

# スラリー供給槽からの均一濃度拔出

## Slurry draw-off at a constant concentration from a slurry feed tank



(化)技術部 南 俊 充  
Toshimitsu Minami  
(化)生産部第1製造室 今 中 照 雄  
Teruo Imanaka

一般に、スラリー供給槽はその中に含まれる固体粒子を均一浮遊させるように設計する。しかしながら、槽内の粒子を均一浮遊させれば、必ずスラリーを一定濃度で排出できるわけではない。排出されるスラリー濃度が拔出位置および拔出速度の影響を受けるため、粒子が均一浮遊している場合ですら、実際には、排出されるスラリー濃度が一定にならないことがある。

本稿では、スラリー排出時の濃度変動に対し、攪拌動力、拔出位置、拔出速度およびバツフル条件が与える影響を実験結果をもとに紹介する。

It is very ordinary to design a slurry feed tank such that its mixing gives uniform suspension of solid particles. However, this is not enough to keep a constant slurry concentration in the draw-off from the full volume level of the tank to a low liquid level. Because the slurry concentration at the outflow nozzle is affected by a nozzle position and draw-off flow velocity, thus, the slurry concentration can be actually changed in the draw-off, even if mechanical mixing achieves uniform solids suspension in the tank.

In this paper, slurry concentration variation in tank draw-off has been discussed together with the slurry concentration distribution in a mixing vessel, based on experimental data that were taken as mixing intensity, draw-off flow velocity, and baffle conditions were changed.

### Key Words :

スラリー供給槽	Slurry feed tank
固液攪拌	Solid-liquid mixing
攪拌槽	Mixing vessel
スラリー排出	Slurry draw-off

### まえがき

攪拌操作の目的は、多くの場合均一な状態を作り出すことであり、固液攪拌の場合は固体粒子を槽内均一に浮遊させることである。しかし、攪拌操作の最終目的が均一浮遊となることは少ない。例えば、固体触媒を用いる反応機、スラリー重合機、樹脂ペレットの溶解槽などの固液攪拌においては、固液間の物質移動や反応の促進のために、また、スラリー調整槽においては、次工程に供給するスラリー濃度

が均一であることが要求され、それらの目的を達成する手段の一つが粒子の均一浮遊になる。従って、均一浮遊だけを考えて装置設計を行った場合、不都合を生じることがある。

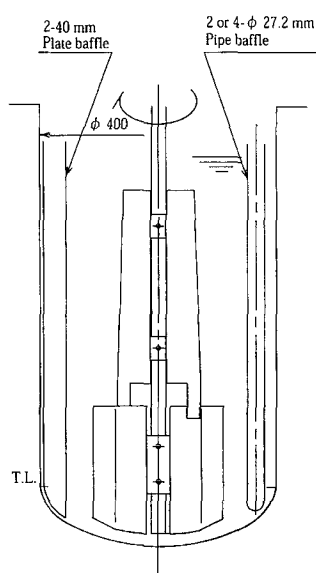
均一浮遊とは、槽内各所で粒子濃度が均一、さらに粒子の大きさに分布がある場合には、粒径分布が槽内各所で同じである状態を表す。この状態は、スラリー調整槽のように槽内から連続的に固体を均一濃度で排出させる場合には必要条件となるが、それ

で十分条件とはならないので注意を要する。槽内は均一分散状態であるにもかかわらず、排出時に大きな濃度変動を生じる場合がある。最近の樹脂製造プロセスにおいては、反応率の向上やプラントの自動運転化のために、触媒調整槽から反応機への触媒供給濃度の変動許容値も極めて小さくなってきている。そこで、液面変化を伴うセミバッチ運転のスラリー調整槽を想定し、スラリーの排出濃度均一化に対して、攪拌動力、抜出位置および抜出速度、さらにバッフル条件が与える影響を調査する目的で実験を行った。以下に実験の概要を報告する。

