

木材糖化工程の工業化に関する研究 (第2報) 濾過装置に関する試験結果

東京工業大学

葛岡 常雄

1. 濾過装置の設計

この小型パイロットプラント (15kg/Day S.D. 処理) に於いて要求される濾過能力は, $3.6\text{cm}^3/\text{cm}^2\text{hr}$ で, 濾過圧力を $3\text{kg}/\text{cm}^2$ として濾過量は, $321\text{cake cm}^3/\text{hr}$ 即ち $5,470\text{cm}^3/\text{hr}$ であり, 必要濾過面積は, $1,520\text{cm}^2$ となる。従って, Fig. 2 1 及び Fig. 2 2 に

Fig. 2 1 Filter Press

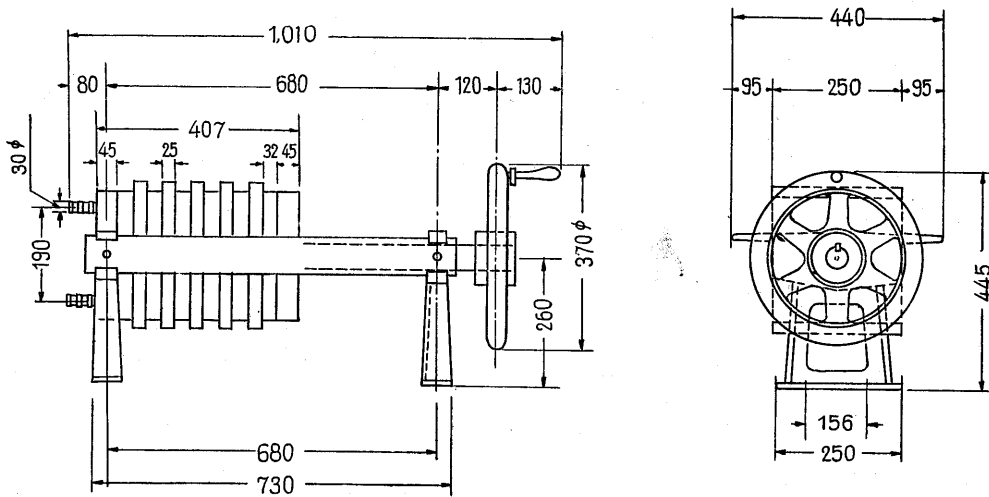
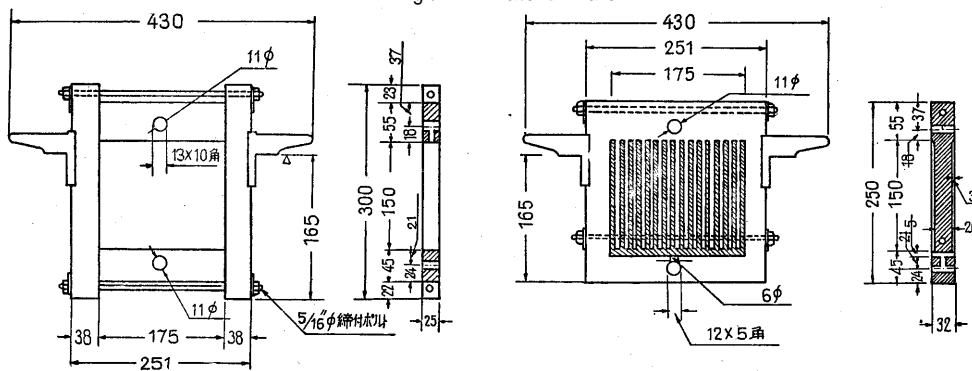


Fig. 2 2 Plate & Frame



示す様な木製プレート・フレームのフィルタープレスを設計した。このフィルタープレスでは、フレームは(1.65×1.75×2.5cm)で濾過面積は、288.75cm²となり、上記濾過量を処理するには5面必要である。

構成材料は、溶液の直接接する部分のプレート及びフレームは桜材にて製作し、他の部分は鋳鉄製であり、液注入口は径が11mmである。

2. 濾布用繊維材料の耐蝕試験

濾布としては、綿布・羊毛が一般的に使用されているが、近来は種々優秀な合成繊維が濾布として多方面に普及されつつある。当プロセスに於いては、高温且つ腐蝕性の強い硫酸、酢酸を含む糖液を濾過するので、この条件に合した耐熱、耐酸性の濾材が選択されねばならない。

