

定圧濾過に及ぼす重力沈降の影響

三分一政男*・中倉 英雄*・大佐々邦久*

The Effect of Gravity Settling on Constant Pressure Filtration

Masao SAMBUICHI, Hideo NAKAKURA and Kunihisa OHSASA

Abstract

To analyse the effect of particle settling on filtration, constant pressure filtration processes where the settling occurs simultaneously are examined through pyrex wall of bomb filter, and the rate equation of cake formation is derived analytically. Experimental results show favourable coincidence with the theoretical progresses numerically predicted by the rate equation and so-called modern filtration theory, on the basis of compression-permeability characteristics and gravity settling data obtained separately. It is emphasized that the average specific filtration resistance of cake under the settling condition should be derived on the basis of cake thickness, and if it is obtained from filtrate volume in the same manner as usual analysis for filtration process, its apparent value may be erroneously increasing.

1. 緒 言

濾過に供する懸濁液の濃度が小になり、懸濁粒子の重力沈降が無視しえなくなると、沈降粒子によるケーキ厚さの増大が見掛け上、比抵抗の増加として表れることが知られている。Straumann³⁾は、懸濁粒子の沈降作用により定圧濾過や遠心濾過過程が大きく影響を及ぼされることを指摘し、懸濁粒子の沈降速度の大小に基づいた無次元化濾過速度式を提出した。しかしながら、それらの式は、ケーキの圧縮性についての検討が成されておらず、また、濾過過程の推定においても濾過終了時間を実験的に定める必要があり、未だ検討すべき点が多いようである。

本報では、沈降を伴う定圧濾過について、ケーキの圧縮性を考慮したケーキ生成速度式を導き、さらに、沈降速度及び圧縮透過実験結果を用いていわゆる近代濾過理論⁹⁾に基づいて、濾過過程の推定計算が可能であることを示した。また、沈降性スラリーの定圧濾過実験を行い、推定計算した濾過過程と比較検討を行った。

2. 理 論

* 化学工学科

Fig. 1 に、濾液流れの方向が粒子の沈降方向と等しい場合の一次元定圧濾過の状態を概略する。濾過開始より $d\theta$ 時間後には、濾過器内は濾過と沈降によって生成したケーキ層と、スラリー層および上澄液層の

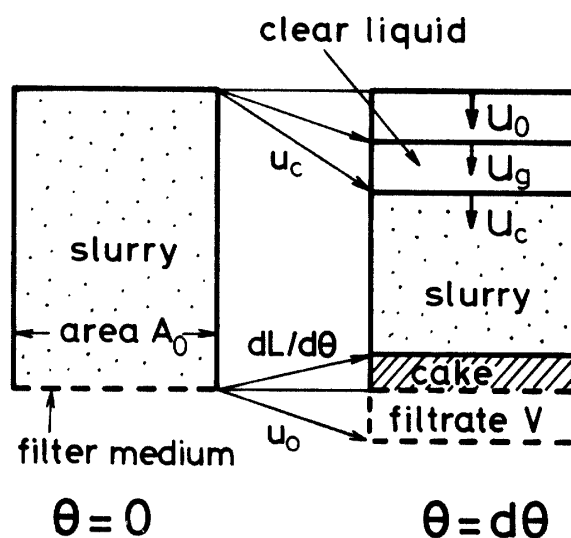


Fig. 1 Schematic diagram of cake formation caused by filtration and particle settling.

三層より成ると考えられる。今、濾過ケーキ上の懸濁液層の濃度は最初のスラリー濃度に等しく、一定と仮定すると、懸濁液中の粒子群の沈降速度 u_g もまた一

定となるので、滲過進行中の上澄液一懸濁液界面の沈降速度 u_c は次式

$$u_c = u_0 + u_g \tag{1}$$

で表せる。ここで、 u_0 は見掛けの滲液出口流速で、一次元滲過であるので滲過の進行に伴う上澄液表面の沈下速度に等しい。生成したケーキ固体層としては、流出した滲液量 V に相当する固体量 $\rho_{sl} \cdot s \cdot u_0 \cdot A_0 d\theta$ のみならず懸濁粒子の沈降による固体堆積量 $\rho_{sl} \cdot s \cdot u_g \cdot A_0 d\theta$ および dL 層間に存在していた懸濁液中の固体量 $\rho_{sl} s A_0 dL$ をも考慮しなければならない。従って、沈降を伴う定圧滲過の固体量収支をとると、次式

$$\rho_p (1 - \epsilon_{av.}) dL = \rho_{sl} \cdot s \cdot (u_0 + u_g) d\theta + \rho_{sl} \cdot s \cdot dL$$

