

真空晶析装置について

高 木 収*

The Vacuum Crystallizer

By Osamu Takagi

Hitachi Works, Hitachi, Ltd.

Abstract

The crystallization equipments of refrigerating system are available in several different types but none of them differs in its principle of process, that is, to produce crystals by removing heat using some refrigerant from the surfaces of metal walls acting as heat transmitter, and in this process are involved several problems such as treatment method of corrosive liquids, scale deposit on cooling surfaces, type of refrigerator and condenser, temperature rise of refrigerant, etc. The difficulty in reaching a proper solution for these problems and large power requirements have resulted in a high installation cost and operating expenditures.

Compared with the above, the vacuum crystallizer is far simpler yet gives no less satisfactory results in crystallization, and to add to this, it is quite free from troublesome problems attendant on the refrigeration. In principle, it deprives the liquid to be processed of heat by causing adiabatic evaporation in vacuum. The device essentially consists of an evaporating vessel lined with rubber, booster and ejector.

The writer, in the introduction of this new crystallizer, quotes a Hitachi's product in this type recently supplied to a rayon manufacturing factory for the recovery of Glauber's salt from the waste liquid from the spinning bath, as the first example of application of this kind.

〔I〕 緒 言

化学工業において種々な溶液から結晶を析出させる工程を晶析と称している。従来用いられていた晶析装置にはいろいろあるが、その原理はいずれも金属壁面の熱伝導により冷媒を利用して熱を除去し結晶を析出させるものである。

ところがこの方法には腐蝕性液体の取扱い、冷却面の汚れ、凝縮器の形式、凝縮器の端末温度、冷媒の許容温度上昇、冷凍機の問題などのいろいろな制限因子がある外、所要動力も大きいので設備費、運転費がかさみあまり有利な方法とはいえないなかつた。

* 日立製作所日立工場

本文で述べる真空晶析装置はこれらの制限因子に関係なくきわめて簡単な装置で、所期の目的が達せられるものである。その原理は真空による断熱蒸発により熱を除去して結晶を析出させる方法で簡単なゴム内張りの晶析器に効率の良いブースタ、蒸気エジェクタ、水エジェクタなどの真空装置を組合わせ、運動部分としては小さな攪拌機を取付けた装置で、きわめて低廉な設備費、運転費で高能率で結晶を析出せしめうるものである。

人絹工場の紡糸廃液より芒硝 ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) を回収するのに本法を応用してきわめて好成績をえたのでここにその概要を述べ御参考に供したい。

本法の応用は外にも数多くあると思われるが紡糸廃液に適用したのは本邦で最初の試みである。工場試験も順

調に終了し、納入後も好成績で運転され、従来法に比しきわめて有利に芒硝が回収せられている現状である。操作法の僅かな改変によりバッチ式にも連続式にもなすことも真空晶析装置の特長の一つである。

〔II〕 晶析装置の概要

ある溶液を飽和濃度以上に濃縮して準安定または過飽和状態にもつて来てその温度を下げればその程度により目的とする結晶がいろいろな粒度で析出される。この工程が晶析であつて、従来は結晶析出にはいろいろな形式が用いられたが大きく分ければ真空式と冷却式の二つとなる。

(1) 冷却式

こゝで冷却式と称するのは金属壁面よりの伝熱を用い冷媒で冷却する機械的冷却方式のもの一般を示し Howard 式, Swenson-Walker 式, Oslo 式, Issachsen 式, Jeremiassen 式, Grill 式などがあるが、結晶の析出原理は同一でいずれも冷却式の中に含まれるものである。このいずれもが冷却面への結晶附着および冷媒側のスケール附着などによる伝熱の低下のため、その効率が低下するのでスクレーパを取付けたものや、その容積当りの伝熱面積を大きくするなどいろいろと工夫せられている。

こゝではそれらの詳細については本論の目的と異なるので省略することとする。

(2) 真空式

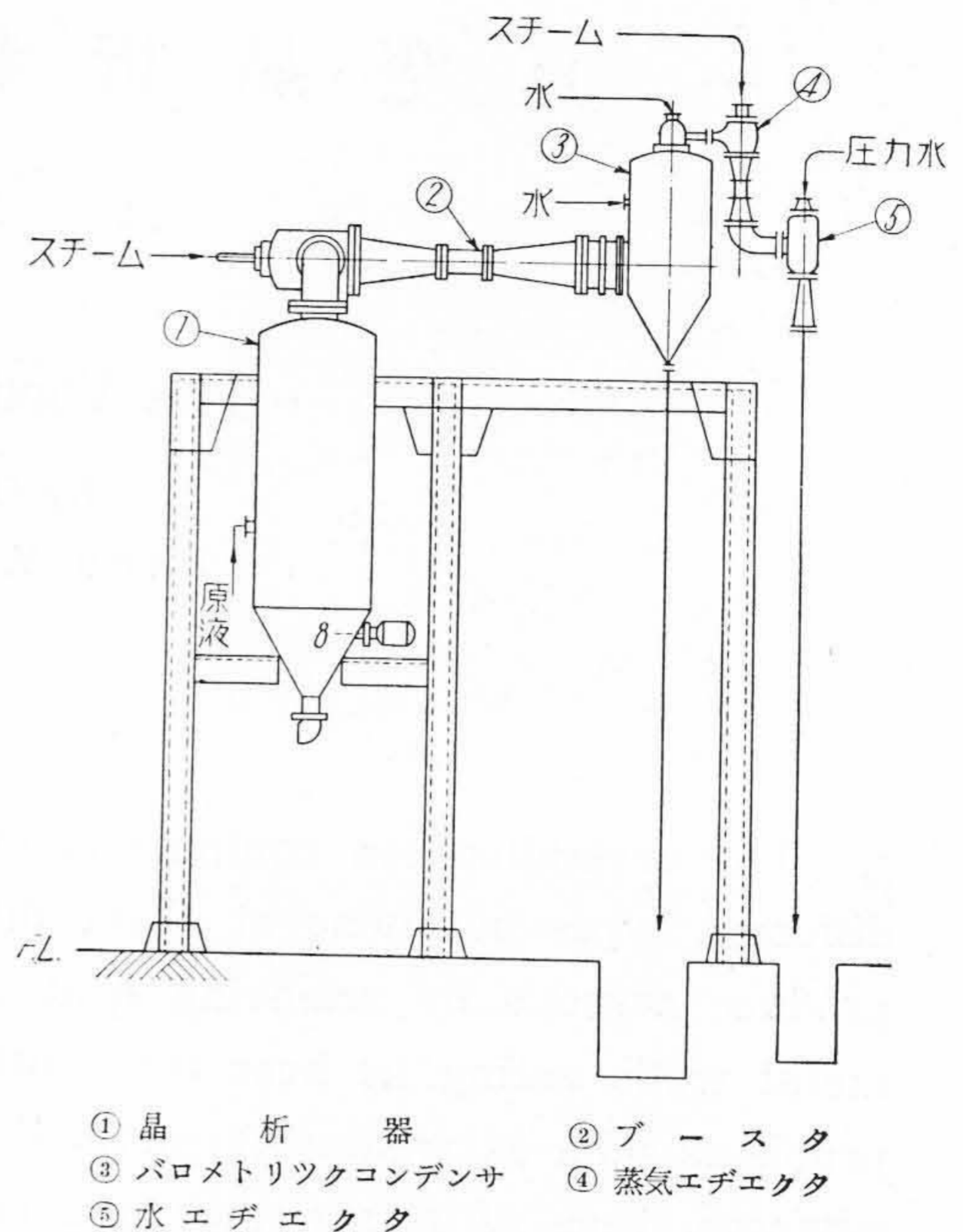
こゝで述べんとする真空式は真空ポンプなどを用いて蒸発濃縮結晶を析出するものや、真空蒸発によつて結晶を析出する方法のすべてを含むわけであるが後者の方法すなわち真空晶析に限定して真空式と称することにする。

真空晶析装置

断熱蒸発による温度降下を利用して結晶を析出させるもので、真空にする方法には真空ポンプを用いて良いわけであるが、蒸発量の大なることすなわち抽気量の大きいことや、今回の場合のように酸性蒸気の同伴する蒸気を吸引する場合には真空ポンプはあまり有利ではない。そこでエジェクタを用いることがまず考えられるわけである。

こゝに紹介するのはブースタ、蒸気エジェクタ、水エジェクタの組合わせよりなる真空晶析装置である。

本装置の主要部は晶析器本体、ブースタ、蒸気エジェクタ、水エジェクタ、バロメトリックコンデンサ、圧力水ポンプなどより成る。全体の系統は第 1 図に示す通りである。それぞれの機器の大体の仕様は下記に示すようなものである。



第 1 図 真空晶析装置系統図
Fig.1. Flow Sheet of Equipment of Vacuum Crystallizer

装置の容量は結晶芒硝量 20t/day (バッチ式), 30t/day (連続式), 原液処理量は 90 kl/day (バッチ式), 130 kl/day (連続式) のものである。