今工業用濾布となり得る繊維全般にわたり、調べると、攻に挙げる材料が使用可能と思われる。

ガラス繊維・サラン・ポリエチレン・アクリル繊維・ホリエステル繊維・ビニル繊維・蛋白繊維等である。全繊維分類表より、これら繊維の位置を見ると Table 2 1 の如くである。

Table 2 1 繊維分類表

分類		繊維名	国産化	評価	備考			
各種繊維類	天然繊維	植物性	木綿	されている	否			
		動物性	羊毛	〃	小			
		鉱物性	石棉	〃	一			
	人造繊維	無機質繊維	ガラス繊維		〃	完		
			ビスコース・レーヨン		〃	否		
			銅アンモニア・レーヨン		〃	否		
		再生繊維	蛋白質繊維		されていない	小	戦前一時生産した 米国 Azolon	
			醋酸人絹		されている	小		
			合成繊維	縮合によるもの	ポリアミド系	ナイロン (アミラン)	されている	小
		ポリエステル系			テリレン	されていない	良	Dupont Co. にて Fiver Vとして発売
		ポリウレタン系			パーロンU	されていない	良	ドイツ I. G. Co. にて Perlon U, Igamid U
		重合によるもの		ビニル重合体	ビニオン ビニロン	されている	小	American Viscose Co., C. C. C. C. 社 日本では鐘紡 呉羽・倉敷 etc.
ビニリデン重合体	サラン (ペロン)			されている	良	日本で呉羽・旭化成等 クレハロンとして発売		
アクリル重合体	オーロン ビニオン			計画中	完	Dupont Co., C. C. C. C. 社にて生産 1.25 \$/lb Dynel 商品名		

次にその耐熱・耐酸の程度を文献より調べると、Table 2 2 の如くである(高分子学会編「工業用繊維その現況と将来」)。

Table 2 2

系 統	織 維 名	熱で溶ける温度 (空中軟化点), (溶融点)	酸 に 耐えるか	濾布として 用いられるか
天 然 織 維	羊 毛 綿 花 絹	—, —	強	一般濾布 一般濾布 一般濾布
		—, —	弱	
		—, —	強	
再 生 織 維 素 系 化 学 織 維	ビ ス コ ー ス ペ ン ベ ル グ ア セ テ ー ト	—, —	弱	食品用濾布等
		180°C, —	稍強	
ポ リ ア マ イ ド 系 合 成 織 維	東 洋 レ ヨ ン ナ イ ロ ン Dupont の ナ イ ロ ン	200°C, 212°C 250°C, —	稍強 稍強	化繊工業用等
ポ リ ビ ニ ー ル 系 合 成 織 維	ビ ニ ロ ン オ ー ロ ン	200°C, 200°C 235°C, —	強 強強	} 化学薬品用等
ポ リ ビ ニ リ デ ン 系 合 成 織 維	サ ラ ン	140~160°C, —	強強	

更にサランの化学薬品に対する抵抗性を見れば Table 2 3の如くである

以上の Table を参考として、最も有力なのは、塩化ビニリデン重合体のサラン及びビニロン、オーロン、ビニヨン N 等であるが、現在国産化せられているのは、サラン及びビニロンであり、これらについて実際糖化液及び硫酸を用いて実験した。

2.1 実験試料

実験試料として入手出来たのは、次の 6種の繊維である。

- | | | |
|---------|----------|-------|
| a. 天然繊維 | 動物性 | 羊毛・絹 |
| | 植物性 | 木綿 |
| b. 合成繊維 | ポリアミド系 | ナイロン |
| | ビニル重合体 | ビニロン |
| | ビニリデン重合体 | クレハロン |

2.2 実験方法

試験布は 3×3 cm 位の正方形に切り 10% H_2SO_4 の沸騰液及び実際の糖化液に、4~5 hr 浸漬し、所定時間後に水洗して手で引張り、その強度の程度を調べた。試験片の切り口は合成繊維の場合は、パーナーの焰にて周回を、膠化して織目のほぐれを防止して実験に供した。

