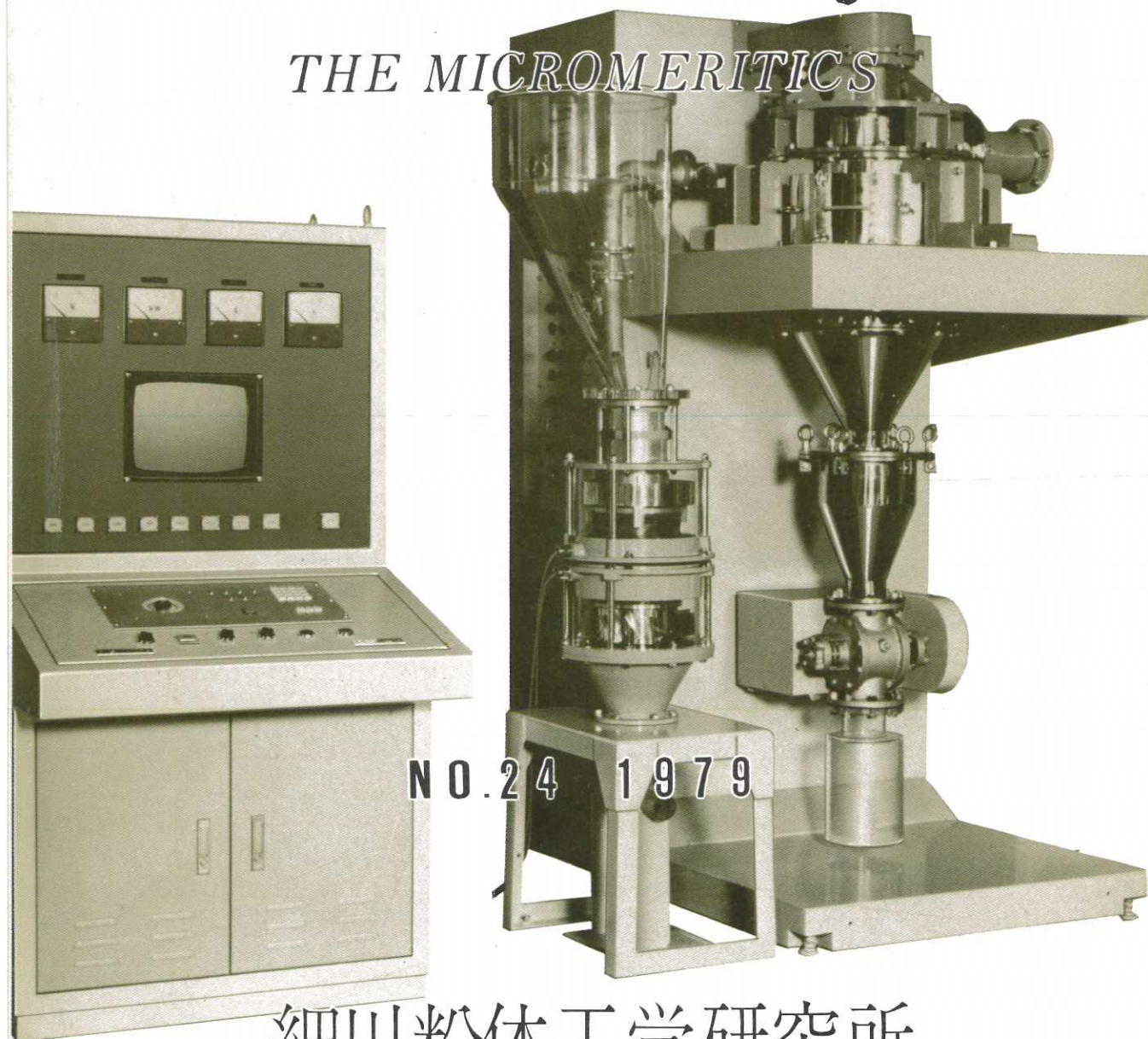


粉 碎

THE MICROMERITICS



NO. 24 1979

細川粉体工学研究所

【巻 頭 言】	テクノロジー・トランスファーについて……………大阪府立大学名誉教授	矢野 武夫………… (3)
【研究報告】	高速型衝撃粉碎機による粉碎混合……………大阪府立大学	寺下敬次郎………… (4)
	大阪府立大学名誉教授	矢野 武夫
	大阪府立大学	森 一徳
		橋本 正雄
【技術報告】	閉回路ボールミルにおける 粉碎媒体最適充填率……………小野田セメント	小沼 栄一………… (13)
【研究報告】	付着性粒体のyield locus 測定と ホッパーの最小出口寸法の決定……………横浜国立大学	綱川 浩………… (17)
【総 説】	粉粒体層の一面剪断試験……………大阪府立大学	宮南 啓………… (22)
		寺下敬次郎
	大阪府立大学名誉教授	矢野 武夫
【研究報告】	サイロ内の懸垂棒に働く粉粒体のまさつ力……………横浜国立大学	綱川 浩………… (33)
		荒井 誠司
【研究報告】	移動層塔壁での粉粒体の剪断応力特性……………東京農工大学	油谷 暢悦………… (38)
		上松 一則
【研究報告】	粉体のタッピング圧密について……………山口大学	和田 憲造………… (46)
		中富 美鈴
		早野 延男
	九州共立大学	上滝 具貞
【研究報告】	振動ホッパーから粉体の流出……………金沢大学	川合 誠………… (52)
		池原 和樹
		道井 啓右
【研究報告】	オリフィスからの粒子群の排出特性……………産業医科大学	田中 勇武………… (60)
	一空気圧が背圧として作用する場合—	三井石油化学㈱
		杉 正浩
	福岡大学	石蔵 利文
	九州大学	篠原 久
【技術報告】	エキスパンドメタルの分級性能……………姫路工業大学	大島 敏男………… (67)
		廣田 満昭
	極東石油KK	田中 正男
【技術資料】	カスケード・インパクトの 設計法に関する一考察……………同志社大学	奥田 聰………… (72)
		岡細川粉体工学研究所
【総 説】	製薬工業における造粒……………東京女子医科大学病院	山下 治寿
		杉原 正泰………… (78)
		大倉 輝明
【研究速報】	湿式球形造粒法によるワックス製剤の調製……………岐阜薬科大学	竹中 英雄………… (88)
		川島 嘉明
		森 晴美
【総 説】	薬学における圧縮関連研究……………昭和大学薬学部	金庭 延慶………… (94)
		今川 敏二
【総 説】	粒子の帯電……………広島大学	増田 弘明………… (104)
【随 筆】	アヘマを見て……………岡細川粉体工学研究所	彼谷 憲美………… (115)

【総説】	天然ゼオライトの特性と利用	山形大学 高坂 彬夫	(120)
【総説】	バグフィルターの払落し	名古屋大学 椿 淳一郎	(130)
【技術資料】	低温粉碎による抹茶製造	細川粉体工学研究所 豊立 勝二	(139)
【参考資料】	標準粉体の紹介(再録)	工業技術院機械技術研究所 山下 憲一	(142)
【新製品紹介】	ホソカワ/ミクロン スーパーレータMSS型	細川粉体工学研究所	(150)
【新製品紹介】	ホソカワ/ミクロン コヒテスタ	細川粉体工学研究所	(154)
