研究報告

微粉体の氣中分散実験

Experimental Study on the Dispersion of Fine Particles in Air

増田 弘昭* 伏代 周司* 井伊谷 鋼一*
Hiroaki Masuda Shuji Fushiro Koichi Iinoya

緒 言

気流中に種々の方法で分散された微粉体粒子は、多くの場合数個以上の一次粒子が凝集している。これらを気流中で単一粒子にまで分散させ、かつその状態を維持することは困難な問題である。一方、乾式分級操作における分級効率、集じん装置の性能試験などにおいては分散微粒子の粒度が本質的に重要な意味を持っている。

このような微粉体の分散法は現在まで若干検討されており、種々の方法が考えられている^{2,11)}。また、分散状態に対する空気湿度の影響や⁷⁾、粉体含水率の影響⁴⁾も検討されている。しかし、難しい問題であるため、分散に関する現象の解明は定性的にも十分とはいえないようである。本研究では、ミキサー型分散器、流動層型分散器および細管を用いて実験的検討を行ない、多少の考察を加えた。

1. 実験装置および方法

実験装置の構成を Fig. 1 に示す。粉体の供給にはテーブル・フィーダ式微量定量供給機⁵⁾を用いた。連続的に供給された粉体は Fig. 2 に示すエゼクター（圧縮空気流量は大気圧換算で 0.85 l/min の一定流量、なお、粉体供給口からの二次空気流量は測定していない）により比較的弱い分散作用を受けて試験用分散器に送入される。分散器前後の粉体粒度分布はカスケード・インパクター（株式会社島津製作所、CI-50形）によって測定した^{**}。ミキサー型分散器、流動層型分散器の概略をそれぞれ Fig. 3 および Fig. 4 に示す。流動層型分散器の流動化粗粒としては 400~500 μ m のガラスビーズを用いた。なお、供給粉じん濃度の影響を検討する実験においては

Fig. 1 実験装置の概略

Fig. 2 エゼクターの概略 (ガラス製)

内径 6mm ϕ 、長さ 20cm の黄銅管を細管型分散器として用いた。

粒度測定においては、非等速吸引によるサンプリング誤差を避けるため、放出される粉じん気流は全量がカスケード・インパクターに吸引されるように留意した。すなわち、流動層型分散器はカスケード・インパクターで直接吸引し、ミキサー型分散器では放出流量よりもカスケード・インパクターの吸引流量を多くした。

昭和51年7月2日受理

* 京都大学工学部化学工学教室 (〒606 京都市左京区吉田本町)
TEL 075-751-2111

** カスケード・インパクターの吸引管内径は 12mm ϕ で、
平均吸引流速は最大で 10m/s 程度である。

Fig. 3 ミキサー型分散器

Fig. 4 流動層型分散器

分散器を通過する空気流量（大気圧換算）は、流動層型分散器についてはガスケード・インパクター付属の流量計（ロータ・メータ）を用いて測定し、ミキサー型分散器については分散器出口が大気圧になるように吸引ポンプを用いて調節し湿式ガスメーターおよびロータ・メーターで測定した。また、ミキサー内ローターの回転速度は光電式回転計（㈱横河電機製作所、TYPE 2603）によって求めた。

使用粉体は炭酸カルシウム（ CaCO_3 、白石工業㈱）、メタリックシリコン（MeSi 昭和電工㈱）、およびタルク（日本粉体工業協会、JIS 4 種）の 3 種類であり、それらの諸特性を Table 1 に示す。

b)

Fig. 5 ミキサーによる分散粒子径分布（対数正規）

Table 1 使用粉体の特性

粉 体	真密度 $\rho_p [\text{g/cm}^3]$	質量中位径 $D_{p50} [\mu\text{m}]$	粒子間付着力* [G/cm ²]
炭酸カルシウム (CaCO_3)	2.6	1.4**	5.0
メタリックシリコン (MeSi)	2.15	0.4†	9.1
タルク	2.7	7.0†	3.0

