

反応泥漿物の洗滌について

酒 井 信 之

On the Washing of Slurry of the Chemical Reaction.

Nobuyuki SAKAI

The present investigation was carried out to find the washing effect of repetition washing by batch process.

On the experimental results, confirmation that the equations of extraction and diffusion in solid liquid relations are applied approximately. In order to promote the washing, applied filtering, centrifuging and agitating are more effective.

I 緒 言

化学工場において反応によつてできた沈澱物を洗滌し附着物を除去することが非常に多い。洗滌装置としては所謂 CCD 法や瀘過法があるが案外用ひられず多くは沈降槽または桶をいくつか並べ回分式に洗滌水を取りかえる方法が採用され莫大なる水と長期間の日数を余儀なくされている。筆者はこの現状に鑑み若干の回分式実験をもとにして洗滌効果を調べてみた。

II 試料および実験方法

試料はアルミン酸ソーダ、珪酸ソーダ、アグネシウム塩などの水溶液反応によりできたメタ珪酸アルミン酸マグネシウムのゲル状沈澱物で純水にて洗滌した。洗滌にて除去する目的物は附着性可溶性塩、塩化物、硫酸塩並びに遊りアルカリである。実験はすべて回分洗滌とし濃度 230 [g/l-液] の原液に 3 倍量の純水をもちいた。固液の分離操作は沈降分離のほか瀘過、遠心分離、乾燥などを採用し、接触改善のために攪拌法も並用した。なほ PH の調節と沈降速度促進のため硫酸バンドの適量を添加した。

III 洗滌機構

洗滌機構をわけて置換洗滌と拡散洗滌となる。前者は溶質を含む溶液即ち固体中残留液分が洗滌水と単なる置換をするもので後者は原料固体の溶質が拡散によつて水中に移動するものである。なお普通洗滌に際しては水が原料固体内に拡散、浸潤し溶質を溶解し再び拡散により洗滌水主体中に移動するものと考えられる。

a. 反復回分洗滌における洗滌効果

いま c を廃液中の溶質成分の量、 a を洗滌終了後固体中に残留する溶質分量、 V を一回の洗滌水容積、 U を残渣の容積、また $V/U = \alpha, \beta$ を完全濃度平衡に対する実際の平衡到達係数とせば $C/V = \beta(a/U)$ または $C = \alpha\beta a$ である。 N 回洗滌をおこなつたと考えれば N 回後の可溶性成分残留率は $a_N/a_0 = 1/(1+\alpha\beta)^N \dots \dots (1)$ ただし接尾字 O, N は洗滌開始時並びに終了時の状態をあらわす。なおこの場合の洗滌効率は $\tau = (1 - a_N/a_0) \times 100[\%]$ である。

b 洗滌速度

拡散洗滌においてまず洗滌の初期を考えると固体表面に多量の溶質成分が附着して存在するからこの状態においての過程は所謂溶解現象と何等異らず溶質が水中に移動し固体粒子としての大きさは次第に小さくなってゆく。

原料固体 G_0 を V なる洗滌水中に入れてより θ 時間の後 G になりまたそのときの水中の溶質濃度 C 、飽和濃度 C_s とし、接触面積 A とせば洗滌速度式として $dG/d\theta = \sigma A(C_s - c) = V(dc/d\theta) \dots (2)$

ただし σ は拡散係数である。Hixson は $A = \Phi G^{2/3}$ $C_s = G/V$ $C = (G_0 - G)/V$ とおき $dG/d\theta = -K_L \phi G^{2/3} (G_s - G_0 + G)/V \dots (3)$

また $G_s - G_0 = W$, $k_L \phi = k$ として(3)式を積分して所謂三乗根の方程式を導き出した。このほか溶解現象の取扱われる場合には若干の解法が呈出されている。

次に洗滌がある程度進行すると固体表面には溶質がなくなり内部の溶質成分が洗滌の対称物となる。かかる場合洗滌の推進力は固体の内外部における溶質成分の濃度差である。

いま表面濃度 C_f 、内部拡散係数 δ とせば

洗滌速度は $dG/d\theta = \delta A'(C_s - C_f) \dots (4)$ A' は接触面積で $A \doteq A'$, $C_f \doteq C$ とせば $dG/d\theta = kA(C_s - C) \dots (5)$

ただし $1/k = 1/\sigma + 1/\delta \dots (6)$

以上の諸式は既に抽出並びに溶解現象にもとめられるものを応用したものであるが、これを中心として若干の実験結果を用いて現象の解明をしたいとおもう。

IV 実験結果並びに考察

1. 洗滌効果

Fig. 1 は反復回分洗滌における結果の 1 例で洗滌回数 N と可溶性成分残留率 X 並びに洗滌液中の PH を示したものである。規定の洗滌水を加え沈降分離後 24 時間放置して液を傾斜法により分離し再び純水を同量加える。図のごとく最初は洗滌効果極めてよいが次第に小となる。なお $N=12$ 以上では粒子の沈降速度極めて遅く固液分離が不可能となつた。また X と PH の変化は類以傾向を示す。

