質側が分離されていることが分かる。

表 3-18 試験条件まとめ (平均値)

項目	単位	1 回目	2 回目
圧力	Pa	5.1	4.5
本体温度	°C	176	200
スキン (薄膜) 温度	°C	148	162
フィード (タンク) 温度	°C	76	60 (後半 75)
回転数	rpm	352	352
滴下速度	g/min	1.63	3.76

(安定した時間からのデータ平均値)

表 3-19 試験結果まとめ (1 回目、2 回目)

項目	単位	1 回目	2 回目
フィード量	g	156.4	150.3
所要時間	min	96	40
留出分収率	%	58.2	71.5
残渣分収率	%	37.6	26.6
留出分 40°C 動粘度	mm ² /s	14.9	15.4
留出分 100°C 動粘度	mm ² /s	3.62	3.28
留出分粘度指数		131	132

3. 3. 2. 5 廃潤滑油処理

表3-20に各試料油で実施した実験を取りまとめた結果を示す。なお各実験の詳細なデータは表3-21～表3-32に示す。本試験においてはフィード量を約500g使用し、2時間～3.5時間程度の試験時間となる。試料油1と3の収率と試料油2の収率が大きく異なる要因として回収油の物性から添加剤処方の違いにあると考えられる。粘度指数の低い基油を使用しているため、様々な粘度指数向上剤を添加していることから薄膜真空蒸留において残渣分が非常にゲルになりやすく、条件合わせが困難であったことが収率低下の要因となっている。一方試料油1と3で得られた基油成分は若干の添加剤留分は残存しているとはいえ粘度指数は132と基油とほぼ同程度の数値となっている。特に試料油3では収率も77%と非常に高く、重質添加剤分を15%程度と仮定した場合の理論収率である85%に近い値となっている。

薄膜真空蒸留における留出について考察すると薄膜真空蒸留は留出分（軽質分）と蒸留残渣（重質分）の大きく2つに分留することが可能であるが、留出は形成した高温の薄膜から発生するため薄膜からはその成分の留出しやすい低沸点から蒸発する。そのため、収率が低いと留出される成分は基油成分の軽質側が主体的となり基油成分の重質側が残渣物中にア残存することとなる。そのためその状態が安定して保たれると留出分の粘度は低くなる。一方、残渣分は元々数千～数十万の分子量を有し物質自体の粘性は高いが、基油成分が含有することで流動しやすくなる。したがって、この留出分と残渣分の切れを制御することで効率を向上することが可能である。また、ボトム成分として回収目的動粘度よりも高い廃潤滑油を使用することも収率向上の手法と考えられる。ただし、ボトム成分を5%混合することで完全に分留できたと仮定しても最終収率は5%減ることになるため、機器的な対応と潤滑油側での対応の効率の高い方を選択することが必要と考えられる。

3. 3. 3 薄膜真空蒸留まとめ

薄膜真空蒸留による収率改善を目的とした実験を行い、以下の結果を得た。

- ① 様々な潤滑油が回収されてくるため、重質添加剤を含有するエンジン油を基準に想定しておくことで分留可能と考えられる。重質添加剤を含有しない場合は、基油が完全に流出しても基油不溶解分やコンタミ成分などを分離することが可能。
- ② 各種廃ガソリンエンジン油を用いて評価した結果、含有するポリマーの種類により留出条件や蒸留残分の流動性などが異なることが確認された。
- ③ 得られた留出分は基油成分とほとんど同じ性状となっているが、動粘度は若干低い。これはポリマーに使用している希釈油によるものと考えられる。ただし、再生油プロセスでは最後に粘度調整用としてフラクショネーターまたは蒸留装置を設置する予定であるため、粘度調整は可能と考えられる。
- ④ 本検討により薄膜真空蒸留での条件合わせの対象油および収率向上の可能性について確認することができ、実証に向けて有意義なデータを収集することが出来た。

表 3-20 薄膜真空蒸留試験結果まとめ

試料油		試料油 1	試料油 2	試料油 3
結果	フィード量, g	448.6	506.6	508.3
	所要時間, min	195	206	123
	留出分収率, %	70.4	57.5	77.1
	留出分 40℃動粘度	15.52	17.24	16.16
	留出分 100℃動粘度	3.72	3.845	3.838
	留出分 VI	130	115	133
	残渣分収率, %	27.9	33.5	19.3
条件 (平均値)	圧力, Pa	5.1	4.5	5
	本体温度, °C	190	219.7	196.7
	スキン (薄膜) 温度, °C	161	167	190.4
	フィード (タンク) 温度, °C	75	77.5	70.5
	回転数, rpm	352	352	352
	滴下速度, 滴/10 秒	20.3	18	24.7

表 3-2 1 試料油 1 薄膜真空蒸留試験結果 (1 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	3.6	190.7	160	25	35.6	352	28
0:10	3.8	189	160	25	80	352	19
0:25	4.8	190.6	161	25	93.4	352	14
0:35	5.3	190.5	163	25	92.2	352	17
0:20	6.2	188.3	161	25	76.6	352	17
2:00	6.0	190	162	25	77.9	352	27
2:35	5.9	190.7	161	25	79.6	352	20
3:15	5.3	190.2	160	25	65.5	352	20

表 3-2 2 試料油 1 薄膜真空蒸留試験結果 (2 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	5.6	203.9	168	25.1	26.7	352	14
0:10	3.5	202.1	174	25.1	31	352	18
0:30	3.4	202.5	178	25.1	40.2	352	25
0:40	3.5	197.6	174	25	45.3	352	28
0:55	3.6	198.3	175	25.1	55.4	352	26
1:50	4.8	199.7	175	25	85.5	352	26
1:55	4.8	199.6	174	25	86	352	34

表 3-23 試料油 2 薄膜真空蒸留試験結果 (1 回目)

経過時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油温 [°C]	フィード温度 [°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	5.7⇒ 4.6	194.5	153	25	69.1	352	12
0:05	4.4	200 へ変更	153	25	74.1	352	16
0:07	5.1	199.1	154	25	75.7	352	
0:10	4.7	200.2	155	25	76.8	352	10
0:19	4.5	207.9 (205°C 設定)	161	25	81.1	352	17
0:36	4.7	208.9 (207°C 設定)	165	25	79.3	352	11
0:47	4.8	205.6	166	25	76.9	352	11
1:58	4.7	214 (212 設定)	168	25	77.7	352	14
2:12	4.5	217 (215 設定)	170	25	80	352	17
2:26	4.6	215.5	171	25	80.6	352	16
2:51	4.2	226.6 (225 設定)	174	25	77.2	352	27
3:00	4.4	234.2 (235 設定)	177	25	78.8	352	20
3:08	4.3	273.2	180	25	80.4	352	27
3:20	4.3	233.6	180	25	80	352	25
3:39	4.3	235.8	178	25	74.7	352	29

表 3-24 試料油 2 薄膜真空蒸留試験結果 (2 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	4.2	203.6	172	25	25.7	352	15
0:14	3.9	203	179	25	30.4	352	17
0:24	4.1	208.7 (210)	184	25.1	34.4	352	17
0:29	4.2	210.3	188	25.1	37.2	352	20
0:34	4.4	212.2	189	25.1	40.2	352	23
0:39	4.3	212	190	25	43.3	352	27
1:53	5.0	208.2	179	25.1	86.3	352	34

表 3-25 試料油 2 薄膜真空蒸留試験結果 (3 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	3.5	200.6	177	25.1	29.3	352	15
0:15	3.8	209.6	187	25.1	35.1	352	23
0:30	4.6	211.5	187	25.1	47.7	352	24
0:50	4.7	211.2	187	25.1	47.1	352	18
1:30	5.0	208.1	187	25.1	76.5	352	25
2:00	4.5	208.2	186	25.1	88.4	352	28
2:45	4.7	210.5	189	25.1	101.7	352	28

表3-26 試料油2 薄膜真空蒸留試験結果 (4回目&5回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	4.0	207.1	143	25.1	34.9	352	14
0:20	4.2	213	187	25.1	45.2	352	14
0:35	4.6	211.4	192	25.1	53.4	352	17
0:50	4.4	209.4	192	25.1	60.9	352	21
1:05	4.7	211.3	185	25.1	67.5	352	19
1:25	4.8	211.6	186	25.1	75.3	352	19
1:45	4.6	209.8	185	25.1	83	352	18
2:25	4.6	212.1	185	25.1	96.8	352	20
2:50	4.6	208.1	183	25.1	97.1	352	20
3:30	4.5	212	183	25.1	98.6	352	28
3:45							
試料油をポットに追加して試験再開							
0:00	6.3	208.8	181	25.2	42.7	352	18
0:45	4.5	208.6	184	25	77	352	18
2:10	4.4	212	183	25.1	84.6	352	20

表 3-27 試料油 3 薄膜真空蒸留試験結果 (1回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
0:10	4.1	201.8	200	25	59.3	253	10
0:20	4.5	200.3	197	25	65.9	253	14
0:25	4.7	201.1	200	25	69.6	253	18
0:30	4.9	198.3	197	25	72.7	253	26
0:54	5.5	193.8	191	25	83	352	27
1:01	5.6	193	189	25	82.5	352	29
1:21	5.6	196.1	186	25	77.3	352	36
1:25	5.8	195.8	182	25	78	352	41
2:00	6.1	196	182	25	74.3	352	32

表 3-28 試料油 3 薄膜真空蒸留試験結果 (2 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	3.6	195.2	153	25.0	23.4	352	14
0:03	3.7	200.2	156	25.0	24.7	352	8
0:06	3.9	200.6	160	25.0	27.1	352	16
0:15	4.0	195.1	164	25.0	33.9	352	18
0:25	4.0	193.4	166	25.1	43.4	352	12
0:39	4.0	198.0	167	25.1	52.4	352	17
0:55	4.9	198.2	168	25.0	62.7	352	13
1:06	5.4	196.1	168	25.0	69.7	352	15
1:18	5.8	195.3	168	25.2	76.2	352	15
1:28	5.8	195.9	167	25.1	81.6	352	16
1:46	6.0	197.8	167	25.1	80.5	352	16
2:12	6.3	193.3	165	25.1	81.0	352	16
2:37	6.3	198.0	167	25.0	77.1	352	15
3:08	6.2	194.8	172	25.1	82.3	352	14
3:30	6.2	194.5	172	25.1	76.7	352	15
3:40	6.2	193.5	170	25.1	74.8	352	18

表 3-29 試料油 3 薄膜真空蒸留試験結果 (3 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油温 [°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	3.6	195.2	不明	25.1	32.1	352	14
0:12	4.2	197	不明	25	59.3	352	13
0:19	4.2	196.3	147	25	71.1	352	18
0:33	5.0	219.3	159	25.1	79.1	352	9
0:37	5.3	217.1	162	25.1	80.9	353	12
0:58	5.6	217.2	167	25	218.8	352	17
1:17	5.9	217.2	166	25	79.4	352	12
1:38	5.9	213.5	166	25	81.5	352	16
1:53	6.0	212.7	164	25	77.2	352	17
2:11	6.0	221.7	166	25.1	81.6	352	16
2:53	5.9	223.4	168	25.1	82.2	352	15
3:14	6.0	223.7	169	25	76.1	353	14
3:28	5.8	224.5	169	25.1	81.9	352	15
3:43	5.7	222.9	169	25	76.3	352	16
4:02	5.7	219.6	169	25.1	69.8	352	13

表 3-30 試料油 3 薄膜真空蒸留試験結果 (4 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油温 [°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	5.4	226	187	26.9	29.7	352	15
0:04	4.0	225.5	187	25.7	31.7	352	16
0:09	3.3	221	187	25	33.8	352	15
0:18	3.7	220.7	186	25.1	38.4	352	15
0:24	3.3	221.3	186	25.1	42.6	352	18
0:33	3.9	218.7	184	25	54.1	352	18
0:39	3.5	223.3	184	25.1	67.9	352	21
0:44	4.3	219.5	182	25.1	75.4	352	27
0:53	4.7	218.9	182	25.1	87.6	352	25
1:12	5.3	220	181	25.1	82.4	352	27
1:30	5.4	218.3	178	25.1	76.7	352	27
1:50	5.5	222	179	25.1	84	352	25
2:04	5.5	223.8	181	25	78.1	352	23
2:24	5.4	222	184	25.1	81.6	352	15

表 3-3-1 試料油 3 薄膜真空蒸留試験結果 (5 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
	3.7	223	149	23.1	36.7	352	
0:03	4.7	226.7	153	26.2	52	352	15
0:15	4.1	222	160	25.1	86.6	352	9
0:18	4.2	225.6	161	25.1	90.3	352	18
0:28	3.7	225.1	163	25.1	94	352	18
0:33	3.8	225.9	163	25.1	92.7	352	30
0:47	4.1	218.1	160	25.1	86.6	352	16
1:05	4.9	227.4(231°C 設定)	165	25.1	78	352	14
1:41	5.1	244.2(240°C 設定)	178	25	94.6(100°C 設定)	352	13
1:46	5.1	244	178	25.1	98.6	352	15
2:00	5.1	237.9	178	25.1	103.1	352	15
2:09	5.2	240.5	179	25.1	97.1	352	22
2:26	5.2	241.5	174	25.1	93.6	352	20
2:34	5.2	240.2	170	25.1	93.2	352	18
2:41	5.1	245.3	175	25.1	92.6	352	18
3:15	5.0	243.3	176	25.1	89	352	20

表 3-32 試料油 3 薄膜真空蒸留試験結果 (6 回目)

経過 時間	圧力 [Pa]	本体温度 [°C]	スキン温度 [°C]	チラー油 温[°C]	フィード 温度[°C]	回転数 rpm	滴下速度 滴/10s
0:02	3.7	249.7	174	25.1	31.8	352	20
0:17	4.0	245.6	175	25	43.9	353	23
1:15	4.9	244.1	178	25	97.3	353	20
1:24	4.9	241.1	176	25.1	95	352	26

