ボールミル粉碎におけるいくつかの主要因子 の主効果とその交互作用*

金子 純 久** 井内 建 次 郎***

Main Effects and Interactions of Several Important Factors in Ball Mill Grinding

by

Yoshihisa KANEKO and Kenjiro INAI
(Faculty of Engineering, Kinki University, Kure)

The grinding behavior in a ball mill has been studied mostly from the viewpoint of the effects of such main factors, as the velocity of revolution of the mill, the size of ball, and the packing ratio. However, there is no systematic investigation to clarify their interactions.

In order to know the grinding behavior of silica sand in a ball mill, the interactions among the velocity of revolution of the mill, the size of ball, and the packing ratio are studied using the method of "the experimental designs".

The most effective condition for grinding silica sand with the particle size from 53 to 5μ is 72 rpm, 31 mm, and 30% for the velocity of revolution of the mill, the ball size, and the packing ratio, respectively. On the other hand, the most effective condition for the one with the particle size smaller than 5μ is 72 rpm, 31 mm and 20%. These results are used to discuss the grinding behavior in a ball mill.

(Received Feb. 22, 1975)

1 緒 言

ボールミル粉碎における研究は、従来ミルの回転速度、ボールのサイズやその挿入率など^{2, 3}の主要因子の主効果という視点から条件を設定して行なわれてきた。そのときの条件における粉碎の進行を単位時間当たりの比表面積の増加率などで知り、それを単に時間的推移でプロットし、その線図から実験式などを求めてきた。しかしながら粉碎の進行過程は非常に複雑であり、これら主効果のみからの結果だけでは粉碎の挙動を説明するには不十分である。したがって工場現場においても経験的に運転されていることが多い。そこで本研究においてはまず粉碎に及ぼす主要因子に交互作用があるものと考え、それぞれの因子がどのように交絡しあっているかを知るため実験計画法を用いて実験を行なった。

2 実験方法

2・1 条件の設定

実験計画法を用いるにあたり、まず粉碎に影響を及

ぼすと考えられる要因がどのように交絡しているかを検討した。しかし適確な条件が把握できないので、それぞれの要因に交互作用があるものと考え、実験計画法の直交配列表に割りつける条件の設定を検討した。

2・1・1 回転速度 回転速度は $N_{\max}=42.3/\sqrt{D}$ より算出した限界回転速度の75%を採用した。²⁾ すなわち $(42.3/\sqrt{205/1000}) \times 0.75 = 70.1$ r. p. m., $(42.3/\sqrt{295/1000}) \times 0.75 = 58.7$ r. p. m. となる。しかしながらミルの回転速度はギヤー比で調節したので計算値の回転速度が設定できず、それに近い 72 r. p. m. と 60 r. p. m. として採用した。

2・1・2 ボールの挿入率 ボール挿入率はミル容積に対して実容積で30%程度が最良といわれている。また筆者も粉碎速度最大となるボール挿入率は30%程度で、それ以上挿入しても粉碎速度の増加は認められないことを実験的に確認している。¹⁾ したがって30%を選び、また比較のためこれより小さい20%も採用した。

2・1・3 ボールのサイズ 実際に使用されるミルの大きさは多種であり、これらのミルに対して挿入するボールも最適なサイズがあるものと考え、直径26, 31, 41および51mmの4種を用いた。以上の条件を採

* 原稿受理 昭和50年2月22日

** 正 会 員 近畿大学工学部 呉市広町安永新開

*** 近畿大学工学部 呉市広町安永新開

用し、それぞれ組合せを行ない、今回特に目的としたのは、これらの条件が互いに交絡しているときである。すなわち回転速度とボールのサイズ、回転速度とボール挿入率、そして回転速度、ボールサイズおよびボール挿入率のすべてが作用しあうときのような、それぞれの交互作用がどのように影響しあっているか検討した。

2・2 実験装置

使用したミルは、実験室用に考案した大きさの異なる2種の小型ミルである。内径 205 mm と 295 mm、長さ 310 mm と 455 mm、内容積 10 201 cm³ と 31 083 cm³ でその容積比は約 1 : 3 である。動力は 0.4 kW 明電舎製フランジモートルに減速比 1/30 の減速機を組み合わせた減速電動機を用いた。この動力はスプロケットホイールにローラチェーンで連結し、ミルの回転速度を 60 r. p. m. と 72 r. p. m. に調節した。

