

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4298032号
(P4298032)

(45) 発行日 平成21年7月15日(2009.7.15)

(24) 登録日 平成21年4月24日(2009.4.24)

(51) Int.Cl. F I
CO1F 11/24 (2006.01) CO1F 11/24
BO1J 2/16 (2006.01) BO1J 2/16

請求項の数 10 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願平11-7010	(73) 特許権者	598167372 アイテック有限会社
(22) 出願日	平成11年1月13日(1999.1.13)		千葉県習志野市袖ヶ浦5丁目7番20号
(65) 公開番号	特開2000-203833(P2000-203833A)	(73) 特許権者	000165273 月島機械株式会社
(43) 公開日	平成12年7月25日(2000.7.25)		東京都中央区佃2丁目17番15号
審査請求日	平成17年12月16日(2005.12.16)	(74) 代理人	100064908 弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100108578 弁理士 高橋 詔男
		(74) 代理人	100089037 弁理士 渡邊 隆
		(74) 代理人	100101465 弁理士 青山 正和

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 塩化カルシウム水和物の造粒方法および造粒装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

流動層において種粒子を流動させつつ塩化カルシウム水溶液を噴霧して造粒物を生成する塩化カルシウム水和物の造粒方法であって、コンピュータを用いた制御によって、上記流動層に供給される流動用ガスの水分量と上記流動層に供給される上記塩化カルシウム水溶液の濃度とのうち少なくとも一方を調整することで上記流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、塩化カルシウム水和物の水分子数に応じた蒸気圧線図に基づき、流動層内の塩化カルシウムの蒸気圧を、該流動層内の温度に対する所定の水分子数の塩化カルシウム水和物の蒸気圧に設定することを特徴とする塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項2】

少なくとも上記流動層内における温度および該流動層からの排気湿度を測定することにより、上記流動層内の水蒸気分圧を制御することを特徴とする請求項1に記載の塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項3】

上記流動層の静止層高さに対して、上記塩化カルシウム水溶液を噴霧する噴霧高さを300mm以上に設定することにより、金平糖形状の粒子を含んだ造粒物を生成することを特徴とする請求項1または請求項2に記載の塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項4】

上記流動層の静止層高さに対して、上記塩化カルシウム水溶液を噴霧する噴霧高さを300mm未満に設定することにより、丸粒状の粒子を含んだ造粒物を生成することを特徴と

10

20

する請求項 1 または請求項 2 に記載の塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項 5】

上記流動層において生成された塩化カルシウム水和物の造粒物を粗粒子と中粒子と細粒子とに分別し、上記粗粒子を粉碎して少なくとも上記細粒子とともに上記流動層に循環させることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 4 のいずれかに記載の塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項 6】

上記流動層から排出される塩化カルシウム水和物の総重量と分別されて製品とされる上記中粒子の重量との比を 1.5 ～ 10 の範囲とすることを特徴とする請求項 5 に記載の塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項 7】

上記造粒物を、傾斜した少なくとも 2 段の振動篩によって分別することを特徴とする請求項 5 または請求項 6 に記載の塩化カルシウム水和物の造粒方法。

【請求項 8】

流動層において種粒子を流動させつつ塩化カルシウム水溶液を噴霧して造粒物を生成する塩化カルシウム水和物の造粒装置であって、上記流動層には、この流動層内における温度を測定する温度センサと該流動層からの排気湿度を測定する湿度センサとが備えられており、少なくともこれらの温度センサおよび湿度センサの測定結果に基づき、コンピュータを用いた制御によって上記流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、流動層内の塩化カルシウムの蒸気圧を該流動層内の温度に対する所定の水分子数の塩化カルシウム水和物の蒸気圧に設定することを特徴とする塩化カルシウム水和物の造粒装置。

【請求項 9】

上記流動層には、該流動層に供給される流動用ガスの水分量を調整する水分調整装置が備えられるとともに、この水分調整装置には、上記流動用ガスに付与される水分量を測定する流量センサと、水分調整された流動用ガスの温度および湿度を測定する温度センサおよび湿度センサとが備えられており、少なくともこれら流量センサ、温度センサ、および湿度センサの測定結果と流動層に備えられた上記温度センサおよび湿度センサの測定結果とに基づき、上記コンピュータを用いた制御によって上記流動用ガスの水分量を調整することにより、上記流動層内の水蒸気分圧を調整することを特徴とする請求項 8 に記載の塩化カルシウム水和物の造粒装置。

【請求項 10】

上記流動層には、該流動層に供給される上記塩化カルシウム水溶液の濃度を調整する濃度調整装置が備えられるとともに、この濃度調整装置には、濃度調整された塩化カルシウム水溶液の濃度および流量を測定する濃度センサおよび流量センサが備えられており、少なくともこれらの濃度センサおよび流量センサの測定結果と流動層に備えられた上記温度センサおよび湿度センサの測定結果とに基づき、上記コンピュータを用いた制御によって上記塩化カルシウム水溶液の濃度を調整することにより、上記流動層内の水蒸気分圧を調整することを特徴とする請求項 8 または請求項 9 に記載の塩化カルシウム水和物の造粒装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、流動層によって塩化カルシウム水和物の造粒物を生成する塩化カルシウム水和物の造粒方法および造粒装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来より、塩化カルシウム水和物の造粒物を生成する方法および装置としては、塩化カルシウム水溶液をフレーカーに導入してフレーク状の造粒物を生成したり、あるいは回転ディスクなどによって空気中に飛散させることにより固化して粒状の造粒物を生成する方法などが用いられていた。