3. 4 溶剤抽出による添加剤除去

3. 4. 1 はじめに

薄膜真空蒸留により粘度指数向上剤、無灰系分散剤やカルシウムやマグネシウムなどの金属分を含有する金属系清浄剤が除去され、廃潤滑油は原料に使用した基油の粘度に近づく。しかし、摩耗防止剤などに含有される金属分（例えば、亜鉛、リン、シリコン、硫黄など）は後段の基油の骨格を修正する水素化精製触媒の被毒成分となるため、極力低減することが望ましい。残存する金属分は極性物質であるため、これらの成分を取り除くために石油精製の技術である溶剤抽出が適していると考えられる。溶剤抽出は溶剤精製基油の極性成分や芳香族分を抽出除去する方法であり、溶剤精製法として技術が確立されている精製方法である。バージン基油の精製方法では溶剤にフルフラールやNメチルピロリドンなどを使用し、基油成分と混ざり合わない特性を利用して液-液接触により目的の成分を抽出除去する。

昨年度、モデル油を調製して本方法によりその抽出効果を確認している。その結果、残存添加剤成分である亜鉛、リンや硫黄などを抽出できることを確認しているが、基油成分も溶解するため効率向上が課題として残っていた。そのため本年度は抽出効率向上を目的として条件の探索を行った。

3. 4. 2 実験

3. 4. 2. 1 新油を用いた抽出条件の検討

1) 試料油の性状

溶剤抽出の効率向上を目的として試料油には0W-20処方油を使用した。表3-33に試料油の代表性状を示す。溶剤抽出では特に金属分の変化が重要視される。水素化触媒に対して悪影響の大きい金属分はリンおよびケイ素である。試料油にはリンが660ppm、ケイ素は18ppm含有しており、これらの変化とともに性状への影響が留意点である。

表3-33 試料油（0W-20処方油）の性状

試験項目名	試験法	試験条件	単位	
密度	JIS K 2249-1	15°C	g/cm ³	0.838
動粘度	JIS K 2283	40°C	mm ² /s	44.7
動粘度	JIS K 2283	100°C	mm ² /s	8.36
粘度指数	JIS K 2283			166
CCS 粘度		-35°C	mPa・s	4,600
MRV 粘度	ASTM D4684	-40°C	mPa・s	12,500
TBS 粘度	ASTM D4683	150°C, 10 ⁶ /sec	mPa・s	2.56
塩基価（塩酸法）	JIS K 2501		mgKOH/g	2.99
塩基価（過塩素酸法）	JIS K 2501		mgKOH/g	6.93
蒸発量(NOACK)	ASTM D5800	250°C, 1h	質量%	9.7
元素分析	JIS K0116	B	質量 ppm	120
元素分析	JIS K0116	Ca	質量 ppm	1,300
元素分析	JIS K0116	Mg	質量 ppm	470
元素分析	JIS K0116	Mo	質量 ppm	280
元素分析	JIS K0116	P	質量 ppm	660
元素分析	JIS K0116	S	質量%	0.16
元素分析	JIS K0116	Si	質量 ppm	18
元素分析	JIS K0116	Zn	質量 ppm	810
元素分析	JIS K0116	OT	質量 ppm	不検出
微量窒素	JIS K 2609	化学発光法	質量%	0.07

2) 試験方法

石油精製のプロセスにおいて溶剤抽出は 100℃前後で実施されている。潤滑油留分と溶剤の比率はライセンサーや設備の大きさによって異なるがおおよそ油：溶剤が 1：1～1：2 となっている。本実験においては油対溶剤の比率を 1：2 とすることとした。

また実機での温度を考慮した溶剤と試料油を混合した溶液の加温方法については、抽出温度と分離静置温度に分けて検討した。すなわち、試料油と NMP を混合している状態で温度を保持し、静置時に室温静置または本静置での差異を確認する。加えて、保温を恒温槽で実施する場合と加温ジャケットにて加温および保温する方法や温度について検討した。表 3-34 に実施した条件をとりまとめ記載する。また図 3-17 に加温ジャケットを設置した外観写真を示す。

静置終了後、下層の NMP を分離し試料油から NMP を真空蒸留により除去してその重量変化を確認するとともに、ICP による元素分析をおこない金属分の減量を確認評価する。抽出効率は試料油の減量および金属分の減量から評価されるが、理想形として収率の観点から油全体の減量が少なく金属分の減量が大きいことが好ましい。

表 3-34 溶剤抽出条件の検討

	抽出温度, °C	抽出時加温方法, °C	静置温度, °C
条件 1	50	恒温槽	室温
条件 2	75	恒温槽	室温
条件 3	60	加温ジャケット	室温
条件 4	80	加温ジャケット	室温
条件 5	100	加温ジャケット	室温

図3-17 保温ジャケット使用時の外観

3) 実験結果

金属分測定結果を表3-35に示す。また、新油中に含油する元素について各試験条件出られたデータを図3-18～25に示す。分析は添加剤として添加している元素以外の金属元素についても評価している。また、新油を比較として表記し、新油に存在する金属元素量について太字で表記した。本試験条件検討の結果より、ほとんどのサンプルにおいて抽出温度の影響が大きく、新油にくらべて低減しているのがわかる。全体的にみると元素により若干ばらつきはあるものの、温度の高い方が抽出量が多い傾向が認められる。また図3-26に抽出率をまとめて記載する。条件によっては抽出量が多くなるケースもあるが、全体的に10%程度となっている。

これらの結果より、温度上昇については金属分の低減に効果が確認された。一方、全体的な抽出率についてはばらつきが大きく、明確な傾向は認められなかった。したがって溶剤抽出条件としては、保温ジャケットを使用し、油温100℃で抽出を行い、保温して静置分離することとした。

表 3 - 3 5 試驗条件検討結果 (金属分)

測定項目	単位	新油	条件 1	条件 2	条件 3	条件 4	条件 5
Al	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
B	質量 ppm	120	54	57	66	36	18
Ba	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Ca	質量 ppm	1300	1000	1000	1100	970	600
Cr	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Cu	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Fe	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1	1 未満
K	質量 ppm	100 未満	100 未満	100 未満	100 未満	100 未満	100 未満
Mg	質量 ppm	470	400	390	440	370	380
Mn	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Mo	質量 ppm	280	180	140	97	64	180
Na	質量 ppm	5 未満	5 未満	5 未満	5 未満	5 未満	5 未満
Ni	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
P	質量 ppm	660	340	290	170	530	160
S	質量%	0.16	0.08	0.08	0.04	0.08	0.05
Si	質量 ppm	18	2	2	3	18	3
Sn	質量 ppm	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満	3 未満
V	質量 ppm	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
Zn	質量 ppm	810	860	870	720	960	680
OT	質量 ppm	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出	不検出
硫黄分	質量 ppm	1650	760	681	390	583	412

図 3-18 抽出条件による B 元素の濃度

図 3-19 抽出条件による Ca 元素の濃度

図 3 - 2 0 抽出条件による Mg 元素の濃度

図 3 - 2 1 抽出条件による P 元素の濃度

図 3-22 抽出条件による Zn 元素の濃度

図 3-23 抽出条件による Mo 元素の濃度

図 3 - 2 4 抽出条件による硫黄元素の濃度

図 3 - 2 5 抽出条件による Si 元素の濃度

図 3 - 2 6 抽出条件毎の抽出率

3. 4. 2. 2 重質添加剤（粘度指数向上剤）を除いた抽出条件の検討

前項では新油を用いて抽出条件の検討を実施したが、実際のプロセスでは前段の薄膜真空蒸留により重質添加剤が除去されている。そこで、前項で実施した処方系油から重質添加剤である粘度指数向上剤を除いた模擬薄膜真空蒸留油を調整し試験に使用した。また試験条件は、先述した所定の条件（保温ジャケット、100℃、保温静置）と静置を室温で行う2条件で実施した。金属分の変化を表3-36に示す。金属分については油中濃度で比較しているが、抽出し易い元素と抽出されにくい元素があると推察され、それらについては温度の影響は認められない。図3-27に収率の結果を示すが、保温静置の方が収率は低いことが分かる。この収率の差異は金属分ではなく油分にあると考える。すなわち、基油成分の抽出し易い成分（例えば、軽質側や極性の高い成分）が高温で抽出され、静置温度条件により油の方へ戻る場合と溶剤中にとどまる成分に分かれると考えられる。基油が新油の場合には極力溶剤の方に基油成分が溶解しないことが好ましいが、劣化油では一部の分解物は軽質分となるためそのような成分を除去する効果が好ましいと考えられる。そのため、溶剤抽出の最後の検討として試料油に廃潤滑油を使用して同様の実験を実施した。

表 3-36 模擬薄膜真空蒸留油評估

測定項目	單位	模擬油	室溫保持	保溫保持
Al	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1
B	質量 ppm	110	27	58
Ba	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1 未滿
Ca	質量 ppm	1300	810	1200
Cr	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1 未滿
Cu	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1 未滿
Fe	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1
K	質量 ppm	100 未滿	100 未滿	100 未滿
Mg	質量 ppm	400	490	590
Mn	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1 未滿
Mo	質量 ppm	780	230	210
Na	質量 ppm	5 未滿	5 未滿	5 未滿
Ni	質量 ppm	1 未滿	1 未滿	1 未滿
P	質量 ppm	860	83	130
S	質量%	0.25	0.04	0.04
Si	質量 ppm	4	2	1 未滿
Zn	質量 ppm	1000	700	810
OT	質量 ppm	不檢出	不檢出	不檢出
硫黃分	質量 ppm	2295	360	390

図 3 - 2 7 収率の比較

3. 4. 2. 3 廃潤滑油を用いた抽出条件検討

これまで新油や特別調合油を使用して条件の確立や影響を評価してきた。一方で廃潤滑油は添加剤の分解物やその他コンタミ物に加えてスラッジなどの不溶解分が混合している可能性がある。そのため、廃潤滑油を使用した場合の影響を確認する。表3-37に試料油である廃潤滑油の性状を示す。回収油は自動車用エンジン油であり、酸価および塩基価の値から劣化は軽微であると考えられる。また、燃料であるガソリンを含有していることが特徴である。含有金属分については、ホウ素、カルシウム、マグネシウム、リン、ケイ素、亜鉛については添加剤由来であるが、鉄や銅については混入したものと考えられる。

試験条件としては先述した条件で実施しているが、静置の温度のみ室温と保温で分けその効果を確認した。

表 3-37 溶剤抽出に使用した廃潤滑油の性状

	単位	0W-16
密度(15° C)	g/cm ³	0.8521
動粘度(40° C)	mm ² /s	25.15
動粘度(100° C)	mm ² /s	5.709
粘度指数		180
酸価	mgKOH/g	2.75
塩基価 (塩酸法)	mgKOH/g	2.66
塩基価 (過塩素酸法)	mgKOH/g	8.35
水分 (KF 気化法)	質量 ppm	1080
ガソリン希釈(GC)	質量%	3.6
元素分析		
Al	質量 ppm	1 未満
B	質量 ppm	210
Ba	質量 ppm	3
Ca	質量 ppm	1300
Cl	質量 ppm	50 未満
Cu	質量 ppm	64
Fe	質量 ppm	19
Mg	質量 ppm	720
Mn	質量 ppm	2
Mo	質量 ppm	650
P	質量 ppm	720
S	質量%	0.21
Si	質量 ppm	190
Zn	質量 ppm	850
OT	質量 ppm	不検出
硫黄分 紫外蛍光法	質量 ppm	2215
塩素分 クーロメータ	質量 ppm	32

試験後の金属分を表3-38に示す。新油に比べてマグネシウム、硫黄、リンについては低減が認められる。しかし、その他の金属元素については明確な低減が認められない。一方で図3-28に回収率を示す様に高温で抽出作業を実施したのちの静置温度により回収率に明確な差異が認められる。これは高温により溶解した基油成分が温度の低下により溶解性が低減して油の方に戻ったためと考えられる。この基油成分は沸点範囲の低分子側と考えられ粘度指数向上剤の希釈油などがその成分と考えられる。そのため、回収油に薄膜真空蒸留を実施し重質添加剤成分や不溶解分を除去した廃潤滑油を試料油として実施することとした。

表3-38 抽出試験後の金属分析

元素分析	単位	元油（廃潤滑油）	室温静置	保温静置
Al	質量 ppm	1 未満	4	3
B	質量 ppm	210	120	120
Ba	質量 ppm	3	3	4
Ca	質量 ppm	1300	1100	1200
Cu	質量 ppm	64	13	11
Fe	質量 ppm	19	15	12
Mg	質量 ppm	720	490	500
Mn	質量 ppm	2	2	2
Mo	質量 ppm	650	540	540
P	質量 ppm	720	160	200
S	質量%	0.21	0.07	0.08
Si	質量 ppm	190	190	230
Zn	質量 ppm	850	560	590
OT	質量 ppm	不検出	不検出	不検出

図 3 - 2 8 廃潤滑油処理後の回収率

3. 4. 2. 4 薄膜真空蒸留後の廃潤滑油を用いた抽出条件検討

表3-39にこれまでの工程での金属分測定結果を並べて記載する。実際のプロセスでは前処理、薄膜真空蒸留後に溶剤抽出を実施するため、軽質分や不溶解分などはそこで分離されると推察される。薄膜真空蒸留は金属系清浄剤にも影響し、マグネシウムやカルシウムなどの金属系清浄剤に加えてモリブデンやリンなども低減していることが分かる。そのため、溶剤抽出にはマイルドな試料油となり、薄膜真空蒸留後のオイルを用いて溶剤抽出した結果、リンで数十 ppm、で亜鉛も 4ppm と非常に提言していることが分かる。リンについては触媒の被毒成分のため極力低減することが触媒寿命の観点からも好ましい。このようにプロセスの組み合わせにより金属分を低減することが確認された。

