

スラリーリサイクル概説 第3章 (Part1)

スラリーリサイクル概説第1章では、スラリーリサイクルの工程上及び用語等について、分かり易く説明してきた。第2章では、ナノ粒子としての問題点や特徴、取り扱い上の注意事項について、難しい式は出来る限り扱わず説明してきた。第3章では、スラリーリサイクルのあらゆる実験データを用いて、問題点とそれに取り組んだ解決策、特許関連について説明する。

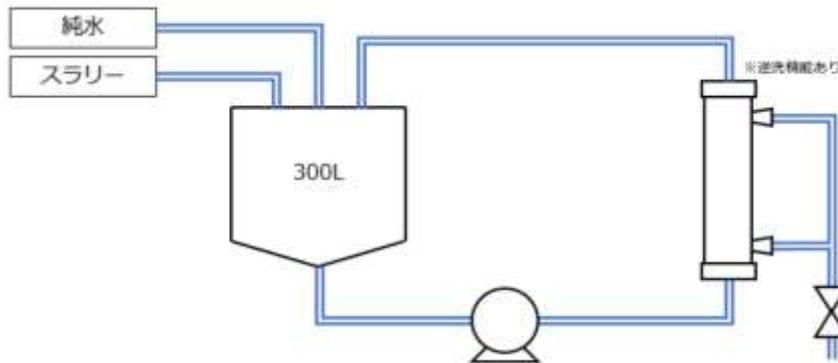


Fig 40 は、当社の前身となるキーファートック社で使用していた濃縮装置です。

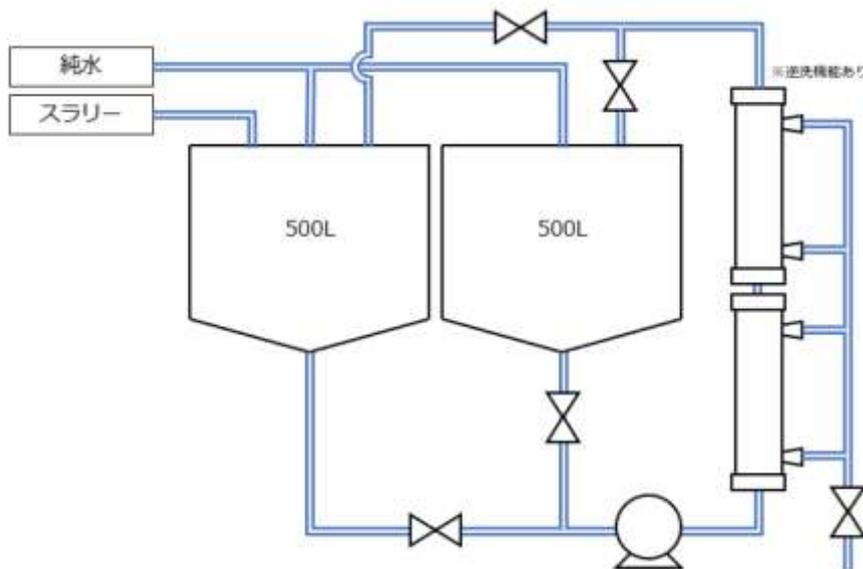


Fig 41 も、当社の前身となるエムティアル社にて使用していた改良型の濃縮装置です。セラミックフィルターは、丸形 3mm19 本セット、菱形 4mm12 本セットが単独、又は 2 本の組み合わせで使用でき、タンク 2 基を設置することで、2 段階の濃縮が可能です。

3-1 凝集

循環する配管回路を繰り返し循環した場合に、その流量（流速）と循環回数はスラリーの凝集に相関関係がある。まず、その原因として考えられる層流と乱流について説明する。



3-1-1 乱流凝集

管内を流れる層流と乱流の簡単な説明図です。層流では、境界層の流速は、 $V=0$ と言われている。乱流では、層流に比べて管内を流れる際の圧力損失は、遥かに大きいと言われている。流体において、層流と乱流の条件にはレイノズル数 Re で表している。レイノズル数 Re では、 $Re < 2300 \sim 2700$ では層流、 $Re > 2300 \sim 2700$ では乱流と言われている。配管の流れに於ける、レイノズル数 Re は、次の計算式により求める事が出来る。

$$Re = (\rho V D_h) / \mu = V D_h / \nu = Q D_h / \nu A \quad \text{--- (3-1)}$$

ρ : 流体の密度 (kg/m^3)

V : 流れに対する相対的な平均速度 (m/s)

D_h : 配管直径 (m)

μ : 流体の粘性係数 ($\text{Pa} \cdot \text{s}$ 、 $\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$ 、 $\text{kg}/(\text{m} \cdot \text{s})$)

ν : 動粘性係数 ($\nu = \mu / \rho$ m^2/s)

Q : 体積流量 (m^3/s)

A : 配管断面積 (m^2)

ここで、濃縮ポンプ回路及び濃縮フィルターのチャンネル内の流路に於けるレイノズル数 Re について簡単な表に纏めた。

表6. 濃縮装置内各部におけるレイノズル数の見積り

主な流路	管内径(m)	濃縮状況	流速(m/s)	密度(kg/m ³)	粘度(Pa·s)	レイノズル数
ポンプ～ フィルター タンク回路 主配管	0.1 (配管100A)	廃液レベル	2.12 (60m ³ /h)	998	0.001	211,000
		25%レベル	0.71 (20m ³ /h)	1,150	0.005	16,330
	0.077 (配管75A)	廃液レベル	2.98 (50m ³ /h)	998	0.001	229,000
		25%レベル	1.03 (17m ³ /h)	1,150	0.005	18,241
濃縮用 セラミック フィルター チャンネル	0.003 フィルター チャンネル 丸型3mm	廃液レベル	3.35 (60m ³ /h)	998	0.001	10,030
			2.79 (50m ³ /h)	998	0.001	8,350
		25%レベル	1.12 (20m ³ /h)	1,150	0.005	773
			0.95 (17m ³ /h)	1,150	0.005	656
	0.004 フィルター チャンネル 菱型4mm	廃液レベル	2.31 (60m ³ /h)	998	0.001	9,222
			1.93 (50m ³ /h)	998	0.001	7,705
		25%レベル	0.77 (20m ³ /h)	1,150	0.005	708
			0.77 (17m ³ /h)	1,150	0.005	708