10

20

30

40

50

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このような造粒方法および造粒装置にあっては、フレーカーを用いる場合には造粒物の形状がフレーク状に限定されてしまう一方、空気中に飛散させる場合では造粒物の粒子の形状が大きく歪んでしまうとともに粒度分布がきわめて大きくなり、さらには飛散させた塩化カルシウム水溶液を固化させるために大きな空間を要するという問題があった。また、これらフレーカーを用いる場合や塩化カルシウム水溶液を空気中に飛散させる場合に、供給された塩化カルシウム水溶液を確実に固化させるには、塩化カルシウム水溶液を予め約180℃以上に加熱して濃度約70wt%以上の熔融塩状態にまで濃縮しなければならない。従って、これらの方法では、このように塩化カルシウム水溶液を高濃度10

【0004】

その一方で、例えば食品や医薬品などの製剤分野においては、流動層を用いて種粒子を流動させつつバインダー溶液等を噴霧して造粒物を生成する造粒方法や装置が提案されている。ところが、塩化カルシウム水和物には水和する水分子数が1, 2, 4, 6のものがあり、単に上記造粒方法や造粒装置を塩化カルシウム水和物の造粒に適用して塩化カルシウム粒子を流動させつつ塩化カルシウム水溶液を噴霧しただけでは、所定の水分子数の塩化カルシウム水和物を得ることは不可能である。

【0005】

本発明は、このような背景の下になされたもので、塩化カルシウム水溶液を高温加熱して高濃度に濃縮する必要がなく、しかも所定の水分子数の造粒物を生成することが可能な塩化カルシウム水和物の造粒方法および造粒装置を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】

ここで、本発明の発明者らは、これらの塩化カルシウム水和物の流動層内における蒸気圧が、それぞれその水分子数に応じた所定の蒸気圧線図に基づいて流動層内の温度に対して所定の蒸気圧となることに着目した。言い換えれば、流動層内の温度と塩化カルシウムの蒸気圧との関係を適当に設定することにより、蒸気圧線図に基づいて所定の水分子数の塩化カルシウム水和物を得ることができるのである。しかして、本発明の造粒方法は、この30

のような知見に基づいてなされたもので、流動層において種粒子を流動させつつ塩化カルシウム水溶液を噴霧して造粒物を生成する塩化カルシウム水和物の造粒方法であって、上述のように流動層内の温度と塩化カルシウムの蒸気圧との関係を適当に設定するに際し、コンピュータを用いた制御によって、上記流動層に供給される流動用ガスの水分量と上記流動層に供給される上記塩化カルシウム水溶液の濃度とのうち少なくとも一方を調整することで上記流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、塩化カルシウム水和物の水分子数に応じた蒸気圧線図に基づき、流動層内の塩化カルシウムの蒸気圧を、該流動層内の温度に対する所定の水分子数の塩化カルシウム水和物の蒸気圧に設定することを特徴とするものである。

【0007】

従って、このように構成された塩化カルシウム水和物の造粒方法によれば、流動層内で流動する種粒子に噴霧された塩化カルシウム水溶液が付着して造粒するため、希薄な水溶液を用いて造粒物を生成することが可能であり、しかも流動層内の温度が比較的低温であっても、流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、蒸気圧線図においてこの温度に対応する適当な蒸気圧に塩化カルシウムの蒸気圧を設定することができ、所定の水分子数の塩化カルシウム水和物を造粒することが可能となる。ここで、この流動層内の水蒸気分圧を調整するに際しては、一つに、上記流動層に供給される流動用ガスの水分量の調整による40

ことが可能である。また、これと合わせて、あるいは単独で、上記流動層に供給される上記塩化カルシウム水溶液の濃度を調整することにより、上記流動層内の水蒸気分圧を調整することも可能である。さらに、流動層内の水蒸気分圧をより正確に調整するには、少な50

くとも上記流動層内における温度および該流動層からの排気湿度を測定することにより、上記流動層内の水蒸気分圧を制御することが望ましい。

【0008】

また、上記フレーカーを用いた造粒方法や空気中に飛散させる方法では、それぞれ特定の形状の造粒物を生成することしかできないが、流動層を用いた上記造粒方法では、塩化カルシウム水溶液を噴霧する噴霧高さを調整することにより、所定の形状の造粒物を生成することが可能となる。すなわち、種々の実験によって得られた結果によれば、流動層の静止層高さに対する上記噴霧高さを比較的高く（例えば、300mm以上）に設定することにより、噴霧された塩化カルシウム水溶液が飛沫となって種粒子の表面に点々と付着するため、金平糖形状の粒子を含んだ造粒物を生成することができるのに対し、流動層の静止層高さに対する上記噴霧高さを比較的低く（例えば、300mm未満。好ましくは280mm未満）に設定した場合には、塩化カルシウム水溶液が種粒子表面に均一に付着するため、丸粒状の粒子を含んだ造粒物を生成することができる。