## 1. 実験装置

本実験に使用した実験装置(第1図参照)と実験条件を次に示す。

- ①攪拌槽：・内径400 mm 2：1 半楕円鏡付透明アクリル円筒槽
- ②攪拌翼：フルゾーン翼
- ③バッフル：a) 40 mm幅平板バッフル  
b)  $\phi$  27.2 mmパイプバッフル
- ④内容物：水道水+ガラスビーズ(6 wt%)  
 <ガラスビーズ仕様>
  - ・中心粒径 17  $\mu$ m
  - ・密度 2 500 kg/m<sup>3</sup>
 単一粒子の終末沈降速度は、計算上0.033 cm/secになる。
- ⑤測定液面範囲：  
 $H/D = 0.36 \sim 1.66$



第1図 実験装置  
Fig. 1 Experimental equipment

但し、Hは槽底から液面までの高さ、Dは槽径を示す。

## 2. 実験方法

### 2.1 サンプルング方法

サンプルングは次の2つの方法で行った。

【方法A】 槽内の濃度分布を測定するためのサンプルング

- ①所定の回転数で攪拌を行いながら、攪拌槽上部よりID $\phi$  10のホースを液中に挿入しサンプルングを行う。1カ所当たりのサンプルング量は約1.5 Lt.
- ②サンプルング位置は上下方向に4カ所とした。
- ③スラリー重量とガラスビーズの重量を測定し、スラリー濃度を算出する。

【方法B】 排出時の濃度変動を測定するためのサンプルング

- ①所定の回転数で攪拌を行いながら、抜出口よりスラリーを連続で抜き出す。
- ②連続で抜き出しながら、定期的にサンプルングを行う。1回当たりのサンプルング量は約1.5Lt.
- ③スラリー重量とガラスビーズの重量を測定し、スラリー濃度を算出する。

### 2.2 スラリー濃度測定方法

今回の実験に使用したビーズは大きさが小さく、また濃度測定精度を上げるため、次の方法にて測定した。

- ①約1.5 Lt.のサンプルを5日間静置分離させ、ガラスビーズを沈降させる。
- ②沈降後、上澄み液のみを除く。
- ③サンプル容器ごと、105℃に設定した乾燥機で約8時間乾燥させる。
- ④乾燥機から取り出した直後に重量(ガラスビーズ+容器)を測定する。
- ⑤容器からガラスビーズを取り除き、容器のみを105℃に設定した乾燥機で約1時間乾燥させる。
- ⑥乾燥機から取り出した直後に重量(容器のみ)を測定する。
- ⑦ガラスビーズ+容器の重量から容器の重量を差し引いて、ガラスビーズの重量とする。

上記の方法で測定された重量を用いて、ガラスビーズ濃度を次の式により計算する。

ガラスビーズ濃度(wt%)

$$=(\text{ガラスビーズ重量})/(\text{スラリー重量})\times 100$$

### 2.3 測定精度の簡易検証結果

あらかじめスラリー濃度6.000 wt.%のスラリーを9サンプル作成し、前項の要領に従って、スラリー濃度測定精度の検証を行った。その結果、スラリー濃度の測定値は5.980 wt.%から5.991 wt.%の間でばらつき、平均5.986 wt.%となった。従って、上記測定方法では0.23%の系統誤差と0.10%変動誤差がある。以下の検討では濃度変動のみを評価するので、実質的な測定精度は0.1%と考えてよい。

## 3. 実験結果

### 3.1 槽内における濃度むら

本実験の狙いは、ガラスビーズスラリーを均一に排出する方法を見出すことである。均一に排出するためには、まず槽内粒子を均一に浮遊させる必要がある。そこで、槽内上下方向の濃度分布を、サンプリング方法Aにて確認した。バップルは2枚平板バップルを用い、サンプリング位置は次の通りとした。

