減圧下での高速衝撃粉碎

青 木 功*, 山 下 敏 夫**
藤 本 哲 磨**, 松 山 卓 蔵*

An Experiment on Impact Grinding Under Reduced Pressure

by

Isao AOKI,[†] Toshio YAMASITA,^{††} Tetsuma FUJIMOTO^{††}
and Takuzoh MATSUYAMA[†]

The grinding of talc was carried out under reduced pressure using a hammer screen mill which was putting into a vacuum vessel. The effect of the pressure of the atmosphere on the grinding efficiency was investigated experimentally. The grinding conditions were from 0.08 to 93.3kPa in the vacuum vessel.

Finer products were obtained as the pressure of the atmosphere decreased. In particular, the particle size of the products was greatly influenced when the pressure of the atmosphere was less than 2.67kPa. The ratio of the incremental specific surface area produced by grinding less than 2.67kPa to that at 93.3kPa has a tendency to increase with decreasing particle size. On the other hand, the influence of the opening size of the screen on the size distribution of products at 0.08kPa was recognized. Therefore, grinding under a reduced pressure, where the friction drag of the air effect is negligible, is expected to be useful for improving grinding efficiency.

Key Words : Size Reduction, Reduced Pressure, Impact Grinding, Screen Mill, Fine Particle

1. 緒 言

従来、化学工業、医薬品工業、食品工業等においては、モース硬度2以下の軟質材の粉碎には粉碎の能率、小型であること、微粉碎の可能性、粒度の調節が可能である等の利点があることから各種の高速衝撃粉碎機が利用されている。しかしながら、この粉碎機を用いて、サブミクロン粒子を目的とする微粉碎を行うのは

はなはだ困難な仕事である。高速衝撃粉碎機でより微細な碎製物を効率よく得ることができればその適用範囲はいっそう広がるものと思われる。一般に、粉碎には3 μ m近傍に一つの限界があり、この限界を破るため幾つかの微粉生成機構が導入され微粉側への性能向上が試みられている¹⁾。高速衝撃粉碎機で微粉碎を行うにはハンマーの回転数を増加させることが、少なくともある条件で有効であることがわかっている。しかし、ハンマーの回転速度にはモータの性能やミルの機械強度の制約から限界があり問題がある。著者らは、微粉碎が行えるように、粒子が受ける衝撃の頻度を大きくするため粉碎室の気流の影響を考慮して減圧下で粉碎を試みた^{2,3)}。すなわち、常圧近傍では回転ランナーの高速回転により旋回気流が発生し、粒子は旋回気流によって逃げるのでハンマーとの相対衝撃速度が小さくなり、ついには粉碎は進行しなくなる。しかし、減

平成元年2月22日受付

粉体工学会第24回技術討論会 平成元年6月発表

* 関西大学工学部化学工学科(〒564 吹田市山手町3-3-35)

TEL 06-388-1121 内線 5731

** 不二パウダル(株)(〒536 大阪市城東区中央2-2-30)

TEL 06-933-1511

† Department of Chemical Eng., Faculty of Eng., Kansai Univ., 3-3-35 Yamate-cho, Suita, Osaka 564

†† Fuji Paudal Co.Ltd., 2-30, 2-choume, Chou, Joto-ku Osaka 536

圧下では粉碎室の被粉碎物の粒子群の運動が緩慢なため、回転ランナーの粉碎力が粒子の粉碎に効果よく作用することが期待できる。

本報では高速衝撃粉碎機を減圧雰囲気下で運転し、粉碎効果におよぼす操作圧の影響を検討した。その結果を報告する。

2. 実験装置および方法

実験に用いた粉碎機は不二パウダルK.K製サンプルミルKⅢ-I型で、その概略をFig.1に示す。粉碎材料は原料ホッパーから別駆動のスクリーフィードにより一定速度で粉碎室に供給され、ここで高速回転している6本のシング・ハンマーと、上半円周に設けられたライニング・プレートとの間で、瞬時に衝撃粉碎され、下部半円周にセットされたスクリーンより機外に排出される。用いたスクリーンの目開きおよび開口比をTable 1に示す。