10

【0009】

さらに、こうして生成された造粒物のうちそのまま製品として使用に供することができるのは、一般に所定の粒度分布の範囲内の粒子だけであるので、上記流動層において生成された塩化カルシウム水和物の造粒物は、上記範囲よりも粒度の大きい粗粒子と上記範囲内の粒度の中粒子と粒度の小さい細粒子とに分別するのが望ましく、この場合、上記粗粒子はこれを粉碎して少なくとも細粒子とともに流動層に循環させ、新たな種粒子とすることが効率的である。ただし、流動層から排出される塩化カルシウム水和物の総重量と分別されて製品とされる上記中粒子の重量との比、すなわち生成された塩化カルシウム水和物の循環比は、1.5～10の範囲に設定されるのが望ましく、この循環比が上記範囲を上回ると循環する粒子が増えて製品として分別される中粒子が少なくなる一方、逆に循環比が上記範囲を下回ると流動層に供給される種粒子の不足を招くおそれがある。また、こうして造粒物を分別するに際しては、上記造粒物を、傾斜した少なくとも2段の振動篩によって分別するのが効率的である。なお、不規則な形状の粒を整形する場合は、循環させなくても、本発明を適用することにより、金平糖形状や丸粒状等の整形が可能となる。

20

【0010】

一方、本発明の塩化カルシウム水和物の造粒装置は、上記造粒方法による塩化カルシウム水和物の造粒をより確実に行わしめるものであり、すなわち、流動層において種粒子を流動させつつ塩化カルシウム水溶液を噴霧して造粒物を生成する塩化カルシウム水和物の造粒装置であって、上記流動層に、この流動層内における温度を測定する温度センサと該流動層からの排気湿度を測定する湿度センサとを備え、少なくともこれらの温度センサおよび湿度センサの測定結果に基づき、コンピュータを用いた制御によって上記流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、流動層内の塩化カルシウムの蒸気圧を該流動層内の温度に対する所定の水分子数の塩化カルシウム水和物の蒸気圧に設定することの特徴とする。

30

【0011】

ここで、このように流動層内の水蒸気分圧を調整するに際しては、一つに、上記流動層に、該流動層に供給される流動用ガスの水分量を調整する水分調整装置を備えるとともに、この水分調整装置には、上記流動用ガスに付与される水分量を測定する流量センサと、水分調整された流動用ガスの温度および湿度を測定する温度センサおよび湿度センサとを備え、少なくともこれら流量センサ、温度センサ、および湿度センサの測定結果と流動層に備えられた上記温度センサおよび湿度センサの測定結果とに基づき、上記コンピュータを用いた制御によって上記流動用ガスの水分量を調整することが可能である。また、これに合わせて、あるいは単独で、上記流動層に、該流動層に供給される上記塩化カルシウム水溶液の濃度を調整する濃度調整装置を備えるとともに、この濃度調整装置には、濃度調整された塩化カルシウム水溶液の濃度および流量を測定する濃度センサおよび流量センサを備え、少なくともこれらの濃度センサおよび流量センサの測定結果と流動層に備えられた上記温度センサおよび湿度センサの測定結果とに基づき、上記コンピュータを用いた制

40

50

御によって上記塩化カルシウム水溶液の濃度を調整することも可能である。

【0012】

【発明の実施の形態】

図1は、本発明の塩化カルシウム水和物の造粒装置の一実施形態を示すものである。この図において符号1で示すのは流動層であって、その底部には分散板2を介して加圧室3が形成されており、この加圧室3には、押込ブロア4および焼却ブロア5を備えて加熱された流動用ガスを供給する熱風炉6が、水分調整装置7を介して接続されている。また、流動層1内の分散板2よりも上部にはスプレーノズル8が上下動可能に垂下されており、このスプレーノズル8には濃度調整装置9を備えた塩化カルシウム水溶液のタンク10が供給ポンプ11を介して接続されている。さらに、流動層1にはシードホッパー12が接続されていて、上記分散板2のやや上方から該流動層1内に塩化カルシウム水和物の種粒子が供給可能とされている。

10

【0013】

ここで、本実施形態において、上記水分調整装置7は、上記熱風炉6から流動層1の加圧室3に供給される加熱されて乾燥した流動用ガスに蒸気または水を放射あるいは噴霧することにより、この流動用ガスの含有水分量すなわち湿度を所定の値に調整可能な構成とされている。なお、供給される蒸気または水の供給量（流量）は流量センサ F_1 によって測定されるとともに、この水分調整装置7によって水分調整された流動用ガスの温度および湿度は、温度センサ T_1 および湿度センサ H_1 によってそれぞれ測定される。

【0014】

20

また、上記濃度調整装置9は、原料塩化カルシウムが供給可能とされた上記タンク10内に高温の蒸気が供給される蒸気管が配設された構成とされており、タンク10に保持された塩化カルシウム水溶液を加熱して水分を蒸発させ、その濃度を所定の値に調整するようになされている。なお、こうして調整されて供給ポンプ11によりスプレーノズル8に供給される塩化カルシウム水溶液の濃度は濃度センサ D_1 により、供給量は流量センサ F_2 により、それぞれ測定される。また、流動層1内における温度は温度センサ T_2 により、湿度は湿度センサ H_2 により、それぞれ測定され、さらに湿度センサ H_3 によって流動層1から排出される排気の湿度が測定される。

