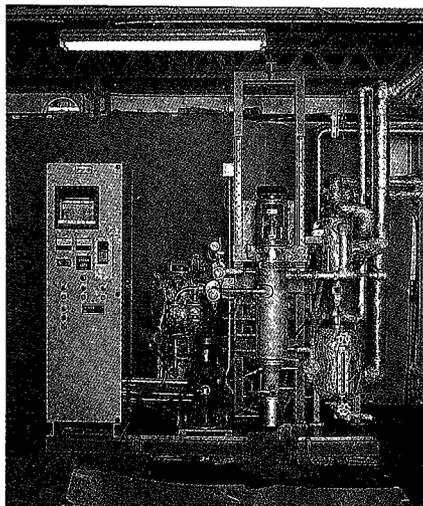


目次	CONTENTS
1 (特別講演抄録) 粉砕	1 The Grinding — Its Introduction and Topics —
7 新鋭設備紹介 —— 鏡板自動研摩装置	7 Introduction of New Machine in our Factory — Automatic Dished end Grinding Machine —
10 発泡体を用いた固体培養法による α -アミラーゼの生産	10 Production of α -Amylase by The Solid-state Fermentation Using Urethane Foams as Carriers
14 フッ素樹脂コーティングの耐浸透性に及ぼす前処理効果	14 The Effect on Antipenetration Characteristics of Several Pretreatments in Fluorocarbon Resin Coating
20 (新製品紹介) 汙過乾燥機	20 Filter Dryer
23 溶接施工要領書 (WPS) 作成エキスパートシステム	23 W.P.S Expert System
27 消化ガスの水洗浄設備	27 Hydro Scrubber for Digested Gas
33 下水汚泥浮上濃縮実験結果	33 Experiments on Floatation Thickening of Waste Activated Sludge
38 重層式冷却塔の紹介	38 Double-Deck Cooling Tower for DHC.
43 社内ニュース	43 TOPICS



〈写真説明〉

ポリマーの高品質化、高機能化が進む高分子化学工業界では、高粘度化、高温化する製品の処理に適した機器へのニーズが高まっています。このようなユーザーニーズに応じて当社が開発した高粘度液用薄膜蒸発機「EXEVA」(エクセバ)は、超高粘度物質(1万Pa・s以上)の脱揮を可能とした新しいタイプの薄膜蒸発機で、多くの特長を有しています。

In the polymer chemistry where development of higher quality and performance polymer is booming, there is a growing demand for equipment suitable for processing more highly viscous and higher temperature products. To meet such users' needs, we have developed the "EXEVA", the new type of film evaporator for handling such highly viscous liquids. The "EXEVA" is capable of removing solvents from liquids having ultra high viscosity (over 10 000 Pa・s) and has many design features.

粉 碎

The Grinding

— Its introduction and Topics —



東京大学生産技術研究所助教授
工学博士
山 本 英 夫
Dr. Hideo Yamamoto



抄録：化工機事業部 製品開発課
谷 口 十 一
Toichi Taniguchi

This is the abridgement of the lecture given by Dr. H. YAMAMOTO. General ideas and principles on size reduction are introduced, then the comparison of grindability between wet and dry grinding is discussed.

Size reduction has some limiting size which is decided according to grinding methods, crushing and grinding equipments and properties of solids. Some procedures to overcome this limiting size are described.

And mechano-chemical effect is explained quoting the experimental data on the crystal structure change of calcium carbonate.

1. 粉碎の目的と粉碎機構

粉碎とは、固体に外力を加え破壊して細かくし、粒径を減少させ、表面積を増大させる機械的単位操作をいいます。粉碎の目的は、大きく分けると粒度分布の調整、表面積の増加、成分の分離の三つに分かれます。まず粉碎されたもの、これを砕成物と呼びますが、この砕成物に一定の粒度分布を持たせ、粒度を調整することにより、流動特性を改善し、粉体の取り扱いをきわめて容易にしたり、より微細な状態で粉体を混合することにより、粉体の混合度を精密化したりします。

次に、反応や物質移動に関与する固体粒子の表面積が増加するため、溶解性や分散性が向上し、反応速度を増加することができます。またこれは焼結作用にも良い結果をもたらします。

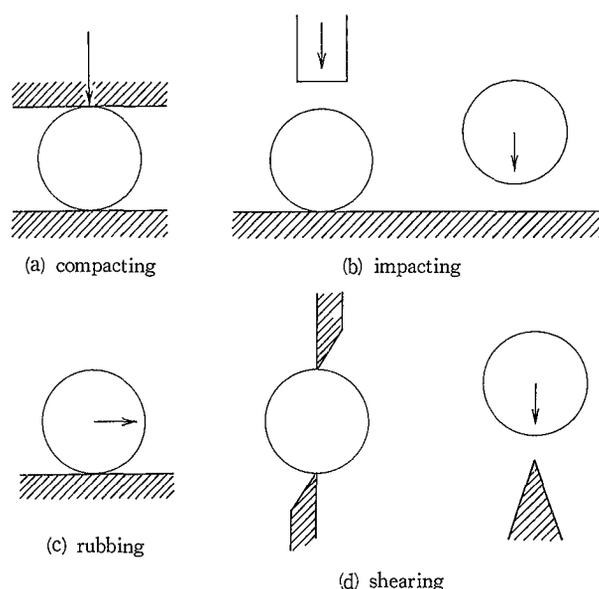
また、鉱物中の有用成分の分離回収にも利用されます。鉱石中には、多くの成分が入っていますが、ミクロに見ると、ある部分はAの含有が多い、ある部分はBの含有率が高いということがあります。有用成分が偏析しているような細かさまで粉碎して、この成分を分離、回収します。

この他にも近年注目されているものに、メカニカルな操作でケミカル反応が起きるメカノケミカル反応があります。これは、ただ単に粒子を細かくするだけでなく、細かくしていく過程で表面積が増加していく、あるいは粉碎エネルギーがどんどん加えられ粒子の表面にエネルギーが蓄積されてくると、通常の条件では起こり得ないような反応が粉碎をしていく途中で起きることがあります。これについては、後ほど少し詳しくお話ししたいと思います。

粉碎が行われるメカニズムには、第1図に示すような四つの作用が考えられています。一つは圧縮です。粒子が力

をかけられ、押しつぶされることをいいます。もう一つは衝撃です。ボールミルでいえば粒子にボールがぶつかってきて粉碎する。ジェットミルでいえば、粒子がある速度をもって壁や物にぶつかると、粒子は慣性力を持っているから、その力が効いて、ぶつかった途端に衝撃力で粒子が碎かれることとなります。

さらに微粉碎に非常に有効な粉碎作用として摩擦があります。粒子が壁や物体の表面をすべると摩擦力が働きます。この摩擦力により、粒子が摩耗して粒子表面がポロポ



第1図 粉碎の機構
Fig. 1 Grinding mechanism

口とれていきます。

四つめには微粉砕にはあまり関係がないかも知れませんが、粒子をエッジのようなもので両端から押すときに生じる剪断力による粉砕があります。

このような粉砕の機構を考えると、微粉砕には衝撃力とか摩擦力の働くような装置が良いわけですが、なかなか簡単にはいきません。

2. 湿式粉砕と乾式粉砕

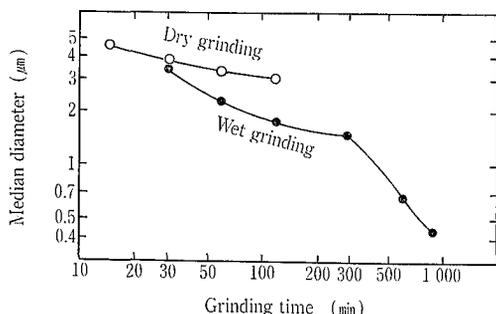
粉砕の形式は二とおりに分かれます。媒質が溶液である湿式粉砕と、媒質が気体である乾式粉砕です。いままでの微粉砕機は、御社のコボールミルを含め、湿式が中心です。一つの例としてボールミルで炭酸カルシウムを粉砕した場合を第2図に示しますが、乾式で100分間粉砕を続けても3 μm 程度までしか粉砕が進まない、これが湿式になると100分で2 μm 、1000分では0.4 μm とサブミクロンまで粉砕できています¹⁾。一般にサブミクロンまで粉砕できるのは湿式粉砕といわれています。

ところが湿式粉砕にもデメリットがあり、湿式だと粉砕したあとと固液分離しなければなりません。そのため後処理の工程が必要になります。固液分離してから乾燥すると、いったん細かくなった粒子はさらさらにならず、だんご状に凝集した状態で固まってしまう場合が多くなります。これをまた解砕しなくてはならないというような面倒な操作が必要になります。

また粒子を溶液中にサスペンドさせて粉砕機にかけるわけですから、溶液に解けてしまうような原料は粉砕できず、そうすると、溶媒をいろいろ探さなくてはならなくなります。

これに対して、乾式粉砕のデメリットは、湿式粉砕に比べると粉砕限界が粗い方にあるということです。乾式粉砕では“3ミクロンの壁”とよく言われるように、3 μm 以下に粉砕するのは難しく、現在いろいろ工夫を凝らし、やっと1 μm 程度には粉砕できるようになっているようです。

なぜ微粉砕が乾式では難しいかというと、細かくなった粒子が、気流に乗って粉砕メディアの間をすり抜けてしまい、衝突効率が低下するパス現象が生じること、もう一つは、粒子が砕けると新しくできた表面の活性が高く、付着力が大きくなることです。粉砕メディアや粉砕室の壁面が粉砕された微粉でコーティングされると、粒子がメディアや壁にぶつかっても、クッション効果のため衝撃力が



第2図 ポールミルによる湿式粉砕と乾式粉砕
Fig. 2 Comparison of grindability between wet and dry grinding

吸収され、粉砕エネルギーが有効に粒子に伝達されなくなり、粉砕効率が悪くなります。

さらに乾式粉砕の場合、操作が手軽なことから連続粉砕が多く、一般的に粒子が粉砕機の中に滞留する時間が短いので粉砕チャンスが非常に短くなり、なかなか3 μm をきれないとも考えられます。

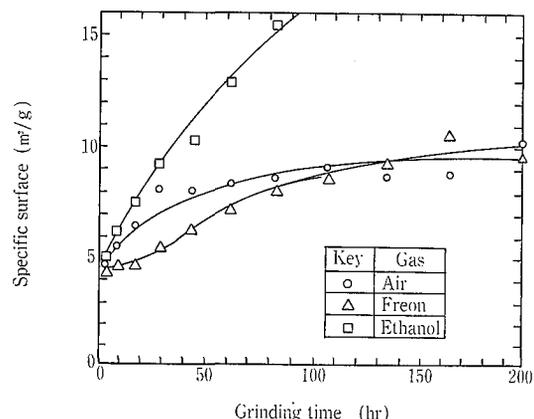
しかし、乾式粉砕のメリットとしては、操作が手軽なほか、湿式粉砕に比べて後処理が要らないことなどから、連続プロセスの中に入れて使える点があげられます。

ここで少しデータを紹介します。第2図のボールミルの例で乾式粉砕は3 μm 程度にしか粉砕されていませんが、このあたりで長時間粉砕しても、逆に粒径が大きくなる現象、すなわち逆粉砕が生じるだけで粉砕は進みません。湿式粉砕で水の中で碎料を粉砕すると、時間につれてどんどん粒子の大きさが小さくなる。非効率的ではあっても、ともかく0.4 μm 程度に粉砕できています。

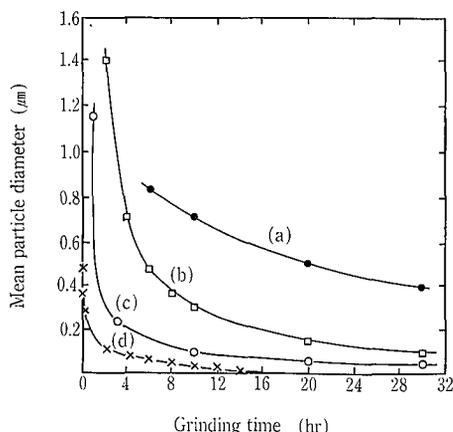
第3図の例は窒化珪素を、振動ミルで媒質を変えて粉砕したものです²⁾。エタノール液中では粉砕時間を長く取ればどこまでも粉砕できそうなデータになっています。ところが乾式粉砕として、空気中でやると、あるところまでは細かくなりますが、それ以上は頭打ちとなって、ほとんど表面積が増えない。おなじ乾式粉砕の場合でも空気ではなくガスをフロンに変えると少し様相が変わる。しかし、いづれにしても、3 μm あたりが限界という感じがします。

つぎに湿式粉砕機の主なものについて粉砕速度の比較を第4図に示します³⁾。ボールミル、振動ミルは説明を省略するとして、プラネタリーミルというのは、遊星ミルとも呼ばれ、複数の円筒状ポットを自転させながら、そのポット全体をまた大きく回転させ、大きな遠心力と複雑な運動を粉砕メディアに与えている粉砕機で、最近注目を集めている機種です。

アトリションミルは媒体攪拌ミルの一種で、ミルの中に入れた粉砕メディアを攪拌翼で強制的に攪拌するものです。媒体攪拌ミルには、こちらのコボールミルのように、二重円筒間のギャップにメディアと碎料を入れて、どちらかの円筒を廻すことにより、メディアに複雑な運動を与えているアニュラータイプのものもあります。



第3図 振動ボールミルによる液中・気中粉砕結果の一例
Fig. 3 Grinding result of SiN by vibratory ball-mill



第4図 各種湿式粉砕機の粉砕速度
Fig. 4 Comparison of various wet grinding mills
 (a) Ball mill (b) Vibratory mill
 (c) Planetary ball mill (d) Attrition mill

(a)のボールミルによる粉砕は、図のような程度でしか進行しません。これに振動をプラスした振動ミル(b)では、かなり急速に粉砕が進行します。さらに(c)や(d)になると、メディアの動きがより複雑になり、極めて短時間に粉砕が進みます。これらの結果から粉砕速度を上げるためには、メディアに複雑な運動を与え、圧縮、剪断、衝撃、摩擦などの力が有効に働くようにすることが必要です。

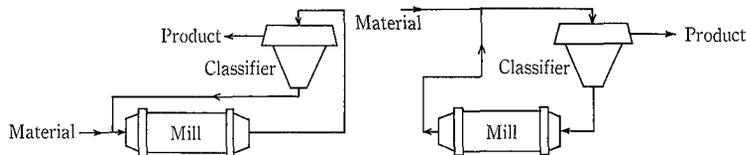
3. 粉砕限界の克服

湿式粉砕にしる乾式粉砕にしる、粉砕には限界があります。この粉砕限界の原因を考えると、一つは粉砕機側に原因があり、もう一つは粒子の側にあると思います。

粉砕機側に存在する原因として、力の伝達過程に起因する二つの点があげられます。まず粒子が粉砕エネルギーを受ける確率が低下してくることで、粉砕が進行すればするほど粒子が微細化され、粒子の数が増えていきます。そうすると一個一個の粒子が粉砕エネルギーを受ける確率は低下してきます。やむを得ないことですが、粉砕の進行とともに粒子がたくさん生成されてくるために、粉砕限界ができてしまうことになります。また粒子が細くなると、流体に乗ってメディアの間をすり抜けて逃げてしまう現象が生じます。

つぎに有効な粉砕エネルギーが、確実に粒子に伝達されなくなることがあげられます。粉砕室の壁やメディアの表面に微粉が付着すると、その付着層はふわふわしたものとなり、その間にキャッチされた粒子に対して衝撃力を期待できなくなります。粒子が細くなればなるほど付着しやすくなるので、あるところまで粉砕されると、このクッション現象が起きて粉砕エネルギーが粒子に伝達されにくくなります。

粒子の側に起因する原因としては、結晶の構造が問題になってきます。一般に粒子は多結晶構造であり、これに衝撃力なり圧縮力なりがかかると、多結晶構造の部分にクラックが入って細くなります。結晶粒の大きさのレベルにまでなると、粒子が単結晶構造になってきますから、粒子強度が強くなり、同じエネルギーを加えても粉砕できなくなります。すなわち、粉砕に必要なエネルギーが大きくな



第5図 閉回路粉砕
Fig. 5 Closed-circuit continuous grinding system

るわけです。

また粒子が細くなると、新しい表面が現れてきて表面エネルギーが増加し、凝集現象が加速されます。これは粉砕速度を低下させます。また、エネルギーが粒子表面に蓄積され、粒子表面の結晶構造が少しずつ乱れて、メカノケミカル的な現象も生じます。このメカノケミカル現象と同時進行する形で、一度粉砕された粒子同士がまたくっついて大きな粒子になる逆粉砕現象がおきてしまいます。

このような要因を取り除き、粉砕限界を克服する方法として、いろいろある中の一つに、連続閉回路粉砕があります。粉砕限界の原因に被粉砕粒子数の増大による粉砕エネルギーを受ける確率の低下がありましたが、粉砕が進行して目的とする大きさになった粒子だけを回収することによって、この確率の低下を防ぐ方法です。

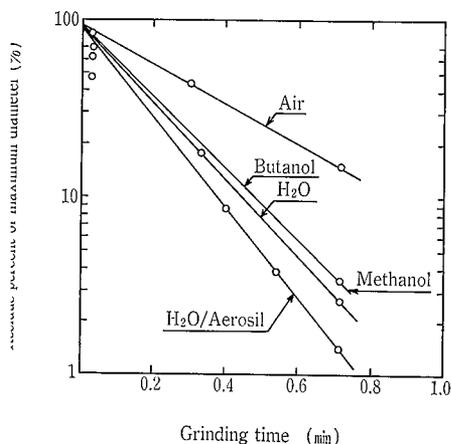
連続閉回路粉砕は、連続プロセスの中に分級機を入れ、連続粉砕機の碎成物を分級機にかけて、粗粉はもとに戻し、再び粉砕機に供給します。そして微粉を製品として回収し、取り出した分だけあらたに碎料を粉砕機に供給していくシステムです。第5図に示したように粉砕機に対して分級機を入れる位置関係によって、粉砕機前置型と分級機前置型があります⁴⁾。

つぎに粉砕媒体の改善が考えられます。メディアの大きさや材質を変えたり、メディアの運動を複雑にしていけば、粉砕エネルギーを受ける確率は増加しますし、粉砕エネルギーも大きくなるため、粒子の構造的なものからくる粉砕限界もある程度は克服できるようになります。遊星ミルのように複雑な運動をさせたり、媒体攪拌ミルのように強力なシェアを与える方法です。

昨年中国を訪問した時驚いたことに、このようなことを考えた結果だと思いましたが、今でも十分複雑な運動をしている遊星ミルを、さらに振動台の上に乗せ振動させていました。やることのスケールの大きさにびっくりしました。原理的には粉砕媒体の運動を複雑化しているのですから、いいのじゃないかと思いましたが、彼らまだデータは見せてくれませんでした。

またミル内の粒子の滞留時間を増加させる方法があります。回分式の場合には当たり前の語ですが、連続式の場合にも滞留時間を調整してやれば、粉砕限界を下げることができます。

さらに湿式粉砕の場合には、媒質の選択、水を使うのかエタノールにするのか、あるいはアセトンにするのかなどで非常に効くことがあります。液中でも付着とか凝集が起こるので、その防止にもなりますし、またある種の組み合わせでは粒子強度が弱くなる現象が起こります。



第6図 瀝青炭の乾式粉碎および各種媒液中での液中粉碎
Fig. 6 Grindability as a function of medium

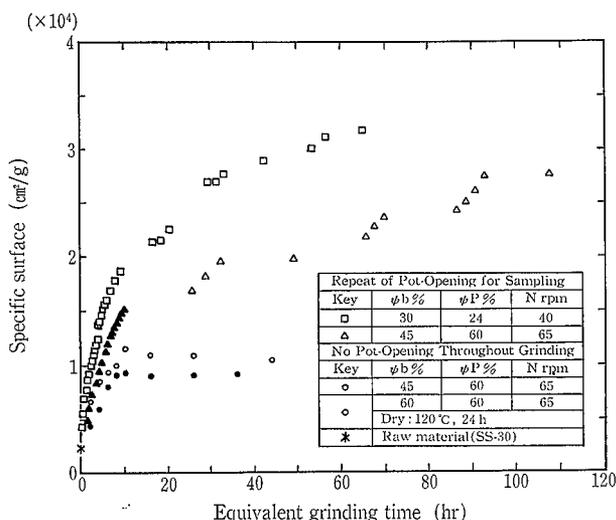
乾式粉碎では粉碎助剤の添加が効果的です。助剤が入ることにより付着力が小さくなり、クッシュニング現象が起きにくくなる、あるいは、粒子表面に粉碎助剤が吸着して粒子強度を劣化させるという現象も起きます。逆粉碎現象なども粉碎助剤で低下させることができます。

第6図は瀝青炭を媒質を変えてボールミルで粉碎した例です⁵⁾。いずれも時間の経過とともに粒子は小さくなっていきますが、空気中すなわち乾式よりもブタノール液中や水中の方が効率が良い。さらに水にエアロゾルを混ぜたものを溶媒として用いると、より粉碎されやすくなる。粉碎に使う溶媒を変えることによって粉碎効率が変わってくる例です。

さらに面白いデータが第7図です⁶⁾。ボールミルを使って石灰石を粉碎した実験で見つかった現象です。○や●印のデータは、メディアや碎料の充填率など細かな点では違いますが、いずれも碎料をミルに入れ運転を開始してからサンプリング時間までずっと運転を連続したもの、しごかって一つ一つのデータはそれぞれ独立した実験のもので、一回ポットの蓋を開けたらそれで粉碎は終了という実験で得られたデータです。これだと十時間ぐらいまでは粉碎が進みますが、そのあたりで粉碎限界にきてしまい粉碎が進まなくなっています。

ところが□や▲のデータは傾向が違っています。これら一台のミルで取ったデータで、碎料を入れて、ある時間経過したらポットの蓋を開けサンプリングし、また蓋を閉めて次のサンプリング時間まで粉碎を続ける、そしてサンプリングしてまた粉碎を続ける。夕方データを取った後は一晩中運転を続け翌朝データを取り、また同じ手順を繰り返す。そのような方法で取ったデータです。このデータを見ると、ある程度の粒度までくると粉碎限界に達したように見えるものが、蓋を開けて粉碎を再開するにつれまた粉碎が進行する。このデータからはまだまだ粉碎が進みそうに思えます。

粉碎の途中で蓋を開けるか開けないかの違いだけでデータがこれだけ異なっています。これを実験した人は仮にポットオープニング効果と呼んでいます。原因は今検討してるところだそうです。乾式粉碎では碎料のまわりのガス



第7図 ポット・オープニング効果
Fig. 7 Pot-Opening effect on grinding

雰囲気は粉碎に効いてきます。初めのデータは、粉碎途中で一度も蓋を開けないため、粉碎されて粒子表面が新しくなり、そこにポット中のガスに含まれる水分が吸着されるとしても、ポットの中の水分量には限りがあるので、あるところまでしか吸着されない。これに対しあとのデータはサンプリング毎に蓋を開閉しているため、蓋を開けることによって外の空気と接触し水分が追加されている。今のところ湿度による影響ではないかと考えられているようですが、このように雰囲気によって碎料表面の活性状態が変わってきて、粉碎が限界に達したり、進行したりします。いろいろ話しましたが、粉碎機側の問題と粉碎操作側の問題を検討することで粉碎限界を克服できるのではないかと考えています。

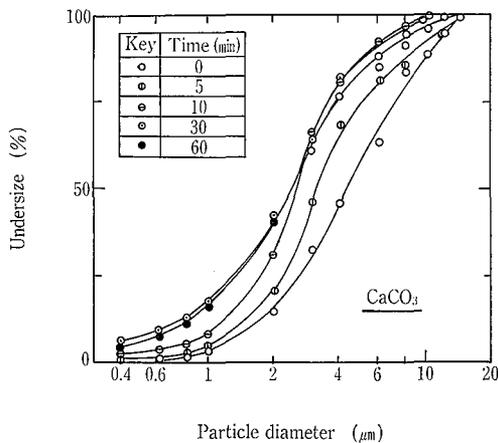
4. 超微粉体の製法

いままで粉碎限界の話をしてきたわけですが、現在ではサブミクロン以下の粒子が求められてきています。超微粉の製造方法の一つとしては同体摩擦法があります。同じ粉碎物の面をお互いに摩擦しあって、その表面からポロポロ小さな粒子を作り出していく方法です。この方法では平均で0.2~0.3 μmの大きさの粒子が生成されます。生成速度は摩擦圧力に対応して決まってくる。生成量も摩擦する速度や粒子の表面粗さによって影響されます。

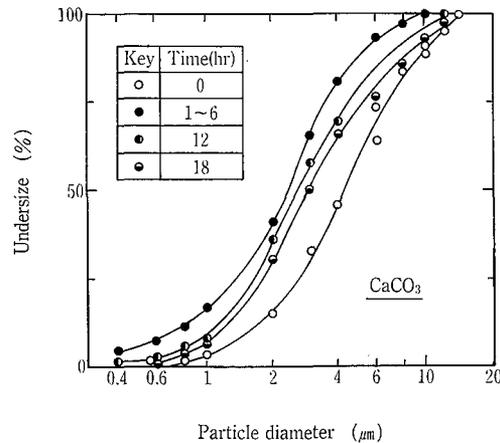
また混合粒砕という方法もあります。粉碎性の良い試料と粉碎されにくい試料を混ぜてミルと一緒に粉碎する。そうすると相乗的な効果が出て、粉碎性の悪いものは全然粉碎されず、粉碎性の良い方は非常に細かく粉碎される。このような現象があります。

混合粉碎に対するもう一つの考え方は、例えば最終的に二種類のを混合するのなら、別々に粉碎するのではなく、初めから一緒に混ぜて粉碎すると、最終的に混合もうまくいくのではないかと考えています。

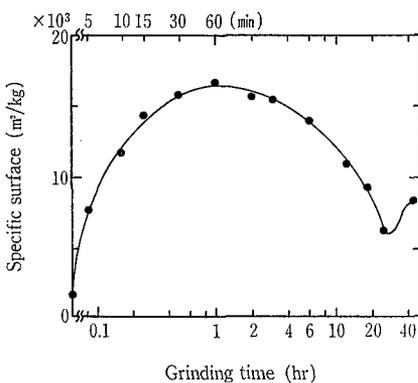
しかしこれらより、もっと面白いアイデアとして、ケミカル粉碎があります。詳細については別の機会に譲りたいと思いますが、化学反応を起こさせながら粉碎するメカノケミカル反応と似たようなものですが、その一例を挙げる



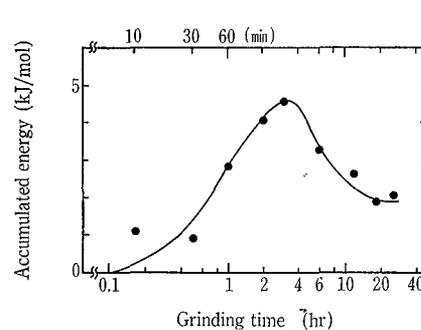
第8図 粒度分布の経時変化(0~1時間粉碎)
Fig. 8 Particle size cumulative distribution for grinding time



第9図 粒度分布の経時変化(1~18時間粉碎)
Fig. 9 Particle size cumulative distribution for grinding time



第10図
比表面積の経時変化(BET法)
Fig. 10
Change of specific surface as a function of grinding time



第11図
蓄積エネルギーの経時変化
Fig. 11
Change of accumulated energy

と次のようになります。

アイデアの出発点は強化ガラスの原理です。強化ガラスを作るのにソーダガラスを用いるのですが、ソーダガラスは成分的にみるとシリカの間にナトリウムが入り込んでいます。このNaイオンとKイオンを置き換えてやると強化ガラスになります。NaイオンのところにKイオンが入ると、NaイオンよりKイオンの方がイオン半径が大きいです。ところが既にできていた領域はNaの大きさの領域だった。そこで化学的には置換反応が起きて、KイオンがNaイオンの入っていた狭い領域へ無理やり入り込むことになります。そしてこの部分に圧縮応力がかかります。シリカの壁は圧縮応力がかかると強度が増します。こういうふうにKで置換したガラスの強度はあがります。そうすると逆はどうなのかということになります。例えばKイオンの代わりにNaイオンよりイオン半径が小さいLiイオンで置換することが考えられます。そうするとシリカの壁に引張応力がかかりガラスの強度が落ちます。今後の新しい粉碎法としてケミカル粉碎が脚光を浴びるのではないかと思います。