表3-39 薄膜真空蒸留、溶剤抽出後の金属分

測定項目	原料廃潤滑油	薄膜蒸留後	溶剤抽出後
B	100	1 未満	1 未満
Ca	1400	1 未満	1 未満
K	100 未満	100 未満	100 未満
Mg	400	1 未満	1 未満
Mo	770	1 未満	1 未満
P	820	470	80
S	0.24	0.1	0.02
Si	10	2	2
Zn	930	190	4

3. 4. 3 まとめ

溶剤抽出の抽出効率向上を目的として試験条件を探索した結果、以下のことが確認された。

- ① 抽出温度条件は高い方が金属分を除去しやすくなる。さらに保温静置により軽質分を含めた基油成分も抽出保持されるため、不要な軽質分が多い場合は高温抽出・高温静置がよい。
- ② 一方基油成分の抽出量が多いため操作全体での収率低下が懸念される。この対応として抽出後の保温温度のコントロールが考えられる。廃潤滑油の性状により温度調整することで効率よく金属分を主体とした抽出が可能と考える。
- ③ 薄膜真空蒸留により、金属系清浄剤に含有されるカルシウムやマグネシウムに加え、リンや亜鉛の一部が分解して高沸点側に留出するため、薄膜真空蒸留の効率により溶剤抽出の抽出効率も変化してくる。廃潤滑油の性状が安定化することで薄膜真空蒸留および溶剤抽出の効率も安定化してくると考えられる。

3. 5 水素化精製

3. 5. 1 はじめに

石油精製において水素化は脱硫や脱窒素などの観点から欠かすことができない工程である。潤滑油精製においては API による鉱油系のグループ I から III すべてに使用する触媒や過酷度は異なるが水素化処理が導入されている。その効果についてグループ I では、硫黄分の低減、窒素分の低減、分子内二重結合の水素化や色相の改善などを目的として使用されている。使用する触媒やライセンサーなどにより条件は様々であるが、水素圧は 5MPa から 12MPa 程度、反応温度は 320 から 380°C 程度までの範囲で使用されている。またグループ II では潤滑油留分に対して燃料を水素化する触媒を用いて高温・高圧で水素化分解により核水添をおこない、硫黄分は検出限界以下、飽和分 95% 以上の高品質な基油を製造することができる。ただし、高度な分解を行うため、ブライトストックなどの高粘度の基油を製造することが難しかったが、近年触媒や条件の選択によりグループ II の高度基油が市場に出回り始めている。最後にグループ III については、原油の重質分から水素化分解軽油を製造する際に得られるボトム分を原料として、水素化異性化と水素化精製をすることで核水添したナフテン環をさらに開環させることで高粘度指数の基油を製造することが可能となる。このように水素化精製は様々な形で潤滑油製造に関わっている。

廃潤滑油は一度このような水素化精製を行ったものであり、潤滑油の劣化としては添加剤の分解などが主體的である。しかし、使用環境や使用期間によっては潤滑油の基油骨格が劣化する。この劣化は軽微な場合は水素の引き抜きによる二重結合の生成程度であるが、さらにこの二重結合に酸素を取り込んだ有機酸、最終的にはそのような分子同士が結合し増粘した形となる。増粘までしてしまうと再生することは難しいと考えられる。これまでの回収油の性状分析より基油が増粘している様な劣化はほとんど見受けられない。これは完全に使用不可能になる前に更油するためであり、逆に言えば機械の損傷を妨げるために早期に使用している潤滑油を交換するためと考えられる。

そのため、主なる劣化物である添加剤の分解物や不溶解分さらには他からのコンタミをその他の工程により除去すれば主成分は基油成分のみとなり、先述したように基油の劣化自体はそれほど大きくないため水素化精製程度の条件で修復可能と考えられる。一方、日本国内では工業用油では芳香族を 20 から 30% 含有するグループ I 基油が使用されておりこれらの工業用油が混合してきた場合には水素化により核水添ができることが求められる。また、水素化精製の過酷度を上げる方法としては水素圧力、水素流量と反応温度が挙げられる。しか

し既存の設備を使用する場合は圧力を上げるには反応容器の圧力限界があるため容易ではない。これに対してオイル/水素比および反応温度については圧力ほどの難易度ではない。

本章ではそのような状に鑑み、混合する可能性の高いグループ I 基油について、圧力一定条件のもと水素比および反応温度を条件として芳香族分の核水添の可能性を検討する。

3. 5. 2 評価装置、試料油および実験条件

評価装置としては当社保有のマイクロベンチを使用した。本プランとは実機の数百万分の1のスケールのため、少量の触媒およびオイル量での評価が可能である。また、本ベンチは2塔式の反応容器を有し、圧力は最大 20MPa まで、温度は 400℃まで昇温することが可能である。図 3-29 にパイロットベンチ概略図を示す。試料油は水素と混合され反応等へと押し出され反応塔内で触媒と接触して水素化が行われる。出口には気液分離機があり、水素は再利用され、試料油は分離機底部から回収されるフロートなる。温度などの反応条件を変更する場合は反応管以外の部位での試料油の置換が必要であるため、約 2 日 (1.5L 程度) 必要である。実験的には、2 日条件変更安定化、1 日サンプル採取 (約 0.7L)、その後 2 日かけて温度条件変更、1 日サンプリングを繰り返す。

図 3-29 パイロットベンチ概略図

表 3-40 にパイロット水素化試験条件を示す。また表 3-41 に試料油の代表性状を示す。試験条件は圧力 5.0MPa 一定とし、反応温度を 330℃から 10℃毎に 380℃まで昇温する。この時の空間速度 (LHSV) は 1.00、油流量 30ml/h とし、ガス量は 15.2NL/h (3,000) と 30.4NL/h (6,000) の 2 点実施した。試料油は各条件にて約 700ml 採取し、次の条件へ変更した。試料油には工業用潤滑油適用される粘度の異なる 2 種類のグループ I 基油を使用した。低粘度の基油は 150N (ISO VG32) であり、もう 1 種類は 500N (ISO VG100) 基油である。150N は軸受け油やタービン油などに使用されている。また 500N はギヤ油や汎用軸受油に使用されている。150N と 500N のブレンドにより 250N、350N などが調整できるため、当該 2 種類の基油を評価しておくことで工業用油の大半の油種に使用されている基油を評価したことになる。また、双方とも芳香族分を 30%前後、硫黄分を 2,500 から 3,500ppm 有している。この硫黄分と

芳香族分の低減が求められる。

試験後、水素化した試料油は一般物性およびクロマト分析による芳香族分、および赤外吸収スペクトルにより評価した。

表 3-40 パイロット試験条件

項目	
圧力	5.0MPa
温度	330℃～380℃ (10℃毎)
空間速度 (LHSV)	1.00
油流量	30ml/h
ガス量	15.2NL/h, 30.4NL/h
水素油比	3,000、6,000

表 3-41 試料油の代表性状

	試料油 1	試料油 2
粘度グレード	150N	500N
API 分類	グループ I	グループ I
密度, g/cm ³	0.869	0.885
動粘度, mm ² /s (40℃)	27.5	100.7
動粘度, mm ² /s (100℃)	4.92	11.3
粘度指数	102	98
アニリン点, °C	98.1	110.2
硫黄分, 質量 ppm	2,502	3,440
微量窒素, 質量 ppm	15	45
クロマト分析		
飽和分, mass%	70.7	63.7
芳香族分, mass%	29.0	36.0
樹脂分, mass%	0.3	0.3
回収率, %	99.6	100.0

3. 5. 3 実験結果

表 3-4 2 に試料油 150N、水素量 15.2NL/h の結果を示す。新油の 40℃動粘度 27.5mm²/s、100℃動粘度 4.92mm²/s であるが、反応温度の上昇とともに粘度低下していることが分かる。試料油の粘度低下は分解によるものと考えられる。一方、主要測定項目である硫黄分については、図 3-3 0 に結果を示す様に、新油で 2,502ppm 含有するが、370℃で 263ppm とグループ II の規格を満たす値となる。また芳香族の結果を図 3-3 1 に示す様に、初期含有量の 29mass%から反応温度の上昇によって若干低減するが最高温度でも 25.9mass%残存している。数的に芳香族残存量が多い要因として、最高温度の 380℃において約 15%の粘度低下であり、実際には分解しやすいパラフィン分が分解しガスとなって留出していると考えられる。そのため分解しにくい芳香族分の濃度が数値上低減しないと考えられる。図 3-3 2 に 150N バージン基油の赤外吸収スペクトルを示す様に、1600cm⁻¹ 付近の吸収が芳香族に起因するものである。本測定は 0.1mm のスペーサーを挟んでいるため、吸収の深さが含有量と関係がある。図 3-3 3 ~ 3 8 に水素量 15.2NL/h の試料油の赤外吸収スペクトルを示すように、本測定結果をみても明確な減量は認められない。

表 3-4 3 に試料油 150N、水素量 30.4NL/h の結果を示す。図 3-3 9 に反応温度と硫黄分の関係を示す様に水素量の倍増により硫黄分の低減効果は向上する。しかし図 3-4 0 に示す様に、芳香族分の低減効果に関しては 15.2NL/h と大きくは変わらない。このことから水素量を増加しても芳香族分低減効果への影響は小さく、圧力や接触効率の方が効果は高い可能性が想定される。図 3-4 1 ~ 4 6 に本条件での試料油の赤外吸収スペクトルを示す様に、明確な差異は認められない。

続いて表 3-4 4 に試料油 500N、水素量 15.2NL/h の結果を示す。500N の場合の 40℃動粘度の変化を見ると約 20%低下し、150N よりも粘度低下率が高いことが分かる。また、図 3-4 7 に結果を示す様に、硫黄分についてはバージン基油の含有量が多いため 6 分の 1 程度にはなっているが、目標 300ppm 未満には到達していない。また芳香族分との関係を図 3-4 8 に示す様に、若干の減量は認められるが明確な低減効果は認められない。図 3-4 9 に 500N 新油の赤外吸収スペクトルを、図 3-5 0 ~ 5 5 に赤外吸収スペクトルを示すが 1600cm⁻¹ 付近の吸収の差異は小さい。表 3-4 5 に本試料油で水素量を倍増した 30.4NL/h の実験結果を示す。図 3-5 6 に新油と本条件で一番厳しいと考えられる水素量 30.4NL/h、水素化温度 380℃処理油のガスクロ蒸留データを示す様に、最高温度で処理したものは軽質分が増加していることが分かる。分解はパラフィンの方が早いため、芳香族分は低減するが飽和分である

パラフィン分の分解が多いため、基油中の濃度としては明確に表れなかったものとする。図3-57に硫黄分の結果を示す様に、これまでの傾向と同じであり反応温度の上昇とともに硫黄分へ低減するが、300ppm未滿には達しない。また図3-58に示す様に、500N基油の芳香族分の低減効果は小さい。各試料油の赤外吸収スペクトルを図3-59～64に示すが、こちらも明確な差異は認められない。

これらの結果より、グループI基油が混合した場合水素化精製程度の触媒では核水添迄までができないため、混合量をコントロールするか、芳香族の核水添の選択性の高い触媒（水素化分解触媒）の選定が必要になると考えられる。ただし、選択性を上げて分解率を高くすると収率低下となるため、回収される廃潤滑油の性状でコントロールすることが好ましい。

表3-42 試料油 150N、水素量 15.2NL/h 水素化試験結果

試験項目名	単位	新油	330℃	340℃	350℃	360℃	370℃	380℃
密度 15℃	g/cm ³	0.869	0.868	0.868	0.867	0.867	0.87	0.865
動粘度 40℃	mm ² /s	27.5	26.9	26.7	26.4	25.9	24.9	23.4
動粘度 100℃	mm ² /s	4.92	4.86	4.84	4.82	4.77	4.65	4.49
粘度指数		102	102	102	102	103	102	103
アリン点	℃	98.1	99.1	99.1	99	99	99	98.7
硫黄分紫外蛍光	質量 ppm	2502	894	697	517	381	263	177
微量窒化学発光	質量 ppm	15	11	11	10	9	8	7
クロマト分析								
飽和分	質量%	70.7	72.2	72.5	72.9	73.4	73.8	74
芳香族分	質量%	29	27.7	27.3	26.8	26.4	26.1	25.9
樹脂分	質量%	0.3	0.1	0.2	0.3	0.2	0.1	0.1
回収率	質量%	99.6	99.5	99.6	99.6	99.2	98.6	98

図 3-30 水素化温度と硫黄分の関係 (150N、15.2NL/h)

図 3-31 水素化温度と芳香族分の関係 (150N、15.2NL/h)

図 3 - 3 2 試料油 150N の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 3 水素化温度 330°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 4 水素化温度 340°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 5 水素化温度 350°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 6 水素化温度 360°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 7 水素化温度 370°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 3 8 水素化温度 380°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

表 3 - 4 3 試料油 150N、水素量 30.4NL/h 水素化試験結果

試験項目名	単位	新油	330℃	340℃	350℃	360℃	370℃	380℃
密度 15℃	g/cm ³	0.869	0.868	0.867	0.867	0.867	0.866	0.865
動粘度 40℃	mm ² /s	27.5	26.9	26.7	26.3	25.8	24.9	23.5
動粘度 100℃	mm ² /s	4.92	4.87	4.84	4.81	4.75	4.66	4.51
粘度指数		102	103	103	103	103	103	104
アニリン点	℃	98.1	98.7	99.3	99	99.3	99.1	98.6
硫黄分紫外蛍光	質量 ppm	2502	864	660	497	348	241	161
微量窒化学発光	質量 ppm	15	12	11	11	9	8	7
クロマト分析								
飽和分	質量%	70.7	72.2	72.6	72.9	73.2	72.6	74
芳香族分	質量%	29	27.6	27.2	27	26.5	25.5	25.8
樹脂分	質量%	0.3	0.2	0.2	0.1	0.3	1.9	0.2
回収率	質量%	99.6	99.5	99.6	99.4	99.5	99.8	98