- ・半径方向：槽中心から160 mm
- ・周方向：バップルとバップルの中間
- ・鉛直方向：S/D=0.25, 0.675, 1.0, 1.375の合計4点。但し、Sは槽底からサンプリング位置までの距離を示す。

第2図に、Pv値(単位容積あたりの攪拌動力)をパラメータとした測定結果を示す。図の縦軸は、ガラスビーズ投入量6.0 wt.%からの差異を濃度比率で表示している。また第1表に、それぞれのPv値における濃度変動幅を示す。

第2図において、Pv=0.17 kW/m<sup>3</sup>では、槽下部においてやや濃度が高くなっており、粒子は沈降傾向

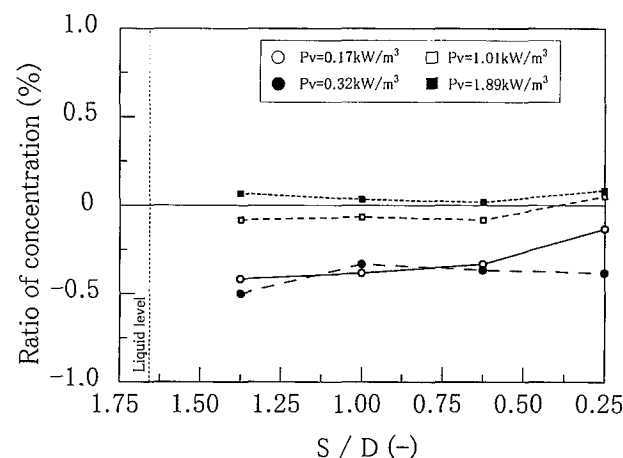
向にあることが判る。第1表によれば、Pv値を0.32 kW/m<sup>3</sup>以上に上げると濃度の変動幅は小さくなる。

また、第2図においてPv値の低い0.17と0.32 kW/m<sup>3</sup>は、排出スラリーの平均濃度が投入時のスラリー濃度より低い。ガラスビーズが沈降していることが示すものであるが、スラリー作成時のガラスビーズの計量誤差の影響もある。

### 3.2 均一排出に対するPv値の影響

次に実際にスラリーを排出ノズルから抜き出し、サンプリング方法Bにて濃度変動を測定した。排出位置は、下鏡センターノズルとし、排出ノズル内の液流速は0.12 m/sとした。

第3図に測定結果を示す。また、各Pv値における濃度変動幅を第2表に示す。Pv値を0.17, 0.32, 1.01 kW/m<sup>3</sup>と大きくするに従い、濃度変動は小さ



第2図 槽内濃度むらに対するPv値の影響  
Fig. 2 Effect of Pv on concentration distribution in the axial direction

第1表 Pv値に対する濃度変動幅

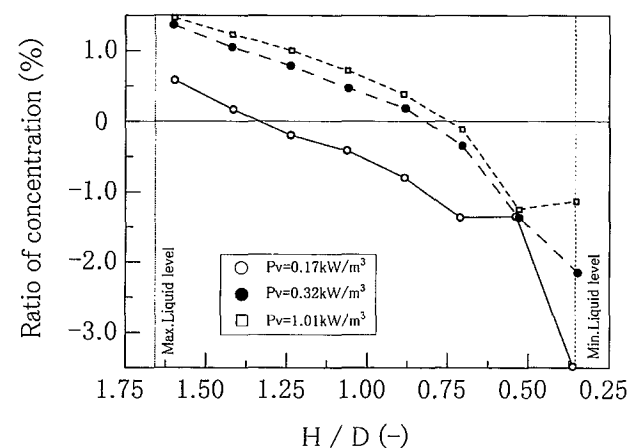
Table 1 Width of draw-off concentration variation

Pv (kW/m <sup>3</sup> )	Variation width (%)
0.17	0.28
0.32	0.12
1.01	0.13
1.39	0.07