5. メカノケミカル効果

粉碎限界に達してもなおも粉碎を続けると、加えられた粉碎エネルギーが粒子表面に蓄積されてきて、固体表面の結晶構造が変化してくる現象をメカノケミカル効果と呼んでいます。いろいろな粒子の特性が変わってきて、粒子に

新しい機能を持たせることが可能になってきます。色が変わったり、電磁気学的にも特性が変わります。また固体表面が活性化するので、焼結温度が低下したり、溶液にとける溶解度が増大します。触媒的に考えると触媒の活性が増大したり、また反応性も良くなります。現在このあたりのことがいろいろ研究されています。私共でとったデータをお見せしてこの話をしたいと思えます⁷⁾。

乾式の媒体攪拌ミルを使って平均粒径5μm程度の重質炭酸カルシウムを粉碎しました。炭酸カルシウムの結晶形にはカルサイト、アラゴナイト、バテライトの三種類があります。天然に産するものの大部分がカルサイトの結晶形であり、しかも常温常圧ではカルサイトは安定でアラゴナイトは準安定相なので、常温常圧下ではカルサイトからアラゴナイトへの相転移は起きず、常温下で転移させるためには4500 bar以上の圧力が必要になります。しかし、カルサイトを長時間粉碎することによってアラゴナイトへの相転移が起きました。

第8、9図を見ますと、30分ぐらいまでは粉碎が進行していますが、1時間を過ぎるとほとんど進行しなくなり、6時間以上の長時間粉碎では逆に粒度分布が大きいほうに変化し始め、逆粉碎が起きています。粒度分布の変化では見にくいので、BET法による比表面積の変化で見たのが第10図です。粉碎時間が30分を過ぎるあたりから比表面積の増加は頭打ちとなり、3時間程度までほとんど変化が無く、その後比表面積は急激に減少しています。20時間後では比表面積は粉碎前とほとんど同じくらいにまでなってい

ます。

このようなことがなぜ起きるのかといろいろ考えて、粒子にたまっているエネルギー、蓄積エネルギーを測ってみました。これは溶解発熱量を測定することで測ることができます(第11図)。粉碎が進行している30分程度まではあまりエネルギーの蓄積はみられませんが、粉碎が頭打ちになる30分以後あたりから急激に増大し、3時間付近では急に減少しています。蓄積エネルギーの増加とか減少はどうかを意味するのかもしれませんが、この増加傾向、減少傾向と相まって結晶構造が変わっています。

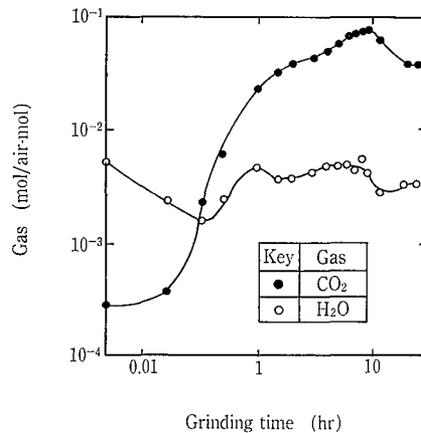
X線回折によって粉碎された粒子の結晶組成を分析したのが第12図ですが、10分から15分程度まではカルサイトの結晶形のみで結晶構造にも歪みはありません。ところが粉碎が頭打ちになり始める30分過ぎから、カルサイトの割合が減少し、X-ray アモルファスと呼ばれる不整構造が徐々に増加してきます。これは加えられた粉碎エネルギーが粒子を更に微細化するために作用するのではなく、粒子表面近くの塑性変形、すなわち格子歪みとして粒子内に蓄積されていくものと考えられます。

粉碎時間が3時間を過ぎるあたりから X-ray アモルファスは急激に減少し、同時にアラゴナイトの存在が観測されます。その割合は粉碎時間とともに増え、カルサイトは急減してきます。すなわち、アモルファスができてさらに粉碎エネルギーが蓄積されてくると、このアモルファスがアラゴナイトの結晶構造に変わって、アラゴナイトが増える分カルサイトが減っています。

さらに粉碎を続けるとアラゴナイトへの転移量は12時間程度で最大となり、その後減少傾向となります。同時にカルサイトは若干増加し、X-ray アモルファスも再び増加し始めています。これは相転移によって生成したアラゴナイトが、その後加えられる粉碎エネルギーによって格子歪みを起こしその一部が再びカルサイトに逆転移していると推測しています。

つまり、あるところまでエネルギーが蓄積されるとカルサイトからアラゴナイトへの転移が起き、転移が起きれば蓄積されたエネルギーは転移エネルギーに変わっているので、蓄積エネルギーは減少してきます。粉碎はされないが粉碎エネルギーが粒子の表面に蓄積されて、表面構造がメカノケミカル的に変わってきます。さらにある量以上のエネルギーがたまると結晶構造が変わってしまいます。

これが逆粉碎と対応しているのではないかと考えられます。第10図で逆粉碎が起きてきている領域と、第12図で結晶がアラゴナイトに転移する領域がほぼ同じです。そこで逆粉碎は、メカノケミカル的な現象に対応しているのではないかと考えています。すなわち、転移の際の結晶の再配列にともない粒子同士が接点で再結合し、より大きな粒子になると考えています。



第12図
粉碎機ミル内のガス組成の経時変化
Fig. 12
Change of gas composition in mill

また同時にミル内の気相中の炭酸ガス量の経時変化を測ると、粉碎が限界に達したあたりから炭酸ガス量がどんどん増えていき、相転移の始まる頃からはほぼ平衡値となっていました。これは粒子表面に粉碎エネルギーが蓄積されていくにつれ、炭酸カルシウムの分解・生成反応がおこって、相転移に何らかの関係をしていると思われます。いづれにしても、通常では起きないような表面の活性化、あるいは付加価値を粒子に付ける面で寄与できる操作がメカノケミカル的な操作ということになります。

むすび

粉体は、そのまわりの雰囲気によって性質が変わってきます。その粉の生まれつきかどうか、履歴によって、また置かれた雰囲気、現在置かれようとしている雰囲気というふうなもので粉の状態、性質が変わります。良い粉体処理機械を開発しても、その機械の性能を十二分に引き出そうとすると粉の性状をしっかりとつかんだ上で、その性質に対応するような処理をしなければ、どんな機械であってもその性能を十分発揮することはできないのではないかと感じています。私としては粉体工学のこれからの課題として、粒子に対するケミカルなアプローチが重要だと考えています。

【参考文献】

- 1) 小野憲次：化学装置，Vol. 28, No. 3 (1986), p. 51
- 2) 鈴木和夫，桑原好孝，水野正雄：粉体工学会誌，Vol. 20, No. 2 (1983), p. 26
- 3) 化学工学協会編：化学工学の進歩19粉粒体工学，p. 62，槇書店 (1985)
- 4) 八嶋三郎編：粉碎と粉体物性，p. 158，培風館 (1986)
- 5) 化学工学協会編：化学工学の進歩19粉粒体工学，p. 66，槇書店 (1985)
- 6) 菅沼彰，中村重行，浜田俊孝：粉碎，No. 32 (1988), p. 12
- 7) 山本英夫，菅澤正己，菅沼彰：生産研究，Vol. 40, No. 4 (1988), p. 188

注：引用図の表記法については本技報にあわせ変更してあります。

新鋭設備紹介——鏡板自動研磨装置

Introduction of New Machine in our Factory

—Automatic Dished end Grinding Machine—



(化)第2製造部
和田 博 美
Hiromi Wada
研磨工場
新小田 満
Mituru Shinkoda
技術開発本部
橋岡 啓 司
Keiji Hashioka

We have been manufacturing stainless steel or stainless clad steel equipment such as polymerizers. Grinding process is very important for them because they are often required to be finished by polishing or electrolytic polishing. We have been using a grinding machine for both cylindrical shells and dished ends made by Farros Blatter in Switzerland.

Our grinding machine can not grind such a thick dished end because its knuckle part is covered with very hard oxide film on the surface which is formed during its manufacturing process. Automatizing of grinding is needed very much because the environment of its work is very hard for workers. And also its automatizing will reduce the time for delivery and stabilize the quality of products.

This paper shows the development of the automatic dished end grinding machine which will soon start operating.

まえがき

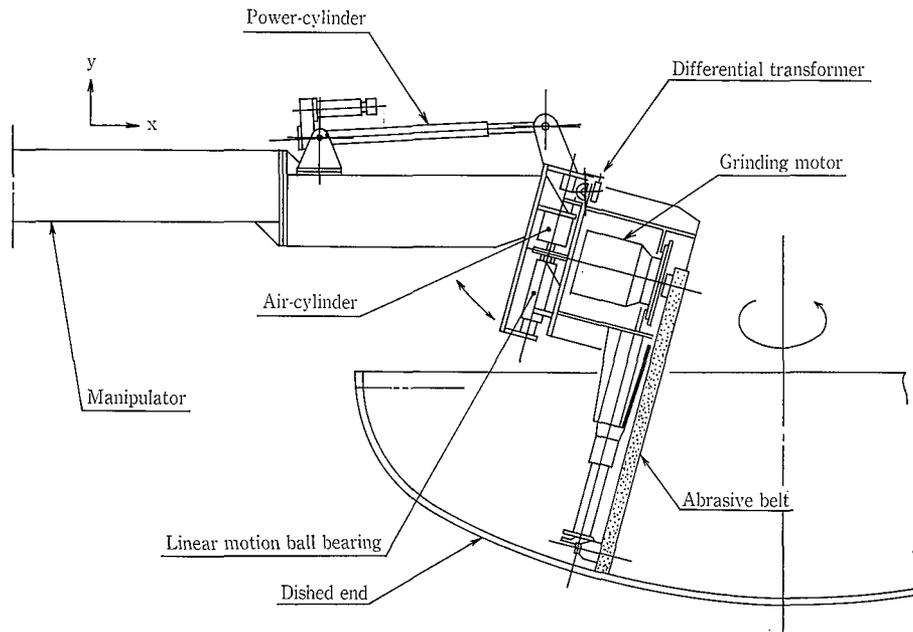
当社ではステンレスおよびステンレスクラッド鋼製重合機などの機器を製造、販売している。これらの機器は、パフ研磨、電解研磨で仕上げられることが多く、胴については従来より自動化されているが、鏡板については手作業によっている。厚肉の鏡板は加工の過程で、ナックル部に黒皮と呼ばれる非常に硬い酸化被膜が形成され、当社の所有している従来のベルト研磨機では歯が立たず、手作業によるしかなかった。厚肉のステンレス・クラッド製鏡板は、まずプレスによりクラウンRがつけられ、そのあと熱間スピニングと呼ばれる方法で、ナックルRがつけられる。熱間スピニングとは、プレスによりクラウンRのつけられた皿形の鏡板を回転させ、ナックルRをつける付近を加熱し

ながら、上下からローラで押えつけ、少しずつナックルRをつけていく方法である。この際に酸化被膜が形成される。

現在、当社ではスイスの Farros Blatter 社製の胴・鏡板兼用のベルト研磨機を使用しており、胴研磨については満足な性能が得られているが、鏡板に関しては前述のように使用不可能な状態である。研磨作業は粉塵、振動など過酷な労働条件のもとで行われているため、自動化のニーズの大きい作業であり、製品品質の向上と安定化、納期の短縮にも貢献するものである。このたび、鏡板自動研磨装置を開発したので報告する。

1. 装置概要

第1図に鏡板自動研磨装置ヘッド部の概略図を示す。x-yの2軸のマニピュレータの片方には胴研磨用のヘッド



第1図 鏡板自動研磨装置ヘッド部構造

Fig. 1 Construction of the head of automatic dished end grinding machine

が取付けられており、もう一方には図のようなヘッドが取付けられている。今回は鏡板用のヘッド部を改造し、メカトロニクス技術を応用し、優れた研摩機に改造することができた。

1. 1 装置の構成

直交座標系のX-Yのマニピレータの先にヘッド部が取付けられている。このヘッド部は、パワー・シリンダによって垂直から水平まで傾動させることができる。ヘッド部には研摩用モータ、コンタクト・ホイール（ベルトをワークに押し付けるタイヤのようなもの）、ベルトなどが取付けられ、これらがボール・スライド（直動玉軸受）にて支持されており、エア・シリンダでベルトの接触部に掛かる圧力（研摩圧）を調整できるようになっている。このエア・シリンダのストロークが50mmあり、それを差動トランスで検知している。コンタクト・ホイール近傍には、変位センサが2個取付けられており、その差からベルトの研摩面に対する角度を検知している。鏡板を載せるターンテーブルは速度サーボにて制御され、X-Y軸、傾動用パワー・シリンダは位置サーボにより制御される。また、加圧用エア・シリンダは電一空レギュレータによって設定圧力に制御される。

1. 2 新装置への要求

本装置を改造するにあたり、これまでの装置のテストで得られた問題点を解決するために、満足すべき項目を次に挙げる。

- (1) 鏡板のどの部分でも一定の研摩圧が得られる。
- (2) ベルト接触位置の線速度を一定にする。
- (3) 鏡板一回転当りの接触位置の半径方向への移動距離を一定とし、軌跡がスパイラル状になるようにする。
- (4) ベルトの回転方向は鏡板の周方向、つまり回転軸が半径方向を向くようにする。

1. 3 制御シーケンス

次に本装置の1制御周期の、制御シーケンスを示す。

- (1) 鏡板1回転当りの、ベルト接触位置の半径方向への移動距離を一定にするように、研摩面に沿ってX-Y軸によって移動する。
- (2) ベルト接触位置の近傍に取付けた2個の変位センサにより研摩面との距離を測定し、研摩面とベルトが成す角度を算出する。
- (3) 求めた角度をもとにベルトが研摩面の法線方向を向くように角度を補正する。このときベルトの接触位置がずれないように、X-Y軸も同時に制御する。
- (4) 加圧用エア・シリンダのストロークが常に中点にくるようにX-Y軸を制御する。
- (5) 現在の角度からヘッド部の自重の、ベルト方向へのベクトルを算出し、設定研摩圧との過不足分をエア・シリンダで補正する。
- (6) ベルト接触位置の線速度が一定となるように、ターンテーブルの角速度を設定する。

以上のような制御の繰返しが行われる。

1. 4 制御システム・ハードウェア

1) マイコン・システム

本装置の制御には要求される制御の速度、経済性などを考慮して8ビットで充分と考え、STDバス規格のマイコン・システムを使用した。CPUにはZ-80を使用し、8ビットCPUの問題点である数値演算の速度を向上させるために、数値演算ボードを搭載している。その他、メモリ・ボード、X-Y軸とパワー・シリンダの位置決めボード、デジタルIN/OUT、アナログIN/OUT、CRT/キーボード制御ボード、ウォッチドッグ・タイマ・ボードなどから構成されている。

2) センサ

ベルトの研摩面に対する角度は、コンタクト・ホイール近傍に取付けられた2個のうず電流式変位センサで、研摩面との距離を非接触で測定し、その差から算出している。また、加圧用のエア・シリンダのストロークは、差動トランスで検出している。ベルト研摩では、ベルトが切断したり、脱落する可能性があるため、その際には直ちに停止させる必要がある。本機では光センサを用いて、所定の位置にベルトが装着されているかどうかをチェックしている。本機は鏡板のサイズに関係なく、その形のとおり研摩していくので、始点側（鏡板の中心）は座標で判るが、終端だけは何らかの方法で知る必要がある。そこで、うず電流式の近接SWを使用して終端を検知し、そこまでくると自動的に反転するようにした。

3) マニピュレータ

X-Y軸、ヘッド部傾動用パワー・シリンダはACサーボモータにより位置決めされ、位置決めボードからサーボアンプへ制御パルスを送ることで制御される。ターンテーブルもACサーボモータで制御されるが、これは速度サーボで、D/Aコンバータからサーボアンプへ設定値が送られる。研摩圧調整用のエアシリンダは、電一空レギュレータがマイコン・システムのD/Aコンバータからのアナログ信号による設定値に制御する。ベルトを回転させる研摩モータは一般的なインダクション・モータである。

1. 5 制御システム・ソフトウェア

OSにはリアルタイム・マルチタスク・OSを使用し、装置の制御、マンマシン・インターフェイス、リアルタイム・デジタル入力、タイマ、アナログ入力のデジタル・フィルタなどのタスクが同時に稼働している。ソフトの開発にはアセンブリ言語とC言語を使用した。サーボモータのコントロール・ソフトは位置決めボードにファームウェアとして搭載されており、CPUからのコマンドで操作が可能である。アナログ入力はノイズを考慮して、ソフトウェアによるデジタル・フィルタを通してしている。ベルトの切断など瞬時に対応が必要な処理については、イベント駆動型のタスクとして登録されている。マン・マシン・インターフェイスは研摩圧、研摩速度などの条件のキーボードからの変更、現在の座標、研摩条件などのCRTへの表示を行う。

1. 6 特長

次に本装置の特長を示す。

- (1) 鏡板の形状にならっていくため、形状をインプット

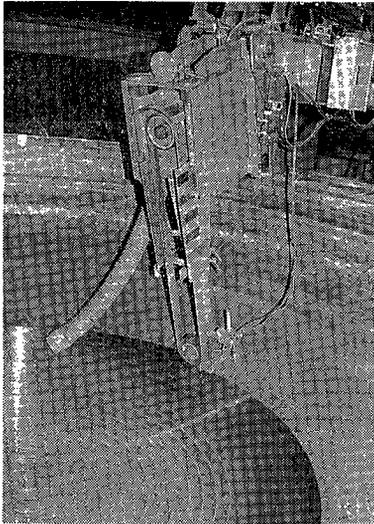


写真1
運転中の研摩機
Photo. 1
Grinding machine
in operation

する必要がない。

- (2) 鏡板の全面にわたり、一定の研磨条件（研磨圧、研磨速度など）が得られる。
- (3) 研磨面にはベルト以外のものは接触しない（非接触のセンサを使用）ので、研磨面を傷めることがない。
- (4) マイコンのマン・マシン・インターフェイスにより研磨条件を自由に変更できる。
- (5) マイコンでコントロールしているので、今後生じる要求に対して、プログラムの変更で柔軟に対応が可能である。

2. テスト結果

本装置のテストを行った（写真1参照）ので、次に報告する。

胴研磨では研磨位置の移動速度をかなり高速に設定しているため研磨圧を高くしている。これと同じように研磨条

件を設定しようとしたが、機構上の制限から無理であることが判明した。つまり、エア・シリンダで加圧しているので、エアの配管による反応の遅れ、および電一空レギュレータの反応の遅れにより、研磨面に対する素早い追従が不可能であることが判った。そこで、移動速度を胴の場合に比べて小さくして、エア・シリンダが追従できる程度にし、同時に研磨圧を小さくして切込み過ぎを防ぐように研磨条件を調整した。

これに関連するが、研磨位置の移動速度をできるだけ速くするために、鏡板を載せる際に芯出しが必要になった。できれば、適当に載せても研磨できるものにしたかったが、エア・シリンダで加圧する限り避けられない。次の機会には、芯出しを自動化したいと考えている。

前述のように鏡板の表面はクラウン部とナックル部で性質が異なるので、その研磨条件も変わる。使用するベルト、研磨圧、研磨速度などを変更する必要があるが、全自動にはせず、まず黒皮を除去するための条件でナックル部だけを研磨し、そのあと全体を研磨する。ナックル部だけを研磨する場合のスタートの位置決めは、鏡板の製造誤差を考慮しマニュアルによる。

むすび

本装置は既存の装置を改造するという制限の中で開発を行ったので、鏡板を研磨する方法として必ずしもベストな方法というわけではない。全く新しい機械を研磨の方法から考えれば、また違った方法が考えられるし、使い方や適用範囲に若干の問題点を残している。これらについては次のリプレイスのときに、今回の経験を生かし、より良い装置を開発したいと考えている。しかし、研磨面の仕上がり具合は、充分満足のいくレベルであり、かつ均一な仕上がりりが得られ、最終的な調整を経てまもなく稼動開始の予定である。今回の開発により納期の短縮、品質の向上と安定、過酷な作業の削減などの大きな効果が期待されている。

発泡体を用いた固体培養法による

α -アミラーゼの生産

Production of α -Amylase by The Solid-state Fermentation Using Urethane Foams as Carriers



技術開発本部
小林 哲 男
Tetsuo Kobayashi

The useful microbial enzyme like α -Amylase and Protease are produced by a solid-state fermentation and/or liquid fermentation. Solid-state fermentation by using molds and mycelia has been utilized to produce these enzymes.

Agricultural products like rice, soybean and wheat bran have been used as a solid-substrate. In these conventional solid-state cultivation method, therefore, it is difficult to perform on-line measurements and to separate enzymes from microorganisms.

In this paper a new effective cultivation method of *Aspergillus oryzae* was examined by using urethane foams carriers impregnated with liquid medium as a solid-substrate. Namely, the production of α -Amylase was studied by changing cultivation conditions such as the initial concentration of liquid medium, the moisture content and cultivation methods. As a results, we have obtained the α -Amylase up to 10 times as high activity as it is obtainable by submerged cultivation.

ま え が き

α -アミラーゼ、グルコアミラーゼ、プロテアーゼ、レンニン、セルラーゼなど多くの有用酵素が微生物によって生産されている。このような酵素の生産方法は、液体培養法と固体培養法に大別することができる。液体培養法は深部培養にみられるように微生物を培養液中に分散生育させる操作方法で、菌体と栄養分(基質)は均一に分散させることが容易である。一方、固体培養法は、米、麦などの固体状の発酵原料表面に微生物を付着させて培養する操作方法で、菌体と基質の培養系内における分散は不均一となる。細菌による酵素生産の場合には、その品質管理が容易でpH、温度、溶存酸素濃度、基質濃度などが測定できるため培養条件の制御がしやすいなどの理由により、液体培養法が採用されている。しかし、カビ類による酵素生産の場合には、多種多様な酵素がバランス良く生産される、液体培養では生産あるいは分泌されない酵素が生産分泌されるなどの理由で、固体培養法が採用されている。固体培養法は主に食品(醤油、味噌、清酒、みりんなどの醸造物)、飼料、生合成用酵素などの前培養あるいは直接発酵生産に採用されている。

従来の固体培養法は、

- (1) 低含水率の環境下で培養するため、液体培養法と比較して細菌による雑菌汚染が起こりにくい。
- (2) 酵素を抽出するための溶剤が液体培養法と比較して少量ですみ、工程廃水も比較的小量である。
- (3) 通気などに要する動力費が比較的小さい。

などの利点がある。

しかし、その反面

- (1) 小麦ふすま、大豆粕などの天然農作物を固体培地として用いるため、培地組成の品質管理が困難。
- (2) 基質や酸素の物質移動過程、熱移動過程に問題がある。
- (3) 発酵過程の状態量の測定が困難である。
- (4) 抽出の過程で培地由来の不純物が混入し、分離・精

製工程が煩雑になる。

などの理由により、液体培養法と比較して、培養装置の大型化、自動化、連続操作化が著しく遅れた生産性の低い培養法となっている。

このような従来の固体培養法の問題点を解決するために、液体培地を含浸させた発泡体(ウレタンフォーム)を固体基質として用いる新規固体培養法、ならびに培養装置の開発を理化学研究所化学工学研究室(遠藤勲主任研究員)と共同で進めてきた。

発泡体培養法は、菌体を担体表層に付着固定化することにより、栄養分や酸素の移動過程を改善させ、微生物の代謝活性を向上させ、また、菌体をリアクター内に保持させたまま培養液を容易に引き抜くことができるため、連続操作化を可能とさせるという利点がある。既に、発泡体を菌体の付着担体とした発泡体浮遊培養法として、流動層型バイオリアクターを用いたカビ類による抗生物質の生産を行ってきている^{1),2)}。

ここでは、麴カビによる α -アミラーゼの生産を例に取り、液体培養法による酵素生産量と発泡体固体培養法による酵素生産量の比較を行った。発泡体担体へ含浸させる培地濃度、培地の含浸率、および、培養方式(静置、振盪、回転培養方法)などが酵素生産活性に及ぼす影響を検討した³⁾。

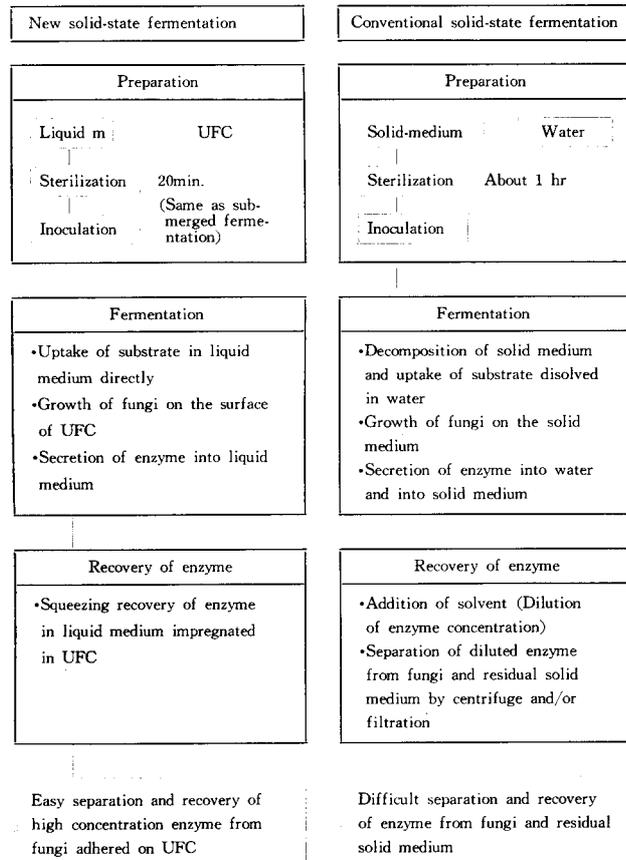
1. 発泡体固体培養技術

第1図に従来の固体培養法と発泡体を用いた新規固体培養法との比較を示す。発泡体培養法は従来の農作物を固体基質とした固体培養法と比較して、

- (1) 培地として合成液体培地を用いるので、培地組成を一定に保持することができ、液体培養法と同様な培地調整、殺菌操作が可能
- (2) 従来法では、菌体が分泌する酵素によって固体基質を可溶化し、初めて基質を菌体内に摂取できるが、発泡体固体培養法では液体培地中の基質を直接摂取することが可能であるため菌体の増殖が速くなり培養期間

第1図 新規発泡体固体培養法と従来法の比較

Fig. 1 Comparison of the new solid-state fermentation with urethane foam carriers (UFC) impregnated liquid medium and conventional one.