図 3 - 3 9 水素化温度と硫黄分の関係 (150N、30.4NL/h)

図 3-40 水素化温度と芳香族分の関係 (150N、30.4NL/h)

図 3-32 試料油 150N の赤外吸収スペクトル (再掲)

図 3-4 1 水素化温度 330°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-4 2 水素化温度 340°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-4-3 水素化温度 350°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-4-4 水素化温度 360°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-4 5 水素化温度 370°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-4 6 水素化温度 380°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

表 3 - 4 4 試料油 500N、水素量 15. 2NL/h 水素化試験結果

試験項目名	単位	新油	330℃	340℃	350℃	360℃	370℃	380℃
密度 15℃	g/cm ³	0.885	0.884	0.883	0.883	0.882	0.882	0.880
動粘度 40℃	mm ² /s	100.7	96.72	96.1	94.5	91.8	87.2	79.8
動粘度 100℃	mm ² /s	11.3	11.0	10.9	10.9	10.7	10.4	9.87
粘度指数		98	98	99	99	99	101	103
アリン点	℃	110.2	111	111	111.1	111.3	110.9	110.6
硫黄分紫外蛍光	質量 ppm	3440	1836	1546	1281	1022	765	556
微量窒化学発光	質量 ppm	45	39	39	36	34	30	27
クロマト分析								
飽和分	質量%	63.7	65.3	65.4	66.2	66.6	67	67.1
芳香族分	質量%	36.0	34.6	34.5	33.5	33.0	32.6	32.3
樹脂分	質量%	0.3	0.1	0.1	0.3	0.4	0.4	0.6
回収率	質量%	100	100	100	100	100	99.5	99.3

図 3 - 4 7 水素化温度と硫黄分の関係 (500N、15. 2NL/h)

図 3 - 4 8 水素化温度と芳香族分の関係 (500N、15.2NL/h)

図 3 - 4 9 500N 新油の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 0 水素化温度 330°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 1 水素化温度 340°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 2 水素化温度 350°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 3 水素化温度 360°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 4 水素化温度 370°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 5 5 水素化温度 380°C 処理油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル

表 3 - 4 5 試料油 500N、水素量 30.4NL/h 水素化試験結果

試験項目名	単位	新油	330℃	340℃	350℃	360℃	370℃	380℃
密度 15℃	g/cm ³	0.885	0.884	0.883	0.883	0.882	0.882	0.881
動粘度 40℃	mm ² /s	100.7	97.1	96.2	94.6	91.9	87.8	81.1
動粘度 100℃	mm ² /s	11.3	11.05	11	10.9	10.7	10.4	9.96
粘度指数		98	98	99	99	100	101	102
アリン点	℃	110.2	111.2	111.3	111.3	111.3	110.8	110.7
硫黄分紫外蛍光	質量 ppm	3440	1750	1460	1196	963	742	530
微量窒化学発光	質量 ppm	45	40	39	37	34	31	28
クロマト分析								
飽和分	質量%	63.7	65.5	65.7	66	66.5	66.9	67.4
芳香族分	質量%	36	34.2	34.1	33.7	33.2	32.9	32.3
樹脂分	質量%	0.3	0.3	0.2	0.3	0.3	0.2	0.3
回収率	質量%	100	99.9	100	99.9	99.8	99.5	99

図 3 - 5 6 新油と 500N 処理油の GC 蒸留曲線 (水素 30.4NL/h、380℃処理)

図 3-57 水素化温度と硫黄分の関係 (500N、30.4NL/h)

図 3-58 水素化温度と芳香族分の関係 (500N、30.4NL/h)

図 3 - 4 9 500N 新油 (15.2NL/h) の赤外吸収スペクトル (再掲)

図 3 - 5 9 水素化温度 330°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 6 0 水素化温度 340°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3 - 6 1 水素化温度 350°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-6 2 水素化温度 360°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図 3-6 3 水素化温度 370°C 処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

図3-64 水素化温度 380°C処理油 (30.4NL/h) の赤外吸収スペクトル

3. 5. 4 まとめ

様々な廃潤滑油に対応するために水素化による芳香族や硫黄分低減への効果を確認した結果、以下のことが確認された。

- ① 現行製油所で使用している水素化触媒の硫黄分低減効果は認められる。ただし、高粘度品のように初期値が高いと今回の条件では目標品質に到達しない可能性がある。
- ② 一方、芳香族については若干の低減が認められるものの、大幅な低減は認められないため、混合量制限で検討するか、芳香族の核水添の選択性の高い触媒の検討が必要と考える。
- ③ 現行触媒で反応温度を高めるとパラフィンの方の分解率が高いため、本触媒での芳香族低減効果を求めることが難しく廃エンジン油などの比率を高めて回収することが好ましいと考える。

文献

- 1) 廃油リサイクルの仕組み - 全国オイルリサイクル協同組合

<https://www.oilrecycle.or.jp/work/index/>

- 2) 全国オイルリサイクル協同組合：再生重油 虎の巻

- 3) Desalters - Punchlist zero

<https://punchlistzero.com/desalters/>

- 4) 高真空薄膜蒸留 - 株式会社 八代

https://www.yashiro.co.jp/fd_md/

第4章 プロセス検討

4.1 はじめに

再生潤滑油は廃潤滑油を再利用可能な状態に再生して再度添加剤を処方したものである。この基油の製造に関して世界では様々な精製工程を組み合わせ、さらに地域毎に回収可能な廃潤滑油を原料として必要な品質の再生基油を製造している。さらに最近では生産する基油の品質のグレードを製造し易い廃潤滑油を回収することで、基油再精製の難易度を下げて製造している様である。当該事業においては製造する再生基油の品質目標の API グレードをグループ II とすることで、日本国内で製造しているバージン基油と同等以上の性能を有し使用者側のメリットも得られると考える。このグループ II 基油を製造するためには水素化精製あるいは水素化分解の装置が必要となる。代表的な再生基油製造プロセスを図 4-1 に示す。プロセスを大別すると、前処理、脱重質分、基油骨格修正となる。各々の工程を説明する。前処理としては、廃潤滑油に含まれる塩素による装置の損傷を防ぐための脱塩素工程①(図中の番号)、続いて含有する水分を除去するための常圧蒸留②、さらに含有する燃料や使用中の分解などにより発生した軽質分を除去する減圧蒸留塔③。この常圧蒸留と減圧蒸留は 1 塔で対応する場合もある。前処理の後には、粘度指数向上剤、無灰系分散剤および金属系清浄剤や不溶解分などを分留する薄膜真空蒸留④、そして各種添加剤や不要灰分を除かれた基油成分の骨格を修正する水素化精製(分解)⑤、最後に粘度調整を行うためのフラクショネーター⑥で構成される。図 4-1 は代表的なプロセスであるが、目的の基油品質によって反応条件を変更することや、プロセスをさらに加えて高品質の基油を精製する、あるいはコスト低減のため工程を抜いて基油を製造するなど様々なプロセスが存在する。

図 4-1 代表的な再生基油製造プロセス

4. 2 本事業検討プロセス

3. 1に示したように、日本で回収される廃潤滑油はその7割がエンジン油であり残りの3割は工業用潤滑油である。日本ではエンジン油にはほとんどグループⅢ基油が使用されているが工業用油ではそのほとんどがグループⅠ基油である。これらが回収時に混入する可能性があるため、プロセスとしては目標の基油品質に精製可能な工程が用いられる。加えて回収した廃潤滑油は、回収業者によりその性状、劣化度および夾雑物等の含有量が大きく異なることも確認されている。廃潤滑油を原料として再生基油を製造し、これを事業化するためにはそのマスマリットが必要なため数量を確保する必要がある。海外のプラントでは1プラント当たり5万klから10万kl程度の製造能力であることが確認されおり、本事業においても同様の廃潤滑油の数量が必要と考える。エンジン油と工業用油を比較すると添加剤添加量はエンジン油の方が多く工業用油の方が少ない。しかし基油はエンジン油の方が高品質の物を使用している。したがって、添加剤を除去するなどの工程においては廃エンジン油を処理することを想定し、基油骨格を修正し品質を向上させる工程は廃工業用油を処理することを想定しておけば様々な廃潤滑油が混合し、さらにその比率が異なっても工程の条件変更などで対応が可能と考えられる。再生基油の品質から考えると廃ガソリンエンジン油のみを処理することが好ましいが、目標量の廃潤滑油を回収できるかが課題となる。このため、廃ガソリンエンジン油を主として回収し、不足分を工業用潤滑油で補うことで目標数量の廃潤滑油を確保しつつ目標品質の再生基油を製造するプロセス可能と考えられる。さらにプラントについては新設を想定した場合と遊休設備を活用した場合等建設コストを極力抑えることも考えておく必要がある。これらの条件を考慮して当該事業プロセスの検討を行った結果、図4-2および図4-3に示すプロセスを候補として考える。

図4-2は完全に新設を想定した場合であり、前処理として脱塩素、常圧蒸留、減圧蒸留を脱重質分として薄膜真空蒸留を基油修復として水素化分解工程を行い最後に減圧蒸留により複数の粘度グレードを製造する。また図4-3は、既存の石油精製のプロセスを組み合わせた場合であり、脱塩素などの前処理は同一であるが薄膜真空蒸留の後段に溶剤抽出を設け、金属分を除去して水素化分解を行う組み合わせである。溶剤抽出の条件をコントロールすることでプロセス全体の収率を向上させることが可能と考えられる。

プロセスの最終確認として図4-3に示す工程にて処理を行い、精製基油の特性およびプロセス全体の収率を評価する。

図4-2 検討プロセス1 (新設の場合)

図4-3 検討プロセス2 (既存設備活用の場合)

4. 3 プロセスの検証

4. 3. 1 使用廃潤滑油

プロセスの検証として図4-3に示す既存設備併用型で検討を実施した。本検証では収率への影響が小さい脱塩素と脱水を省き、薄膜真空蒸留、溶剤抽出、水素化精製および減圧蒸留（粘度合わせ）の工程を実施した。

表4-1に使用した廃潤滑油の性状を示す。新油の40℃動粘度は30.2mm²/s、100℃動粘度は6.90mm²/s、粘度指数200であることとモリブデンも770ppm添加されていることから省燃費型の高性能エンジン油であることが分かる。また、試料油はラボスケールではなく18Lを処理するスケールアップ検討で実施した。省燃費型エンジン油には表4-2に代表性状を示す、100℃4.2mm²/s 高度精製鉱油であるグループⅢ基油が使用されており、本検証において当該廃潤滑油を使用するため、最終的に酸価0.01mgKOH/g以下、粘度指数が120以上、硫黄分300ppm以下および飽和分90%以上の性状を有する基油が得られれば基油再生と考えられる。

また、図4-4に新油の赤外吸収スペクトルを、図4-5に使用油の赤外吸収スペクトルを示す。使用油は新油に存在する3650cm⁻¹に帰属するOHの吸収が減少しており、フェノール系の酸化防止剤が消費していることが分かる。また、1750cm⁻¹付近のカルボニルの吸収が使用油では分かれていることから、ポリメタクリレート系粘度指数向上剤がわずかではあるが分解している可能性が考えられる。そのほかは目立った吸収の変化は認められない。

表 4 - 1 評価に用いた廃エンジン油（比較 新油）

項目		製品	
		新油	回収劣化油
40°C動粘度	mm ² /s	30.2	20.8
100°C動粘度	mm ² /s	6.90	5.04
粘度指数	-	200	182
酸価	mgKOH/g		
B	mass ppm	210	240
Ca	mass ppm	1500	1200
Fe	mass ppm	-	14
Mg	mass ppm	660	650
Mo	mass ppm	770	630
P	mass ppm	760	750
S	mass%	0.24	0.19
Si	mass ppm	5	290
Zn	mass ppm	920	790
飽和分	%	-	-

表 4 - 2 推定使用基油の代表性状

項目		新油
40°C動粘度	mm ² /s	19.5
100°C動粘度	mm ² /s	4.2
粘度指数	-	125
酸価	mgKOH/g	0.01 以下
金属分	mass ppm	各元素とも検出限界以下

図 4 - 4 新油の赤外吸収スペクトル

図 4 - 5 使用油の赤外吸収スペクトル

4. 3. 2 薄膜真空蒸留

3. 3で説明したように薄膜真空蒸留は1L程度のラボスケールでは流下式が用いられるが20L程度の処理では遠心式蒸留装置が使用される。本章では1油種を使用して最終工程までを確認するため3. 3と同様に流下式薄膜真空蒸留装置を使用した。装置概要を表4-3に示すように、減圧度は最大 10^{-3} torr、最高温度300°Cまで加温することが可能なため、減圧度にもよるが本評価に使用した基油成分は十分留出させることが可能である。ネックとなるのは分離した重質分の流動性のみである。また、軽質分を含有しているため、凝縮器で回収できない超軽質分はコールドトラップにて補修した。収率は仕込み量からロス分を減じた分と留分回収量から算出した。その理由としては、本来は連続式で実施するため滞留する箇所には滞留分が保持されるためロスはなくなると考えられる。そのため、ロス分は原料になかったとして収率を算出した。表4-4、表4-5に試験条件を示すが、実際には圧力や温度の振れがあるため、実施時間全体の平均値として記載した。最終的な収率は80.0%とまずまずの値であった。数値からは粘度指数向上剤、無灰系分散剤および金属系清浄剤は分離されていると推定されるが、実添加量は10~12%程度であるため、もう少し絞り収率を向上させることが可能であると考えられる。

