

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6191722号
(P6191722)

(45) 発行日 平成29年9月6日(2017.9.6)

(24) 登録日 平成29年8月18日(2017.8.18)

(51) Int. Cl.		F I			
BO1J	19/00	(2006.01)	BO1J	19/00	N
BO1D	7/02	(2006.01)	BO1D	7/02	

請求項の数 8 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2016-82766 (P2016-82766)	(73) 特許権者	000001258
(22) 出願日	平成28年4月18日 (2016.4.18)		J F E スチール株式会社
(62) 分割の表示	特願2014-527970 (P2014-527970) の分割		東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
原出願日	平成25年7月22日 (2013.7.22)	(74) 代理人	100126701
(65) 公開番号	特開2016-198764 (P2016-198764A)		弁理士 井上 茂
(43) 公開日	平成28年12月1日 (2016.12.1)	(74) 代理人	100130834
審査請求日	平成28年5月17日 (2016.5.17)		弁理士 森 和弘
(31) 優先権主張番号	特願2012-172458 (P2012-172458)	(72) 発明者	奈良 正功
(32) 優先日	平成24年8月3日 (2012.8.3)		東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	山路 常弘
			東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J
			F E スチール株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 晶析装置及び晶析方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

流体の少なくとも温度及び圧力のいずれか1つを変化させて、前記流体に含有される含有物質を晶析させる晶析装置において、

前記流体が流入され、前記流体の温度及び圧力の少なくとも1つが制御される反応容器と、

前記流体を前記反応容器に導入する配管と、

前記配管が接続され、前記反応容器へ前記流体が流入する流入口に、前記含有物質の晶析物が前記反応容器の内壁に堆積することを防止するための堆積防止用流体を噴出する第1の流体吹き込み手段と、

前記反応容器に、前記流体の温度を制御するための温度制御用流体を、前記反応容器の周方向に旋廻させるように噴出する複数の第2の流体吹き込み手段と、を備え、

前記反応容器は、径が一定である円筒部と、前記配管と前記円筒部とを密閉して接続するテーパ部とを備えた形状であり、

前記テーパ部は前記配管に接続された部分の径が前記円筒部の径よりも小さく形成され、

前記第1の流体吹き込み手段が前記配管と前記テーパ部の接続部分に堆積防止用流体を噴出させる晶析装置。

【請求項2】

前記反応容器には、前記配管の先端が収容され、

10

20

前記第 1 の流体吹き込み手段は、前記反応容器内の前記配管の先端に前記堆積防止用流体を吹き込む請求項 1 に記載の晶析装置。

【請求項 3】

前記配管の先端は、前記反応容器の側面と隙間を介して前記反応容器に挿入され、前記第 1 の流体吹き込み手段は、前記隙間に前記堆積防止用流体を吹き込む請求項 2 に記載の晶析装置。

【請求項 4】

前記堆積防止用流体は、不活性ガスである請求項 1 乃至 3 のうちいずれかに記載の晶析装置。

【請求項 5】

流体の少なくとも温度及び圧力のいずれか 1 つを変化させて、前記流体に含有される含有物質を晶析させる晶析方法において、

前記流体が配管を介して流入する反応容器の流入口において、前記含有物質の晶析物が前記反応容器の内壁に堆積することを防止するための堆積防止用流体を噴出し、

前記反応容器を、径が一定である円筒部と、前記配管と前記円筒部とを密閉して接続するテーパ部とを備えた形状とし、

前記テーパ部は前記配管に接続された部分の径が前記円筒部の径よりも小さく形成し

、前記配管と前記テーパ部との接続部分に堆積防止用流体を噴出し、

前記反応容器に、前記流体の温度を制御するための温度制御流体を、前記反応容器の周方向に旋廻させるように噴出する晶析方法。

【請求項 6】

前記配管の先端を前記反応容器に収容し、

前記反応容器内の前記配管の外周から前記堆積防止用流体を吹き込む請求項 5 に記載の晶析方法。

【請求項 7】

前記配管の先端は、前記反応容器の側面と隙間を介して前記反応容器に挿入され、

前記隙間に前記堆積防止用流体を吹き込む請求項 6 に記載の晶析方法。

【請求項 8】

前記堆積防止用流体は、不活性ガスである請求項 5 乃至 7 のうちいずれかに記載の晶析方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

流体中に溶解している含有物質を晶析させる晶析装置(crystallizer)及び晶析方法(crystallizing method)に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より、流体中に溶解している含有物質を晶析(crystallization)させる晶析方法が知られている。晶析とは、物質が溶解できる濃度を越えたところで、溶解しきれずに析出(deposit or precipitate)する現象である。晶析では、圧力及び温度等を単独もしくは組み合わせて制御することにより、含有物質を析出させる。晶析方法は、化学・石油分野のみならず、半導体および鉄鋼分野においても利用されている。

【0003】

非特許文献 1 には、溶液の中に結晶が発生する基本的な原理から、溶液に含有される物質を分離・精製する装置に至るまで、詳細に記載されている。非特許文献 1 には、コハク酸結晶(succinic acid crystal)の晶析、KCl の結晶成長及び溶質の取り込み、 $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ の成長等が装置とともに開示されている。

