蒸気を援用した新規微粒子分離・分級技術の開発

Development of Novel Technique for Separation, Classification and Surface Modification of Particles using Dry-Cyclone with Mist.

12112

研究代表者 広島大学大学院工学研究院物質化学工学部門 助教 山 本 徹 也 Tetsuya Yamamoto
共同研究者 広島大学大学院工学研究院物質化学工学部門 教授 吉 田 英 人 Hideto Yoshida

The purpose of the present study was development of novel technique for separation, classification and surface modification of particles dispersed in the dry system using dry-cyclone with mist. It was clear that classification performance was improved using a cyclone with water mist supplied from a upper part of dust box and a cut size was able to be controlled changing the flow rate of the entrainment gas. The ratio of the mass of the powders collected by the upper part of the cyclone to the mass of the total feeding powder was enhanced because of the attractive force, which was attributed to the static electricity that appeared between the silica particle and the wall of the cyclone under the condition of the existence of water mist. However, this type of attractive force was expected to be weaker between silica particles with a small contact area within the cyclone thereby maintaining the dispersion stability of the particles. Hence, the classification performance of the cyclone was enhanced during the supply of the water mist. As similarly, this method using mist was applicable to the classification of particles by Louver type classifier. Mist generated from dry ice and hot water was supplied to the separator from the bottom of the classifier to make the cut size smaller. About surface modification of particles using dry-cyclone and mist of silane coupling agent solution, it was effective that the entire of the surface of the particles was modified in the smaller time dry-system from the measurement of the contact angle and the surface tension.

研究目的

最近の研究で、乾式サイクロンの捕集箱に揮発性の高い有機溶媒アセトンを仕込むだけで微粒子の分離径を制御できることが分かっている。これはサイクロン内に捕集箱から蒸発した蒸気によりサイクロン上部での粒子捕集率が向上したことに起因する。これらの減少の理由に関しては現在微粒子表面間の相互作用測定を通して検討中であるが、蒸気存在下ではサイクロン内に浮遊している粒子と壁面間に大きな静電的引力

が作用することが一因であると推察している。これまでのサイクロンの分離径制御は運転・操作条件や機械的操作によるものが主流であり、本研究課題では粒子-壁面間の相互作用に着目する、すなわち微粒子表面の科学の観点から新規微粒子分離径制御技術を模索することに焦点を当てた。

研究成果の概要

【緒言】これまで微粒子の分離・分級操作には、サ

イクロン、遠心分離機やルーバ分級機などが利用され、分離・分級性能の向上を図るため多種多様な機械的操作条件が検討されてきた。最近では、サイクロン捕集箱にアセトン液を供給するあるいは捕集箱上部からアセトンミストを供給することにより分離径の制御が可能であることが分かってきた。これはアセトンミスト存在下で微粒子と装置壁面に静電的引力が発生するという実験事実起因していると推察している。しかしアセトンは引火性物質であるので、実際の現場でアセトンを使用することは必ずしも良策であるとは言い難い。そこで本研究ではサイクロンやルーバ分級機に水ミストやドライアイスミストを供給し、これらの分級機での分離・分級性能に与える影響について調べた。

【実験方法】水を超音波振動子を設置したサイクロン捕集箱に供給し、ミストを発生させシリカ粒子の分離径の制御する方法とネブライザーで発生させた水ミストを同伴ガスを介してサイクロンに供給して分離径の制御を行う方法の二種類を実験的に検討した。ここでは特にネブライザーを用いたサイクロンの実験装置図をFig. 1に示す。実験に用いた試料粉体は中位径が $2\mu\text{m}$ のシリカ粒子である。分級実験に関して、乾式サイクロンの操作条件については、総流量 $Q_t = 40\text{ L/min}$ の条件下で操作し、捕集箱上部からネブライザー(OMRON, NE-U17)により発生させた水ミスト(公称サイズ $1\sim 8\mu\text{m}$)を空気同伴ガスに混合させて流量 q でサイクロン内部へ接線的に供給した。なお本実

験では水ミストが分級及び分離・分級性能に与える影響をより顕著にするために、総流量をサイクロン通常運転時の $1/3$ 程度にして運転を行い、粒子のサイクロン装置内での滞留時間の増加を図った。実験に用いたサイクロンの寸法について、従来法に従ってサイクロン上部から水ミストを同伴空気と混合させて供給すると、水ミスト供給孔が原料粉で閉塞される不具合が生じた。よって、水ミストを捕集箱上部から供給している。サイクロンによって分級された微粉と粗粉の質量を計測し、それぞれの粒度分布をレーザ回折/散乱式粒度分布測定装置(HORIBA, LA-950)により測定し、式(1)で定義する部分分離効率 $\Delta\eta$ を縦軸に粒子径 D_p を横軸に取り、部分分離効率曲線を描き、水ミストが乾式サイクロンの分離・分級・捕集性能に与える影響について評価した。

$$\Delta\eta = \frac{m_c f_c \Delta D_p}{m_c f_c \Delta D_p + m_f f_f \Delta D_p} \quad (1)$$