が短縮される。

- (3) 発泡体細孔内に菌体を付着固定化できるので、菌体を損傷させることなく担体の振盪・混合などの操作が可能となり、菌体と基質・酸素との接触を高め物質移動を促進できる。

- (4) 培養終了時には、発泡体担体を直接圧搾することにより濃厚な酵素液を回収することが可能

などの利点を有する。

固体培養法は、固体の取扱いが液体に比し著しく困難であること、固体表面部分のみが菌体増殖の場で全体としての培養効率が低い、また、分泌酵素の回収時に菌体と酵素液との分離が困難など、液体培養法と比較して多くの問題を有している。発泡体粒子を菌体の付着担体として用いる場合、基質成分を液体培地として担体に含浸させるので、菌体の増殖、酵素生産能力(生産活性)に及ぼす含浸培地濃度の影響を検討することが重要となる。また、担体に含浸させる液体培地量、および、菌体と基質や酸素の接触など物質移動を促進させる方式の設定が重要となる。ここでは、発泡体固体培養法の基本的な操作条件として培地濃度、液体培地の含浸量、および、振盪・混合などによる物質移動促進方式について、これらが麹カビの α -アミラーゼ生産活性に及ぼす影響を実験的に検討した。

Saccharose	30.0 g
Yeast extract	5.0 g
K ₂ HPO ₄	1.0 g
NaNO ₃	0.3 g
MgSO ₄ ·7H ₂ O	0.5 g
KCl	0.5 g
FeSO ₄ ·7H ₂ O	0.01 g
Distilled water	1.0 ℓ

第1表
基本培地組成
(Czapek 培地)
Table 1
Basal medium
composition

2. 実験方法

1) 使用菌株

麹カビ (*Aspergillus oryzae* var. *brunneus* (JCM 2058))

2) 使用培地

Czapeck 培地 (第1表に基本培地組成を示す。)

3) 使用発泡体

10 mm 角 (日東電工製, 土壤用PMウレタンフォーム)

4) 培養温度 25 °C

5) 測定方法

(1) pH

発泡体含浸培養液の絞りを pH ガラス電極にて測定

(2) 糖濃度

0.45 μ m メンブレンフィルターで濾過後, HPLC (Column; Shodex Ionpak KS-801, Detector; RI) で測定

(3) 菌体量

菌体付着発泡体を蒸留水で洗浄後, 乾熱乾燥 (105 °C) 重量を測定し, 発泡体重量を差し引いて算出。

(4) α -Amylase 活性

ヨウ素-デンプン反応 (Blue-Value 法) により測定

0.2% アミロスを基質とし, pH 7.0 に調整後, 酵素液を添加, 40 °C, 30 min. で反応させ, ヨウ素-デンプン反応を行わせた後, 反応液の吸光度を 690 nm で測定した。酵素活性は, 青色ヨウ素呈色強度を 10% 低下せしめた 1 ml 中のアミロスの mg で定義し, 活性の単位は DB40 °C 30' mg-Amylase/ml で表示した。

6) 培養方法

(1) 液体振盪培養方法

100 ml-broth/500 ml-flask, 振盪条件, 200 rpm で培養

(2) 固体静置培養方法

500 ml-flask に所定の液体培地量, 2.5 g の発泡体を添加し, 25 °C のインキュベーター内で静置培養

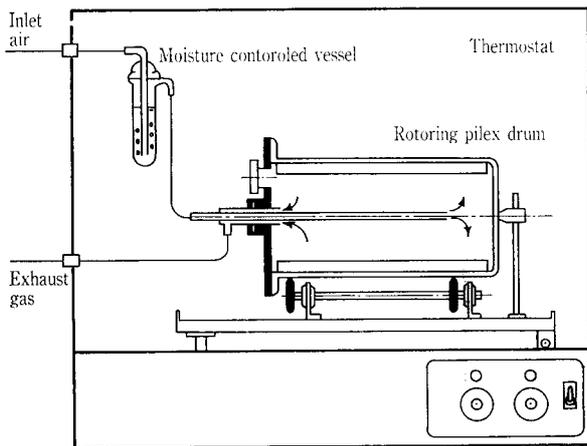
(3) 固体振盪培養方法

固体静置培養法と同様に仕込, 振盪条件, 200 rpm で培養

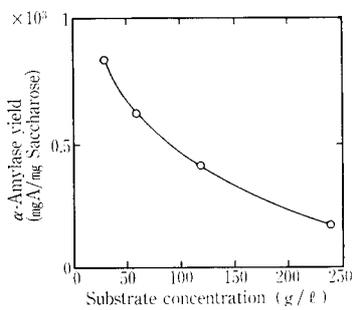
(4) 固体回転培養方法

ガラス製円筒 (直径 250 mm, 3.0 ℓ) に 120 g の発泡体と所定の液体培地を投入し, 25 °C の恒温槽内で, 回転数 45 rpm, 通気量 0.5 ℓ/min で培養

第2図に実験に用いた回転培養装置を示す。



第2図 固体回転培養実験装置
Fig. 2 Schematic flow diagram of bench scaled solid-rotating fermentor



第3図
含浸培地濃度の α -アミラーゼ生産収率に及ぼす影響
Fig. 3
Effect of the initial concentration of impregnated medium on α -Amylase yield

3. 実験結果および考察

3.1 培地濃度の酵素生産収率に及ぼす影響

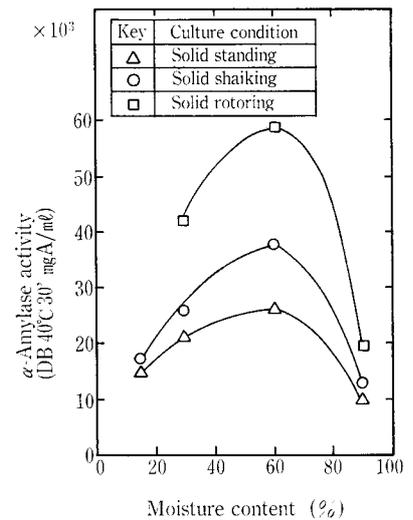
基本培地組成の糖濃度を30, 60, 120, 240 g/l (他の成分も比例的に増加)と変えて、含浸率を50%の条件で静置培養を行った。なお、含浸率は発泡体のかさ体積に対する含浸液体培地の体積割合として定義した。 α -アミラーゼ収率(添加糖量当たりの α -アミラーゼ活性)は、第3図に示すように糖濃度の増加に対して反比例的に減少し、糖濃度30 g/l以上では α -アミラーゼの生産過程に異化代謝抑制が作用していることが明らかとなった。以下の発泡体固体培養法の実験には糖濃度を30 g/lとした基本培地組成を用いて行った。

3.2 培地含浸率の酵素生産活性に及ぼす影響

糖濃度が30 g/lの Czapek 培地を、含浸率がそれぞれ15, 30, 60, 90%となるように発泡体に添加含浸させ静置培養を行った。その結果、第4図に示すように、含浸率が60%で α -アミラーゼ活性が最大となることが明らかとなった。基質の摂取、菌体の増殖、および、酵素分泌の代謝過程に最適な含浸率が存在することがわかった。以下の発泡体固体培養法では含浸率60%の条件で培養を行った。

3.3 培養方法の影響

カビ類による酵素生産においては、物質移動を促進させるために行う操作が増殖形態や酵素分泌などに大きな影響を与える。そこで、培地組成を等しくした液体振盪培養方法、固体静置培養方法、固体振盪培養方法、固体回転培養



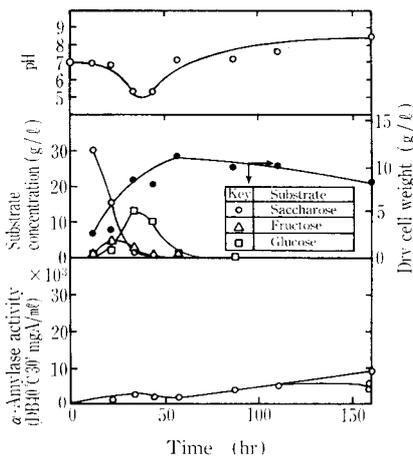
第4図 含浸率の α -アミラーゼ活性に及ぼす影響

Fig. 4 Effect of the moisture content on the α -Amylase activity

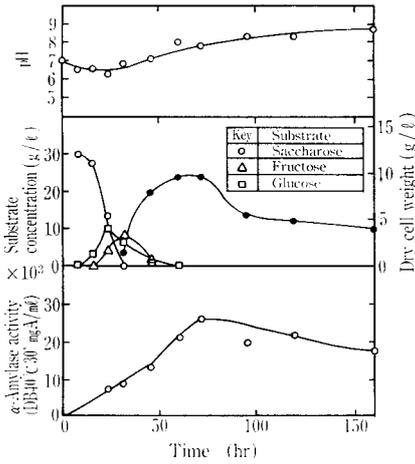
第2表 培養方法の α -アミラーゼ活性に及ぼす影響
Table 2 Effect of the cultivation method on α -Amylase activity

Cultivation method	α -Amylase activity (DB40°C30' mg-Amylase/ml)
Submerged	5 926
Solid-standing	26 667
Solid-shaking	37 778
Solid-rotoring	58 182

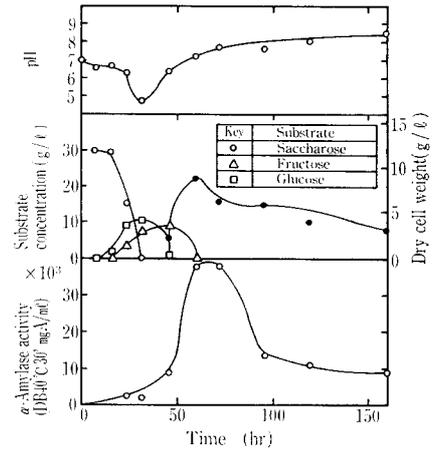
方法の各種培養方法で生産される α -アミラーゼの活性を比較検討した。第5~8図にそれぞれの培養経過結果を示す。なお、発泡体固体培養法は60%の含浸率、また、培地は基本培地組成を用いた。シュクロースはフラクトースとグルコースに分解され、培養開始後ほぼ48~72時間で消費し尽され、菌体の増殖が停止した。 α -アミラーゼ活性は糖の消費終了、菌体増殖の停止(減衰増殖期)時期に増大することがわかった。第2表に示すように α -アミラーゼ活性は、液体振盪培養方法<固体静置培養方法<固体振盪培養方法<固体回転培養方法の順に高くなり、酵素の分泌生産に関しては、固体培養法が有利となることが明らかとなった。液体振盪培養方法では、菌体は菌糸が塊状になるペレット増殖形態を示した。その結果、溶存酸素のペレット内菌体への移動が律速となり、 α -アミラーゼ活性発現が遅く、かつ、低くなったと考えられる。発泡体固体培養法では、 α -アミラーゼ生産活性の発現は培養方法で異なり、固体振盪培養方法、固体回転培養方法において生産活性が高くなった。これは、酸素供給条件の改善に伴って酵素生産活性が増加したものと考えられた。固体静置培養では、菌糸は発泡体表面外部に露出して増殖した。一方、固体振盪、固体回転培養では発泡体細孔内で菌糸が増殖し、振盪、混合による発泡体同士あるいは発泡体と反応



第5図 液体培養法における培養経過
Fig. 5 Time course of the submerged cultivation



第6図 固体静置培養法における培養経過
Fig. 6 Time course of the solid-standing cultivation



第7図 固体振盪培養法における培養経過
Fig. 7 Time course of the solid-shaking cultivation

器壁との衝突による菌糸の損傷は顕微鏡観察では認められなかった。

このように、発泡体表面で菌糸が増殖し、気相中の酸素の直接利用が可能で、回転混合操作により物質・熱移動が促進される。固体回転培養方法では、液体培養方法の約10倍、固体静置培養の約2.2倍の α -アミラーゼが生産されることがわかった。

4. まとめ

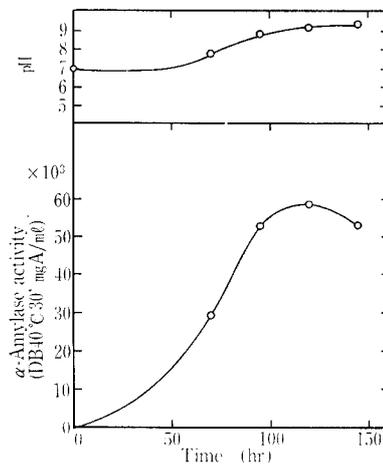
合成液体培地を発泡体担体に含浸させた固体基質を用いる発泡体固体培養法において、各種培養方法による麹カビによる α -アミラーゼ生産を検討した。その結果、酸素供給の優れた固体回転培養方法によって、液体培養法の10倍の α -アミラーゼが生産されることが明らかになった。発泡体固体培養法は、

- (1) 均質な培地の調整、滅菌操作が液体培養法と同じように容易にできる。
- (2) 菌体を発泡体に付着させたまま、容易に酵素液を分離回収することができる。
- (3) 振盪、回転混合することによって物質・熱移動を促進し、発泡体表面内に菌糸を損傷することなくほぼ均一に菌体を付着増殖させることができる。
- (4) 酸素を十分に供給でき、酵素生産活性を高めることが可能となる。

培養方法であることがわかった。

むすび

固体培養法は日本では、麹カビを利用する醸造技術に代表されるように数百年の歴史を持つ伝統技術として発達してきた。この数十年ほどの間に種麹製造などに用いられた木箱（こうじ蓋）による培養方法から機械的通气堆積培養法への転換が次第に進み、世界でも最も多く固体培養の工業技術の経験を持つ国になったといわれる^{4),5)}。固体培養法は、固体の取扱、菌体からの酵素分離に問題が多く残され、液体培養法のような自動化、連続化による生産性の向上が困難な培養法となっている。合成液体培地を柔軟で多



第8図 固体回転培養法における培養経過
Fig. 8 Time course of the solid-rotating cultivation

孔質な発泡体に含浸させた発泡体固体培養法は液体培養方法と固体培養法の長所を合わせ持つため、これらの問題点を解決し培養過程の監視、連続化、大型化を可能とする方法として期待できると思われる。

おわりに、本研究の遂行に当たりご指導いただいた理化学研究所化学工学研究室遠藤勲主任研究員、長棟輝行研究員に深謝するとともに、ご協力下さった当室関係者各位に感謝の意を表します。

〔参考文献〕

- 1) I. Endo et. al.: Bioprocess Engineering, Vol. 3, p. 63 (1988)
- 2) T. Nagamune et. al.: Bioprocess Engineering, Vol. 3, p. 173 (1988)
- 3) 小林哲男ほか: 化学工学協会第21回秋季大会講演要旨集p. 32 (1988)
- 4) R. E. Nudgett: "Solid-State Fermentation", Manual of Industrial Microbiology and Biotechnology, Chapter 7, American Society for Microbiology (1986)
- 5) 日本発酵工学会編: バイオエンジニアリング p. 235 (1985), 日刊工業新聞社

フッ素樹脂コーティングの耐浸透性に 及ぼす前処理効果

The Effect on Antipenetration Characteristics of Several Pretreatments in Fluorocarbon Resin Coating



技術開発本部
和田 耕 一
Koichi Wada
田村 俊彦
Toshihiko Tamura

Blister generates on fluorocarbon resin coating film formed on steel surface caused by a percolating solvent such as water.

We examined the effect on antipenetration characteristics of several precoated coupling agents.

This report describes the selection of effective coupling agent and its direction for use in the pretreatment of fluorocarbon resin coating.

ま え が き

フッ素樹脂は、優れた耐熱性、耐薬品性および電気特性を有することから、科学技術の粋である宇宙開発産業から我々の日常生活に最も身近な家庭用厨房品にいたるまで、ソリッド製品、シートライニング、あるいはコーティングといった形で広い範囲にわたって使用されている。

その中でフッ素樹脂コーティングは、施工対象物の形状に左右されない自由度の高いフッ素樹脂施工法であり、最も広い用途に使用されている。従来、フッ素樹脂コーティングは、120°C程度以下の使用温度で耐食あるいは非付着用途に使用されてきたが、最近、耐食用途で150°C、非付着用途で200°Cという使用条件が要求されている。

以上のことから、従来技術に新しい表面改質技術を組み合わせることによりコーティング膜の接合強化を計り、より厳しい条件下での使用に耐えるフッ素樹脂コーティング技術の開発を目的とした。

1. フッ素樹脂コーティングの概要

1.1 フッ素樹脂コーティングについて

コーティングに使用されるフッ素樹脂は、主にTFE、PFA、FEPの3種類である。これらの樹脂は、いずれも金属との自己接着性を持たないためプライマーが使用される。プライマーには、フッ素樹脂の他にポリアミドなどの接着剤成分と濡れ性を良くするための界面活性剤が添加されている。焼成温度はフッ素樹脂の種類によって若干異なるが、350~400°Cの範囲である。湿式スプレー若しくは静電粉体塗装で施工されるが、施工1回当たりの塗膜厚みは最大でも150μm程度である。耐食用途の場合、塗膜厚みで600μmを施工するためには、4~5回の焼成を必要とする。このため、プライマー中の接着剤成分は熱劣化の少ないものが選ばれている。

素地金属に対しては、アンカー効果による接着強度効果向上を考え、サンドブラストや金属溶射などが施工される。このほか、ある種のプライマーには添加剤と称して施工の直前、プライマー中に磷酸、重金属塩混合液を添加するものもある。これは、素地金属表面に磷酸塩被膜や重金属塩被膜を形成して耐浸透性を向上させるとともに、その被膜のもつ凹凸がアンカー効果となって、接着強度を向上

させていると考えられる。

1.2 コーティングにおける課題

フッ素樹脂が水溶液に浸透された場合、水あるいは水蒸気が先に浸透する。これは、水の分子直径が2.7Åと化合物質中最も小さく、一方フッ素樹脂の分子間距離はこれの数倍も大きいためである。さらにコーティング膜中に温度勾配があれば、水蒸気は温度の低い方へ拡散し、金属素地という不浸透のところで集積が始まる。その時に発生する圧力（塗膜浸透圧）が金属-コーティング膜界面に作用し剥離を生じさせる力となる。

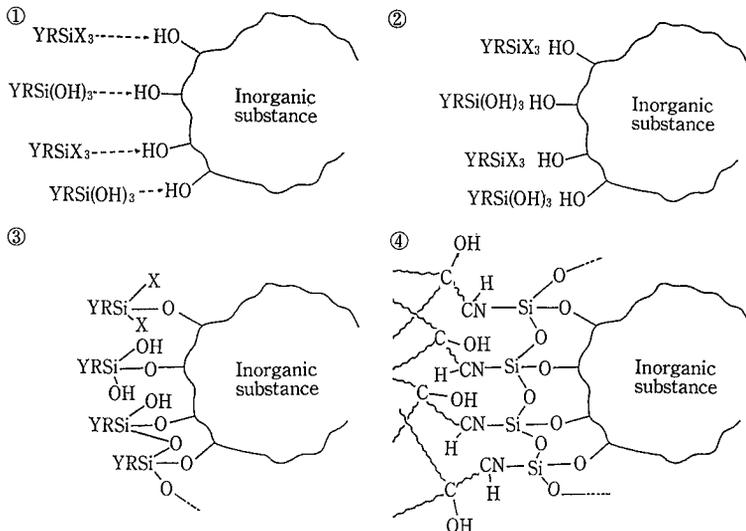
コーティング層と金属との接着が完全であれば、素地金属が水蒸気の浸透を妨げ、その近傍での水蒸気の拡散速度は急激に低下する。しかし、金属表面は大小さまざまな凹凸を持っており、熔融フッ素樹脂の金属表面に対する濡れ性も悪いため、界面にミクロ的な空気層が残ることが多い。その場合、水蒸気の拡散速度の低下はなく、この局所的未接着部への水蒸気の浸透と凝縮水による素地金属の腐食により、局所的界面破壊（膨れ）を生ずる。また、熱膨張による外力がこの局所的未接着部に応力集中を生じ剥離を生ずることにもなる。すなわち、金属-高分子界面の接着強さとその耐久性には、酸化物層と高分子との機械的結合、界面の化学結合および酸化物層の安定性が必要である。

その解決策として、

- (1) コーティング膜を厚くし、拡散距離を長くする。
- (2) 金属表面粗さを大きくする。
- (3) 金属表面の濡れ性を改善して、界面の局所的未接着部を少なくする。（カップリング処理）
- (4) 前処理により素地金属表面の酸化物層を安定化し、浸透水に対する耐浸透性を向上させる。（メッキ、化成処理など）

などの手段が効果的であろう。

しかし(1)の場合、フッ素樹脂の熱膨張係数は金属のそれより1桁大きく、コーティング層を厚くすると膜強度が大きくなり、焼成時の収縮応力や使用時の加熱-冷却による繰返し応力などによって、局所的未接着部近傍に応力集中が生じ、剥離を生じやすくなる。従って、より厳しい使



第1図 シラン系カップリング剤の反応機構
Fig. 1 Reaction mechanism of silane coupling agents

用環境に耐えるフッ素樹脂コーティングを得るためには、(2)~(4)の手段をうまく組合せた技術の開発が必要である。

2. カップリング処理

2.1 カップリング剤の用途

無機材料-有機材料系、あるいは異種の有機材料複合系の界面では相が異なるため、材料の密度、弾性率、熱膨張率、表面エネルギーの違いや濡れ性、吸着水などによりさまざまな問題を生じる。カップリング剤は、このような界面で起こる現象をファンデルワールス力、水素結合、イオン結合、共有結合などにより調節する表面改質剤である。

カップリング剤は、

- (1) 無機材料とポリマーを結合する機能
- (2) 無機粉体を有機化し流動性を与える機能
- (3) 外力を吸収する機能

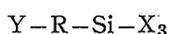
などを有し、顔料等の密着性向上、無機粉体の分散性向上、ガラス繊維強化複合材料の剛性付与などに寄与する。

2.2 カップリング剤の種類

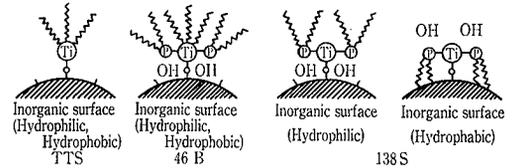
カップリング剤の歴史は、シランカップリング剤によるガラス繊維強化(FRP)が始まりである。その後の広範囲の機能要求により、シラン系カップリング剤に加え、チタネート系、アルミニウム系、ジルコネート系カップリング剤が開発されたが、工業的にはその安定性によりシラン系とチタネート系のみ利用されているのが現状といえる。また、シラン系、チタネート系カップリング剤の中においても、その核となる原子に結合する官能基等の種類により、さらに多くの種類に分類することができるが、ここでは割愛する。

2.3 カップリング剤の作用機構

シラン系カップリング剤とチタネート系カップリング剤の作用機構は異なる。シラン系カップリング剤は、一般的に次の化学構造で表される。



Xは Si 原子に結合している加水分解基であり、クロル



第2図 チタネート系カップリング剤のメカニズム
Fig. 2 Mechanism of titanate coupling agents

基、アルコキシ基、アセトキシ基などがあげられる。この加水分解基Xが溶液中または無機材料表面に吸着された水分により加水分解を受け、無機材料表面に

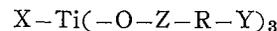
- (1) 共有結合
- (2) 水素結合
- (3) 物理的吸着
- (4) 架橋構造
- (5) 脱水分性

など機構のうちのいくつかの作用にて結合をもたらす。Yは有機材料により選択される有機官能基であり、ビニル基、エポキシ基、アミノ基などがあげられる。アルキル基Rを介してSi原子と結合している有機官能基Yは、有機材料と共有結合、濡れ性、相溶性などの機構のうちいくつかの作用にて結合をもたらす。シランカップリング剤の結合生成機構は第1図に示すように、①無機材料表面への移行、②加水分解基の無機材料表面への配向、③無機材料表面での加水分解基の反応、④有機官能基と有機材料との結合生成と進行し無機材料-有機材料系での強固な結合が得られる。

チタネート系カップリング剤¹⁾の作用機構は、無機材料の表面改質による親和性の増大によるものである。チタネート系カップリング剤は、第2図に示すそれぞれの構造に由来する表面改質効果により、

- (1) 親水性および疎水性の表面に対して完全に疎水化するもの。
- (2) 疎水化はするが表面形状の影響を受けるもの。
- (3) 親水性表面をあまり疎水化せず逆に疎水性表面を親水化するもの。

の3種類に分類される。チタネート系カップリング剤は、一般的に次の化学構造で表される。



Xは Ti 原子に結合している加水分解基である。この加水分解基Xが溶液中または無機材料表面に吸着された水分により加水分解を受け、無機材料表面のOH基10個に1分子の割合で化学結合をもたらす。一方、有機材料に配向した(-O-Z-R-Y)は、10Å程度の長鎖であり、化学構造的に近い官能基をもつ有機材料とファンデルワールス力に基づいて分子的に絡み合う。このことにより、両者の親和性が増大、加工性改善、接着性向上、耐衝撃性向上、分散性向上など多くの機能を付与することができる。被膜構造に注目すると、シラン系カップリング剤では、近接す

第 1 表 カップリング剤リスト

Table 1 Coupling agents list

No.		Structural formula
1	Silane coupling agents	$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
2		$\text{CH}_2=\text{CHSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
3		$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
4		$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
5		$\text{CH}_2-\text{CH}(\text{O}-\text{C}-\text{O})\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
6		$\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)-\text{CO}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
7		$\text{HS}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
8		$(\text{CH}_3)_3\text{SiNHSi}(\text{CH}_3)_3$
9		$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
10		$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$
11		
12		$\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$
13		$\text{H}_2\text{C}-\text{N}-(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$
14		$\text{H}_2\text{C}-\text{N}=\text{CH}$ $[\text{CH}_2=\text{CH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}$ $\text{HCl}\cdot(\text{CH}_2)_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3]$
15	Titanate coupling agents	$\text{O}=\text{C}-\text{O}$ CH_2-O
16		$\text{Ti}-[\text{O}-\text{PO}(\text{OH})-\text{O}-\text{PO}(\text{OC}_6\text{H}_{17})_2]_2$

る Si 原子が O 原子を介して互いに連鎖しながら被膜を形成しているのに対し、チタネート系カップリング剤では、表面に自由に広がり各々が独立して単分子被膜を形成している点が異なっている。

3. カップリング処理による接着強化

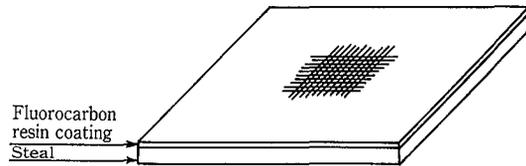
3.1 試験方法

1) カップリング剤とコーティング材料

評価対象としてのカップリング剤は、母材である鉄とプライマー中のポリアミドイミドとの接着性を考慮しながら、第 1 表に示すシラン系、チタネート系合わせて 16 種類のサンプルを選んだ。

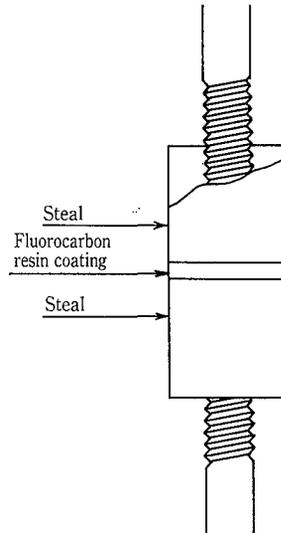
プライマーは、通常神鋼パンテック・レジン(株)にて主として用いている 2 種類(以後 A および B と称する)を用い、トップコートは、PFA を用いた。プライマー A は、添加剤 C (磷酸、重金属塩混合液)を添加することを前提としているが、C を添加しない場合についても評価試験を行った。

ここで 2 種類のプライマーの使用目的について説明すると、プライマー A は C を添加することを前提につくられているため、C を添加しない場合には母材との接着性がほとんど得られないが、C を添加した場合には、非常に強固な接着性が得られる。しかしこの添加剤 C は、重金属塩を含有しているため、プライマー A の使用は医薬、食品工業以外の分野に限定される。これに対しプライマー B は重金属などの添加剤を含まないため、医薬、食品工業にも使用できるものの、プライマー A ほどの強固な接着性が得られない。以上のことから、プライマー A に C を添加した場合の接着強度を基準としその 2 倍の接着強度と耐浸透性を目標とした。カップリング剤の評価には、基盤目試験、引張り試験、浸透試験を用いた。



第 3 図 基盤目試験片模式図

Fig. 3 Typical figure of cross-cut test piece



第 4 図 引張り試験片模式図

Fig. 4 Typical figure of tensile test piece

2) 基盤目試験

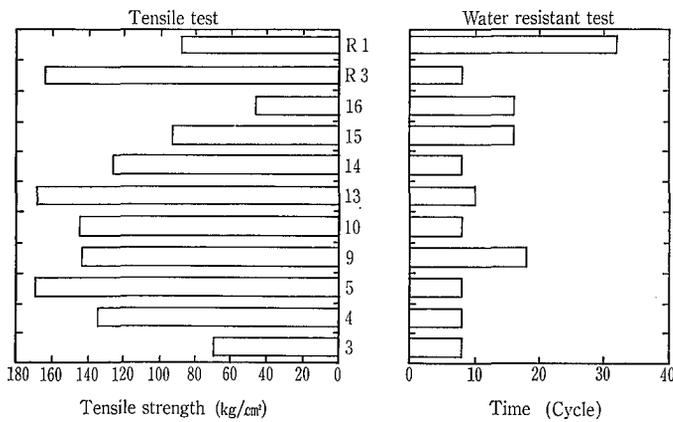
基盤目試験は最も簡易な評価方法で、カップリング剤の大きかなスクリーニングに用いた。100×100×3.2 mm の S S 41 製母材をサンドブラストした後、希釈したカップリング剤を塗布し、プライマーおよびトップコートを 100 μm の膜厚に施工した。このコーティング膜を、第 3 図に示すように 1 mm 角の切断片が 100 個できるように基盤目状に切り目を入れ、ガムテープを張り付けて引き剥す。このとき引き剥された切断片の個数により評価を行った。

