

作成日

平成23年6月1日

1. 研究課題名	高効率晶析装置の設計に関する研究
2. 開発実施期間	平成20年度～平成22年度
3. 研究概要	<p>1) 目的</p> <ul style="list-style-type: none"> これまでの研究で得られた実験式(モデル)をベースに、微結晶の付着現象を促進させ得る操作条件を検討する。 工業晶析装置において最も過飽和度が高くなる部分は蒸発面近傍であり、こうした部位における高過飽和度条件を再現するとともに、このような条件下での微結晶の付着現象を明らかにする。 上記の検討を基に、結晶成長速度向上に最適と考えられる晶析操作を設計するとともに、それらを満足するような装置構造を明らかにする。 <p>2) 結果の概要</p> <ul style="list-style-type: none"> 微結晶付着現象に寄与している微結晶の大きさについて検討した結果、微結晶の粒径は10μm～数百nmであることが示唆された。 微結晶の付着を促進させる方法について、基礎的検討を実施した。母液の流動性が良好な場合、結晶成長に対する微結晶付着現象の寄与が減少することを明らかにした。また、晶析装置内における微結晶発生の機構を、①蒸発室内の高過飽和による核化、②蒸発室～育晶室間の配管内における過飽和溶液のシアストレスによる核化、③育晶室における2次核化の3種類と考え、微結晶発生要因による付着挙動への影響を検討し、微結晶の付着量は微結晶の発生由来に依存しないことを明らかにした。さらに、晶析装置内の微結晶数が過剰となった場合の抑制方法として、いわゆる「さし水操作」の適用の可能性を検討した。本操作による母液濃度の低下により、微結晶数は指数関数的に減少した。さし水の濃度、母液濃度および微結晶数の関係から、原料かん水を装置内の母液濃度が最も低い箇所へ供給することにより、微結晶溶解効果が得られると考えられた。 ラボスケールの晶析装置を実プラントの2～6倍の高過飽和度条件において運転した結果、結晶成長速度は、これまでの検討と同様に、以下の式で表すことができ、これまでの最大値である5000$\mu\text{m}/\text{h}$を達成した。また、得られた結晶の断面に液泡等は見られず、結晶の硬さ、純度などの結晶品質を維持したまま結晶成長速度を向上できる可能性が示唆された。 $dl/d\theta = (a+bN)\Delta C \quad dl/d\theta: \text{結晶成長速度} \quad N: \text{微結晶数} \quad \Delta C: \text{過飽和度}$ 晶析装置内に懸濁する微結晶数を制御する手法について検討するため、オスロ型晶析装置を試作した。 まず、実プラントとほぼ同様の操作条件(蒸発速度0.05～0.5kg/L、育晶室内の結晶懸濁密度0.10～0.27kg/L)において、装置内の微結晶数を調査した。晶析装置内に循環する母液中の微結晶数は1$\times 10^6$個/kg母液であり、結晶懸濁密度や蒸発速度の影響は小さかった。 次に、晶析装置内の微結晶数を制御する手法について種々検討した。蒸発室～育晶室間の配管内において過飽和溶液にシアストレスを与えることで、微結晶数が増大すること、また、未飽和原料液の給液位置を変更することにより、装置内の過飽和度および微結晶数が変化することを明らかにした。これらの操作により、試作装置における最大の微結晶数は1$\times 10^8$個/kg母液となった。 試作装置で得た結果の実用性を評価するため、オスロ型実プラントの母液中の微結晶数を調査した。微結晶数は2$\times 10^5$個/kg-母液程度であり、試作装置と比較して少なかったことから、循環系で母液を抜き出し、シアストレスで核を発生させることにより、微結晶数を増大できる可能性が示唆された。 <p>3) 今後の方針</p> <p>試作オスロ型晶析装置を用いて、未飽和原料液の給液位置の最適化を実施するとともに、シアストレスの付与と併用した場合の結晶成長速度に与える効果について検討する。また、オスロ型の実プラントを用いて、その実用性を検証する。</p> <p>4) 特記事項</p> <ul style="list-style-type: none"> 研究を効率的に推進するため、千葉工業大学、東京農工大学との共同研究を実施した。

4. 評価項目	1) 研究の進捗度	2) 目標の達成度	3) 期待される成果		合計
評価点数*	5	4	5		14/15
5. 評価コメント	<p>1) 研究の進捗度 結晶成長速度 $dl/d\theta$ は(1)式で表すことができ、微結晶数と過飽和度の影響を受けることは、これまでの検討で明らかとなっていた。 $dl/d\theta = (a+bN)\Delta C \quad (1)$ ここで、N: 微結晶数、ΔC: 過飽和度、a, b: 実験定数である。 今期は、(1)式が高過飽和度条件においても適用できることを実験的に明らかにするとともに、過飽和度を大きくすることにより高い結晶成長速度が得られることが確認された。また、微結晶の3種の発生機構、①高過飽和による核化、②過飽和溶液のシアストレスによる核化、③2次核化について検討し、結晶成長速度に差異はないことを明らかにした。逆に、微結晶数が過剰な場合には「さし水操作」により、微結晶数を減少させることが知られているが、この原理を応用して、未飽和原料液の供給により微結晶数が制御できる可能性を示した。 一方、試作したオソロ型晶析装置を用いて、蒸発室～育晶室間の配管内において、過飽和溶液にシアストレスを与えて核化させる微結晶数増大手法を見出し、結晶成長速度向上に最適と考えられる晶析装置の基本構造を明らかにするとともに、実プラントとの整合性も確認された。 今後は開発された微結晶数増大手法による結晶成長速度向上効果と、(1)式との整合性を検証するとともに、実プラントを用いた検証、本技術を用いた新しい晶析操作法の実現に向け、検討を進めてもらいたい。</p> <p>2) 目標の達成度 結晶成長速度は、装置規模、過飽和度によらず微結晶数と過飽和度の影響を受けることを明らかにした。また、結晶成長速度を向上させるために必要な微結晶数の制御技術、装置内の過飽和度の制御手法が得られており、結晶成長速度を向上させるために最適と考えられる晶析操作法は確立されたと考える。</p> <p>3) 期待される成果 高過飽和条件における微結晶数の制御操作により結晶成長速度を増大させることができ、装置内の結晶の滞留時間を短縮できるため、装置規模の縮小や生産コストの低減が可能になると考えられる。この技術は、新規の晶析装置を構築する場合だけでなく、既存の晶析装置を改善する場合についても適用可能であると考えられる。 一方、晶析法は海水中の多量成分である塩化ナトリウムを分離するための有用な手法であり、海水の総合利用を目指し、塩以外の資源を回収する場合、本技術は効率的な塩化ナトリウム分離手段になると考えられる。</p> <p>4) その他 特になし</p>				

*評価点数の基準：5(適切)・4・3(妥当)・2・1(不適切)