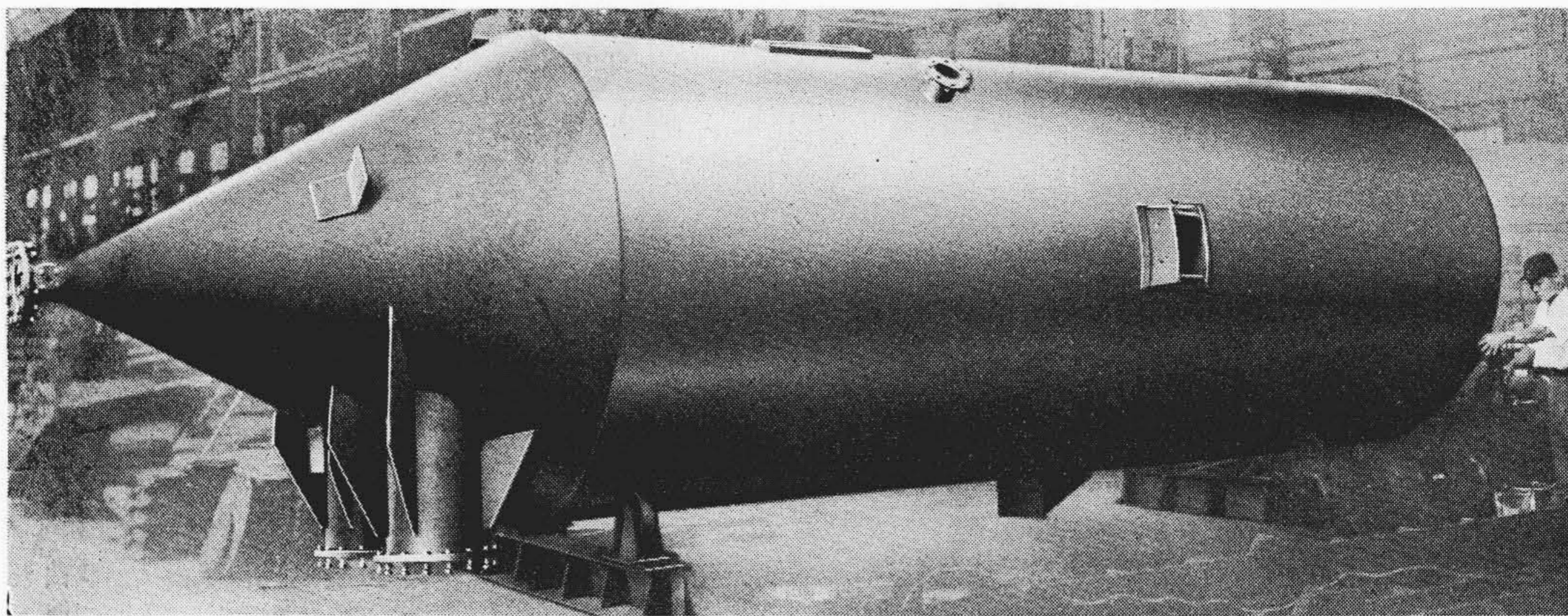
- 晶析器 軟鋼製ゴム内張り円筒型底部
円錐タンク容量..... 30 m³
特殊軸封部付攪拌機, 真空度
755 mmHg
- ブースタ.....ステンレス製
- 蒸気エジェクタ..... 鋳鉄製
- バロメトリックコンデンサ.....
容量 6 m³, 水量 150~200 t/h
- 水エジェクタ.....マルチゼット型
3 kg/cm², 150 t/h
- 水ポンプ.....ST-CH 型, 口径 160 mm
揚程 40 mm 水柱

これらの各々をそれぞれ第 2 図, 第 3 図, 第 4 図, 第 5 図に示す。

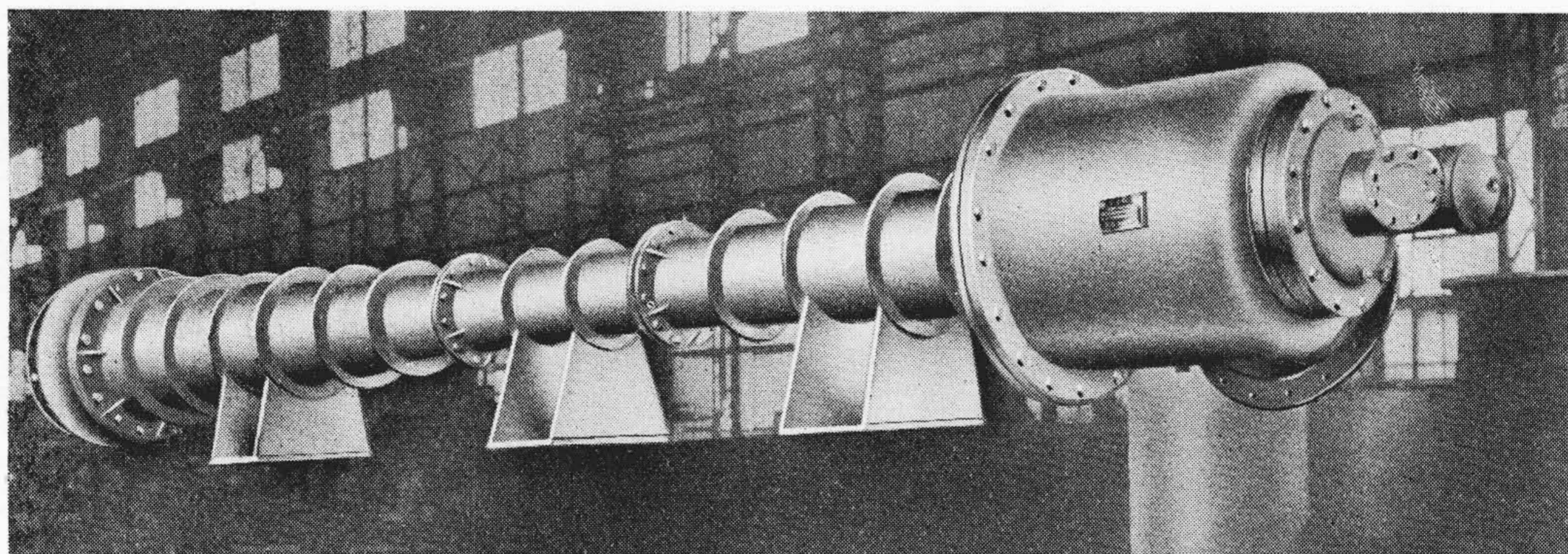
全設備の所要資材は

- 不 銹 鋼..... 約 2.2 t
- 13 クローム..... 約 0.2 t
- 鋳 鉄..... 約 1.0 t
- 普 通 鋼..... 約 35 t

の程度である。



第2図 真空晶析器 Fig.2. Vacuum Crystallizer



第3図 ブースタ Fig.3. Booster

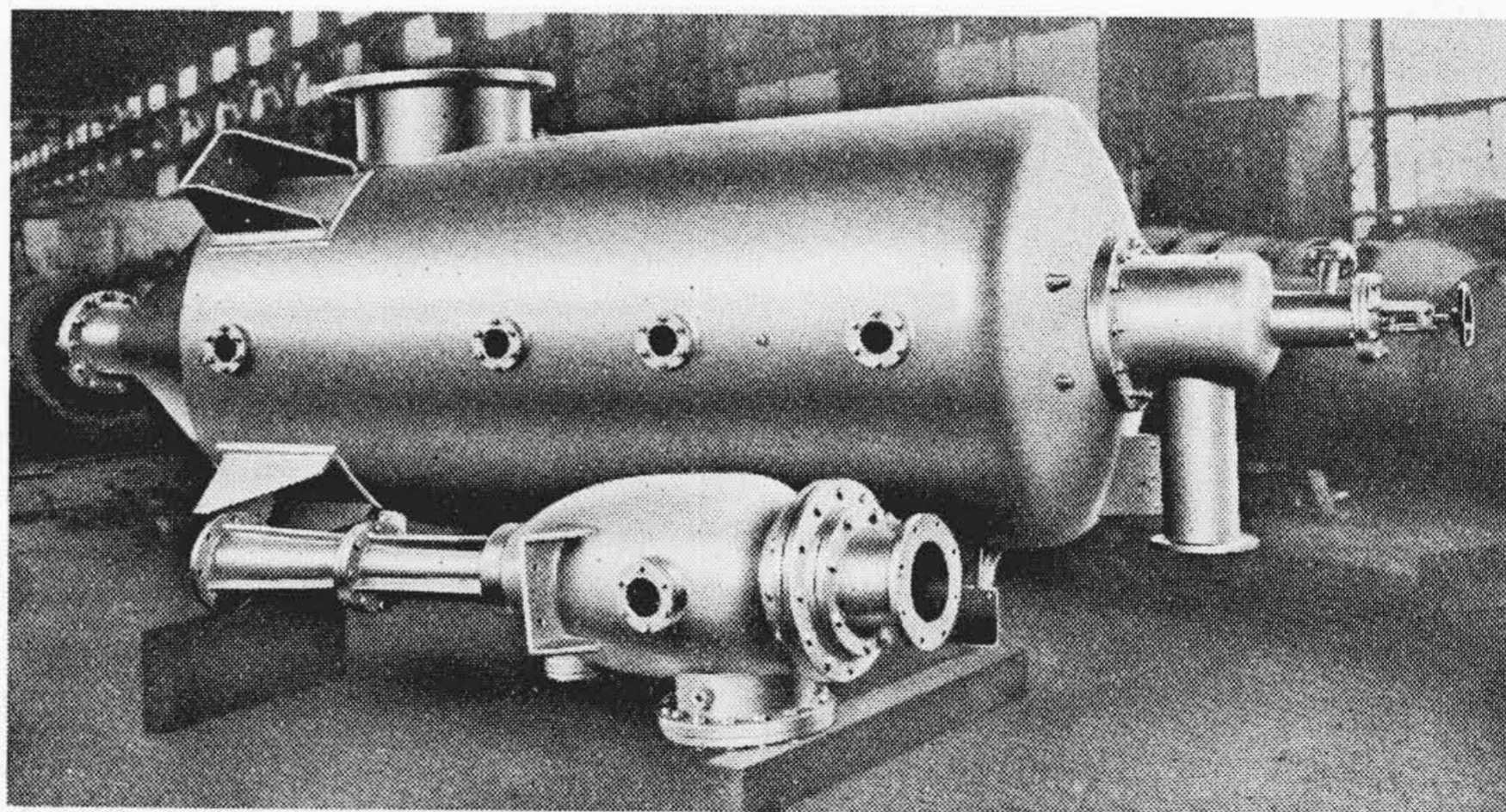
真空晶析装置の特長としては

- (i) 建設費ならびに運転費が安い
- (ii) 人件費, 保費, 維持費がきわめて低廉である
- (iii) 構造簡単で取扱い容易である
- (iv) 作動確実で故障が絶無である
- (v) 運動部分がないので給油不要, 監視無用である
- (vi) 動力の大部分が蒸気と水であるので蒸気発生設備のあるところでは容易に設置可能である
- (vii) 腐蝕性の液体の取扱いも容易である
- (viii) 冷凍機などを使用せぬので特殊な作業者を必要としない