【0004】

図 8 は、従来の晶析装置の構成を示す図である。晶析装置は、水平に設置される円筒状

10

20

30

40

50

の反応容器 14 を有している。反応容器 14 の流体 10 の流入口及び流出口には、配管 3 が接続されている。流体 10 は、紙面左側の流入口から反応容器 14 に流入し、紙面右側の流出口へ排出される。流体吹き込み口 7 は、温度制御用流体 9 を反応容器 14 に噴出する。流体吹き込み口 7 は、円筒状の反応容器 14 の周方向に所定の間隔を空けて複数設けられている。

【0005】

このように構成された晶析装置では、温度制御用流体 9 によって流体 10 が冷却されると、流体 10 中の含有物質が晶析物 11 (crystallized material) として晶析する。晶析物 11 は、反応容器 14 の下方に設けられた開口部から、晶析物搬送装置 5 に排出される。晶析物搬送装置 5 を通った晶析物 11 は、排出口 6 から排出される。

10

【先行技術文献】

【非特許文献】

【0006】

【非特許文献 1】中井資、「晶析工学」、培風館、1986年2月、P.97~100, P.105~112

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、従来の装置では、析晶物が反応容器の流入口付近に堆積する。そのため、従来の装置では、定期的に流入口付近の晶析物 11 を掻き出す作業を実施しており、生産効率が上がらないという問題点を有していた。

20

【0008】

本発明は、このような問題点に対してなされたものであり、反応容器の流入口付近に晶析物が堆積することを低減する晶析装置及び晶析方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、このような問題を解決するためになされたものであり、その要旨は以下の通りである。

[1] 流体の少なくとも温度及び圧力のいずれか 1 つを変化させて、前記流体に含有される含有物質を晶析させる晶析装置において、前記流体が流入され、前記流体の温度及び圧力の少なくとも 1 つが制御される反応容器と、前記流体を前記反応容器に導入する配管と、前記配管が接続され、前記反応容器へ前記流体が流入する流入口に、前記含有物質の晶析物が前記反応容器の内壁に堆積することを防止するための堆積防止用流体を噴出する第 1 の流体吹き込み手段とを備え、前記反応容器は、径が一定である円筒部と、前記配管と前記円筒部とを密閉して接続するテーパ部とを備えた形状であり、前記テーパ部は前記配管に接続された部分の径が前記円筒部の径よりも小さく形成され、前記第 1 の流体吹き込み手段が前記配管と前記テーパ部の接続部分に堆積防止用流体を噴出させる晶析装置。

30

[2] 前記反応容器に、前記流体の温度を制御するための温度制御用流体を噴出する第 2 の流体吹き込み手段を更に備える [1] に記載の晶析装置。

40

[3] 前記反応容器には、前記配管の先端が収容され、前記第 1 の流体吹き込み手段は、前記反応容器内の前記配管の先端に前記堆積防止用流体を吹き込む [1] 又は [2] に記載の晶析装置。

[4] 前記配管の先端は、前記反応容器の側面と隙間を介して前記反応容器に挿入され、前記第 1 の流体吹き込み手段は、前記隙間に前記堆積防止用流体を吹き込む [3] に記載の晶析装置。

[5] 前記堆積防止用流体は、不活性ガスである [1] 乃至 [4] のうちいずれかに記載の晶析装置。

[6] 流体の少なくとも温度及び圧力のいずれか 1 つを変化させて、前記流体に含有される含有物質を晶析させる晶析方法において、前記流体が配管を介して流入する反応容器の

50

流入口において、前記含有物質の晶析物が前記反応容器の内壁に堆積することを防止するための堆積防止用流体を噴出し、前記反応容器を、径が一定である円筒部と、前記配管と前記円筒部とを密閉して接続するテーパ部とを備えた形状とし、前記テーパ部は前記配管に接続された部分の径が前記円筒部の径よりも小さく形成し、前記配管と前記テーパ部との接続部分に堆積防止用流体を噴出する晶析方法。

[7] 前記反応容器に前記流体の温度を制御するための温度制御用流体を噴出する [6] に記載の晶析方法。

[8] 前記配管の先端を前記反応容器に収容し、前記反応容器内の前記配管の外周から前記堆積防止用流体を吹き込む [6] 又は [7] に記載の晶析方法。

[9] 前記配管の先端は、前記反応容器の側面と隙間を介して前記反応容器に挿入され、前記隙間に前記堆積防止用流体を吹き込む [8] に記載の晶析方法。 10

[10] 前記堆積防止用流体は、不活性ガスである [6] 乃至 [9] のうちいずれかに記載の晶析方法。

【発明の効果】

【 0 0 1 0 】

本発明によれば、反応容器の流入口に晶析物が堆積することを低減する晶析装置及び晶析方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 1 】

【図 1】図 1 は、本発明の実施の形態 1 に係る晶析装置の構成を示す図である。 20

【図 2】図 2 は、本発明の実施の形態 1 に係る晶析装置の一部拡大図である。

【図 3】図 3 は、本実施の形態 1 を適用した本発明例と従来法を適用した比較例の条件をまとめた図である。

【図 4】図 4 は、比較例と本発明例における晶析装置の壁面温度を示す図である。

【図 5】図 5 は、比較例と本発明例における晶析装置の軸中心部の温度分布を示した図である。

【図 6】図 6 は、比較例と本発明例における晶析装置への粒子の堆積状態の比較結果を示す図である。

【図 7】図 7 は、実施例 1 に係る晶析装置を示す図である。

【図 8】図 8 は、従来の晶析装置を示す図である。 30

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 2 】

以下、添付した図面を参照し、本発明の実施の形態について説明する。

【 0 0 1 3 】

[実施の形態 1]