* 剪断試験による

** 沈降天秤

† コールター・カウンター

測定法として、カスケード・インパクター内での分散作用や捕集粉じんの再飛散等が懸念されるが、一般に広く用いられている方法でもあり、山本ら¹⁰⁾の検討によって浮遊凝集粒子の粒度測定に適用できるという結論が得られているので、本研究でもこの方法を用いた。なお、捕集板には真空用シリコングリス (Dow Corning Co.) を薄く塗布し、全捕集量は30~80mg とした。

Fig. 6 ミキサーによる分散粒子径(質量中位径)と回転数の関係(ローター-A)

Fig. 7 ミキサーによる分散粒子径分布に対するローター寸法の影響(対数正規)

2. 実験結果

2.1 ミキサー型分散器

測定結果の一例をFig. 5 に示す。図中の破線は液中分散、すなわち、メタリックシリコンおよびタルクはコールターカウンターで測定し、炭酸カルシウムは沈降天秤法によって測定したもので、完全分散状態での粒度分布と考えられる。一点鎖線はエゼクター出口粉じんをカスケード・インパクトで測定した結果である。Fig. 5-a によると、一次粒子径の小さいメタリックシリコンの方が、炭酸カルシウムより分散粒度が大きくなっている。この条件では、炭酸カルシウムはほとんど完全分散状態に近いが、メタリックシリコンの質量中位径は完全分散時の6倍程度に留っている。Table 1 を参考にすると、剪断試験で求めた付着力の大きい粉体ほど分散し難い傾向がある。Fig. 5-b はタルクを用いた場合の実験結果で、全般に一次粒子径よりも小さくなっており、しかも分布も広がっている。タルクは電気的に中性の薄層が

弱いファン・デル・ワールス力だけで積み重なった構造であり⁶⁾、著しい劈開性を持ち、破碎されやすいといわれている。本実験の場合も破碎が生じたと考えれば分散器出口粒径が一次粒径より小さくなった点は納得できる。実験に用いたタルクの粒径が比較的大きいことも、破碎が生じた一因であろう。

上記のような測定結果から分散器出口粉じんの質量中位径 D_0 を求め、ミキサー回転数に対してプロットすると Fig. 6 が得られる。メタリックシリコンおよび炭酸カルシウムでは回転数の増加とともに中位径は小さくなっており、分散効果が良くなっている。しかし、タルクでは回転数の増加とともに中位径 D_0 も大きくなっている。この点については後に考察する。また、メタリックシリコンと炭酸カルシウムでは湿度の影響を多少受けているようであり、この範囲では湿度(実験室内空気湿度)の高いほど分散粒子径も大きくなっている。

Fig. 7 は Fig. 3 に示したローター A, B を用いて比較した結果である。両者の回転数を一定にした場合は、羽根面積の大きいローター A の方が分散も良かったが、図に示すように回転数を変えてミキサー通過空気流量をほぼ一定にした実験ではほとんど差が見られない。この結果によると、ローターと粒子の衝突による分散は支配的ではなく、ミキサー内での気流の乱れによる分散が主な作用をすると考えられる。

2.2 流動層型分散器

炭酸カルシウムに対する測定結果の一例を Fig. 8 に示す。流動層出口粉じんの中位径 D_0 は空気流量 47 l/min では入口での中位径 D_i よりも大きい。メタリックシリコンでは、流量 62 l/min でも同様の結果が得られた。各粉体の流動層出口中位径 D_0 と空気流量との関係を Fig. 9 に示す。メタリックシリコンと炭酸カルシウムでは流量の増加とともに分散が良くなっているが、タルクではミキサー型分散器の場合と同様、逆に悪くなっている。また、ミキサー型分散器と比較すると、この実験条件の範囲では全体的に分散が悪いようである。なお、流動化流量は、最小流動化速度より十分大きく、かつ粗粒の沈降速度より十分小さく取る必要があるため操作範囲は制限される。