が成立し、滲過進行中の任意の瞬間におけるケーキ生成速度式として次式

$$\frac{dL}{d\theta} = \frac{s \cdot \rho_{sl}}{\rho_p (1 - \epsilon_{av.}) - s \cdot \rho_{sl}} \cdot u_c \tag{2}$$

を得る。ここで、 s はスラリーの質量濃度、 ρ_{sl} はスラリーの見掛け密度、 ρ_p は粒子の真密度、 $\epsilon_{av.}$ はケーキの平均空隙率である。

定圧滲過における流動の基礎式は次式

$$u_\omega = \frac{1}{\mu \rho_p \alpha_\omega} \cdot \frac{\partial p_L}{\partial \omega} \tag{3}$$

で与えられている^{9,10)}。ここで、 ω は単位滲過面積当りの固形分体積で滲過ケーキ中の位置をも表すが、圧縮性滲過ケーキの場合には、滲過ケーキの圧縮によってそのケーキ内の位置が滲過の進行とともに移動する。従って、(3) 式中の u_ω は移動する粒子に対する滲液の相対見掛け流速である。滲過ケーキ全体について(3) 式を積分すれば、Ruth の滲過式

$$u_0 = \frac{p}{\mu \rho_p \alpha \omega_0} \tag{4}$$

を得る。ここで、 α はケーキの平均滲過比抵抗、 ω_0 は単位滲過面積当りの全固形分体積である。

一次元滲過における液圧 p_L と圧縮圧力 p_s の関係は、次式

$$p_L + p_s = p \tag{5}$$

が成立するものと考えられて解析が行われている⁹⁾。定圧滲過ケーキ中の滲液に関する連続の式

$$\frac{\partial u_\omega}{\partial \omega} = \frac{\partial e}{\partial \theta} \tag{6}$$

を解くと、圧縮性ケーキ内の滲液流速変化を表す式と

して次式

$$\frac{u_\omega}{u_0} = 1 - \frac{(e - e_{av.,\omega})(m-1)}{e_{av.,\omega}(1-ms)} \cdot s \cdot \frac{\omega}{\omega_0} \tag{7}$$

を得る¹⁰⁾。ここで、 e は空隙比と呼ばれ、 $e \equiv \epsilon / (1 - \epsilon)$ と定義される値である。 $e_{av.,\omega}$ は滲材表面から ω までの平均空隙比、 $e_{av.}$ はケーキ全体の平均空隙比、 m はケーキの湿乾質量比で、平均空隙比 $e_{av.}$ と $m = 1 + \rho \cdot e_{av.} / \rho_p$ の関係にある。

沈降実験結果と圧縮透過実験結果および(1)~(7)式を用い、定圧滲過理論に従って数値計算を行うと、滲過ケーキ内の滲過特性値の分布およびケーキ全体の滲過特性値を計算することができる。推定計算の手法を Fig. 2 に示し、以下にその手順の概略を簡単に説明する。まず滲過ケーキ内の液圧 p_L の分布 (PLA) を適当に、例えば直線と仮定すれば、圧縮透過実験結果からケーキ内の空隙率 ϵ と比抵抗 α_ω の分布が、また滲液流速変化式、(7) 式および流動の基礎式 (3)