第2表 排出スラリー中の濃度変動幅

Table 2 Width of draw-off concentration variation

Pv (kW/m <sup>3</sup> )	Variation width (%)
0.17	4.33
0.32	3.67
1.01	2.58



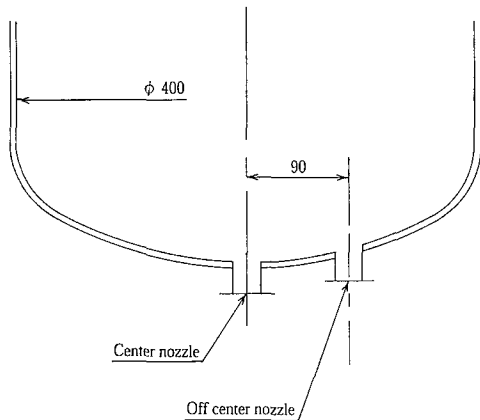
第3図 均一排出に対するPv値の影響  
Fig. 3 Concentration variation in tank draw off and its dependency on Pv

くなっている。液面が  $H/D=0.75$  以上では、 $P_v$  値によらず濃度変動傾向は同じ状況であるものの、液面が  $H/D=0.75$  以下の範囲で濃度変動に差が生じたためである。

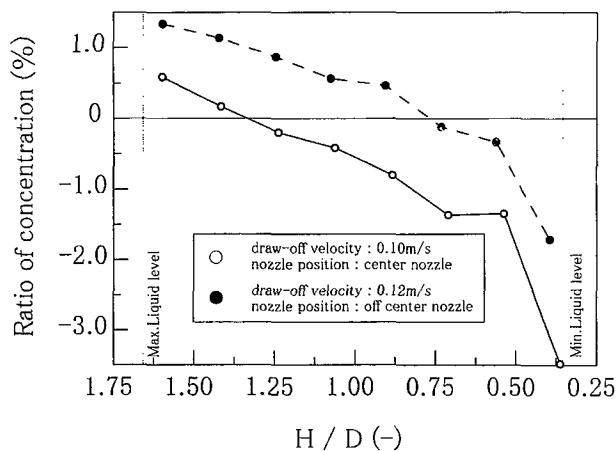
本項でのテスト条件は、前3.1項と同一である。第1表によれば、槽内の濃度むらはいずれの  $P_v$  値においても0.3%以下であるにもかかわらず、排出させると2.0%以上の濃度変動が生じた。均一な濃度での排出に対しては攪拌動力などの操作因子に加え、排出方法についても配慮する必要があることが判る。

### 3.3 排出位置と排出ノズル内液流速の影響

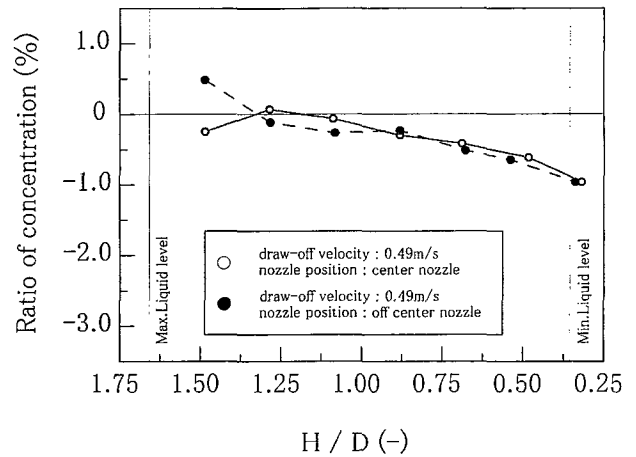
次に均一排出に対する排出位置および排出ノズル内の液流速の影響の確認を行った。排出位置はセンターノズルとオフセンターノズルの2カ所（第4図参照）とした。またノズル内液流速は約0.1~1.4



