参 考 資 料

鉄・炭素系混合粉の均質化に用いたスタティック・ミキシング

竹 内 久 祐*

Hisasuke Takeuchi

山 本 盈 郎**

Mitsuo Yamamoto

1. 緒 言

先年、化学工学の分野で「魔法のミキサー」などと呼ばれ、液体-液体、気体-気体の異種物質の混合を効率的に行ないうる Static Mixer (Motionless Mixer とともいう) が紹介された¹⁾が、その後プラスチック、薬品、塗料、食品、石油、公害関連機器などの製造工程中に広く採用されているようである。

本用具は固体同士、すなわち粉末の混合には必ずしも効果が十分といえないが、一二の事例¹⁾は示されており、筆者は流動性のよい粉体に適用できると考えていた。

一方、粉末冶金関係者は、調合工程で混合操作が完全には行なわれない場合をときに経験する。たとえば、鉄粉と炭素粉とを在来の混合機でかくはんしたあと、流動さす操作によっては色調のむらを見ることがある。また近年普及したアトマイズ粉末とくに球状に近い粒子ほど、これに第二、第三の元素を均等に混合することが容易でない。

このような品質管理上の基本問題に筆者は現場的解析を行なっているが、今回は Static Mixer (Kenics Corp. 製) を用いて鉄系粉末の混合を試みたので、その結果を紹介したい。

2. Static Mixer の原理

Static Mixer (以下 S. M. と略す) は、モータで回転を与える構造とはまったく異なった混合用具である。円筒の中にエレメントをいくつか収めたものであるが、円筒の一端から流体を送りこめば、曲面をもつ複数のエレメントにより複雑な運動が生じ、流体が分割、合流をくりかえして他端から流出するという、小形の混合用具である。

Fig. 1 にその構造例を示す。原理は Arthur D. Little の発明²⁾の内容が基本と考えられる。図は 6 個の要素が互いに接続された例であるが、12個、24個などのもある。ステンレス鋼製が現場向きであるが、実験用にはガラスの管にステンレス鋼エレメントを挿入したものが好都合である。管径は 12" までの製品があるが、本実験では呼び径 1/2" すなわち内径 15.8mm、長さ 154mm、管の肉厚 2.4mm の Static Mixer を用いた。

S. M. による混合の進行は、Fig. 2 に示すように、流体(粉体)の一部分ずつが合流しては別の角度の二分割を受けつつ軸方向に進んで行く、その結果 1/2, 1/4, 1/8 ……の幅に粉塊が分割され、20番目のエレメントでは、1/1,000,000 に分割された粉末が合流した状態になる。

液体の混合には移送に伴う圧力損失を推定しなければならない。粉体の場合も抵抗があるため、S. M. を垂直に立てたとき曲面にそって重力により下方へ移動しうる粉体のみに応用できる。移動困難な粉体を端面で加圧しても、圧縮され管内で閉塞するだけである。なお、異種粉体を一定速度で(ベルトコンベヤなどで)供給する場合は S. M. 1 本で混合が完了し極めて効率がよいが、粉末を合併した塊は一度粗混合しておく必要がある。なぜなら S. M. 自体にはその長さ方向の濃度を平均化する作

(a)スタティックミキサーの1モジュール断面図
(6エレメントの例)

Fig. 1 (b) 同上略記法 R: Recess T: Thickness

昭和52年7月1日受理

* 日立金属(株) (〒100 東京都千代田区丸の内2-1-2)
TEL 03-211-5311

** 日立金属(株) 安来工場 (〒692 安来市安来町2107-21)
TEL 08542-2-3501

Fig. 2 Static Mixer による混合の進行状況 (例)

Fig. 3 実験室における操作要領

用が乏しいため、マクロ的な不均質が残るからである。

3. ミキサー内での粉末の流動性

Fig. 3 のように、S. M. を縦にして架台に固定し、そ

の上端にガラス漏斗をとりつけた。S. M. からの流出粉末を受ける容器をラボジャッキにのせ、徐々にジャッキを下降させれば粉末は S. M. を通過して出る。すべての粉末が流出可能とは限らないので、まず粉末通過能を調べた。