図 1 は、本発明の実施の形態 1 に係る晶析装置 1 の構成を示す図である。晶析装置 1 は、配管 3、反応容器 16、第 2 の流体吹き込み手段 7、第 1 の流体吹き込み手段 12 を有している。また、晶析装置 1 の流出口側には、晶析物搬送装置 5 が設けられている。なお、晶析装置 1 に流す流体 10 は、気体であっても液体であってもよい。本実施の形態 1 の説明では、流体 10 がガス（気体）であるとして説明を行う。 40

【 0 0 1 4 】

反応容器 16 は、縦に設置された円筒形状を有している。反応容器 16 は、径が一定である円筒部 16b と、円筒部 16b の上下に設けられた上テーパ部 16a、下テーパ部 16c を有している。上テーパ部 16a は、上方に向かって径が小さくなる。一方、下テーパ部 16c は、下方になるにしたがって径が小さくなる。下テーパ部 16c は、上テーパ部 16a のテーパの傾斜よりも緩やかな傾斜を有している。

【 0 0 1 5 】

上テーパ部 16a の先端には、配管 3 が接合されている。流体 10 は、配管 3 を通って、反応容器 16 に流入される。流体 10 は、配管 3 から鉛直下方に向かって噴出される。ここで、晶析装置 1 では、反応容器 16 にて流体 10 より含有物質を晶析させるにあた 50

り、温度又は圧力もしくは双方を変化させる（制御する）ため、反応容器 16 は、温度や圧力の変化に適した構造とされる。本発明では温度や圧力の変化に耐える構造とするように、反応容器 16 を、円筒形に近い形状とすることが好ましい。さらに、反応容器 16 と配管 3 については、密閉となるような接続を行い、反応容器 16 の外界（大気等）との熱及び物質のやり取りがない、独立系とする。反応容器 16 を密閉容器とすることで、急激な温度変化や圧力変化等で反応容器 16 が破壊されないように安全等には配慮して設計及び製作を実施するものとする。特に、流体 10 が気体の場合には、晶析による体積変化より生じる圧力変化も十分考慮して、装置設計及び製作を実施する。また、本発明の目的は、配管 3 の噴出口周囲への堆積を低減するものであるため、その形態にはこだわらない。例えば、配管 3 が複数あり、また晶析物搬送装置 5 も複数設置されていても問題ない。

10

【0016】

反応容器 16 の円筒部 16 b の外周には、複数の第 2 の流体吹き込み手段 7 が設けられている。第 2 の流体吹き込み手段 7 は、反応容器 16 の円筒部 16 b の長さ方向に延在して設けられている。第 2 の流体吹き込み手段 7 は、円筒部 16 b の円周方向に等間隔で配されている。なお、第 2 の流体吹き込み手段 7 の数や配置は、図 1 に限定されるものではなく、任意の数だけ任意の位置に設けることができる。

【0017】

第 2 の流体吹き込み手段 7 からは、流体 10 に含まれる含有物質を冷却して晶出させるための温度制御用流体 9 が噴出される。なお、温度制御用流体としては、気体、液体、又は固体を含む気体、液体のいずれであってもよく、またこれらを組み合わせて用いてもよい。

20

【0018】

温度制御用流体 9 は、第 2 の流体吹き込み手段 7 から円筒部 16 b の周方向に旋廻するように、斜めに噴出される。複数の第 2 の流体吹き込み手段 7 からは、同じ回転方向に温度制御用流体 9 が噴出される。そのため、円筒部 16 b では、温度制御用流体 9 が螺旋状に流れる。これにより、旋廻流（rotational flow）を発生させ、流体 10 及び温度制御用流体 9 を円筒部 16 b 内に留める時間を長めることで、晶析反応の反応時間を長くしている。温度制御用流体 9 によって冷却された流体 10 に含まれる含有物質は、流体 10 に溶解しきれなくなると固体となり、晶析物 11 となる。

【0019】

温度制御用流体 9 は、晶析をしやすくすると共に、晶析物 11 が反応容器 16 内に堆積することを防止するために、水平方向及び鉛直方向の吹き込み角度、吹き込み量、吹き込み速度を調整する。吹き込み角度、吹き込み量、吹き込み速度は、晶析装置に依存するため、それぞれについて数値解析、実際の実験により決定していくものとする。

30

【0020】

このように、本実施の形態に係る晶析装置 1 では、温度制御用流体 9 を噴き込むことにより流体 10 の温度制御を行っている。温度制御用流体 9 を吹き込むことで、反応容器 16 を加圧もしくは減圧し、含有物質を晶析しやすくすることができる。なお、温度制御用流体 9 を吹き込む以外の手段を用いて、反応容器 16 内をさらに加圧もしくは減圧するよう構成してもよい。また、温度制御用流体 9 を吹き込まずに、反応容器 16 の圧力を制御するよう構成してもよい。

