



新素材粉体の空気分級操作に関する最新技術動向

Current Trends in Air Classification of Powder Raw Materials for Advanced Materials

シュテフェン サンダー

Steffen SANDER

ホソカワアルピネ AG 技術本部 研究開発責任者

Head of R&D, Technical Division, Hosokawa Alpine Aktiengesellschaft, GERMANY

抄 録

粉体材料が用いられる様々な応用分野において、原料粉体の粒度および粒子径分布の形状は、最終製品の特性に大きな影響を与える。そのため、回転ロータを用いた分級機による空気分級操作は、長年にわたって、粉体プロセスにおいて高度な分級プロセスとして利用されている。しかしながら、装置内で生じているミクロな現象は、現在も十分には解明されておらず、重要な研究課題となっている。実際には、次の3つの傾向が現在重要となっている。それらは、微粉に対する関心が強くなっていること、要求される品質を保証する粒子径分布の調整が重要となっていること、日用品の製造において特に重要な分級プロセスの比動力消費量の減少に配慮すること、である。

ABSTRACT

For many applications, the fineness and the shape of the particle size distribution of the powders used as raw materials have an important influence on the properties of the final products. Therefore, air classification utilising deflector wheel classifiers has been state of the art in powder processing for many decades. However, the micro processes taking place inside these machines are still not fully revealed and remain subject to further investigations. In practice, three main trends can be observed today: tendency to finer powders, the need for tailored particle size distributions in order to ensure quality requirements, and the focus on the reduction of the specific energy consumption of air classification processes, which is especially important in the production of commodities.

1 背景

微粉体の生産は、様々な分野での粉体材料の産業応用において大変重要な操作になっている。固体原料粉の粒度は、最終製品の品質を左右する最も重要な因子である。多くの場合において、粉体の粒子径分布の形状も粉体の粒度と同様に重要な因子である。

ロータ型分級機は、粉体プロセスにおいて、一般に、粉体の粒子径分布の97%通過径 x_{97} が 100 μm

以下の様々な粒度の品質をもつ粉体に分級するのによく使用されている。多くの場合、これらの分級機は、粉砕機と一緒に閉回路系で使用されるか、もしくは、分級機内蔵型衝撃式ミルのように粉砕機の一部として利用されている。

特に、超微粉の製造において、分級機を備えた粉砕機、例えば衝撃式分級ミル、テーブルローラーミル、流動層式ジェットミル、媒体攪拌型ミルなどが、広い応用分野で利用されている。これらの粉砕機に

において、原料粉体は粉砕機に供給され、機内で粉砕される。その後、気流の流れによって、分級部に輸送され、回転するロータにより分級される。すなわち、微粉は、気流により排出されるが、粗粉は分級ロータによってはじかれて、再度ミル内に戻されて、供給原料粉と混合し、再びミル部に供給され、粉砕されることになる。

表1は、400 AFG 流動層式対向型ジェットミルを用いた場合の一連の粉砕試験の結果を示す。DOE (Design of Experiments) の試験指針に従い、分級ロータの回転速度、粉砕圧、ノズルの径および長さを変化させて試験が行われた。試験結果より、それぞれの変数のピアソン (Pearson) 相関係数が示されている。もちろん、分級ロータの速度が、最も微粉体の製品の粒度の変化を支配するが、他の操作変数、装置形状も処理量や比エネルギー消費量に明確な影響を与えていることがわかる。したがって、ロータ型分級機の性能を改善することは、超微粉を製造するプロセスの開発にとって大変重要なことである。

2 ロータ型分級機の基本原理

ロータ型分級機の内部において、分散した粒子は気流により、高速で回転する分級ロータ内を通過する。分級ロータの回転により、分級ゾーンに入った粒子は、二つの相反する以下の力を受ける。