式(1)において、 m_c , m_f は、それぞれ粗粉及び微粉の質量を、 $f_c(D_p)$, $f_f(D_p)$ は粗粉及び微粉の体積基準頻度分布関数を表す。

また同様の実験をルーバ分級装置を用いて行った。試料粉体には質量基準で中位径 $22.6\mu\text{m}$ のフライアッシュを使用し粉体供給時間を10min、入口速度を 0.75m/s とし、リングノズル型分散器に試料粉体をスクリュウフィーダーによって 1 g/min で定量供給し十分分散させた後、ルーバ分級機によって分級を行った。

Fig. 1 Experimental system of dry cyclone with water mist, the details of the cyclone and experimental conditions.

なおルーバ分級機内で捕集した粒子を粗粉，フィルター上で捕集した粒子を微粉とした。ルーバ分級実験装置図をFig. 2に示す。ミストの供給については，ドライアイス熱湯に浸けて発生させ，装置内へ供給した。

【結果と考察】Fig. 3にはサイクロン装置内に同伴ガス流量 $q = 3 \text{ L/min}$ の条件下で供給した水ミストが分級性能に及ぼす影響を示した図である。縦軸に部分分離効率曲線状で $\Delta \eta = 0.5$ を示すときの粒子径 D_{p50} (50%分離径)を取っている。この図からは，当初の予想に反して水ミストを供給することで分離径が大き

くなっていることが分かる。この原因について，サイクロン運転終了後のサイクロン内部の粒子付着状況を各パーツに分解して水ミストの供給有り無しで比較検討を行った。サイクロン内部の粒子付着状況の写真をFig. 4に示す。ミストを供給した条件では，予め水を赤色インクで着色し，サイクロン内の着色した微粒子を確認することでミストとの接触の有無を綿密に調査した。その結果，ミストはサイクロンのテーパー部から中心出口管とフィルター上に分布していることが分かり，大部分のミストはフィルター部で回収されてい

Fig. 2 Experimental system of louver type classifier with CO_2 mist and experimental conditions.

Fig. 3 Effect of water mist on 50% cut size by cyclone.

ることが明らかになった。特にテーパー部の付着状況については、ミストを0.75g/min供給することで強固に微粒子が付着している様子が分かった。このためにサイクロンテーパー部において部分的な閉塞が生じ、そのきっかけ分離径が大きくなったものと推察される。以上より、サイクロンに供給するミスト量について、分離径を小さくするには0.4g/min以下が最適であると予想されるので、0.2g/minでミストをサイクロンに供給した時の部分分離効率曲線について調査した。その結果をFig. 5に示した。サイクロンへ水ミストを供給

しない場合については、捕集箱上部から同伴ガスである空気のみを供給した条件と通常運転の場合を比較すると、空気を供給することで僅かながら分級性能の低下が見られる。これは空気を供給することで、捕集箱に捕集された粒子の一部が再飛散するブローアップ効果が起こり、このために粗粉の一部が微粉に混入したことが原因である可能性が高いと思われる。一方、水ミストを供給した実験結果について考察すると、通常操作の場合と比べて分離径が小さくなっていることが分かる。これは水ミストを供給することでサイクロン

Fig. 4 Comparison of adhesions of each part of the cyclone between standard operation and the operation with mist of 0.75g/min.

Fig. 5 Effect of gas flow rate on partial separation efficiency curve.

内に浮遊している微粒子の表面とサイクロン装置壁面に静電的引力が発生し、壁面での粒子の分級・捕集性能が向上したことが一因であると推察している。しかし、同伴ガスの流量 q を5 L/minに増加させると分離径が大きくなっている。この点については、水ミストの効果よりも同伴ガスによるブローアップの効果が上回ったことが原因であると考えている。

次に本手法による乾式サイクロンの分離・捕集性能について考察した。Fig. 6はFig. 5の実験結果を捕集性能という観点でまとめた図である。縦軸には供給粒子に対してサイクロンで捕集された粒子の割合である粒子捕集率を横軸には捕集箱上部から供給した同伴ガスの流量を取った。水ミストを供給することで捕集性能が向上していることが分かる。また同伴ガス流量については $q=3$ L/minが最適であることが明らかになった。これは、同伴ガスの流量を増加させると水ミストが効果的にサイクロン内部に供給されるが、流量が多すぎる場合については同伴ガスによるブローアップ効果のため捕集された粒子が再飛散することが捕集効率の低下を誘引していると考えられる。以上の実験結果と考察により、乾式サイクロンに水ミストを供給する分級・分離・捕集操作方法には、水ミストによる分離・分級性能を向上させる効果と同伴ガスのブローアップによる粒子を再飛散する効果があり、分離径を小さくするあるいは粒子を捕集するための最適な水ミストと同伴ガス供給条件を最適化することが重要であることが分かり、本手法は分離径制御に効果的であると考えられる。

以上の考察により水ミストがアセトンの代替として

Fig. 6 Effect of flow rate of entrainment air on collection efficiency by cyclone.