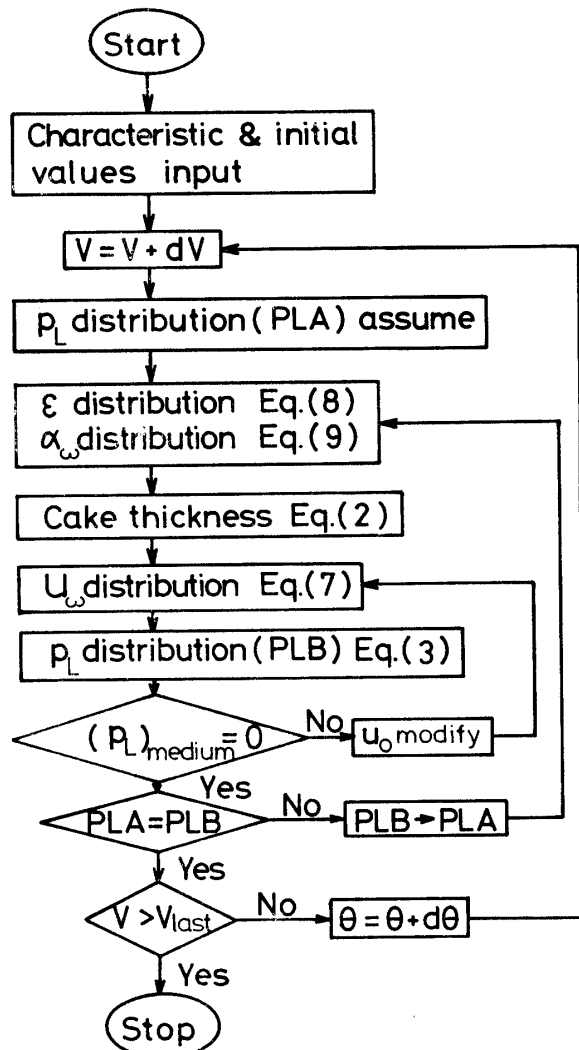


Fig. 2 Computational flow chart.

式からケーキ内の液圧分布が計算できる。滲材抵抗を含めて、滲液出口の液圧が零となるよう u_0 を修正すれば、この滲液流速に対する諸特性値の分布が定まる。得られた液圧分布 (PLB) は一般に最初仮定した分布 (PLA) とは異なるので、定められた精度内で両者が一致するまで計算を繰返すと、滲過期間のある任意の瞬間の滲過ケーキの状態と、それまでに得られる滲液量および滲過時間、従って全滲過過程が推算できる⁵⁾。

3. 圧縮透過実験と結果

圧縮透過実験は、内径約 0.07 m の黄銅製圧縮透過セルを用いて通常の方法^{4,11)} で行なった。また、 $s = 0.3 \sim 0.5$ の範囲における濃厚スラリーの沈降実験を行い、圧密理論に基づく解析⁸⁾ により低圧縮圧力域における圧縮・透過特性も測定した。

本報では、圧縮透過装置内の側壁摩擦^{7,11)} の測定も並行して行っており、摩擦係数 $k_0 f = 0.48$ 、付着力 $C = 22.6 \text{ kPa}$ を実験的に定めた。さらに、透過実験における透過水の圧力損失によるケーキ圧縮圧力の影^{7,12)} も考慮して、圧縮圧力 p_s の補正を行った。

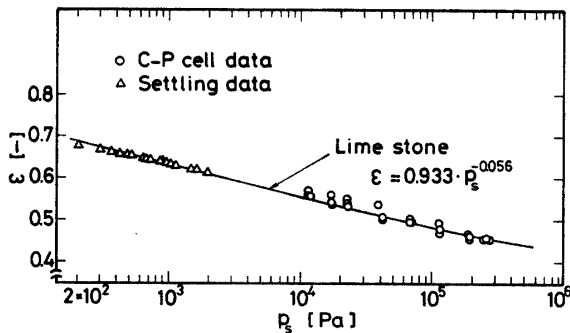


Fig. 3 Relation between porosity and compressive pressure.

