

攪拌型晶析槽内の流動状態と結晶粒度分布の関係について

(佐竹化学機械工業)○(正)佐藤 誠*, (法)森口 公太, (法)金森 久幸, (正)加藤 好一
(岩手大工)(正)土岐 規仁, (正)横田 政晶, (正)清水 健司

【1. 緒言】

結晶の機能性を大きく左右する粒度分布(CSD)、形態、純度等の結晶品質は、晶析槽内の流動状態に大きく影響を受けることが知られている。しかし、それらの定量的関係は十分に捉えられておらず、その解明が求められている。本研究では、3種の攪拌翼(図1)で回分冷却晶析を行い、流動状態をコントロールすることで攪拌動力は同等ながらも、平均粒径 300~850 μm の広範囲で粒径が制御できる可能性を見出している¹⁾(図2)。

本報では、実験および数値計算により晶析槽内の流動解析を行い、流れ場の流速および応力等を定量的に評価し、CSD との関係について考察を行った。

【2. 実験方法】

《回分冷却晶析実験》

晶析槽は、ジャケット付ステンレス製 10%皿底円筒槽、槽内径 250 mm、液量 13.8 L とした。チラーにより、ジャケット内の冷媒の温度制御を行った。攪拌翼(図1)は、一般的に多く用いられる 4枚羽根 45°傾斜パドル翼(4PP)、開発した固体の浮遊懸濁に優れた性能を有する SUPERMIX HS606 インペラ(HS606)²⁾と、竜巻状フローパターンを特徴する SUPERMIX RB Mixing System (RB)を用いた。溶質は、硫酸カリウム K₂SO₄(特級)、溶媒は蒸留水を用いた。50 °C 飽和溶液を 10 °C /hr の冷却速度(直線冷却)にて 20 °C まで冷却し、結晶を析出した。結晶は全量抜出し、遠心分離機にて分離、室温で 24 hr 程度乾燥した後、篩い分け法により CSD を得た。結晶の形態はマイクロSCOPEにより観察した。各所の温度、晶析槽内容液の電気伝導度、攪拌機の回転数および攪拌トルク(単位液量あたりの攪拌所要動力 Pv [W/m³])を常時記録した。

《晶析槽内の流動解析》

晶析槽内の流動状態を再現し可視化するため、晶析槽と同等の寸法の無色透明アクリル槽を用い、流動の観察と解析を行った。また、晶析槽内の晶析液に作用する力およびエネルギーに関するパラメータを定量的に評価するため、CFD 流動解析を行った。解析条件は、実測値との乖離が極力無いよう検証しながら決定した。

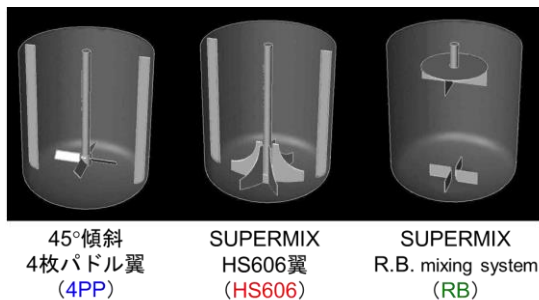


図 1. 3種の攪拌翼

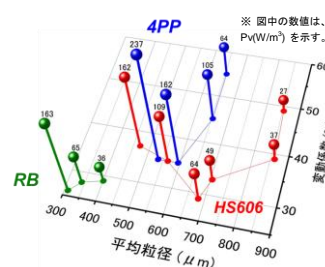


図 2. 攪拌条件と CSD の関係

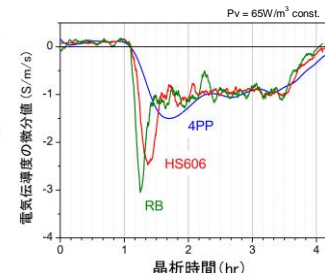


図 3. 伝導度微分値の経時変化

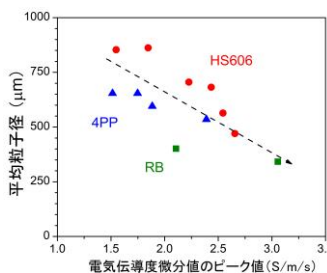


図 4. 伝導度微分ピーク値と平均粒径の関係

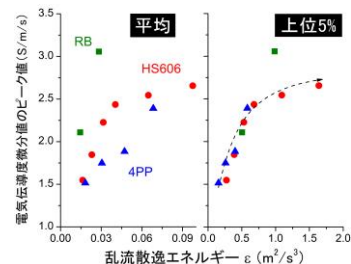


図 5. ε と伝導度微分ピーク値の関係

【3. 結果と考察】

図3に、晶析槽内容液の電気伝導度の時間微分値の経時変化を示す。攪拌条件により、核発生初期(1~2 hr)の消費速度が著しく変化する。一方、2 hr 以降の消費速度はそれほど差がない。そこで、この初期の消費速度が CSD に強く影響を与えていると考え、平均粒径との相関を試みた。図4に、電気伝導度の時間微分値のピーク値と平均粒子径の関係を示す。明確に負の相関が見られる。これは、初期の消費速度が核発生速度に影響したもので、総結晶個数および平均粒径に影響を与えることを示唆している。

次に、核発生速度が流れ場のどの因子に強く影響を受けるか検討した。図5に、電気伝導度の時間微分値のピーク値と乱流散逸エネルギー ε の関係を示す。槽内の平均値との相関は弱い。一方、上位5%平均値は、攪拌翼に関係なく強い相関が認められた。これは、攪拌翼周りの局所の最大散逸エネルギーが核発生速度に著しく影響を与えていることを示唆している。

【5. 結言】

晶析槽内の流れ場の最大散逸エネルギーが核発生速度に強く関与し、最終的な CSD に強く影響を与えることが示唆された。今後は、スケールアップに関する検討を加え、製造規模にて結晶品質を制御できる攪拌手法の提案を目指したい。

【参考文献】

- 1) 佐藤ら, 日本海水学会第 64 年会, CP-25, (2013)
- 2) 佐藤ら, 化学工学会第 39 回秋季大会, R118, (2007)