Fig. 10 は粗粒の充てん量、すなわち静止層高を変えて実験した結果である。メタリックシリコンと炭酸カルシウムでは層高 1 cm 程度までは層高とともに分散が良くなっている。しかし、それ以上層高を高く(流動化粗粒の量を多く)しても分散は良くなり、分散粒径は大きくなっている。一方、タルクは層高に依らず一定値を示しており、流動化粗粒は分散に寄与していない結果と

Fig. 8 流動層による分散粒子径分布 (対数正規)

Fig. 9 分散粒子径に対する空気流量の影響 (流動層)

なった。なお、流動層出口管部(流速 10~16m/s)での分散も多少寄与している可能性があるが、もしその部分での分散が支配的であれば流動化粗粒の静止層高によって分散粒径が変化することはないはずである。したがって出口管部の分散作用は、本実験の場合、余り大きくないものと思われる。流動層の分散作用は激しくかくはんされている粗粒と凝集微粒子の衝突、気流の乱れによる剪断作用などが考えられるが、いずれが支配的であるかは今後の問題であろう。さらに、本実験ではエゼクターの流量は小さいので、流動化気流とこの気流の合流による分散は考えられないが、この流量を大きくするとそのような分散も期待できるであろう。なお、 $H=0$ の状態は粗粒が全くなく、流動化気流とエゼクターからの含じん気流が合流するだけの状態である。

Fig.10 分散粒子径に対する層高の影響

3. 考 察

本節では、さらに 2, 3 の実験結果を追加して前節の実験結果を検討する。まず、タルクの場合他の 2 粉体に対して分散が良くなるような条件で逆に分散が悪くなった点について考察する。この傾向はミキサー型、流動層型のいずれの場合も同じであった。仮りに、分散器内では分散(あるいは破碎)のみが起こるとすると、空気流量を増加させたために滞留時間が短くなって、分散が悪くなったと考えることができる。なお、分散器内ではタルクの沈着は起こっていないことを確認した。滞留時間を求めるため、分散器出口に内径 6mmφ、長さ 20cm の黄銅管を設け、数 mg の粉体を瞬時に分散器入口へ投入した場合の発生電流を電磁オシログラフに記録した。別に測定系の応答を求め、補正を行なった結果の一例を Fig.11 に示す。滞留時間分布はほぼ対数正規分布で近似できた。したがって、次式で平均滞留時間を求めた³⁾。

$$\bar{\tau} = \exp(\mu + 1/2 \sigma^2) \quad \dots\dots(1)$$

$$\text{ここで,} \quad \mu = \ln \tau_{50} \quad \dots\dots(2)$$

$$\sigma = \ln \tau_{16} - \ln \tau_{50} \quad \dots\dots(3)$$

結果を Table 2 に示す。見掛けの滞留時間(分散器容積と通過空気流量の比)が若干長くなっても真の平均滞留時間はほとんど増加していない。

以上の結果から、タルクに関する結果を滞留時間だけで説明することは無理であることがわかった。そこで、

Fig. 11 滞留時間分布 (対数正規)

Table 2 平均滞留時間

粉 体	分散器	空気流量* Q [l/min]	見掛けの滞 留時間 τ' [s]	平均滞留 時間 τ [s]
CaCO ₃	ミキサー (ローター-A)	36	1.0	1.0
		54	0.7	0.9
		76	0.5	1.0
	流 動 層	67(H=0)	1.0	1.5
		67(H=2.3)	1.0	1.8
		77(H=2.3)	0.9	1.6
MeSi	ミキサー (ローター-A)	36	1.0	2.1
		54	0.7	1.6
		76	0.5	1.6
	流 動 層	67(H=0)	1.0	1.7
		67(H=2.3)	1.0	1.8
		77(H=2.3)	0.9	1.7
タルク	ミキサー (ローター-A)	36	1.0	1.0
		54	0.7	0.9
		76	0.5	1.0
	流 動 層	67(H=0)	1.0	1.4
		67(H=2.3)	1.0	1.7
		77(H=2.3)	0.9	1.6