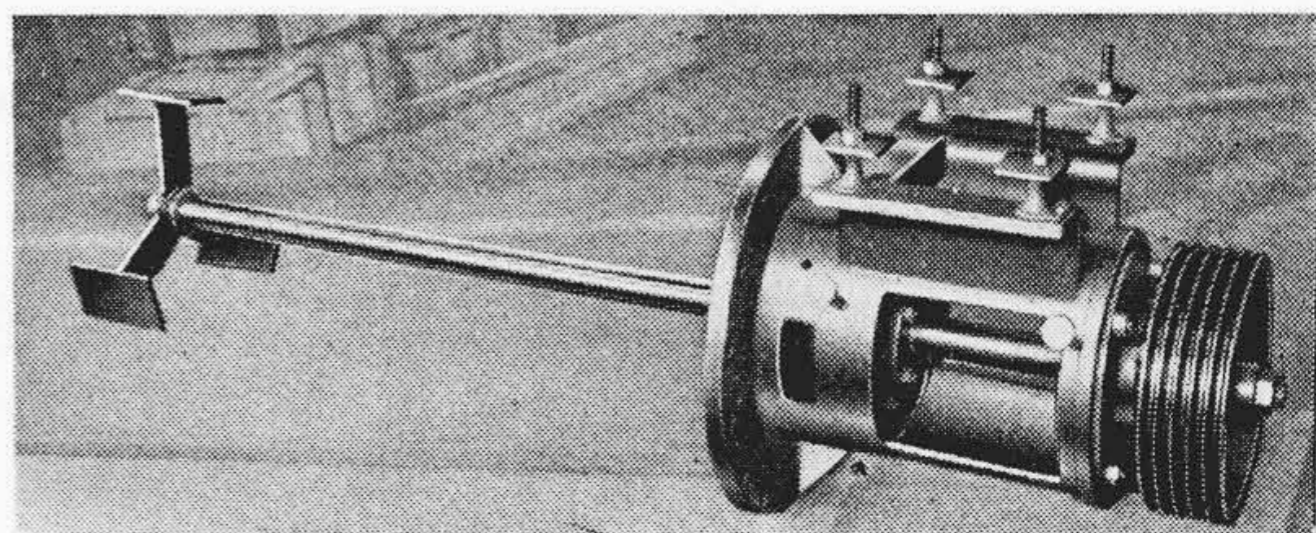
のごときものであり, その利点は従来の冷却式に比して高く評価されるべきである。

〔III〕 真空晶析装置の設計および実施例

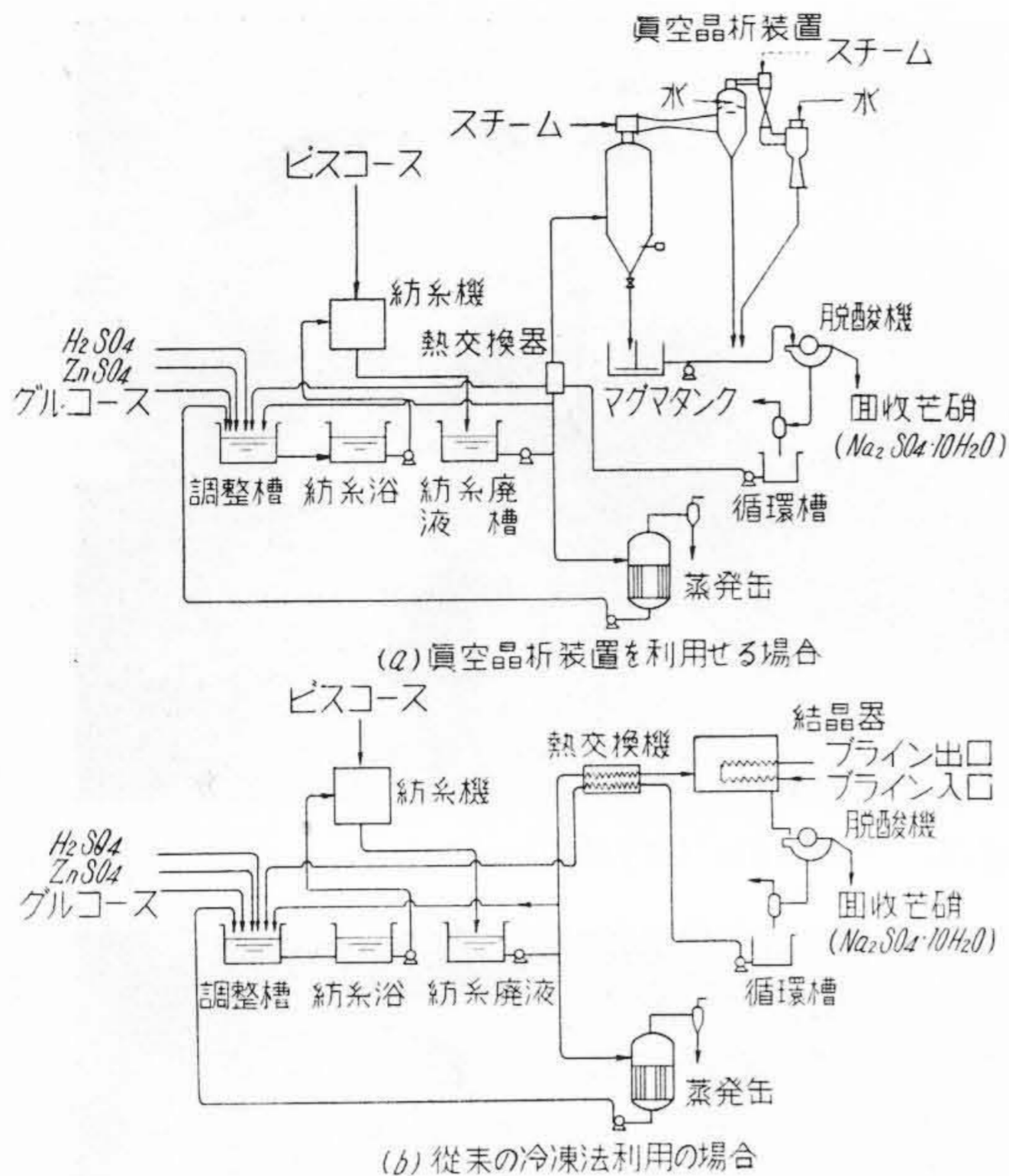
人絹工場において芒硝を回収する工程は第6図(次頁参照)に示すように紡糸廃液中より芒硝を回収するわけ



第4図 バロメトリックコンデンサおよび水エジェクタ Fig.4. Barometric Condenser and Water Ejector



第5図 攪拌機(真空晶析器用) Fig.5. Agitator (for Vacuum Crystallizer)



第 6 図 人絹工場の実施例の比較
Fig. 6. Comparison of Two Process for Viscose Rayon Works

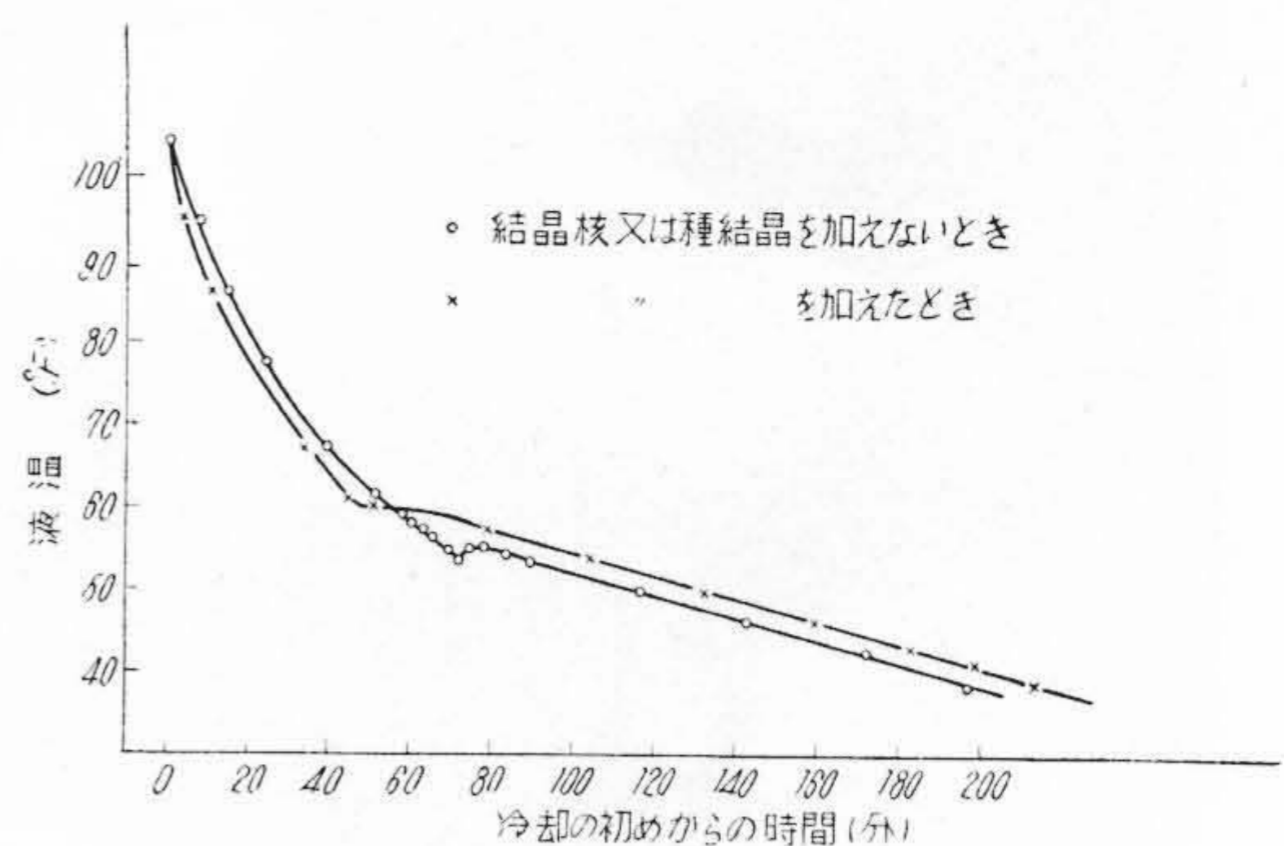
であるが、この回収の効率いかんによつて製品の人絹コストに大きな影響をおよぼすので、熱経済と物質収支、濃度調整を巧みに組合わせて効果的な装置とする必要がある。

