

# M123 微結晶発生器を付設した晶析操作による塩化ナトリウム種晶の成長促進

(千葉工大) ○ (学) 和田善成・(塩事業センター) (正) 正岡功士・

(千葉工大) (正) 松本真和・(正) 尾上 薫\*

冷却式流動層型晶析装置に付設した発生器を用いて微結晶を発生させた場合、種晶数  $N_S$  が  $2.0 \times 10^2 \text{ kg}^{-1}$  の条件下で種晶に対する微結晶数比 (以下、微結晶数比) を  $2.0 \times 10^4$  に高めると種晶表面の平滑さが顕著に失われる現象が確認された<sup>1)</sup>。本研究では、微結晶数  $N_F$  を  $2.7 \times 10^6 \text{ kg}^{-1}$  で一定とし、 $N_S$  を変化させた場合の微結晶数比が種晶の成長促進に及ぼす影響について検討を行った。

## 1. 実験装置および方法

### 1.1 実験装置

微結晶発生器を付設した冷却式の流動層型晶析装置を Fig. 1 に示す。タンク III で飽和溶液中の微結晶を溶解した塩化ナトリウムの未飽和水溶液は、熱交換器 [5]、微結晶発生器 [6] を通り晶析器 [9] に供給される。種晶は平均粒径が  $312 \mu\text{m}$  の工業塩を用いた。種晶懸濁層の体積は  $4 \text{ ml}$  である。

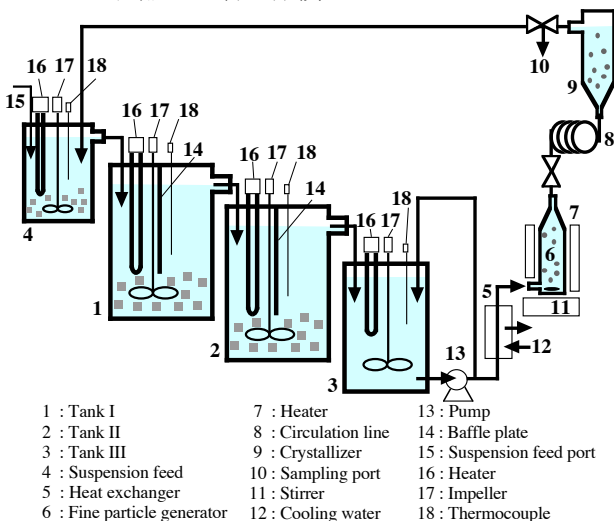


Fig. 1 Fluidized-bed crystallizer equipped with fine crystal generator

### 1.2 実験操作

$353 \text{ K}$  の未飽和溶液を熱交換器および微結晶発生器に  $82 \text{ ml/min}$  で供給し、溶液温度を  $323 \text{ K}$  まで下げ微結晶を発生させた。過飽和濃度  $\Delta C$  は  $0.11 \text{ mol/l}$  で一定である。装置内が定常に達した後、晶析器より微結晶懸濁液のサンプリングを行い、微結晶数および溶液濃度を測定した<sup>2)</sup>。本研究では  $N_F$  が  $2.7 \times 10^6 \text{ kg}^{-1}$  で一定とし  $N_S$  を  $2.0 \times 10^2$  または  $2.5 \times 10^6 \text{ kg}^{-1}$  に設定した。その際の微結晶数比は  $1.3 \times 10^4$  または  $1.0$  である。成長後の種晶はマイクロスコープを用いて表面の観察と粒径の測定を行った。

## 2. 実験結果および考察

### 2.1 微結晶数比が $1.3 \times 10^4$ における種晶の成長現象

$N_F$  が  $2.7 \times 10^6 \text{ kg}^{-1}$  で微結晶数比が  $1.3 \times 10^4$  の場合における種晶表面の時間変化を Fig. 2 に示す。種晶

の成長速度は約  $4000 \mu\text{m/h}$  であり、 $2 \text{ min}$  後に微結晶の種晶への付着が確認され、時間経過にともない種晶表面の凹凸が顕著に増加したが、荒れの修復は確認されなかった。

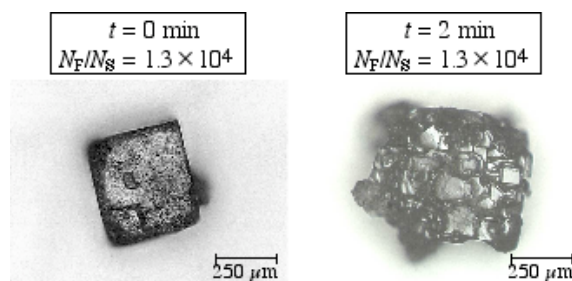


Fig. 2 Time change of seed crystal surface ( $N_F/N_S = 1.3 \times 10^4$ )

### 2.2 微結晶数比が $1.0$ における種晶の成長現象

$N_F$  が  $2.7 \times 10^6 \text{ kg}^{-1}$  の条件下で流動層内に種晶を  $2.5 \times 10^6 \text{ kg}^{-1}$  添加し、微結晶数比を  $1.0$  まで減少させた。流動層内での微結晶数は微結晶発生器出口とほぼ一致することを確認した。微結晶数比が  $1.0$  の場合に得られた種晶表面の時間変化を Fig. 3 に示す。種晶の成長速度は  $400 \mu\text{m/h}$  であり、微結晶数比が  $1.3 \times 10^4$  の場合に比べ  $1/10$  に減少した。さらに、微結晶数比が  $1.0$  での種晶表面は微結晶数比が  $1.3 \times 10^4$  の場合に比べ平滑となった。これは微結晶の付着と表面荒れの修復が継続的に生じたことに起因すると考えられる。

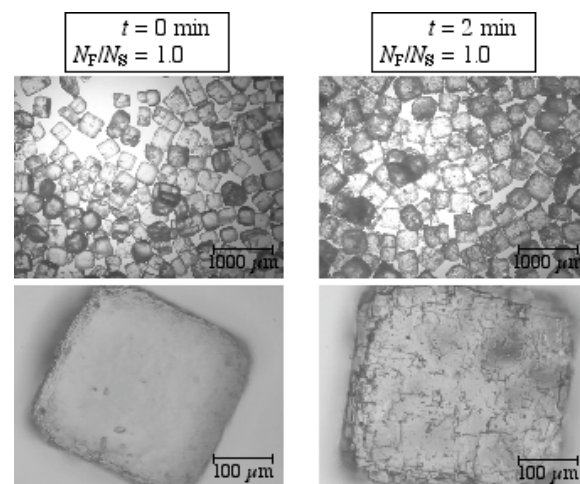


Fig. 3 Time change of seed crystal surface ( $N_F/N_S = 1.0$ )

#### Literature cited

- 1) 和田, 正岡, 松本, 尾上 : 化学工学会第 40 回秋季大会講演要旨集, W122 (2009)
- 2) K. Masaoka, M. Hasegawa and K. Onoe : Proc. 17th ISIC, pp. 1661 - 1668 (2008)

Wada Yoshinari, Masaoka Koji, Matsumoto Masakazu, Onoe Kaoru\*

\*Tel&Fax : 047-478-0415, E-mail : kaoru.onoe@it-chiba.ac.jp