40

【0021】

反応容器 16 の流入口付近には、第 1 の流体吹き込み手段 12 が設けられている。ここで、流入口とは、配管 3 の先端周辺を示すものとする。第 1 の流体吹き込み手段 12 からは、堆積防止用流体 13 が噴出される。堆積防止用流体 13 は、晶析物 11 が、配管 3 の噴出口や、上テーパ部 16 a に堆積することを防止するために用いられる流体である。例えば、堆積防止用流体 13 は、不活性ガスである N_2 を用いることができる。

【0022】

なお、流体 10 がガスの場合には、特に、温度低下等により晶析した晶析物の堆積が発生しやすい箇所がある。このような場合は、堆積防止用流体 13 の温度を、流体 10 の晶

50

析温度以上として吹き込むことで、晶析物 1 1 の堆積をさらに低減させることができる。

【 0 0 2 3 】

晶析物搬送装置 5 は、スクリーコンベアにより構成されている。具体的には、晶析物搬送装置 5 は、スクリー軸 5 1 と、スクリー軸 5 1 に沿って取り付けられた螺旋状の板部材 5 2 を有している。晶析物搬送装置 5 は、スクリー軸 5 1 を回転させることにより、螺旋状の板部材 5 2 に沿って、晶析物 1 1 を紙面左側から右側に搬送するように構成されている。晶析物 1 1 が紙面右側に到達すると、紙面右側に形成された排出口 6 から晶析物 1 1 が排出される。

【 0 0 2 4 】

図 2 は、第 1 の流体吹き込み手段 1 2 を拡大して示した図である。前述のように、配管 3 の外周には、断熱レンガ 3 1 が設けられている。配管 3 の先端は、反応容器 1 6 の上部に収容されている。上テーパ部 1 6 a の上端には、配管 3 が接続される接続部 1 6 d を有している。接続部 1 6 d は、径が一定の円筒状に形成されている。円筒状の接続部 1 6 d は、配管 3 を覆う断熱レンガ 3 1 の外周に、断熱レンガ 3 1 から所定の隙間 3 2 を介して配置されている。

10

【 0 0 2 5 】

第 1 の流体吹き込み手段 1 2 は、この隙間 3 2 に向かって堆積防止用流体 1 3 を噴出する。換言すれば、堆積防止用流体 1 3 は、反応容器 1 6 に接続される配管 3 の部分の外周に向かって噴出される。図 2 では、配管 3 の外周には断熱レンガ 3 1 が設けられているため、堆積防止用流体 1 3 は、配管 3 を覆う断熱レンガ 3 1 の外周にあたって、下方の円筒部 1 6 b に向かって流出する。

20

【 0 0 2 6 】

このように、第 1 の流体吹き込み手段 1 2 から、配管 3 の先端に向かって堆積防止用流体 1 3 を噴出させることで、配管 3 の外周に当たった堆積防止用流体 1 3 は、配管 3 の外周に沿って、下方に向かう流れを作る。これにより、配管 3 の流体 1 0 の噴出口では、堆積防止用流体 1 3 によって下方に向かう流れが生じる。そのため、配管 3 の噴出口から噴出された流体 1 0 は、この堆積防止用流体 1 3 の流れに沿って上テーパ部 1 6 a から反応容器 1 6 の中央の円筒部 1 6 b まで運ばれる。

【 0 0 2 7 】

そのため、流体 1 0 が温度制御用流体 9 によって冷却されて晶析物 1 1 が発生した場合であっても、堆積防止用流体 1 3 が晶析物 1 1 を反応容器 1 6 の円筒部 1 6 b へ運ぶため、晶析物 1 1 の流入口付近への堆積を低減させることができる。また、堆積防止用流体 1 3 を反応容器 1 6 の流入口付近から噴出することで、温度制御用流体 9 が上テーパ部 1 6 a に拡散するのを防止することができる。これにより、反応容器 1 6 の流入口付近の晶析物 1 1 の堆積を防止する効果をさらに高めることができる。

30

【 0 0 2 8 】

このように構成された晶析装置 1 では、流体 1 0 が、配管 3 から反応容器 1 6 に向かって噴出される。配管 3 と反応容器 1 6 の接続部には、第 1 の流体吹き込み手段 1 2 から、配管 3 の外周に向かって堆積防止用流体 1 3 が噴出されている。そのため、晶析した晶析物 1 1 を含む流体は、堆積防止用流体 1 3 の作り出す流れに沿って、反応容器 1 6 の円筒部 1 6 b に向かって移動する。

40

【 0 0 2 9 】

反応容器 1 6 の流体 1 0 は、上テーパ部 1 6 a のテーパ形状に沿って、反応容器 1 6 内に広がり、円筒部 1 6 b に向かう。流体 1 0 は、第 2 の流体吹き込み手段 7 から噴出される温度制御用流体 9 の旋廻流の流れに沿って、円筒部 1 6 b の側壁に沿って旋廻するように流れる。円筒部 1 6 b では、第 2 の流体吹き込み手段 7 からは、流体 1 0 を冷却するための温度制御用流体 9 が噴出されている。そのため、円筒部 1 6 b では、温度制御用流体 9 によって冷却された流体 1 0 から、溶解しきれなくなった物質が析出し、晶析物 1 1 となる。