2.3 実験結果

実験結果は、Table 2 4 に示す。

クレハロンは、化学成分が塩化ビニリデン重合体で呉羽紡績の製品である。上の結果より、国産化せられている繊維の中では、最も耐酸性が強いがただやや熱に弱く、m.p. 140 ° ~ 160

Table 2 3

化学薬品名	耐蝕性
98% H_2SO_4	良好
60% H_2SO_4	優秀
35% H_2SO_4	優秀
30% H_2SO_4	優秀
10% H_2SO_4	優秀
10% HCl	優秀
10% CH_3COOH	優秀

Table 2 4 耐 蝕 試 験 結 果

繊維名	使用液	温度及び時間	観 察 事 項	評価
羊 毛	10% H_2SO_4	100°C, 4 hr	使用布はフェルトで 3 hr で藻状に崩壊す	否
絹	10% H_2SO_4	100°C, 4 hr	薄地の布で 2 hr にて縦に筋切れす	否
木 綿	10% H_2SO_4	100°C, 4 hr	形状のみ残るがガラス棒にて押し崩壊す	否
ナイロン 501 101 9A 201	10% H_2SO_4	100°C, 4 hr	形状、色共に変化なかつたが引張りにより、織目がほぐれ、強く引張る事により崩壊す	否
バツククロス				
ビニロン	10% H_2SO_4	100°C, 4 hr	膠化して、丸まり 3 hr にて溶解す	否
クレハロン 115号 9A 302号	10% H_2SO_4	100°C, 4 hr	いずれも、健全で水洗により強度は一層増し、変化なし	可
クレハロン 115号 9A 302号	実際糖化液	100°C, 5 hr 常温 20 hr	上記同様、全く変化なく使用可能	可

近くで高温にて軟化収縮して強度が減ずる。本実験の、100 にては、殆んど変化がない様であり、又水洗により、強度は完全に回復せられる模様で、且つ表面が滑らかで附着した濾過残渣も剥離が容易と思われる。それに対して、ガラス繊維も耐熱・耐酸の点では優れているが、織目がほぐれたり、よりがとけ易い等の欠点がある。この点クレハロンはこれらの欠点はなく、更に都合の良い事に切断口（切り口）は熱処理で、膠化し、かかる必要も全くない。

本プロセスに於いてクレハロンは、濾過操作の工夫によって十分に使用し得ると思う。

現在発売せられている 4種のクレハロンの特徴は、115 号は、厚地で、圧力の加わる濾布として優秀な成績を有し、9A は、薄地で余り圧のかからぬ自然濾過に適している。302号は、300 mesh 近くの微粒子迄濾過し得る厚地の布である。