2・3 砕料と平均粒子径の算出

砕料は目開き 53 μ のフルイ通過分珪砂（比重 2.63）を用いた。粉砕はそれぞれ所定条件下、最大 2 時間 Batch 式で行なった。砕成物は所定時間ごとにミル内所定の 8 箇所より合計が約 3 g 程度採取した。平均粒子径の算出は、島津製恒圧通気式粉体比表面積測定装置により測定し、次の Kozeny Carman 式

$$S_w = \frac{14}{\rho} \sqrt{\frac{\Delta P \cdot A \cdot t}{\eta \cdot L \cdot Q}} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2},$$

$$\varepsilon = 1 - \frac{W}{\rho \cdot A \cdot L}$$

より比表面積 (cm²/g) を求めた。つぎに $d_m = 6/\rho \cdot S_w$

式から平均粒子径 (μ) を算出した。粉砕の進行度は単位時間当たりの平均粒子径減少率で判定した。得られた結果を実験計画法 L16(2¹⁵) 型と L32(2³¹) 型の直交配列表に割りつけて考察した。⁴⁾⁵⁾

3 実験結果と考察

測定値（平均粒子径 μ）の一例として Table I に L16(2¹⁵) 型直交配列表を示した。配列表の縦、横の番号はそれぞれ実験ナンバーおよび実験によって知らる要因効果を示す。したがって L16(2¹⁵) 型の配列表を用いて実験を計画すると、16 個の実験を行ない、15 個の要因効果がわかる実験をすることになる。また列 1 から列 15 のどの列から何の要因効果を求めるかを定めることを「要因効果の割りつけ」と呼ぶ。Table I ではボールのサイズ (A) を列 1, 2, 3 に割りつけ、A, A, A が 1, 1, 1 のときボールの径は 26 mm を示す。以下 1, 2, 2 は 31 mm を、2, 1, 2 は 41 mm、また 2, 2, 1 は 51 mm を示している。つぎに列 4 にボール挿入率 (B) を割りつけ、1 は 20%, 2 は 30% である。そして列 8 にミルの回転速度 (D) を割りつけ、1 は 60 r. p. m., 2 は 72 r. p. m. の主効果を割りつけている。つぎにボールサイズ (因子 A) と挿入率 (因子 B) の交互作用 (A × B) は列 5, 6, 7 に、因子 (A) と回転速度 (因子 D) の交互作用 (A × D) は列 9, 10, 11 に、さらに因子 (B) と因子 (D) の交互作用 (B × D) は列 12 からそれぞれ求められる。割りつけが終わったら実験ナンバーの 1 から順に実験を行なうのではなく、順序をランダムに実

Table I. Orthogonal array L 16 (2¹⁵).

No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	Result
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	11 51
2	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	10.01
3	1	1	1	2	2	2	2	1	1	1	1	2	2	2	2	9 34
4	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	7.48
5	1	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	12 00
6	1	2	2	1	1	2	2	2	2	1	1	2	2	1	1	12 00
7	1	2	2	2	2	1	1	1	1	2	2	2	2	1	1	9 87
8	1	2	2	2	2	1	1	2	2	1	1	1	1	2	2	8 41
9	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	19.21
10	2	1	2	1	2	1	2	2	1	2	1	2	1	2	1	16 46
11	2	1	2	2	1	2	1	1	2	1	2	2	1	2	1	15.14
12	2	1	2	2	1	2	1	2	1	2	1	1	2	1	2	9.50
13	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	1	1	2	2	1	22 75
14	2	2	1	1	2	2	1	2	1	1	2	2	1	1	2	15 68
15	2	2	1	2	1	1	2	1	2	2	1	2	1	1	2	21.22
16	2	2	1	2	1	1	2	2	1	1	2	1	2	2	1	12.88
	A	A	A	B	A × B	A × B	A × B	D	A × D	A × D	A × D	B × D	E	E	E	Total
①	80.62	98 65	110 87	119 62	104 26	109.57	102.87	201.04	57.24	104 17	111.19	103.74	107.90	106.47	108 09	213.46
②	161.24	197 30	221.74	239.24	208 52	219.14	205.74	242.08	194 48	208 34	222 38	207.48	215.80	212.94	216.13	
③	52.22	16 16	-8.28	25 78	4 94	-5 68	7 72	28 62	-18 98	5 12	8 92	5 98	-2 34	0 52	-2 72	
④	170.43	16 32	4 28	41 54	1 53	2 02	3 72	51 19	22 52	1 64	4 97	2 24	0 34	0 02	0 46	

