高速攪拌型粉体混合機の混合および解砕特性

The Mixing and Deagglomeration Characteristics
of an Agitating-type Mixer

須 貝 幸 廉*, 佐 藤 宗 武*, 小 林 万 希 子*

Yoshiyuki SUGAI*, Munetake SATOH*, Makiko KOBAYASHI*

Mixing experiments have been carried out to evaluate the mixing characteristics for an agitator-type Mixer using a binary, cohesive, fine powder system with different colors. The temporal variation in the state of mixing with time was measured by an optical method, and the power requirement was simultaneously monitored to estimate the changing flow-pattern with the charge ratio of powders in the vessel.

The influences of the revolution number of the bottom agitator and the chopper on the dispersion state were discussed based on the index of degree of attainment η , defined as a function of the lightness of the mixture, corresponding to the agglomerate size of the color component. It was found that the region of the charge ratio to give effective mixing was estimated by measuring the power requirement. In this region, the mixing rate was almost proportional to the rotational speed of the bottom agitator. The steady state and the final dispersion states of the finer and cohesive component (iron oxide) in the bulk powder (calcium carbonate) were changed by both the speed of the bottom agitator and chopper.

These results suggested that the optimal operating conditions to disperse the objective cohesive powders into the bulk powders depend on the intensity of the mixing and/or dispersion force.

Key Words : Powder Mixer, Mixing Characteristics, Deagglomeration, Optical Measurement, Power Requirement

1. 緒 言

種々の素材を混合して、目的の機能を効果的に発揮させるためには、配合比と共にそれらの分散状態と混合処理方法が重要なポイントであることが知られている。著者らは、摩擦材の摩擦・摩耗特性に対する黒鉛の有効性について検討を行ったが、このような複合材においては、添加成分を均一な分散状態とするだけでなく、脆弱成分の粒径を適度に保って分散することが重要であることを報告した¹⁾。したがって、装置内の粉体に作用する外力の程度と、混合あるいは解砕の度合いを何らかの方法で相対評価しておくことは、装置ならびに操作条件の選定に有用な情報となると考えら

れる。そこで、本報ではモデル粉体として炭酸カルシウムと酸化鉄の二成分粉体系を用いて、炭酸カルシウムバルク粉体中で酸化鉄凝集体が攪拌力を受けながら混合・解砕されていく過程と、分散の程度を評価するための基礎的研究を行った。混合機には、二種類の攪拌機構を持つ高速攪拌型混合機を採り上げ、上述の二成分粉体系を用い、操作条件と流動状態の観察および解砕特性から装置の特性を検討した。

2. 実験装置および実験方法

2.1 混合装置

Fig. 1 (a) に実験に用いた混合機の概略を示した。混合槽は底面内径 $D_0 = 0.32\text{m}$ 、開口部より槽底までの高さは 0.165m で、容積が 0.011m^3 である。槽底より 0.07m の部分から円錐状に絞り込まれ、開口部直径 0.25m となるような形状をしている。Fig. 1 (b) に攪拌羽根の概略を示した。アジテータは回転径 0.32m の三枚翼である。チョッパーは回転径 0.072m 、C 形状

1997年3月21日受付
粉体工学会秋期研究発表会(1996年11月、東京)にて発表
*大阪府立大学工学部化学工学科
(〒599大阪府堺市学園町1-1) TEL 0722-52-1161内線2332
Dept. of Chem. Eng., Osaka Prefecture Univ.
(1-1 Gakuen-cho Sakai-shi, Osaka 599)

Fig. 1 Schematic of the mixer and impellers of agitator/chopper and sampling points

Table 1 Physical properties of powders

Powder	Density (kg/m^3)			Color value L
	Loose	Pack	Peal	
CaCO_3	532	805	2600	96.8
Fe_2O_3	658	897	5200	41.7

に湾曲させた平羽根4枚を十字組にし、槽底から0.055m上方の水平軸に取り付けられている。アジテータおよびチョッパーの回転速度と消費電力は、それぞれの出力端子よりA/Dコンバーターを用いてパーソナルコンピュータに接続し連続計測が可能である。

2.2 粉体試料

試料粉体として、炭酸カルシウム (Super # 1500 ; 丸尾カルシウム) および酸化鉄 (140ED ; 戸田工業) を使用した。これらの代表物性値および明度値 L を Table 1 に示した。

2.3 実験方法

まず、炭酸カルシウムを一定時間攪拌して凝集体を解砕し、初期仕込条件が一定となるようにした。その後、回転速度を設定した混合機に、炭酸カルシウム：酸化鉄の重量比が95:5となるよう精秤して一括投入し実験を開始した。あらかじめ決められた時間毎に、