試験後の試料油の性状を表4-6に示す。薄膜真空蒸留により動粘度は20.8mm²/sから17.2mm²/sに低減し、粘度指数も182から115と基油性状近くになっている。このことから重質分が十分抜けていることが推察される。さらに金属分を見ると、ホウ素(B)、カルシウム(Ca)、マグネシウム(Mg)、モリブデン(Mo)については検出限界以下となっており、金属系清浄剤も分離されていることが分かる。さらにリン(P)や亜鉛(Zn)も低減している。このリンと亜鉛はZnDTPという摩耗防止剤であり添加剤としては一つの分子であるが検出された数字から分解していることが示唆される。廃潤滑油ということと薄膜真空蒸留内において熱履歴を受けるため分解しやすい添加剤は分解して残分となっているものと推察される。結果として大型の遠心式蒸留装置を使用しても重質添加剤の分離に加えてリンや亜鉛の一部が減少することが確認できた。

また、図4-6に薄膜真空蒸留後の赤外吸収スペクトルを示す様に、物性上は重質添加剤である粘度指数向上剤が低減しているが、チャート上ではカルボニルの吸収が認められる。これは一部分解した分子が残存しているためと推定される。さらに1601cm⁻¹付近の芳香族に帰属するピークは図4-5と比べ小さくなっている。これは金属系清浄剤が芳香族を含有しており、薄膜真空蒸留により低減したためと考えられる。その他細かいピークが消失して

いることから不純物等が分離されたものと推定される。

表 4 - 3 装置概要

型式	流下式蒸留装置
減圧度	10^{-3} torr (0.13Pa)
最高温度	270°C
油量	0.2kg/h

表 4 - 4 試験結果 (1 回目)

項目	結果
温度条件	150~190°C
圧力	0.25~0.04torr
仕込み量	461.7g
留出分	369.7g
残渣分	92.0g
収率	80.0%

表 4 - 5 試験結果 (2 回目)

項目	結果
温度条件	150~190°C
圧力	0.25~0.03torr
仕込み量	543.2g
留出分	429.3g
残渣分	113.9g
収率	79.0%

表 4-6 評価に用いた廃エンジン油と再生処理後の性状（比較 新油）

項目		製品		再生処理
		新油	回収劣化油	薄膜蒸留
40℃動粘度	mm ² /s	30.2	20.8	17.2
100℃動粘度	mm ² /s	6.90	5.04	3.85
粘度指数	-	200	182	115
酸価	mgKOH/g			
B	mass ppm	210	240	2
Ca	mass ppm	1500	1200	<1
Fe	mass ppm	-	14	<1
Mg	mass ppm	660	650	<1
Mo	mass ppm	770	630	<1
P	mass ppm	760	750	410
S	mass%	0.24	0.19	0.09
Si	mass ppm	5	290	27
Zn	mass ppm	920	790	59
飽和分	%	-	-	-

図 4 - 6 薄膜真空蒸留後の赤外吸収スペクトル

4. 3. 3 溶剤抽出

第3章で検討した結果を基に溶剤抽出試験を実施した。試験には薄膜蒸留後の試料油は800g使用した。表4-7に試験条件を示す様に、試料油とNMPの比率は1対2とし、セパラブルフラスコを使用してマントルヒーターで加熱した。攪拌羽と窒素バブリングの双方により液-液接触の効率を向上させた。試験手順を下記の通り実施した。

- ① 3L容器を使用し試料油1に対してNMPを2混合しマントルヒーターを使用して100°Cに保温
- ② 容器底からの窒素に加え攪拌機を用いて試料油と溶剤を接触させ、1時間攪拌
- ③ 攪拌および窒素バブリングを停止し、100°Cに保温して3時間30分静置
- ④ 二層分離した試料油を下層のNMP層から排出し、その後試料油を140°Cに加熱
- ⑤ 圧力17torr、温度127°CにてNMPを留出させた。留出のないことを確認して試験終了

表4-7 試験条件

項目	条件
油温	100°C
保温時間	3時間30分
NMP除去	17torr、127°C

表4-8に試験結果を示す。溶剤抽出により回収したオイルは570gとなり収率は71%であった。後段での水素化処理の触媒被毒を考慮し低温での静置を実施しなかったためやや収率が低下したものと考えられる。

表4-8 実験結果

項目	結果
油量	800g
回収油量	570g
収率	71%

試験後の試料油の性状を表4-9に示す。薄膜真空蒸留後に得られた性状と比較して若干動粘度が増加している。これは溶剤側に添加剤分解物や軽質分が抽出されたためと考える。また、金属分についてはリン (P) や亜鉛 (Zn) が減少していることが分かる。しかし水素化触媒に影響が大きいと言われるケイ素については変化がないことから、実際のプロセスではケイ素を吸着するような脱メタル触媒の検討が必要となると考える。

表4-9 評価に用いた廃エンジン油と再生処理後の性状 (比較油 新油)

項目		製品		再生処理	
		新油	回収劣化油	薄膜蒸留	溶剤抽出後
40℃動粘度	mm ² /s	30.2	20.8	17.2	17.8
100℃動粘度	mm ² /s	6.90	5.04	3.85	3.98
粘度指数	-	200	182	115	121
酸価	mgKOH/g			-	0.40
B	mass ppm	210	240	2	<1
Ca	mass ppm	1500	1200	<1	<1
Fe	mass ppm	-	14	<1	<1
Mg	mass ppm	660	650	<1	<1
Mo	mass ppm	770	630	<1	<1
P	mass ppm	760	750	410	51
S	mass%	0.24	0.19	0.09	0.01
Si	mass ppm	5	290	27	27
Zn	mass ppm	920	790	59	2
飽和分	%	-	-	-	-

図4-7に溶剤抽出後の赤外吸収スペクトルを示す。溶剤抽出により粘度指数向上剤の分解物と推定されるポリメタクリレートに起因する 1730cm^{-1} 付近のカルボニルに帰属する吸収および 1160cm^{-1} 付近の金属系清浄剤の芳香族-硫黄結合に帰属する吸収が小さくなっていることが分かる。

図4-7 溶剤抽出後の試料油の赤外吸収スペクトル

4. 3. 4 水素化精製

溶剤抽出試験後の試料油について水素化精製による基油再生を実施した。水素化精製は基油の色相改善、金属分除去および基油骨格の修復（二重結合や一部酸化劣化部の還元等）が可能と考える。表4-10に試験条件を示す。試験温度は330℃からスタートとし、試験前油に比べて色相の変化で効果を確認し、色の変化が認められた場合には温度を10℃毎上昇させて実施した。

水素化試験後の性状を表4-11に示す。得られた基油の動粘度は水素化によりやや低下しているが基油劣化の指標となる酸価は0.01以下、金属分も対象元素は検出限界以下で、硫黄も検出限界以下、さらに飽和分についても98.4%となっている。得られた基油の赤外吸収スペクトルを図4-8に示す。また、使用されている基油の赤外吸収スペクトルを図4-9に示す。双方のスペクトルは差異がほとんどなく、基油中に添加剤や劣化物などがいないことが図からうかがえる。得られた基油性状より再生された基油はAPIのグループⅡの規格を満たし、グループⅢに分類される性状となっている。この理由としては使用した廃滑油エンジン油に使用されていた基油のAPIの分類がグループⅢであったためであると考えられる。このように廃潤滑油を単独系で処理すると、新油に使用していたAPI分類に再生することが可能となることが確認された。

表4-10 試験条件

項目	条件
試験温度	330℃スタート 10℃毎上昇
触媒接触効率	0.83
触媒	水素化触媒
触媒量	30cc
水素圧力	5.1MPa
流量	24.9ml/h

表 4 - 1 1 評価に用いた廃エンジン油と再生処理後の性状（比較 新油）

項目		製品		再生処理		
		新油	回収劣化油	薄膜蒸留	溶剤抽出	水素化精製
40℃動粘度	mm ² /s	30.2	20.8	17.2	17.8	12.8
100℃動粘度	mm ² /s	6.90	5.04	3.85	3.98	3.26
粘度指数	-	200	182	115	121	125
酸価	mgKOH/g			-	0.40	≤0.01
B	mass ppm	210	240	2	<1	<1
Ca	mass ppm	1500	1200	<1	<1	<1
Fe	mass ppm	-	14	<1	<1	<1
Mg	mass ppm	660	650	<1	<1	<1
Mo	mass ppm	770	630	<1	<1	<1
P	mass ppm	760	750	410	51	<1
S	mass%	0.24	0.19	0.09	0.01	<1
Si	mass ppm	5	290	27	27	<1
Zn	mass ppm	920	790	59	2	<1
飽和分	%	-	-	-	-	98.4

図 4 - 8 水素化精製後の試料油の赤外吸収スペクトル

図 4 - 9 水素化精製後の試料油の赤外吸収スペクトル

項目	製品		再生工程品			
	新油	回収劣化油	薄膜蒸留後	溶剤抽出後	水素化処理後	
40℃動粘度	mm ² /s	30.2	20.8	17.2	17.8	12.8
100℃動粘度	mm ² /s	6.90	5.04	3.85	3.98	3.26
粘度指数		200	182	115	121	124
外観

図 4 - 1 0 再生工程と再生油代表性状とその外観

4. 4 再生基油を用いたエンジン油の試製

最終確認としてエンジン油を精製するため、10L スケールでの基油試製を実施した。原料の廃潤滑油は自動車ガソリン用エンジン油である。各試験について説明する。まず薄膜真空蒸留については、これまでの検討では全て流下式であったが本章ではスケールアップ検討のため遠心式蒸留装置を使用した。装置概要を表4-12に示すように減圧度は最大 10^{-3} torr、最高温度 300°C まで加温することが可能なため、減圧度にもよるが本評価に使用した基油成分は十分留出させることが可能である。試験条件を表4-13に示す。また溶剤抽出の条件を表4-14に示す様に容器スケールを5Lにアップし、その他油と溶剤比や保持時間等は小スケールと同様に実施した。次の工程の水素化は触媒量を100ccとし、通油量については接触効率を前回と同様にしたため83ml/hとした。表4-15に水素化精製の試験条件を示す。また最終工程として処方油作成に向けた基油粘度調整を実施したので、蒸留条件に関して表4-16に示す。

表4-12 装置概要

型式	流下式蒸留装置
減圧度	10^{-3} torr (0.13Pa)
最高温度	300°C
油量	5kg/h

表4-13 薄膜真空蒸留試験条件

項目	結果
温度条件	$155\sim 190^{\circ}\text{C}$
圧力	0.08~0.03torr

表4-14 溶剤抽出試験条件

項目	条件
油温	100°C
保温時間	3時間30分
NMP 除去	17torr、 127°C

表 4-15 水素化精製試験条件

項目	条件
試験温度	330℃スタート 10℃毎上昇
触媒接触効率	0.83
触媒	水素化触媒
触媒量	100cc
水素圧力	5.1MPa
流量	83ml/h

表 4-16 減圧蒸留条件

項目	条件
使用蒸留塔	D1160 準拋単蒸留装置
理論段数	1 段
真空度	760～1mmHg
カット方法	IBP から約 50%まで 5%毎採取

本再生基油大量試製による各工程および全収率を表 4-17 に示す。これらの各工程の条件に従い原料の廃潤滑油を約 30kg 準備して、実験に供した。各工程での仕込み量はその前工程からの回収量からロス分を除き次の工程に供した。ただし水素加工工程に関しては、昇温時間や端切分などが出てしまうため、原料と回収できた留分から収率を算出した。文献等では水素化工程に関しては数%程度のロス分となっているが、今回 92%程度となっているのは上述した理由による。最終的な収率は 58.3%となった。要因としては薄膜真空蒸留の収率 81.3%と溶剤抽出の 78.5%にあると考えられ、薄膜真空蒸留については理論上（重質添加剤添加量からの逆算）数%向上すると考えられる。一方、溶剤抽出は温度制御により収率アップが考えられるが、金属分も増える可能性があるため詳細な検討が必要と考える。

本工程によって得られた再生基油の代表性状を表 4-18 に示す。動粘度、粘度指数ともに目標とした数値となっている。本基油を使用してガソリンエンジン油 0W-20 を処方した。性状表を表 4-19 に示す。比較としてバージン基油を使用した処方油を示す。双方の

油に明確な差異は認められず、物性面においてバージン基油と同等の処方油が得られたもの
と考える。

表 4-17 大量試製による各工程と全収率

	薄膜真空蒸留	溶剤抽出	水素化精製	蒸留	最終収率
仕込み量	30.14kg	20.14kg	15.0kg	13,807g	—
回収量	24.51kg	15.8kg	13.8kg	13,765g	—
収率	81.3%	78.5%	92%	99.7%	58.3%

表 4-18 再生基油の代表性状

項目	性状
外観	無色透明
密度	0.832g/cm ³
40℃動粘度	19.0mm ² /s
100℃動粘度	4.19mm ² /s
粘度指数	126
酸価	0.01mgKOH/g
NOACK (250℃)	11.5mass%

表 4-19 再生基油を使用した 0W-20 処方油の代表性状

項目	再生基油使用 0W-20	バージン基油使用 0W-20
基油	再生基油	バージン基油
密度	0.845	0.846
40℃動粘度	33.0	35.7
100℃動粘度	8.09	8.29
粘度指数	233	220
酸価	2.21	2.20
塩基価 (塩酸法)	5.97	5.30
NOACK (250℃)	11.5	11.9

4. 5 まとめ

第3章での実験結果と世界の再生基油製造業者等のプロセスより廃潤滑油を用いて基油試製を実施した結果、次のような結果を得た。

- ① 既存プロセスを活用する精製工程にて検討し、少量サンプルにおいてバージン基油と同等の性能を有する再生基油の精製が可能であることを確認した。
- ② 大量試製により収率を確認した結果、58.1%となった。
- ③ 収率に関して、世界的には70~75%との報告があるため本工程において収率向上について確認した結果、薄膜真空蒸留で数%、溶剤抽出では10%以上の収率向上が期待できる。
- ④ ただし、溶剤抽出工程自体が石油精製の工程では古いため、水素化精製とその前段に脱メタル触媒を設置することで収率の向上が期待される。