表 6 に纏めたが、濃縮装置の主配管では、大流量運転の為にレイノズル数が 10 万から 20 万程度まで上がり、乱流を伴う運転状態となっている。このような運転を長時間行った場合のスラリーに対する影響を、その運転時間と LPC との関係を見ることで調べた実験結果を次に示す。

3-1-2 循環時間とLPCの相関関係

キーファーク社時代における市場スラリー製品Aを用いた実験データです。

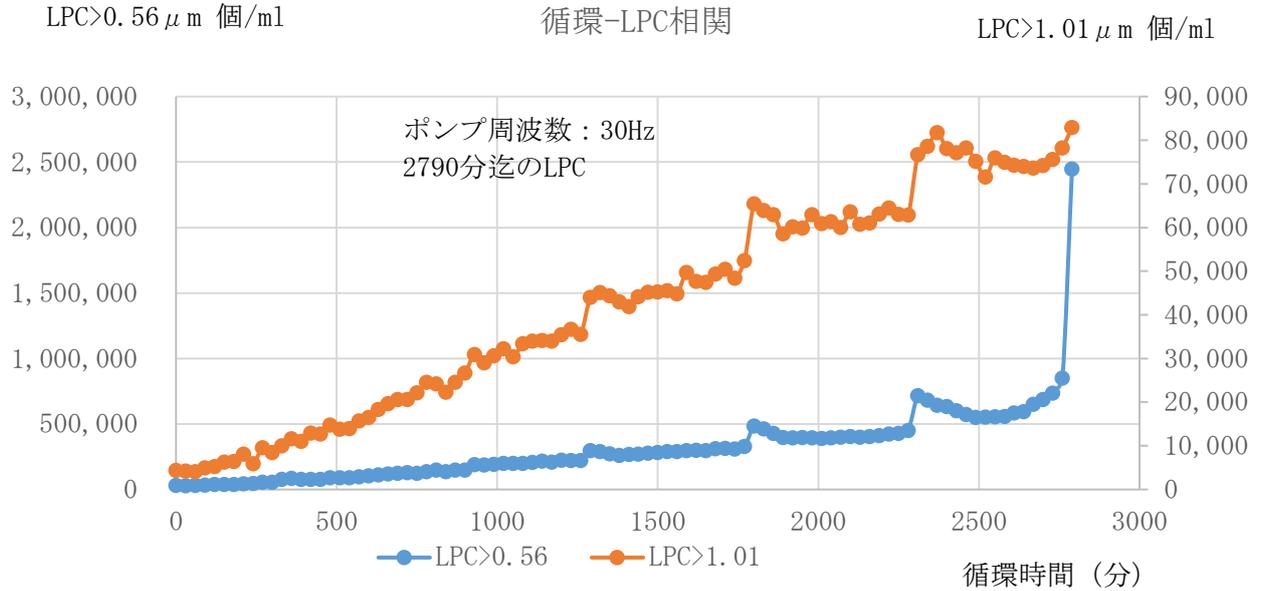


Fig 42

Fig 40 に示す装置で透過水側を閉めた状態で運転し、濃縮処理を伴わない、単純な循環運転を行った。Fig 42 は、ポンプ周波数を 30Hz にて運転した場合の、LPC>0.56 μm と LPC>1.01 μm の増加の状況を表している。

LPC>0.56 μm は、循環時間 2760 分にて急激に増加している。この場合は、限界点を示すと共に同時にゲル化に達することも表している。それに比べて、LPC>1.01 μm は増加はするが循環時間とLPCの増加は単純に比例関係にあるといえる。両値の挙動の違いは、第2章で述べた、臨界粒子径 1 μm を境にしたブラウン運動との違いと考える。

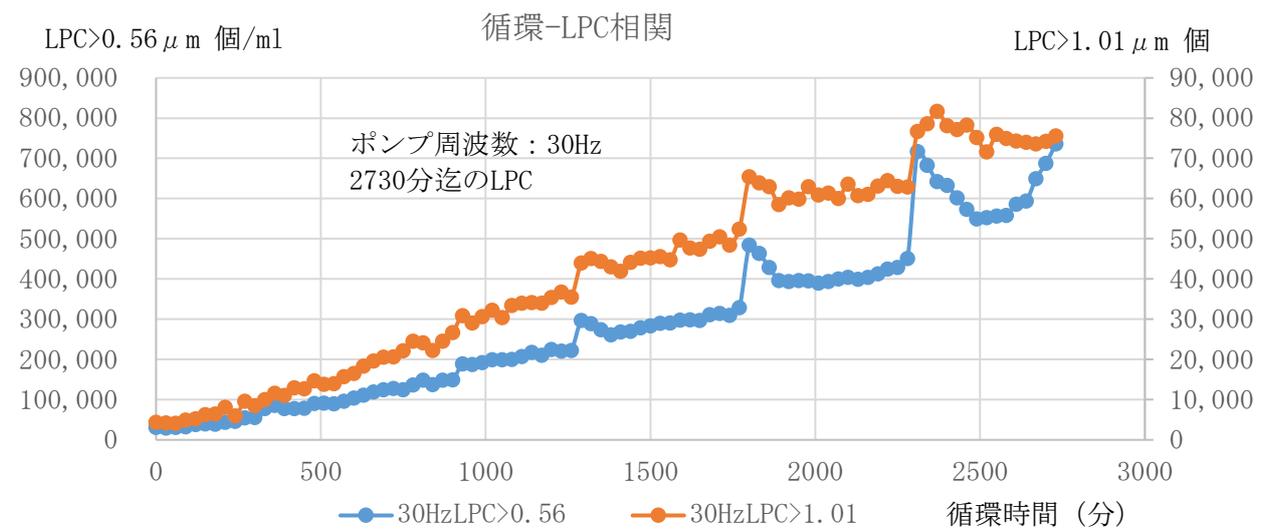


Fig 43

Fig 43 は、Fig 40 にて $LPC > 0.56 \mu m$ が急激に上昇する迄を拡大したものであり、 $LPC > 0.56 \mu m$ 、 $LPC > 1.01 \mu m$ 共に循環時間と比例関係を保っていることがわかる。