まず晶析装置設計上の因子としてはつぎのような項目が考えられる。

- (i) 冷却すべき 1 日当りの液量
- (ii) 最初および最後の液温
- (iii) 取扱い溶液の熱化学的資料
たとえば溶液および結晶の比熱、蒸発潜熱、結晶熱、濃縮熱濃度エンタルピー関係
- (iv) 溶液の B.P.R. (Boiling Point Rising)
- (v) バッチ操作か連続式か
- (vi) 結晶の溶解度曲線
- (vii) 溶液の性質、腐蝕性か腐蝕性でないか
- (viii) 保証できうる蒸気圧力および蒸気量
- (ix) 使用水温、水量
- (x) 飛沫同伴におよぼす蒸気速度の影響
- (xi) 攪拌に対する資料
- (xii) 熱収支物質収支の算定

バッチの場合の紡糸廃液の冷却曲線は第 7 図に示したがこれは液温の降下の時間的割合を示すものでこれにより熱量関係の算定ができる。

ブライン冷却の場合の析出量の計算は奥野式の図表からできるが下記の式によつても算定できる。



第 7 図 バッチ式真空晶析器の冷却曲線
Fig. 7. Cooling Curves of Typical Batch Vacuum Crystallizer

$$C = R \frac{100 W_0 - S (H_0 - E)}{100 - S(R - 1)} \dots \dots \dots (1)$$

ここに C: 最後の母液中の結晶の重量 (kg)

R: $\frac{\text{水和物の分子量}}{\text{無水物の分子量}}$

W_0 : 初めの溶質量(無水) (kg)

S: 最終温度における溶解度 $\left(\frac{\text{kg 無水物}}{100 \text{ kg 溶剤}} \right)$

H_0 : 初めの溶剂量 (kg)

E: 溶剤蒸発量 (kg)

溶剤蒸発量の算定は下記の式による

$$E = \frac{(W_0 + H_0) c \Delta t [100 - S(R - 1)] + qR(100W - SH)}{L_w [100 - S(R - 1)] - qcRS} \dots \dots \dots (2)$$

ここに L_w : 排出温度における平均蒸発潜熱 (kcal/kg)

qc : 排出温度における結晶熱 (kcal/kg)

Δt : 仕込温度と排出温度の差

c: 溶液比熱 (kcal/kg)

そのほかの符号は(1)式の場合と同じ

以上の方法により晶析器の設計および抽気量の算定ができる。

〔IV〕 冷却式と真空式とのコスト比較

冷却式と真空式との利害得失は既述したようにあきらかに真空式がすぐれているが、さらにコストについて比較検討してみることにする。今 1 t の芒硝を回収するための大体の運転費を比較してみる。真空晶析装置では動力の大部分が蒸気と水にあるので運転費のほとんどはこれらの消費量のいかんにかゝっているわけである。水温は真空度に影響するが大抵の工場では水の値段は蒸気の値段に比して低廉であるのでエジェクタ使用の場合は水エジェクタを組合せ蒸気の消費量をできるだけ少なくするように工夫してコスト低下をねらうのが妥当である。

こゝでは 20°C, 15°C の水の場合について比較してみるとつぎのような数値になる。この際の蒸気圧力は 7kg/cm²(G) 以上使用の場合を示す。

	20°C	15°C
蒸気.....	0.68 t	0.497 t
冷却水.....	125 t	112 t
電力.....	21.5 kWh	21.5 kWh
蒸発水量.....	0.343 t	0.343 t

今蒸気屯当り 1,000 円, 水を 50 銭, 電力を kWh 当り 2 円とすると芒硝 1t 当りの値段はそれぞれ 442 円 50 銭, 253 円となる。これに対して冷却式の場合には芒硝屯当り必要熱量を実績値の 310,000 kcal として 1 冷凍屯当り安い場合の例をとり 120 円とみれば芒硝屯当りの値段は 465 円となり, 運転費に関しては真空式の場合が冷却式の場合に比し 54% から 95% くらい安くなる。もつとも水温が上ればその差は小さくなるが 20°C 以下くらの水を使用する限りにおいては有利であることがわかる。

設備費, 人件費, 保修費, 維持費等に到つては各工場の立地条件や操作方式によりまちまちであるが大體つぎに示すような範囲に入っている。

	冷却式	真空式
設備費.....	1	0.46~0.6
人件費.....	1	0.3~0.5
維持費.....	1	0.2~0.5

結局全体のコスト比較をすれば真空式は冷却式の半分またはそれ以下に切下げられることがわかる。

参考までに米国で行われている実施例をあげてみると下記のような数値になつていて大體同じような傾向を示している。

原液量..... 566,000 l/day
析出結晶量..... 102,000 kg/day
条件は下記に示す。

供給液組成.....	Na ₂ SO ₄	14 wt%
	H ₂ SO ₄	8 wt%
	グルコース	5 wt%
	ZnSO ₄	1 wt%
	H ₂ O	72 wt%

原液比重..... 1.22
原液最初の温度..... 40.6°C
B. P. R..... 4.44°C
最終母液の B.P.R..... 5°C
冷却水の温度..... 29.3°C(夏季最高)
プラインの温度..... -12.2°C
蒸気圧力..... 8.75 kg/cm²(G)
溶液および母液の比熱..... 0.85

この場合冷却式のものゝ真空晶析装置(バッチ式)とコストの比較をしておりその数値を示すとつぎの通りである。

	冷却式	真空式
設備費(建設費および基礎工事含み)	50,400 k¥	23,400 k¥
冷却水量 (l/mn)	なし*	11,000
ブライン (l/mn)	2,020	なし
ブライン冷凍 (t/day)	335	なし
冷凍馬力およびブラインポンプ (HP)	630	なし
攪拌および運転馬力 (HP)	50	80**
蒸気消費量 (kg/h)	なし	3,630
蒸発水量 (kg/day)	なし	42,700
概略床面積 (長さ×幅×高) (m)	30.5×15.25×3.05	13.7×6.1×16.8