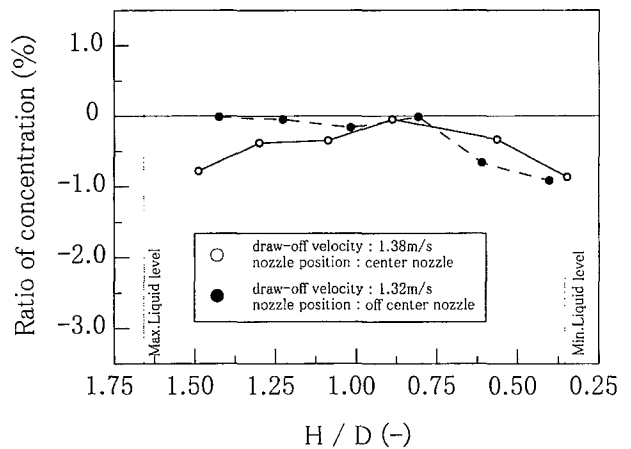
第4図 排出位置  
Fig. 4 draw-off nozzles (center nozzle:  $\phi$  25mm off center nozzle:  $\phi$  23mm)



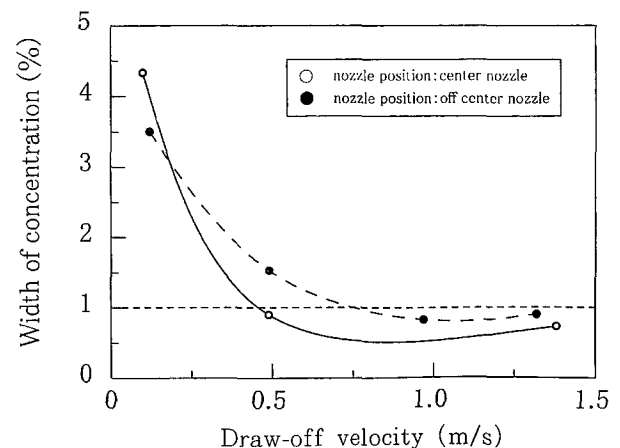
第5図 排出濃度に対する排出位置の影響  
Fig. 5 Effect of nozzle position on concentration variation in draw off (draw-off velocity: 0.10 m/s)



第6図 排出濃度に対する排出位置の影響 (排出速度: 0.49 m/s)  
Fig. 6 Effect of nozzle position on concentration variation in draw off (draw-off velocity: 0.49 m/s)



第7図 排出濃度に対する排出位置の影響 (排出速度: 1.35 m/s)  
Fig. 7 Effect of nozzle position on concentration variation in draw off (draw-off velocity: 1.35 m/s)



第8図 排出濃度の変動幅に対する排出速度の影響  
Fig. 8 Effect of draw-off velocity on concentration variation width

m/s の範囲で比較した。液流速の調整はノズル先端に取り付けたボール弁の開度調整により行った。

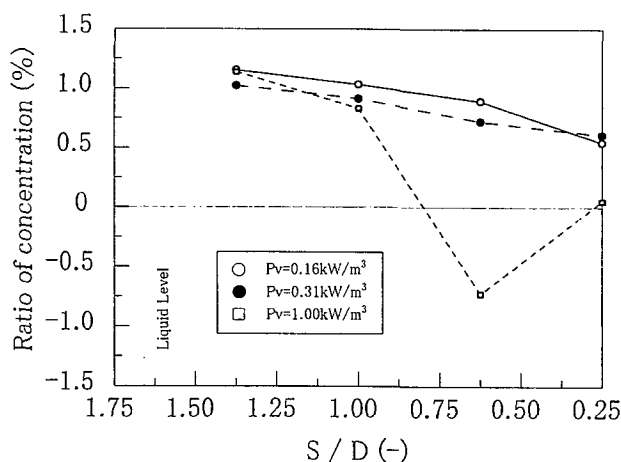
センターノズル排出とオフセンターノズル排出の濃度変動の比較結果を第5～7図に、また、第8図に液流速と濃度変動幅の関係を示す。