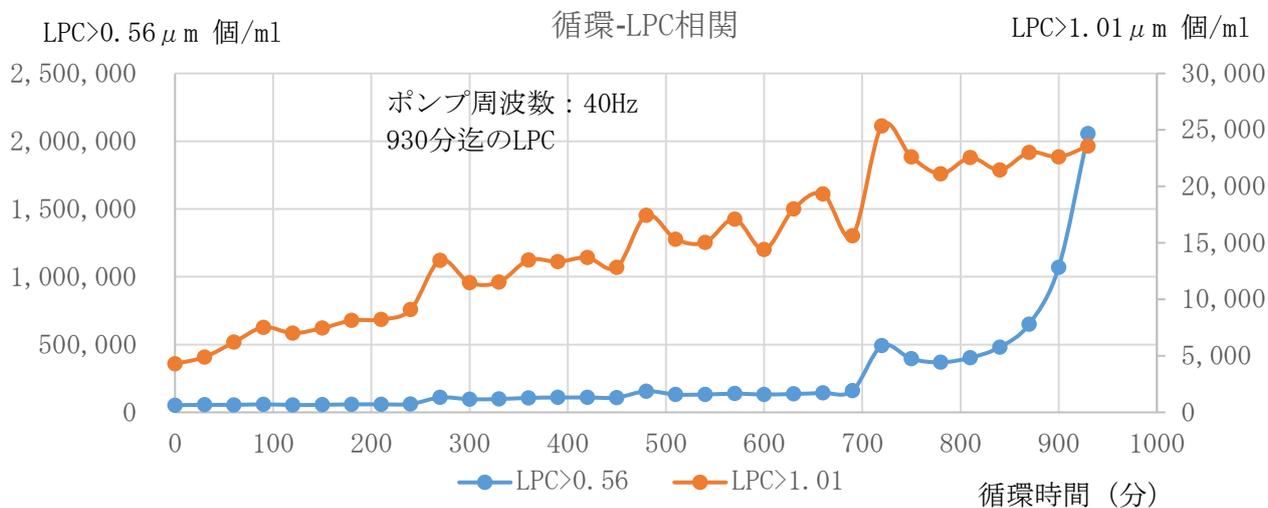


Fig 44

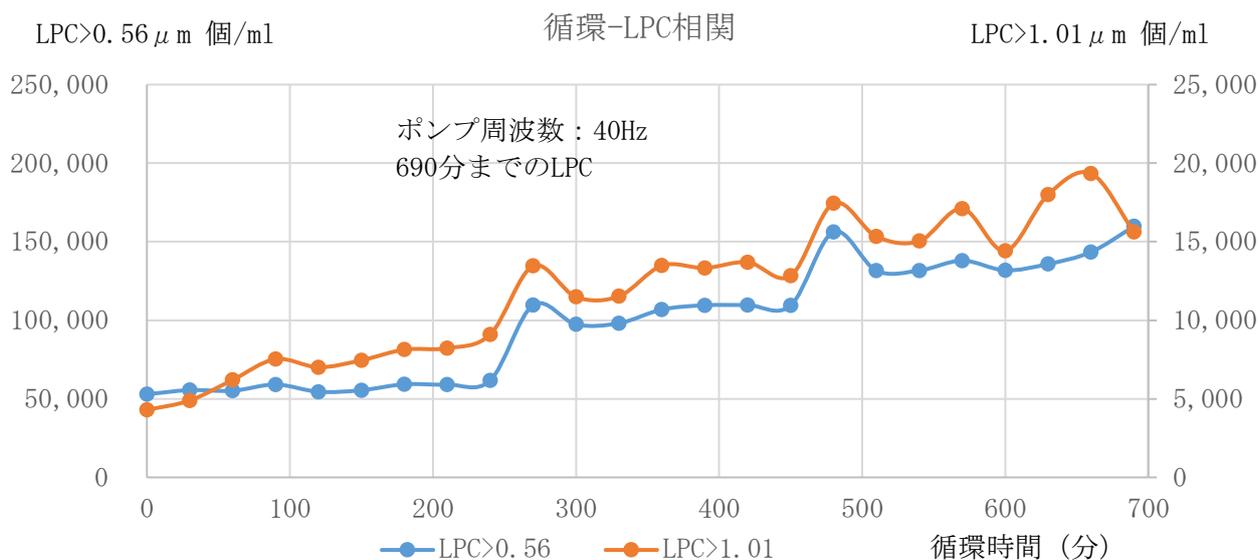


Fig 45

Fig 44 及び Fig 45 は、ポンプ周波数 40Hz における循環運転と LPC の増加の測定である。ポンプ周波数 30Hz に比べれば、 $LPC > 0.56 \mu m$ が急激に状する時間は、約 800 分と相当短くなっている。Fig 45 では、急激な上昇前の 690 分迄の状況では、Fig 43 と同じように、循環時間と比例関係を保っている。