- ・中心から外に向かって放射状に作用する遠心力：

$$F_c = \frac{\pi}{3} x^3 \cdot \rho_s \cdot \frac{v_r^2}{D} \quad (1)$$

ここで、 x は粒子径、 ρ_s は粒子密度、 v_r は分級ロータの回転による気流の接線方向の速度、 D は分級ロータ径である。

- ・分級ロータの内側へ流れるときに生じる、中心に向かう空気抵抗力

$$F_d = c_d(Re) \cdot \frac{\pi}{4} x^2 \cdot \frac{\rho_g}{2} v_r^2 \quad (2)$$

ここで、 $c_d(Re)$ は粒子の抵抗係数、 ρ_g は気体の密度、 v_r は気流の半径方向の速度である。

ある一定のパラメータと粒子密度において、二つの力は、一定の粒子径 x_{eq} で均衡し、このとき、半径方向の気流の速度 v_r は、 x_{eq} およびパラメータより、次式で与えられる。

$$v_r = 1.63 \sqrt{\frac{\rho_s \cdot v_r^2 \cdot x_{eq}}{\rho_g \cdot c_d(Re) \cdot D}} \quad (3)$$

微粒子の分級では、粒子周りの気流が層流状態になっているとすると、粒子の抵抗係数 c_d は $c_d=24/Re$ と近似される。したがって、分級における均衡径 x_{eq} へのパラメータの影響を表す分級の基礎式は次式のように導出される。：

$$x_{eq} = 3 \sqrt{\frac{v_r \cdot \eta_{gas}}{v_r^2 \cdot \rho_s} \cdot D} \quad (4)$$

この x_{eq} より粗い粒子は、分級ロータによりはじかれて運動方向が変えられ、粗粉として排出される。一方、 x_{eq} より小さい粒子は、分級ロータを通過し

表1 400 AFG 流動層式対向型ジェットミルを用いた石灰石粉体の粉砕分級試験でのピアソン (Pearson) 相関係数 (n_{Class} : 分級ロータの回転速度, p_{nozzle} : 粉砕圧, d_{nozzle} : ノズル径, x_{nozzle} : ノズルの長さ, SEC: 比エネルギー消費量, Q: 処理量)

Table 1 Pearson correlation coefficient matrix of a series of tests utilising a 400 AFG fluidized bed jet mill, material: limestone (n_{Class} : deflector wheel speed, p_{nozzle} : grinding pressure, d_{nozzle} : diameter, x_{nozzle} : distance of nozzles, SEC: specific energy consumption, Q: throughput)

	n_{Class} [1/min]	p_{nozzle} [bar]	d_{nozzle} [mm]	x_{nozzle} [mm]
SEC [KWh/t]	0.84	-0.10	-0.30	-0.30
Q [kg/h]	-0.58	0.45	0.59	0.59
x_{10} [μ m]	-0.82	0.21	0.36	0.36
x_{50} [μ m]	-0.85	0.19	0.38	0.38
x_{90} [μ m]	-0.85	0.19	0.35	0.35
x_{97} [μ m]	-0.85	0.19	0.34	0.34
x_{50}/x_{97} [-]	0.34	-0.03	0.07	0.07
x_{90}/x_{10} [-]	-0.56	0.06	0.14	0.14

て回収される。この粒子の分級の基本的原理は、文献^[1]で述べられている。

(3) 式を無次元形に変形すると、実際に分級実験の結果と基礎式との比較がわかりやすくプロットされることになる。図1より、微粉の x_{97} のフィッティング係数として2を導入すると、広い範囲での分級の実験データを相関することが可能となるのがわかる。この概念は、最初にFurchner and Zampini (2009)^[2]により提案され、分級機的设计や最適なパラメータの決定に最も便利なツールとなっている。