* アムモニヤ凝縮器用は含まれていない。

** 凝縮器用水ポンプの動力は含まれていない。

[V] 真空晶析装置の性能

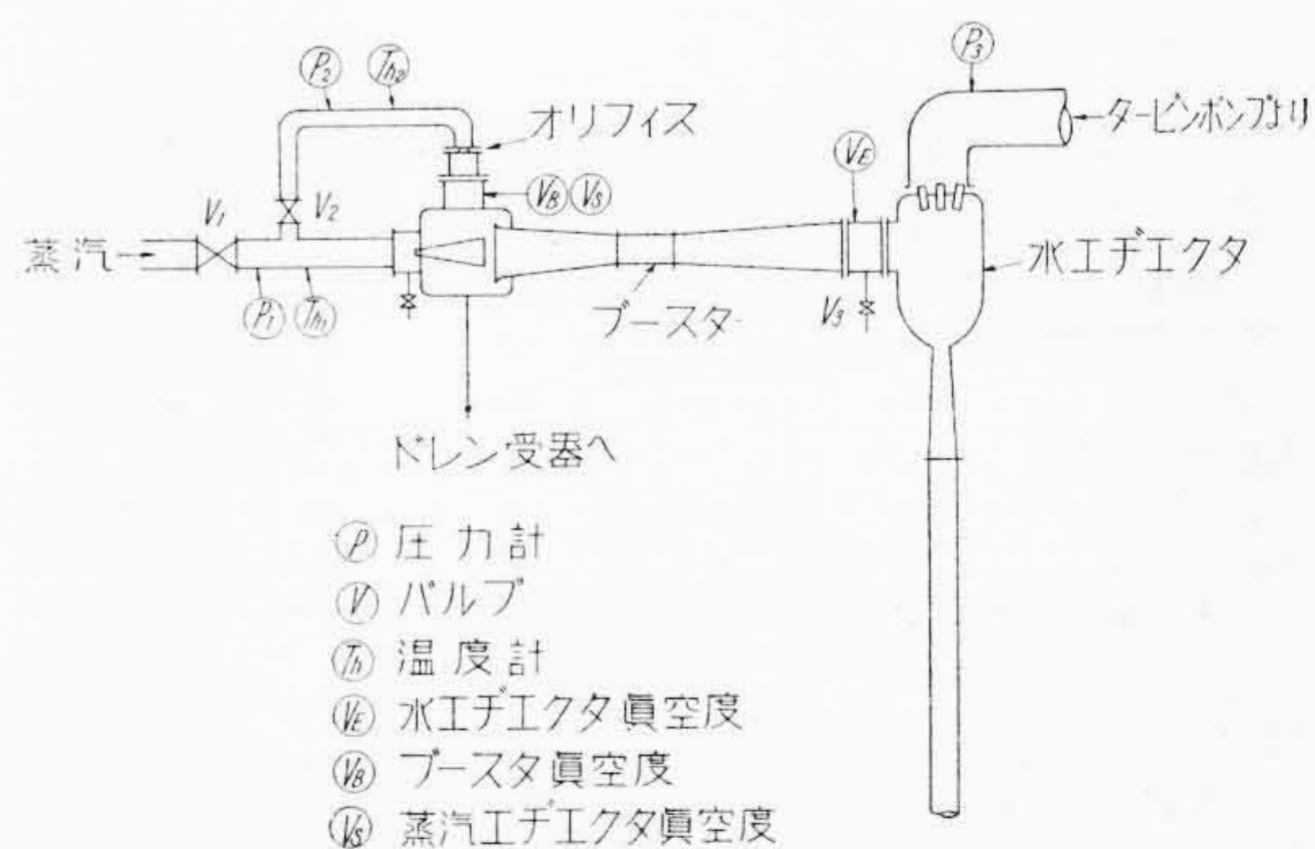
(1) モデルによる性能試験

(A) 概要

本装置の真空装置は容量大なるため設備の関係から実物試験はできなかつたが, 幸いブースタ, 蒸気エジェクタおよび水エジェクタなどのエジェクタには相似法則が成立し, 幾何学的に相似の場合は抽気量は寸法の自乗に比例するので性能上重要な部分であるブースタは 1/20 のモデルを相似に製作して試験した。蒸気エジェクタについてはモデルブースタのノズル口径を変更すれば実物と同じになるのでそのまま用いた。水エジェクタについては 1/20 のモデルブースタでは吸入量小なるため実物の 1/5 のものを使用した。