槽内の所定の5箇所よりスパチュラを用い試料約50gを採取し、色彩色差計 (CL-100) を用いて混合物の明度を測定した。試料採取箇所を Fig.1 (c) に示した。また、攪拌時の消費電力を連続的に計測した。

操作条件は、容積に対し試料装入率 $f=0.1\sim0.7$ 、攪拌翼速度 $N_{\text{ag}}=0.83\sim13.3\text{s}^{-1}$ 、チョッパー回転速度 $N_{\text{ch}}=0\sim50\text{s}^{-1}$ の範囲で変化させた。

3. 実験結果および考察

3.1 粉体の流動状態

混合槽内の粉体は、試料装入量と攪拌速度によってその流動状態が変化していることが観察された。そこで、流動状態の特徴について攪拌動力から検討した。Fig. 2 に電力 W とアジテータの回転速度 N_{ag} の関係を装入率 f をパラメータとして示した。 W は、試料無装入状態における定常電力値 W_0 を差し引いた正味の消費電力である。これより f が一定の条件では、 W は N_{ag} に比例した。ここで、攪拌トルクを T とすると W は Eq.(1) のように表せる。

$$W = 2\pi N_{\text{ag}} T = k_0 \cdot N_{\text{ag}} \quad (1)$$

ここで、 $k_0 = 2\pi T$ であり、したがって本実験範囲では攪拌トルクは回転速度に影響されずほぼ一定であった。この傾向は、リボンやパドル型攪拌装置において、遠心効果があまり大きくない速度範囲では攪拌トルクが回転速度によらず一定であるという結果⁴⁾と一致した。一方、 W は装入率 $f=0.4$ 付近までは f の増大と共に増加した。Fig. 3 に Eq.(1) の比例定数 k_0 を粉体装入量 M の関係で示した。 k_0 は試料装入量の増大

Fig. 2 Relationships between net power requirement and rotational speed of the bottom agitator

Fig. 3 Relationship between coefficient k_0 defined by Eq.(1) and mass of the charged powders

Fig. 4 Flow pattern of the powder in the vessel

と共に増加するが、装入率 $f=0.4$ 以上では増加率が急変して小さくなった。これは、本装置においては、試料装入率 $0.1 < f < 0.4$ の範囲ではアジテータによる攪拌効果が粉体層全体に作用し、試料全体が循環流動しながら混合が進行していると考えられ、Fig. 4 (a) のような流動状態と推察される。一方、粉体装入率 f が 0.4 を越えると攪拌効果が試料上層部まで伝達されず、Fig. 4 (b) のように上部に流動状態の緩慢な層が形成されるため、試料装入率が増加しても攪拌トルクは微増するにとどまると考えられる。これらの流動状態は混合槽上面からの観察によって確認された。このような流動状態の相違はFig.3に示す k_0 と M の関係か

Fig. 5 Calibration of the relation between the mean size of agglomerates, D_{50} and the degree of attainment, η

らも推察できる。本実験で用いた試料粉体においては次のような関係が得られた。

$$k_0 = 2\pi T = k \cdot M \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \text{ここで, } k &= 8 & 0.1 < f < 0.4 \\ k &= 0.4 & f > 0.4 \end{aligned}$$

3. 2 粉体の混合・分散効果に及ぼす操作条件の影響

3. 2. 1 混合・分散状態の評価

炭酸カルシウムと酸化鉄の混合物を攪拌すると、炭酸カルシウム媒体中で酸化鉄の凝集体が解砕・微粒化されながら混合が進行し、試料混合物全体の明度値 L が変化する。このことを利用して炭酸カルシウム媒体中における酸化鉄凝集体の混合・分散過程を追跡し、攪拌機の特徴を評価した²⁾。炭酸カルシウム：酸化鉄を重量比95：5で配合し、明度が一定となるまで混合したときの値を L_{std} とした。この状態へ到達する程度を示す尺度としてEq.(3) の η を定義し、本粉体系における混合・分散過程の指標とした。

$$\eta = \frac{L_0 - L}{L_0 - L_{std}} \quad (3)$$

ここで、 L_0 は炭酸カルシウムの、 L は試料の明度値である。また、試料装入率 $f=0.3$ 、アジテータ回転速度 $N_{ag}=1.67 \sim 13.3s^{-1}$ 、チョッパー回転速度 $N_{ch}=0 \sim 50s^{-1}$ およびチョッパー翼を取り付けない状態で攪拌を行い、混合処理中の粉体を採取して直径 $0.01m$ 、深さ $0.01m$ の円筒セルに軽く一定圧力で充填し、スクレーパーで上表面から水平断面を切り出しな