Table 1 は、調査した粉末が、JIS Z 2502 の流動計（オリフィス径2.6mm）を通過する時間および、 $\frac{1}{2}$ " 径の S. M. を通過後自由落下させたときの経過時間を示してある。まず、炭素粉、酸化鉄粉、鋳物砂は通過不能であった。還元鉄粉、アトマイズ鋼粉の類は通過する。還元鉄粉に炭素粉末を混ぜたものでは、炭素量 1 % では通過し、5 % では通過困難という状態であった。JIS 流動計および $\frac{1}{2}$ " S. M. の両者を通過しうる粉末について、通過秒数を測り、結果を Fig. 4 に示した。両者にはよい相関があることが分かる。また粉末の 1kg 当り通過時間は 20 秒したがって現場作業に適する速度である。なお、孔径の小さい漏斗を通して、細い粉流を S. M. 上端に供給するのは本来の使い方ではない。S. M. より流出する粉量 (g/sec) は S. M. のモジュール寸法と受皿の下降速度によって決まるもので、漏斗内径が S. M. の内径以上でさえあれば、流量は上部の容器（ホッパーなど）中の粉量と無関係である。

Table 1 供試粉末のオリフィス通過に要する時間

粉 末 の 種 類	JIS 流動計 (sec/50g)	$\frac{1}{2}$ " 径 S. M. (sec/400g)	備 考
炭 素 粉	∞	∞	不規則形状、微粉
鋳 物 砂	∞	38.4	凝集性あり
Fe-Co 合金ガスアトマイズ粉 No.1	∞	5.6	球状粉、薄片混入
" No.2	14.4	3.6	" "
Fe-W-Co " No.1	21.3	6.1	扁平粒
" No.2	20.6	5.9	"
" No.3	21.8	6.4	"

Fig. 4 JIS Z 2502 オリフィスと S. M. による流動特性の関係

Fig. 5 鉄-炭素系混合粉の落下流動時にみられる縞模様 (偏析)

4. 流動による鉄-炭素粉の偏析現象

鉄粉と炭素粉を混合した量産原料粉末を細孔 (たとえば JIS Z 2502 流動計, 2.6mm 径) から落下させ、ガラス容器に受けるとき、斜面をなしてたい積する粉末の表面でナダレのような間欠的な流動が起こるが、その流動粉体層の厚さに対応するような縞模様がガラス壁内に発生する。潤滑剤 (ステアリン酸亜鉛) の添加とは関係なく、黒色の濃淡が層状に認められるのである。Fig. 5 にその外観を示す。

この黒色の縞のある偏析部付近を圧粉体とし、X線マイクロアナライザにより直接元素分布を調べたところ、鉄粒子の間の炭素粉の密集する状態は確かめられた。しかし、X線マイクロアナライザで、高倍率的に炭素粒のみのスポットを多数計測したもののから、統計的処理で縞の幅に対応する炭素含有量の差を数字化することはむずかしかった。すでに、筆者が報告³⁾したように、粗粒と微粒の混合物が斜面を流動するさい、微粒 (この場合炭素) がスリヌケにより下方へ移ることが推定できた。しかし、偏析の発生の証明、および混合操作によって均質化することの証明には、化学分析がもっとも確実である。その場合、約0.1~0.5gの分析試料のmassごと平均値を比較することになる。

5. 均質混合の確認

5. 1 還元鉄-炭素混合粉

焼結機械部品用の原料である、C 約 2%, Cu 3%, Fe 残の粉末を試料とした。鉄粉はミルスケールの還元による不規則形状粒である。添加した電解銅粉およびステアリン酸亜鉛粉の影響は本実験においては無視し、下記の混合物について炭素分析を行なった。すなわち (a) 量産バッチより採った 1 kg の混合粉、(b) これを S. M. 1 回通過させたもの、(c) S. M. 操作を 3 回行ったもの、を