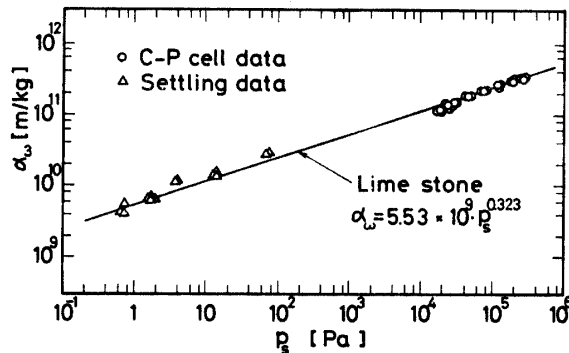


Fig. 4 Relation between specific resistance and compressive pressure.

本実験に用いた炭酸カルシウム-水スラリーの圧縮特性を Fig. 3 に、透過特性を Fig. 4 に示した。空隙率 ϵ と圧縮圧力 p_s の関係を表す実験式として次式

$$\begin{aligned} \epsilon &= 0.933 \cdot p_s^{-0.056}, & p_s > 39.2 \text{ Pa} \\ \epsilon &= 0.76, & p_s \leq 39.2 \text{ Pa} \end{aligned} \quad (8)$$

を、また比抵抗 α_w と圧縮圧力 p_s の関係を表す実験式として次式

$$\begin{aligned} \alpha_w &= 5.53 \times 10^9 \cdot p_s^{0.323}, & p_s > 39.2 \text{ Pa} \\ \alpha_w &= 1.81 \times 10^{10}, & p_s \leq 39.2 \text{ Pa} \end{aligned} \quad (9)$$

を得た。なお、空隙率に関する実験式と測定値の偏差は、ほぼ $\pm 3\%$ 以内、最大約 5% 、比抵抗に関してはほぼ $\pm 15\%$ 以内、最大約 30% 程度であった。

4. 回分沈降実験と結果

回分沈降実験には、内径 0.056 m と 0.080 m のアクリル製円筒を用いた。初期高さを 0.08~0.75 m、質量濃度 0.05~0.40 の範囲の炭酸カルシウム (真密度 2710 kg/m^3 、メディアン径 $4.2 \mu\text{m}$) -水系スラリーを使用して実験を行った。

質量濃度 s がほぼ 0.16 以下の希薄懸濁液 および 0.27 以上の濃厚懸濁液では、初高によらず一定の沈降速度を得たが、 $s = 0.16 \sim 0.27$ の中間濃度域スラ

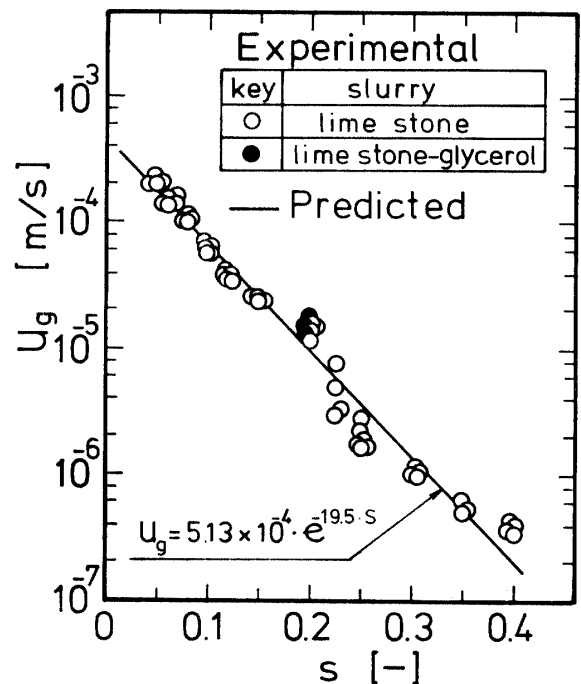


Fig. 5 Relation between settling velocity and slurry concentration (at 20°C).