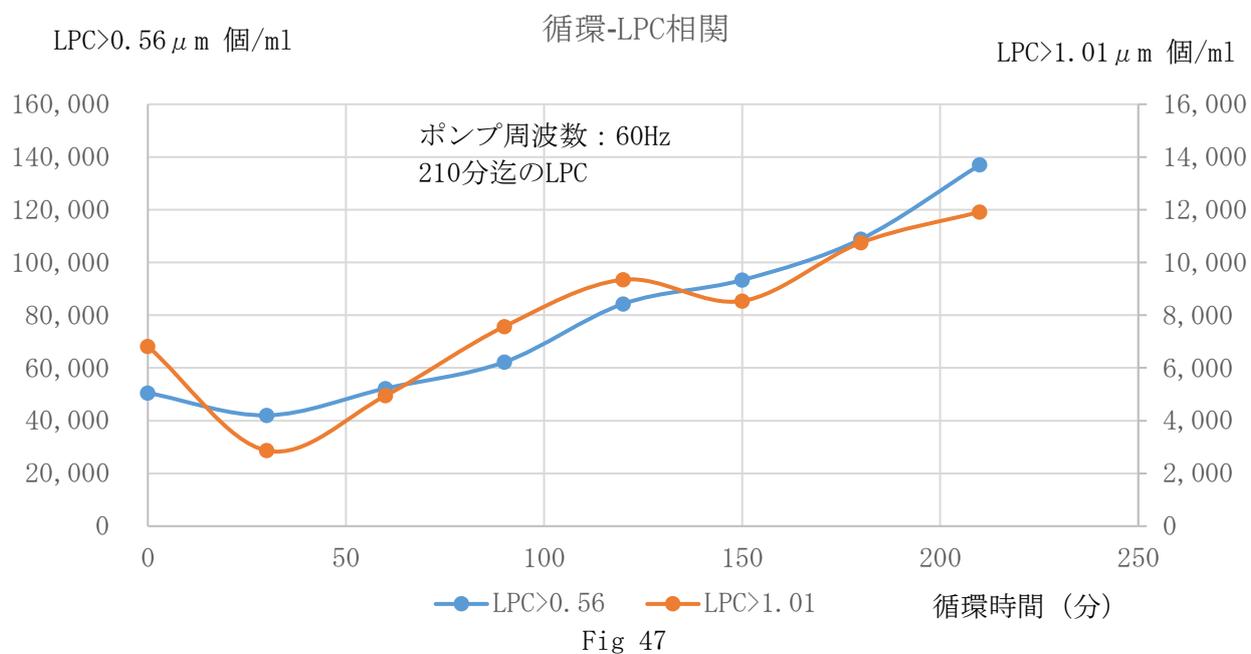
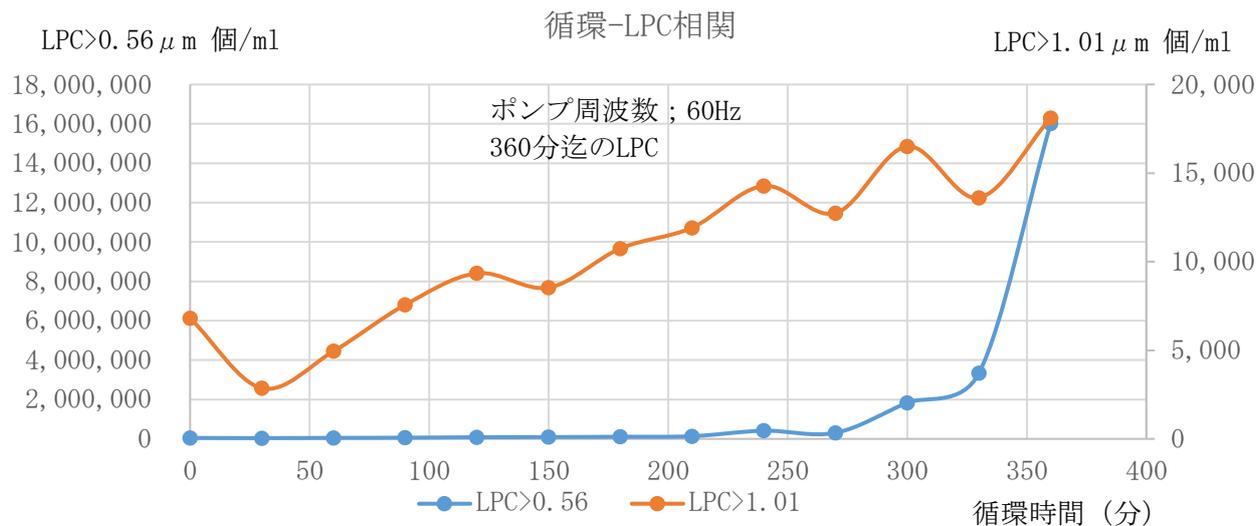


Fig 46 及び Fig 47 は、ポンプ周波数 60Hz における循環運転と LPC 増加の測定です。このポンプ周波数では配管内は強い乱流状態であり、またフィルターハウジングにスラリー粒子が流れる際にも圧力分布が想定でき、この様な異常な LCP 値を示す極限を迎える事になると想定する。

表7. 循環運転時のLPC増加結果

ポンプ運転 周波数	LPC増加から見た 安全運転時間(分)	安全運転時間内 LPC>056 : LPC>1.01	安全運転時間内 LPC増加(個/cc)
30	2730	同じ比率で増加	2584/10分 LPC>0.56 260/10分 LPC>1.01
40	690	同じ比率で増加	1548/10分 LPC>0.56 164/10分 LPC>1.01
60	210	同じ比率で増加	4117/10分 LPC>0.56 243/10分 LPC>1.01

3-1-3 ポンプ周波数とフィルター線速度の関係

Fig 40 の濃縮装置を利用して、ポンプ周波数を 20Hz、30Hz、40Hz、50Hz、60Hz の 6 段階に切り替えた時の、セラミックフィルターチャンネルをスラリーが通過する線速度を計算した。

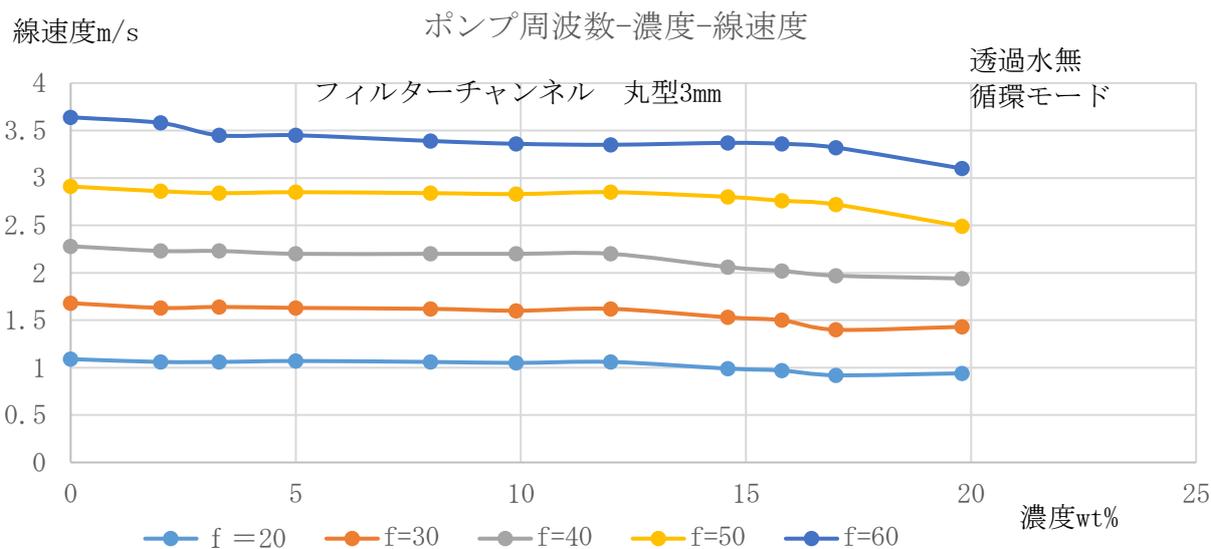


Fig 47

Fig 47 は、循環モードに於けるポンプ周波数を変化させた場合の、濃度対線速度の関係です。各周波数において、濃度が 0 より 20wt%まで上昇しても余り変化していません。次に、濃縮モードに於ける同様の関係を示します。