3) 引張り試験

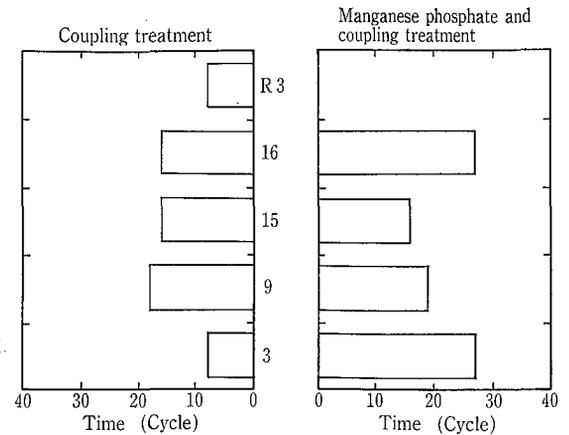
引張り試験はコーティング膜と母材との接着強度を定量的に評価するために行った。テストピースは、第 4 図に示すように φ40×40 mm の S S 41 製のものを 2 個 1 組で使用した。5% に希釈したカップリング剤を塗布後、プライマーおよびトップコートをトータル厚みで 250 μm となるよう施工した後、2 個のテストピースを対向させ溶融を一体化した。これを引張り試験機によって破断力を求め、断面積 (12.56 cm²) から引張り強度を計算した。なお、コーティング面は、カップリング剤の効果のみを観察する目的で 3 s 機械加工仕上げしたもの、実際の施工法での評価をするためにサンドブラストしたもの、さらにアンカー効果を観察するために金属溶射したもの、の 3 種類を用いた。

4) 浸透試験

浸透試験はコーティング膜の耐浸透性を評価する方法で、本試験では純水による耐浸透性を評価した。サンドブラストまたは溶射を施した母材に基盤目試験の場合と同様の条件によりコーティングを施工した。膜厚は 100 μm とした。第 5 図に示す装置を用いて純水中にて沸騰—冷却の



第8図 引張り強度測定結果及び耐浸透試験結果
Fig. 8 Results of measured tensile strength and water resistant test



第9図 耐浸透試験結果
Fig. 9 Results of water resistant test

し、その後カップリング処理を行うことを試みた。なお磷酸被膜は、磷酸マンガン(II)一塩基性を10%の水溶液として塗布し、300°Cにて10分間焼成することにより形成させた。第9図に浸透試験の結果を示す。

サンプル3, 16において磷酸被膜による耐浸透性効果が顕著であったほか、磷酸被膜処理をしたテストピースは、いずれのカップリング剤を用いた場合にも、磷酸被膜処理を行わないものと比較して発生したブリストアが小さい、若しくは少ない結果となった。このことから磷酸被膜が耐浸透性に効果があることが認められた。

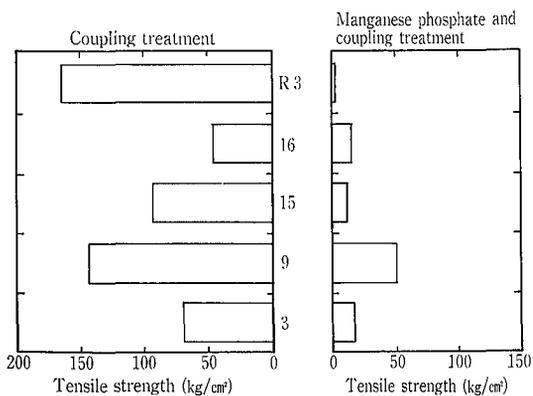
次に、機械加工面にこの磷酸被膜処理を施し、その後カップリング処理をしたテストピースにより行った引張り試験結果を第10図に示す。

いずれのサンプルにおいてもプライマーBにおける通常引張り強度よりはるかに小さい値であった。破断面は、磷酸被膜中または磷酸被膜-母材界面であり、磷酸被膜の強度不足によるものと考えられる。

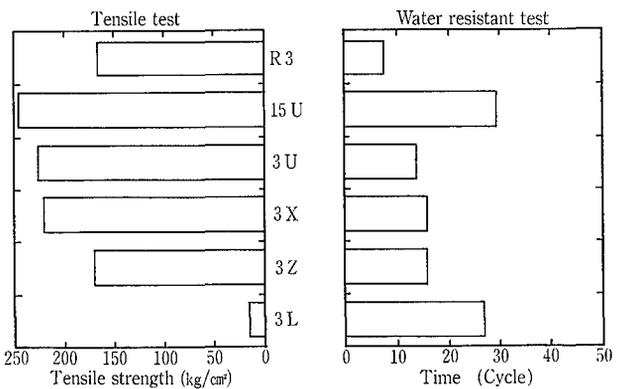
磷酸被膜処理後にカップリング処理を行った場合、カップリング剤は磷酸被膜上にしか結合をもたらないため、磷酸被膜の結合力の弱さが新たな問題となった。磷酸被膜の耐浸透性を保持しながらその結合力を強化するため、同じく機械加工面にカップリング処理を先に施した。その後磷酸被膜処理を行ったテストピースと磷酸マンガンとカッ

プリング剤を混合し、塗布を行ったテストピースを作成、引張り試験を行った。この結果を第11図左側に示す。

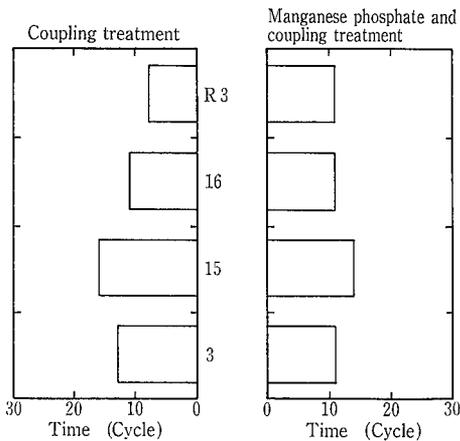
- (1) 3 Z
カップリング剤、磷酸マンガンの順で塗布を行い、焼成し、磷酸被膜を形成させた後にコーティング施工したもの。
 - (2) 3 X
カップリング剤、磷酸マンガンの順で塗布を行い、未焼成の上にコーティング施工したもの。
 - (3) 3 U
10%磷酸マンガン水溶液と5%カップリング剤エタノール溶液を混合比1:1で混合し、塗布を行い未焼成の上にコーティング施工したもの。
 - (4) 15 U
チタネート系カップリング剤によるプライマーの「はじき」を考慮して、機械加工の代わりにサンドブラストを施した面を用い、上記混合処理液を塗布し未焼成の上にコーティング施工したもの。
- いずれの引張り強度も磷酸被膜形成後にカップリング処理を行った「3L」と比較して、著しい引張り強度の向上が確認できる。第11図右側は、「3Z」、「3X」、「3U」、「15U」の条件で作成したテストピースの耐浸透試験結果を示す。



第10図 引張り強度測定結果
Fig. 10 Results of measured tensile strength



第11図 引張り強度測定結果及び耐浸透試験結果
Fig. 11 Results of measured tensile strength and water resistant test



第12図 耐浸透試験結果
Fig. 12 Results of water resistant test

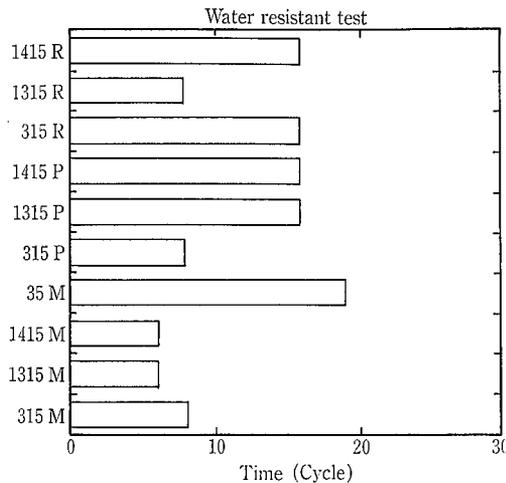
ブリストア発生までのサイクル数、ブリストアの大きさ、ブリストアの数を総合的に判断するとカップリング剤No.3を用いた3つのサンプルとも「3L」と比較して若干劣るものの、なお磷酸被膜効果を有していると言える。またこの3サンプルの中では優劣付け難く、工程の簡易性から判断して、「3U」が優れていると考える。また、カップリング剤No.15を用いたものは、引張り強度、耐浸透性ともに優れており、特に耐浸透性は、化学工業用従来法と同等の耐浸透性を示す結果が得られた。しかし、テストピース表面にピンホールを生じたため、磷酸マンガン水溶液に対するカップリング剤の添加量、処理液の塗布量の最適値選択が今後の課題となった。

4) 溶射による耐浸透性効果とカップリング処理

次に、金属溶射処理との組合せを検討した。はじめに金属溶射処理と通常のサンドブラストとの耐浸透性の違いを確認したところ、ブリストアが発生するまでのサイクル数は同じ結果となったが、ブリストアの発生個数に差異が見られた。金属溶射処理を行ったものは、ブリストアの発生個数が通常のサンドブラストの1割未満に減少し、耐浸透性効果を有することが確認された。このことは、

- (1) 溶射材に用いているSUSにより母材の一部が被覆され、腐食される母材面積が減少したこと。
- (2) 溶射層内にできる空隙が発生する錆の吸収層となり、見かけ上表面に出ないこと。

などの理由によるものと思われる。次に、金属溶射処理とカップリング処理の組合せ、金属溶射処理と磷酸被膜処理、カップリング処理の組合せによるテストピースを作成し、耐浸透試験を行った結果を第12図に示す。カップリング処理により、未処理のものと比較してブリストアの発生するサイクル数の伸びが確認できたものの、サンドブラスト面に処理した場合の耐浸透性サイクル数と比較するとほぼ同じ値を示した。しかし、カップリング処理に溶射を組み合わせることにより、サンドブラスト面への処理と比較してブリストアの発生個数が減少した。



第13図 耐浸透試験結果
Fig. 13 Results of water resistant test

5) カップリング剤の多層処理

チタネート系カップリング剤はシラン系カップリング剤と比較して分子が長鎖であるため、立体障害を起こし母材表面にカップリング処理されていない空隙を残していると思われる。この空隙をシラン系カップリング剤にて充填することにより、チタネート系カップリング剤の持つ疎水性とシラン系カップリング剤の持つ強固な結合力を兼ね備えたより密なカップリング処理の可能性があると考えられるため、シラン系カップリング剤サンプル3、13、14、チタネート系カップリング剤サンプル15を用い、2層処理したテストピースを作成し耐浸透試験を行った。この結果を第13図に示す。添字Mは、2種類のカップリング剤を混合後塗布したもの、添字Pは、シラン系→チタネート系の順で2層塗布したもの、添字Rは、チタネート系→シラン系の順で2層塗布したものである。

サンプル3とサンプル5を混合したもの、サンプル14、サンプル15の順で2層処理したものが、1層処理のものと比較してブリストアの発生が小さい、若しくは少ない結果となった。しかし、磷酸被膜処理のような顕著な耐浸透性効果は認められなかった。

むすび

以上の実験結果から、医薬、食品分野以外の分野用途に対しては、シラン系カップリング剤No.3を前処理塗布した後、プライマーAをC添加にて用いフッ素樹脂コーティングすることにより、引張り強度で従来法の1.8倍、耐浸透性で従来法の1.3倍の効果を有するフッ素樹脂コーティング膜の施工が可能となった。また、医薬、食品分野用途に対しては、磷酸マンガン水溶液とカップリング剤No.15の混合液を前処理塗布した後、プライマーBを用いてフッ素樹脂コーティングすることにより、引張り強度で従来法と同等、耐浸透性で従来法の3.8倍の効果を有するフッ素樹脂コーティング膜の施工の可能性がみいだされた。

〔参考文献〕

- 1) 科学技術総合研究所, カップリング剤最適利用技術 (1988)



(化)技術部 設計第2課
本郷 孝 男
Takao Hongo

Recently multi-purpose plants and equipment are required in the fine chemical industries. This paper briefly describes our newly developed apparatus capable of filtration, cake washing, drying and discharge of the filter cake, without getting into contact with atmosphere.

まえがき

当社ではファインケミカル分野向けに、晶析・濾過・乾燥が一台でできる多機能濾過乾燥機「Hi-ROF DRYER」¹⁾を開発し、昨年より販売を開始した。一方、当社で以前より製作してきた濾過機を改良し、さらに「Hi-ROF DRYER」で開発した技術を付加した縦型濾過乾燥機がユーザ各位の支持を得て、納入実績も増加しつつある(写真1)。ここではこの縦型濾過乾燥機の概要を紹介する。

1. 概要

従来、最終製品が粉体の場合、反応・晶析などによって生成した固液混合スラリーを濾過・乾燥するプロセスにおいてはそれぞれ別々のプロセス機器が用いられてきた。このプロセスの中でも、濾過後の湿潤ケーキを次工程に輸送する部分は機械的に搬送する適当な手段が見当たらず、人手に頼ることが多い。

一方、自動化への試みとして、第1図に示すような、遠心分離機と空気輸送とを組合わせた濾過乾燥の自動化システムが行われる場合がある。しかし、一般に空気輸送に適する粉体は限られ、この濾過・乾燥システムの場合はさら

に粉体が湿潤しているため、輸送管壁への付着や凝固による閉塞などの問題があり、実施には多くの危惧がある。また、遠心分離機における濾過ケーキの洗浄は、洗浄液をケーキ上に吹き付け透過させるいわゆる置換洗浄のみであり、透過液が不均一に流れた場合には洗浄むらが発生し製品に影響を及ぼすことも考えられる。

濾過乾燥機では、一台の機器で濾過工程、乾燥工程はもちろんのこと、濾過ケーキの洗浄工程においても置換洗浄、攪拌洗浄を行うことが可能であり、高品質の製品を人手をかけずに生産することができる。

2. 構造

濾過乾燥機の構造図を第2図に示す。基本的構造は圧力容器と底部の濾過板より構成されたヌッチェ型濾過機であり、その上に洗浄・展延・攪拌・排出を行う多機能攪拌翼とこれを回転・昇降するための伝動装置部、加圧ガスを大気と遮断する軸封部、および粉体排出弁などから構成される。

2.1 攪拌翼

写真2は濾過乾燥機用攪拌翼をマンホールから見たもの

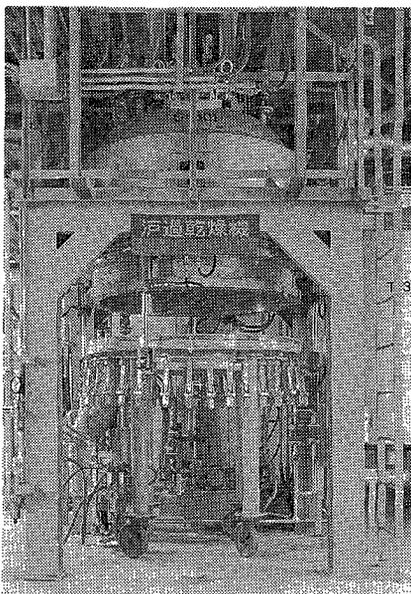
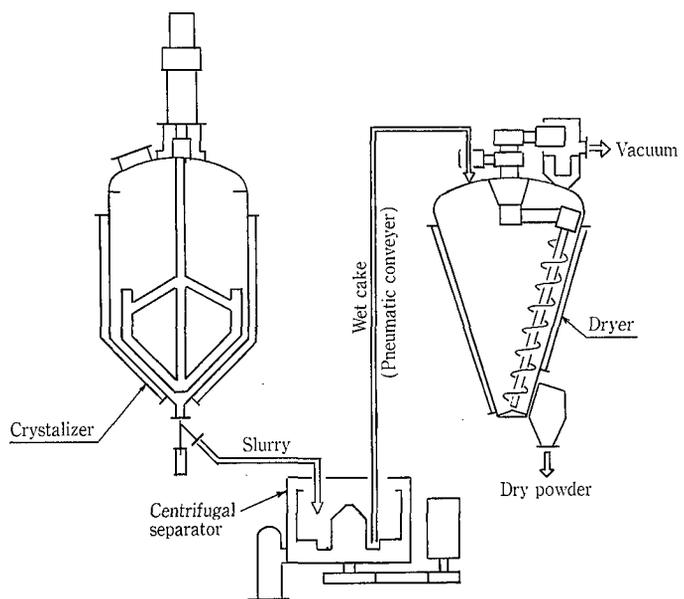
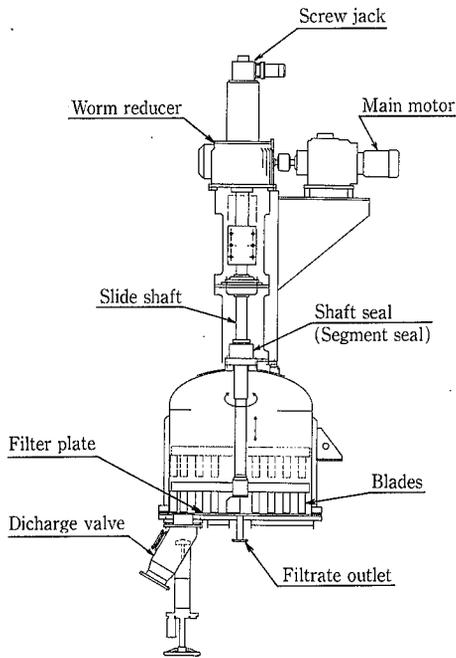


写真1 1.5 M² 濾過乾燥機
Photo 1 Filter dryer



第1図 自動濾過乾燥システム
Fig. 1 Automatic filtration and drying system



第2図 濾過乾燥機の構造
Fig. 2 Structure of Filter dryer

である。濾過面の円周方向に角度を持った傾斜翼からなり、さらにケーキと接触する翼の先端は回転方向によって、展延・かきとりの使い分けができる形状になっている。

2.2 伝動装置

濾過乾燥機では操作上、攪拌翼の回転に付加して昇降を同時に行う必要があり、高度な設計技術を要する。本機ではホローシャフト型のウォーム減速機に攪拌軸を通し、スプラインによって回転トルクを伝える構造をとっている。一方、軸昇降は電動スクリージャッキにより精度良く遠隔操作が可能である。

回転速度は高速・低速の2速を標準とし、スラリー懸濁と展延・かきとり・排出に使い分ける。

2.3 軸封

次の2種類の軸封を機器仕様により選択している。

- (1) セグメントシール
- (2) メカニカルシール+ベローズ

セグメントシールとは缶内圧より高い圧力のパージガスをセグメントリングと軸との間隙より缶内側へわずかに導入させることにより、缶内の腐食性ガスの外部への洩れを防ぐものである。グランドシールに比べて、異物の発生が少なく耐久性でも格段に優れている。

一方、回転方向のシールにメカニカルシール、往復動のシールにベローズを組合せた軸封は缶内への異物の混入がほとんどなく、医薬品の製造など極度にコンタミを嫌う仕様に向く。この形式の構造を第3図に示す。

2.4 粉体排出弁

Y型弁の構造をした粉体排出弁は遠隔操作によって開閉でき、乾燥粉体はもちろん、濾過後の湿潤した粉体も遅滞なく排出可能である。

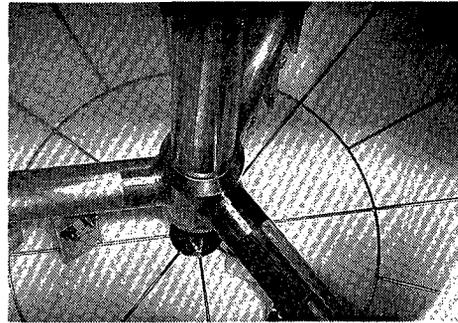
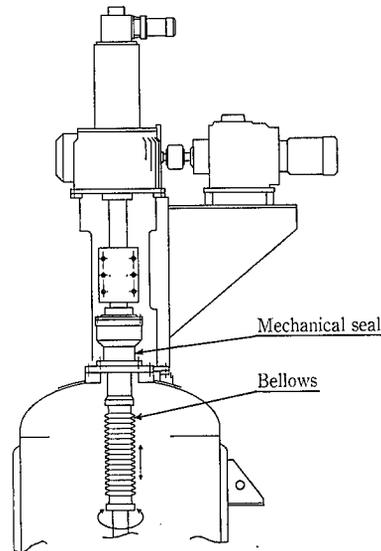


写真2 1.5 M² 濾過乾燥機用攪拌翼
Photo 2 Blades of filter dryer



第3図
メカニカルシールと
ベローズによる軸封
Fig. 3
Shaft seal with Mech.
seal and Bellows

3. 工程

晶析槽で生成した結晶スラリーはポンプによって濾過乾燥機に送られ各工程を経た後、乾燥製品として排出口より取り出される。

3.1 濾過

加圧、または濾板下よりの減圧によって濾過を行う。濾過後のケーキ高さは一般には30 cm程度である。

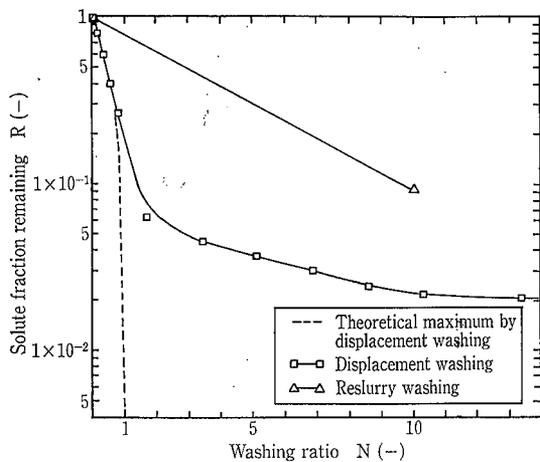
3.2 展延

濾過後のケーキ表面には濾材面まで貫通したクラックが発生し、加圧ガスがショートパスして濾過が進まなくなる場合がある。この時攪拌翼を用いてケーキ表面をならすと、濾過がさらに進行して、ケーキ中の母液の含水率を下げる事ができる。

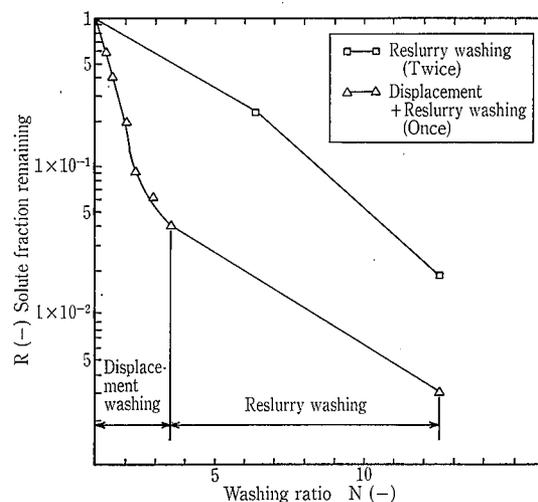
3.3 ケーキ洗浄

濾過後のケーキは、残留した母液中の未反応物などの不純物を除くため純水や溶剤などの洗浄液でケーキ洗浄される。ケーキ洗浄には攪拌洗浄と置換洗浄とがある。攪拌洗浄はケーキに洗浄液をため、これを攪拌することにより不純物濃度を薄めていこうとするものである。一方、置換洗浄はケーキ中の残留液を洗浄液によって、押しだし流れで置換することにより洗浄を行う。当社の濾過乾燥機では両方の洗浄方法を組合せることが可能である。

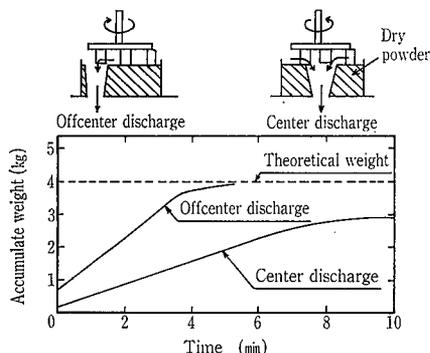
第4図は当社で行った置換洗浄と攪拌洗浄との効率を比較した実験の結果である。各々における理論式は



第4図 ケーキ洗浄方法による洗浄効率
Fig. 4 Cake-washing effectiveness



第5図 置換洗浄と攪拌洗浄を併用した場合の洗浄効率
Fig. 5 Cake-washing effectiveness



第6図 排出方法による排出速度の比較
Fig. 6 Comparison of discharge rates between two methods

攪拌洗浄の場合

$$R = \left(\frac{1}{N_0 + 1} \right)^{N/N_0}$$

置換洗浄は完全押しだし流れの場合について

$$R = 1 - N$$

と表すことができる。

ここに、

R = ケーキ中の溶質残留率
= ケーキ中の残留溶質 / 初期ケーキ中の溶質量

N = 洗浄液量比
= 洗浄液量 / ケーキ中の全母液量

N_0 = 攪拌洗浄 1 回における母液に対する洗浄液量比とする。

図中、置換洗浄の場合初期には押しだし流れの理論線²⁾に従って、効率の良い洗浄が行われるが、途中から急に効率が悪くなることがわかる。これはケーキ層内の洗浄液流に偏在があり洗浄液の到達しない死空間が形成されている

ためと考えられる。

第5図に、初期に置換洗浄し、次いで攪拌洗浄に切り替え両者を組合わせた洗浄効率を示す。また、等量の洗浄液を用いた攪拌洗浄のみを行った場合も比較のために示したが、これに比べて効率の良いケーキ洗浄が行われたことがわかる。

3. 4 乾燥

乾燥は温風による通気乾燥が一般的であり、攪拌翼によるケーキ攪拌は伝熱を促進し粉体の乾燥むらを防ぐ。ジャケット加熱による真空乾燥も可能であるが、粉体容量に対する伝熱面積の比から比較的小型のものに限定される。

3. 5 排出

当社の汎用乾燥機では排出口は汙板上の壁面に近い位置にあり、乾燥粉体は攪拌翼によって外側へ押し出されるように搬送され、排出口に落とされる。第6図は中央に排出口を設けた場合と外側に設けた場合との排出速度の比較実験結果である。外側排出は中央排出に比べ約1/7の時間で排出を完了し、残留粉体も少なかった。

また、排出効率がよいため湿潤ケーキの排出も可能である。このため本機の攪拌洗浄に着目して、さらに効率の良い乾燥機と組合わせたシステムも可能である。

むすび

当社で開発した汎用乾燥機の概要を紹介した。

ファインケミカル・プロセスでは、生産性の向上だけでなく、安全衛生面からもクロズド化が求められている。現在、各分野においても多目的・多機能な装置やシステムが提唱されており、各々の目的に合った機器を選択する必要がある。汎用乾燥機は、バッチ切り替えの多い多品種生産や、毒性物質の生産などに最適な新しいユニット機器として、生産合理化・品質向上に大いに役立つと考えている。

【参考文献】

- 1) 本郷, 神鋼ファウドラ-技報, Vol. 32, No. 1 (1988)
- 2) Perry, J. H.: "Chemical Engineers' Handbook" (1984)

溶接施工要領書 (WPS) 作成エキスパートシステム

W. P. S Expert System



化工機事業部 播磨工場
新小田 満
Mituru Shinkoda

We have developed the W. P. S. (Welding Procedure Specification) expert system utilizing A. I. (Artificial Intelligence) technology to assist welding experts and designers. This system is an effective way to ensure the quality of welding, especially with regard to product cost reduction.

We hereby introduce the detailed system.