【0015】

一方、流動層1の造粒物の排出口にはバケットエレベータ13を介して振動篩装置14が接続されている。この振動篩装置14は、上段から下段に向けて網目が小さくなる複数の篩網が、それぞれ水平面に対して傾斜して振動装置により振動可能に設けられたものであって、バケットエレベータ13から供給された造粒物を、製品とされる所定の粒度分布の範囲内の中粒子と、これよりも粒度の大きい粗粒子と粒度の小さい細粒子とに分別可能とされている。なお、上記篩網の段数や網目の大きさ、水平面に対する傾斜角等は、製品として分別される造粒物の粒子の大きさや形状に応じて適宜設定される。

30

【0016】

そして、振動篩装置14の上段側には粉碎機15が接続されていて、この上段側の篩網に掛かって分別された所定の粒度分布よりも大きい粗粒子を粉碎可能とされており、こうして粉碎された粗粒子は、振動篩装置14の下段側の篩網に掛かって分別された所定の粒度分布範囲内の中粒子の一部と、上下段の篩網を通過した所定の粒度分布よりも小さい細粒子とともに、上記シードホッパー12からの供給路を介して返送されて流動層1に循環可能とされている。また、上記中粒子の残りは乾燥冷却機16に供給されて固結防止処理が施され、製品として排出される。

40

【0017】

さらに、湿度センサ H_3 が設けられた流動層1の排気口はスクラバー17に接続されており、流動層1から排出される排気を、洗浄水によって洗浄して該排気中に含まれる微細な塩化カルシウム粒子を除去した後、排気ブロア18によって排出可能とされている。なお、このスクラバー17において排気中の微細塩化カルシウム粒子を取り込んだ洗浄水は、スクラバーポンプ19によってスクラバー17に洗浄水として循環されるとともに、その

50

一部は原料塩化カルシウムが加えられるなどして、流動層 1 に噴霧される塩化カルシウム水溶液として上記タンク 10 に循環可能とされている。

【0018】

次に、このように構成された造粒装置を用いて塩化カルシウム水和物の造粒物を生成する場合の、本発明の造粒方法の一実施形態について説明する。本実施形態では、まず押込ブロー 4 から熱風炉 6 に押し込まれた空気が、焼却ブロー 5 からの空気で燃料を燃焼して生じた熱により所定の温度に加熱され、乾燥した状態で水分調整装置 7 に送られる。そして、この乾燥した空気は、水分調整装置 7 において蒸気または水が付与されて所定の水分量となるように調整された後、通常 120～180℃程度の高温の流動用ガスとして流動層 1 の加圧室 3 に供給されて分散板 2 から噴出させられ、流動層 1 内に保持された塩化カルシウム種粒子を流動させる。なお、この種粒子としては、当該造粒装置の運転初期や流動層 1 内の粒子に不足が生じたような場合にはシードホッパー 12 から供給されたものが用いられ、造粒装置が通常運転している間は上記振動篩装置 14 から循環させられた細粒子、一部の中粒子、および破砕機 15 によって破砕された粗粒子が用いられる。

10

【0019】

一方、この流動層 1 内ではスプレーノズル 8 が適宜上下動させられて所定の噴霧高さに配置されており、上記濃度調整装置 9 によって濃度調整された塩化カルシウム水溶液が、タンク 10 から供給ポンプ 11 により供給されて、このスプレーノズル 8 から噴霧される。ただし、この濃度調整装置 9 によって調整される塩化カルシウム水溶液の濃度は、従来のような溶融塩の状態よりは低いものであって、5wt%程度の希薄なものから高くても 60wt%程度までとされており、通常は 37～53wt%程度とされている。そして、こうして噴霧された塩化カルシウム水溶液は、流動する種粒子の表面に付着して乾燥し、種粒子を肥大させて造粒物を生成する。

20

【0020】

ここで、本実施形態では、流動層 1 に供給される流動用ガスの水分が上記水分調整装置 7 によって調整されるとともに、流動層 1 内に噴霧される塩化カルシウム水溶液の水分が上記濃度調整装置 9 によって該水溶液の濃度が調整されることにより調整され、すなわち流動層 1 に供給される水分量が調整されるので、これらによって流動層 1 内における水蒸気分圧が調整可能となる。そこで、この流動層 1 内における水蒸気分圧を調整することにより、図 2 に示すような塩化カルシウム水和物の水分子数に応じた蒸気圧線図に基づき、流動層 1 内の塩化カルシウムの蒸気圧を、該流動層 1 内の温度に合わせて、造粒しようとする水分子数の塩化カルシウム水和物の蒸気圧に設定する。

30

【0021】

すなわち、例えば流動層 1 内の温度が 90℃であるときに、塩化カルシウム 2 水和物 ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) を生成する場合には塩化カルシウム蒸気圧が 40mmHg程度に設定されるように、塩化カルシウム 4 水和物 ($\text{CaCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) を生成する場合には塩化カルシウム蒸気圧が 90mmHg程度に設定されるように、塩化カルシウム 6 水和物 ($\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) を生成する場合には塩化カルシウム蒸気圧が 120mmHg程度に設定されるように、上記水分調整装置 7 および濃度調整装置 9 により流動層 1 内の水蒸気分圧をそれぞれ調整する。なお、この水蒸気分圧の調整による流動層 1 内の塩化カルシウム蒸気圧の設定は、本実施形態では上記温度センサ T_1 、 T_2 、湿度センサ $H_1 \sim H_3$ 、流量センサ F_1 、 F_2 、および濃度センサ D_1 による測定結果に基づき、望ましくは自動的に制御される。