* 測定用細管を取付けた状態における流量

次に分散(破碎)と凝集が同時に起こったとして考えてみる。凝集のみが生じる場合、粒子数濃度の時間変化はSmoluchowskiによれば粒子数の2乗に比例する¹²⁾。一方、分散は分散場に存在する粒子が気流の乱れや剪断力を受けることによって生じるとすると、粒子数濃度の時間変化は粒子数に比例すると考えられる。したがって、

$$\frac{dn}{dt} = \alpha n - \beta n^2 \quad (\alpha, \beta > 0) \quad \dots\dots(4)$$

また、粉体の物質収支より次式が得られる。

$$D_0/D_i = (n_i/n_0)^{1/3} \quad \dots\dots(5)$$

(4)式を積分し、(5)式を用いると次式が得られる。

$$\left(\frac{D_0}{D_i}\right)^3 = \frac{\beta n_i}{\alpha} \{1 - \exp(-\alpha\tau)\} + \exp(-\alpha\tau) \quad \dots\dots(6)$$

分散器入口での粒子数濃度 n_i を次式によって重量濃度 C_i に変換する。

$$C_i = \frac{\pi}{6} D_i^3 \rho_p n_i \frac{\tau'}{\tau} \quad \dots\dots(7)$$

ここで、 C_i は粉じん供給流量と分散器通過空気流量の比(流量濃度)であり、 τ' は気流の平均滞留時間である。(7)式を用いて(6)式を書き換えると次のようになる。

$$D_0^3 = \frac{6\beta\tau}{\pi\rho_p\alpha\tau'} \{1 - \exp(-\alpha\tau)\} C_i + D_i^3 \exp(-\alpha\tau) \quad \dots\dots(8)$$

すなわち、分散器の操作条件が一定であれば、出口粉じんの中位径 D_0 の3乗と入口濃度 C_i とは直線関係にある。これを確かめるために行なった実験結果の一例をFig. 12に示す。なお、これらの実験ではエゼクターは用いなかった。バラツキはあるが、ほぼ直線関係が成立しており、分散は濃度を大きくするほど悪くなっている。この結果から、(4)式はほぼ妥当と思われる。同様な

Fig. 12 分散に対する供給粉じん濃度の影響

Table 3 分散, 凝集定数

粉 体	分散器	$\alpha \tau$ [-]	分散定数 $\alpha [s^{-1}]$	凝集定数 $\beta [cm^3/s]$
CaCO ₃	ミキサー	6.4	7.3	4.9×10^{-5}
	流動層	5.9	3.2	0.7×10^{-5}
	細 管	5.8	10.4	2.6×10^{-5}
MeSi	ミキサー	2.4	1.5	0.6×10^{-4}
	流動層	2.6	1.4	0.6×10^{-4}
	細 管	3.2	5.9	0.8×10^{-4}
タルク	ミキサー	3.1	3.1	3.9×10^{-4}
	流動層	3.2	1.9	0.8×10^{-4}
	細 管	2.6	4.7	2.3×10^{-4}

実験結果から分散定数 α および凝集定数 β を求め、結果を Table 3 に示す。細管は分散定数が比較的大きく、凝集定数は余り大きくないので、かなり有効な分散法であろう。なお、凝集粉じんの入口粒径 D_i と密度 ρ_p の決め方に問題があるが、ここでは $D_i=20\mu m$ とし、密度は真密度に等しいと仮定した。

この結果によると、(6)式あるいは(8)式の右辺第1項における $1-\exp(-\alpha\tau)$ はほぼ1と見なせ、(6)式は次のように簡単になる。

$$\left(\frac{D_0}{D_i}\right)^3 = \frac{\beta n_i}{\alpha} + \exp(-\alpha\tau) \quad \dots\dots(9)$$