A: Ball size (mm), B: Packing rate (%), D Revolution (r. p. m.), Error variation

験した。そうすることによって信頼度が高くなる。このようにして Table I の 16 とおりの条件で粉碎を行った。その結果を平均粒子径 (μ) で結果の列に示した。①の欄の数値は、各列の 1 という数字に対する測定結果の和である。すなわち列 1 では実験ナンバーの 1 から 8 まだが 1 という数字であるから 1 から 8 までの測定結果の和が 80.62 となる。同様に列 2 では実験ナンバー 1 から 4 と、9 から 12 が 1 になっている。したがってそれに対応する測定結果の和を求めると 98.65 という数値を得る。以下同様にして各列の①の欄の値を算出する。つぎに②の欄の数値は①の欄の数値 $\times 2$ として求めた値である。③の欄は測定結果のトータル値である 213.46 から②の値を差し引いた値である。そして④の欄の値は③の値の二乗 $\div 16$ として求められる数値で、これを要因に対する「二乗和」という。求めた二乗和 (④) の値からそれぞれ主効果と交互作用を検定する。まず主効果 A, B, D の 3 因子についての効果をみるには、交互作用の ($A \times B$), ($A \times D$), ($B \times D$) を除いて、主効果のみによる変動を計算する。同様に交互作用についての効果をみるには主効果の A, B, D を除いた変動を計算する。このようにして計算した結果は誤差の変動 (Table I の E の二乗和の値) と比較する。そして誤差の大きさを不偏分散で表わすので分散分析の手法を利用する。その結果が Table II の分散分析表である。ここで S は Table I で求めた各要因の二乗和の値である。たとえば S_A の 191.03 の値は、要因 A は Table I の中では列 1, 2, 3 の 3 列に割りつけている。したがって 3 列の二乗和のトータル値である。以下同様に S_B の値は Table I では要因 B が列 4 だけに割りつけているから、列 4 の二乗和 41.54 の値そのままである。そして S_D は列 8 の二乗和。 $S_{A \times B}$ は列 5, 6, 7 の二乗和のトータル。 $S_{A \times D}$ は列 9, 10, 11 の二乗和のトータル。 $S_{B \times D}$ は列 12 の二乗和。 S_F は列 13, 14, 15 のトータル値をそれぞれ示す。 ϕ は自由度といい、おのおのの要因が

Table II. Analysis of variation Table I.

Factor	S	ϕ	V	F_0	F
A	191.03	3	63.68	235.84	※※※
B	41.54	1	41.54	153.85	※※※
D	51.19	1	51.19	189.59	※※※
$A \times B$	7.27	3	2.48	8.98	※※※
$A \times D$	29.13	3	9.71	35.99	※※※
$B \times D$	2.24	1	2.24	8.29	
E	0.82	3	0.27		

$$\begin{aligned}
 S_A &= S_1 + S_2 + S_3 & S_B &= S_4 \\
 S_{A \times B} &= S_5 + S_6 + S_7 & S_D &= S_8 \\
 S_{A \times D} &= S_9 + S_{10} + S_{11} & S_{B \times D} &= S_{12} \\
 S_E &= S_{13} + S_{14} + S_{15}
 \end{aligned}$$

割りつけられた列の数である。たとえば要因 A は列 1, 2, 3 の 3 列に割りつけているから ϕ は 3 である。要因 B は列 4 だけであるから ϕ は 1 となる。V は不偏分散で、二乗和 (S) $\div$ 自由度 (ϕ) の値である。 F_0 は分散比といい、各要因の不偏分散 (V) $\div$ 誤差の不偏分散 (誤差の V) として求めた値である。そして F はそれぞれの自由度によって F 検定表より求める。これを F_0 の値と比較するもので、 $F_0 < F$ ならば要因の効果は有意でないことになる。また F_0 はそれぞれの自由度によって $F_{(0.05)} < F_0 < F_{(0.01)}$ ならば有意水準 95% で有意となり※印をつけた。さらに $F_0 > F_{(0.01)}$ ならば有意水準 99% で有意となり、このとき※※印をつけた。しかし一般には誤差の自由度が少ないため要因の効果が相当大きくないと有意と判断できない。そこで誤差の自由度を大きくするため有意でない要因の不偏分散は誤差に対する不偏分散と考え誤差にプールしてしまう。このようにして Table II の分散分析の精度を高め Table III の分散分析表を得るのである。プールされた誤差の不偏分散は、プールする要因の二乗和のトータル $\div$ プールする要因の自由度の和である。したがっ

Table III. Analysis of variation Table II.