40

【0022】

また、上記造粒装置においては、流動層 1 内で流動する種粒子に塩化カルシウム水溶液を噴霧するスプレーノズル 8 が上下動可能とされていて、このスプレーノズル 8 の上下動により本実施形態では塩化カルシウム水溶液を噴霧する噴霧高さが調整可能とされている。しかるに、この噴霧高さが比較的高い場合には、噴霧された塩化カルシウム水溶液は細かな飛沫となって種粒子の表面に点々と付着して乾燥し、これにより、造粒される塩化カルシウム水和物は丸粒状の粒子の表面に所々突起が形成された金平糖形状を呈することとなる。一方、この噴霧高さが比較的低い場合には、噴霧された塩化カルシウム水溶液は種粒

50

子の表面に全体的に付着して乾燥することとなり、表面が滑らかな丸粒状の粒子が生成されることとなる。

【0023】

次いで、こうして流動層1において生成された造粒物は、バケットコンベア13によって上記振動篩装置14に投入され、傾斜した複数段の振動篩によって篩分けられて、所定の粒度分布の範囲よりも粒度の大きい粗粒子と、所定の粒度分布範囲内の中粒子と、この範囲よりも粒度の小さい細粒子とに分別される。そして、上述のように粗粒子は粉碎機15により粉碎されて細粒子および一部の中粒子とともに流動層1に返送される一方、残りの中粒子は乾燥冷却機16により固結防止処理が施され、製品としての塩化カルシウム水和物の造粒物として排出される。さらに、流動層1から排出された排気は、スクラバー17により微細な塩化カルシウム粒子が捕集されて除去された後に排出され、またこの微細塩化カルシウム粒子が溶け込んだスクラバー17の洗浄水の一部は、タンク10に返送されて循環させられる。

10

【0024】

しかるに、このような塩化カルシウム水和物の造粒方法においては、まず、流動層1内で流動する種粒子に塩化カルシウム水溶液を噴霧してその表面に付着させ、これを加熱された流動用ガスによって乾燥することにより造粒物が生成されるので、従来のフレーカーを用いた方法や空気中に飛散させる方法のように塩化カルシウム水溶液を溶融塩状態にまで濃縮する必要がなく、希薄な水溶液を用いて造粒が可能であって、設備の腐食のおそれが少ないとともに、この水溶液を高濃度に濃縮するような加熱手段も必要としない。また、図2に示した塩化カルシウム水和物の蒸気圧線図によれば、一般的に製品として使用される塩化カルシウム2、4、6水和物に関しては、流動層1内の温度が例えば60～150℃程度の比較的低い温度の場合でもその蒸気圧を適当に設定することによって造粒可能であり、しかもこの流動層1内の温度は、熱風炉6によって空気等の流動用ガスを加熱することにより、比較的容易に昇温させたり安定的に維持したりすることが可能である。

20

【0025】

そして、上記造粒方法では、この流動層1内の温度に応じて該流動層1内における水蒸気分圧を調整することにより、造粒すべき所定の塩化カルシウム水和物の水分子数に合わせた蒸気圧に流動層1内の塩化カルシウム水和物の蒸気圧を設定することができ、これによって所望の水分子数の塩化カルシウム水和物を生成することができる。従って、上記構成の塩化カルシウム水和物の造粒方法によれば、製品としての用途に応じた適当な水分子数の塩化カルシウム水和物の造粒物を確実に製造することができ、その後の処理を効率的かつ簡略に行うことが可能となる。

30

【0026】

ここで、本実施形態では、このように流動層1内の水蒸気分圧を調整するに際して、上記水分調整装置7により流動層1に供給される流動用ガスの水分量すなわち湿度を調整するとともに、上記濃度調整装置9により流動層1内に噴霧されて供給される塩化カルシウム水溶液の濃度を調整するようにしているが、例えばこれらのうちの一方により単独で流動層1内の水蒸気分圧を調整するように構成することも可能である。しかしながら、特に濃度調整装置9だけで水蒸気分圧の調整を図ろうとした場合には流動層1内の温度の変動などに対する即応性が不十分となるおそれがあるので、流動層1内の温度に合わせて濃度調整装置9により噴霧される塩化カルシウム水溶液の濃度を適当な濃度に保持しつつ水分調整装置7によって流動ガスの水分を調整するようにし、すなわち本実施形態のようにこれら水分調整装置7と濃度調整装置9とを併用するようにして、流動層1内の水蒸気分圧の調整を図るのが望ましい。

40

【0027】

また、本実施形態では、上記水分調整装置7に供給される蒸気または水の流量や水分調整された流動用ガスの温度および湿度、濃度調整装置9によって調整された塩化カルシウム水溶液の濃度および流量、さらに流動層1内の温度および湿度と流動層1からの排気の湿度が、それぞれ温度センサ T_1 、 T_2 、湿度センサ $H_1 \sim H_3$ 、流量センサ F_1 、 F_2 、および

50

濃度センサD₁によって測定されている。そして、このうち少なくとも流動層1内の温度および流動層1からの排気湿度の測定結果により、上述した塩化カルシウム水和物の蒸気圧線図に基づいて塩化カルシウム水和物の蒸気圧が最適に設定されるように、水蒸気分圧を確実に調整することが可能となる。また、これに加えて本実施形態では、その他のセンサによる測定結果に基づき、流動用ガスの温度や湿度（水分量）、塩化カルシウム水溶液の濃度や流量をコンピュータ等を用いて自動的に制御することにより、一層正確な水蒸気分圧の調整を図ることが可能となる。