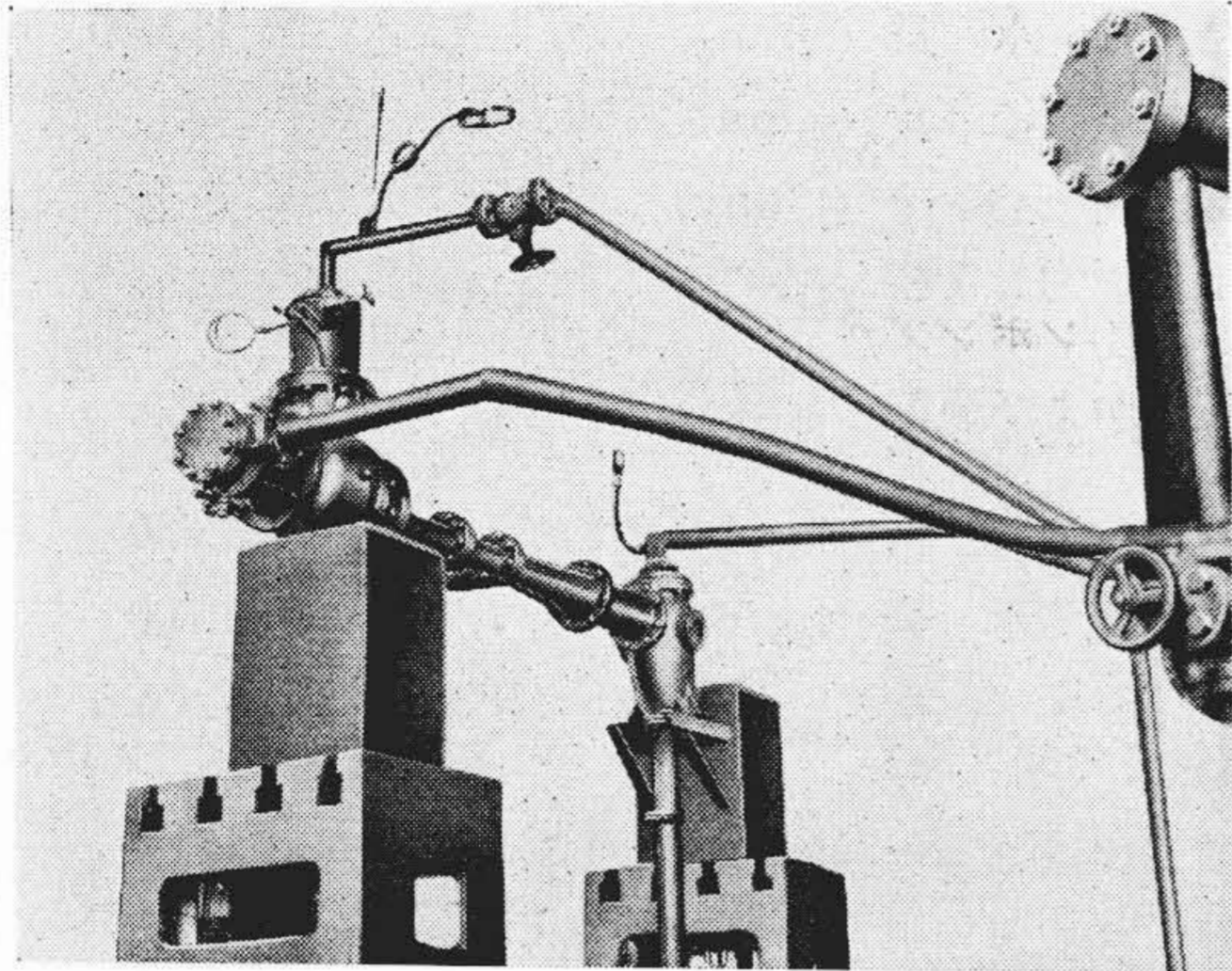
(B) 試験装置

モデルプラントは第 8 図に示したように配置した。そ

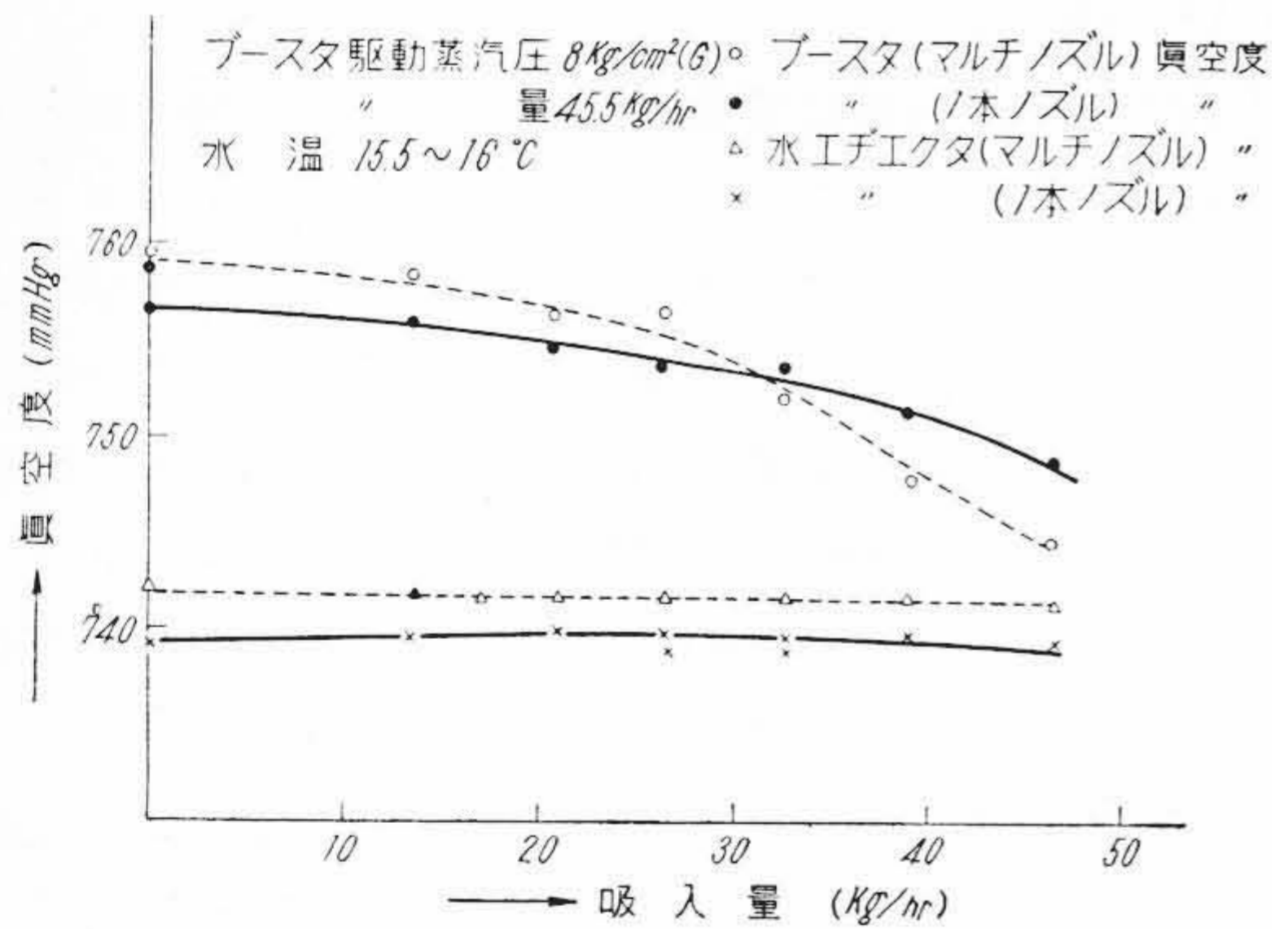


第 8 図 モデル試験装置
Fig. 8. Equipment of Model Test

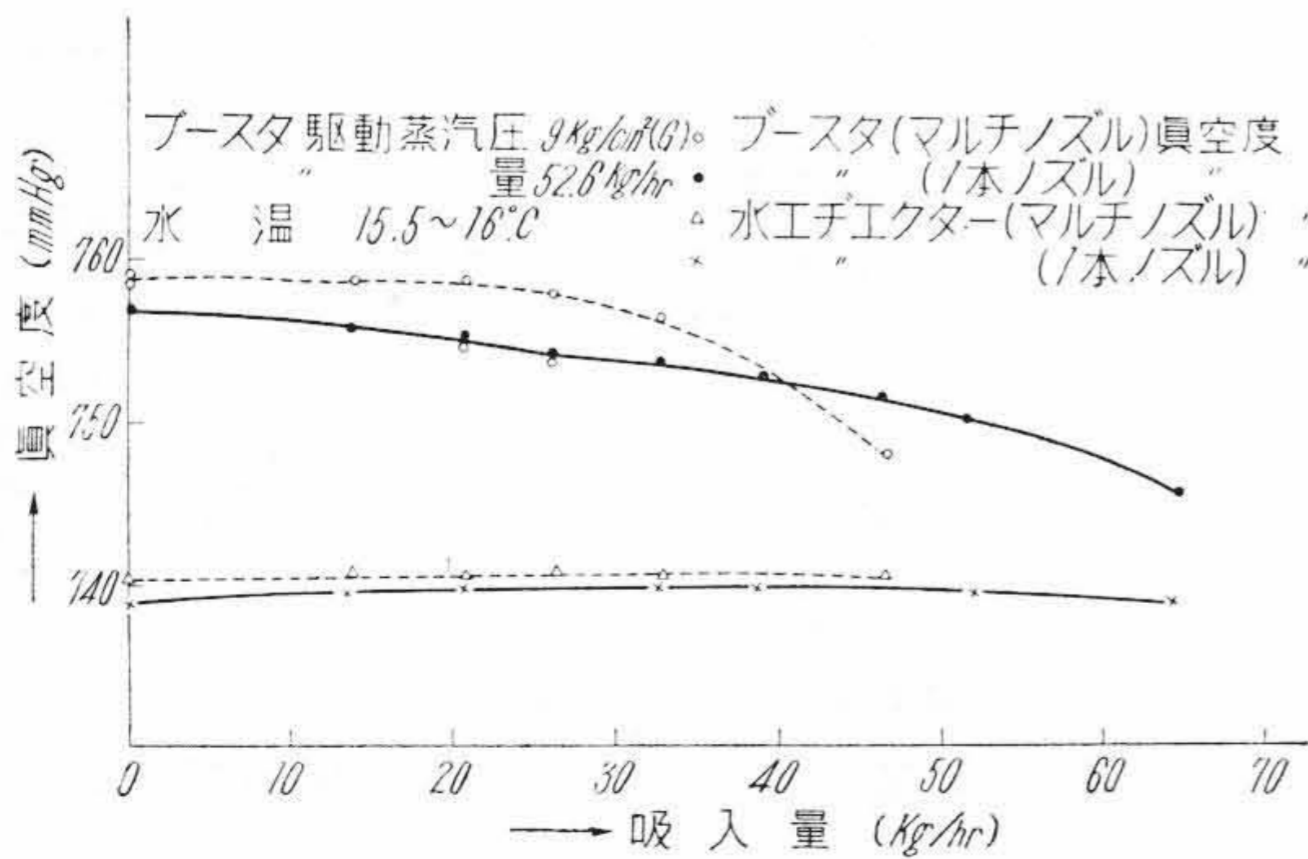
の試験状況を第9図に示す。あまり良い方法ではなかつたが吸入量は駆動蒸気よりバイパスをとり 4φ のノズルより噴射せしめて P_2 圧力と Th_2 温度から吸入量の算定を行つた。



第9図 モデルテスト中の状況
Fig.9. View of Model Test Plant



第10図 性能曲線 (ブースタ)
Fig.10. Characteristic Curve (for Booster)



第11図 性能曲線 (ブースタ)
Fig.11. Characteristic Curve (for Booster)

使用したモデルの仕様はつぎの通りである。

ブースタ

- 咽喉比.....380 ノズル口径
- 膨脹比.....115 1本ノズル 3.7φ
- 7本ノズル 1.4φ
- 所要真空度.....755 mmHg
- 所要吸入量..... 11.6 kg/h

エジェクタ

- 咽喉比.....96
- 膨脹比.....32 または 40
- 所要真空度..... 737 mmHg
- 所要吸入量..... 81 kg/h

水エジェクタ

- 水 量..... 30 t/h
- 水 圧.....3 kg/cm²(G)
- 吸入真空度..... 680~690 mmHg
- ノズル..... 7.2φ×7本, マルチノズル

(C) 試験結果

ブースタの場合駆動蒸気圧力 8, 9, 10 kg/cm²(G)で行つた結果を第10図, 第11図および第12図に示す。

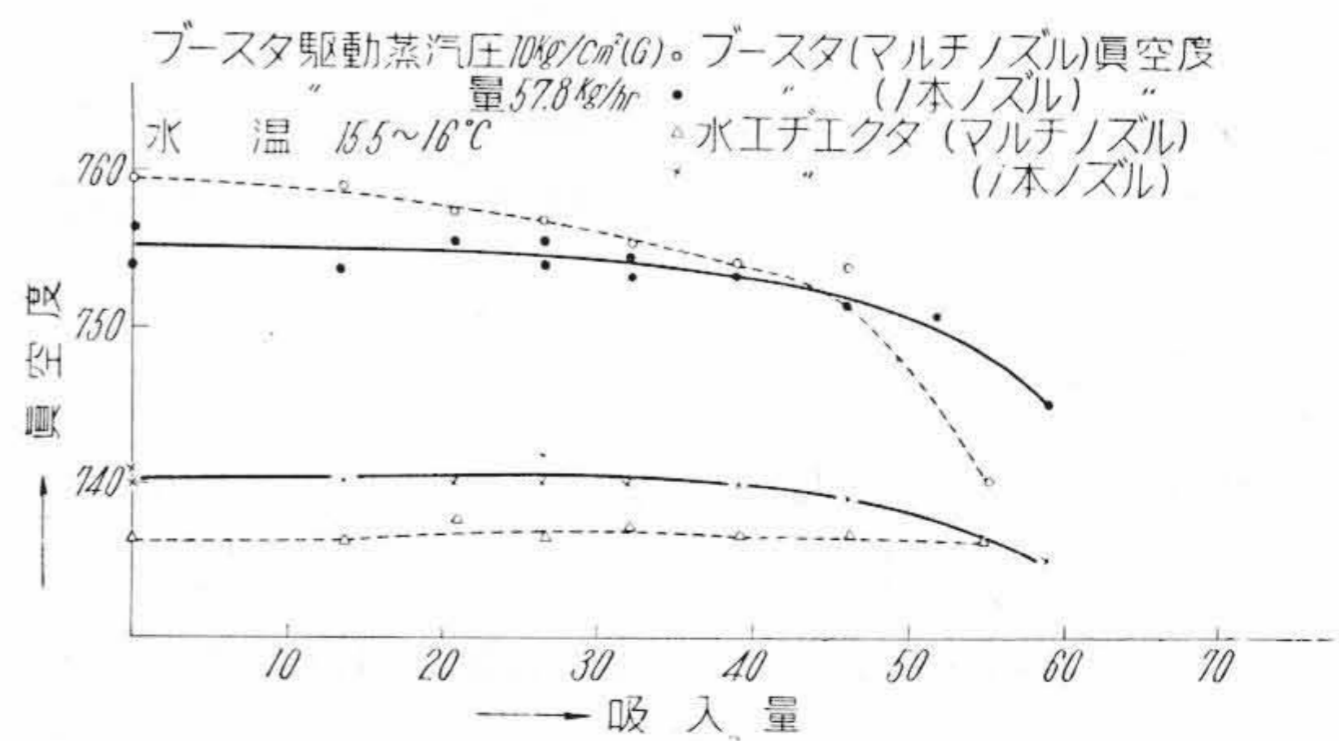
蒸気エジェクタの場合は空気を入れない場合と入れた場合の結果を第13図および第14図に示す。