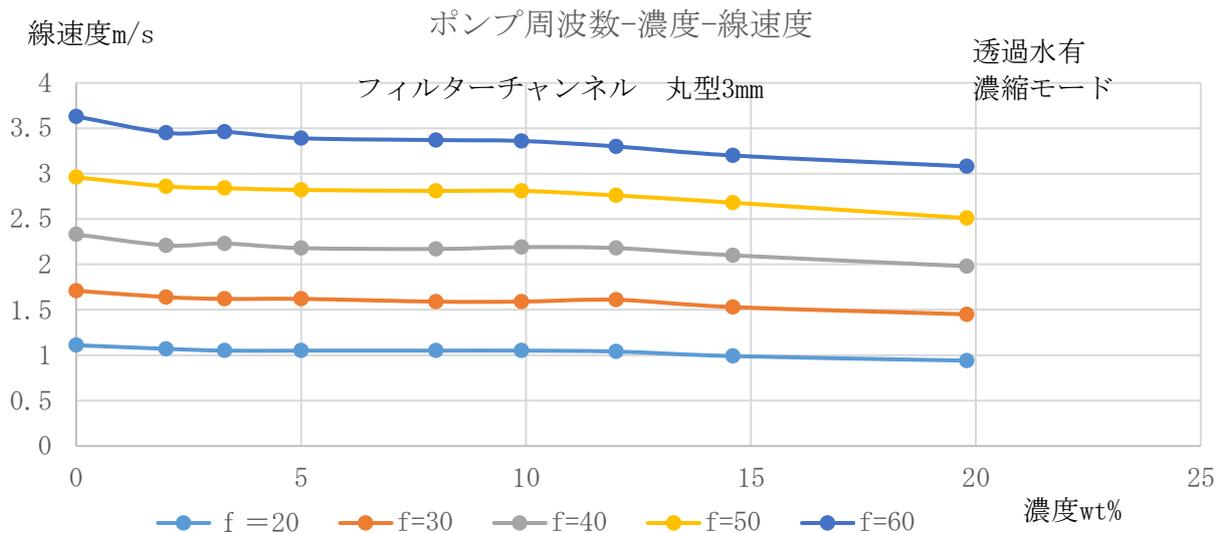


Fig 48

Fig 48 は、濃縮モードに於けるポンプ周波数を変化させた場合の濃度対線速度の関係である。Fig 47 の循環モードとほぼ同じような傾向をしめしている。使用したスラリーは新液であり、pH 値は 10.5～11.0 程度である。

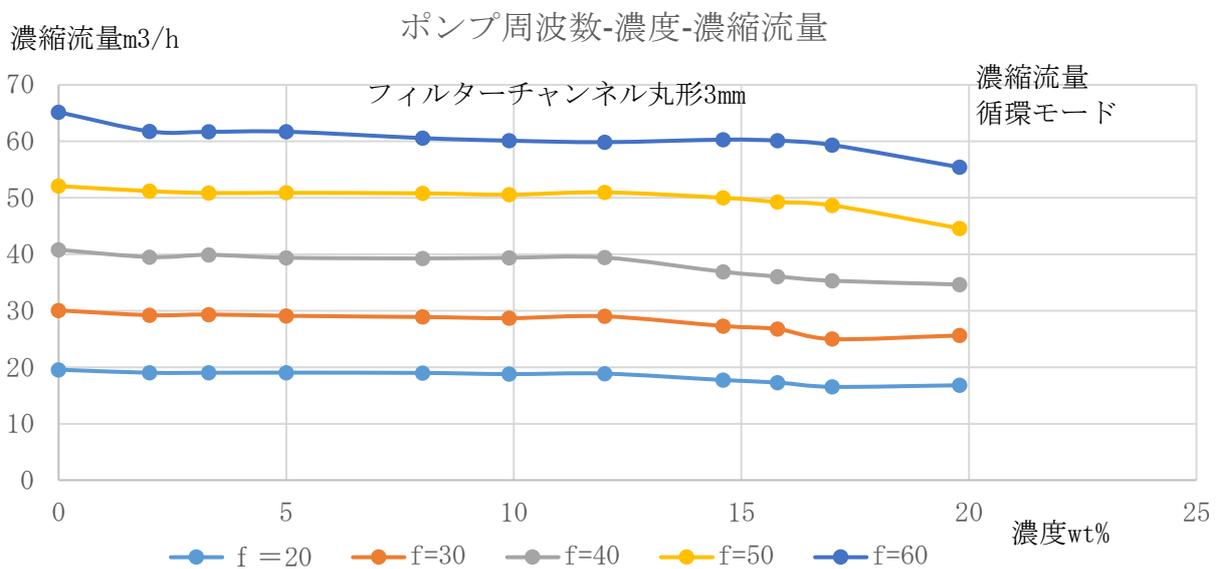


Fig 49

Fig 49 では、ポンプ周波数に対する各濃度における濃縮流量との関係をグラフに示した。Fig 47、48 に示すように、チャンネルの線速度と同じような推移である。ポンプ周波数-濃縮流量-チャンネル線速度に相関があることは実証出来た。次に、透過水量との相関について測定した。