まえがき

溶接施工要領書の作成およびそのチェックを行う場合、ASME・JISなどの規格における制限事項 (Essential variables) を充分理解した上で、溶接材料の選定、冶金的特性および設備能力などを加味して検討しなければならない。かつ制限事項が非常に多いため、それらを満足するには、何冊もの図書類を参照する必要がある。したがって溶接構造物の製作に携わる溶接技術者は限定されると同時に溶接施工法の確認に多大の労力を費やしているのが現状である。

一方、情報処理の分野では、AI手法が発達し、専門家の持つ論理をこれまでのようにプログラムだけで扱うのではなくルールとして人間の考え方に近い扱いができるようになってきている。

そこで今回、WPS作成業務の効率化と溶接品質の向上を目的に、AI手法を用いた溶接施工要領書作成エキスパートシステムを神鋼リサーチ(株)(本社・東京都、秋本英夫社長)との共同開発により作成・導入したので紹介する。

1. 導入の背景

1.1 WPSの重要性

溶接施工技術は、当社で製作している压力容器・各種化学機器の他に造船・土木・建築業界など各種産業のあらゆる分野で用いられ、重要な役割を果たしている。これだけ広い分野で用いられるようになった大きな理由のひとつは、溶接構造物に対する信頼性評価技術の確立によるものといえる。すなわち、過去の数多くの貴重な失敗による反省と経験の蓄積および、それに伴う設計・施工・検査技術の見直し・整備、関連規格・基準の制定などによるところが大きい。

信頼性の高い溶接施工のためには、

- (1) 適切な溶接施工法が採用されている。
- (2) その施工管理が確実に行われていること。

が必要であり、その目的のために各種の要領書および試験記録などが作成されている。その代表的なものに溶接施工要領書 (Welding Procedure Specification-WPS) と、施工法確認試験記録 (Procedure Qualification Record-PQR) とがある。

すなわち溶接施工者がPQRに裏付けされた適正なWP

Sに忠実に施工することが、信頼性の高い溶接施工の基本的事項となる。

換言すればPQR・WPSが信頼性の高い溶接施工にとって不可欠なものであるといえる。

1.2 WPSの作成業務

WPSの作成に当たって、溶接施工条件の決定は、各工場の経験の集約そのものというのが現状になっている。

溶接材料の選定は、母材の種類・その組合わせ・溶接部に要求される性能などを考慮し決定される。電流・電圧・予熱・溶接後熱処理などの選定は冶金的特性・溶接姿勢などの施工方法・保有設備などを考慮して決定される。

また、溶接施工法を規制する法規・規格が定められており、それに適合するか否かのチェックも必要である。

以上の業務を遂行するには複雑かつ細かい手順が必要であり経験を有した数少ない溶接技術専門家(エキスパート)が必要とされる。また同時に何冊もの図書類を用いてチェックする必要があり多大の労力を要する。

また、WPSの作成業務では溶接施工法を規制する法規・規格にその溶接施工法が満足していることを証明するPQRの添付が必要である。そのPQRは新しく作成する場合もあるが、通常は過去に作成したものが使われる場合が多い。それゆえPQRはいわばメーカーの財産(技術的蓄積)として保管されている。そのPQRの保管・検索業務もWPS作成のための重要な業務となっている。

2. 導入に至る経緯

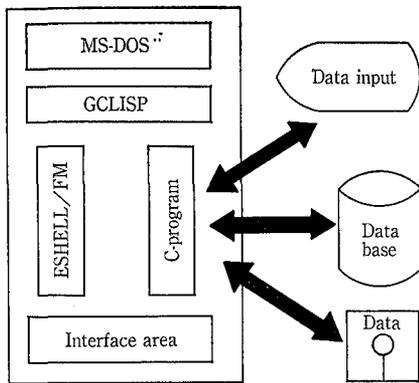
2.1 経緯

当社独自でWPS作成システムの開発に取り組んでいたが、神鋼リサーチ(株)と(株)神戸製鋼所とが共同でエンジニアリング企業の立場にたったWPSチェックシステムおよびメーカーの立場にたったWPS作成システムを開発した情報を入手した。

このシステムはASME規格を主体にして開発されたものであったが、当社ではASME規格以外に過去の蓄積してきた当社の溶接ノウハウ(溶接材料の選定、溶接方法の適用など)を組入れたシステムが必要であった。しかし人工知能(AI)手法を用いたこのシステムはそれをも可能であることが判った。

2.2 AI手法を採用した理由

WPSの作成業務およびそのチェック業務の実施にあた



第1図 システム構成
Fig. 1 System function

っては前述したように溶接，材料，製作規格にわたる高度な専門知識を有する技術者が携わる必要があり，かつ多くの時間を費やしていたのでこれまでもシステム化の要求はあった。しかし規格以外にも種々の経験を盛り込む必要があるので，一般的なシステム化のアプローチである「現状分析」から始める手法はとれない。いわゆる不整構造問題が扱えるシステムが必要である。

従来，必要な論理はプログラムを組むことでしか実現できず，この種のシステムは不整構造問題に必要なプロトタイプアプローチがとれなかったり，製作規格の改訂時にプログラム変更などの追従が難しいことから，実用化されていなかった。

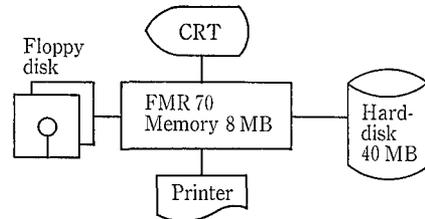
今回AI手法を用いたエキスパートシステムの採用によりそれらの問題が解決され，システム化が達成できたものである。

3. WPS作成システム

3.1 システム構成

いわゆるエキスパートシステムの骨組に従って構築されている。すなわち，知識構築ツールとしては富士通製のESHELL/FMを採用した。ESHELL/FMを採用した理由は，

- 1) でき上がった後のシステムの使われ方を考慮するとパソコン程度の安価な設備が必要であること。
- 2) ハードメカがサポートするパソコンで動く唯一の実用



第2図 設備構成
Fig. 2 Hardware configuration

的なツールであること。

- 3) 知識ベース=プログラム+データベースという考え方が従来のシステム化の(考え方の)延長上で表現することができ，わかりやすかったこと。
- である。

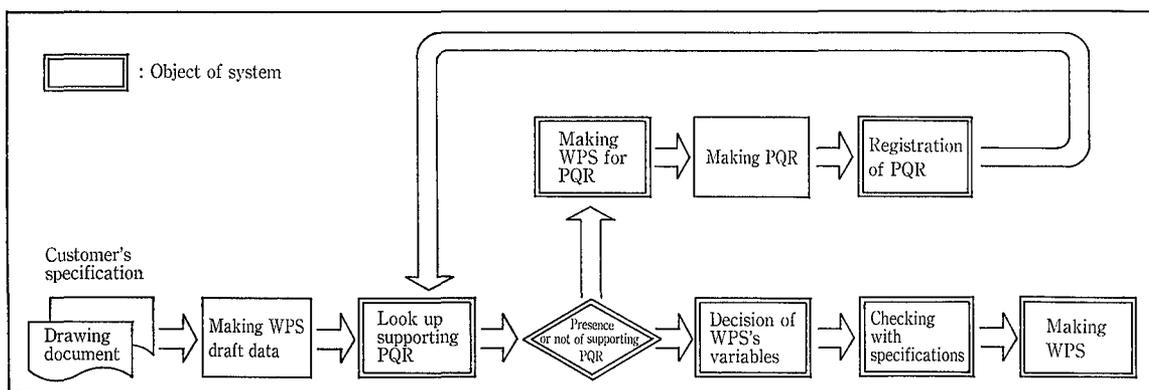
従ってハードは必然的に富士通製のFMシリーズとなった。(FMR70)

システムは，C言語によるプログラム部分と，ESHELL知識ベースの2つに分けて開発されている。知識ベースは「頭の中の推論」の表現には強くてもDB管理，データ入力については，C言語などの従来型の言語の方がはるかに強力である。C言語を選んだ理由はパソコンの主流言語で開発環境が比較的整っており，ポータビリティが良いということによる。

システム構成は第1図のとおりである。システムの最初にはESHELL知識ベースが起動され，すぐにC言語プログラムを呼ぶ。C言語プログラムで業務選択，全画面入力を行いデータベースを読み，データをチェックし，ESHELLに受け渡すデータの準備をする。準備のできたデータはESHELLに受け渡され，ESHELL知識ベースがそれを使って推論し，チェック結果を出力し，最初にもどす。このループを繰り返す。手作業でこの業務を行う場合，例えば材料や溶接棒銘柄に基づく諸データなどについては，担当者は記憶していないことが多く，まず諸データを調べ，メモに記載する準備をしてから，判断のための推論を行っている。今，C言語の段階は調べものの段階であり，知識ベースの段階は推論の段階にあたる。

3.2 設備構成

設備構成は第2図に示す。



第3図 WPS作成システム概念図
Fig. 3 Flow of building up system

3.3 処理の流れ

処理の流れを第3図に示す。

WPS作成のフローは設計部門から入手した図面に基づき、サポートPQRの検索、WPSに記載すべき各項目の内容決定、客先仕様および規格との適合性のチェック、そしてWPSそのものの作成から成り立っている。またサポートPQRがない場合には、PQRを作成するための仕様書も出力できる。

WPS作成システムの入力と出力の関係を示すと、まず、最小限入力必要項目は、WPS番号、ジョイント番号、日付などの書誌的事項、材料名、板厚範囲、溶接方法、バックガウジングの有無、PWHIT条件、層数、溶接材料銘柄などがある。入力項目が多いと操作が繁雑となり、また誤入力も多いことから、システム作成作業で特に傾注したのはこの入力項目の低減化であった。すなわち入力項目間の相関に着目し、いくつものサブプログラムを作成した。さらに、各入力項目をマニュアル・作表化して入力文字数を減らすなどの工夫をした。

操作イメージを第4図に示す。

3.4 出力結果

これらを入力することで決定されるWPSの項目には、

- 材料のPナンバー
- グレードナンバー
- 予熱条件
- 直後熱条件
- パス間温度
- 予熱の維持
- ビードテクニック
- クリーニング
- バックチップの方法
- ピーニング
- ガスカップサイズ
- コンタクトチューブ間隔
- 片側のパス数
- 電極数
- 電極間距離
- ガス流量
- オシレーション条件
- 電極棒
- 電流と極性
- アーク移行状態
- ワイヤー供給速度
- 溶材の各種区分
- ワイヤー径
- 電流範囲
- 電圧範囲
- 溶接速度範囲

などがある。

WPSのフォームとしては、ASMEの推奨フォームが一般的で

第5図 出力例
Fig. 5 Output example

はあるが、現場作業者の立場に立って、和英併記、A4サイズ1枚に納まるコンパクトなフォームとした。

そのため、ハードはカシオ製の液晶ページプリンターを採用した。

出力例を第5図に示す。

4. 利用の現状

神鋼リサーチ(株)がシステム開発したWPSチェックシステムは1987年10月から(株)神戸製鋼所エンジニアリング事業部で、WPS作成システムは1988年5月から(株)神戸

1989/08/22 13:53:04

WPSドラフトデータの登録

SC1111A

- 1 処理タイプとWPSNOを入力して下さい
処理タイプ: A:新規 M:修正 R:参照 D:削除 P:印刷 X:終了
WPS-NO: M-101 REVNO: JOBNO: 89-64-001
- *M:修正, D:削除のときは A WPS, THE WPS 共削除されます。
- 2 溶接形状タイプ、開先形状とガラスピングを入力して下さい
溶接形状タイプ: 1 BUTT
開先形状: DVB Double V Butt ガラスピング Y/N: N
- 3 溶接方法を入力して下さい(1の処理タイプが A, M の時のみ)
処理 → A:溶接方法追加 M:溶接方法修正 D:溶接方法削除

処理	溶接方法
A	01 02 03 04 05
	SAW

PF1:TOP画面 PF2:前画面 PF3:次画面

辞 英大

第4図 処理のイメージ

Fig. 4 Input example

WELDING PROCEDURE SPECIFICATION (WPS)
溶接施行要領書

◆ 神鋼パナテック株式会社
SHINKO PANTEC CO., LTD.
kobe plant

JOB NO.	89-40-012			
WPS NO.	U-001			
Supporting PQR NO.				

Welding process(es) 溶接方法 SAW	DETAILS * 開先形状
Type(s) 溶接方法のタイプ Automatic	[1.0-1.6]

Welding Joint NO. 溶接継手番号 SL1, SL2, SC2, SC3	Codes SAW: SINGLE
Joint Design 継手形状 Double V Butt	Spacing SAW :- [-]
Backing/Retainer 裏当て Yes	Backing Material Backing Flux and Metal
Backing Material	Insert インサート -
BASE MATERIAL 材料	
Material SM41B 材質 SM41B	Electrode 電極
P. NO. (GR) 1(1) to 1(1) B.M. BUTT	Mode of Metal Transfer (SAW) 7-7移行の状態
Thickness Range 板厚範囲 mm [inch] w.m. デボ	Wire Feed Speed SAW : 0.6-1 [23-39] ワイヤー供給速度 (m/min) [inch/min]
Pipe Dia Range 径 -	Current & Polarity SAW : AC 電流と極性

PREHEAT & PWHIT CONDITION 溶接条件							
Preheat temp. 予熱温度 (Min) [C/F]	SAW : 10	Material 溶接材料	Size (mm) (inch)	Amperage (A)	Voltage (V)	Speed (cm/min) (inch/min)	
Interpass temp. 板間温度 (Max) [C/F]	SAW : 10	No. A.W.S. NO. PNO/ANO					
Preheat Main Postheat		SFA5.17 F7A2-EH14 6 1	4.0φ 0.16	500 -800	31 -37	25 - 45	8.84-17.7
		SFA5.17 F7A2-EH14 6 1	4.8φ 0.19	500 -800	31 -37	25 - 45	8.84-17.7
		SFA5.17 F7A2-EH14 6 1	4.0φ 0.16	500 -800	31 -37	25 - 45	8.84-17.7
		SFA5.17 F7A2-EH14 6 1	4.8φ 0.19	500 -800	31 -37	25 - 45	8.84-17.7

Note 注記	REV 0	Date / Sign
Welding Position(s) 溶接姿勢		
F: Flat 下向き		
H: Horizontal 水平		
U: Vertical Up 垂直上進		
VD: Vertical Down 垂直下進		
O: Overhead 上向き		

Pass Thickness (A*ス厚) ≤ 6mm (0.24inch)
Flux Type of SAW フラックスタイプ: Neutral

製鋼所高砂工場で実務に適用されている。当社では神鋼リサーチ(株)と共に、1988年5月から開発に取り組み、本年3月完成し、この4月より実務に供され、年間約100件のWPS図書作成の強力なパートナーとしてスタートした。

利用状況を写真1に示す。

5. 効果

効果としては、WPS作成が1件につき専門家が30分から1時間かけて作成していたが、補助担当者の入力時間も含めて $\frac{1}{3}$ ~ $\frac{1}{6}$ 程度になり、その省力効果が定量効果として把握されている。

このようなWPS作成の迅速、正確化以外に既存PQRの活用推進によるコスト低減、溶接技術の継承・標準化に大きく貢献する。

6. その他の特長

エキスパートシステムを含めた技術情報システムの宿命は、情報の改訂が避けえないことである。人間のエキスパートをみてもわかるように、専門家の知識力というものは、他の者からは、はかりしれないもので、また日夜研鑽を積み、その代替をめざす当システムとしては知識ベースの追加、改廃を同等に行う仕組を如何にするかということが、システム利用上の大きな鍵となる。

それについては、神鋼リサーチ(株)が(株)神戸製鋼所グループの技術情報専門会社としての特長をいかして、継続的なメンテナンス活動を行っており、生きたエキスパートシステムとして活用するためにも、ASME規格の他、社内規準、溶接標準の改廃を行う必要がある。

7. 今後の展開

今回紹介したWPS作成システムを更に機能アップするため、現在継手図面が出力できるシステムを開発中である。ハードについても、この継手図出力に対応できるものを、当初より導入している。

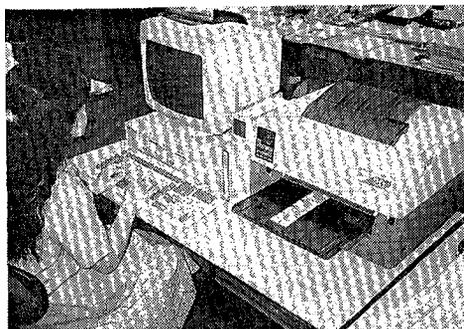


写真1 使用状況

Photo. 1 Utilizing condition

更にASME以外のJIS、高圧ガス取締法に基づく作成システムについても追加作業中である。

むすび

WPS作成エキスパートシステムにて出力したWPSが今後、当社よりユーザであるエンジニアリング会社および化学工業界の各企業へ迅速かつ正確なWPSとして提出され続けるであろう。結果、同種のファブリケーターおよびエンジニアリング企業に、WPS・PQR作成、チェックをAI手法にて行おうとする波及効果を及ぼし、しいては、当社の溶接技術のみならず、広く産業界での溶接の信頼性向上に貢献されることを希望する。

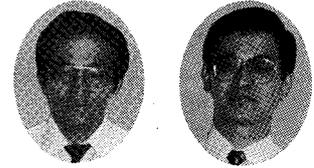
このシステム導入、開発に尽大なご協力を頂いた神鋼リサーチ(株)に心からの感謝の意を表します。

〔参考文献〕

- 1) 浜田敏夫; KSA知識情報システム事例集, Vol. 1, No. 1 (1988. 9), p. 24.
- 2) 松本, 花田, 浜田; 溶接学会誌, Vol 58, No. 3 (1989. 4), p. 5~p. 11.
- 3) 神鋼リサーチ(株); AI手法を使った溶接施工仕様書作成システム, No. SR22040, (1988).

消化ガスの水洗浄設備

Hydro Scrubber for Digested Gas



(環)技術部 計画第一課
石井 良 男
Yoshio Ishii
長谷川 進
Susumu Hasegawa

Digestion gas is generated from the sludge digester of sewage plant. High concentration of H₂S in the digested gas has been the cause of hazards such as metal corrosion and air pollution when burned. H₂S removal systems using chemicals have been mostly adopted to solve the problems.

However, these systems present another problems in handling chemicals and equipment maintenance, and increased operating cost as H₂S increases. In addition, the existing plants have been overcapacitated with the increase of sewage volume in the urban area.

Shinko Pantec has settled the problem by scrubbing the digested gas using sewage secondary treatment water. This is to report the outline and operating data of commercial plants now successfully operating.

まえがき

下水処理場の汚泥消化槽からは、汚泥の消化が順調に進行すると投入汚泥量の7~10倍程の消化ガスが発生する。

第1表¹⁾に発生ガスの一般的な成分と濃度構成を示す。硫化水素(H₂S)は、最大2000ppmと希薄な濃度構成であるが、下水処理場の各処理系統から発生するH₂S濃度と比較すると相当な高濃度である。余剰分の消化ガスを燃焼設備で焼却すると、H₂SはSO_x化し大気汚染を引き起すばかりか、貯留ガスタンクや配管部材を腐蝕する危険性もあり、H₂Sの低濃度化が望まれ、薬液洗浄方式や脱硫剤方式による脱硫システムが広く採用されてきた。しかし、この方式は、薬品の取扱い、維持管理面の煩雑さ、および運転費などに問題を残している。

一方、都市部では人口集中化や生活体系の向上により、汚泥量は増加の一途をたどり、消化ガス発生量も投入汚泥量に比例して増加し、既設ガスタンクの貯留能力や燃焼設備の焼却能力は限界に達し、設備の増設、あるいはガス量の減容化の必要性が高まりつつある。当社では、下水二次処理水を利用して、消化ガスを洗浄することによって、これらの問題を解決できるプロセスを開発し、実用設備として納入し、現在まで良好な性能を確保している。この水洗浄設備の概要と運転結果の一部を報告する。

1. ガス吸収

1.1 消化ガス成分の水に対する溶解度

消化ガス成分は、比較的難溶解性ガスとして取扱われ、ヘンリーの法則が一般に成立するものとして、次式で表わされる。

$$P = H \cdot x$$

第1表 消化ガス構成成分

Table 1 Component of digested gas (v/v %)					
CH ₄	CO ₂	N ₂	O ₂	H ₂	H ₂ S
60~65%	33~35%	~6%	~2%	~2%	0.01~0.2%

ここに、

P : 液と平衡にある気相中の溶質ガス分圧 [atm]

H : ヘンリー定数

x : 液相中の溶質ガスのモル分率

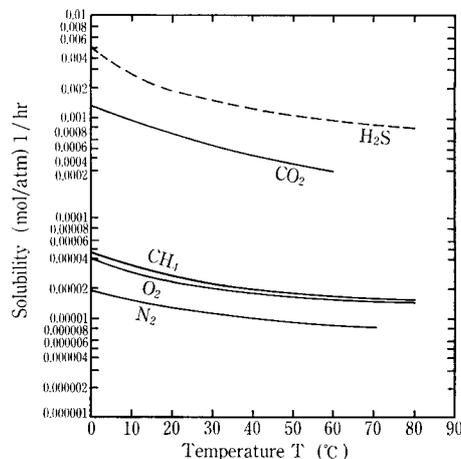
Hの値は、難溶解性のガスほど大きくなる。消化ガス成分の水への溶解度と温度との関係を第1図²⁾に示す。第1図より、O₂、N₂、CH₄は特に難溶解性成分であり、一方、CO₂、H₂Sは、O₂、N₂、CH₄成分の100倍以上の溶解性があることがわかる。

2. 水洗浄実験

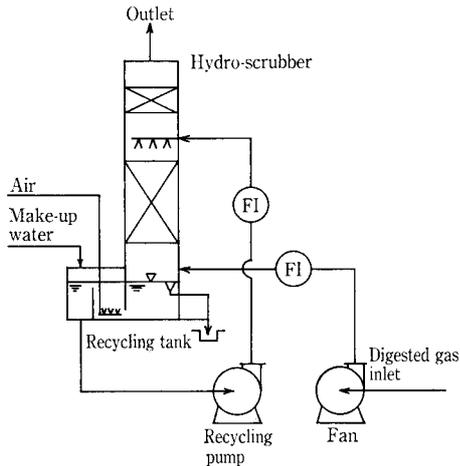
消化ガス中のCO₂、H₂Sは、比較的溶解性が高いことに着目し、実用設備化するためにパイロット機による実験を試みた。第2図に概略フローを示す。

2.1 パイロット機の概略仕様

- 1) 洗浄塔 寸法 : φ350 mm × 5 100 mmH
材質 : FRP製



第1図 気体の水に対する溶解度 (5 atm 以下)
Fig. 1 Solubility of gas in water (Less than 5 atm)



第2図 パイロット機フローシート
Fig. 2 Flow of test pilot

充填材：スーパーバック 9 P
： 3 000 mmH

貯留槽：有効容量500 ℓ

2) 循環ポンプ 形式：片吸込渦巻ポンプ
仕 様：250 ℓ/min × 15 mH × 2.2 kw

3) 脱臭ファン 形式：ターボファン
仕 様：15 m³/min × 150 mmAq × 1.5 kw

2. 2 水洗浄方式の概略機能

消化ガスを洗浄塔の下部から送り、塔内に充填した充填材部分で、上方よりスプレー散水された洗浄水と向流接触し、ガス中の CO₂、H₂S などを液相へ溶解させ、消化ガス量の減容化、H₂S 濃度の低減化を計る。洗浄水は、ガス成分を吸収した後、塔下部の貯留部に滞留し、空気によるバブリングで低下した pH を回復し、再び洗浄水として循環利用する。また、洗浄水の水質高濃度化を防止するため補給水を補給し、一部をオーバーフローさせる。

2. 3 実験結果

1) 消化ガス成分濃度

H₂S 濃度は、50~230 ppmの範囲で変動し、平均濃度は 150 ppm と低濃度であった。一方、CO₂ 濃度は、31~34 %の範囲で安定し、平均濃度は 33 %であった。

2) 除去効果の判断

消化ガス量の減容化率 (η)、あるいは、各成分の除去率 (R) は次式にて算出した。

$$R = \left(\frac{Q_1 Y_1 - Q_2 Y_2}{Q_1 Y_1} \right) \times 100 (\%)$$

CO₂、H₂S 以外の成分は、溶解度が小さく、簡略化のために溶解しないものとして取扱いと次式が得られる。

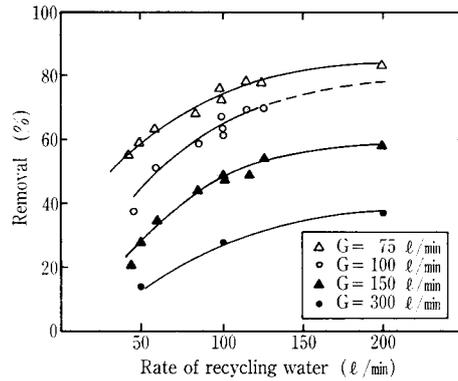
$$Q_1 M_1 = Q_2 M_2$$

$$M_1 = 1 - Y_1$$

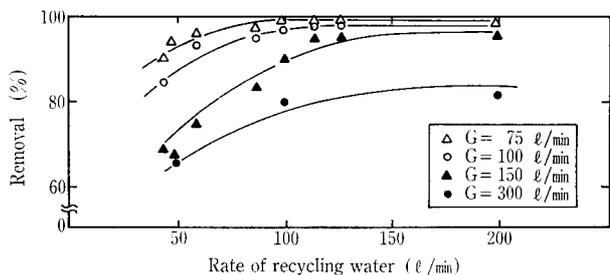
$$M_2 = 1 - Y_2$$

$$\eta = \left(1 - \frac{Q_2}{Q_1} \right) \times 100 = \frac{(Y_1 - Y_2)}{(1 - Y_2)} \times 100 (\%)$$

$$R = \left(1 - \frac{Q_2 Y_2}{Q_1 Y_1} \right) = \left[\frac{(Y_1 - Y_2)}{Y_1} \times \frac{1}{(1 - Y_2)} \right] \times 100$$



第3図 CO₂ 除去効果
Fig. 3 Dependency of CO₂ removal against recycling water rate at different gas flow rates



第4図 H₂S 除去効果
Fig. 4 Dependency of H₂S removal against recycling water rate at different gas flow rates

ここに、R：CO₂ 除去率あるいは、H₂S 除去率 (%)

η ：ガス量減容化率 (%)

Q₁：消化ガス流入量

Q₂：〃 流出量

Y₁：〃 流入時 CO₂ 濃度あるいは、H₂S 濃度

Y₂：〃 流出時 〃

M₁：〃 流入時 CH₄ 濃度

M₂：〃 流出時 〃

ガスタンクの貯留能力を 25 % 以上増すためには、減容化率を 20 % 以上にするのである。流入時 CO₂ 濃度を 33 % とすると、流出時の CO₂ の濃度は 16.2 % と計算され、この時の CO₂ 除去率は 60.6 % となる。ガス減容化率 20 % 以上を得るための目標 CO₂ 除去率は 60 % 以上となる。

3) CO₂ 除去効果

第3図に各条件での CO₂ 除去効果を示す。第3図より、CO₂ 除去率 60 % 以上を得るための条件を示す。

ガス流量(G)：100 ℓ/min

循環水量(L)：85 ℓ/min

4) H₂S 除去効果

第4図に各条件での H₂S 除去効果を示す。第4図より、H₂S 除去率 85 % 以上を得るための条件を示す。

ガス流量(G)：150 ℓ/min

循環水量(L)：80 ℓ/min 以上

第2表 概略仕様

Table 2 Specification of Hydro-scrubber

	DCP	DSP
Commencement of service	1987. 3 ~	1988. 3 ~
Location	Japan	Japan
Performance	Decrease of gas volume Decrease rate: more than 25% Decarbonate rate: more than 60%	Removal of H ₂ S in gas Removal rate; more than 87%
Design flow rate of Digested gas	300 Nm ³ /h	800 Nm ³ /h
Specification of equipment		
1) Scrubber size	2500 ^H × 6800 ^H	4000 ^H × 6800 ^H
material packing	Carbon steel+FRP lining superpack-9P: 3000 ^H	Carbon Steel+FRP lining superpack-9P: 3000 ^H
2) Recycling water pump	420m ³ /h × 20mAq × 37kw × 2 sets	560m ³ /h × 17mAq × 37kw × 2 sets
3) Flow meter for gas	Ultra-supersonic type	Orifice type

また CO₂ 除去率が 60% 以上となる条件では、H₂S 除去率は、95% 以上が得られた。

5) 曝気空気量、および補給水量の影響

消化ガスを水洗浄すると、循環水の pH は、CO₂、H₂S の吸収により 6.0 以下まで低下する。この循環水を連続使用すると物理的な吸収が困難となり、目標とする性能値が得られなくなり、CO₂ 除去率は 13% 以下まで低下したこともある。第5図に曝気空気量、および補給水量の影響についての結果を示す。空気曝気により循環水の pH は 6.5~6.8 まで回復し、ガス吸収機能が回復した。補給水量よりも曝気空気量の影響が大きいことがわかる。このことから以降の実験は、CO₂ 除去率 60% が得られる条件で行った。