【新製品紹介】	ホソカワ/フィッツ チルソネータ フルイドベッドドライヤ マラクセータ	株式会社 細川鉄工所	(156)
【新製品紹介】	リーツサーマスクリュ リーツラバーチェツパ リーツディスインテグレータ	株式会社 細川鉄工所	(160)
	ホソカワニュース		(164)

特許一言メモ	弁理士の効用	(32)
	特許公報の読み方	(59)
	ヨーロッパ特許	(71)
	I P C (国際特許分類)	(103)
	特許を取得するにはどれくらいの期間がかかるか	(114)

Original Reports :

- Mixing of Coarse Binary Powders by a High Speed Pulverizer.....K. Terashita,..... (4)
T. Yano, K. Mori M. Hashimoto
- On the optimum ball filling ratio in closed-circuit ball mills.....E. Onuma..... (13)
- Measurements for Yield Loci of Cohesive Granular Materials and
Determination of the Minimum Dimension of Hopper Opening...H. Tsunakawa..... (17)
- Frictional Force Exerted by a Bulk Solid on
Steel Rods Suspended in a Silo.....H. Tsunakawa, S. Arai..... (33)
- Characteristics of Shearing Stress between Particles and the
wall-Surface on the Moving Bed.....N. Yutani, K. Uematsu..... (38)
- Compaction of several Powders by the Tapping.....K. Wada, M. Nakatomi..... (46)
N. Hayano, T. Jyōtaki
- Discharge of fine powder from vibrating hopper...S. Kawai, K. Ikehara, H. Doi..... (52)
- Discharge of solid particles through through horifice...I. Tanaka, M. Sugi, T. Ishikura... (60)
-Effect of fluid drag- H. Shinohara
- Powder Fraction Performance of Expanded Metal.....T. Oshima, M. Hirota,..... (67)
M. Tanaka
- Preparation of Wax Matrices of Medicament by a
Wet Spherical Agglomeration Technique.....H. Takenaka, Y. Kawashima, H. Mori..... (88)