実験装置フローシートをFig.2に示す。上記した粉碎機を真空容器内に設置した。原料ホッパーには蓋を取り付け、砕料を300g装填した後、密閉した。容器に接続した排気装置（日本真空技術K.K製、YM-100C）を用い系内を所定の圧に設定した。系内圧が安定すると同時にスクリーフィードを用いて0.3g/s程度の速度で砕料を粉碎室に供給した。所定の時間ミルを運転した後、供給モータとミルのモータを同時に停

Fig.1 Schematic diagram of a hammer mill

Table 1 Opening size and opening area ratio of the screens

No	Opening size [mm]	Opening area ratio [-]
1	0.5	0.1226
2	1.0	0.2267
3	1.5	0.2267

Fig.2 Schematic diagram of experimental apparatus

止させ、スクリーン通過産物をミル下部に設置した採取部で採取した。繰り返し粉碎実験は採取した砕製物を再び原料ホッパーに装填し、これを粉碎した。この操作を所要の回数まで繰り返した。なお、繰り返し粉碎実験は目開き2mmのスクリーンのものを用いた。ハンマー回転数は200 rps、周速度は80m/sである。ただし、ミル内での粒子の見掛けの衝撃粉碎頻度を推定するための実験の場合は、ハンマー回転数33 rps、周速度13.3m/sの条件下で行った。砕料はそれぞれ粒度が異なる3種のタルク（日本タルクK.K製）を用いた。これらを便宜上タルクNo.1（メディアン径7 μ m）、タルクNo.2（メディアン径15 μ m）、タルクNo.3（212～1180 μ m）とする。砕製物の粒度分布の測定は音波フルイ（日陶科学K.K. ANF-30）および遠心沈降式粒度測定装置を用いた。また、比表面積は測定原理が空気透過法であるBlane法を用いて測定した。なお、操作圧は0.08～93.3kPaの範囲で変化させ、系内の真空度は2.67kPa以下の場合はピラニゲージを、それ以上の場合は水銀柱マンオメータを用いて測定した。

砕製物のX線回折パターンの変化はX線回折装置で調べた。測定条件はtarget CuK α 、管電圧30kV、管電流10mA、時定数1s、走査速度1°/min、記録速度、1cm/min、スリット幅2°-0.3mm-2°である。

3. 結果および考察

3.1 衝撃粉碎頻度について

衝撃粉碎機の粉碎機構は(1)粒子とハンマーの衝突。(2)粒子とライニングプレートとの衝突。(3)粒子同士の衝突。の3通りが考えられる。粒子の飛行速度は空気抵抗のため減速され、この度合いは粒子の大きさの2乗に反比例する⁴⁾。したがって、粒子が細くなるにつれ衝撃速度は遅くなる。しかしながら、減圧雰囲気下では真空度が高くなるにつれ空気抵抗は減少するため粒子の減速度合いは少なくなり衝撃速度は減少

せず、微粉が生成できる。空閑らは単一衝撃粉碎における粉碎確率・破碎関数を用いて、測定した碎製物の粒度分布からミル内での粒子の見掛けの衝撃粉碎頻度が算出できることを報告している^{5,6)}。空閑らと同様の方法でミル内での見掛けの衝撃粉碎頻度を推定し、操作圧と微粉化との関係を検討した。見掛けの衝撃粉碎頻度 λT は次式を用いて推算した。

$$w_F = [1 - \lambda T B P + \lambda T P]^{-1} w_F \tag{1}$$

各々の操作圧での見掛けの衝撃粉碎頻度 λT は93.3 kPaでは77程度、2.67kPaでは250程度、1.33kPaでは333程度および0.133kPaでは800程度となった。真空度が高くなるに従い、見掛けの衝撃粉碎頻度 λT は増大する傾向が得られた。0.133kPaにおける見掛けの衝撃粉碎頻度 λT と93.3kPaでのそれと比較すると前者は後者のおよそ10倍に増加した。真空度が高い雰囲気下での粉碎操作を行うことにより微粉碎が可能であることを単一衝撃粉碎の粉碎確率・分配関数を用いた速度論的解析により説明できた⁹⁾。