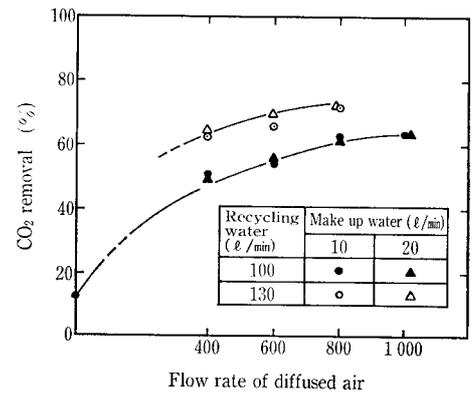
2.4 実用設備への対応

パイロット機実験結果から得られた結果にスケールアップ要因を加味した実用設備設計因子を次に示す。

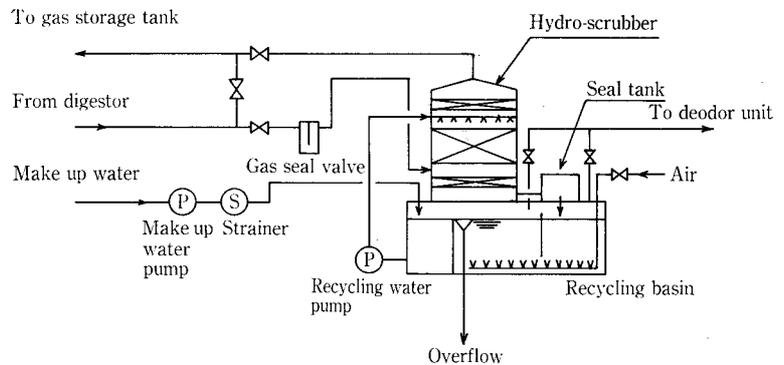
- 1) ガス量減容化設備; CO₂ 除去率 60% 以上とする。
 - (1) ガス流量 G: 100 l/min → LV = 0.02 m/s 以下
 - (2) 循環水量 L: 85 l/min → L/G = 1.3 l/l 以上
 - (3) 補給水量 L_i: 10 l/min → L_i/G = 0.1 l/l 以上
 - (4) 空気量 G_A: 400 l/min → G_A/G = 4.0 l/l 以上
- 2) 硫化水素低減設備; H₂S 除去率 85% 以上とする。
 - (1) ガス流量 G: 125 l/min → LV = 0.025 m/s 以下
 - (2) 循環水量 L: 80 l/min → L/G = 0.7 l/l 以上
 - (3) 補給水量 L_i: 10 l/min → L_i/G = 0.1 l/l 以上
 - (4) 空気量 G_A: 400 l/min → G_A/G = 4.0 l/l 以上

3. 水洗浄設備

パイロット機による実験結果から得られた諸因子にて、水洗浄設備を計画し、1987年に 300 Nm³/h の設備を、また1988年には 800 Nm³/h の設備の運転を開始し、今日に至っている。2基の設備は、ガス量減容化を目的とした設備と硫化水素除去を目的とした設備で、次のように機能が異なる。



第5図 曝気空気量および補給水量の影響
Fig. 5 Dependency of CO₂ removal against air rate at different recycling water rates



第6図 脱炭酸、脱硫システムのフローシート
Fig. 6 Schemafic diagram of DCP and DSP

1) CO₂ 除去によるガス量減容化プロセス (DCP)

ガス量を減容化し、ガスタンク貯留能力を 25% 以上アップさせることを目的とするプロセスで、付随的に H₂S が 95% 以上除去される。さらに、CH₄ 量の吸収量が微量なことから濃度は 75% 以上を示し、単位容積当りの消化ガス発熱量は、7500 kcal 以上となり、通常時の 20% 以上の発熱量となる。

2) 硫化水素低減化プロセス (DSP)

脱硫率 85% 以上を目標とするプロセスで、DCP よりも少ない循環水量で達成可能である。付随的に CO₂ が多少除去され、ガス量も減容化できる。

3.1 納入設備の概略仕様と概要

第6図に水洗浄設備の概略フローシートを、第2表に概略仕様を示す。また、DCP設備を写真1に、DSP設備を写真2に示す。次に、気相-液相系統別に説明する。

1) 消化ガス系統

消化ガスは、既設消化ガスラインより分岐し、水洗浄塔下部より塔内に通気し、塔上部の散水部からの散水によって、充填材部で洗浄水と効率よく向流接触し液中へ吸収された後、塔上方より流出し、再び消化ガスラインへ戻る。塔内の充填材は、気-液の接触効率を高めるため、ポリプロピレン製の波形充填材(スーパーパック9P)を充填し、散水管上方には、水ミストを分離するためにエリミネータ部を設けている。

第7図 DCP設備運転結果
Fig. 7 Operating results of DCP

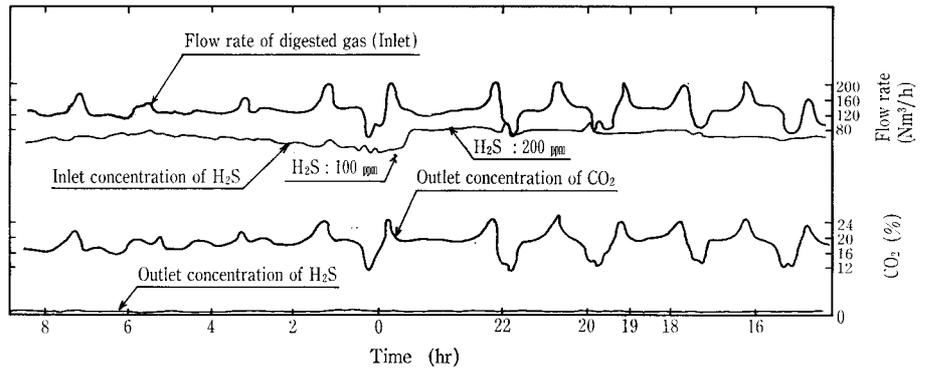


写真1
ガス減容化設備
Photo. 1
Equipment for decrease of gas volume (DCP), 300 Nm³/h

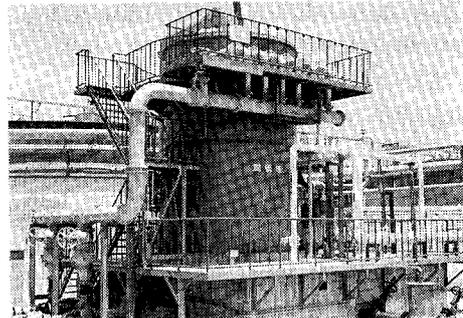


写真2
脱硫設備
Photo. 2
Equipment for H₂S removal (DSP), 800 Nm³/h

2) 循環水系統

ガスの洗浄水として、二次処理水をストレーナ処理した後、循環水槽に貯留し、循環ポンプでスプレーノズルを介して洗浄塔内に散水する。塔内でガス成分を吸収した水は、水封槽を経由して循環水槽に戻る。循環水槽では、水を再生使用するために空気曝気を行い、吸収したCO₂やH₂Sの一部をストリッピングさせると共に、補給水を補給して水質を維持する。一方、循環水槽からは、補給水量がオーバーフローして、放流水路へ排出され、ストリッピングした排ガスは、後続の脱臭設備で脱臭した後、大気へ放散する。

3. 2 DCP設備, DSP設備の運転結果

3. 2. 1 DCP設備

DCP設備の運転結果の一例を第7図に示す。

1) 消化ガス発生量と成分濃度

消化ガスは、ほぼ2時間毎に発生量が増減し、安定していない。これは、汚泥の投入-引抜工程と一致し、投入時には最大280 Nm³/hまで増大し、逆に引抜時には、100 Nm³/hまで減少した。消化ガスの平均発生量は、220 Nm³/hであった。一方、CO₂濃度は、36~38%と安定な濃度範囲を示したが、H₂S濃度は、120~200 ppmの範囲で変動した。H₂Sの平均濃度は、160 ppmで、第1表に示した一般的な濃度と比較して低濃度であった。

2) ガス量減容化の性能確認

第3表にDCP設備のガス量減容化の性能確認結果を示す。

(1) CO₂除去効果

Run 1では、L/Gが1.13と設計値の1.3よりも小さいが、CO₂除去率は60.6%が得られ、設計値の60%をクリアすると共に、ガス量減容化率20%以上を達成し

た。一方、Run 2では、L/G、空気量が共に設計値よりも大きいため、循環水のpHの回復も順調で、CO₂除去率は70%以上を得た。しかし、循環水量をRun 1以下に低減すると、CO₂除去率60%以上を確保できなかった。なお、CO₂濃度は、赤外線式濃度計で連続測定した。連続測定の結果、水洗浄後の流出ガス中CO₂は、ガス発生量の変動に連動して変動する傾向を示し、LV、L/Gの影響が大であることを再確認した。

(2) H₂S除去効果

L/G=1.13の条件(Run 1)でさえも、98%以上の除去率が得られ、ガス発生量の変動にも影響されず、比較的安定な除去傾向を示した。しかし、循環水量を低減すると、ガス発生量に連動する濃度変動もみられ、L/G値が重要であることを確認した。なお、H₂S濃度は、写真3に示す当社製作のH₂S・NH₃連続測定器で測定した。

3. 2. 2 DSP設備

DSP設備の運転結果の一例を第8図に示す。

1) 消化ガス発生量と成分濃度

消化ガスは、DCP設備と同様な発生傾向を示し、700~380 Nm³/hの範囲で変動し、平均発生量は、600 Nm³/hを示し設計発生量より少し低い発生量となった。一方、CO₂濃度は、36~38%と安定な濃度範囲を示した。H₂S濃度は、300~600 ppmの範囲で変動し、平均濃度は、500 ppmとDCP設備の場合よりも高濃度化した。

2) H₂S除去の性能確認

脱硫性能確認結果は、第3表のRun 3, Run 4に示す。

(1) H₂S除去効果

Run 3とRun 4,共に保証除去率85%を満足した。Run 4のL/Gは、設計値の0.7よりも小さいにもかかわらず

第 3 表 性能運転結果
Table 3 Results of performance

Service		DCP								DSP									
Item	Run No.	1				2				3				4					
Test condition	Rate of inlet gas (Nm ³ /h)	230				190				570				600					
	Rate of recycling water (m ³ /h)	260 (L/G=1.13)				390 (L/G=2.05)				560 (L/G=0.98)				380 (L/G=0.63)					
	Make-up water (m ³ /h)	20				30				80				70					
	Air (m ³ /h)	800				1 200				2 000				2 000					
Result of performance	Gas	CO ₂ (%)	Inlet	Outlet	Removal (%)	Waste gas	Inlet	Outlet	Removal (%)	Waste gas	Inlet	Outlet	Removal (%)	Waste gas	Inlet	Outlet	Removal (%)	Waste gas	
			34.2	17.0	60.6	2.94	35.3	13.7	70.9	2.93	38.5	19.8	60.5	2.4	38.5	22.5	53.6	1.9	
	H ₂ S (ppm)	122	1.5	98.8	<0.001	159	1.8	98.9	<0.001	490	52.7	89.2	18.8	480	58.5	87.8	18.8		
		Water	pH	Inlet	Outlet	Make up water	Over flow	Inlet	Outlet	Make up water	Over flow	Inlet	Outlet	Make up water	Over flow	Inlet	Outlet	Make up water	Over flow
	6.5			5.8	7.0	6.6	7.0	5.9	6.9	6.9	6.8	5.9	7.4	6.7	6.9	5.8	7.3	6.9	
	T-CO ₂ (mg/ℓ)			—	—	—	—	—	—	—	—	260	777	195	276	223	843	204	228
	Free-CO ₂ (mg/ℓ)			23.6	88.4	8.7	21.7	9.7	88.2	11.0	11.6	—	—	—	—	—	—	—	—
	T-S (mg/ℓ)			—	—	—	—	—	—	—	—	34.2	36.7	32.2	34.3	32.2	33.5	31.4	32.4
	SO ₄ -S (mg/ℓ)			50.3	48.7	48.0	49	48.7	48.7	43.3	48.7	33.9	35.8	32.0	34.0	31.7	32.1	31.3	32.0
	Free-S (mg/ℓ)	<0.01	0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.01	0.01	0.01	—	—	—	—	—	—	—	—		

ならず達成された。しかし、水洗浄後の H₂S 濃度は、ガス発生量の変動と同調し、DCP 設備にて循環水量を低減化した場合と同様な傾向を示した。

(2) CO₂ 除去効果

L/G が小さいため、CO₂ 除去率は 50 % 程度しか得られなかった。

3. 2. 3 循環水の挙動

循環水は、洗浄塔内で CO₂ や H₂S を吸収し、弱酸性化し pH 5.5~6.0 程度となる。塔流出水をこの状態のまま洗浄水として用いると、CO₂、H₂S の吸収効率が低下するだけでなく、無酸素状態のため嫌気化して、S 系物質 (H₂S、メチルメルカプタン他) の再放出が予想されることから適当な溶存酸素の確保が必要となる。このため、空気曝気を行い吸収した CO₂ を放出し pH を 6.5~7.0 に回復させ、かつ溶存酸素を保持して嫌気状態になることを防止した。しかし、過剰な空気曝気や高濃度 H₂S の吸収は、液中の H₂S の再放出が起りやすく後続設備に影響を与えることにもな

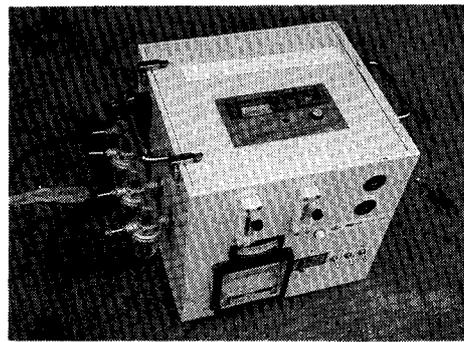
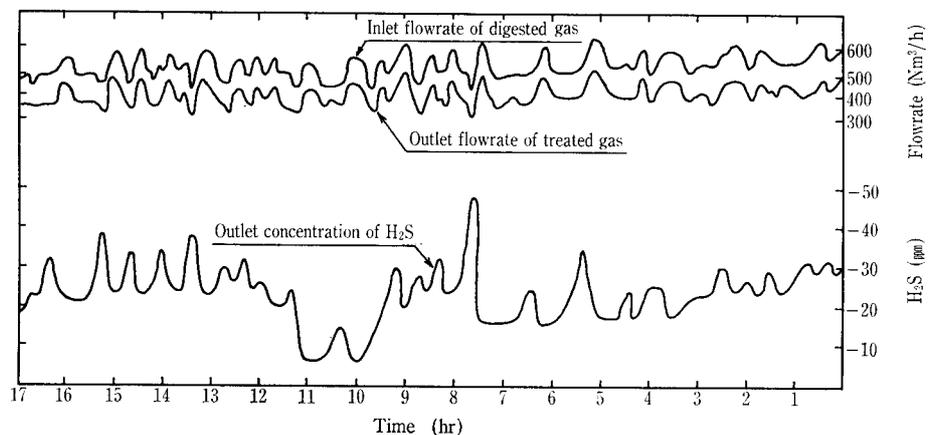
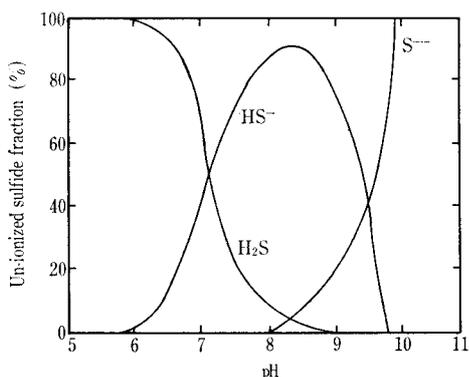


写真 3 H₂S 連続測定器
Photo. 3 H₂S analyzer

り、空気量の適切な制御が必要となった。このため、G_A/G=3.0 ℓ/ℓ 以下で運転している。また、補給水量を増すと同様な効果が得られるが、経済的メリットが薄れることから、空気曝気方式で対処した。



第 8 図 DSP 設備運転結果
Fig. 8 Operating results of DSP



第9図 H₂S 平衡における pH の影響
Fig. 9 Fraction of un-ionized sulfide of the total sulfide as a function of pH

3. 2. 4 ガス成分の物質収支

CO₂は溶解すると HCO₃⁻, CO₃²⁻ と解離し、気相-液相間での物質収支は バランスよく一致した。一方、H₂S は、第9図³⁾に示すように pH と密接に関係した可逆的な解離状態となる。洗浄塔流出水の pH が弱酸性であるため、H₂S は非解離状態で H₂S として大部分が溶解していることがわかる。しかし、free-S は 0.01 mg/l 以下(第3表)の値を示し、第9図の現象と異なる結果となった。一方、T-S, SO₄²⁻が増加していることから H₂S は酸化を受けているものと考えられる。H₂S が SO₄²⁻化する現象については、化学的な酸化現象とは考え難く、微生物などによる生物学的な酸化現象と推測している。H₂S の物質収支、および除去機構については、今後の大きな検討事項と考えている。

4. 経済性の評価

水洗浄設備の経済性を評価するため、脱硫設備として乾式脱硫剤方式との比較例を示す。第4表に試算条件を第5表に経済評価を示す。第5表において、基準ポイントを発生ガス量 300 Nm³/h, H₂S 濃度 500 ppm 条件下の水洗浄設備として、他条件下の設備費、運転費を比率で表示した。H₂S 濃度が低濃度時では、水洗浄方式のメリットはみられないが、高濃度化するにつれて、設備費の格差が縮まり、運転費は逆転し、設備の償却が可能となる。H₂S 濃度 1000 ppm 程度で設備費の償却は 7~8 年程度となり、1500 ppm では 2~3 年程度となる。これは、H₂S 濃度

第4表 脱硫方式の比較条件

Table 4 Comparison with H₂S removal systems

	Hydro-scrubber system	De-sulfurizer system
Equipment specification	Hydro-scrubber 1 Scrubber packing 1 set Recycling water pump 1 Make-up water pump 1 Recycling basin 1	De-sulfurizer tower 2 De-sulfurizer 1 set Platform 1 set
Operating cost	Electric power	De-sulfurizer

第5表 経済的評価

Table 5 Economical evaluation

Item	H ₂ S	Flow rate of inlet gas			
		300 Nm ³ /h		800 Nm ³ /h	
		D S P	De-sulfurizer	D S P	De-sulfurizer
Equipment cost	500 ppm	1.0	0.3	1.8	0.8
	2000 ppm	1.1	0.7	2.0	1.8
Operating cost	500 ppm	1.0	0.9	2.4	2.4
	2000 ppm	1.1	2.7	2.9	7.2

に比例して脱硫剤を消耗するためである。一方、処理ガス量増大による設備費への影響は、水洗浄設備の場合は小さく、逆に脱硫剤設備の場合は比例的な増大を示し、脱硫剤費の影響が大きいがわかる。また、経済的評価の他に、維持管理の面において、水洗浄設備は煩雑さが少なく、構成機器が少ないことから、担当部署からは、好評であるとの評価を得ている。

むすび

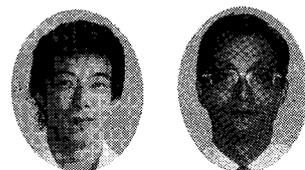
以上、水洗浄方式によるガス減容化設備と脱硫設備の概要、および運転結果などについて説明したが、今後 D C P 設備、D S P 設備の採用を検討される場合に参考になれば幸いである。終りに本設備の建設・運転に際し、多くの助言や協力を頂きました関係部署の各位に深く感謝の意を表します。

〔参考文献〕

- 1) 下水道施設設計指針と解説; 下水道協会編(1984)第2章第4編第4節 p. 462
- 2) King, C. J.: "Separation Processes" McGraw-Hill.
- 3) Sawyer, C. N, etc: McGraw-Hill, New York, NY, 1967

下水汚泥浮上濃縮実験結果

Experiments on Flotation Thickening of Waste Activated Sludge



(環)技術部 計画第1課
平井 孝 明
Takaaki Hirai
原田 元
Hajime Harada

Solid concentration of waste activated sludge (WAS) thickened in gravity thickeners is decreased inversely as the increase in organic contents in the WAS. In recent years, flotation thickening of WAS has been becoming popular to concentrate the sludge.

The subject of the study is to specify the mechanisms of flotation thickening by the fundamental experiments and to predict the possible limit concentration of floating sludge.

The test results shows the behavior of gas in the froth, including determination of physical properties of bubbles such as surface tension and sizes.

まえがき

浮上濃縮法は、懸濁物質の比重が1以下のものから、1以上のものでも固液分離ができる特長を有している。一般に浮上濃縮法の操作変数としては、気固比(A/S)、固形物負荷(L/S)などがあり、汚泥性状を示す指標としては、SVIが用いられている。しかし、これらの数値だけでは到達濃縮固形物(フロス)濃度の予測が困難で、設計値に対して大きく変動することがある。

本研究は、浮上濃縮法におけるフロス濃度の予測を正確に行えるようにし、また、フロス濃度を少しでも増加させるために、浮上濃縮機構の解明を含めて基礎的に検討を加えようとするものである。今回、気泡の挙動を中心に基礎実験を行い、シミュレーションを実施したので、結果を報告する。

1. 実験方法

1.1 下水処理水の表面張力の測定

下水処理場の最終沈殿池から、自動採水器で1時間間隔で、24時間採取した上澄水をじゅうぶん攪拌したのち、10分間静置し、Ring method 装置で表面張力を測定した。

測定は冬期と夏期に行った。

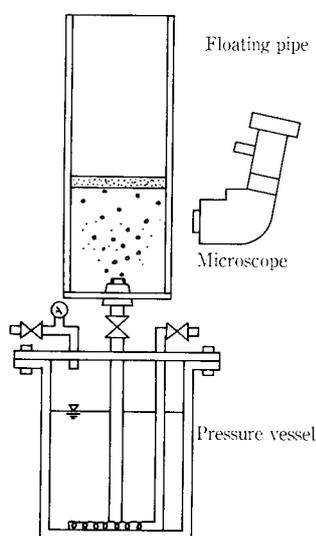
1.2 発生気泡径の測定

実験装置は、第1図に示すように、加圧容器の上部に、内寸10cm×10cm、高さ92cmのアクリル樹脂製角筒を取り付けたものである。試料を加圧容器に入れ、所定の圧力で加圧空気を5分間溶解させた後、角筒に加圧液を導入し、角筒内に発生する気泡の径を実態顕微鏡により測定した。

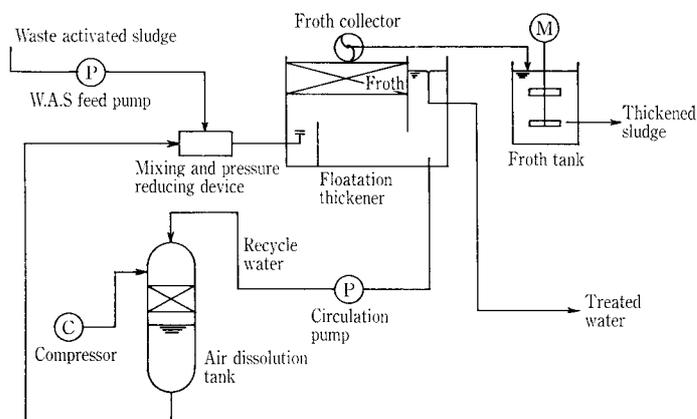
次に、第2図に示す実験装置(浮上面積1.51m²)を用い加圧力4kg/cm²、固形物負荷(L/S)100kg/m²、気固比(A/S)0.025の条件で連続運転を行い、定常状態に達した時点で内径8cm、長さ100cmの円筒状サンプリング器具を用いて鉛直方向のフロスをサンプリングし、10cm間隔で、存在する気泡の径を実態顕微鏡により測定した。

1.3 フロス層内気泡のガス組成の分析

第1図の加圧容器の吐き出し口に風船を取り付け、4kg/cm²に加圧した混合液を風船の中でフロスとして発生させ無効空気と分離水を取り去り、所定の時間放置した後、



第1図
実験装置
Fig. 1
Test device
(Flotation tester)



第2図 実験装置フロー
Fig. 2 Flow diagram of test plant

フロスの内の気体を採取し、ガスクロマトグラフィーによるガス組成分析を行った。実験はすべて20°Cの恒温室にて行った。

1.4 フロス内部の気体の体積変化の測定

第3図に示すテスターのフロス発生筒に越流管を取り付けた装置に、フロスを発生させた後、円筒を密閉し、越流管の水位により気体の体積を測定した。実験はすべて20°Cの恒温室にて行った。

1.5 フロスの鉛直方向の体積分率の算出

本実験においては、汚泥は水中で存在するため、湿潤状態における汚泥の体積を固体分の体積として算出した。ここでいう湿潤状態とは汚泥1360 G (3000 rpm)で20分間遠心分離機にかけ、沈積した汚泥の状態とする。

第1図の加圧容器に、気固比(A/S, 析出空気量kg/汚泥kg)0.025に設定した混合液を、圧力4 kg/cm²で5分間静置した後、3本の円筒にフロスを形成させる。所定の時間静置した後、フロスを鉛直方向に1 cmごとに採取し、湿潤状態の固体分の質量と体積を求める。次に各層の全質量から固体分の質量を差し引いたものを気体の体積として、各層の気・液・固相の体積分率を求めた。

2. 実験結果および考察

2.1 表面張力

下水処理場の処理水の表面張力の平均値は、冬期が59.6 × 10⁻³ N/m (at 20°C)で処理水の密度は、1.0005 t/m³であった。また夏期に行った測定では、表面張力の平均値は70.1 × 10⁻³ N/m (at 20°C)で、処理水の密度は1.0002 t/m³となり、蒸留水に近い結果が得られた。この原因としては次のようなことが考えられる。

- (1) 夏の方が使用水量が多くなるため、洗剤などの界面活性剤がうすめられている。
- (2) 夏場は、気温・水温が高いため、処理能力に優れ冬場より良好な上澄水を得ている。

微細気泡は表面張力により気泡の圧縮を受け、浮力に影響

を及ぼすため測定を行った。表面張力により発生する圧力(P_σ)は次式に示される。

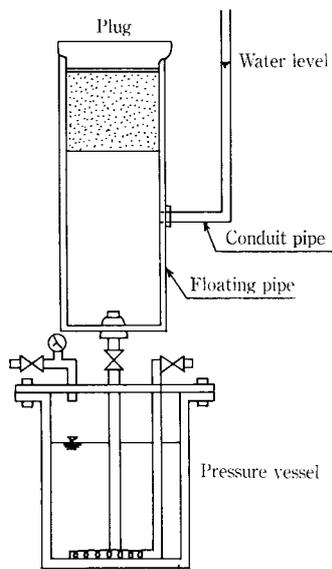
$$P_{\sigma} = \frac{2\sigma}{r}$$

ここに、σ：表面張力(夏場平均値70.1 × 10⁻³ N/mとする)
r：気泡径

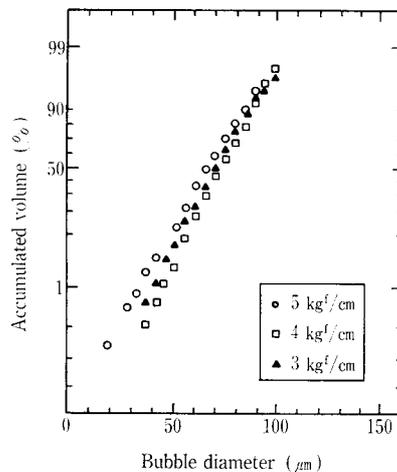
フロス層内に存在する気泡の累加体積分布より求まる体積平均径が約400 μm (2.2 参照)であったので、P_σは上式より3500 dyn/cm²となる。これは大気圧980000 dyn/cm²に比べ充分小さい。従って、表面張力が気泡の径に与える影響は、無視してよいと考えられる。