最近では、特に粒子画像流速測定法 (PIV: Particle Image Velocimetry) を用いた計測や計算流体力学 (Computational Fluid Dynamic: CFD) による数値計算による分級ロータの周辺や内部の気流の評価^[3]や分級部での粒子の運動に関する評価^[4]の研究が進んでいる。 x_{97} の値とともに、分級機の特性を評価するのに他の特性も用いられている。ここで2, 3の例を挙げると、分級機での微粉の収率、処理量も設備コストや運転コストと関連して、技術者にとって大変重要な変数である。部分分離効率曲線、すなわち、Tromp 曲線もしばしば、分級機の性能や操作条件を比較するのに使用される。このことは、文献^[5]で詳細に述べられている。

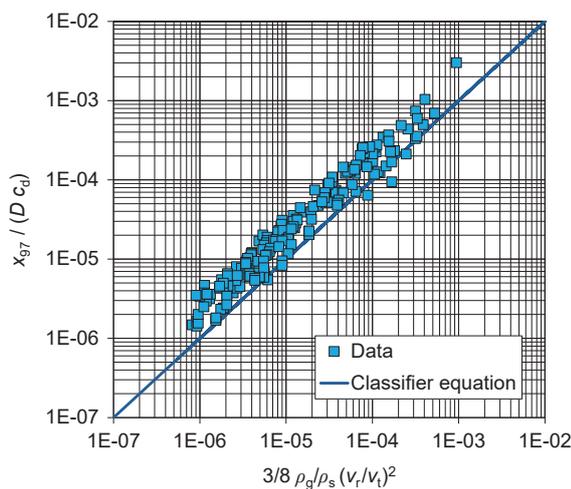


図1 無次元粒子径と無次元操作変数との相関関係。分級ロータの直径：200–500 mm；ロータの径に対する長さの比：0.13–0.6；半径方向の気流速度：5–50 m/s；周速：9–70 m/s；粒度 x_{97} ：5–200 μm ^[2]

Fig. 1 Dimensionless particle size versus dimensionless operating parameters. wheel diameter: 200–500 mm; length-to-diameter ratio: 0.13–0.6; radial air velocity: 5–50 m/s; peripheral speed: 9–70 m/s; fineness x_{97} : 5–200 μm ^[2].

3 最近の動向

現在、様々な産業で用いられる粉体技術では、以下の三つの主な動向が見られる。すなわち、より微細な粉体を利用する動向、要求される品質を満たすために必要な粒子径分布へ調整する動向、無機系のフィラーやその他の日用品の大量生産において特に重要となる気流分級機の比エネルギー消費量を減少させる動向である。

3.1 微粉体を利用する傾向

粉体材料の応用において、原料材料として利用する粉体の粒度は、最終製品の特性に大きな影響を与える。

- ・ポリマーに充填されるフィラー材料の場合、より微細な微粒子が混合されるとポリマーの強度が改善されることになる。したがって、無機系のフィラーの充填量を増加させることが可能になると、製造コストは低くなり、さらに光学特性も良くなる。
- ・ケイ酸塩セラミックスの製造において、微細な原料粉が使用されると破壊じん性が強くなるなど、材料の特性の改善につながる。
- ・医薬品における有効成分の場合には、微粒子を使用するほど薬物の溶解が速く進む。それ故、多くの場合に、より小さな微粒子を用いることで製品の付加価値が上がることになり、結果として高価格の製品開発に繋がる。

(4) 式より明らかなように、分級ロータの周速を高くし、半径方向の気流の速度を低くするほど、微粉が分級されるようになる。超微細な領域での分級では、分級機は通常粉砕機を備えた閉回路システムもしくは分級ミルに組み込んで使用される。これは、粒径が2, 3 μm 程度の微粒子の分散が非常に困難であることに因る。さらに、分級機での粒子のカットの鋭さが低下し、バイパスする量が増加すると、微粉の収率が低下することになる。しかしながら、的確な操作条件を選択すると、超微粉が効率良く生産されるようになる。

図2は、400 TDG 流動層式分級ミルを用いて製造された x_{97} が1 μm のタルク粒子に関する例を示す。分級ミルの一部である200 TTD分級機では、120 m/sまでの周速での操作が可能となる。分級ロータの特異な形状は、たとえこのような高速条件下でも妥当な範囲の圧損を保つのに大変役に立っている。