【0028】

一方、上記造粒装置においては、塩化カルシウム水溶液が噴霧されるスプレーノズル8が上述のように上下動可能とされており、この塩化カルシウム水溶液の噴霧高さを適当な高さに設定することにより、この噴霧高さに応じた所定の形状の造粒物が生成される。すなわち、この噴霧高さが比較的低い場合には、塩化カルシウム水溶液は種粒子の表面に液状のまま満遍なく均一に付着するため、造粒物は丸粒状の粒子に生成される。また、逆に噴霧高さが比較的高い場合には、噴霧された塩化カルシウム水溶液は飛沫となって種粒子の表面に点々と付着するため、この付着した部分が種粒子の表面に突起をなし、造粒物は金平糖形状の粒子に生成される。従って、例えば生成された塩化カルシウム水和物の造粒物を吸湿材として使用する場合に、後者のような金平糖形状の造粒物によれば粒子の周囲に十分な空間を確保して吸湿性の向上を図ることができる一方、前者の丸粒状の造粒物では前者に比べて単位容積当たりの容器への充填率を高くして長期に渡って安定した吸湿性を発揮することができ、すなわち目的に合わせた形状の造粒物を得ることが可能となる。

【0029】

なお、この造粒された粒子が金平糖形状となるか丸粒状となるかは、塩化カルシウム水溶液の濃度や供給量、スプレーノズル8の形状や大きさ、流動層1内に保持される種粒子の量や流動用ガスの空塔速度などによっても影響を受けることが予想されるが、種々の条件において上記噴霧高さを変化させた実験の結果、流動層1の静止層高さに対する上記噴霧高さが300mm以上に設定された場合に金平糖形状の粒子が顕著に生成されることが確認された。ただし、これは、噴霧高さが上記範囲に設定された場合にすべての粒子が金平糖形状になるというわけではなく、また噴霧高さが上記範囲を1mmでも下回った場合に金平糖形状の粒子が全く生成されないというわけでもなく、噴霧高さが上記範囲に設定された場合には、生成された造粒物中の金平糖形状の粒子の割合が顕著に高くなったという結果である。

【0030】

また、本実施形態では、流動層1から排出された造粒物は振動篩装置14によって粗粒子と中粒子と細粒子とに分別され、このうち所定の粒度分布範囲内の中粒子だけが乾燥冷却器16によって固結防止処理されて製品とされ、破碎機15によって破碎された粗粒子および細粒子と一部の中粒子とが、種粒子として流動層1に循環させられるようになされている。従って、例えば上記製品として排出される塩化カルシウム水和物と流動層1に噴霧される塩化カルシウム水溶液との塩化カルシウム量をバランスさせた場合には、シードホッパー12からは運転初期だけ種粒子を流動層1に供給すればよく、通常の運転時には循環する上記粒子によって種粒子をまかなうことが可能となるので、効率的な運転を図ることができる。

【0031】

ただし、このように振動篩装置14によって分別された粒子を流動層1に循環させるに際しては、この循環させられる粒子の量が製品とされる粒子の量に対して多くなりすぎると製品の歩留まりの劣化を招く結果となる一方、逆に循環する粒子量が製品粒子の量に対して少なすぎると、流動層1における種粒子量が不足して頻繁にシードホッパー12から種粒子を補充しなければならず、運転操作が煩雑となる。従って、流動層1から排出される塩化カルシウム水和物の総重量と分別されて製品とされる上記中粒子の重量との比、すなわち塩化カルシウム水和物の循環比は、1.5～10の範囲に設定されるのが望ましい。なお、本実施形態では、振動篩装置14によって分別された中粒子の一部をも流動層1に

循環させるようにしているが、この中粒子をすべて乾燥冷却機 16 に送って製品とするようにしてもよい。

【0032】

また、本実施形態では、特にこの振動篩装置 14 が水平面に対して傾斜した複数段の篩網を振動装置によって振動させて造粒物を分別する構成とされており、篩網を傾斜させることによって分別すべき粒子の大きさに対して目開き量を大きくすることができ、篩網を振動させることも相俟って、目詰まりの発生を防止して効率的な分別を図ることができる。しかも、本実施形態では、この振動篩装置 14 によって分別された粒子のうち、製品とされる中粒子のみが冷却乾燥機 16 に送られて冷却されるだけであり、残りの破碎された粗粒子、細粒子、および一部の中粒子は冷却されないまま流動層 1 に循環させられるので、これらの粒子の循環によって流動層 1 内の温度が大きく低下するのを避けることができ、熱的にも効率的な塩化カルシウム水和物の造粒を図ることができる。

10

【0033】

これらに加えて、本実施形態では、流動層 1 から排出された排気をスクラバー 17 で洗浄したその洗浄水の一部を、流動層 1 に噴霧する塩化カルシウム水溶液のタンク 10 に循環させるようにしている。すなわち、排気中に含まれる塩化カルシウム水和物の微細粒子が溶け込んである程度の濃度を有した洗浄水に原料塩化カルシウムが加えられて流動層 1 内に噴霧されるので、同じ濃度の塩化カルシウム水溶液を噴霧するにしても、タンク 10 に供給すべき原料塩化カルシウムの量を低減することができ、より経済的な塩化カルシウム水和物の造粒を促すことが可能となる。