リーでは初高による影響がみられた。しかし、初高 H_0 が 0.15 m 以下においては、沈降速度は H_0 に関係なくほぼ一定となる結果を得た⁶⁾。初高の影響を受けない場合の重力沈降速度 u_g をスラリー濃度 s に対して表すと、Fig. 5 となる。プロットは、片対数紙上でほぼ一本の直線上にあり、実験式として次式

$$u_g = 5.13 \times 10^{-4} \cdot e^{-19.5 \cdot s} \quad (10)$$

を得た。なお、 $s > 0.153$ の範囲に対しては $s = 0.153$ の懸濁液の沈降実験結果を用いて、Kynch の理論¹⁾ にならって界面沈降速度を推定した結果と上記実験式が一致した。この懸濁液の場合には希薄域の沈降実験結果を用いて高濃度域の沈降速度の推定が可能であると考えられる。沷過は一般に初高が小である場合を取扱うことが多く、推定計算を行う上で (10) 式の使用が可能である。

5. 定圧沷過実験と結果

定圧沷過実験には、Fig. 6 に示した沷過面積 $A_0 = 5.49 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ (内径 0.084 m , 高さ 0.09 m) のガラ

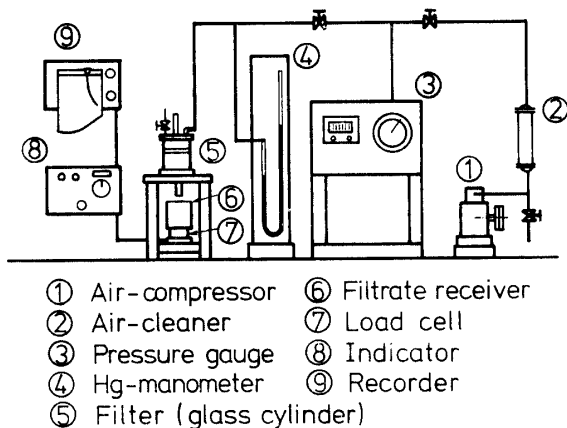


Fig. 6 Schematic diagram of experimental apparatus.

ス円筒沷過器を使用した。沷紙 (東洋沷紙 No. 5A) を敷いた沷過器に所定濃度に調整したスラリー約 450 ml を注入し、一定空気圧を作用させて、沷過開始後の沷液量 V と沷過時間 θ 、沷過進行中の沈降界面高さ H_s 、およびケーキ厚さ L を実測した。側壁が透明ガラス製の沷過器を使用したので、定圧沷過進行中の沈降界面、上澄液表面およびケーキ厚さの測定が可能であり、特にケーキ厚さの測定は、ケーキ生成速度式、(2) 式の妥当性を検討する上で重要である。

Fig. 7 は、沈降実験と同一のスラリーを沷過圧力 $p = 49.0 \text{ kPa}$ で定圧沷過した時の沷液量 V と沷過時

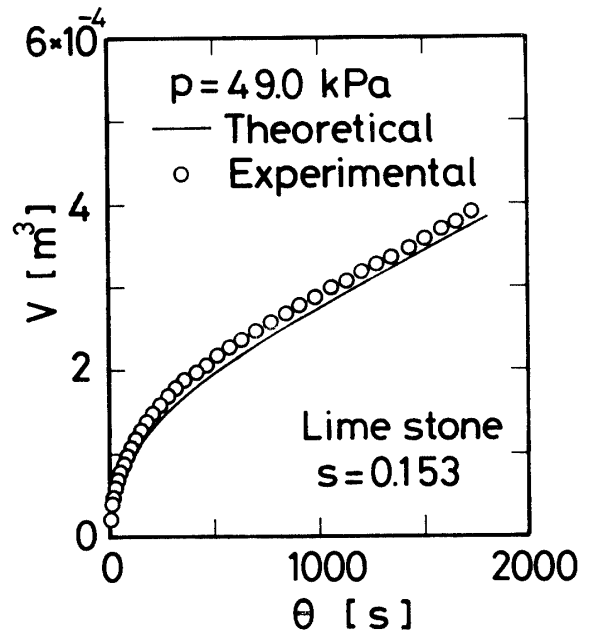


Fig. 7 Relation between volume of filtrate and filtration time ($A = 5.49 \times 10^{-3} \text{ m}^2$).