Fig. 6 Effect of the charge ratio, f on the degree of attainment, η at $N_{ag} = 3.33s^{-1}$, $N_{ch} = 8.33s^{-1}$

Fig. 7 Effect of charge ratio, f on the attaining time, t_{50} to the half value of η

から層断面に存在する酸化鉄凝集体の特性X線像を撮影した。これらの画像より画像解析装置 (LUZEX-FS: ニレコ製) を用いて酸化鉄凝集体の円相当面積径 D_{50} を計測した³⁾。

酸化鉄の凝集体粒径 D_{50} が $100\mu m$ 以下の範囲において、 D_{50} と η の間には Fig. 5 のような良好な直線関係が得られ、Eq.(4) により相関できた。

$$D_{50} = -131(\eta - 1) \quad (4)$$

ただし、 $5 < D_{50} < 100\mu m$ である。

3. 2. 2 粉体装入率 f

Fig. 6 にアジテータ回転速度 $N_{ag} = 3.33s^{-1}$ 、チョッパー回転速度 $N_{ch} = 8.33s^{-1}$ 一定とし、試料装入率 f を変化させた場合の η と混合時間 t との関係を示した。 η は混合時間と共に増加するが、粉体装入率 f によ

Fig. 8 Relationships between the degree of attainment, η and total revolution number of the agitator

て増加傾向が変化した。ここで、操作条件の差異が明瞭に現れている範囲の代表として、 η が 0.5 (酸化鉄凝集体粒径 D_{50} が $65\mu m$) に到達するまでに要する混合時間 t_{50} を Fig. 6 から最小二乗法により近似式を求め推定したところ、Fig. 7 の関係が得られ、 $f = 0.3$ 付近で最小値を示した。Fig. 3 の関係から $0.1 < f < 0.4$ の範囲において、 t_{50} は f に対し比例関係を示すと考えられたが、実験により $f = 0.3$ 付近に装入率の最適値が存在することが確かめられた。以上の検討結果から、以下の実験では装入率 $f = 0.3$ として検討した。

3. 2. 3 アジテータ回転速度 N_{ag}

到達度 η とアジテータ回転総数 ($N_{ag} \cdot t$) の関係を、チョッパーを取り付けなかった場合 (チョッパー無) および取り付けた場合 (チョッパー有) について、それぞれ回転速度をパラメータとして Fig. 8 に示した。

チョッパー無の場合、回転総数約 1000 までは η の変化傾向に大きな差は現れなかった。すなわち、回転速度の違いは平衡状態へ到達するまでの回転総数には影響せず、平衡状態における分散状態 η_{∞} の値に関係していると考えられる。チョッパー有の場合、攪拌初期から η の変化傾向に差異が認められた。これは、アジテータの回転により流動している粉体が、チョッパーに衝突した際の衝撃により解砕され、攪拌効果が増大したためと考えられる。

図中には比較のため高速楕円ローター型混合機の結果を示した⁵⁾。高速楕円ローター型混合機では、 N_{ag}

Fig. 9 Mean size of agglomerates, D_{50} at the equilibrium state of mixing

Fig. 10 Effect of the rotational speed of the chopper on the mixing curves

が増大するに従い同じ回転総数でもより高い η を示した。すなわち、攪拌初期より平衡状態に達するまでの η の変化傾向に差異が現れており、回転速度の影響が顕著であることを示している。

本装置において、チョッパー無の場合、 N_{ag} を増大しても η は大きな差異を示さなかった。すなわち、 N_{ag} を増大するに従い試料が飛散状態となり、有効な攪拌が行われなくなると考えられる。しかし、チョッパー有の場合、 N_{ag} の増大に従い η もより高い値を示し、攪拌効果が増大していることが確認された。また、チョッパー有・無共に、 N_{ag} の増大に従い η_{∞} はより大きな値を示しており、試料に加えられたエネルギーは N_{ag} の増大と共に上昇していることが示唆された。

$N_{ag} \cdot t = 1.5 \times 10^4$ 回時点での混合の平衡状態における酸化鉄の凝集体平均粒径 D_{50} は、Fig. 9に示すよう

Fig. 11 Variations of the mean size of agglomerates, D_{50} with chopper speed, N_{ch} at $\eta=0.5$ under the conditions of $f=0.3$ and $N_{ag}=3.33s^{-1}$

に回転速度の増加と共に減少し、チョッパー無の場合、最小 $9.8\mu m$ に、またチョッパー有の場合、最小 $7.1\mu m$ まで解砕された。図中には参考のために高速楕円ローター型混合機の結果も例示した。