302号は本実験用として最も良いと考えられる。

それぞれの布を Fig. 2 3 ~ Fig. 2 5 に、表裏両面を示す。

Fig. 2 3 a クレハロン 9A 表

Fig. 2 3 b クレハロン 9A 裏

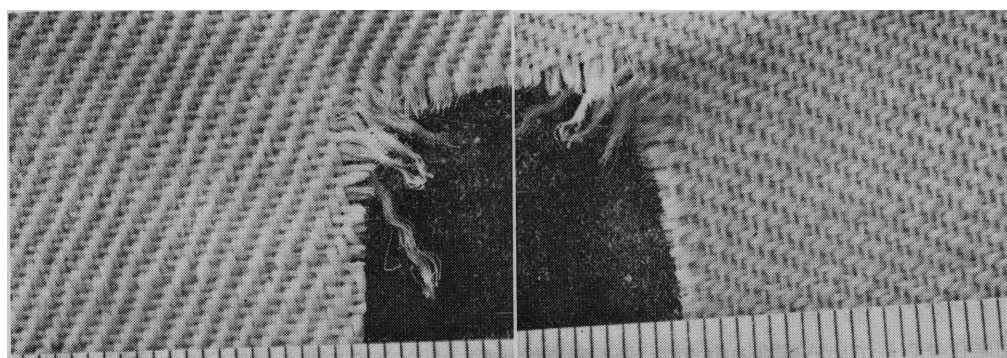


Fig. 2 4 a クレハロン 115 表

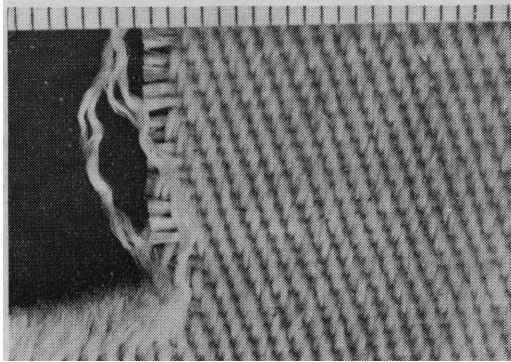


Fig. 2 4 b クレハロン 115 裏

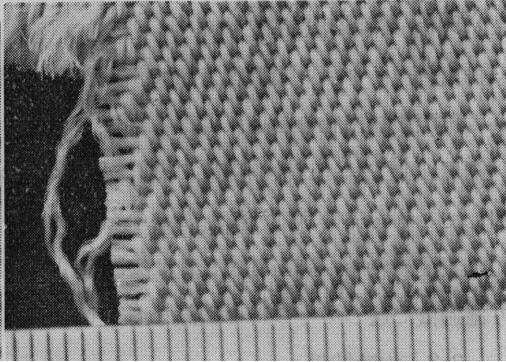


Fig. 2 5 a クレハロン 302 表

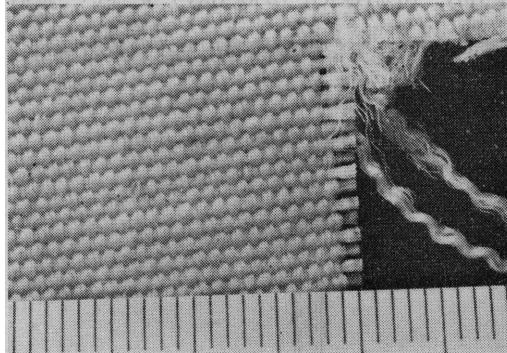
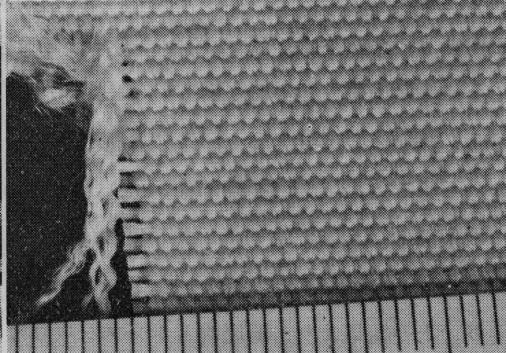


Fig. 2 5 b クレハロン 302 裏



最後に参考迄にクレハロン各布の昭和 29年 3月現在の市販価格を示すと、

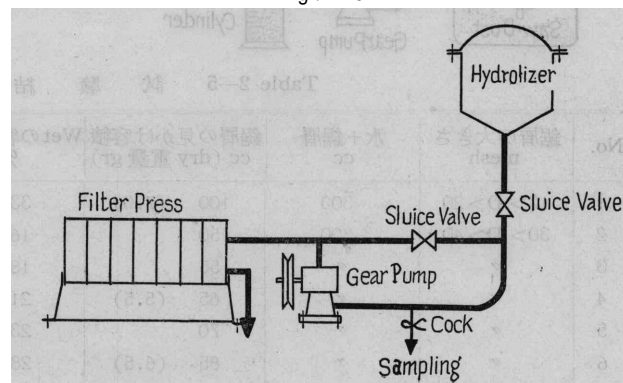
クレハロン 115号 36 巾	1ヤール 1500円
302号 36 巾	1ヤール 1500円
9 A 36 巾	1ヤール 1150円

である。

3. フィルタープレスによる濾過及び、糖化液（酸性泥漿）輸送に就いて

糖化終了後、糖化液は、加水分解槽の底部スレース弁より排出され、径違いソケットを通じて内径 10 mmの銅パイプを通り、小型ギヤーポンプにより、フィルタープレスに送られ濾過せられる。ここに清澄な糖化液を得る。概略図を示すと、Fig. 2 6 の如くで、各パイプの連結は、高圧用ゴム管にて接続せ