間 θ の実測値である。 V 対 θ の関係は、放物線状を示し、通常定圧沷過と同様の経過をたどる様にみえる。しかし、同じ結果を $d\theta/dv$ 対 v の関係、つまり Ruth プロットの形に表すと、Fig. 8 に見られるよう

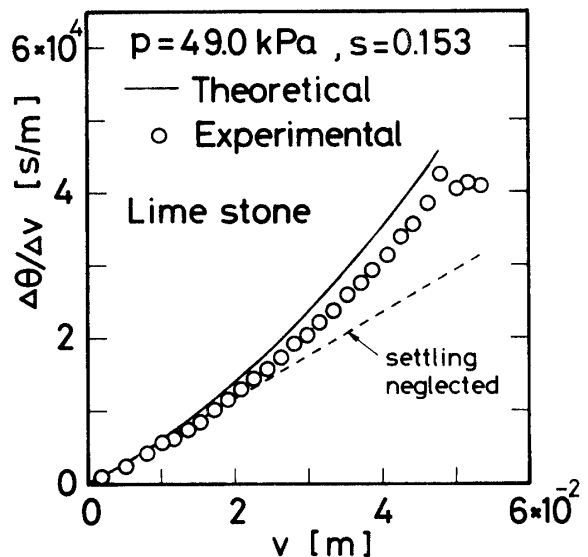


Fig. 8 Ruth's plot, $d\theta/dv$ vs. v ($p = 49.0 \text{ kPa}$).

に一般の定圧沷過の場合のような直線関係は得られず、見掛け上ケーキの比抵抗が次第に増大しているかのような下方に凸な曲線となる。Fig. 9 は、同じ実験について沷過器内の上澄液表面高さ H_1 、沈降界面高さ H_s 、ケーキ厚さ L の時間変化を実測した結果である。

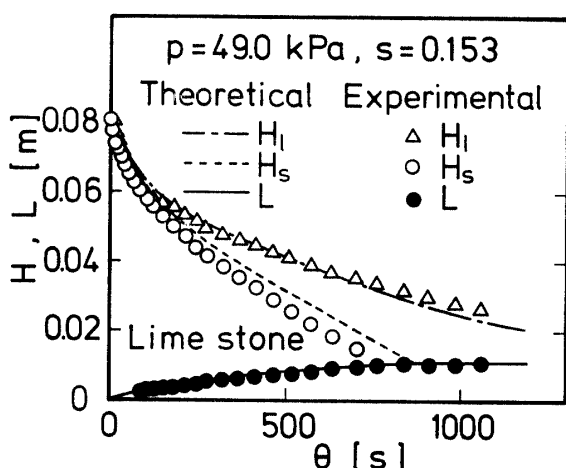


Fig. 9 Comparison of experimental and predicted heights of the surface of liquid (H_l), slurry (H_s) and cake (L) ($p=49.0$ kPa).

沈降開始と同時に上澄液表面高さ H_l は滲液の流出に対応して減少してゆくが、沈降界面の高さ H_s は粒子の沈降によって H_l より大なる速度で減少し、ケーキ厚さ L は滲過と沈降とによって成長する。約750秒経過 ($v=4.8 \times 10^{-2} \text{m}^2$) 後はスラリー中の固体は全てケーキ層となり、ケーキ層上部は清澄水だけとなって定圧透水が続いているものと考えられる。このことは Fig. 8, 9 の結果からも推測することができる。Fig. 10, 11 は、滲過圧力が $p=68.6 \text{kPa}$ の場合の実験結果で上述の場合と同様の実験結果となっていることがわかる。