3-1-4 実機における濃縮運転時の透過水量

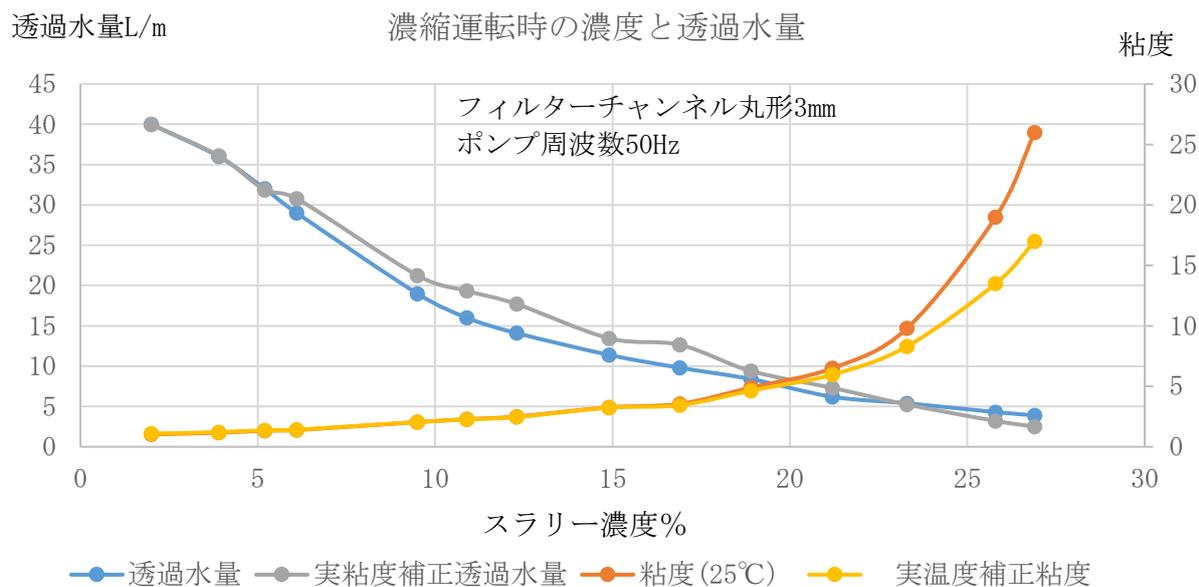


Fig 50

Fig 50 は、濃縮装置により、200 倍希釈したスラリーを、約 27wt%まで濃縮した際の透過水量、粘度の相関を測定した。粘度については、25°Cを基準にした測定値を実運転時の温度にて補正した値を実温度粘度値とした。その実温度粘度値による透過水量値を実粘度透過水量として計算値で求めた。

透過水量は粘度の影響を最も大きく受けるが、これについて「3-2 粘度」の項で詳しく見ていく。

3-2 粘度

スラリーを取り扱うに当たって、凝集と同じように重要な問題が粘度です。粘度は、温度、pH、濃度に敏感に反応するが、粘度の上昇条件は繰り返される圧力に相関がある。以下、様々な要因変化に伴うスラリー粘度変化を紹介する。

3-2-1 新液スラリーの濃度別温度-粘度について

表8. 市場スラリー製品Aの濃度別 温度-粘度の関係

粘度(mPa/s)	10°C	20°C	30°C	40°C	50°C	60°C
1.8 wt%	1.31	1.07	0.86	0.72	0.59	0.54
5.4 wt%	1.6	1.2	1.03	0.86	0.77	0.71
9.0 wt%	2.42	1.85	1.47	1.31	1.09	1.04
14.5 wt%	3.63	2.76	2.12	1.85	1.7	1.65
19.3 wt%	5.02	3.76	3.08	2.79	2.55	2.49
24.3 wt%	8.16	6.9	5.85	4.99	4.55	4.47

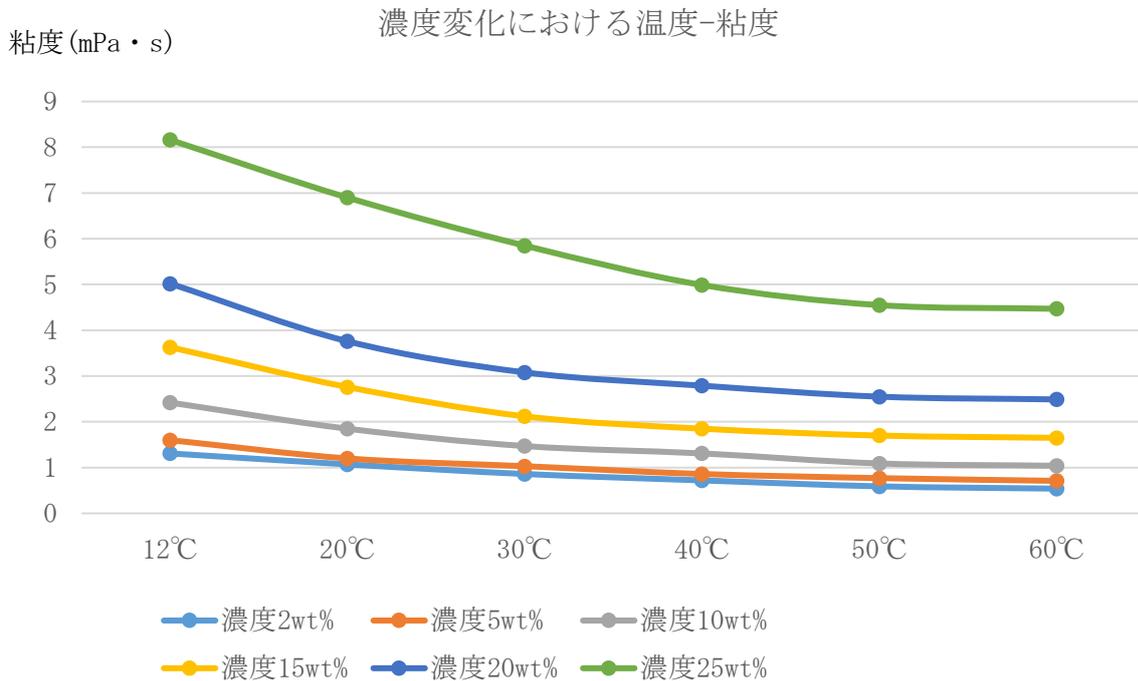


Fig 51

表 8、Fig 51 は、市場スラリー製品 A を基に 6 種類の濃度サンプルとし、12~60°C の範囲における粘度の変化を調べた結果である。ヒュームドシリカを砥粒とするスラリーは、この様な特徴的な濃度と粘度の関係を示す。