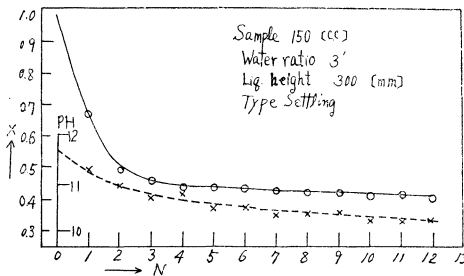


Fig 1

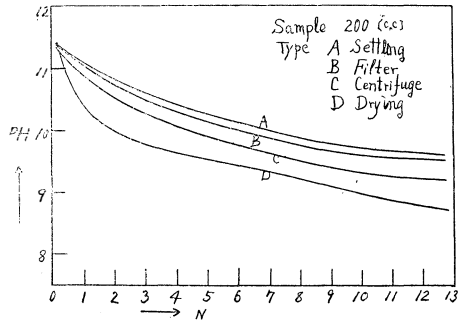


Fig 2

Fig 2 は (1) 式中の $\alpha (=V/U)$ の関係を調べたもので A, B, C, D は夫々固液分離法として沈降法、濾過法、遠心分離法、乾燥法によるもので残渣中の液量 U は固体量に比し 200, 80, 70, 20% に低下する。図より U を小即ち α を増加することは効果的であることがわかる。然し実際操業の手数としては α が大なる程面倒であり他の条件と併せ考えねばその得失が論ぜられぬ。

2. 洗滌速度

Fig 3 は沈降分離の場合の沈降速度並びに PH の変化を示す。この図より固体層の高さ H が大体一

定値に達するまでの液中PHの変化をみるに殆ど一定である。この事実は沈降中の溶質の液中への移動が殆ど行なわれない、つまり拡散速度が極めておそいことを意味しており爾後の放置時間が長期必要であることを示す。なお沈降速度はNの増加につれ減少することも了解できる。

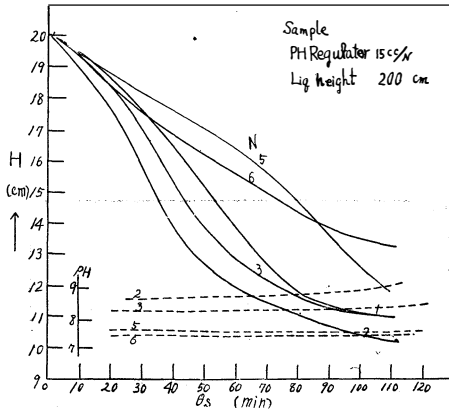


Fig. 3

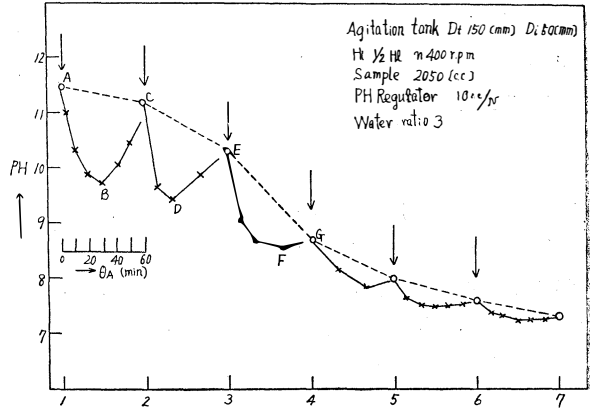


Fig. 4

3. 攪拌作用による洗滌速度促進の効果

上記に述べた如く沈降法では拡散係数小のためこれを攪拌によつて増大せんとして Fig. 4のごときものを得た。ただし本例はPH調節剤を矢印のごとくに毎回混じたものである。液のPHはA→BのごとくPH調節剤のため下る。しかる後B→Cの通り固体中の遊り成分が洗滌されPHが上昇する。即ちその時間的關係を前図と比較すると極めて効果的であることがわかる。

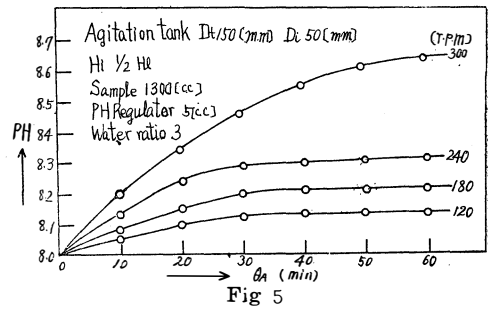


Fig. 5

Fig. 5は攪拌の回転数を変化せしめた場合の実験例で原液はPH調節剤により一定値をもっている。これにより回転数を増すことは極めて効果的である。

4. PH調節剤又は薬剤添加方法

実際の洗滌工程においては単に水のみで洗滌する場合と酸又はアルカリ度の大きるときPH調節剤を添加し又凝集作用(沈降又は濾過促進作用)その他の理由により薬剤を添加する場合が考えられる。かかる場合その添加法につき調べてみよう。