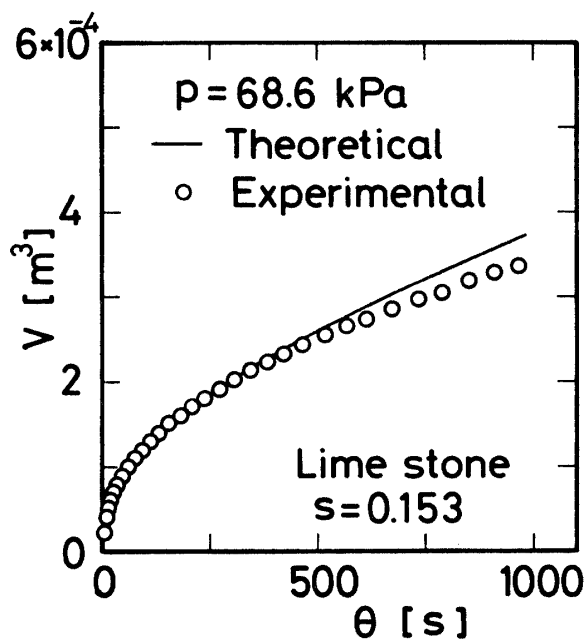


Fig. 10 Relation between volume of filtrate and filtration time ($A=5.49 \times 10^{-3} \text{m}^2$).

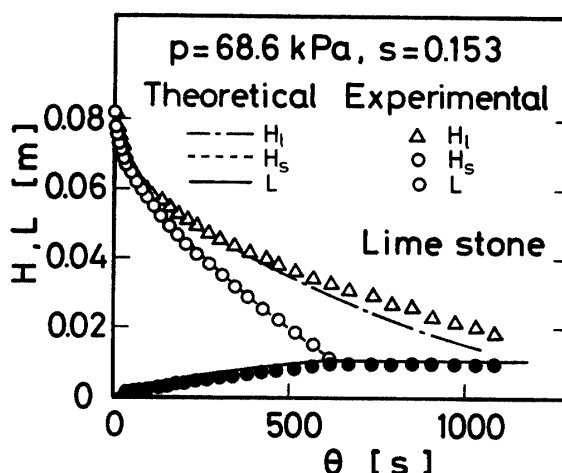


Fig. 11 Comparison of experimental and predicted heights of the surface of liquid (H_l), slurry (H_s) and cake (L) ($p=68.6$ kPa).

Fig. 7~11 の図中には、それぞれの実験について前述した理論推定計算を行った結果を実線または点線で示した。いずれの推定値も実測値と良く一致し、本報で述べた理論解析および推定計算法がほぼ妥当であると考えられる。

6. 平均滲過比抵抗

定圧滲過ケーキの平均比抵抗 α は、式 (4) によって定義されているが、実際の計算は固体体積量 ω_0 にかわって実測の容易な変数である滲液量 v に基づいて行われるのが普通である。固体体積量 ω_0 と滲液量 v とはスラリーの物質収支から次式

$$\omega_0 = \frac{\rho_s}{\rho_p(1-ms)} \cdot v \quad (11)$$

によって関係づけられるが、懸濁固体粒子の沈降を伴う滲過の場合には、上式を用いて滲液量から計算される固体量以上の固体が滲過ケーキ層を形成することになるので、その結果として滲過ケーキの平均比抵抗 α が見掛け上増大するかのよう観察される。しかしながら、固体体積量 ω_0 はまた、ケーキ厚さ L と次式

$$\omega_0 = (1 - \epsilon_{av}) \cdot L = \frac{\rho_s}{\rho_p(1-ms)} \cdot v^* \quad (12)$$

のようにも関係づけられるので、ケーキ厚さ L を用いると沈降の影響をも考慮した真の平均比抵抗が求められるはずである。

Fig. 7~9 に示した実験について、滲液量 v から計算した見掛けの平均比抵抗とケーキ厚さ L から計算した真の平均比抵抗とを (11) 式の v および (12)

式の v^* に対して Fig. 12 に示した。図からも明らかのように、固体粒子の沈降を伴う場合でも濾過ケー

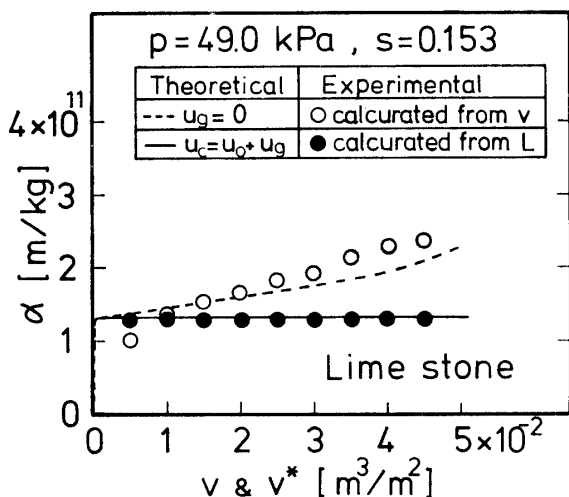


Fig. 12 Comparison of apparent and true values of average filtration resistance of cake.