さらに、再生基油を用いて試製した0W-20処方油の性状を確認したが、バージン基油で製造した製品と同じ性状となり、本精製工程の有用性について確認することができた。

第5章 再生基油事業の LCA

5. 1 再生基油事業に関する LCA へのアプローチ

再生基油事業の社会実装による環境への影響を評価するにあたり、システム境界（バウンダリ）の設定パターン別の LCA について、検討・考察を行うこととしたい。LCA は ISO14040 に準拠すると、「目的及び調査範囲の設定」「インベントリ分析」「影響評価」「解釈」といったプロセスにより実施することになるが、本報告においては CO₂ 排出量に焦点を当てていることから、「インベントリ分析」「影響評価」については統合的に記載することとする。また、本報告においては以下のバウンダリ設定を考える。

- ・バウンダリ①：基油のライフサイクル+A 重油のライフサイクル
- ・バウンダリ②：基油のライフサイクル

いずれのバウンダリ設定においても、現在の日本国内の実態を鑑みて、ベースラインは回収された廃潤滑油がすべて再生 A 重油へとサーマルリサイクルされているとする。バウンダリ①では、廃潤滑油を再生基油の生産に利用することにより失われる再生 A 重油の生産を、バージン A 重油で賄うことを想定する。また、当社の再生基油はグループⅡ以上を目標としているため、ベースラインのバージン基油も同等の品質を比較対象とし、環境負荷を評価することとする。

5. 2 LCA の評価

5. 2. 1 バウンダリ①の LCA

5. 2. 1. 1 目的及び調査範囲の設定

目的は、再生基油事業の社会実装により、社会全体の環境影響を総合的に検証するためである。すなわち、環境影響の観点から、廃潤滑油の活用方法として、現状の A 重油へのサーマルリサイクルと基油へのマテリアルリサイクルのどちらを推進すべきかを、端的に評価するものである。

調査範囲は 5. 1 にて示したとおり、基油のライフサイクル+A 重油のライフサイクルであるが、現状（ベースライン）と再生基油事業導入（評価対象）との比較とは、以下のそれぞれについて LCA を実施することと言い換えることができる。

- ・ベースライン : バージン基油+再生 A 重油 (図 5-1)
- ・評価対象 : 再生基油+バージン A 重油 (図 5-2)

すなわち、廃潤滑油が再生 A 重油の原料となっている状態から再生基油の原料となる状態へ移行した場合の環境負荷を比較するということである。

<ベースライン:バージン基油+再生A重油>

図 5-1 バウンダリ①におけるベースラインのライフサイクル

<評価対象:再生基油+バージンA重油>

図 5-2 バウンダリ①における評価対象のライフサイクル

5. 2. 1. 2 インベントリ分析・影響評価

本報告時点において、当社が各製品のフォアグラウンドデータを取得することは極めて困難であり、さらに特に再生 A 重油に関してはバックグラウンドデータで補完するにも、必要なインプットデータ・アウトプットデータを保有していないため、インベントリデータを網羅的に揃えることはできなかった。

そこで、まずは既に再生基油事業が社会実装されている欧州の事例を確認したい。2022 年にドイツのハイデルブルグエネルギー・環境研究所 (ifeu) が、欧州の再生基油事業者 6 社を対象とする LCA レポート (以下、「ifeu レポート」と呼称) を発表した。ifeu レポートにおいてはライフサイクルのうち環境負荷の差異要因である各製品の生産に係る CO2 排出が定量化されており、バウンダリ設定は本報告のバウンダリ①と一致している。また、当社が第 4 章を中心に検討を行った再生プロセスは、ifeu レポートの調査対象となった 6 社のうちの 1 社をモデルにしている (以下、「モデル会社」と呼称)。モデル会社のデータを参照しつつ、当該レポートの数値を引用すると以下のとおりである。

表 5-1 ifeu レポートにおける各製品の生産工程の CO2 排出量

製品	t-CO2/KL
バージン基油	1.556
再生基油	0.274
バージン A 重油	0.825
再生 A 重油	0.274

※単位換算に密度 0.9 t/KL を使用

このデータを使用して生産工程について、ベースラインと評価対象の CO2 排出量を計算すると以下のとおりである。

$$\cdot \text{ベースライン} = \text{バージン基油} + \text{再生 A 重油} = 1.556 + 0.274 = 1.830 \text{ t-CO}_2/\text{KL}$$

$$\cdot \text{評価対象} = \text{再生基油} + \text{バージン A 重油} = 0.274 + 0.825 = 1.099 \text{ t-CO}_2/\text{KL}$$

$$\text{差分} = 1.830 - 1.099 = 0.731 \text{ t-CO}_2/\text{KL}$$

以上より、評価対象の方がベースラインより環境負荷が低減されていることが示された。

これをもとに、環境負荷の差異要因ではない工程も含め、ライフサイクル全体の CO2 を算定する。基油および A 重油の生産数量をそれぞれ 10 万 KL/年と仮定し、ベースラインおよび評価対象の CO2 排出量を算定した。なお、算定に際しては可能な限り当社実績値を用いることとし、不足データについては公的データベースで補完した。

(1) ベースラインの CO2 排出量算定

LCA の評価結果は以下のとおりである。

表 5-2 バウンダリ①におけるベースラインの CO2 排出量

工程	対象	t-CO2/KL	千 KL	千 t-CO2
原材料調達	廃潤滑油 (輸送)	0.026 *1	100 *4	2.6
	原油	0.245 *2	100 *4	24.5
	添加剤	1.467 *2	10 *5	14.67
生産	再生 A 重油製造	0.274 *3	100	27.4
	バージン基油製造	1.556 *3	100	155.6
	潤滑油混合・充填	0.041 *1	110	4.51
流通	A 重油・基油	0.021 *1	210	4.41
使用	A 重油燃焼	3.184 *2	100	318.4
廃棄	-	2.827 *2	0 *6	0
合計				552.09

*1 当社製品配送実績より推算 (ローリー: 0.026 t-CO2/KL、全配送平均: 0.021 t-CO2/KL)

*2 IDEAv3.3 より引用 (適宜、密度 0.9 t/KL により単位換算)

*3 ifeu レポート (表 5-1) より引用

*4 原材料である原油・廃潤滑油から製品である A 重油・基油が生産され、その際の収率は 100%ではないが、目的製品以外の製品も連産されることから、ここでは原材料と目的製品の数量が 1 対 1 に対応するとした

*5 基油に対して 10%の数量を混合すると仮定

*6 廃潤滑油はサーマルリサイクル/マテリアルリサイクルの原材料になると仮定し、産廃処理による CO2 排出は起こらないとした

※ 以降、第 5 章では*1~*6 の注釈を引き継ぐ

(2) 評価対象のCO2 排出量算定

LCA の評価結果は以下のとおりである。

表5-3 バウンダリ①における評価対象のCO2 排出量

工程	対象	t-CO2/KL	千 KL	千 t-CO2
原材料調達	廃潤滑油 (輸送)	0.026 ^{*1}	100 ^{*4}	2.6
	原油	0.245 ^{*2}	100 ^{*4}	24.5
	添加剤	1.467 ^{*2}	10 ^{*5}	14.67
生産	バージン A 重油製造	0.825 ^{*3}	100	82.5
	再生基油製造	0.274 ^{*3}	100	27.4
	潤滑油混合・充填	0.041 ^{*1}	110	4.51
流通	A 重油・基油	0.021 ^{*1}	210	4.41
使用	A 重油燃焼	3.184 ^{*2}	100	318.4
廃棄	-	2.827 ^{*2}	0 ^{*6}	0
合計				478.99

5. 2. 1. 3 解釈

表5-2および表5-3の比較により、バウンダリ①の評価対象はベースラインと比較して、CO2を約73千トン削減できると考えられる。よって、廃潤滑油の活用方法として、マテリアルリサイクルの優位性が定量的に確認された。

5. 2. 2 バウンダリ②のLCA

5. 2. 2. 1 目的及び調査範囲の設定

目的は、再生基油の供給により基油の消費者（顧客）目線に立ちカーボンフットプリント（CFP）への影響を検証するためである。すなわち、環境影響の観点から、基油の消費者は現状のバージン基油と再生基油のどちらを選択するべきかを、端的に評価するものである。調査範囲は5. 1にて示したとおり、基油のライフサイクルである。

- ・ベースライン : バージン基油 (図5-3)
- ・評価対象 : 再生基油 (図5-4)

<ベースライン: バージン基油>

図5-3 バウンダリ②におけるベースラインのライフサイクル

<評価対象製品: 再生基油>

図5-4 バウンダリ②における評価対象のライフサイクル

5. 2. 2. 2 インベントリ分析・影響評価

5. 2. 1. 2における基油のライフサイクルに関する評価と類似する部分が多いが、原材料調達工程が相違点である。バージン基油では原油を、再生基油では廃潤滑油を、それぞれ原材料とすることを踏まえ、LCAを実施する。

(1) ベースラインのCO2排出量算定

LCAの評価結果は以下のとおりである。

表5-4 バウンダリ②におけるベースラインのCO2排出量

工程	対象	t-CO2/KL	千 KL	千 t-CO2
原材料調達	原油	0.245 *2	100 *4	24.5
	添加剤	1.467 *2	10 *5	14.67
生産	バージン基油製造	1.556 *3	100	155.6
	潤滑油混合・充填	0.041 *1	110	4.51
流通	基油	0.021 *1	110	2.31
使用	-	0	110	0
廃棄	-	2.827 *2	0 *6	0
合計				201.59

(2) 評価対象のCO2排出量算定

LCAの評価結果は以下のとおりである。

表5-5 バウンダリ②における評価対象のCO2排出量

工程	対象	t-CO2/KL	千 KL	千 t-CO2
原材料調達	廃潤滑油（輸送）	0.026 *1	100 *4	2.6
	添加剤	1.467 *2	10 *5	14.67
生産	再生基油製造	0.274 *3	100	27.4
	潤滑油混合・充填	0.041 *1	110	4.51
流通	基油	0.021 *1	110	2.31
使用	-	0	110	0
廃棄	-	2.827 *2	0 *6	0
合計				51.49

5. 2. 2. 3 解釈

表5-4および表5-5の比較により、バウンダリ②の評価対象はベースラインと比較して、CO2を約150千トン削減できると考えられる。よって、CFPの観点で基油を選択する場合においても、再生基油の優位性が定量的に確認された。

【長期的需要予測に基づく考察】

IHS Markit（現 S&P Global）社による石油製品の需要予測によると、2040年までに燃料需要が約5割減少するのに対し、潤滑油基油需要は約2割減少するに止まるとされている。すなわち、現行の生産体制が継続されると、定性的にはA重油の供給超過（もしくは、基油の供給不足）が発生すると考えられる。石油製品は連産品であるため、需要が減少した製品だけを選択的に減産するという運転は難しく、原油処理量に応じてあらゆる製品の生産量が連動して変化することになる。一方で、廃潤滑油の再生利用というのは、ある製品にターゲットを絞り、高収率に狙った製品を生産できる手法と言い換えることもできる。このような状況を踏まえると、より需給バランスがタイトになると予測される基油へのマテリアルリサイクルの仕組みが、現在の日本社会に存在しないという現状は、将来的な国内産業の維持・発展の観点でひとつの不安要素と言えるのではないだろうか。

需給バランスの変動は、LCAの観点でも考察余地を与える。バウンダリ①にて評価した通り、マテリアルリサイクルによる再生A重油の減少分をバージンA重油で賄うと考えることが、システム境界を考えるうえでは一般的である。一方で、先述の通りA重油の減少分を賄わずとも需給バランスが成立する社会環境になった場合、廃潤滑油の一部はサーマルリサイクルされることもなく産廃処分（焼却処分）が発生すると想定される。このような社会におけるベースケースでは、基油の廃棄工程で焼却処分によるCO₂が発生するため、評価対象との比較において焼却回避によるCO₂削減効果が計上できると考えられ、その値は以下の通り算出できる。

$$2.827 \text{ t-CO}_2/\text{KL} \times 110 \text{ 千 KL} = \underline{310.97 \text{ 千 t-CO}_2}$$

社会のCO₂削減の目的は、言うまでもなく地球温暖化の主要因としての環境負荷の低減である。そして、この問題が一朝一夕で解決できるものでない以上は、現行の社会環境におけるLCAだけでなく、長期的視点を以って評価・考察を行うことが必要ではないだろうか。その意味で、この焼却回避によるCO₂削減効果も念頭に置きつつ、再生基油事業の検討を進めていきたいと考える。

5. 3 生産工程のラボ評価における CO2 排出量

5. 2では ifeu レポートを元にした LCA 評価を行ってきたが、ここでライフサイクルのうち生産工程については本実証事業にて実施した再生基油精製プロセスの実測値を評価する。

ラボスケール再生実験における電力消費データ、ならびに同データから算出した CO2 排出量は表 5-6 の通りである。また、実機スケールとの比較・考察を行うため、当社のバージン基油生産における類似プロセスのデータと、モデル会社の再生基油生産における ifeu レポートデータも併せて示す。本検証実験においては、長期的な反応器・触媒等への腐食をはじめとする悪影響を考慮する必要が無かったため、前処理工程は実施しなかった一方で、モデル会社のプロセスには無い溶剤抽出による評価を追加して実験を行った（図 5-5 参照）。その結果、ラボスケールの再生基油製造において発生した CO2 排出量は 3.37 t-CO₂/KL であり、実機スケールのモデル会社のデータである 0.274 t-CO₂/KL より大幅に大きくなった。この差異は、部分的なプロセスの差異や再生基油の収率による影響を考慮しても埋まるものではなく、要因は別にあると考えられる。