【 0 0 3 0 】

50

円筒部 16b において、流体 10 からは、下方に向かうに従って、温度制御用流体 9 による冷却によって次第に晶析物 11 が増える。そして、晶析物 11 を含む流体 10 は、円筒部 16b を旋廻しながら通過し、下テーパ部 16c に沿って、晶析物搬送装置 5 に排出される。晶析物 11 を含む流体 10 は、円筒部 16b の下方に至ると、下テーパ部 16c の側面に沿って、さらに下方に移動し、晶析物搬送装置 5 に排出される。

【0031】

晶析物搬送装置 5 に入った晶析物 11 を含む流体 10 は、スクリー軸 51 及び螺旋状の板部材 52 の回転によって、紙面左側から右側に移動する。そして、晶析物 11 は、晶析物搬送装置 5 の排出口 6 から排出される。実施の形態 1 では、流体 10 を気体であるとしたため、排出口 6 からは、晶析物 11 のみを取り出すことができる。

10

【0032】

実施の形態 1 に係る晶析方法及び装置では、第 1 の流体吹き込み手段 12 から堆積防止用流体 13 を反応容器 16 の流入口付近から吹き込むことで、流入口付近に晶析物 11 が発生した場合であっても、晶析物 11 が反応容器 16 の流入口付近に堆積することを低減することができる。また、堆積防止用流体 13 を反応容器 16 の流入口付近から吹き込むことで、温度制御用流体 9 が上テーパ部 16a に拡散するのを防止することができる。これにより、反応容器 16 の流入口付近の晶析物 11 の堆積をさらに防止することができる。

【0033】

実施の形態 1 に係る晶析方法及び装置では、配管 3 の先端部を反応容器 16 の接続部 16d に隙間 32 を設け、堆積防止用流体 13 を配管 3 の先端（隙間 32）に向かって吹き込むことで、反応容器 16 に流体 10 が流入した直後に発生する晶析物 11 の堆積を低減させることができる。

20

【0034】

これにより、晶析装置及び晶析方法を用いた晶析物若しくは晶析物を除去した流体の生産性を向上させると共に、製造される晶析物の純度を上げることができる。さらに、晶析物 11 を掻き出す処理の頻度を低減させることができ、保守・メンテナンス性も改善することができる。

【0035】

本実施の形態 1 では、配管 3 に隙間 32 を介して堆積防止用流体 13 を噴出しているが、反応容器 16 の流体 10 の流入口付近から堆積防止用流体 13 を噴出することができれば、第 1 の流体吹き込み手段 12 はどのような構造であってもよい。例えば、反応容器 16 と配管 3 との間に隙間 32 を形成せずに、配管 3 の先端に向かって堆積防止用流体 13 を直接噴出させるようにするだけでもよい。

30

【0036】

または、配管 3 の外周に、堆積防止用流体 13 を下方に吹き込む第 1 の流体吹き込み手段 12 を設け、流体 10 の流路に沿って、上方から下方に向かって堆積防止用流体 13 を吹き込むように構成してもよい。

【0037】

流体 10 をガスとした場合では、ガス内部に混在している晶析物質用ガスや、晶析物質用ガスが反応して作成されるガスには、晶析する物質を含むガスがある。このような場合には、吹き込まれる堆積防止用流体 13 は、晶析物質用ガス、もしくはこの晶析物質用ガスが反応して作成されるガスと反応しない作動流体を選択すればよい。これにより、温度を制御する必要なく、この作動流体を堆積防止用流体 13 として使用することができる。

40

【0038】

流体 10 として液体を使用する場合では、溶媒が水であれば、水を用いて温度制御することができる。その際に、晶析をコントロールする薬剤等を水に添加しても良い。たとえば、有名な媒晶剤である、アンモニウムイオンやカリウムイオンに対するホウ砂、リン酸アンモニウムに対する Al^{3+} 、 Fe^{3+} 等を使用することができる。媒晶剤の濃度や量については、数値解析、実験等を用いて良好な範囲を決定すればよい。

50

【0039】

本実施の形態1では、搬送装置として、スクリーコンベアを使用しているが、晶析物11の搬送は、ガス搬送を用いてもよい。また、流体10が液体である場合には、晶析物11の搬送は、液体によって搬送してもよい。

【0040】

本実施の形態1では、温度を制御して晶析物11を得ているが、圧力のみを変化させて又は温度と圧力両方を変化させて、晶析物11を得るように構成してもよい。これらの場合であっても、第1の流体吹き込み手段12から堆積防止用流体13を噴出させることで、反応容器16の流入口付近の晶析物11の堆積を防止することができる。

【0041】

[本発明例と比較例との対比]

次に、本実施の形態1を適用した本発明例と従来の方法を適用した比較例との比較を、シミュレーションにより行った。

【0042】

図3は、本実施の形態1を適用した本発明例と従来法を適用した比較例の条件をまとめた図である。比較例における晶析装置の形状は、流体10の流入口付近には、堆積防止用流体13を噴出する装置は設けられていない。