3.2 比表面積

砕料を繰り返し粉碎した場合の碎製物の比表面積の変化をFig. 3に示す。これらの値はBlane法により測定したため絶対値として採用するには問題があるが、碎製物間での相対的な比較を行う場合には意味ある比較ができる。常圧近傍から5.33kPaの範囲では粉碎の進行に対する操作圧の影響は認められなかった。しかし、2.67kPa程度以下の雰囲気下では粉碎環境が粉碎

Fig. 3 Transition of spcific surface area against to the number of grinding operation

Fig. 4 Relationship between p and $\frac{\Delta S_p}{\Delta S_{93.3}}$

の進行にきわめて大きな影響をおよぼし、その度合いは真空度が高くなるに従い大きくなる傾向を示した。粒径をパラメーターにして操作圧 p (kPa)に対して $\Delta S_p / \Delta S_{93.3}$ をプロットしたものをFig. 4に示す。砕料にタルクNo.1を用いた場合、93.3kPaでは比表面積の増加分は1.1倍程度に過ぎないのに対し、0.08kPaでのそれは5倍程度になっている。また、田中ら、橋本らが指摘しているように $\Delta S_p / \Delta S_{93.3}$ の値は粒子径が減少するほど増大する傾向がみられた^{2,3)}。2.67kPa程度以下の雰囲気下では操作圧が粉碎速度や粉碎限界に対し顕著な効果を発揮することが認められた。

3.3 粉碎生成物の粒度分布

粉碎回数に伴う碎製物の粒度分布の推移についての実験結果の一例をFig. 5に示す。操作圧は粉碎初期での碎製物の粒度分布に顕著に現れている。5.33～93.3 kPaの範囲においては操作圧に関係なく碎製物の粒度分布は同様な傾向を示した。図中では8回パスとして示したが、実際には3回パス程度で粉碎はほとんど進まず限界粒度分布に達している。これらの場合の50%平均径は3 μ mくらいであり、1 μ m以下の成分は10%程度で限界値に達している。操作圧2.67kPaでは1回パスさせただけで上記の操作圧において3回パスさせたものより粉碎は進んでいる。2.67kPaにおいて7回パスで限界粒度分布に達し、この場合に50%平均径は2 μ mくらいであり、サブミクロン粒子の成分は30%程度であった。操作圧0.08kPaの場合、1回パスの碎製物の粒度分布は操作圧1.33kPaの8回パスさせたものとはほぼ同じであった。粉碎を8回パスさせることにより50%平均径は1.2 μ mくらいになり、サブミクロン粒子の成分は40%程度になった。擬連統法ではあるが、高速度衝撃粉碎機を減圧雰囲気下で運転することにより、サブミクロン粉碎機としての可能性を見いだした。

タルクは単斜晶系で層状構造をなし、層間の結合が

Fig. 5 Transion of size distribution against the number of grinding operation at various pressure

Fig. 6 X-ray diffraction patterns of talc, ground under reduced pressure

弱いので底面に完全なへき開が生じ、剝離しやすい物質である⁷⁾。一般に層状構造物質を機械的に処理すると、はじめに層間にへき開を生じ、しだいに二次元的構造の破碎により格子不整が起り、ついにはX線の無定形化する⁸⁾。それぞれの雰囲気下で粉碎したタルクのX線回折パターンをFig. 6に示す。高真空度の雰囲気下で粉碎したほうが各結晶面の強度は弱まり、碎製物において格子不整や無定形化の進行する度合いは大きいものと考えられる。

3.4 スクリーンの作用について

微粉碎を行うには粉碎室内の粒子中の微粉を速やかに排出する必要がある⁹⁾。減圧雰囲気下で粉碎を行う場合、空気が希薄になるため粉碎特性に及ぼすスクリーンの作用を検討する必要がある。古閑らは大気圧下でスクリーンミルを運転し、スクリーンの目開きの碎製物の粒度分布への影響を報告している。それによる