2.2 発生気泡

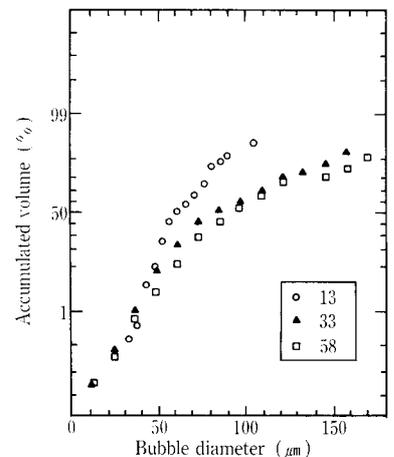
第1図のフローテーションテスターに、下水処理場の2次処理水のみを用いて、加圧力を3 kg/cm², 4 kg/cm², 5 kg/cm²と変化させて、吐き出し口より上方33 cmの所で測定した発生気泡の累加体積分布を第4図に示す。気泡の体積平均径は、それぞれ74.2 μm, 71.2 μm, 68.0 μmであった。すなわち、加圧力を上げると、発生気泡の径が小さくなる傾向が認められた。次に、活性汚泥混合液を用い4 kg/cm²の加圧力で汚泥フロクに付着している気泡の径を吐き出し口から13 cm, 33 cm, 58 cmの位置で測定した結果を第5図に示す。汚泥が存在する場合には、吐き出し口より離れるにつれて径の大きな気泡が現われるが200 μm以上の径の気泡は存在しない。一方その時形成されたフロス層内の気泡の径を、フロス層の下部より18~38 mm, 38~58 mm, 63~83 mmの3カ所にて測定した結果を第6図に示す。その結果、フロス層内に存在する気泡は、体積平均径で、390 μmとなり200 μm以上の径の大きな気泡が存在する。また、フロス層内の気泡の分布状態はほとんど均一で変化が見られない。これらのことよりフロス層内の気泡はフロス層最下部において結合し、その後成長することがないと考えられる。



第3図 実験装置
Fig. 3 Test device



第4図 発生気泡累加体積
Fig. 4 Accumulated volume of generated bubbles



第5図 汚泥付着気泡累加体積
Fig. 5 Accumulated volume of bubbles adhered to sludge

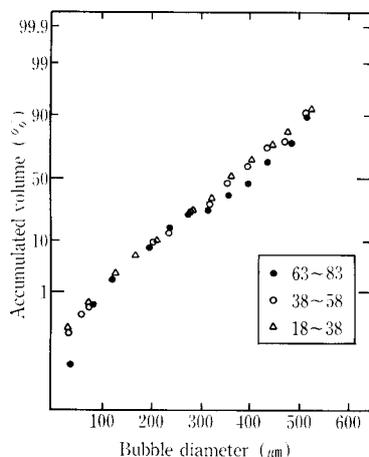
さらに第2図の実験装置の連続運転の定常状態におけるフロス層内の気泡の累加体積分布は、第7図のようになり、体積平均径は $410 \mu\text{m}$ であった。連続運転（定常状態）においてもフロス層内の気泡の形態は、第1図のテスターを用いて行った非定常実験とほとんど差異は認められない。定常状態において、気泡径が若干大きくなっているのは、フロスの掻き取りによる影響と考えられる。

これらの結果より気泡が汚泥に付着し、フロスを形成する状態をまとめると次のようになる。

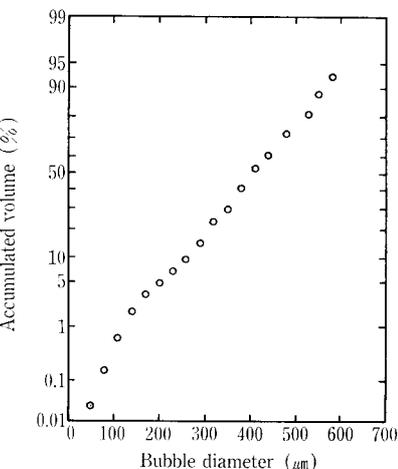
- (1) 吐き出し口より発生した気泡は、体積平均径約 $70 \mu\text{m}$ で汚泥と付着する。
- (2) 汚泥と付着した気泡は、固液分離部を通過する間に若干増大する。（体積平均径で約 $100 \mu\text{m}$ ）
- (3) 固液分離部を通過した気泡は、フロス層最下部において増大し、体積平均径で $400 \mu\text{m}$ まで成長する。
- (4) 最下層を除くフロス層内では気泡の成長、合体はない。

2.3 フロス層内気泡のガス組成

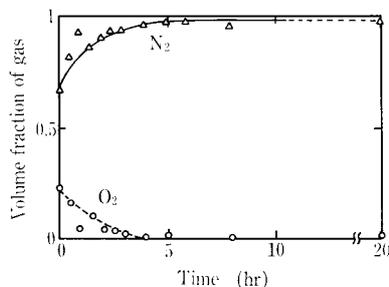
フロス内部のガス組成の経時変化を第8図に示す。フロス内の酸素 (O_2) は4時間で完全に消費され無酸素状態となっている。析出空気量中に占める O_2 の割合は、 4 kg/cm^2 の圧力下での酸素 (O_2) と窒素 (N_2) の水に対する溶解量の違いにより計算値 33% (実測値は 24%) となる。つまり、浮上濃縮においては析出する空気量中、33% が O_2 であり、 O_2 が消費されることによりフロス内の空気量は、最大 33% 減少または変化する。



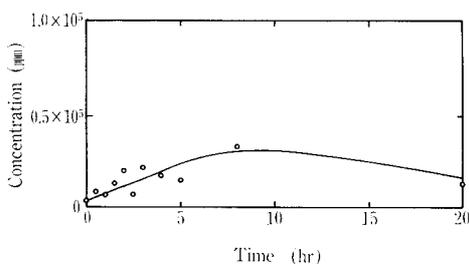
第6図
フロス内気泡累加体積
Fig. 6
Accumulated volume of bubbles in froth



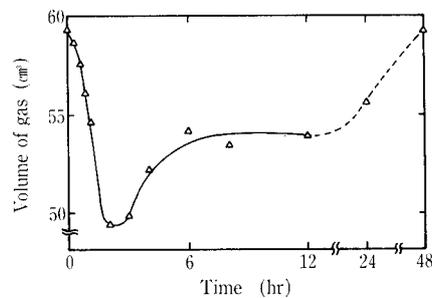
第7図
定常状態におけるフロス内気泡累加体積
Fig. 7
Accumulated volume of bubbles in froth (in continuous operation)



第8図 フロス内気泡のガス組成の経時変化
Fig. 8 Variation of volume fraction of gas in froth



第9図 CO_2 濃度の経時変化
Fig. 9 Variation of CO_2 content



第10図 フロス内ガスの体積変化
Fig. 10 Variation of gas volume (in froth)

O_2 が消費されると、炭酸ガス (CO_2) の発生が考えられるため、 CO_2 ガス濃度の経時変化を測定した。その結果を第9図に示す。第8、9図より O_2 の消費につれて CO_2 が発生していることがわかる。しかし、 CO_2 の濃度は最大でも 2~3% にすぎず、計算値の O_2 濃度 33% との間に大きな差が生じている。これは、 CO_2 ガスが水に溶け易いために、発生と同時に水中に溶け込むためと考えられる。

また、20時間を経過するとメタンガス (CH_4) が検出され、フロス層内が嫌気状態になっていることを示した。

2.4 フロス内部の気体の体積変化

フロス内ガスの体積変化の一例を第10図に示す。フロス発生後2時間程度までは体積が減少しているが、これは、前述の実験結果より O_2 の消費によるものと考えられる。しかし、その後、体積は増加を示しており、 O_2 の消費と前後して他のガスが発生していることがわかる。ガス分析によると、 CO_2 ガスは発生するものの最大 2~3% 程度の濃度で、体積の増加に影響が出るほどではない。また、 CH_4 ガスも 20時間後までは検出されなかったため、気体の体積の増加の原因となっているのは、脱窒による窒素ガス (N_2) の発生によるものと考えられる。また、20時間後以降の体積の増加は、 CH_4 ガスの発生のためである。

2.3、2.4の結果をまとめると次のようになる。

フロス層内においては、フロス形成後、約4時間で無酸素状態になり、気相の体積は約 2~3 割減少する。それと前後して、脱窒反応が起こり気相の体積は増加する。約 20 時間経過するとフロス層内は嫌気状態となり、 CH_4 ガス

を発生して再び気相の体積が増加する。

気相の体積は、浮力に関係する因子であるため、気相の体積の変動は、フロスの浮力、ひいてはフロスの濃縮力に影響を与える。実装置の一般的運転状態（固形物負荷 $100 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{d}$ 、フロス厚 1 m 、フロス濃度 4% 、連続運転）においては、フロスの滞留時間は $8 \sim 9$ 時間あるため、脱窒反応までを考慮に入れる必要がある。つまり、汚泥の酸素消費速度や、汚泥中の全窒素量、および硝化・脱窒反応速度などを新たに因子として加える必要がある。

2.5 フロスの鉛直方向の体積分率

フロス形成後、1時間後、4時間後、8時間後のフロスの鉛直方向の体積分率の変化と A/S の変化を第11図に示す。1時間後に比べ4時間後、8時間後と時間の経過とともに気体分率は増加している。これは、前述のように、酸素の消費や、脱窒作用による N_2 ガスの発生が関係しているものと考えられる。フロス層下部を除くフロス層内では、固相の深さ方向の体積分率にあまり変化が見られないため、フロスの圧密は液体の減少によるところが大きく、垂直方向に一様に濃縮されている。

一方、操作因子として与えた設定 A/S は $0.025 \text{ kg} \cdot \text{Air} / \text{kg} \cdot \text{SS}$ であったのに対し、フロスに実際に付着している気泡量より求まる A/S は、ほとんどが低い値となっている。その原因としては、汚泥に付着しないまま系外に出てしまう無効空気や、気体の体積の減少などが考えられる。実装置において、無効空気はフロス層を乱す原因となり、また、装置の高効率化のためにも、無効空気の発生を少なくするノズルなどの開発が必要である。

また、浮上濃縮にあたっては、析出空気量より無効空気量を除いた有効 A/S を考える必要がある。

3. シミュレーションモデル

基礎的な実験事実を考慮に入れ、次の考え方に基づきシミュレーションを行った。

3.1 理論的考察

浮上濃縮においては汚泥粒子（固相）の水中重量、汚泥粒子間接触による有効応力、汚泥粒子に挟まれている気泡の変形分による有効応力、気泡による浮力、間隙水が汚泥に対して相対運動するとき汚泥粒子に作用する流体粘性

力、間隙水が気泡に対して相対運動するとき気泡に作用する流体粘性力、気泡が汚泥粒子に対して相対運動するとき作用する応力の和が0になっていると考える。この考えかたに基づいた連続式と運動方程式は、次の仮定のもとに導かれる。

仮定

- (1) 汚泥の性状は均一である。
- (2) 汚泥粒子および液体の圧縮は無視しえる。
- (3) 汚泥粒子の濃縮と液体の排出は、一軸的に行われる。
- (4) 各相の運動のレイノルズ数は、慣性を無視できるほど小さい。
- (5) 汚泥の各相間の相対速度は、汚泥全体の移動速度に影響されない。
- (6) フロス層表面まで、液体は毛管現象により引き上げられる。

連続式

$$\text{液相: } \frac{\partial \varepsilon_l}{\partial t} + \frac{\partial V_l}{\partial x} = 0$$

$$\text{固相: } \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + \frac{\partial V_s}{\partial x} = 0$$

$$\text{気相: } \frac{\partial C_g}{\partial t} + \frac{\partial N_g}{\partial x} = f(x, t)$$

$$\varepsilon_g = C_g \frac{RT}{P_a + P_s}, \quad N_g = C_g V_g, \quad \varepsilon_l + \varepsilon_s + \varepsilon_g = 1$$

$$v_l = \varepsilon_l V_l \quad v_s = \varepsilon_s V_s \quad v_g = \varepsilon_g V_g$$

ここに、 ε : 体積分率

V : 体積速度（空塔速度）

v : 実速度

l, s, g : 添字で、それぞれ液・固・気相を表す。

C_g : 汚泥単位体積当りの気相分の質量

N_g : 単位水平面当りの気相の質量速度

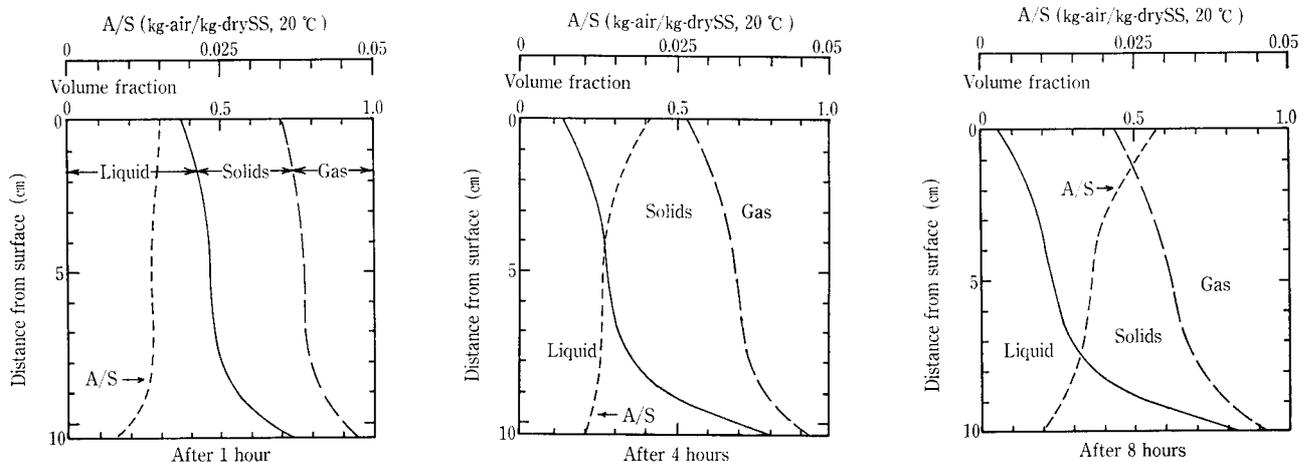
$f(x, t)$: 汚泥単位体積当りのガス発生速度

R : 気体定数

T : 絶対温度

P_a : 水圧

P_s : 表面張力による気泡内圧力



第11図 フロスの体積分率及び A/S の鉛直分布の経時変化

Fig. 11 Variation of volume fraction and A/S

x : 座標軸 (鉛直上向正)

t : 時間

である。

運動方程式

$$\text{全体: } \frac{\partial}{\partial x} (P_1 + P_s + P_g) + \{\varepsilon_s(P_s - P_1) + \varepsilon_g(P_g - P_1)\} g = 0$$

$$\text{液相: } \frac{P_1}{\partial x} + K \left\{ 1 - \frac{\mu}{\delta \varepsilon_g / (\varepsilon_s + \varepsilon_g)} \right\} \left\{ \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s + \varepsilon_g} \left(V_1 - \frac{\varepsilon_1 V_s}{\varepsilon_s} \right) + \frac{\varepsilon_g}{\varepsilon_s + \varepsilon_g} \left(V_1 - \frac{\varepsilon_1 V_g}{\varepsilon_g} \right) \right\} = 0$$

$$\text{固相: } \frac{\partial P_s}{\partial x} - K \left\{ 1 - \frac{\mu}{\delta \varepsilon_g / (\varepsilon_s + \varepsilon_g)} \right\} \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s + \varepsilon_g} \left(V_1 - \frac{\varepsilon_1 V_s}{\varepsilon_s} \right) - G(\varepsilon_s) \left(V_g - \frac{\varepsilon_g}{\varepsilon_s} V_s \right) + \beta \varepsilon_s (P_s - P_1) g + (1 - \gamma) \varepsilon_g (P_g - P_1) g = 0$$

$$\text{気相: } \frac{\partial P_g}{\partial x} - K \left\{ 1 - \frac{\mu}{\delta \varepsilon_g / (\varepsilon_s + \varepsilon_g)} \right\} \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s + \varepsilon_g} \left(V_1 - \frac{\varepsilon_1 V_g}{\varepsilon_g} \right) + G(\varepsilon_s) \left(V_g - \frac{\varepsilon_g}{\varepsilon_s} V_s \right) + (1 - \beta) \varepsilon_s (P_s - P_1) g + \gamma \varepsilon_g (P_g - P_1) g = 0$$

ここに, P_1 : 過剰間隙水圧

P_s : 有効応力

P_g : 気相が伝達する有効応力

μ : 液相の分子粘性係数

K : 透水係数 ($K = K(\varepsilon_1)$)

$G(\varepsilon_s)$: 気・固相間の相対速度を応力に変換する関数

δ : 気相の存在に上る透水係数の変化分を示す係数

$\beta \cdot \gamma$: 固相の水中重量と気相の浮力の固相あるいは液相における負担比率を示す係数

である。

3. 2 実際例への適用

実際例への適用をするにあたって, 次のように仮定する。

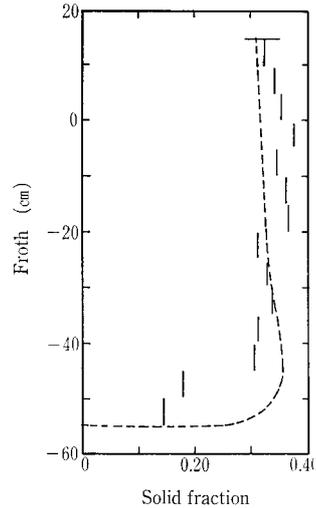
- (1) 現象は定常である。
- (2) 固・気相間の相対速度は無視できるほど小さい。
- (3) 汚泥内におけるガス発生は無視できるほど小さい。
- (4) 気泡表面の粘性抵抗は気泡が充分小さいので固体壁についてのものと同一である。

上記の仮定のもとに, 連続式と運動方程式より, 次式が導かれる。

$$\frac{d\varepsilon_s}{dx} = \frac{d\varepsilon_s}{dP_s} \left\{ \frac{\mu}{K} \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_s + \varepsilon_g} \left\{ q_0 + \frac{P_{sd} V_s}{\alpha} \left[\frac{A}{S} \right] \frac{RT P_1 g x}{P_{a0} + P_{\sigma 0}} - \frac{V_s}{\varepsilon_s} \right\} - \left\{ \beta (P_s - P_1) + (1 - \gamma) \frac{P_{sd}}{\alpha} \left[\frac{A}{S} \right] \right\} \frac{RT}{P_{a0} + P_{\sigma 0}} \left(1 + \frac{P_1 g x}{P_{a0} + P_{\sigma 0}} \right) (P_g - P_1) \right\} \varepsilon_g g$$

ここに, q : 体積流速 ($x=0$)

$\left[\frac{A}{S} \right]$: 有効気固比



第12図
汚泥固体分率の鉛直分布
Fig. 12
Vertical variation of solid fraction

P_{sd} : 汚泥固相乾燥密度

α : 汚泥の湿潤体積と乾燥体積の比

P_{a0} : 大気圧

$P_{\sigma 0}$: 大気圧下での表面張力による圧力

である。

上式を, 数値積分にて解くことにより, 鉛直方向の固体分率の分布を求めた1例を第12図に破線(---)で示す。同図中の実線(—)は実測値である。実測結果では固体分率がほぼ一定となるのに15 cmほど要しているのに, 計算ではわずか5 cmしか要していない。またフロス層上部では, 実測結果の方が計算値に比べ固体分率が大きくなっている。これは仮定において, 汚泥内におけるガスの発生を無視したこと, 透水係数 (K) および有効応力負担率 (β, γ) の与え方, または実測サンプル採取時に不攪乱採取になっていない可能性があることなどの理由によるものである。

汚泥のガス発生速度は, 汚泥の性状(活性度)にかかわる因子であり, 今後, 汚泥の挙動についても検討を加えていく必要がある。

むすび

浮上濃縮機構の原理の解明にまでは致らなかったが, 表面張力, 発生気泡径, フロス層内の気体の挙動, フロス層の体積分率などについての知見を得ることができた。

今後, さらに実験的な検討を加え, 浮上濃縮機構の原理解明さらに実装置の改良と研究を進めていくつもりである。

最後に, 本研究を行うにあたり, ご指導いただいた九州大学教授の楠田哲也博士と同大学水工土木研究室の方々に感謝の意を表す。

【参考文献】

- 1) 楠田哲也, 平井孝明: 浮上濃縮機構に関する基礎的研究, 第25回下水道研究発表会講演概要集 pp. 442~444, 1988。
- 2) 楠田哲也, 古賀誠司, 平井孝明: 浮上濃縮機構に関する基礎的研究(Ⅱ), 第26回下水道研究発表会講演概要集, pp. 526~528, 1989。

重層式冷却塔の紹介

Double-Deck Cooling Tower for DHC.



冷却塔事業部 生産部
小林 敏 晴
Toshiharu Kobayashi

Recently city redevelopment project is booming in Japan for the forthcoming 21st Century, and district heating and cooling systems (DHC) are now being employed in a number of buildings.

DHC of Makuhari New Town, noted for a large-scale DHC, is intended for supply of thermal energy to Makuhari Messe; the site of the largest International Exposition in Japan, hotels, business buildings and the like. We were awarded contracts by Tokyo Gas Co. for double-deck cooling towers for DHC purpose in capacity of 8,000 RT, and delivered them in June, this year. As compared with the conventional air-conditioning cooling towers, demand is increasing rapidly in Japan for DHC cooling towers which could have large capacity in a compact design and in reliable construction as well. The double-deck cooling towers recently delivered not only satisfy these requirements, but also are designed to abate adverse effect on local environment such as noise, visible plume and vibration.

まえがき

21世紀に向け都市再開発が盛んに行われている。これに伴い、地域冷暖房（District Heating and Cooling 以下DHC）が多く採用されている。

その代表的なDHCとして幕張新都心DHCがある。このDHCから、わが国最大の国際展示場である幕張メッセ、ホテル、業務ビルなどへ熱供給を行う。当社は、DHCの事業者である東京ガス（株）より第一期分として8000RTの重層式冷却塔を受注し本年6月に納入した。DHC向け冷却塔は、従来の空調用冷却塔に比べ、大容量のものをコンパクトにし、かつ耐久性に優れた冷却塔が要求される。今回納入した重層式冷却塔は、これらの要求を満足するだけでなく、環境に対する影響も配慮し、騒音、白煙、振動対策を備えたものである。その概要をここに紹介する。

1. 冷却塔の概要

今回納入した冷却塔8000RTのうち、500RT×4基は従来型単一充填層の一体構造になっており、1500RT×4基は重層式の一体構造となっている。写真1、2は重層式冷却塔の全影を示す。第1図に全体図、第2図に断面図を示す。

1.1 設計条件

(1) 容 量

RD : 1 CT 500RT (450 m³/h) × 1 基

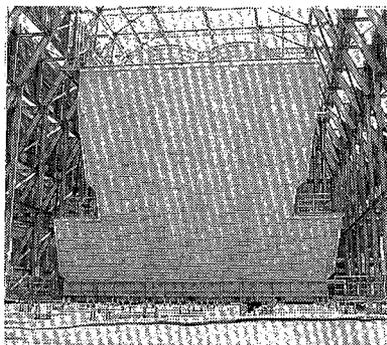
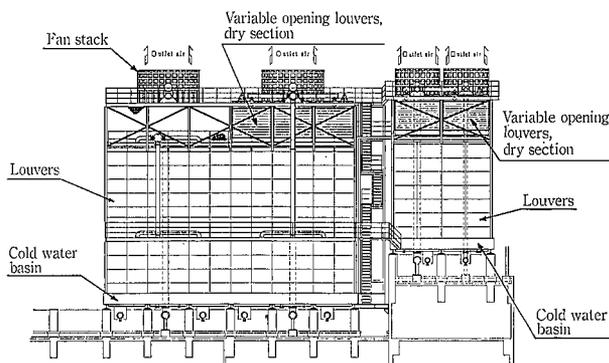
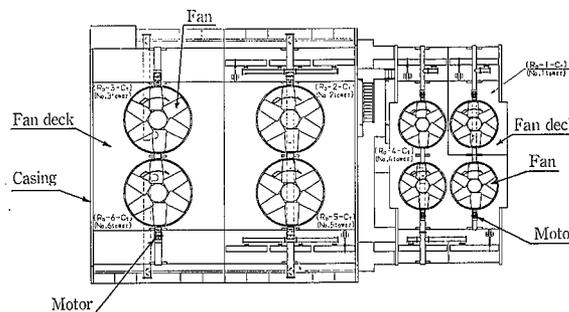


写真1
重層式冷却塔の全影
Photo. 1
Overall view of
double-deck cooling
tower

- RD : 2 ~ 6 CT 1500RT (1400 m³/h) × 5 基
- (2) 温度条件
 - 入口水温 38 °C
 - 出口水温 32 °C
 - 温球温度 27 °C
 - (3) 耐 震
 - 1.0 G (アンカーボルト1.5 G)
 - (4) 騒音値
 - RD : 1.4 CT 500 RT
 - ファンスタック天端 45° 1 m点 78 dB(A)
 - RD : 2. 3. 5. 6. CT 1500 RT



第1図 全体図
Fig. 1 Schematic drawing

ファンスタック天端 45° 1m点 83 dB(A)

(5) 白煙長さ

条件：外気温度 0°C
 相対湿度 70(%)
 温度差 6°Cの時
 RD:1.4CT 6m以下
 RD:2.5CT 9m以下

1.2 冷却塔諸元

RD:1.4CT 500RT×4基
 RD:2.3.5.6CT 1500×4基

(1) 塔形式 強制通風直交流低騒音白煙対策冷却塔

		RD:1.4CT 500RT×4基	RD:2.3.5.6CT 1500RT×4基
塔 寸 法	全長	7 250 mm	18 250 mm
	全幅	15 000 mm	17 470 mm
	塔高	11 110 mm	14 610 mm
	全高	13 110 mm	17 010 mm
運 転 重 量	108 880 kg		385 870 kg
送 風 機	型式	軸流型低騒音ファン	軸流型低騒音ファン
	直径	3 050 mm	4 455 mm
	枚数	6 枚	6 枚
	台数	4 台	4 台
電 動 機	型式	屋外型全閉外扇三相誘導電動機	
	定格	30 kW 4p 400 V 50 Hz	100 kW 4p 400 V 50 Hz
	台数	4 台	4 台(内1台は4/8P)
減 速 機	形式	スパイラルベベルギア	スパイラルベベルおよびヘリカルギア
	減速比	1/5.12	1/7.14
	台数	4 台	4 台
空 気 加 熱 器 (RD:1.4, 2, 5に取付)	形式	L型巻付フィン	L型巻付フィン
	ダンパー用モーター	0.20 kW	0.20 kW
	台数	3 台	2 台
防 振 装 置	型式	防振パッド	防振パッド
	台数	一式	一式
振 動 監 視 装 置	(振動速度モニター MODEL-1590-23)		
	型式	動電型速度センサー	

1.3 冷却塔材質

- (1) 主要構造材 : 溶融亜鉛メッキ鋼
- (2) 外装・ルーバー : ノンアスベストセメント波板
- (3) 充填材 : 硬質塩化ビニール
- (4) エリミネーター : 硬質塩化ビニール
- (5) 上部・下部水槽 : FRP
- (6) ファンスタック : FRP
- (7) 空気加熱器 : フィン—アルミニウム
 チューブ—STB溶融亜鉛メッキ
 ダンパー—アルミニウム

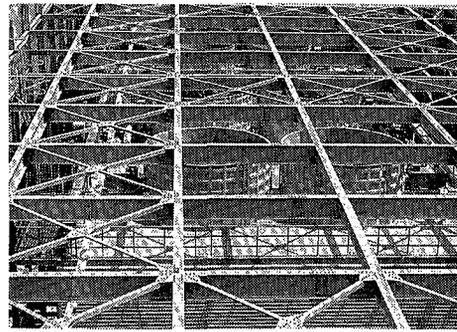
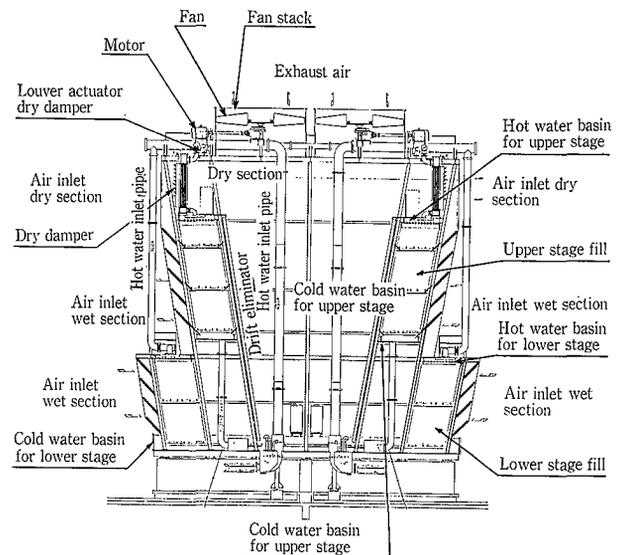