【0043】

一方、本発明例では、配管3の外周には、断熱レンガ31が設けられている。なお、配管3は、先端にセラミックノズルを有するものを採用した。また、反応容器16の流入口付近には、第1の流体吹き込み手段12が設けられている。第1の流体吹き込み手段12からは、堆積防止用流体13が、断熱レンガ31の外周(隙間32)に向かって配管3の先端部に噴出されている。本発明例では、堆積防止用流体13として、常温の N_2 ガスを用いた。

【0044】

上記の本発明例と比較例を用いて、本発明の効果を数値計算により確認した。計算には汎用流体解析ソフトを用いた。その際、実装置を忠実にモデル化し、温度、流体及び粒子の軌跡等を調べた。なお、粒子は、 $FeCl_2$ をモデル化したものである。晶析物11は、反応容器16において発生するものであるが、数値計算では、粒子はノズルより噴き込むものとした。粒子径は、 $FeCl_2$ の実粒子の粒径分布の最頻値 $5\mu m$ を使用した。

【0045】

図4は、比較例と本発明例における晶析装置の壁面温度を示す図である。本発明例における晶析装置の流入口における堆積防止用流体13の流量は、 $100Nm^3/Hr$ とした。なお、計算時間を短縮するため、晶析装置の形状は鉛直軸に対して軸対象であるとして、 $1/4$ の部分のモデルについて計算を実施した。また、堆積防止用流体13の温度は、温度制御用流体9と同程度の温度としている。

【0046】

粒子密度として $3160kg/m^3$ を使用した。粒子について放射率 0.4 を設定し、熱に対する対流・輻射・伝導計算を実施した。また、晶析装置の壁面はノンスリップとし、その側面には、水冷ジャケットが存在するものとして計算を行った。なお、モデル化での総メッシュ数は、約 $100,000$ となった。計算において、粒子の温度は、ほぼ周囲の流体の温度と一致していると仮定した。

【0047】

反応容器16の流入口直下(水冷部上端基準とした位置 $0\sim 0.4m$)における壁面温度は、比較例と比べ、本発明例で低下していることが明らかとなった。これは、本発明例では、第1の流体吹き込み手段12から、温度制御用流体9と同程度の温度の N_2 ガスを流入口の隙間32へ噴出している。そのため、この流入口付近の N_2 ガスによって、流体10の温度が低下していると考えられる。

【0048】

反応容器16の流入口の上部(水冷部上端基準とした位置 $0.4\sim 0.8m$)は、配管

10

20

30

40

50

3が断熱レンガ31に覆われている。そのため、反応容器16の流入口の上部は、比較例に比べ、流体10の温度が若干高くなっていると考えられる。

【0049】

図5は、比較例と本発明例における晶析装置の軸中心部の温度分布を示した図である。円筒部16bの上端(上テーパ部16bの下端)を基準点0としている。反応容器16の内部ではほぼ同じ温度となっているが、出口近傍での温度は本発明例で低くなっている。これは、本発明例では、第1の流体吹き込み手段12から流体10よりも低温の堆積防止用流体13(N₂ガス)を吹き込んでいる。そのため、反応容器16の底部(下テーパ部16c)では、第1の流体吹き込み手段12からのN₂ガスが流体10に混合され、比較例に比べて温度がより低下したと考えられる。

10

【0050】

この結果から、軸中心部を通る流体の含有物質は、比較例と本発明例のいずれの晶析装置においても、液相から固相に変化していると考えられる。

【0051】

図6は、比較例と本発明例における晶析装置への粒子の堆積を示した図である。なお、粒子の堆積が発生しているか否かは、粒子が壁面に到達したか否かによって判断した。実際には、一度壁面に到着した粒子であっても、壁面に堆積せずに反射して流体内に戻る場合もあるが、ここでは計算を簡略化するために、粒子が壁面に到達した場合は、粒子が堆積したと仮定した。

【0052】

計算の結果、晶析装置1の流入口直下では、本発明例1において壁面に堆積した粒子は、従来例において壁面に堆積した粒子の1/2~1/3となった。

20

【0053】

以上より、本発明例では、反応容器16の中央では、十分に流体温度が低下し、晶析物11が比較例と同じように発生しているにも関わらず、晶析物11が反応容器16の流入口付近に堆積する量は、比較例の1/2~1/3に低減できることが分かった。

【実施例1】

【0054】

なお、本発明は、様々な晶析装置や粉体製造装置に適用することができる。図7は、実施例1に係る晶析装置を示す図である。

30

【0055】

実施例1では、さらなる生産性をあげるために、ウォータージャケット2で縦型の反応容器16を外側から冷却している。なお、流体吹き込みヘッダー8は、第2の流体吹き込み手段7に温度制御用流体9を供給する手段である。なお、他の構成については、実施の形態1と略同一構成を有するため、各構成要素の説明については省略するものとする。

【0056】

実施例1の説明では、FeCl₂の晶析方法及び晶析装置に本発明を適用した場合を例として説明を行う。まず、FeCl₂の特性は、大気圧において、液相から固相に変化する凝固点が677であり、液相から気相に変化する沸点が1023である。

【0057】

FeCl₂を含むガスからFeCl₂を分離除去するために、FeCl₂の晶析現象を用いる。なお、FeCl₂そのものも重要な副製品であり、純粋な物質であればあるほど良い。温度制御用流体9として不活性ガスであるAr、N₂、Ne等を用いた。これは、温度制御用流体9として空気を用いると、酸化性物質が作成されることがあり、不純物として問題となるためである。さらに第1の流体吹き込み手段12より堆積防止用流体13を1050以上で噴出させることで堆積の防止を行った。