一方、Table 1 に示した粒子間付着力(剪断試験による)は平均的なものである。しかし、粒子と平板間の付着力の測定結果として、付着力はほぼ対数正規分布で表わされるような分布を持つことが報告されており¹⁾、粒子どうしの付着力も同様な分布をもつであろう。また、分散定数 α はある分散力 F が作用したとき、凝集粒子が単位時間当たり分散作用を受ける確率と、付着力が F 以下の凝集粒子の比率との積と定義できる。したがって分散定数 α は分散力が付着力の最小値より小さい場合は零、付着力の最大値より十分大きい所では一定値を取り、その間では単調に増加する関数と考えられる。一方、凝集定数 β は媒質単位体積当りのエネルギー消費量(直管内乱流では平均流速の3乗に比例し、タービン形かくはん槽内でも同様の考え方から回転数の3乗に比例することが示されている⁸⁾)とともに単調に増加するので⁹⁾、 α および βn_i は Fig.13 のように変化すると考えられる。ここで凝集定数 β に入口濃度(定数)を乗じたのは、(9)式からわかるように次元を α と合わせるためである。(9)式と Fig.13 より、分散力 F が F_0 以上では $D_0 \leq D_i$ 、 F_0 以下では $D_0 \geq D_i$ となることがわかる。また、 $F_0 < F$ の範囲で $dD_0/dF = 0$ を満たす F を F_1 とすると、 $F_0 < F$

Fig.13 α および βn_i と分散力 F の関係

$< F_1$ では分散力 F の増加とともに D_0 は小さくなり、 $F_1 < F$ では逆に D_0 は大きくなる。炭酸カルシウムおよびメタリックシリコンは前者の場合、タルクは後者の場合に相当すると考えられる*。なお、 F_1 の近傍では分散力の増加につれて、分散粒径は一旦減少し、再び増加する現象が生じる。 F_1 は(9)式より

$$\frac{d(\beta n_i)/dF}{d\alpha/dF} = \frac{\beta n_i}{\alpha} + \alpha\tau e^{-\alpha\tau} \quad \dots\dots(10)$$

を満たすときの分散力である。

次に、流動層で得られた Fig.10 の結果について同様に考察する。流動層では流動化粗粒表面への分散微粒子の付着が起こり、付着した微粒子は成長してはく離することにより一種の凝集効果を受けることになる。そして流動化粗粒量を増すことは Fig.13 の F を大きくしたのと同様の効果を示すと考えられる。したがって、Fig.10 に示した実験結果のうち、炭酸カルシウムとメタリックシリコンは F_1 の近傍での分散と考えれば D_0 が最小になる所が $F=F_1$ に相当する。また、タルクについては、すでに述べたように $F_1 < F$ での分散(破碎)であり F の変化による粒径の変化が比較的小さく、流動化粗粒への付着も少ないので、静止層高の影響を余り受けなかったと考えられる。なお、流動化粗粒量の増加が分散力 F をどの程度大きくすることになるかは、粉体の種類によっても異なるであろうし、以上の議論を定量的に行なうのは今後の課題である。

結 言

ミキサー型分散器、流動層型分散器および細管を用いて炭酸カルシウム、メタリックシリコンおよびタルクの気中分散実験を行ない次のような知見が得られた。

* タルクでは、付着力分布は強度分布、分散力は破碎力と考えている。タルクでも非常に微細になれば他の粉体と同様に分散(破碎ではなく)として考察できるであろう。その時は他の粉体と同様の傾向を示すと考えられる。

1. このような分散法では、分散と同時に凝集も生じ、一般に分散効果を強くしようとすると凝集効果も大きくなる。

2. タルクは分散されやすいが、破碎が生じるため試験用粉体としては好ましくない。また、メタリックシリコンは分散が困難であり、本実験では分散粒径は完全分散の場合の5倍以下にはできなかった。一方、炭酸カルシウムは乾燥した条件下であればほぼ完全分散ができる。