使用できることが明らかとなったので、ドライアイスと熱湯により発生させたミストを8 g/minでルーバ分級機下部から供給することによって分級性能の向上を試みた。なお分級機上部からミストを供給した場合、分級機上部に設置した整流部を閉塞してしまった。ルーバ分級機によるフライアッシュの分級実験結果をFig. 7に示す。ミスト供給分級実験の比較として、ガスを供給しない分級実験(Standard)と二酸化炭素ガスのみを分級機下部から供給した分級実験結果を併記した。二酸化炭素ガスのみを供給した場合は、微粒子の装置内の滞留時間が短くなるため、分離径の増大が見られることが分かる。一方、ガスにミストが含まれている場合には、粒子の装置内の滞留時間が短くなるものの、ミストによる微粒子と装置壁面間との間に働く引力や微粒子同士の凝集によって捕集される粒子が多くなる効果の方が大きいので分離径が小さくなったと考えられる。またミスト供給量については、13 g/minで供給した場合の分級実験結果については、Standardとの差が顕著に表れなかった。このことからミストの供給量には最適値があると考えられ、この理由について今後検討する必要がある。

以上、本手法は既往の研究でアセトンを使った乾式サイクロンの分離径制御法に比べて安全であり環境負荷の小さい方法であるので、今後の分離径制御手段の一つとして効果的であると言える。

最後に、ミストを活用した微粒子表面修飾についても乾式サイクロンを用いて実験的に検討した。サイクロン捕集箱に超音波振動子を設置し、シランカップリング剤水溶液をこの捕集箱に供給した。試料粉体であ

Fig. 7 Effect of CO_2 gas on partial separation efficiency curve of louver type classifier.

Fig. 8 Effect of concentration of silane coupling agent on contact angle.

るシリカ粒子をサイクロンへ0.7g/minで定量供給し、捕集される微粒子は捕集箱から発生するシランカップリング剤水溶液のミストと接触し、表面修飾すなわち疎水化される。疎水化された粗粉粒子を回収し、その接触角を計測することで表面修飾具合を評価化した。Fig. 8にシランカップリング剤水溶液の濃度が粗粉粒子の接触角に与える影響を示す。この結果より、サイクロン内にリングノズルで気相分散されたシリカ粒子がシランカップリング剤水溶液のミストによって表面修飾されていることが分かる。まだ推測の段階ではあるが、微粒子が気相分散された状態で表面修飾を行っているので、微粒子表面が均一に修飾されていると考えており、サイクロン内で表面修飾する特長の一つであると考えている。また濃度を増加させることで、短時間で効率よく表面を修飾できる手段とも言える。本実験で用いたシリカ粒子は元々親水性表面を有しており、その表面を一部疎水化すると界面活性粒子として機能する可能性を有している。この可能性を検討するため、回収された粗粉を水に溶かした水溶液の表面張力をデュヌイ式表面張力測定装置により測定を行った。その結果をFig. 9に示す。この図からサイクロン内で捕集された粗粉は、シランカップリング剤水溶液の濃度の上昇と共に表面張力の減少がみられることから、サイクロン内で表面が部分的に疎水化されていることが分かる。極大値を取る理由については、濃度の上昇に伴い表面全体が疎水化されたので、界面活性粒

Fig. 9 Effect of concentration of silane coupling agent on surface tension

子から疎水性粒子へと変化したことが原因である。一方、フィルター上で回収された微粉については、粒子のフィルター上での接地面での表面修飾が困難であることが予想され、粒子表面全体を疎水化することは難しく、すなわち表面全体を均一に修飾されないことがグラフから読み取れる。

以上、ミストを援用した乾式サイクロンによる微粒子の分級・捕集操作と表面修飾操作について実験的に検討したところ、乾式サイクロンによる微粒子の分離操作と表面物性制御についてはミストを効果的に活用することで可能になることが明らかになった。

本研究に関する発表論文、学会発表等

- 1) 山本徹也, 東野元春, 栗本菜摘, 福井国博, 吉田英人, 粉体工学会春期研究発表会(連合会館)「蒸気を利用した乾式分級機の分級性能向上」(2013).
- 2) 山本徹也, 東野元春, 野村啓介, 福井国博, 吉田英人, 粉体工学会秋期研究発表会(大阪南港ATC)「ミストを利用した乾式サイクロンの粒子捕集効率の向上」(2013).
- 3) 栗本菜摘, 山本徹也, 福井国博, 吉田英人, 粉体工学会秋期研究発表会(大阪南港ATC)「案内羽根及びミストを利用したルーバ分級機の性能向上の検討」(2013).
- 4) 山本徹也, 栗本菜摘, 福井国博, 吉田英人, 化学工学会第45回秋季大会(岡山大学)「ミストを利用した乾式分級機の分級性能向上」(2013).