※ 第 4 章より、今回のラボ評価の収率が約 58%であり、モデル会社の収率が約 72%であるため、前者の方が単位数量あたりの CO2 排出量が割高になっている。

表 5-6 再生基油精製プロセスのラボ評価

	当社検証実験・再生基油 ラボスケール					(参考) 当社・バージン基油 実機スケール		(参考) モデル会社・再生基油 実機スケール		
	消費電力, kWh/L					CO2排出換算, t-CO ₂ /KL				
	ヒータ	ポンプ	攪拌機	冷凍機	合計					
前処理							(バージン基油生産工程)	↓		
薄膜蒸留	1.67	1.44	-	0.61	3.72	1.40		↓		
溶剤抽出	0.85	1.20	0.20	-	2.25	0.84	0.16			
水素化分解	3.00	-	-	-	3.00	1.13	0.06~0.12	↓		
合計	5.52	2.64	0.20	0.61	8.97	3.37	N/A	0.274		

※ ラボスケール検証実験においては、東京電力の排出係数 (0.376 kg-CO₂/kWh) を利用

モデル会社のデータはifeuレポートにおける調査時のものであり、当時の廃潤滑油処理量は約46,000 t/年と確認

図 5 - 5 再生基油製造工程の例（グループ II 以上）

ここで、スケールによる影響について考察をしてみたい。基油グレードの違いはあるが、参考としてバージン基油の製造工程を図 5 - 6 に示す。図 5 - 5 および図 5 - 6 では、溶剤抽出・水素化分解が共通するプロセスであるので、本実証事業の再生基油製造（ラボスケール）と当社のバージン基油製造（実機スケール）の比較により、CO2 排出量に対するスケール影響をプロセス単位で確認することができる。

図 5 - 6 バージン基油製造工程の例（グループ I）

検証実験の各製造プロセスにおける CO2 排出量は、表 5 - 6 に参考併記したバージン基油のものと比較して極めて高い値となった。特に水素化分解プロセスについては、再生実験では充填ポンペを水素供給源に用いているため、実製造で発生する水素製造装置の運転エネルギーは加味されていない。それでもなお、再生実験よりも実製造の CO2 排出量が低いのは、実機は商業用途ゆえにラボ設備と比較して極めて合理的な設計がなされているためと考えられる。以上のことから、本ラボスケールの評価データを用いて社会実装を想定した LCA を議論しても、妥当性のある結論を導くのは困難であると考えられる。

今後、再生基油事業の LCA についてより深い考察を進めるためには、実機運転を行っている海外の先行事業者の協力を得て、日本国内で実現したい再生基油プラントに近似する条件で LCA 評価を検討することなどが挙げられる。そして、再生基油のプラント設計にあたっては、各製造プロセスにおける熱交換の最適化等、徹底的なエネルギー回収対策を講じることで、プラント全体のエネルギー効率を向上させる工夫が不可欠であると考え。このとき、検証実験にて取り入れた溶剤抽出については、再生基油の性状だけでなく LCA の観点に対する影響も評価のうえ、採否を検討することになるであろう。また、プラント規模に関しては、表 5-6 のデータ取得時におけるモデル会社の廃潤滑油処理量が約 46,000 t/年であったことを踏まえ、より多くの廃潤滑油処理を可能とすることで、スケールメリットによる更なる CO2 排出原単位の低減が期待できる。

5. 4 まとめ

5. 2 のバウンダリ①とバウンダリ②では CO₂ の削減量に異なる結論が導かれた。この差分は A 重油供給量全体に係る CO₂ 排出量と考えることができる。すなわち、再生基油事業の社会実装により、バージン A 重油の生産量がベースラインよりも増加することに起因する。一方で、A 重油全体に対する CO₂ の増加分よりも、基油全体の CO₂ 低減分の方が大きいことがわかる。

図 5-7 再生基油事業の社会実装による社会全体の CO₂ 排出量の変化

以上の考察により、社会全体の CO₂ が削減されると確認できたことから、我が国として再生基油事業を積極的に推進していくべきだと考えられる。再生基油の浸透のためには、マテリアルリサイクルによる CO₂ 削減効果がコンセプトとして社会的に認められる必要がある。例を挙げるならば、事業者の立場からは GX-ETS でも取引可能な J-クレジットを創出可能な方法論として認定されることや、消費者の立場からは CFP 低減効果を楽しむことで何らかのインセンティブが得られるような仕組みがあれば、社会実装の大きな推進力になると考えられる。

文献

- 1) ifeu (2022), Updated LCA for regeneration of waste oil to base oil - Final Report

第6章 社会実装に向けて

6.1 はじめに

わが国に再生基油事業を導入し、成長させていくためには、原材料調達（使用済み潤滑油の確保および回収）から製造、販売にわたる全てのバリューチェーンにおいて、多くの整理すべき基本的課題が存在する。これらの課題は相互に連動しあう関係にあるため、単独で解決できることは極めて難しく、潤滑油の製造販売者および需要家(消費者)、ならびに使用済み潤滑油の回収と再生重油の製造販売に携わるものも含めた多くの利害関係者と議論しながらの取り組みが求められる。

既に本事業が先行している欧米等とは事情が異なり、わが国では「潤滑油のサーマルリサイクル」である再生重油事業が長い年月をかけて確立されており、その受益者が数多く存在している。仮にマテリアルリサイクルの社会的な意義は十分に理解されていたとしても、急激な事業環境変化が与える影響は決して無視できるものではないことに留意しなければならない。従って、「マテリアルリサイクルの手段である再生基油」をわが国の社会システムに組み込むためには、下記を含めた論点整理が必要である。

- ・使用済み潤滑油の分別実態や回収網等、既存のエコシステムの有効性と課題の評価
(原材料の質と量の確立、回収スキーム構築およびコストの把握)
- ・再生基油の製造にかかるコスト負担（主に設備投資および操業）
- ・再生基油を用いた潤滑油製品の開発および利用促進（将来の需要喚起）
- ・「非化石エネルギー」となっている再生重油の取り扱い

本章では、再生基油の事業化における主要課題を抽出の上、その解決方向性を示すことを目的とする。現在の環境において再生基油事業が成立しうる条件が存在するのかを明らかにしつつ、将来の事業化に必須となる要件を論じていく。また、既存の使用済み潤滑油の回収および利用システムである再生重油事業について、再生基油事業との連携可能性の観点からも考察し、関係者との将来的な協力体制構築に資することとしたい。

6. 2 実装化の課題

6. 2. 1 使用済み潤滑油の種類

まず、使用済み潤滑油の元となる潤滑油製品の販売環境を確認し、再生基油原料として推定される「質と量」を考察する。

図6-1は、日本と米国における潤滑油市場の比較を表したものである。左図は潤滑油製品の販売構成比率を示している。車社会である米国では、自動車用潤滑油である「乗用車向け (Consumer : 緑)」および「商用車向け (Commercial : 青)」の2つのカテゴリで潤滑油製品市場のおよそ半分を占め、わが国の比率よりも高いことがわかる。一方、各種製造業が集積しているわが国では、工業用潤滑油である「一般機械油 (油圧作動油等、General Industrial : 赤)」や「金属加工油 (Metal Working : 橙)」の割合が極めて高く、米国の約2倍の構成比を占めていることが特徴である。海外先行事業者では、再生基油の原材料である使用済み潤滑油について、そのほとんど全てを自動車用潤滑油由来に限定して回収している事業者も存在するが、わが国の実態に基づいて事業化を検討する際は、「原料確保」の観点から必ずしも適切とは言えず、工業用潤滑油由来の使用済み潤滑油の活用が課題である。今後の自動車保有台数の減少や電気自動車の伸展による自動車用潤滑油の需要減少からも同様のことがいえる (図6-2参照)。ただし、金属加工油については多量の水分や塩素系添加剤等が混入しているケースも想定されることから、現時点における再生技術ではハードルが高く、再生基油の原料として活用している先行事業者が確認できないことにも留意すべきである。

また、右図は潤滑油ベースオイルのAPIカテゴリ別構成比を示したものである。米国では水素化分解によって生成されたAPIグループIIグレードが約半分を占めている一方、わが国では溶剤精製を主なプロセスとしたグループIグレードが約半分を占めている。これまで、グループIの製造能力は国内需要を上回っており、近隣諸国からのグループII輸入よりも、国内産のグループIを活用してきた背景にある。グループIは汎用グレードの自動車用潤滑油のほか、工業用潤滑油に広く用いられており、高性能品についてはグループIII (および化学合成油等) を配合している。使用済み潤滑油の回収においては基油のグレード別に選択することはほぼ不可能であり、各グレードが混合された状態で存在することになるが、わが国においてはグループIが多く含まれていることが容易に推測され、再生による基油の品質グレード向上の制約条件となる可能性に注意しておく必要がある。

Total demand (in 2021, kT)
 ➤ **United States; 7,451 Japan; 1,306** *Source: Kline & Company

図6-1 米国と日本における潤滑油製品市場の比較
 (Kline & Co. 社のデータをもとに当社で編集)
 (左：潤滑油製品の販売構成比率の比較、右：ベースオイルの使用比率の比較)

図6-2 日本における潤滑油製品市場の見通し (Kline & Co. 調べ)
 (赤枠：乗用車向けエンジン油、単位：千トン)

6. 2. 2 使用済み潤滑油の回収システム

次に、使用済み潤滑油の回収における管理実態を確認し、再生基油を事業化する際の課題を抽出する。

わが国では、回収された使用済み潤滑油の大半は再生重油として利用されているため、現状の回収システムは、再生重油事業の維持に最適化された形で構築されていると推測される。潤滑油製品は多様な使用目的・性能を持ち、その製品群は多くの種類に分かれている一方、再生重油は燃焼使用を目的としたほぼ単一の商品であり、最重要性能である「燃焼時の熱量」を確保するための回収システムが確立されていると考えられる。

自動車用潤滑油は、カーディーラー、カーショップ、整備工場、ガソリンスタンド等で主に販売され、使用済み潤滑油が発生する。これらのチャネルでは、ロングライフクーラント等のケミカル製品やガソリン・軽油も使用されていることから、使用済み潤滑油と混入する可能性がある。事業者の規模にもよるが、近年ではクーラント等の分別回収は進みつつあり、ガソリンの混入も少なくなってきたとのことで、エンジン油および駆動系油が再生重油の原料として広く活用されている実態がうかがえる。

工業用潤滑油は、主に製造業の各種工場で使用されるが、事業者毎に使用する潤滑油の種類は大きく異なるため、廃油としての性状は一定とはいえない。また、水分を多く混入した切削油や洗浄液、多量のスラッジを含んだケースもあることから、再生重油への適用が困難な場合は、より熱量が低い「補助燃料」の原料となるケースも多いと推測する。こちらも、一定程度の規模の需要家では油種別に分別廃棄・保管が確立されている一方、未分別で廃棄された場合は、再生重油もしくは再生基油として利用可能な機械油（油圧作動油など）も、産業廃棄物として焼却処分されている可能性がある。

発生した使用済み潤滑油を「回収運搬」「一時貯蔵」する過程では、使用済み潤滑油の発生場所から再生重油製造工場まで直送され、中継基地を経由するケースは少ないものと想定される。また、自動車用・工業用を問わずに同一のローリーで回収されていることから、異油種が混合してしまい、再生基油原料として品質をコントロールするためのネックとなる可能性がある。また、大ロットでの輸送として船舶の利用可能性も考えられるものの、現時点において船舶で使用済み潤滑油を運搬するケースを確認することはできなかった。再生基油事業を実装化する際は、潤滑油需要の集積地を中心に広く使用済み潤滑油を回収する必要

（年間 10 万 kL の再生基油製造を目標とした場合、製品収率 75%と仮定して約 14 万 kL の使用済み潤滑油が原料として必要）があり、物流コストのコントロールと両立しながら回収

網を確立しなくてはならない。中継基地網の構築と船舶を含めた大ロットでの使用済み潤滑油の運搬が求められる。

加えて、本実証事業で検証した精製プロセスの観点では、高度精製基油であるグループⅢが配合されている自動車用潤滑油を中心に回収することで一定の品質を保ちながら、工業用潤滑油を含めることで原料を上積み確保することを目的としている。このため、使用済み潤滑油のトレーサビリティの観点から分別が求められるが、現状の回収スキームでは使用されていた潤滑油の種類までは特に確認できていない。再生基油の品質確保の観点で、運搬や貯蔵段階での分別も必要である。

図 6 - 3 使用済み潤滑油の回収実態と再生基油事業への影響（当社推定）

6. 2. 3 製造プロセスの選択と事業モデルへの影響

再生基油の製造プロセスの選択は、プラント建設コストはもちろんのこと、基材として配合される潤滑油製品性能を左右し、さらには使用済み潤滑油の分別および回収スキームの構築にも影響するため、慎重に見極めなければならない。

6. 2. 1 で述べたとおり、わが国における潤滑油基油は主に API グループ I が用いられており、使用済み潤滑油にも多く含まれていると推測される一方で、潤滑油に対する要求性能はますます高まることから、高性能基油であるグループ III の需要は世界的に増え、グループ I は減少することが予測されている。なお、我が国では、人口減少による車両保有台数減少等により、潤滑油総需要が減るものの、グループ III の需要は維持される。(図 6-4 参照)

図 6-4 日本の基油需要予測 (Kline & Co. 調べ、API グレード別、単位：千トン)

従って、グループ I を含む使用済み潤滑油からグループ III もしくはグループ III に近い性能 (グループ II+) を持つ再生基油を製造することができれば、潤滑油の高性能化と低炭素化への貢献による高付加価値化が期待できる。昨今、多くの潤滑油需要家から「潤滑油の素材としての低炭素化可能性」に関する問い合わせが増えており、製品開発の観点からも重要視されている。潤滑油のマテリアルリサイクルにおいて後発であるわが国が、再生基油事業を社会実装化するうえでの重要な着眼点と言える。