と碎料の粒度がスクリーンの目開きより大きい場合には、これを碎製物のカットサイズとみなすことができるが、碎料中にその目開きより小さな粒子が存在する場合は、その目開き、開口比などの碎製物粒度分布への影響は特に認められなかったことを報告している⁶⁾。

碎製物の粒度分布を古閑らの示した次式

$$(1 - R_p(D_p)) - 1 = K \cdot D_p^\alpha \quad (2)$$

で検討した。 K および α は実験定数である。

Fig. 7(a)および(b)に各碎製物の粒度分布をEq. (2)で検討した結果を示す。碎製物の粒度分布は操作圧に関係なくEq.(2)によく一致した。 n の値は操作圧に関係なくほぼ1程度であり、この値は既往のデータと比較すると幾分小さい。 K の値は操作圧により差異が認められた。93.3 kPaの場合、碎製物の粒度分布に対してスクリーンの目開きの影響はほとんど無い。しかし、0.08 kPaではスクリーンの目開きの影響が認められ、その値が小さくなるほど碎製物の粒度分布は細

Fig. 7 (a) Relationship between $\frac{1}{R_p(D_p)} - 1$ and D_p

Fig.7(b) Relationship between $\frac{1}{R_p(D_p)} - 1$ and D_p

かくなる傾向を示した。粉碎室の空気流量 $Q = 0 \text{ m}^3/\text{s}$ で実験を行ったため、真空度が高くなるにつれ空気が

希薄になり排出速度が遅く、被粉碎物の滞留量が多くなり繰り返し粉碎が行われているものと思われる。今後、原料供給速度の影響について検討する必要がある。

4. 結 言

高速度衝撃粉碎機を減圧雰囲気下で運転し、以下の結果を得た。

(1) 0.08 kPaの雰囲気下で粉碎を行ったところ、擬連続法で8回パスさせることによりサブミクロン粒子が得られ、サブミクロン粉碎の可能性を見いだした。

(2) 2.67 kPa以下の真空度では、操作圧が粉碎性能に大きな影響をおよぼすことがわかった。

(3) 減圧下では空気が希薄になるためスクリーンの目開きが小さいほど、細かな碎製物が得られた。これはスクリーンの分級作用ではなく、被粉碎物の滞留時間の影響と考えられる。

Nomenclature

B	: matrix with element b_{ij}	[-]	ΔS	: incremental specific surface area	[m^2/kg]
D_p	: particle diameter	[μm]	w	: size distribution vector	[-]
I	: identity matrix	[-]	T	: mean residence time	[s]
n	: the number of grinding operation	[-]	λ	: apparent frequency of impact crushing in mill per unit time	[1/s]
P	: diagonal matrix with elements P_i	[-]	< Subscript >		
P_i	: impact breakage probability of particle in i -th size interval	[-]	F	: feed	
R	: cumulative distribution over size D_{pi}	[%]	P	: product	
S	: specific surface area	[m^2/kg]			

References

- 1) Jimbo, G.: *J. Soc. of powder Tech. Japan*, **22**, 380 (1985)
- 2) Tanaka, T., T. Kohata and A. Suzuki: *Kagaku Kougaku*, **12**, 1030 (1964)
- 3) Hashimoto, H., T. Shinozaki and S. Yashima: *J. Chem. Eng. Japan*, **20**, 380 (1987)
- 4) Yashima, S., Y. Arai and S. Sano: *J. Soc. of Powder Tech. Japan*, **20**, 663 (1983)
- 5) Kuga, Y., J. Koga and I. Inoue: *Kagaku Kougaku Ronbunshu*, **14**, 38 (1988)
- 6) Kuga, Y., J. Koga, K. Yamaguchi and I. Inoue: *Kagaku Kougaku Ronbunshu*, **11**, 13 (1985)
- 7) Morohashi, S., N. Sasakura, N. Ooi and S. Yashima: *J. Soc. of Powder Tech. Japan*, **25**, 11 (1988)
- 8) Kubo, T.: "Mukibutsu no Mekanokemisutori", p. 182, Tokyo Sougoh Gizyutsu Syutsupan (1987)