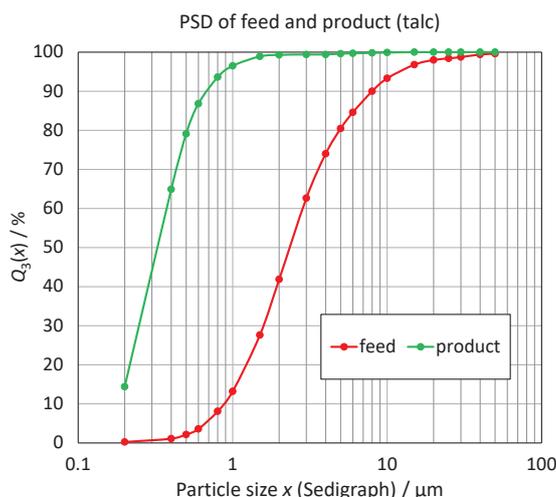


図2 HOSOKAWA ALPINE AG のテストセンターに配置された 400 TTD の装置外観とタルク試験での原料および製品の粒子径分布^[6]

Fig. 2 Image of the 400 TTD at the test center of HOSOKAWA ALPINE AG and particle size distributions of feed material and product of a test with talc^[6].

別の試験結果の例を図3に示す。テストセンターでは、媒体攪拌型ミル Pulvis PV 6000 を用いて、 $x_{97}=1.7\mu\text{m}$ のアルミナ粉を生産するために一連の試験が行われた。試験システムでは、通常は ATP 分級機を利用するが、黄色の実験値で示すように、このセットアップでは目的の粒度レベルを達成することができなかった。そこで、目的の範囲の粒度を持つ微粒子を生産することができるように TTC 分級機を使用した。次のステップとして、風量や分散助剤の濃度のような操作条件を、十分に高い処理量が得られるように系統的に最適化した。また、より大きな装置にスケールアップできるように操作条件を選択した。

分級ミルを開発するときの現在の問題として、ミル内での材料粉体の挙動に関する実証済みのモデルがないということであり、もしも有用なモデルがあれば、粉碎、輸送および分級過程を別々に最適化することが可能となる。このようにミル内で生じているプロセスを評価できる、より洗練されたモデルを発展させることは、今後の課題である。

3.2 利用目的に応じた粒子径分布の調整

多くの応用において、利用目的に合致した粒子径分布は、最終製品の特性を保証するために重要である。以下の例は、この動向を理解するのに典型的な

例である。

- ・紙おむつのための通気性フィルムの製造には、ある一定の大きさで揃った重質炭酸カルシウム (GCC) フィラーがフィルムに必要なポア径を作製するのに必要となる。さらに、 $20\mu\text{m}$ の湿式ふるい上の残留物の混入は、押し出し機内でのポリマーとフィラーの混合物の走行性を良くするためにできるだけ低く抑える必要がある。
- ・リチウムイオンバッテリーのための黒鉛粉体は、様々なサイズに粉碎された後、球形化処理される。また、電気化学的特性を改善するために、他にも様々な要件があるが、粉体の粒子径分布のサイズ比、 x_{90}/x_{10} の値が、2 から 3 の範囲に入るように調整されなければならない。
- ・積層造形に用いる金属粉は、流動性およびハンドリングのトラブルをなくすためにダスト粒子が付着していないことが必要である。一方、粉体の粗い側の分級は、積層過程で形成される粉体層の平坦性を達成するのに重要であり、製造された部品の品質にとって極めて重要である。

上の3番目の例をもう少し詳細に説明するために、図4は、TTSP分級機とシステム全体の構成を示す^[7]。この機能が強化されたシステムでは、HOSOKAWA ALPINE の2台の分級機が直列に配置された TTSP タンデム分級機が用いられ、積層造形