Fig. 6はF社にての現場実例の一部でありその添加方法は記載の通りである。これは洗滌回数14回日数18日である。これは工場生産より極めて具合悪きものでこれを添加方法をかえて改善できないか

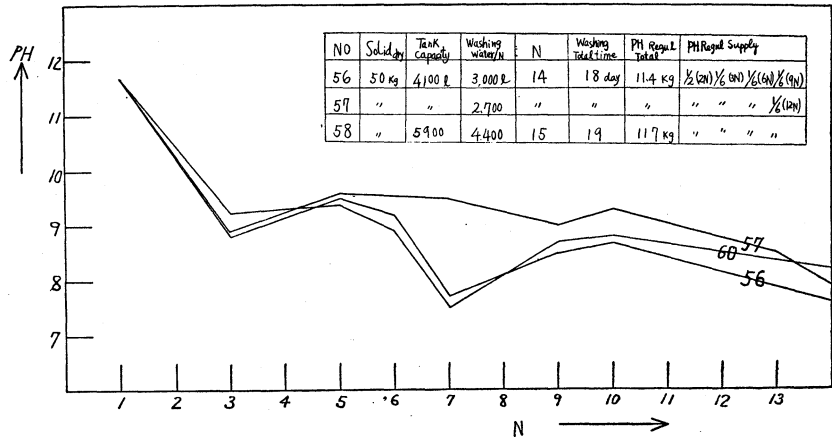


Fig. 6

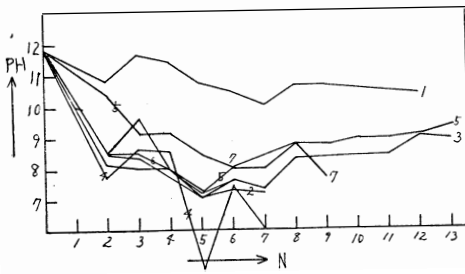
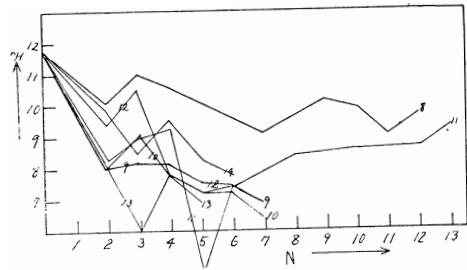
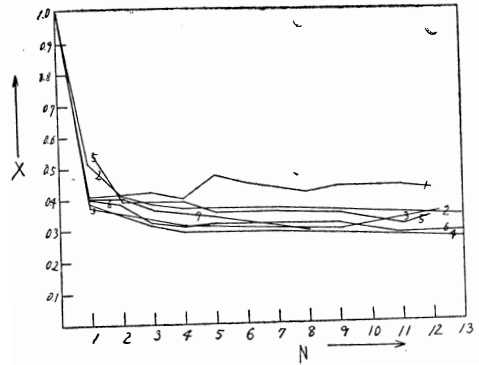


Fig 7



Fig,8

と調べてみたのがFig.7.Fig.8.Fig. 9である。このうちFig.7.Fig.8はPH の変化で前者は単なる沈降分離により後者は濾過により分離せるものである。またFig.9は可溶性塩の分離状況である。PH 調節剤は全量を規定量に一定し洗滌回数による添加方法を下の表のごとくにした。



Fig,9

PH 調節剤の添加割合

記号	N	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1 と 8		1									
2 と 9											
3 と 10		$\frac{1}{2}$			$\frac{1}{8}$			$\frac{1}{6}$			$\frac{1}{6}$
4 と 11		$\frac{1}{2}$			$\frac{1}{4}$	$\frac{1}{2}$		$\frac{1}{4}$			$\frac{1}{4}$
5 と 12		$\frac{1}{4}$			$\frac{1}{4}$			$\frac{1}{4}$			$\frac{1}{4}$
6 と 13		$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{1}{10}$
7 と 14		$\frac{1}{15}$		$\frac{2}{15}$		$\frac{3}{15}$		$\frac{4}{15}$	$\frac{1}{10}$	$\frac{5}{15}$	

以上の線図を通覧すると同量の薬剤を加えるにしても添加方法によりその効果が異り、例えば記号 5,6,7 当りがよいと思われる。なおFig. 9 は殆んど効果の差がなく僅かに沈降速度の増大による効果が表われているにすぎぬが矢張り 5,6,7 の場合かすぐれていることを立証している。

Ⅴ 結 論

回分式洗滌方式は連続式にくらべ洗滌水所要量、操作の手数、洗滌時間等劣ることは当然であるが回液接触機構並びに分離方法を充分にすることによりある程度改善することができる。特に薬剤添加の要あるとき添加方法を考える必要がある。

本実験をなすにあたり富士化学工業株式会社の社長以下各位の御尽力に謝意を呈すると共に、坂井修之氏の実験的援助に感謝する次第である。