写真2 重層式冷却塔

Photo. 2 Double-deck cooling tower



第2図 断面構造図

Fig. 2 Sectional drawing

2. 特長

2.1 重層式構造

重層式冷却塔は、設置面積を最小にするため新しく開発した冷却塔である。上層下層に独立した充填層、散水機構を備え、通風は塔上部に設置した送風機単体で上下層を共通に行うものである。今回1500RT×4基にこの方式を採用している。水および空気の流れを第3図に示す。

2.2 白煙対策

冬期および中間期に冷却塔から出る白煙(可視プルーム)を低減するために、空気加熱器が組込まれている。空気加熱の熱源としては冷却水の戻り水(温水)を利用し、新たな熱源を必要としない省エネルギータイプを採用している。通常夏期などの白煙の少ない時期は、ダンパーを閉め従来の湿式運転を行うものである。

当社の白煙対策方式は

CPWD (Cross Path Wet & Dry の略)

第4図と PPWD (Parallel Path Wet & Dry の略)

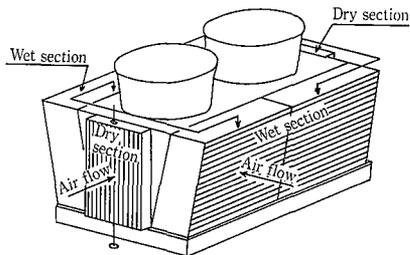
第5図の2種類に大別される。

今回スペース制限もありPPWD方式を採用した。

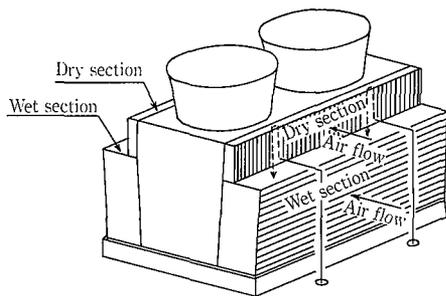
ダンパーの開閉は全てシリンダーモーターにより行っている。写真3は空気加熱器を示す。



写真 3 空気加熱器
Photo. 3 Dry section



第 4 図 交叉流式乾湿併用形冷却塔
Fig. 4 Cross path wet & dry



第 5 図 並流式乾湿併用形冷却塔
Fig. 5 Parallel path wet & dry

2. 3 振動対策

(1) 冷却塔からの振動源は送風機、水の落下音などによるが送風機からの振動が大勢を占める。

防振検討に当たっては、実規模の実績がないため他社納入DHC向冷却塔の加振力測定を実施し、これを冷却塔用加振力に修正した。

防振検討に当たってはスラブの振動応答特性についても重要な要素である。これらは計算値により求められるがより確実性を得るため現地実測を併用することにした。

防振検討フローを第 6 図に示す。

(2) 冷却塔設置直下階の室内環境条件は、第 1 表より求める。

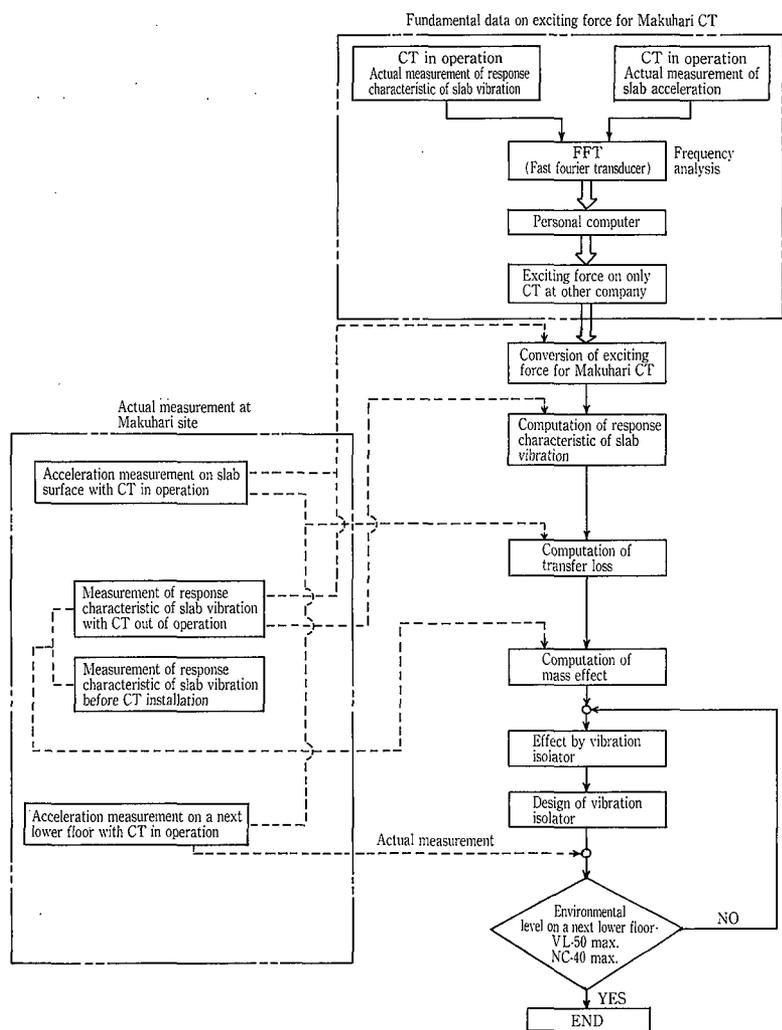
今回冷却塔設置直下階は機械室および中央監視、談話室、控室であることから

VL-50, NC-40 以下とした。

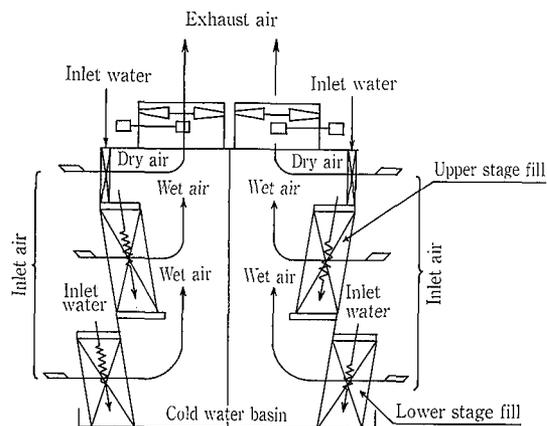
(注) VL=VIBRATION LEVEL

NC=NOISE CRITERION

今回このレベルをクリアーするため防振パッドを採用した。第 7 図に防振した場合としない場合の検討結果を示す。



第 6 図 防振検討フローチャート
Fig. 6 Flow chart of vibration control study



第 3 図 水及び空気の流れ
Fig. 3 Water and air flow

2. 4 振動監視装置

振動監視を実施する場合その発生する振動成分および、周波数帯域により使用するセンサー、またはモードを決定する必要がある。センサーには圧電型加速度センサー、動電型センサーとがある。モードには加速度(G)、速度(mm

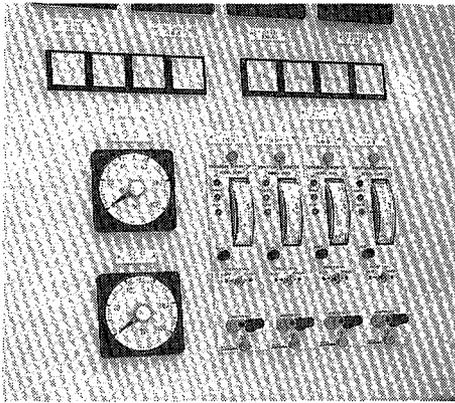
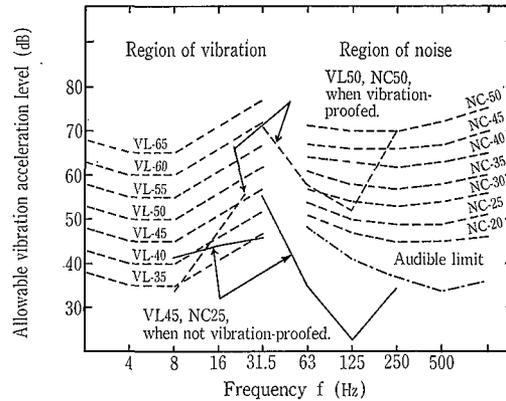


写真 4 振動監視装置
Photo. 4 Vibration monitor



第 7 図 防振検討結果
Fig. 7 Results of vibration control study

第 1 表 室内騒音と振動許容値

Table 1 Room noise and allowable limits of vibration

Kind of room	NC value	Noise level dB(A)	VL value
Radio (TV) studio	NC-15~20	25~30	40
Concert hall	NC-15~20	25~30	
Theater (500 people)	NC-20~25	30~35	
Music room	NC-25	35	50
Schoolroom (without loudspeaker)	NC-25	35	
Apartment House/Hotel	NC-25~30	35~40	
Conference hall (with loudspeaker)	NC-25~30	35~40	55
Home	NC-30	40	
Movie theater	NC-30	40	
Hospital	NC-30	40	60
Library	NC-30	40	
Store	NC-35~40	45~50	
Restaurant	NC-45	55	

第 2 表 冷却塔送風装置の基本発生周波数

Table 2 Fundamental generated frequency of mechanical equipment for cooling tower

RD-1, 4CT		Generated frequency	RD-1, 4CT motor (30kW)			
Frequency of drive shaft	25 Hz	Bearing No.	Defective outer race	Defective inner race	Defective rolling element	
Frequency of fan shaft	4.19 Hz		6315	75.2 Hz	120 Hz	100.5 Hz
Frequency of spiral gear engagement	275 Hz	6212	99.6 Hz	144.5 Hz	256.2 Hz	
Frequency of fan tip passage	29 Hz					
RD-2, 3, 5, 6CT		Generated frequency	RD-2, 3, 5, 6CT motor (100kW)			
Frequency of drive shaft	25 Hz	Bearing No.	Defective outer race	Defective inner race	Defective rolling element	
Frequency of fan shaft	3.50 Hz		6318	76.1 Hz	120.7 Hz	205.6 Hz
Frequency of spiral gear engagement	525 Hz	6316	75.9 Hz	120.9 Hz	203.6 Hz	
Frequency of fan tip passage	20.7 Hz					
Rotational frequency of intermediate shaft	9.9 Hz					
Frequency of helical gear engagement	287 Hz					

/s), 変位(μ)がある。従来は変位にて送風機の振動管理を実施していたが本装置採用に当り、他社納入冷却塔での調査の結果は次のとおりである。

- (1) 冷却塔のような振動発生周波数の低い帯域では加速度はノイズに埋もれる。
- (2) コンピューター管理を考えた場合、微分、積分することなく信号がとれること。
- (3) 圧電型センサーは加速度モードのため速度モードにて計測する場合積分器が別途必要となる。また、熱、温度、風に影響を受けやすいため冷却塔内部には不適合である。

以上の結果よりモードは速度 mm/s, センサーは動電型センサーを使用した。

メーカー：昭和測器(株) 振動速度モニター
MODEL-1590-23
動電型センサー 2015W
検出器ケーブル

今回の振動監視装置は現場操作盤および中央監視室においてもモニターができるようになっている。

アラーム設定値：9 mm/s

トリップ設定値：12 mm/s で設定

第 2 表に納入冷却塔送風装置の基本発生周波数を示す。写真 4 は振動監視装置を現場操作盤に組込んだ状態を示す。

第 8 図に Wiring diagram を示す。

第 9 図に FFT アナライザにて周波数分析した冷却塔減速機部での速度を示す。

2.5 下部水槽

(1) 耐食性

冷却塔の下部水槽は特に耐食性を考慮し、溶融亜鉛鍍金鋼のフレームに内面 FRP 製の水槽とした。

溶融亜鉛鍍金付着量：550 g/m² 以上

FRP 板厚：6.0 mm

写真 5 は RD-2.3.5.6. CT の下部水槽を示す。

(2) 水槽深さ

大型冷却塔の場合起動時下部水槽から空気の巻込みが心配される。

水位決定は次のように決定した。

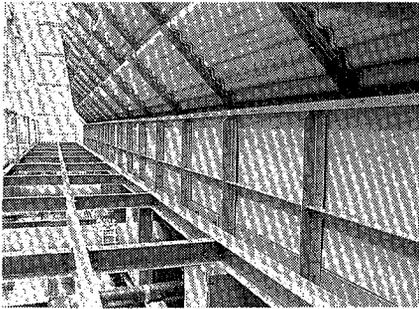


写真 5
下部水槽
Photo. 5
Cold water basin
for lower stage

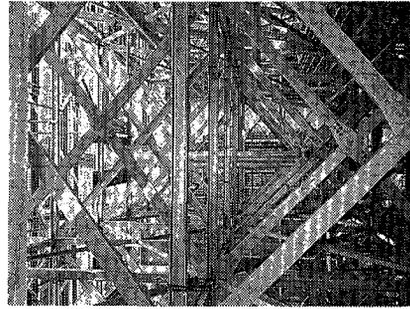
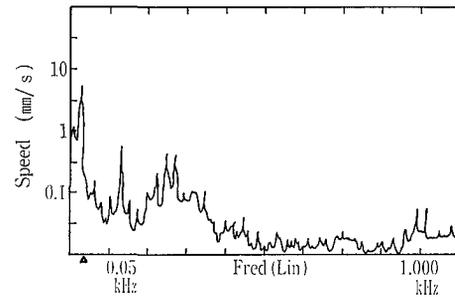
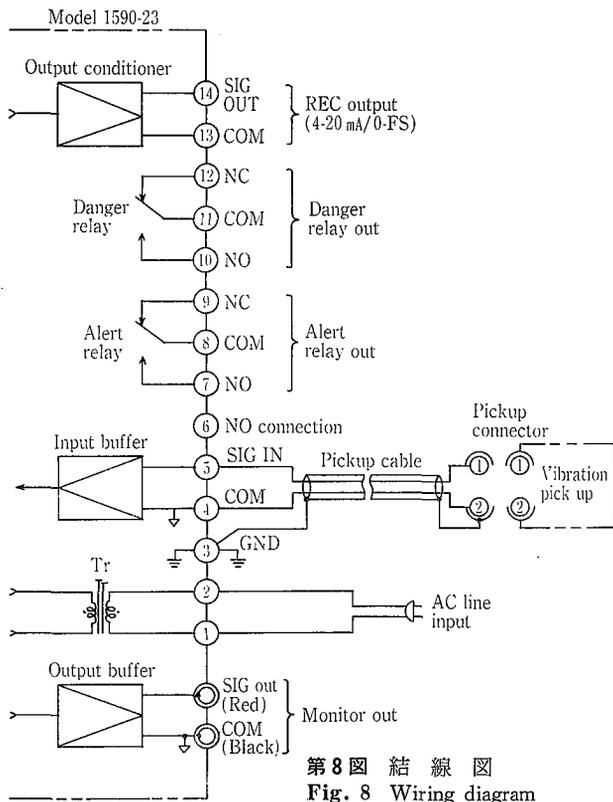


写真 6
骨組ブレース
Photo. 6
Framework braces



第9図 減速機の振動値
Fig. 9 Frequency of speed reducer

3) 構造 : ブレース構造, ピン接合とした。

4) 鋼材表面処理: 熔融亜鉛鍍金 HD Z-55

5) 主構造材

(1) RD-1.4CT

柱 : H125×125×6.5×9

梁 : H248×124×5×8

ブレース : [150×75×9×12.5

アンカーボルト : M30 56本

(寸法)

長さ : 7.25 m

幅 : 15.00 m

高 : 11.11 m

重量 : 108.80 ton

(2) RD-2.3.5.6. CT

柱 : H125×125×6.5×9

梁 : H248×124×5×8

ブレース : [150×75×9×12.5

アンカーボルト : M30 196本

(寸法)

長さ : 18.25 m

幅 : 17.47 m

高 : 14.61 m

重量 : 385.87 ton

むすび

重層式冷却塔は省スペース化を目的として開発されたもので、幕張新都心DHCが実用塔第1号であり、引続き第2号機が新宿DHC(50,000 RT)へ納入することになっている。その他DHCだけではなく工場向なども含め具体的な引合が増えてきている。当社としては、さらに省スペース化を図るため技術開発を進めていきたい。

冷却塔

下部水槽寸法	RD-1.4CT	RD-2.3.5.6C
長さ	11.76 m	15.15 m
幅	7.40 m	9.20 m
深さ	0.80 m	0.80 m
標準運転水位	0.30 m	0.35 m
停止時の水位上昇	0.21 m	0.24 m
オーバーフローレベル	0.6 m	0.65 m

2.6 耐震構造

1) DHC向冷却塔の場合耐震構造が要求される。一般的にはビルの屋上設置が多いため階数に関係なく設計用水平震度(KH)=1.0Gが要求される。本冷却塔についても同様水平震度1.0G(アンカーボルトは1.5G)で設計した。

写真6は骨組ブレースを示す。

2) 適応規準

建築基準法 : 同施行令

日本建築学会 : 鋼構造設計規準

社内ニュース

TOPICS

ステンレス生産再構築

Production line of stainless steel equipments is being reorganized

神鋼ファウドラは、化工機、環境装置、冷却塔の三事業を柱とした産業機械メーカーとして幅広い事業展開を進めてきた。「技術に生き、技術を売る」をモットーに長年培った技術と経験から生まれる製品群は、国内のみならず海外でも高い評価を得ている。同社は今年創立35周年を迎える。そして長期的な視野に立った企業戦略の第一歩を踏み出す。

同社は今年1月、化工機事業部のステンレス部門の生産体制を再構築する方針を打ち出した。これまで本社神戸工場（兵庫県神戸市）と播磨工場（同加古郡播磨町）に分散していたのを播磨工場に集約、強化・拡充する。最新の組み立て設備、新鋭工作機などの導入を図る。9月には長期的な展望に立った「新生播磨工場」が誕生する。投資額は15億円、またグラスライニング製品についても生産の効率化を進め、より強い企業体質への礎を築いていくことにしている。

また冷却塔部門では、省スペースで低ランニングコストを実現した重層式冷却塔を開発、本格的な受注活動に乗り出した。従来の大型冷却塔を二段重ねにし、設置面積を30%低減した。さらに大口径高効率ファンを採用、経済性を高めた。地域冷暖房システム、工場分野での普及活動を進める。

環境装置部門では、国内最大の嫌気式排水処理設備を受注するなど活発な動きを見せている。これは嫌気性バクテリアを用いた浄化処理システムで、処理後に出る汚泥量も少なく、発生するメタンガスをボイラー燃料に利用できるため経済的である。現在までに約20基の納入実績があり、石油化学、製薬、食品など幅広い分野で効率的なシステムとして威力を発揮している。

このように同社は、各部門でのグローバルな観点に立った事業展開を進めている。今後も現場ニーズに立脚した高機能製品を開発していく考えである。

一方、さらなる国際化をめざし昨年、韓国の展示会に参加した。今年も10月に北京で開催されるケミカル・エンジニアリング展「アヘマシア」に出展するなど国際舞台で活動が大いに期待される。化学工業日報（'89.4.22）

素材とシステム——総合開発に磨き

Brushing up developments for both production material and system engineering

技術と世界で飛躍する神鋼パンテック。神鋼ファウドラは10月9日から「神鋼パンテック」として生まれ変わる。素材としてのグラスライニングの性能向上はもとより自動化、省力化、安全性をシステム化により実現、高機能製品開発に意欲的に取り組んできた同社の新しい顔である。今後は国際事業展開も強化、また技術開発力もさらに磨きをかけ、グラスライニングのトップメーカーとしての地位をより強固なものにする。

グラスライニングには、耐酸性、耐アルカリ性、耐摩耗性、耐衝撃性といった4つの特性が求められる。同社は、耐酸性はもちろん耐アルカリ性にも優れたガラス「グラスチール9000」、さらに耐摩耗性、耐衝撃性を加味したグラ

ス「ヌーセライト8100」など、求められる条件すべてに応える各種高機能グラスを取り入れている。

またラテックスなど付着性の強い内容物に対しては、短期的な非付着性、耐食性を発揮するグラスライニング表面処理技術で応え、ユーザから高い評価を得ている。さらに母材としてのステンレス鋼、ステンレスクラッド鋼の加工技術も他社の追随を許さぬ高水準にあり、これら素材で蓄積してきた独自技術の組み合わせにより、グラスライニング機器の新しい可能性を開く。

一方で、機能を追求したシステム展開にも積極的に取り組んでいる。石油化学、製薬分野などでのファイン化傾向には目を見張るものがある。このため生産プロセスにおける厳しい品質管理、過酷な条件下での反応などに対応した各装置が求められる。同社は素材のアプローチとともに、高機能化装置の開発と周辺機器への有機的なアクセスを行い、多品種少量生産をも効率的にできるシステムの構築を図っている。

その一例が信頼性の高い豊富なアクセサリ群。金属部分がまったくないグラスライニング製センサー「メゾンデ・シリーズ」（温度計、グラスダメージ監視装置、PH測定計）、軸と翼が容易に着脱可能なグラスライニング製攪拌翼「クライオロックアジテータ」、反応機用缶内モニターリングシステムなどを品揃えしている。

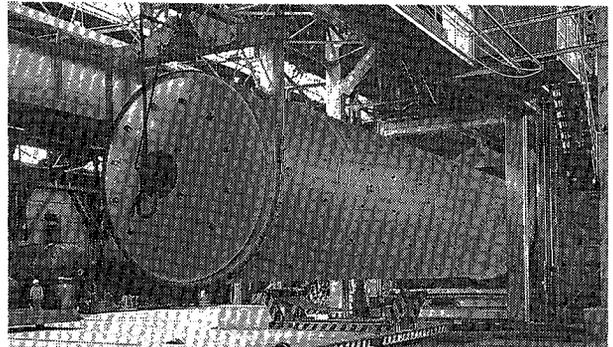
このほかFA化のためのプロセスコントロールシステム「プロセスモニターPMX-98」を開発、ソフト面から生産効率化を強力にサポートする。

また、化学機器メーカーとして長年培ったプロセス制御、保全に関する知識をベースとしたAI（人工知能）システムの開発にも取り組んでいる。

同社は、耐食機器のオールラウンドプレーヤーとして幅広い事業展開をしている。グラスライニングをはじめ、ステンレスなど各種耐食金属分野でも高い技術と実績を持つ。

また、フッ素樹脂コーティング・ライニングは「神鋼ファウドラ・テクノレジン」を子会社として設立、専門メーカーとして展開している。

製品の据え付け、納入後のアフターケアは、子会社の「神鋼ファウドラ・サービス」が担当する。スピーディーで常に製品が最高の状態で使用できる。今後は、生産体制の再構築にも取り組み、あらゆる耐食ニーズに周辺機器を含むプラントエンジニアリングメーカーとして総合技術力を発揮、化学工業の発展に向けてワールドワイドな事業展開を行う方針である。化学工業日報（'89.6.9）



世界最大級の焼成炉から生まれるGL製品
Glass lined product produced by world largest furnace

展示会

Exhibition ACHEMASIA '89

「ACHEMASIA '89」は、10月11日から17日の7日間、中国・北京市の中国国際展覧センターで開催された。

この展示会は、中国化学工学会と DECHEMA (西独)との共催で、西独で3年に1回開催されている化学プラント・ショー (ACHEMA) のアジア版として開催されたもので、中国で開かれた初めての化学工業の国際展示会である。

出品企業は340社で、その主な内訳は西独が154社と全体の45%を占め、次に中国の95社、その他の外国企業としては、仏19社、米国12社、その他欧州34社、日本からは26社と世界各国の出展となり、文字どおり国際展示会となった。

当社は、グラスチール製品、電解研磨、粉体用SVミキサー、WF E 薄膜蒸留装置など化工機事業部の主力製品を展示。また、会期中に開催されたセミナーにおいてはステンレス鋼製重合機についての講演を行い来場者から高い評価を得た。

連日、数多くの来場者が当社ブースを訪れたが、熱心に展示品をながめ質問をする姿を見て、中国化学工業界の発展に対する関係者の熱意を強く感じた。

当社にとって10月9日に神鋼ファウドラから神鋼パンテックへと社名変更を行った直後の展示会となり、中国語で「神鋼汎技術」の新社名を大いにPRできた展示会となった。

新社名を機に飛躍へ——環境装置分野重点に

Advance of environmental business is expected in connection with company's name renewal

上下水道、化工機メーカーの神鋼ファウドラ(株)(本社・神戸市中央区、川口正社長)は10月9日から社名を「神鋼パンテック」に変更。創業35周年を機に、新たな飛躍を期することになった。

これを記念した講演会、新社名披露パーティを東西2つの会場で各々開催する。また、ユーザに親しんでもらうため、新しい社名マークとは別に、水のH₂Oをビジュアル化した「コミュニケーションマーク」をつくり、このほど発表した。

社名変更の理由は、米国ファウドラ社が所有していた神鋼ファウドラ社の株式を8年前にすでに神戸製鋼所が買い取っていたこと、来年12月には米国ファウドラ社との技術提携が期限切れとなり「ファウドラ」の名前が使えなくなること、米国ファウドラ社の所有している技術をクリアーしているため、改めて提携を延長するメリットがなくなったこと——などが理由。新社名を機に、5つの子会社の名称も変更となる。

神鋼ファウドラは昭和29年創業、神戸製鋼グループの優良子会社として成長し、今年8月1日に満35周年を迎えた。上下水道、水処理など環境装置分野は昭和34年から手がけ、化工機事業部、冷却塔事業部と並んで同社の3本柱を形成。年間約320億円の売り上げのうち、環境装置分野で145億円を稼ぎ出している。

社名変更を決めた今年6月末の株主総会では、西原守社長の取締役相談役への就任とともに、後任に川口正氏(神



当社小間
Shinko Pantec's
exhibition room



戸製鋼所常務取締役)を選任。新たな体制、新たな計画のもとでの事業展開が企画されている。10月9日の社名変更はその第一歩。10月中旬には同社の中期計画もまとめられる予定。

当面の課題は「社名変更に伴う諸行事、披露を行うこと、10月初旬にステンレス部門の播磨工場の統廃合を行うこと、来年12月に提携期限の切れる米国ファウドラ社との友好関係のとり結び」(川口社長)という。

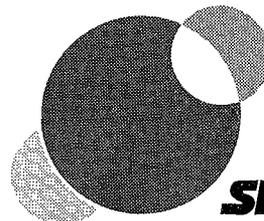
新たな経営方針を織り込んだ中期計画の内容は明らかにされていないが「環境装置分野は一番伸ばさなければならぬ分野であると考えている」(同)ということから、汚泥脱水装置(EO脱水機)、嫌気性発酵装置(ABCシステム)超純水分野などへの積極的な事業展開が予想される。

創立35周年記念講演会は西部会場として10月9日午後1時半から神戸市内のコベルコ会館にユーザなど350名を招き「国際化をにらんだ日米関係」(講師・神戸大学根岸教授)、「ミキシング技術の発展と将来」(講師・米国ミキシングエクイップメント社副社長オールドシュー博士)。

東京会場は10月11日午後1時から東商ホールに500名を招き、同様テーマで講演会を開く。「国際化をにらんだ日米関係」については講師は東京大学平川教授を予定している。

新社名「神鋼パンテック」の社名披露パーティは10月26日11時から神戸市内のホテルオークラ神戸で、同31日には東京のホテルオークラで開かれる予定。

新社名「神鋼パンテック」の変更に伴って、社名ロゴとは別に、企業のシンボルマーク、愛称とも考えられる「コミュニケーションロゴマーク」が発表された。3つの円を重ね合わせ、緑、青、赤で大地、水、太陽をあらわすとともに、水の化学式H₂Oを連想させている。太陽の白の部分は、第4番目の事業の育成をはかるため、同社の飛躍への息込み、姿勢を表現した。日本水道新聞('89.9.14)



SHINKO PANTEC

新たなコミュニケーションロゴマーク
Communication logomark is newly adopted