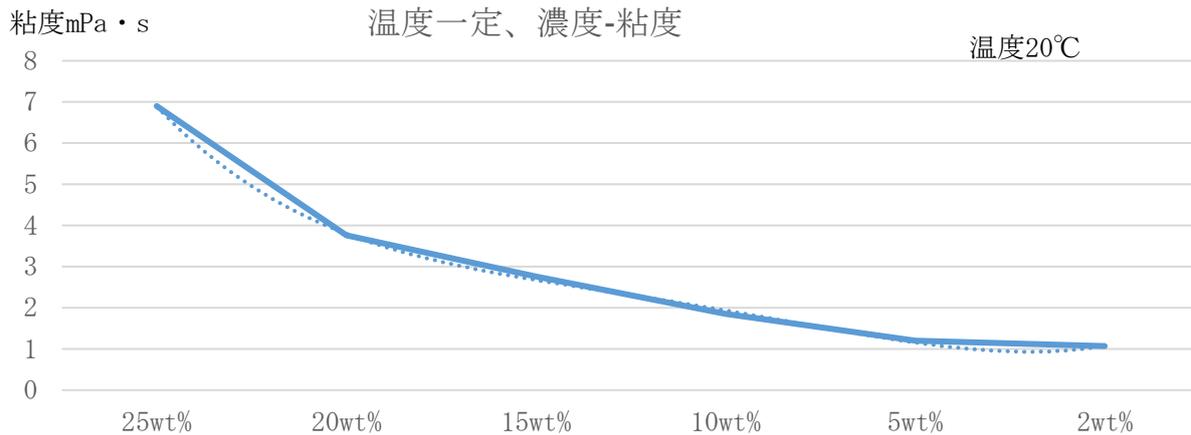


Fig 52

Fig 52 は、温度 20°Cにおける測定データを、濃度対粘度で見た。粘度は、濃度依存も大きい事が判る。

3-2-2 高粘度スラリーに純水添加した場合の変化

高粘度スラリー35ml に純水を 1ml ずつを添加した場合の粘度の変化を測定した。

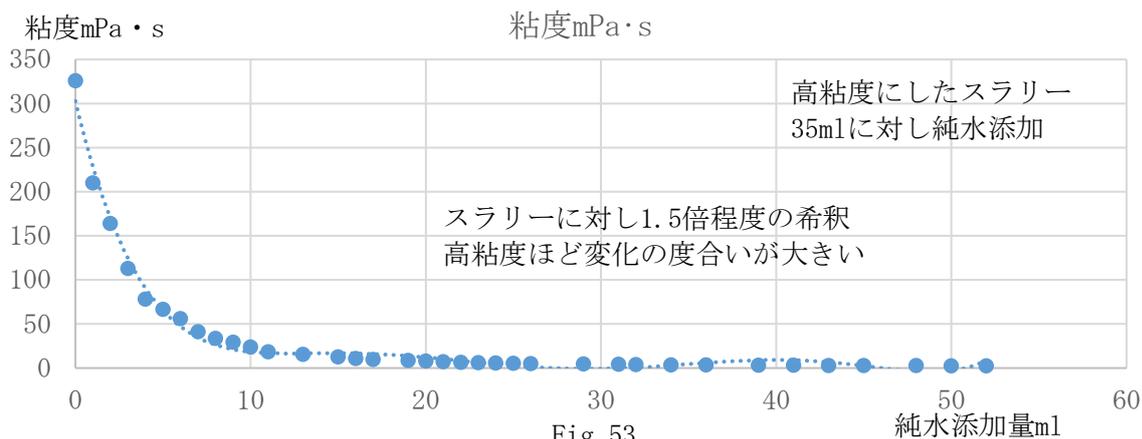
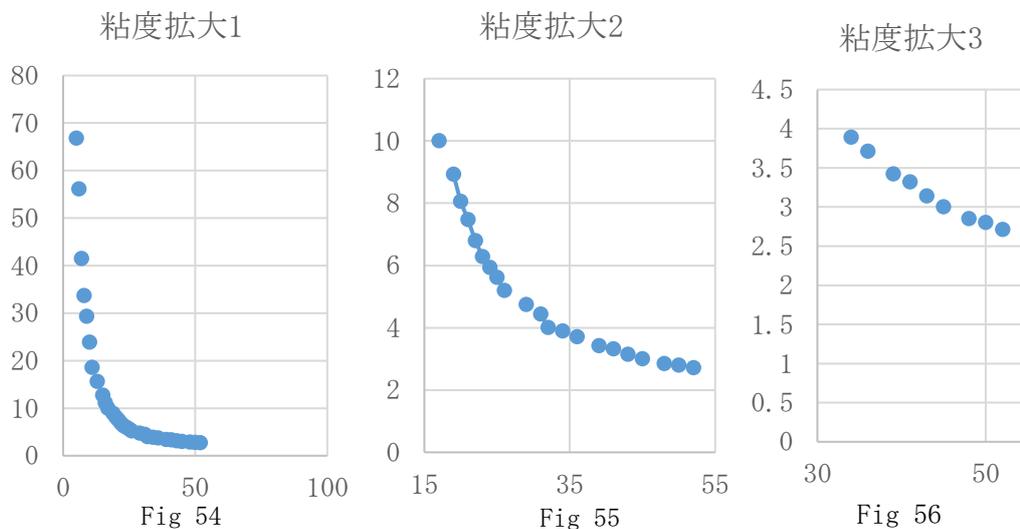