る。

3. 流動層型分散器の流動化粗粒は分散効果と凝集効果を持つと考えられ、最適量は比較的少量である。

4. いずれの分散法でも、最適分散条件が存在すると思われる。

〔謝辞〕 試料粉体の粒度測定に御協力頂いた京都大学・化学研究所・荒川正文博士ならびに(株)日科機・広沢敬氏に謝意を表します。

使用記号

C_i : 供給粉じん濃度	[g/cm ³]	n_i : 供給粉じんの粒子数濃度	[cm ⁻³]
D_i : 供給粉じんの質量中位径	[μ m]	n_0 : 分散器出口粉じんの粒子数濃度	[cm ⁻³]
D_0 : 分散器出口粉じんの質量中位径	[μ m]	Q : 空気流量	[l/min]
F : 分散力	[dyne]	α : 分散定数	[s ⁻¹]
F_0 : $\alpha = \beta n_i$ となる時の分散力 (Fig.13参照)	[dyne]	β : 凝集定数	[cm ³ /s]
F_1 : $dD_0/dF = 0$ となる時の分散力	[dyne]	ρ_p : 凝集粒子の密度	[g/cm ³]
N : 回転数	[rpm]	τ : 粉体の平均滞留時間	[s]
n : 粒子数濃度	[cm ⁻³]	τ' : 気流の平均滞留時間 (=見掛けの滞留時間)	[s]

引用文献

- 1) 浅川, 神保: 材料, 16, 358 (1967)
- 2) 井伊谷編著: “集塵装置”, p.84, 日刊工業新聞社 (1963)
- 3) 井伊谷, 増田: “粉粒体プロセスの自動化”, p.7, 日刊工業新聞社 (1975)
- 4) 吉田, 向阪, 奥山ら, 化学工学協会第40年会研究発表講演要旨集, p.292 (1975)
- 5) 増田, 倉橋, 広田, 井伊谷: 化学工学論文集, 2, 286 (1976)
- 6) 向坊編: “基礎工学, 12, 材料科学の基礎”, p.209, 岩波書店 (1968)
- 7) 森, 菅沼, 岡, 改田: 化学工学, 34, 198 (1970)
- 8) Schwartzberg, H. G. and Treybal, R. E.: *IEC Fund.*, 7, 1 (1968)
- 9) 高橋: “基礎エアロゾル工学”, p.74, 養賢堂 (1972)
- 10) 山本, 菅沼, 森: 化学工学論文集, 1, 638 (1975)
- 11) Zahradnicek, A.: *Staub Reinhalt.*, 35, 226 (1975)
- 12) Zebel, G.: “Aerosol Science”, C.N. Davies 編, p.37, Academic Press, London (1966)

Authors' Abstract

Experimental Study on the Dispersion of Fine Particles in Air

by

Hiroaki MASUDA, Syuji FUSHIRO, and Koichi IINOYA

(Kyoto Univ., Kyoto, Japan)

Fine particles of calcium carbonate (1.4 μ m), metallic silicon (0.4 μ m) and talc (7 μ m) are dispersed in air by use of a mixer type disperser, a fluidized bed or a capillary pipe. Calcium carbonate powder is almost completely dispersed by the mixer type disperser. It is difficult, however, to disperse metallic silicon powder. On the other hand, talc powder seems to be broken up and agglomerated in the dispersers, and becomes to have a wide size distribution.

Effects of dust concentration in feed suspension on the dispersion are also experimentally studied, and discussed based on a simple model.

Figures and Tables

- Fig. 1** Schematic diagram of experimental set up
- Fig. 2** Ejector (glass)
- Fig. 3** Mixer type disperser
- Fig. 4** Fluidized-bed type disperser
- Fig. 5** Particle size distribution of dust dispersed by mixer (log-normal)
- Fig. 6** Relation between mass median size of dispersed dust and number of rotations of mixer(rotorA)
- Fig. 7** Effect of rotor dimension on the particle size distribution of dust dispersed by mixer (log-normal)
- Fig. 8** Particle size distribution of dust dis-

persed by fluidized bed (log-normal)

- Fig. 9** Relation between mass median size of dust dispersed by fluidized bed and air flow rate
- Fig.10** Effect of bed height on mass median size of dispersed dust
- Fig.11** Residence time distribution (log-normal)
- Fig.12** Effect of feed dust concentration on dispersion
- Fig.13** Suggested relationship between α and βn_i
- Table 1** Properties of powder materials
- Table 2** Mean residence time
- Table 3** Dispersion or coagulation constants