クの特徴値としての正しい平均比抵抗を求めることができ、また濾過の経過にかかわらず一定値となることがわかる。平均比抵抗は、濾過ケーキの基本的な特徴値であるから、濾過実験結果から正しく求められなければならないし、またこの値が既知であれば沈降が無視しえないような条件下での濾過過程でも本報で述べた理論を応用してそれを正しく推算することが可能である。

7. 結 言

1) 懸濁固体粒子が濾過時間中に沈降するような濃度範囲のスラリーの定圧濾過実験を行った。一般的な定圧濾過の解析法に従って求めた濾過ケーキの平均比抵抗は、濾過の進行に伴って見掛け上増大するかのごとく観察された。しかしながら、生成ケーキ厚さを実測し、それに基づいて計算した平均比抵抗は定圧濾過期間中一定値を示し、この

様な場合にも濾過ケーキの特徴値は一定と考えて解析し得ることが明らかとなった。

- 2) 固体粒子の沈降を考慮に入れた濾過ケーキの生成速度式 (2) 式を導き、スラリーの界面沈降速度測定結果および圧縮透過実験結果を用いて理論的に推算した濾過過程は、実測結果とほぼ良い一致を示し、本報の理論と計算法の妥当性が確められた。
- 3) 粒子の沈降が無視しえないような濾過の場合でも、スラリーの沈降特性および濾過ケーキの平均比抵抗が既知であれば、本報の理論と計算法に従って濾過過程を理論的に推定計算することが可能であり、濾過器の選定や濾過プロセスの設計に有益であると考えられる。

参 考 文 献

- 1) Kynch, G.J.: Trans. Faraday Soc., **48**, 166 (1952)
- 2) Michaels, A.S. and J.C. Bolger: Ind. Eng. Chem., Fundamentals, **1**, 24 (1962)
- 3) R. Straumann: Chem. Ing. Tech., **35**, 715 (1963)
- 4) Sambuichi, M., K. Otsuki, Y. Fujio and S. Ueda: J. Ferm. Techn., **49**, 880 (1971)
- 5) Sambuichi, M., H. Nakakura, K. Kurihara and K. Ohsasa: Preprints of Ube Meeting of The Soc. of Chem. Engrs., Japan, A-12, Ube (1978)
- 6) Sambuichi, M., H. Nakakura, T. Yoshiya and K. Ohsasa: Preprints of The 44 the Annual Meeting of The Soc. of Chem. Engrs., Japan, B-105, Tokyo (1979)
- 7) Sambuichi, M.T. Yoshiya, H. Nakakura and K. Ohsasa: Preprints of Kitakyusyu Meeting of The Soc. of Chem. Engrs., Japan, B-09, Kitakyusyu (1981)
- 8) Shirato, M., H. Kato, K. Kobayashi and H. Sakazaki: J. Chem. Eng. Japan, **3**, 98 (1970)
- 9) Shirato, M., M. Sambuichi, H. Kato and T. Aragaki: AIChE Journal, **15**, 405 (1969)
- 10) Shirato, M., T. Aragaki and E. Iritani: J. Chem. Eng. Japan, **13**, 61 (1980)
- 11) Shirato, M., T. Aragaki et al.: J. Chem. Eng. Japan, **1**, 86 (1968); **4**, 172 (1971)
- 12) Tiller, F.M., S. Haynes and W. Lu: AIChE Journal, **18**, 13 (1972)

(昭和57年4月20日 受理)