Fig 53



低粘度領域では、Fig 56 に近い変化と見なせると考える。

3-2-3 高粘度スラリーと pH との関係

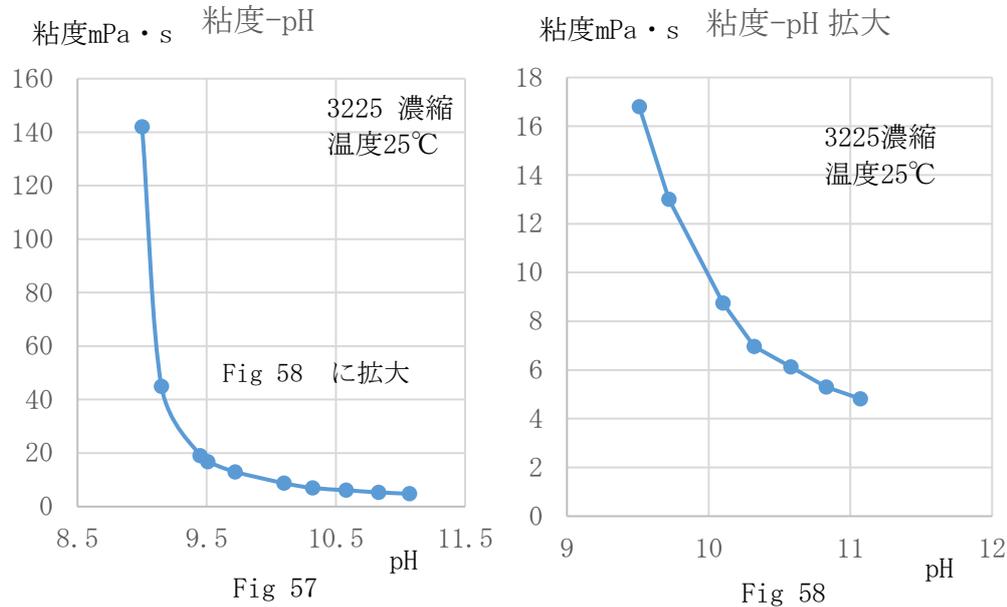
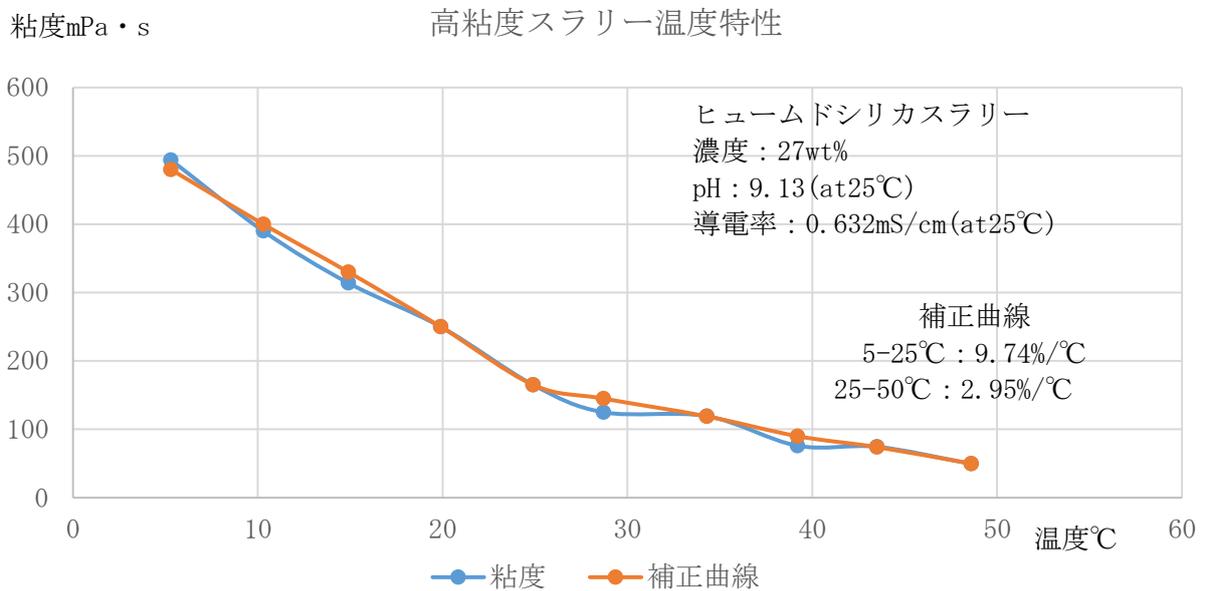


Fig 57 及び Fig 58 に示す様に、高粘度スラリー領域では大きく pH 値に依存する事が判る。

3-2-4 高粘度スラリーの温度特性



比較的中性に近い pH 値のスラリーを使って、高粘度の領域まで実験測定したが、高粘度の領域では、温度への依存性は相当高い事が判る。

粘度mPa・s

水の粘度温度特性

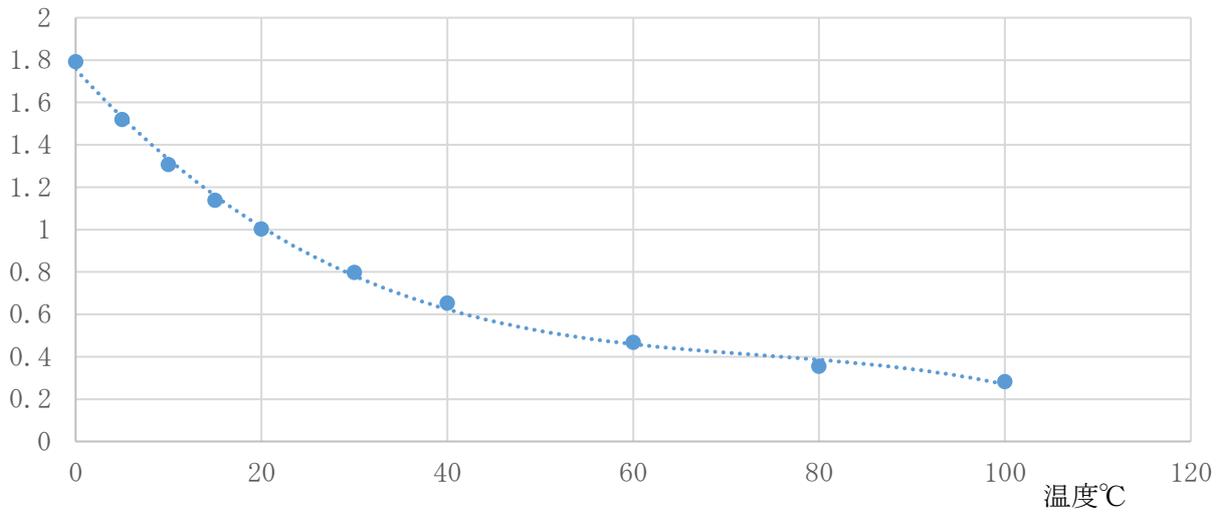


Fig 60

参考例として、水の粘度温度特性を表示した。

ヒュームドシリカスラリーでは、pH が中性に近く、且つ、高濃度領域に於いて粘度の上昇が大きく、濃縮工程を進める上で大きな課題になる事を見てきた。この課題を少しでも改善する為に、濃縮用フィルターの出入口に装着させる「アダプター」を開発し特許出願も行った。次回にこの件についてデータを基に詳しく説明する。