への要求に厳密に対応したシャープな粒子径分布をもつ粉体をワンステップで生産することができる。分級機に供給される粉体は、通常、アトマイズシステムにより製造され、連続的に TTSP 分級機に供給投与される。まず、最初の分級機では、15 μm 以下の望ましくないダスト粒子が分離される。ダスト粒子は、分級機から空気輸送されて、サイクロンもしくはフィルターで捕集される。

最終製品は、2 番目の分級段階で生産される。この目的を達成するために、底部に設置した分級ロー

タの分級径より小さな粒子は、通過するように設計されている。結果として中間サイズの粒子はサイクロンもしくはフィルターに空気輸送され捕集される。粗大粒子は、二つの分級ロータによって、はじかれて、粗粉として機器の底部から排出される。

図 5 は、高温ガスアトマイズ法により合成された Ti64 粉体の分級結果を示す。この粉体製品は TTSP 分級機で Ar ガスを用いて得られた。結果として得られた最終製品（緑の曲線）の粉体は、大変鋭い粒子径分布 (PSD) を示し、細かいダスト粒子は大

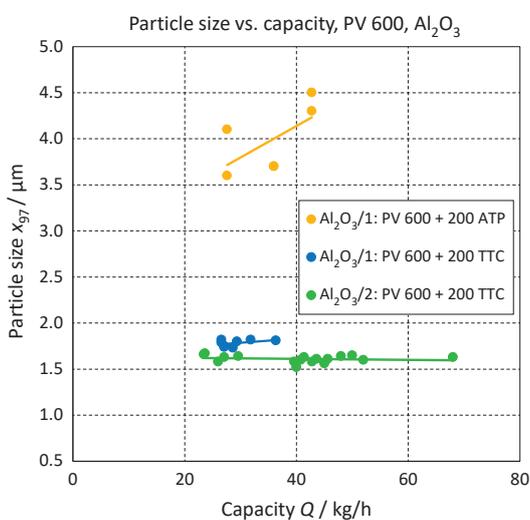


図 3 PV 600 の装置の外観と異なる分級機および操作条件を変化させた場合のアルミナ粉体での試験結果の比較
Fig. 3 Image of the PV 600 and results of a series of tests with Al₂O₃ using different classifiers and varying operating conditions.

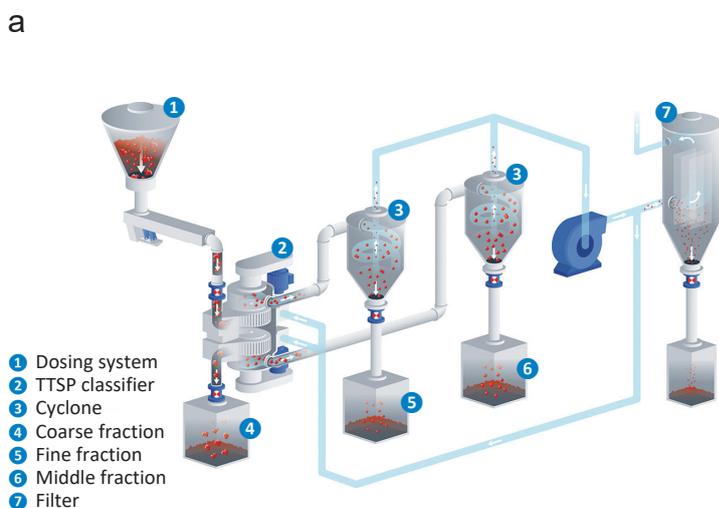


図 4 TTSP システムの配置図 (a) と 200TTSP の外観図 (b) ^[7]
Fig. 4 Configuration of a TTSP system (a) and image of 200 TTSP (b) ^[7].