40

【0058】

この結果、従来では、反応容器16の流入口付近に堆積したFeCl₂の晶析物を、1~3ヶ月ごとに装置を止めて掻き落としていたが、本実施例1では、ほぼ半年間ノンストップで操業が可能となった。なお、半年後の定期点検においてもそれほど大きな堆積がなく、

50

また簡単な掻き出しにより堆積物を除去できることが明らかとなった。

【実施例 2】

【0059】

晶析物 11 の堆積をさらに低減させるためには、沸点より高い温度のガスを噴出することが好ましい。そこで、比較例 1 乃至 3、並びに、実施例 1 及び実施例 2 の評価を行った。比較例 1 乃至 3、並びに実施例 1 及び実施例 2 において、 FeCl_2 を含むガスを $380 \sim 420 \text{ Nm}^3/\text{Hr}$ で反応容器 16 に流入させた。晶析装置内の搬入温度は、 25 ($100 \text{ Nm}^3/\text{Hr}$) である。温度制御用流体 9 は、 N_2 を、 $700 \text{ Nm}^3/\text{Hr}$ (総量) だけ吹き込んだ。また、比較例 1 及び 3、並びに実施例 1 の晶析装置については、反応容器の 16 の外周にウォータージャケット 2 を設けた。

10

【0060】

比較例 1 乃至 3、並びに、実施例 1 及び実施例 2 の条件は、以下のようになっている。
(1) 比較例 1：円筒部内径 600 mm 円筒高さ 1400 mm 3 基使用 ウォータージャケット冷却、及び晶析物の掻き出し装置あり

(2) 比較例 2：円筒部内径 600 mm 円筒部高さ 1400 mm 2 基使用 ガス吹き込み冷却あり

(3) 比較例 3：円筒部内径 600 mm 円筒部高さ 1400 mm 1 基使用 ウォータージャケット冷却、及びガス吹き込み冷却あり

(4) 実施例 1：円筒部内径 600 mm 円筒部高さ 1400 mm 1 基使用 ウォータージャケット冷却、ガス吹き込み冷却、及び堆積防止ガス(温度制御なし)吹き込み有り

20

(5) 実施例 2：円筒部内径 600 mm 円筒部高さ 1400 mm 1 基使用 ウォータージャケット冷却、ガス吹き込み冷却、及び堆積防止ガス(温度制御あり)吹き込み有り

なお、比較例 1 及び 2 では、使用する晶析装置がそれぞれ 3 基、2 基となっているが、これは、比較例 3、実施例 1、2 の 1 基分と同程度の処理を行うのに必要な基数である。

【0061】

この結果、保守・メンテナンスの頻度とメンテナンス内容は、以下のようになった。

(1) 比較例 1：3 ヶ月に一度 堆積物掻き出し及び掻き出し装置の手入れ(3 基)

(2) 比較例 2：2 ヶ月に一度 堆積物掻き出し(2 基)

(3) 比較例 3：2 ヶ月に一度 堆積物掻き出し(1 基)

(4) 実施例 1：6 ヶ月に一度 堆積物掻き出し(堆積物が若干あり)(1 基)

30

(5) 実施例 2：6 ヶ月に一度 堆積物掻き出し(堆積物はほとんどなし)(1 基)

よって比較例 1 乃至 3 に対して、実施例 1 及び 2 は、保守・メンテナンス頻度を大幅に低減でき、生産性が向上することが分かった。また、実施例 2 は、実施例 1 よりも保守・メンテナンス頻度が低減でき、より生産性が向上した。

【0062】

以上の結果より、本発明は従来に比較して晶析物の品質を劣化させることなく、高生産性を実施できることが明らかとなった。

【0063】

なお、本発明は上記実施の形態に限られたものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で適宜変更することが可能である。

40

【符号の説明】

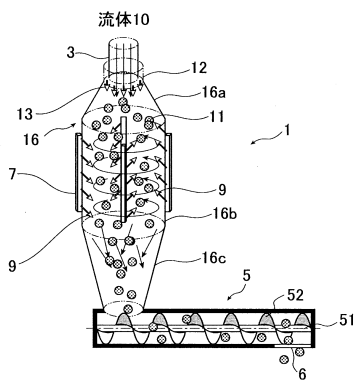
【0064】

- 1 晶析装置
- 2 ウォータージャケット
- 3 配管
- 5 晶析物搬送装置
- 6 排出口
- 7 第 2 の流体吹き込み手段
- 8 流体吹き込みヘッダー
- 9 温度制御用流体

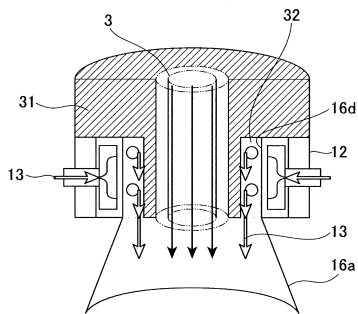
50

- 10 流体
- 11 晶析物
- 12 第1の流体吹き込み手段
- 13 堆積防止用流体
- 14、16 反応容器
 - 16a 上テーパ部
 - 16b 円筒部
 - 16c 下テーパ部
 - 16d 接続部
- 31 断熱レンガ
- 32 隙間
- 51 スクリュー軸
- 52 板部材