20

【0034】

【実施例】

表 1 は、本発明の実施例を示すものであって、図 1 に示した造粒装置を用いて、流動層 1 内に噴霧される塩化カルシウム水溶液の濃度および噴霧量、流動層 1 に供給される流動用ガスの温度および空塔速度、流動層 1 の静止層高さからのスプレーノズル 8 の高さ、および循環比を種々に変更して塩化カルシウム 2 水和物の造粒物を生成した場合に、流動層 1 内の温度、水蒸気分圧、および塩化カルシウム 2 水和物の蒸気圧と、生成された粒子の形状および製品としての塩化カルシウム 2 水和物の濃度がどのように変化したかを調べたものである。なお、生成された塩化カルシウム水和物の粒子の平均粒径は、実施例 3 の場合において $2750\text{ }\mu\text{m}$ 、粒度分布は $2\sim 4\text{ mm}$ であった。

30

【0035】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
塩化カルシウム 水溶液濃度 (wt%)	37	46	53	45	47	38	38	38	42	41
塩化カルシウム 水溶液噴霧量 (L/H)	20	20	42	35	56	25	25	25	40	26
流動用ガス温度 (°C)	120	114	116	140	152	150	180	186	182	280
流動用ガス空塔速度 (m/s)	2.3	2.3	2.35	2.3	2.35	1.8	2.3	1.8	1.9	2.2
スプレースの静止 層高からの高さ (mm)	320	270	140	140	50	320	320	320	320	320
循環比	約6倍	約10倍	約4倍	約4倍	約4倍	約4倍	約4倍	約4倍	約4倍	約4倍
流動層内温度 (°C)	88	88	88	93	92	100	118	124	108	195
流動層内水蒸気 分圧 (mmHg)	42	42	42	46	44	46	50	44	70	46
流動層内温度における 塩化カルシウム2水和 物の蒸気圧 (mmHg)	38	38	38	44	43	56	98	135	71	760 以上
製品塩化カルシウム 2水和物の濃度 (wt%)	72.5	72.5	72.5	73.3	75	78.5	88.6	90	91.5	96.1
粒子形状	金平糖状	丸粒状	丸粒状	丸粒状	丸粒状	金平糖状	金平糖状	金平糖状	金平糖状	金平糖状

【0036】

しかるに、この表1に示す結果より、本発明によれば、すべての実施例1～10において37wt%～53wt%の希薄な塩化カルシウム水溶液により、確実に塩化カルシウム2水和物を造粒することが可能であり、また製品としての塩化カルシウム水和物の濃度が80wt%以下の一般的な造粒物を生成する場合には、実施例1～6に示されるように流動用ガスの温度も150℃程度までの比較的低い温度で十分であった。さらに、実施例7～10のように高濃度の製品塩化カルシウム水和物を造粒する場合でも、流動用ガスの温度を昇温

10

20

30

40

50

させるのは熱風炉6による流動用ガスの加熱温度を上昇させるだけであったので、従来のように塩化カルシウム水溶液を溶融塩状態にまで濃縮するのに比べ、きわめて容易であった。

【0037】

一方、スプレーノズル8の高さを変化させた場合においては、噴霧される塩化カルシウム水溶液の濃度や噴霧量、あるいは流動用ガスの温度や空塔速度などの他の要因に関わらず、静止層高さから270mm以下の場合の実施例2～5では粒子は丸粒状となり、320mm以上の場合の実施例1、6～10では粒子は金平糖形状となった。ただし、これは、上述したようにすべての粒子が丸粒状あるいは金平糖形状となったというわけではなく、その割合が顕著に多かったという結果である。

10

【0038】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の塩化カルシウム水和物の造粒方法によれば、流動層を用いて塩化カルシウム水和物を造粒するため、希薄な塩化カルシウム水溶液により比較的低温でも造粒物の生成が可能であり、そしてコンピュータを用いた制御によって、流動用ガスの水分量を調節したり、噴霧される塩化カルシウム水溶液の濃度を調整したりすることによって流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、塩化カルシウム水和物の水分子数に応じた蒸気圧線図に基づき、流動層内の塩化カルシウム水和物の蒸気圧を流動層内の温度に応じて所定の水分子数の塩化カルシウム水和物の蒸気圧に設定して、この水分子数の塩化カルシウム水和物を確実に造粒することが可能となる。また、少なくとも上記流動層内における温度および該流動層からの排気湿度を測定することによって上記流動層内の水蒸気分圧を制御することにより、流動層内の水蒸気分圧を正確に調整して一層確実な塩化カルシウム水和物の生成を図ることができる。

20

【0039】

一方、かかる流動層を用いた造粒方法においては、流動層の静止層高さに対する塩化カルシウム水溶液の噴霧高さを300mm以上に設定して金平糖形状の粒子を生成したり、上記噴霧高さを300mm未満に設定して丸粒状の粒子を生成したりするなど、この噴霧高さを調整することによって所定の形状の粒子を含んだ造粒物を生成することが可能となり、製品塩化カルシウム水和物の用途に応じて適当な形状の造粒物を提供することができる。また、こうして流動層において生成された塩化カルシウム水和物の造粒物を粗粒子と中粒子と細粒子とに分別し、粗粒子を粉碎して少なくとも細粒子とともに望ましくは1.5～10の循環比で流動層に循環させることにより、製品歩留まりを確保しながらも種粒子の循環供給を図って効率的な造粒を促すことができる。さらに、この場合には、傾斜した少なくとも2段の振動篩によって粒子を分別するのがより効率的である。