Factor.	S	ϕ	V	F_0	F
A	191.03	3	63.68	43.03	※※※
B	41.54	1	41.54	28.07	※※※
D	51.19	1	51.19	34.59	※※※
$A \times D$	29.13	3	9.71	6.56	※
E	10.33	7	1.48		

て Table II では交互作用の ($A \times B$) と ($B \times D$) が有意でない。これを誤差にプールすると、 $(7.23 + 2.24 + 0.82) \div (3 + 1 + 3) = 10.33$ となる。このプールされた誤差の不偏分散を用いて F_0 を求め、Table II のときと同様に自由度によって F 検定表より求めた F 値と比較する。以上の手法で実験計画法を用いた L16 (2^4) と L32 (2^{31}) 型直交配列表により検討した。その結果から主として今回は交互作用に注目して報告する。

3・1 ボールサイズと回転速度 ($A \times D$) の影響

ミル径 205 ϕ mm における結果を Fig. 1 に示した。すなわち横軸にボールサイズ、縦軸に平均粒子径をとり回転速度別にプロットしたもので $A \times D$ の線図である。これより回転速度についての効果をみると、60 r.p.m. より 72 r.p.m. の方が明らかに粉碎の進行が早いことが認められる。一方ボールサイズについては、60 r.p.m. のときは明らかに 31mm のものが効果的である。しかし 72 r.p.m. の場合ではボールサイズによる影響はほとんど認められなかった。どちらかといえばボールサイズは小さい方がよいようである。こ

Fig. 1 Relation between mean particle size and ball size.

Fig. 2. Relation between mean particle size and ball size. (The results pooled with each revolutions in Fig. 1)

の結果を回転速度でプールして Fig. 2 に示した。これより 205 φmm のミルでは回転速度 72 r. p. m. とし、挿入するボールサイズは 31mm の場合が最も効果的であることになる。一方 295 φmm のミルにおいては、分散分析の結果から有意差が認められなかった。すなわち Fig. 3 からみてもボールサイズの影響もほとんど認められない。このことは条件の設定や、直交表への割りつけ方法などについて今少しの検討が必要と思われる。

Fig. 3. Relation between mean particle size and ball size.

3・2 ボール挿入率と回転速度 (B × D) の影響

Fig. 4 は 295 φmm のミルにおけるボール挿入率と回転速度の B × D の関係を示す。これより 5 μ 付近までは回転速度 72 r. p. m. でボール挿入率は 30 % が良い。しかしそれ以下の粉碎は、粉碎開始後約 30 分で交絡の現象が起きている。したがって回転速度が 72 r. p. m. ではボール挿入率 20 %, 60 r. p. m. のときは 30 % の挿入率で粉碎した方がよいという結果を得た。一方 205 φmm のミルについては、F 検定の結果 B × D の有意差を認めることができなかった。しかし主要因子の B および D についてはそれぞれ有意差が認めら

Fig. 4. Relation between mean particle size and packing rate.

れた。これを Fig. 5 (a), (b) に示した。まず Fig. 5 (a) よりボール挿入率 B については、295 φmm のミルでは 3 μ 付近まで 30 %, それ以下へ粉碎を進めるには粉碎開始後約 60 分で 20 % の挿入率にすることが望ましい。一方 205 φmm のミルについては挿入率 30 % が効果的である結果を得た。つぎに Fig. 5 (b) から回転速度 D についてみると、295 φmm のミルでは 60 r. p. m. も 72 r. p. m. でも大差ない。しかし 205 φmm のミルにおいては 72 r. p. m. の方が明らかに効果的となった。以上の結果より 205 φmm のミルにおける最も効果的であると認められた条件は次のとおりである。す

Fig. 5. (a) Relation between mean particle size and packing rate for various grinding times. (b) Relation between mean particle size and revolution for various grinding times. Radii of mill; $\circ$: 295 ϕ mm, $\bullet$: 205 ϕ mm.