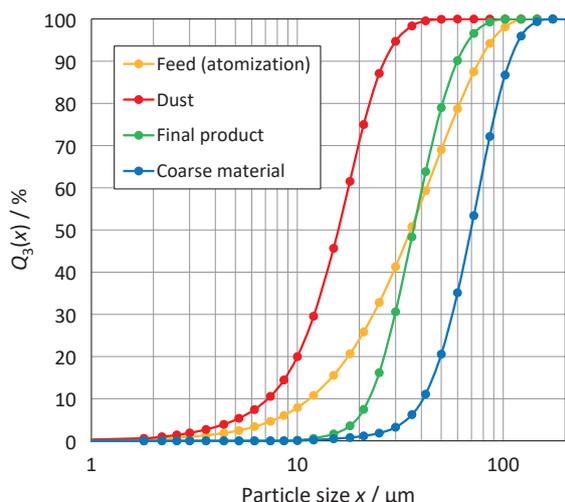


図5 原料粉体および100 TTSP分級で得られた三種類の粉体の粒子径分布 (Ti64, Ar ガス中)^[6]

Fig. 5 Particle size distributions of the feed material and the three fractions produced using a 100 TTSP classifier (Ti64, Argon)^[6].

変少なくなっている。この場合、粗粉の分級径は、 $x_{99}=90\ \mu\text{m}$ であることが要求されるが、この分級径は、大幅に大きくしたり、小さくしたりすることが可能である。

3.3 比エネルギー消費量の改善への配慮

特に、無機フィラーのような日用品の製造業者にとって、分級システムの比エネルギー消費量は、運転コストを調整する上で大変重要となる。多くの場合、これらの用途にはボールミルと分級機からなるシステムが利用される。ボールミルは、大量処理に対応したシステム設計が可能で、操作も容易で、広い範囲の粒度レベルでの粉体生産が可能である。図6は、重質炭酸カルシウム (GCC) の粉体処理プロセスの例を示す。この粉体プロセスは、1.3 MWの駆動をもつS.O. 400/500 S.F. ボールミルに1000TTD分級機と新しく開発された1250 ACP分級機を備えている。それぞれ400 kWの動力を持つ2台のプロワによって送風されている。

通常、送風のためのプロワは、プロセスプラントで最も大きなエネルギー消費量につながる。したがって、分級機の圧損は考慮しなければならない重要なポイントである。このことから、重質炭酸カルシウム (GCC) や他の無機系フィラーを製造するための新型 ACP 分級機の開発においては、高い処理量で高精度な分級を維持しながら圧損を抑制するこ



図6 GCC合成用のプロセスプラント (ボールミルと分級機の連結型)^[6]

Fig. 6 Processing plant (ball mill-classifier-circuit) for the production of GCC^[6].

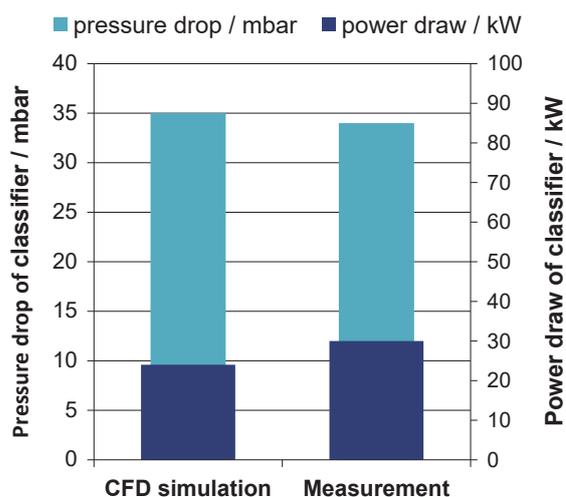


図7 1250 ACP分級機において、CFDにより計算された圧損および消費電力量と実際の装置における計測結果との比較 (ただし、気流のみで、粉体は含まれていない)

Fig. 7 Comparison of the pressure drop across the 1250 ACP classifier and power draw calculated by CFD and measured in the actual installation (air volume flow only, no material feeding).