Fig. 2 6



られ Filter press の液量を，調節する為には仕切弁により還流せしめる（Bypass）。

3.1 実験方法

排出物（リグニン固形物）の代りに鋸屑を，硫酸の代りに水を用い，予備実験を行い，つづいて実際の排出物を用いて同様の実験をした。

鋸屑としては，比較的粗粒の $12 > D > 20$ mesh と，細粒の $30 > D > 40$ mesh の 2種を使用してこれを充分水に浸漬したものをを用いた。

上記浸漬物を，適当量（これは実験結果の際，詳細に示す。）の水と混合して加水分解槽より濾過機に送ってその時の状態を考察した。以下結果及実験を順を追って示す。

3.2 実験結果

a. 試料は，計画されたプロセス（鋸屑 15kg/day，10% H_2SO_4 12kg/day）に従い，鋸屑と水を1：8及び1：16の割合に調合して輸送せしめた。その結果，プロセスの各所に詰って全く輸送出来なかった。

- 1) 径違いの部分。2) パルプ型の部分。
- 3) パイプとポンプの接続部分。4) By pass の T型部分。5) ギヤーポンプの歯に角棒状に充満等。

b. 上の結果より，濾過機とポンプを取りはずして，ポンプのみの能力試験を行う事とした。

実験方法は，Fig. 2 7の如くきわめて簡単

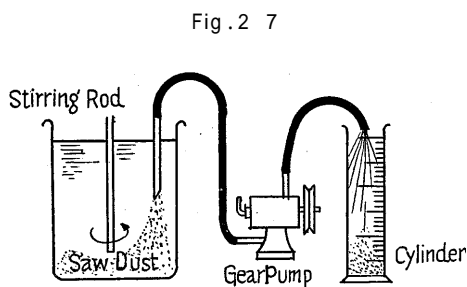


Fig. 2 7

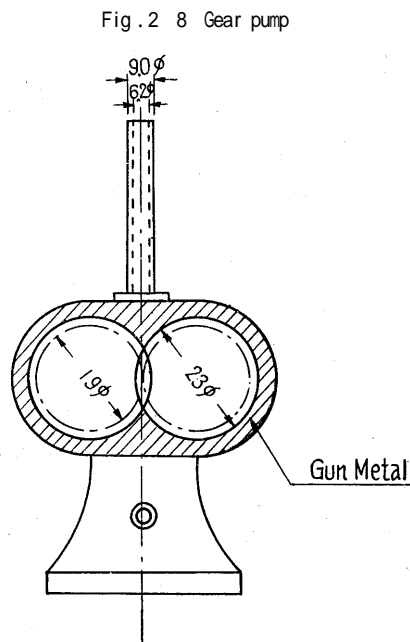


Fig. 2 8 Gear pump

Table 2 5 試 験 結 果

No.	鋸屑の大きさ mesh	水+鋸屑 cc	鋸屑の見かけ容積 cc (dry 重量 gr)	Wetの容積割合 %	dryの重量割合 %	備 考
1	12 > D > 20	300	100 (7.0)	33.3	2.33	{ 入口と出口を 逆にして行う
2	30 > D > 40	300	50	16.6	—	
3	"	"	55	18.3	—	
4	"	"	65 (5.5)	21.6	1.83	
5	"	"	70	23.3	—	
6	"	"	85 (6.5)	28.3	2.16	
7	"	"	100 (7.0)	33.3	2.33	

に配置し、鋸屑と水の混合割合を種々と変えて輸送の具合を考察した。その結果は、Table 2 5 に示す。試験ポンプは、Fig. 2 8 に示す。

Table 2 5 の結果は、いずれもギヤーポンプにて輸送出来た割合で、No. 6 (300cc中 85cc wet) の割合が使用の限界と見られる。

c. フィルタープレスに連結しての試験結果は、Fig. 2 9 の如くに配置し、水 3000 cc に鋸屑 85 cc wet を混合し、木綿濾布を用いて濾過せしめた。濾過は順調に行われた。