(D) 結果の検討

本実験では吸入空気量を測定する筈であつたが、ノズルが間に合わず定量的な空気の影響を試験できなかつたがつぎの事項は確認しえた。

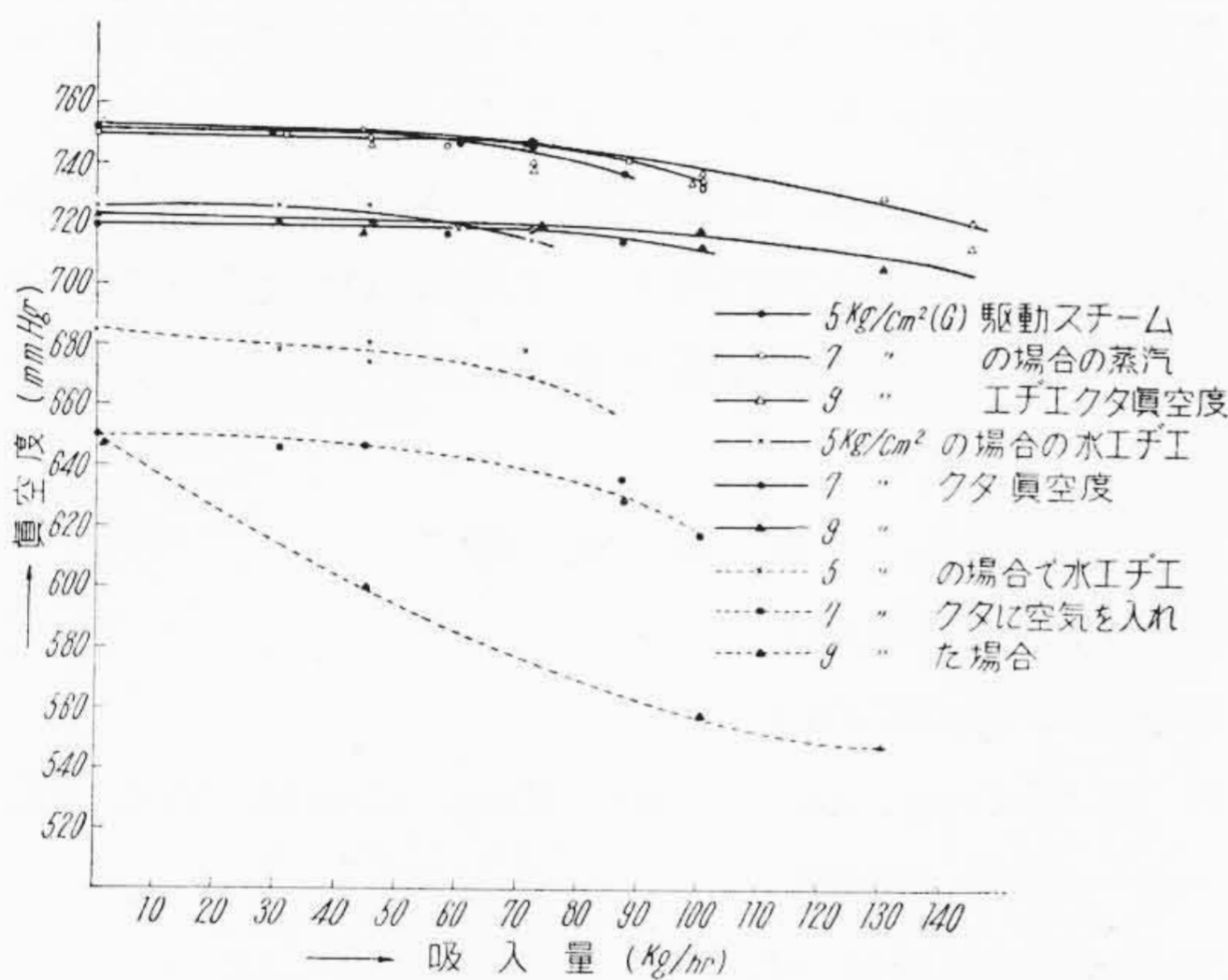
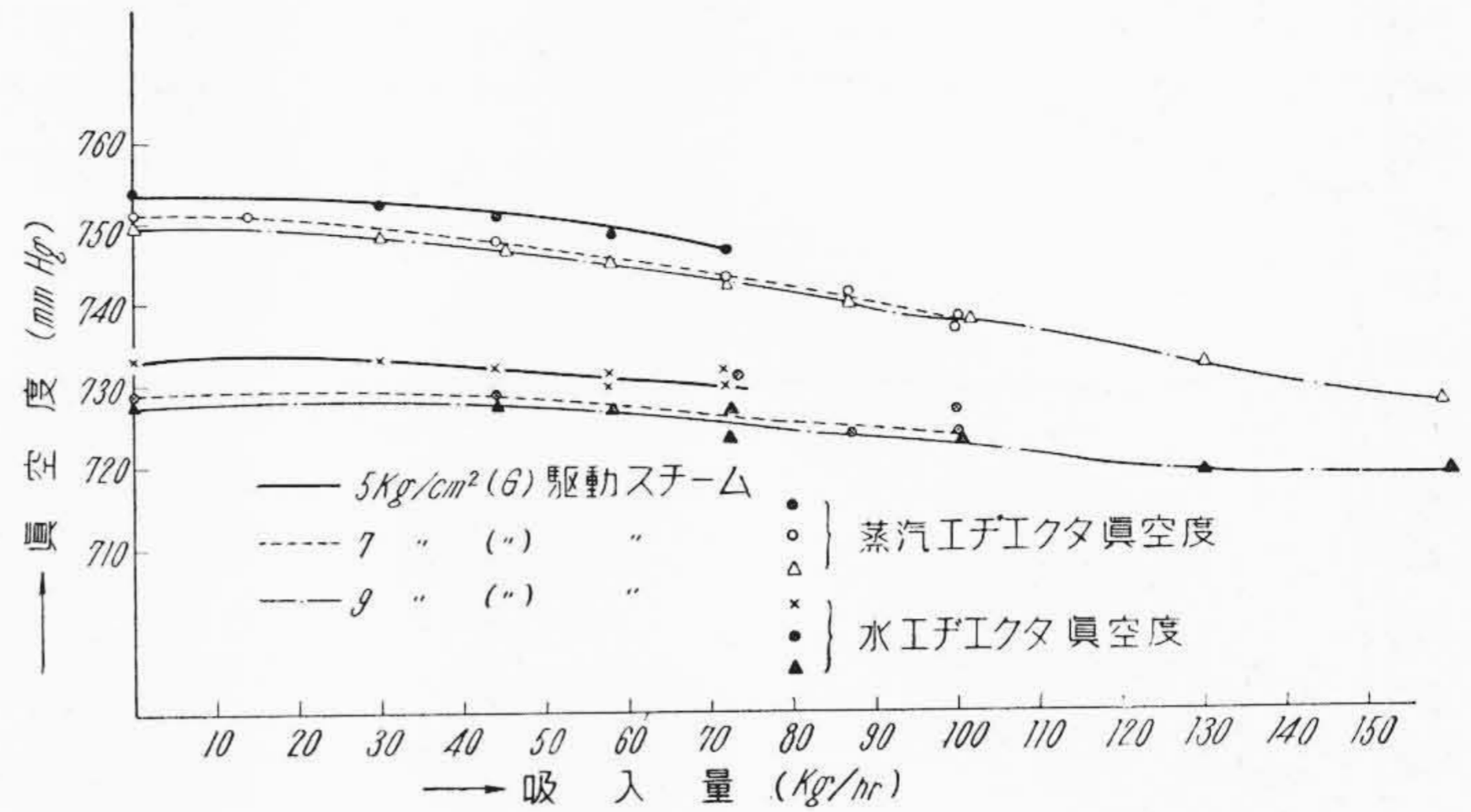
ブースタの場合には

- (i) 1本ノズル, 7本ノズルとも所要真空度において水温 12°C~13°C の場合吸入量は約2倍吸入可能である。
- (ii) 1本ノズルのものはマルチノズルに比しやゝ真空度は低くなるが吸入量の変化に対して真空度の低下が少い蒸気エジェクタの場合には

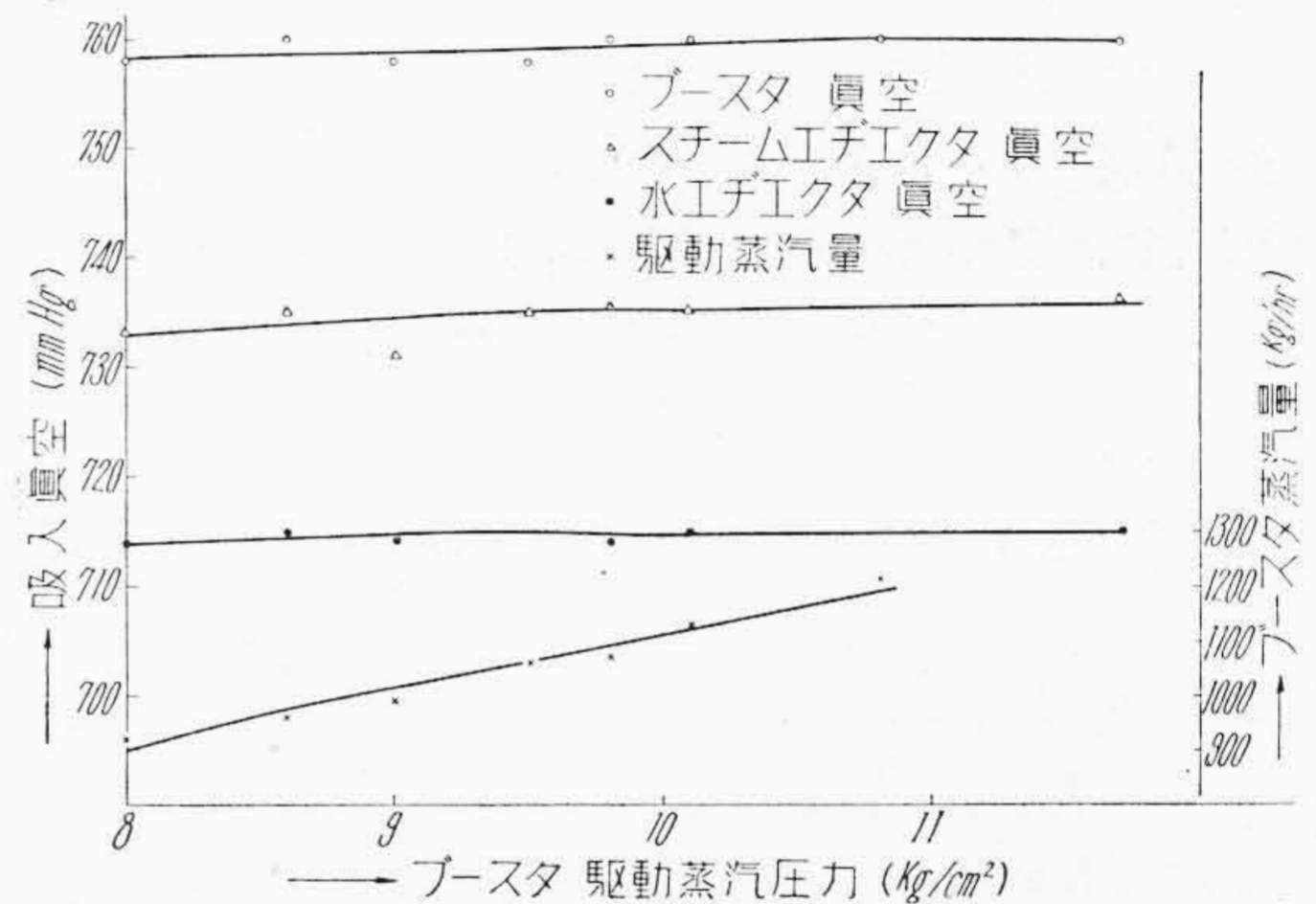


第12図 性能曲線 (ブースタ)
Fig.12. Characteristic Curve (for Booster)