とが、主な目的の一つであった。これらの特性の評価をテストセンターで検討するのは困難であったために、工業用のスケールで試作品を設計することで検討した。1250 ACPは、CFDによる数値計算を利用して設計された。また、低い圧損が確認されているATP-NGでの分級ロータの設計指針を利用した。

GCC 処理プラントで、1250 ACP を用いて、98% 通過径 x_{98} が $8 \mu\text{m}$ の微細な GCC 粉体を 10 t/h で生産する際の圧損は、わずか 64 mbar であった。 x_{98} が $25 \mu\text{m}$ の典型的な GCC の製品粉体の製造において、処理量 30 t/h での圧損は 32 mbar と計測された。さらに、 $45 \mu\text{m}$ の残留物を 1/5 から 1/10 程度に少なくすることが可能となった^[8]。

分級機の設置後、CFD による数値計算による評価結果と実際の装置での計測結果とを比較することができた。図 7 よりわかるように、両者はよく一致している。

4 結論

様々な分野での粉体材料の応用において、多種多様な要求が生じるため、分級機の設計と操作条件は定期的に変更、調整する必要がある。工学的な設計を行うことにより、分級機がいろいろな要求へ対応することが可能になる。

しかしながら、分級ロータの内部で生じているミクロな現象は十分には明らかとなっていない。特に、分級ミルの場合には、日常業務における工学的なプロセスをサポートするために有効な手段を開発するためのモデリングについてさらに研究を進める必要がある。

References

- [1] Sander S., Heinecker M., Innovation at Hosokawa Alpine Ag, 粉砕 The Micromeritics, 59 (2016) 69–78. <https://doi.org/10.24611/micromeritics.2016012>
- [2] Furchner B., Zampini S., Air classifying, in: Wiley-VCH (Ed.), Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2009, ISBN: 9783527306732 https://doi.org/10.1002/14356007.b02_17.pub2
- [3] Toneva P.I., Experimentelle und Numerische Untersuchung zur Mehrphasenströmung in Sichter-mühlen, dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 2010.
- [4] Spötter C., Legenhausen K., Weber A.P., Separation characteristics of a deflector wheel classifier in stationary conditions and at high loadings: new insights by flow visualization, KONA Powder and Particle Journal, 35 (2018) 172–185. <https://doi.org/10.14356/kona.2018003>
- [5] Heinrich Schubert (Herausgeber), Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003, ISBN: 3-527-30577-7.
- [6] Sander S., Droop D., Current trends in air classification of fine powders, Book of Extended Abstracts for 16th European Symposium on Comminution & Classification (ESCC 2019), Leeds, UK, 2–4 September, (2019)15–16. <https://esc2019.com/wp-content/uploads/2019/08/ESCC2019-Book-of-Extended-Abstracts-Provisional-Copy-.pdf>
- [7] Droop D., Bewährte technologie trifft auf innovatives Verfahren, Additive Fertigung, 2 April, (2020) 36–38. https://www.x-technik.at/downloads/flipbook/additive%20fertigung/2020/AF_02_2020_screen.pdf
- [8] Sander S., Droop D., Runter mit dem energieverbrauch, Schüttgut, 3 (2018) 38–39.

〈著者紹介〉



シュテフェン サンダー Steffen SANDER

〔経歴〕 シュテフェン サンダー博士は、フライベルク (Freiberg) 工科大学で鉱山工学を学び、金属粉の粉砕に関する研究により、2002年に工学博士を取得した。製紙企業で10年間、様々な研究開発関連業務に携わり、主に製紙や塗布技術に焦点を当てて取り組んだ後、2012年2月にHOSOKAWA ALPINE Aktiengesellschaftに入社した。現在、同社において、粉体処理技術の研究開発部門の責任者であり、特に粉砕および分級操作の様々な分野への応用に注力している。

〔専門〕 粉体処理技術の研究

〔連絡先〕 s.sander@alpine.hosokawa.com