30

【0040】

また、本発明の塩化カルシウム水和物の造粒装置によれば、流動層に備えられた温度センサや湿度センサによる測定結果に基づき、コンピュータを用いた制御によって、また、これに加えて水分調整装置に備えられた流量センサ、温度センサ、および湿度センサによる測定結果や、濃度調整装置に備えられた濃度センサおよび流量センサによる測定結果に基づき、上記コンピュータを用いた制御によって、上記流動層内の水蒸気分圧を調整することにより、流動層内の塩化カルシウムの蒸気圧をより正確に所定の蒸気圧に設定して、確実に所望の水分子数の塩化カルシウム水和物を造粒することができるとともに、当該造粒装置の運転の自動化を促すことが可能となる。

40

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の塩化カルシウム水和物の造粒装置の一実施形態を示す図である。

【図2】 塩化カルシウム水和物の蒸気圧線図である。

【符号の説明】

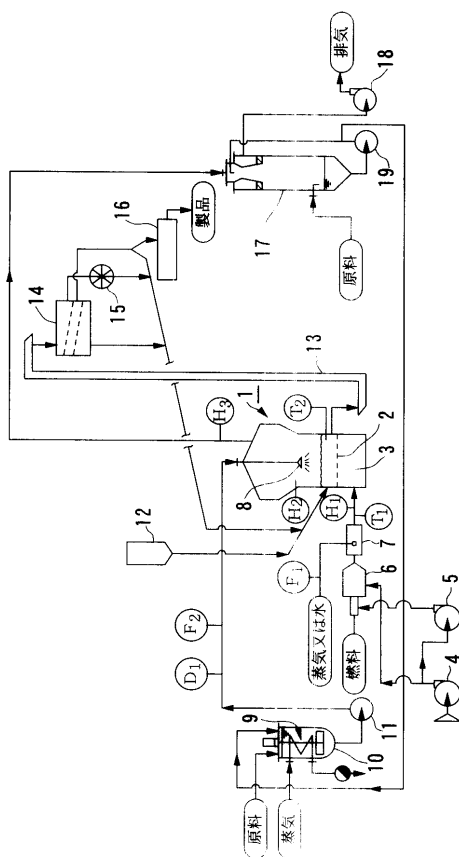
- 1 流動層
- 6 熱風炉
- 7 水分調整装置

50

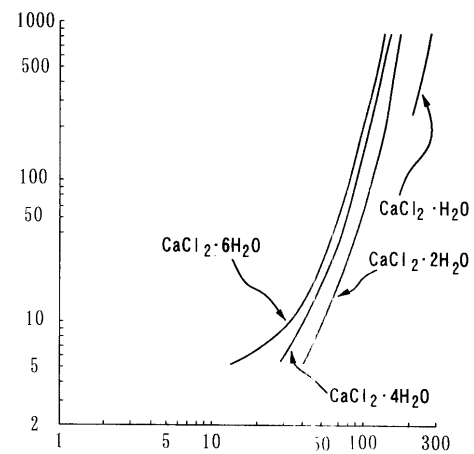
- 8 スプレーノズル
- 9 濃度調整装置
- 10 塩化カルシウム水溶液のタンク
- 14 振動篩装置
- 15 破碎機
- 16 冷却乾燥機
- 17 スクラバー
- T_1, T_2 温度センサ
- H_1, H_2, H_3 湿度センサ
- F_1, F_2 流量センサ
- D_1 濃度センサ

10

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

- (74)代理人 100094400
弁理士 鈴木 三義
- (74)代理人 100106493
弁理士 松富 豊
- (74)代理人 100107836
弁理士 西 和哉
- (74)代理人 100108394
弁理士 今村 健一
- (74)代理人 100108453
弁理士 村山 靖彦
- (74)代理人 100100077
弁理士 大場 充
- (72)発明者 西本 光宏
香川県宇多津町浜一番丁1番地 開成工業株式会社内
- (72)発明者 西本 和仁
香川県宇多津町浜一番丁1番地 開成工業株式会社内
- (72)発明者 市村 敬司
千葉県習志野市袖ヶ浦5丁目7番20号 アイテック有限会社内
- (72)発明者 加藤 善二
東京都中央区佃2丁目17番15号 月島機械株式会社内
- (72)発明者 伊藤 正康
東京都中央区佃2丁目17番15号 月島機械株式会社内
- (72)発明者 諏訪 聡
東京都中央区佃2丁目17番15号 月島機械株式会社内
- (72)発明者 関戸 説郎
東京都中央区佃2丁目17番15号 月島機械株式会社内

審査官 横山 敏志

- (56)参考文献 特公昭33-000922 (JP, B1)
特公昭46-009802 (JP, B1)
実公昭48-008426 (JP, Y1)
特開昭49-127898 (JP, A)
特開平04-227043 (JP, A)
特開平10-151336 (JP, A)
特開平10-211468 (JP, A)
西独国特許出願公開第00232905 (DE, A)
西独国特許出願公開第00223428 (DE, A)
西独国特許出願公開第00223427 (DE, A)
西独国特許出願公開第00200423 (DE, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C01F11/00-11/48
B01J2/16
WPI