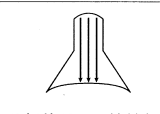
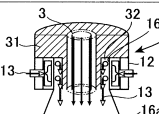
【図1】

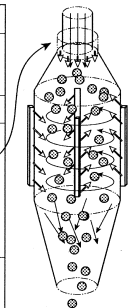


【図2】



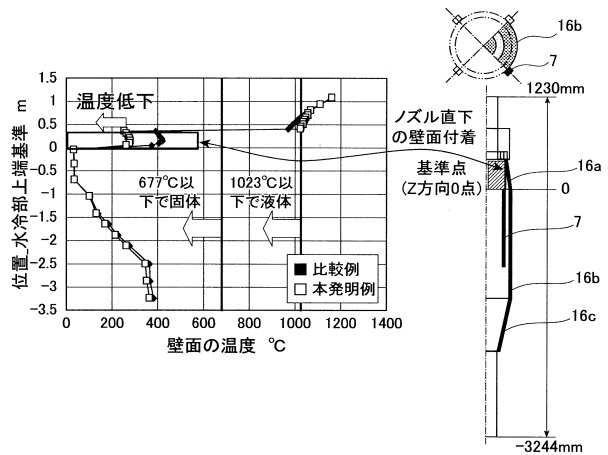
【図3】

名称	比較例	本発明例
目的	—	N ₂ ガスで被覆し、排ガスを壁面に接触させない
使用ガス	—	常温N ₂ ガス
形状		
予想されるFeCl ₂ 液相部位	晶析装置入り口直下	晶析装置入り口直下より低部(晶析装置中心側)



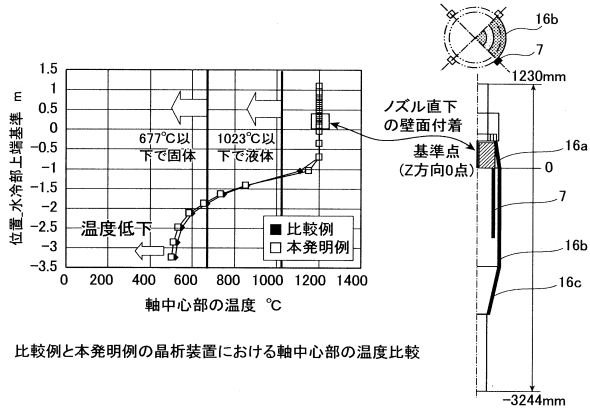
比較例と本発明例の晶析装置における晶析装置入り口比較

【図4】

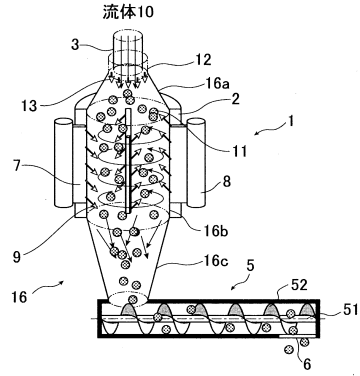


比較例と本発明例の晶析装置における壁面温度比較

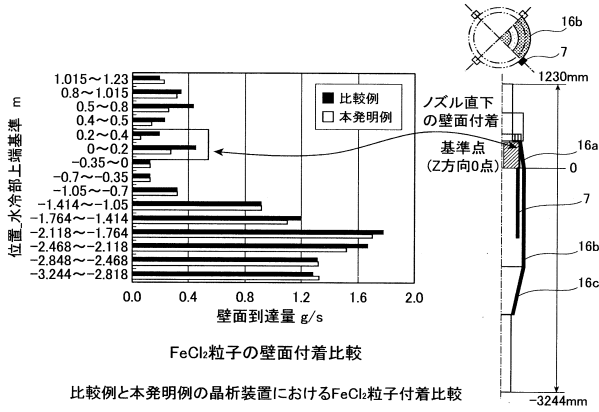
【図5】



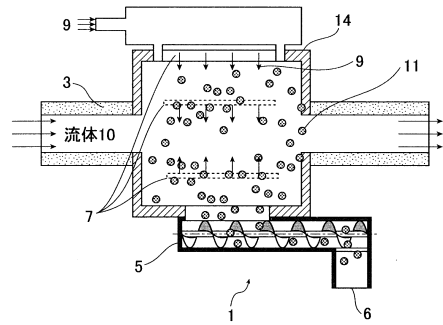
【図7】



【図6】



【図8】



フロントページの続き

- (72)発明者 土居 崇
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
- (72)発明者 田野口 一郎
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
- (72)発明者 富永 健一
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
- (72)発明者 古賀 泰成
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
- (72)発明者 藤戸 真二
東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内

審査官 中村 泰三

- (56)参考文献 特公昭45-000493(JP, B1)
特開昭48-022354(JP, A)
特開平04-108501(JP, A)
特公平02-012881(JP, B2)
国際公開第2007/129669(WO, A1)
特開平10-263307(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D 1/00-9/04

B01J 10/00-12/02、14/00-19/32