第 2 章で述べた通り、グループ II もしくはグループ III の再生基油を製造するためには水素化精製 (グループ III の場合は水素化分解) のプロセスを持つことが必須である。本実証事業においても第 3 章および第 4 章で述べた通り、水素化精製が持つ基油性能の向上効果を確認している。水素化精製装置は高額であり、再生基油製造コストを平準化するためには一定の

生産規模が求められる。欧米での先行事例では生産規模として年間 10 万 kL が一つの目安とされており、使用済み潤滑油に換算して年間約 14 万 kL が必要とされる。

一方、既存設備の活用検討の観点から、再生基油もしくはバージン製品よりも低炭素な製品の製造可能性について、図 6-5 のようなスキームが考えられる。ここでは、再生基油製造における前工程（水分、軽質分、添加剤の除去）を行ったうえで、バージン基油製造の原料である常圧残渣油と混合するプロセスを紹介する。再生基油製造のメイン工程である溶剤精製や水素化精製/分解プロセスは多額の投資コストがかかることが推定されることから、前処理工程のみを新規に建設し、後続処理は既存設備を活用する。生産された製品は原料に使用済み潤滑油を混合しているため、原油由来のものと CO2 排出量が異なっており、マスバランス法にてカーボンフットプリントを計算することが可能となる。

本方式を実現するためのカギは既存設備への投入可能性であり、使用済み潤滑油に含まれる成分からの影響を極力排除することが大切である。そのため、前処理工程による不純物の除去度合いをモニターするとともに、常圧残渣油との混合比のコントロールを行う必要がある。本方式は、従来設備を使うことによる投資コストの抑制と、リサイクル品を広く普及させるための手段として有効であると考えられる一方、既存設備のオペレーションの制約から低い混合率にとどまった場合、リサイクル品の訴求点が小さくなる可能性も排除できない。また、リサイクル品の品質が既存プラントの性能（わが国の場合、グループ I が多数を占める）に依存するため、製造プロセスの詳細設計と合わせた今後の検討課題としたい。なお、表 6-1 に、再生基油製造との主な比較ポイントを示した。

図 6 - 5 既存設備を活用したマテリアルリサイクルの例

表 6 - 1 再生基油製造とバージン製品への原料混合との比較

	再生基油製造	バージン製品への原料混合
主な プロセス スキーム	軽質分、燃料分除去 →減圧蒸留 重質分除去、脱金属、改質 →薄膜真空蒸留、溶剤精製、 水素化精製の組み合わせ	前処理工程（不純物除去） →減圧蒸留と薄膜真空蒸留までは 必要と推測 メインはバージン製品工程を活用 →溶剤精製、水素化精製・分解、 脱蠟、分溜他
建設 コスト	新設で約 150 億円以上を想定	現時点で有効なデータは存在しない ものの、新設よりは安価と推定 （既存設備を有効活用）
装置の サイズ	年間 100,000kL 程度の生産量 （使用済み潤滑油換算で 年間約 14 万 kL を処理）	小規模からフレキシブルに設計でき るものと推定
品質	メインプロセスにより決定される 溶剤精製プロセス→グループ I 水素化精製/分解プロセス →グループ II / グループ III	バージン製品の品質に従う →わが国では大半がグループ I
LCA 上の CFP	製品はすべて「低炭素製品」とし て CO2 削減を訴求可能	原油由来の基油原料に「低炭素原 料」を混合させた「マスバランス」 としてクレームすることを想定

6. 2. 4 経済性の確保

再生基油事業は海外ではすでに先行して存在するため、経済的にも成立するものと考えられるが、わが国の再生重油事業の実態も踏まえたうえで検討する必要がある。

まず、使用済み潤滑油の調達コストから推算する。再生重油事業者による回収時の買い取り価格は、使用済み潤滑油の品質にもよるものの、概ね5～15円/L程度と推測され、これに運搬費用、操業費用、販売管理費等が加算されて再生重油のコストが計算される。再生基油の原料として使用済み潤滑油を回収しようとした場合、既存の再生重油需要を減らす必要があるが、再生重油はバージン重油に対する価格メリットや非化石エネルギーとしての認証メリットによって足元の需要と価格が高止まりしている。よって、現状の事業環境で再生基油事業を立ち上げる場合、使用済み潤滑油の調達コストは「再生重油販売価格」を起点にせざるを得ない。資源エネルギー庁の統計情報である石油製品価格調査によると、2022年10月から2023年9月の1年間のA重油価格は90.8円/L（大型ローリーによる持ち届け価格）であった。バージン重油に対する再生重油のディスカウントについては詳細調査が必要であるが、ここではおおむね30%のディスカウントと仮置きし、約65円/Lを調達コストとして、後ほどの計算で使用する。

次に、装置の建設コストの推算が必要である。事業化検討時に詳細設計が必要であるものの、海外事業者からのヒアリングでは、年間10万kLの再生基油製造装置を新たに建設する場合、タンク等の付帯設備を含めて1億米ドル以上もしくは1億ユーロ以上かかるだろうと言われている。石油精製を行う製油所の既存設備およびユーティリティを活用すれば低減が可能であると思われるが、現時点の試算としては150億円を見込んでおく必要があるだろう。また、装置稼働に必要な変動費として自家使用燃料、水、水素、触媒が必要となるが、今回の試算では10円/Lと仮定する。

最後に、再生基油の売価についても試算が必要である。まず、基準となるバージン製品の基油価格をアジア地区での取引参照価格であるICIS FOB Asia(API グループII 150SN)をもとに算出したところ、2022年10月から2023年9月までの平均価格が860米ドル/トンであり、約110円/Lに相当する。また、再生基油の値付けでは、過去にはバージン品比較で相当のディスカウント価格が設定されていた模様だが、近年ではバージン品相当で取引されるとの情報もある。今後、低炭素品としての価値が浸透していけば、プレミアム価格の設定も可能と思われ、アップサイドケース（経済性がより向上するシナリオ）として取り扱う。

これらの情報をもとに投資の回収期間を概算する。

- ① 再生基油の売上高は、110 円/L×10 万 kL=110 億円
- ② 使用済み基油の調達コストは、65 円/L×14 万 kL=91 億円
- ③ 操業にかかる変動費は、10 円/L×10 万 kL=10 億円

となり、回収原資である①－(②+③)は9億円程度で、建設コストである150億円の元本を回収するだけでも15年以上の期間を要してしまう。なお、ここには装置を動かすのに必要な固定費(主に人件費)や再生基油の販売にかかる各種費用を一切含めていないため、実際にはこれよりも長い投資回収期間を要することが明らかであり、現在の市場環境で再生基油事業を新たに開始することは現実的とは言えない。

そのため、解決の方向性について「再生基油販売価格の引き上げ」「投資コストの抑制」「使用済み潤滑油(再生重油)の調達コストの引き下げ」の観点で以下にまとめる。

まず、再生基油販売価格の引き上げ時の効果について試算する。付加価値の訴求の例として、バージン基油と比較したCO₂削減効果で検証する。5.2.2.3で検証したCO₂削減量を引用した場合の付加価値を以下のように試算した。

- ① CO₂削減量(10万kL生産時):150千トン
- ② CO₂削減価値:3,000円/トン(Jクレジットの再エネ価格を参考に設定)
- ③ 付加価値=(①×②)÷10万kL=4.5円/L

上記より、10万kL生産時の付加価値向上の可能性は約5億円/年と試算されるため、採算改善に一定程度の効果が見込まれる。なお、5.2.1.3で検証したCO₂削減量を適用する場合は73千トンにとどまるため、改善額は約2億円/年である。

次に、投資コストの抑制であるが、一般的には生産能力が拡大することによって投資効率が上がると言われている。そのため、生産規模を半分(年間5万kL)にしても投資額は半額まで抑制されず(仮に3分の2とした場合、100億円)、回収期間がさらに伸びることが明らかである。今後、既存設備の活用や6.2.3で述べた「バージン製品への原料への混合」による投資コストの抑制を検討する必要がある。

最後に、使用済み潤滑油の調達コストの引き下げ可能性について述べる。先の試算よりもさらに10円/L引き下げ、55円/Lで調達すると仮定した場合、そのインパクトは年間約14億円であり、販売価格引き上げよりも大きな効果がある。

上記から、再生基油事業の社会的意義をベースにしながらか経済性を成立させるためには、売価と調達コストの両面からの改善が求められる。

6. 2. 5 サーマルリサイクルとの適切なバランス

わが国は長年にわたって、潤滑油のサーマルリサイクルとして再生重油が広く認められており、非化石エネルギーとして認められることから足元の市場も旺盛である。そのため、前項において使用済み潤滑油の調達コストの引き下げによる再生基油事業成立の可能性を述べたものの、その実現性においては再生重油に携わる事業者や需要家を含め、関係者との議論が必要である。仮に、現在の再生重油の市場環境のままで再生基油事業の社会実装化を試みても、使用済み潤滑油の奪い合いを招くだけである。加えて、様々な需要家で発生する使用済み潤滑油を効率的に分別・回収するスキームを構築するためには、既存の回収網を持つ再生重油事業者との協力体制も不可欠であると考えられる。協力体制の例として、イタリアの CONOU やスペインの SIGAUS のように官民一体となったケースもあり、その要点は概ね以下のようにまとめることができる。

- ・使用済み潤滑油のマテリアルリサイクル目標値を設定（スペインの場合は 65%）
- ・潤滑油の消費者に対する一定の費用負担およびリサイクル品の使用義務付け
- ・回収網の構築および事業者に対する補助

このうち、マテリアルリサイクルの目標値設定に関しては、既存のサーマルリサイクルの手段である再生重油の非化石エネルギーとしての扱い変更も視野に入れながら、段階的に引き上げていくことが望ましい。仮に年間 10 万 kL の再生基油製造装置を立ち上げる場合、必要な使用済み潤滑油の量は年間約 14 万 kL であり、現在排出される使用済み潤滑油の総量（年間約 70 万 kL）の 20%程度である。そのため、当面の目標値として 20%程度と置き、再生重油の使用総量を削減させ、徐々に目標値を引き上げ（再生基油へシフトさせ）ていくのが良いのではないかと考える。

また、潤滑油の消費者からの費用負担について、仮に 15 円/L を求めた場合、わが国の潤滑油需要の約 140 万 kL から、年間約 210 億円と試算される。集めた費用の使い道について、例として「回収網の構築（使用済み潤滑油の中間貯蔵基地の建設）」「回収運搬費用の補助」「使用済み潤滑油を排出する事業者への支援（分別回収の推進）」「再生重油需要家へのエネルギー転換促進」などが考えられる。

潤滑油のサーキュラーエコノミー化を推進するためには、潤滑油需要家と再生重油事業に携わる関係者の理解と協力が不可欠である。また、使用済み潤滑油の調達コストの安定化・質と量の確保を抜きにして再生基油事業を社会実装化することも不可能である。今後、ステークホルダーとの協議を通じて課題解決に努めていきたい。

Used Oil Management Process

1 WASTE GENERATORS

Workshops and industries mainly, in addition to other activities such as agriculture, transport or construction.

3 TREATMENT CENTRES

Used oil is subjected to different processes to give it new uses:

a. Regeneration:
Preferential treatment by law, which makes it possible to obtain lubricant bases, reintroducing this product on the market as raw material for the manufacture of new lubricants.

b. Energy recovery:
Used oil, including non-regenerable oil, is subjected to this treatment to obtain a fuel for industrial use.

図 6 - 6 スペインの SIGAUS による使用済み潤滑油のマネジメント例

(出典 文献 2 同機構ウェブサイトより)

6. 3 まとめ

近年の「低炭素化・脱炭素化社会」への流れを受け、潤滑油需要家からも低炭素素材導入への期待が高まっており、再生基油を用いた潤滑油製品開発および供給の要望は日増しに強くなっている。

その一方で、前項でも述べた通り、再生基油の社会実装化に向けた最も重要な課題は「原材料である使用済み潤滑油の確保」である。既存の再生重油の需要が高止まりした状態で新たに再生基油事業を社会実装化しようとしても、原材料の安定的な確保の観点からみて、持続的可能な事業にはなり得ない。加えて、再生基油製造装置の建設の前に、使用済み潤滑油の「回収・運搬・貯蔵（中継基地）」体制を確立する必要がある、すべてを新規に構築しようとするれば巨額の設備投資負担が発生する。このため、既存回収網を最大限活用し、新たな負担を極力減らす取り組みが必須かつ有効であると考えられる。再生重油事業者が長年かけて築いてきた使用済み潤滑油の回収網は、諸外国と比較しても高い回収率を誇る有効なシステムであり、この回収網をベースに、再生基油事業のための原料分別（自動車用/工業用）や、製造場所へ運搬する中継基地の設置が求められる。

製造プロセスの選択については、使用済み潤滑油の品質と再生基油の目標性能と強く関連するため、慎重に見極めていく必要があるが、海外の先行事業者とのコミュニケーションを通じて、オペレーションノウハウも含めて情報収集を進めていく必要がある。

これまで、潤滑油事業は省エネ・省燃費・長寿命などの性能を追求することで産業界を中心に社会のCO2削減に貢献してきた。今後、本実証事業を通して得た知見を活用し、関係者との協議を通じて課題解決に努め、マテリアルリサイクルの推進に向けた取り組みを進めていきたい。

図6-7 再生基油の社会実装化に向けた課題および今後 (まとめ)

文献

- 1) 石油製品価格調査 (資源エネルギー庁)

https://www.enecho.meti.go.jp/statistics/petroleum_and_lpgas/pl007/

- 2) Used oil search engine (Sigaus)

<https://www.sigaus.es/en/home>