排出速度が0.1 m/s の場合 (第5図)、濃度変動幅は、センターノズル、オフセンターノズル共に3.5%以上の大きな値を示し、液レベルの低下と共にスラリー濃度は減少してくる傾向を示した。しかし排出速度を大きくしていくと(第6～8図)、センターノズル、オフセンターノズルとも濃度変動幅が急激に減少していくことが判る。前述のように、今回のテストにおいては排出ノズル位置の影響はほとんど見られないものの、排出ノズル内の液流速の影響が濃度変動に大きく影響を及ぼしていることが判った。

### 3.4 排出濃度に対するバッフルの影響

前項のテストで排出ノズル内の液流速の影響が大きいことが判った。次に、排出濃度の変動幅を槽内の濃度分布の幅に近付ける狙いをもって、排出濃度に対するバッフルの影響を確認した。平板バッフル2枚に加えて、バッフル効果の小さいパイプバッフル4本及び2本での実験を行った。

排出テストを行う前に、槽内の濃度分布の測定テストを実施した。サンプリング方法は3.1項にて示した条件と同じである。結果を第9図に示す。平板バッフルの場合は、第2図によればPvを増加させても粒子は若干沈降気味であったが、パイプバッフルでは、逆に粒子が浮き気味であり、変動幅も板バッフルに比べ大きい。しかも、Pv=1.0 kW/m<sup>3</sup> の場合は、大きな変動を示している。パイプバッフルの



第9図 槽内濃度むらに対するPv値の影響 (2-パイプバッフル)  
Fig. 9 Effect of Pv on concentration distribution in the axial direction (2 - pipe baffle)

バッフル効果が小さく旋回流が強くなり、重いガラスビーズや遠心力により側壁側へ、上方へ押しやられたことによるためと推定される。

排出濃度の測定は、Pv=0.17 kW/m<sup>3</sup>、オフセンターノズル、排出速度1.4 m/sで実施した。結果を第10図に示す。濃度変動幅は、2枚板バッフル：0.90%、2本パイプバッフル：0.42%、4本パイプバッフル：0.30%であった。バッフル効果を小さくする方が排出濃度の変動防止に効果的であり、パイプバッフルの使用時に生じる槽内の濃度分布の幅とほぼ同じ変動幅で排出が可能になる。

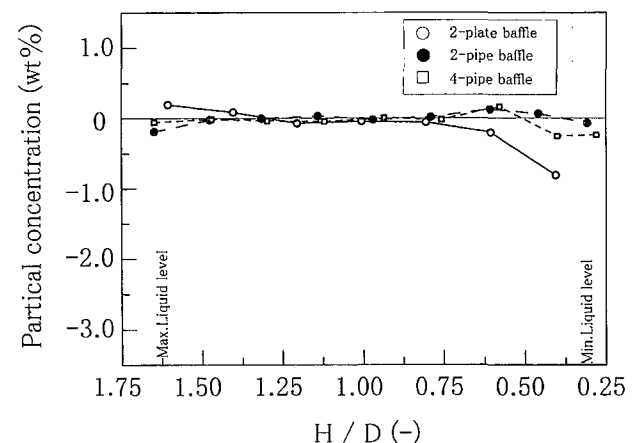
## 4. 考察

槽内での濃度分布の幅が小さいにもかかわらず、排出時に大きな濃度変動が発生する場合についてテスト事例を紹介した。テスト結果に対する考察を、従来の知見と合わせて以下に述べる。

### (1) 攪拌速度/攪拌動力

通常、粒子を均一に浮遊させるために必要な攪拌速度は、粒子沈降防止速度(Njs)の1.5～2.0倍以上となる。粒子が重く、また大粒径の場合は、槽内の濃度分布の幅を事前に把握しておき、許容される排出濃度の変動幅以下であることを確認しておくことが望ましい。