第13図 性能曲線
(蒸気エジェクタ)
Fig. 13. Characteristic Curve
(for Steam Ejector)



第14図 性能曲線 (蒸気エジェクタ)
Fig. 14. Characteristic Curve (for Steam Ejector)



第15図 総合試験結果による真空晶析装置の
性能曲線
Fig. 15. Characteristic Curve of Vacuum Crystallizer

- (a) 吸入真空は駆動蒸気圧力が低い方が高真空をうる。
- (b) 空気を吸入させた場合駆動蒸気圧力が高い程放射真空を低くすることができる。
- (c) 設計圧力 7 kg/cm²(G) であり結果からみてこれより低いのは効率を低下するようである。
- (d) 吸入蒸気量が 45% 以上になると放射真空が上昇するのは実験装置で蒸気をバイパスで取つたのに起因しているようである。
- (e) 7φ ノズルで 7 kg/cm²(G) で放射真空 640 mmHg までは低くすることが可能である。

(2) 現地における実物性能試験

(A) 概要および試験装置

モデル試験では蒸気エジェクタ以外はモデルにて試験を行つたが、現地試験では各部分毎の試験を行い最後に総合試験を行つた。試験設備は納入据付現場で第1図に示すような配置のもので行つた。晶析器本体とブースタの間、バロメトリックコンデンサと蒸気エジェクタとの

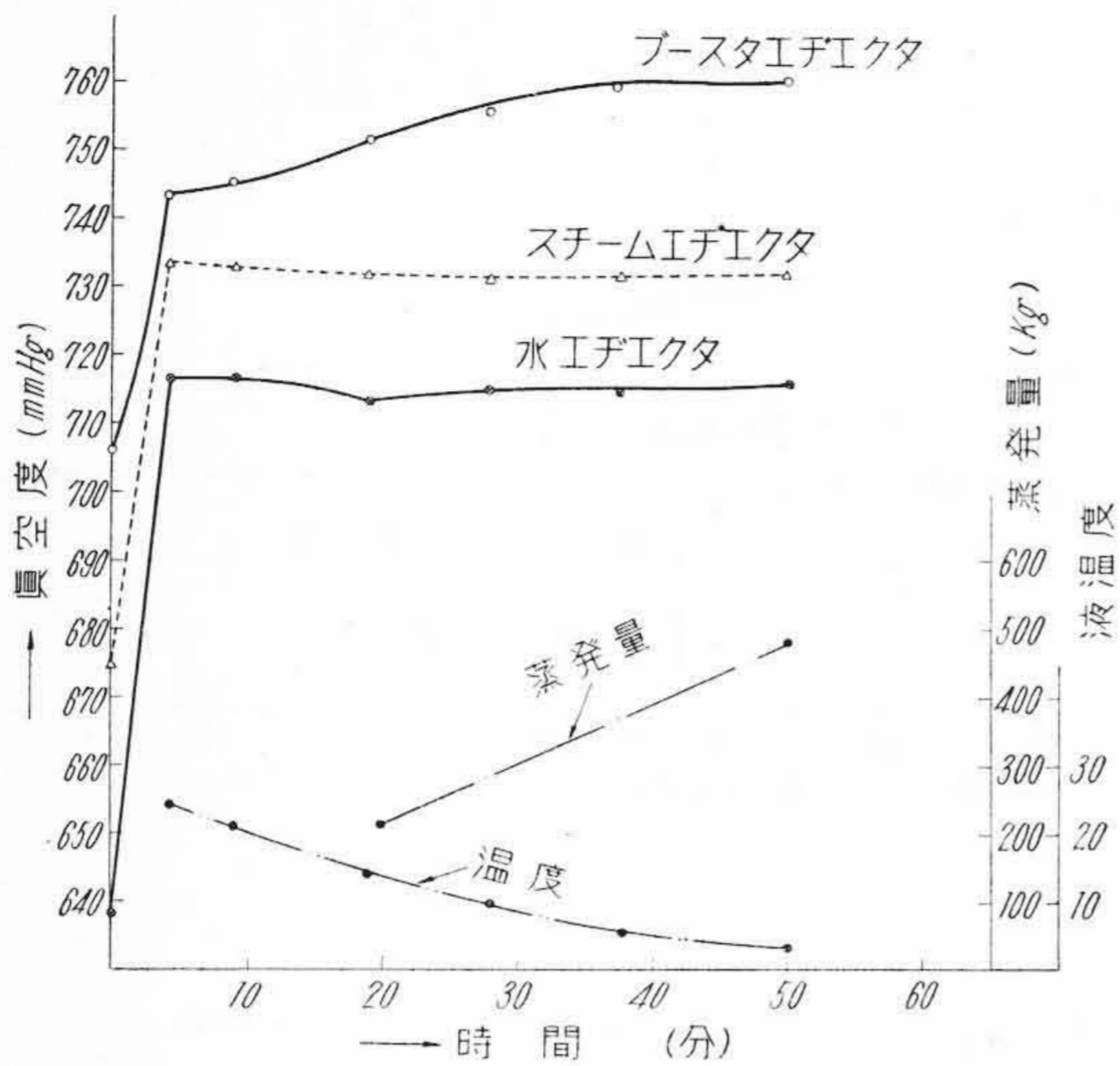
間、蒸気エジェクタと水エジェクタとの間に盲板を入れ各部分の到達真空度試験を行つた後全体の総合吸引試験を行つた。試験に用いたノズルはマルチノズルと1本ノズルについて行つた。

(B) 試験結果

単独試験はマルチノズルは角度および取付角度の関係からはつきりした結果が出なかつたが、シングルノズルの方は結果が非常に良かったが、いずれの場合もモデルテストのときと比べてみな良い結果が出た。このデータは省略する。シングルノズルを使用してバロメトリックコンデンサ、蒸気エジェクタ、水エジェクタに設計仕様の蒸気量および水量を通じて一定としてブースタの駆動蒸気量を変化させた場合の到達真空度を測定した。その結果を第15図に示す。原液の代わりに水を 13.5 kl 漲込んだ場合の吸引試験を行つた。その結果を第16図(次頁参照)に示す。

(C) 結果の検討

水エジェクタ、蒸気エジェクタ、ブースタの単独試験



第 16 図 ブースタによる水張り蒸発試験性能曲線
 Fig. 16. Evaporation Characteristic Curve (of Water Filled in Vacuum Crystallizer)

の結果からいずれも設計値を十分に満足し、モデル試験よりはるかに上回る値であつた。総合試験の結果から蒸発量は 260 kg/h 以上、真空度は 755 m/mHg で温度は 4°C であつた。計画圧力にして 1 時間を要せずして真空度 0.5 m/mHg(ata)、罐内温度 2.8~3.5°C に達しえた。

エジェクタの性能も良く蒸気消費量は蒸発量と時間的な割合から予想以上に少くすんでいる。

各抽気量関係はその他の性能についても各エジェクタはモデルテストと同様な数値を示し実物とモデルとの間に相似法則が成立することも実証しえた。

ブースタなども臨界圧縮圧力と吸入比の問題について

も相似法則が成立することを考えあわせるとモデル試験でやつた結果は大容量の装置に拡大できることも予想のつくところである。

[VI] 結 言

人絹工場の紡糸廃液より芒硝を回収するのに真空晶析装置を応用して予想以上の成績を収めたのでその概要を報告しあわせて従来の冷却式に比し真空晶析装置の有利なることを説明した。

本装置はその後紡糸廃液を用いて運転が行われ驚威的な好成績を示しきわめて少量の蒸気消費量で効率きわめて良く格段の経済的利益となつたので各社の人絹工場でもこれに刺戟され従来の方式を真空晶析装置に取替えようとされる機運が強くなつてきた。

終りにモデル試験、現地試験および試験データの整理に努力をされた日立製作所日立工場機械検査課加藤、今野両氏ならびに化学機械設計課大野氏に厚く謝意を表する。

参 考 文 献

U.S.P.: 1,865,614
 U.S.P.: 2,067,043
 G. E. Seavoy, etc.: Ind. Eng. Chem. Vol. 32, 627 (1940)
 細谷: 化学機械 7, 18 (1943)
 速水: 日本機械学会論文 7 [28] II, 11 (昭16)
 速水: 日本機械学会論文 8 [31] II, 25 (昭17)
 速水: 化学工学と化学機械 126 (1949)
 植田: 第 18 卷 67 号, 72 号 (1952)
 谷下: 第 15 号, 50 号 (1949)
 C. T. Clave: Chem. Met. Eng. 43, 190 (1936)

Vol. 16

日 立

No. 6

「家庭用電気機器」特集 (6月25日発行)

この一冊あれば家庭用電気機器のことはなんでも解ります。家庭の主婦は勿論中学、高校生にも解り易い記事を満載しています。

- | | |
|---------------------|--|
| ◎ ウインドタイプエアーコンデショナー | ◎ 八 木 ア ン テ ナ |
| ◎ 扇 風 機 と 換 気 扇 | ◎ 電 話 器 |
| ◎ 電 気 冷 蔵 庫 | ◎ 螢 光 ラ ンプ 及 び 照 明 器 具 |
| ◎ 電 気 洗 濯 機 | ◎ 電 球 |
| ◎ 電 気 井 戸 ポ ン プ | ◎ 電 線 |
| ◎ テ レ ビ 用 受 像 管 | ◎ 電 気 機 器 の 使 用 に 際 して 知 っ て お き た い こ と |
| ◎ ラ ジ オ 用 真 空 管 | |

東京都千代田区丸の内 1ノ4 (新丸の内ビルディング 7階)

日 立 評 論 社

誌代 { 1冊分 ¥ 60 千6
 6冊分 ¥ 245 (送料共)
 12冊分 ¥ 490 (送料共)