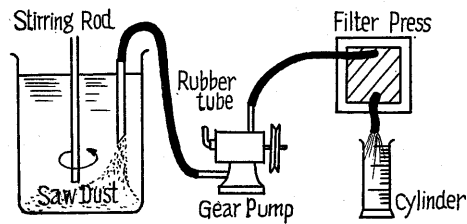


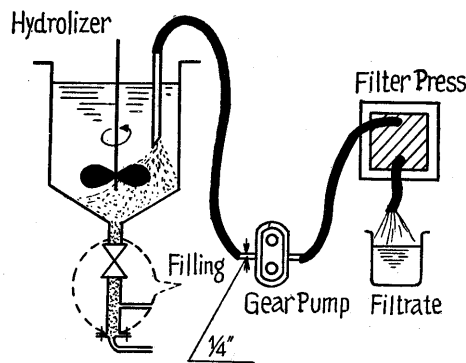
Fig. 2 9

d. ギヤーポンプを、吸込口 1/4" のものに取り換えて行った。試験結果

槽の下部より排出せしめると、Fig. 2 10 の如くに経違いの部分に、固形物が充満して輸送出来ない為に上部より抜き出す方法を用い、ギヤーポンプで吸引してフィルタープレスに輸送せしめた。

Fig. 2 10

混合液として、水 1600gr に鋸屑 100gr を含む液を作り、これで試験した処大体濾過する事が出来た。次に実際の糖化取出物を用いて行った所、予備実験の鋸屑とは全く異った種々の問題が生じた。即ち粒子が細かくて濾布の目に入り、濾過を困難にせしめ、且つ沈降速度が早い為に、攪拌を充分に行わぬと液の濃度が不均一となって輸送を一層困難にせしめ、全く輸送出来ない

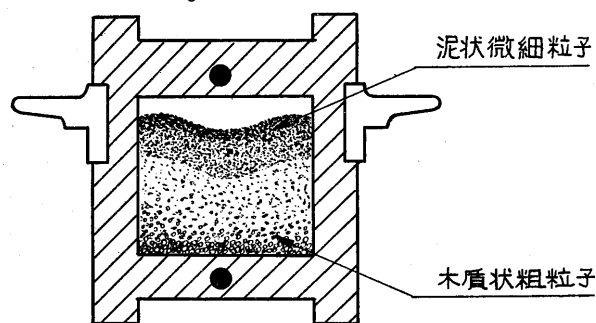


事がしばしば生じた。濾過残渣

(Cake) の附着状態を、参考の為にスケッチしたのが、Fig. 2

11 であり、上部は泥部の微細粒子で下部はやや粒子の大きい茶褐色木質状のものが層となって堆積していた。

Fig. 2 11 Cake 附着状態スケッチ



3.3 結論及び考察

上記 a. b. c. d. の実験結果より、プロセスの配管装置に就いて考えられる点は、

1) 泥漿物の濃度は、加水分解槽での反応時間及び硫酸回収等利用の点から、硫酸濃度をこ

れ以上稀釈する事は出来ないので、内径 10 mm の銅パイプは、泥漿物濃度から考えても細すぎるので十分に太くする必要がある。

2) 配管の L, T の彎曲部分は、出来るだけ滑らかにすべきである。

3) 流路の拡大, 縮少は、なるべく少くするか、又は全く作らない事。

4) 接続部分に、ゴム管を用いたが、これは硬質のものは、熱に脆くて且つ軟質のものは、ポンプの吸引の為に凹み、固形物充填の原因となる。

5) 加水分解槽の下部よりの排出は、固形物の沈降が早い為バルブを開くと共に、既に沈降していた固形物のみが、底部排出口に入り、ギアポンプに充満し輸送は全く出来なくなる。従って排出は上部より行うべきで、その際泥漿物の濃度を均一に保つ為に攪拌は充分に行う必要がある。

6) 固形物の粒子がきわめて細い為にすぐに濾布の目に詰り、目詰りを生じ易いので、濾過助剤を加える事が考えられる。

7) ギアポンプは、濃度に鋭敏で少しでも、濃度が濃くなると、歯に詰る傾向がある。遠心式ポンプ（羽根数は少く）の方がよいかも知れない、しかしギアポンプほどの圧力が上らぬ為この点更に検討すべきである。

8) 木製濾過機は、継目を完全にしておかぬと圧力により洩り易いのでこの点注意が必要である。

9) 濾過出来た清澄液は全く細粒を含まず、透明である。

以上が実験を行った際に、気付いた点である。