攪拌速度を上げれば粒子を均一に浮遊させることができ、排出濃度を一定にするには有利だが、問題を生じる場合がある。例えば、晶析の場合や担持型触媒のように破壊され易い粒子の場合は、均一浮遊を重要視するあまり必要以上に高速で翼を回転させると、粒子が破壊するだけでなく、スラリー移送ポンプのキャビテーションを生じることがある。



第10図 排出濃度に対するバッフルの影響 (拔出位置：オフセンターノズル 拔出速度：1.40 m/s Pv=0.17 kW/m<sup>3</sup>)  
Fig. 10 Effect of baffles on concentration variation in draw off (nozzle position : off center nozzle draw-off velocity : 1.40 m/s Pv=0.17 kW/m<sup>3</sup>)

## (2) 粒子排出ノズル位置

今回のテストにおいて、センターノズルとオフセンターノズルで濃度変動値に差異が生じなかったのは、粒子の沈降速度が遅く、粒子が液の流れに追従し易かったためと思われる。排出ノズル位置は、通常はオフセンターとする場合が多い。その理由は以下による。

- ・気相部からのガスの巻き込みによりポンプにキャビテーションが発生する。
- ・槽中心部の固体的回転部は軸との共回り領域であるため、遠心力により濃度が薄くなり易い。特に沈降速度が速く、大きな攪拌速度を必要とする場合は顕著になる。

オフセンターノズルは、固体的回転部の外に設置することが望ましい。また、液面変動が小さい場合は、胴側部に排出ノズルを設置しても良い。さらには、液面変動に伴い、数カ所設けられたノズルの内最適な位置から排出させることも現実に行われている。

## (3) 排出ノズル内の液流速

排出ノズル内は一定以上の液流速を確保する必要がある。ノズル内の適切な液流速を、粒子の終末沈降速度以上、攪拌翼の先端速度以下の範囲で考える。今回の場合、適切な液流速を第8図から0.8 m/secとすれば、この値はガラスビーズの沈降速度の0.033 cm/secより、むしろ翼の先端速度1.3 m/sec ( $P_v = 0.16 \text{ kW/m}^3$ )に近い値であり、大きな値になる。

排出速度調整用のボールバルブの開度がフルオープンでないため、その部分で生じる滞留域が阻害要因となっている恐れがある。排出配管系にはできるだけ構造上不連続部を作らない工夫が必要だろう。

## (4) バッフル効果

バッフル効果の小さいバッフルが粒子浮遊に対して有利であるとする考え方は、従来から存在する。本テストにおいても、パイプバッフルを用いて槽内粒子を若干浮き気味にした方が排出濃度の均一化に対しては有効であることが確認された。この現象を裏付けるためには、特に槽底部の濃度分布をさらに詳細に調査する必要がある。

バッフル効果が小さい場合は、過大な攪拌速度により粒子を浮遊させすぎると、排出位置との関係によっては、排出スラリーにも大きな濃度変動を生じさせることがあるため注意を要する。粒子を偏析させることは、固形物の生成を伴う重合反応装置に対しても好ましいことではなく、反応面からも適切なバッフルの選定が必要となる。

## む す び

本稿では、スラリー排出の濃度変動について実験結果を中心に紹介した。まだデータが十分ではなく、現象を流体力学的に説明するには至っていない。今後は数値解析などのツールを併用して、定量的な解析を行い、現象を解明していきたい。本稿で提供したデータがユーザ各位の参考になれば幸いである。

## 連絡先

南 俊 充 化工機事業部  
技術部

TEL 0794 - 36 - 2512

FAX 0794 - 36 - 2578

E-mail t.minami@pantec.co.jp

今 中 照 雄

化工機事業部  
生産部  
第1製造室  
課長

TEL 0794 - 36 - 2537

FAX 0794 - 36 - 2507

E-mail t.imanaka@pantec.co.jp