なわち回転速度は 72 r. p. m. ボールサイズ 31mm, ボール挿入率30%であった。つぎに上の条件を用いて砕料の挿入量について検討した。その結果を Fig. 6 に示す。これより砕料 100g から 400g においてはほとんど差が認められない。しかし 400g から 500g 付近で粉碎効率が急に悪くなっている。そこで今回使用したミルは体積比が約 1:3 であるので, 205 ϕ mm のミルは 500g, 295 ϕ mm のミルには 1500g の砕料を挿入し, 要因数を多くして L32(2³¹) 型直交配列表に割りつけて実験を行なった。その結果を Fig. 7 に示した。すなわち Fig. 7 (a)はボールサイズとその挿入率 $A \times B$ を示す。これよりボール挿入率は20%より30%の方がよい。ボールサイズについては, 挿入率20

Fig. 6. Relation between mean particle size and amounts of sample.

%では明らかに31mmのものがよいが, 30%についてはボールサイズの影響はほとんど認められなかった。一方 Fig. 7 (b)にはボールサイズと回転速度 $A \times D$ を示した。これより回転速度は 60 r. p. m. より 72 r. p. m. が効果的であった。しかし 72 r. p. m. ではボールサイズの影響は明らかでない。60 r. p. m. では31mmのボールが効果的となった。以上の結果は L16(2¹⁵) 型より得た実験結果とほとんど同様の結果となった。

4 結 言

実験計画法の理論を用い, 実験用小型ミル2種で珪砂を粉碎し, 粉碎条件の主要因子の交互作用を検討した。

4・1 ボールサイズとミル回転速度 ($A \times D$) について

205 ϕ mm ミルでは 60 r. p. m. より 72 r. p. m. の

Fig. 7. Relation between mean particle size and ball size.

方が明らかに粉砕の進行が早い、一方ボールサイズによる影響はほとんど認められなかった。しかし強いといえばボールは小さい方がよいようである。また 60 r. p. m. の場合は明らかに 31 mm のボールが効果的であった。295 ϕ mm のミルについては分散分析の結果有意差が認められず、ボールサイズによる影響は明らかでなかった。

4・2 ボール挿入率と回転速度 (B $\times$ D) について

205 ϕ mm ミルでは *F* 検定の結果有意差を認めることができなかった。しかし主効果の B および D の因子についてはそれぞれ有意差を認めた。すなわちボール挿入率は 30% が効果的であった。また回転速度は 4・1 と同様に 72 r. p. m. が良好であった。一方 295 ϕ mm のミルでは 5 μ 付近までの粉砕ならば回転速度 72 r. p. m., ボール挿入率 30% がよい。しかし 5 μ 以下の粉砕を目的とすれば、5 μ 付近で交絡の現象が認められた。したがって回転速度を 72 r. p. m. で一定とすれば、ボール挿入率は 30% より 20% とした方がよい。他方挿入率を 30% で一定とすれば回転速度は 72 r. p. m. より 60 r. p. m. とした方が望ましいようであった。このことから、普通サイズより 5 μ 以下への粉砕を最も効果的に行なうには、72 r. p. m. で 31 mm のボールを 30% 挿入して約 30 分間粉砕する。その後は回転速度を 60 r. p. m.

とするか、または挿入率を 20% にして運転した方が効果的である結果を得た。

4・3 砕料の挿入量について

今回使用したミルでは砕料が 400 g から 500 g 付近以上で急に粉砕効率が悪くなることを認めた。

4・4 要因数を多くし、L32(2³¹) 型による結果

回転速度 72 r. p. m., ボール挿入率 30%, ボールサイズ 31 mm の条件が効果的である結果となった。この結果は、L16(2¹⁵) 型の結果とほとんど同じ条件となり、よく一致した結果となった。

(昭和49年10月4日 日化31秋季年会; 第12回粉体に関する討論会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 金子純久, 井内建次郎, 近畿大工研究報告, No. 3 (1970).
- 2) Warren, L. Mc CABE, Julian C. SMITH: Unit Operation of Chemical Engineering (1956) McGraw-Hill, New York, Toront, London
- 3) 神保元二, 荒川正文, 他, 化学工業臨時増刊, 工場操作(粉砕編) Vol. 9, No. 2 (1960).
- 4) 田口玄一, 実験計画法 (上, 下) (1968).
- 5) 金子純久, 井内建次郎, 他, 近畿大工研究報告, No. 7, 31 (1973).