3. 2. 4 チョッパーの分散効果

アジテータ回転速度 $N_{ag}=3.33s^{-1}$ 一定としてチョッパー回転速度 N_{ch} の効果について検討した。Fig. 10に $f=0.3$ における η と混合時間 t との関係を N_{ch} をパラメータとして示した。また、Fig. 11には N_{ch} と、 η がほぼ平衡状態となった攪拌開始より1500秒後の凝集体平均粒径 D_{50} および、 $\eta=0.5$ に到達するのに要した時間 t_{50} の関係について示した。 N_{ch} の増加と共に D_{50} は小さくなっており、攪拌効果が増大していることが分った。ここで、チョッパー有・無を比較すると、チョッパー翼を取り付けただけ($N_{ch}=0$)で η は上昇した。つまり、チョッパー翼は邪魔板的な効果を現し、凝集体の解砕がより進行したことが明らかとなった。

4. 結 言

高速攪拌型混合機内の粉体の流動と混合・分散特性を、炭酸カルシウム・酸化鉄二成分粉体系を用いて所要動力と酸化鉄凝集体の分散過程から評価することを試み次のような結果を得た。

- 1) 所要動力が装入率に比例する範囲では、粉体は全体的な循環流れを形成していることが明らかとなり、本装置においては $0.1 < f < 0.4$ の範囲であった。
- 2) 本粉体系において、混合・分散作用を効果的に発揮するような適度な装入率範囲があることが示された。

3) 本実験の範囲内において、アジテータ回転速度 N_{ag} は、試料が分散の平衡状態に達するまでのアジテータ総回転数には影響を与えなかったが、 η_{∞} における酸化鉄の凝集体粒径 D_{50} は回転速度が増大するに従い小さくなることが分った。

4) チョッパー翼はこれを設置しただけで分散効果を上昇させることが示された。また、チョッパー回転速度を大きくするに従い分散効果が増大し、最終的な酸

化鉄の凝集体粒径 D_{50} は小さくなることが示された。

以上のように、所要動力と酸化鉄の分散に伴う明度変化から、操作条件の違いにより現れる装置の微妙な特徴を評価できることを示すと共に、各種物性の異なる粉体素材を混合・分散・複合化する場合の操作指針を得ることができた。

Nomenclature

D_{50} : area basis average diameter (Heywood's) (μm)	M : mass of the charged powders (kg)
f : charge ratio of the powders (—)	N_{ag} : rotational speed of the bottom agitator (s^{-1})
k_0 : experimental coefficient defined by Eq.(1) ($\text{N} \cdot \text{m} / \text{kg}$)	N_{ch} : rotational speed of the chopper (s^{-1})
k : experimental coefficient defined by Eq.(2) ($\text{N} \cdot \text{m}$)	T : torque ($\text{N} \cdot \text{m}$)
L : lightness of the sample powder (—)	t : time (s)
L_0 : lightness of the bulk component (white) (—)	W : net power requirement of the mixture ($\text{N} \cdot \text{m} / \text{s}$)
L_{std} : lightness of the standard powder mixture (—)	W_0 : idling power requirement for $f=0$ ($\text{N} \cdot \text{m} / \text{s}$)
	η : degree of attainment defined by Eq.(3) (—)

References

- 1) Sugai, Y., K. Iida, M. Arai and K. Seki : "Friction Characteristics of Graphite for Brake Friction Materials", *J. Soc. Powder Technol. Japan*, **33**, 782-787 (1996)
- 2) Satoh, M., K. Yamashita, T. Yoshida, S. Hasagawa and K. Miyanami : "An Evaluation of the Mixing Characteristics of Solid Mixers Using Adhesive Fine Powders", *J. Soc. Powder Technol. Japan*, **30**, 390-396 (1993)
- 3) Satoh, M., T. Yoshida, T. Yanagida, T. Iwasaki and H. Kimura : "Evaluation for the Mixing Process Based on a Disintegrating-Rate-Model of the Powder Agglomerates", *J. Soc. Powder Technol. Japan*, **34**, 330-336 (1997)
- 4) Satoh, M., Y. Abe, K. Yoshikawa and T. Yano : "Power Requirement of Horizontal Ribbon Mixers", *J. Res. Soc. Powder Technol. Japan*, **14**, 441-447 (1977)
- 5) Satoh, M., T. Yoshida, K. Miyanami and Y. Okudaira : "Evaluation of the Performance of a High-speed Elliptical-Rotor-type Powder Mixer", *J. Soc. Powder Technol. Japan*, **31**, 789-794 (1994)