Fig. 6 Fe-Cu-C 混合の炭素量分布 (分析値) の比較

ミルスケール還元鉄粉, -100メッシュ, 見掛密度3.11g/cm³, 流動度27sec/50g
銅粉 (3%添加), -200メッシュ, 見掛密度1.37g/cm³
黒鉛, +300メッシュ 35~50%, -300メッシュ <55%, 炭素分96%, ステアリン酸亜鉛0.5%

Fig. 7 炭素を添加した還元鉄粉およびガスアトマイズ粉の炭素量分布 (分析値)

試料とした炭素分析結果(各12個所)を Fig. 6 に示す。試料重量は各約 0.5 g である。図に記入したとおり、S. M. を 1 回通すと C 量の標準偏差が約半分が減る。S. M. を 3 回以上通しても標準偏差には大差なく、むしろ室内で粉末を循環させている間に炭素粉が飛散して変動しやすい。次に Fig. 6 の(a)の粉体を用い、前章(Fig. 5)に示したように細孔から落下してたい積した縞模様のある粉末を分析すると、(d)のように大きな変動を生じていた。また、同様な混合粉を、S. M. 3 回通過後、細孔から落下させ縞状偏析を生じた粉末もまた(e)に示すように偏差が大きくなっている。

このように、S. M. による均質化ならびに落下流動による分離現象が、炭素分析値の上で認められた。

5. 2 還元粉末とガスアトマイズ粉の比較

炭素を含まない鉄系粉末として、マンネスマン製の鉄粉 RZ-150HD を選び、比較する材料として Fe-Co 合金のガスアトマイズ粉(球形粒子)を用いた。後者は単独で流動時にいちじるしい粒度偏析を呈する粉末である。安息角は前者が $37^{\circ}45'$ 、後者が $25^{\circ}50' \sim 30^{\circ}20'$ であり、流動性も差がある。

これらに炭素粉を 0.8% および 1.0% 手混合してから S. M. を通し、炭素分析値を比較した。Fig. 7 に示した

ように、還元鉄粉の炭素含有量のばらつきは小さいが、球状粒子と炭素粉の混合物ではやや標準偏差が大きい。しかし、 $\sigma 0.05(\%)$ ならばまず実際作業上ゆるされる程度と思われる。なお、このように慎重に混合させた粉末でも、球状粉は移し替えのさい偏析を生じやすく、取扱い上の注意が必要である。

6. 結 言

Static Mixer は流動性のよい粉末の混合に利用できることが判明し、とくに、偏析の起こりやすい鉄-炭素混合粉末の均質化に有効であることを、多数の分析値から証明した。現在焼結機械部品の主原料である還元鉄粉は、アトマイズ粉に比べ、偏析ににくいのが、炭素添加後の混合粉が流動のさい縞状偏析を生じること、したがって炭素量のばらつきがいちじるしいことを併せて示した。

Static Mixer の利用に関し御教示いただいた、東京大学工学部大島栄次博士、ケニックスコーポレーション東京事務所山見英雄氏、石井悦雄氏、ならびに、実験に協力していただいた日立金属(株)熊谷工場ならびに磁性材料研究所のかたがた、日立粉末(株)早坂忠郎主任技師に深謝の意を表する。

引 用 文 献

- 1) S. J., Chen, R. C. Devellian, *et. al.* : Static Mixing Handbook (1973)
(訳書) 大島, 山見: スタティック・ミキシング・ハンドブック (1973) 丸善
- 2) Devellian, R. C. : Automation Feb. 1972)
- 3) アーサー・D・リトル出願: 特公 昭 44-8290,
日本特許 第553918号 (1969. 8. 27)
- 4) 竹内久祐: 粉体工学研究会誌, 14 [7], 383(1977)