【表紙】 超微粉分級機 ホソカワ/ミクロン スーパーセパレータMSS型
(関連記事が150ページに掲載されています)

テクノロジー・トランスファーについて

矢野 武夫*

Takeo Yano

テクノロジー・トランスファー (Technology transfer) という言葉に親しみだしたのは、つい最近のことである。しかし、よく考えてみると、こんな言葉は使わなかったが、私のエンジニアとしての一生は終始テクノロジー・トランスファーに関係してきたと言っても過言ではない。

大学卒業当初のかけ出しのエンジニアの頃、第二次世界大戦の緒戦に、蘭印（現在のインドネシア）スマトラ島パレンバンにあったスタンダードとシエル系の製油所を陸軍落下傘部隊が無血占領した。最近式の精油装置とその設計書、オペレーション・マニュアル、運転記録までも入手できた。縁あって私たち陸軍燃料廠設計班が、この貴重な技術データを、日本の石油精製会社、石油装置メーカーにテクノロジー・トランスファーする大役を担った。軍用行李約30ヶ分の資料を昭和17年後半から18年前半の1年間に、読んでは分類し、そのままあるいは翻訳し、コピーして各社に分配し、直接的にテクノロジー・トランスファーした。

一方、この設計書、資料などによって、新しいトッピング、リフォーミング、アルキレーション、イソオクタン、エデレアーヌ抽出などの装置を設計、製作、建設の作業を進めた。これらの装置は完成、試運転中、建設中に、昭和20年米軍の爆撃で破壊されたり、終戦で満州（現在の中国東北地方）に置いてきたりしたが、活発にテクノロジー・トランスファーが実行された。そして私自身エンジニアリング業務というものを理解した。

昭和33年6月、A. I. Ch. E. の50周年記念会が発祥の地フィラデルフィアで開催された。わが化学工学協会もミッション（スタディ・チーム）を編成して参加し

た。幸にも、その団員に加えてもらって渡米した。アメリカの大学、会社、化学工学研究、あるいはエンジニアリング会社の業務などを、見学勉強して帰り、化学工業の戦後復興期に、プロセス設計、プロジェクト・エンジニアリングなどのテクノロジー・トランスファーに大いに約立ち、大きな役割をはたした。

日本が欧米に追付け、追越せ、先頭集団仲間入りをして、その中で抜きつ抜かれつつを繰り返している最近の状況になると、欧米との間に技術的な落差がなくなってくる。そうするとテクノロジー・トランスファーは、実態が目立たなくなってくる。お互に技術売買の絶対額は多くなっても、全般的な収支決算は0に近くなってくる。

私はこの状態をテクノロジー・トランスファーの定常状態（動的平衡状態）と認識するが、これを不活発状態（静的平衡状態）と認識する人の多いのに驚く。マクロ的に落差の存在する国あるいは集団間のテクノロジー・トランスファーばかりが注目され、これだけが重要であるかの如き意要を主張する人があるが、間違いも甚だしい。

学問研究の分野においても実力が拮抗し、ギブとティクがバランスしてくると仲間意識が高揚し、反って交流が盛んになってくる。当然の現象でもある。

我が国と低開発国との間のテクノロジー・トランスファーは国策上重要であるにはちがいないが、国内での対等の技術を持った者、あるいは集団間で、特定技術でお互にギブ・アンド・ティクが活発になる商慣習がわが国に定着することが望ましい。それはメーカーとユーザー間、異業種で同じ種類の技術を持っている場合、容易に実現できる問題ではなからうか。

そのためには、社会全体が、技術の経済的価値の認識、テクノロジー・トランスファーに関連する経済的問題に充分の理解を持つ必要があることを痛感する。

* 大阪府立大学名誉教授
矢野化学技術研究所長

高速型衝撃粉碎機による粉碎混合

Mixing of Coarse Binary Powders by a High Speed Pulverizer

寺下敬次郎 矢野 武夫

Keijiro Terashita Takeo Yano

森 一徳 橋本 正雄

Kazunori Mori Masao Hashimoto

Abstract

A high speed pulverizer is applied to the mixing process of coarse binary powders with a simultaneous size reduction.

Three binary systems are tested: sodium chloride-calcium carbonate, silica sand-calcium carbonate and silicon carbide (carborundum)-calcium carbonate systems. The size range of the particles before crushing is from 177 to 590 μm . The size distribution of crushed fine powders can be controlled by changing the screen perforation of eight different sizes in the pulverizer from 0.3 to 5.0 mm in diameter. The feed rate of the coarse mixture is changed from 2 to 15 gr/sec. The effect of the feed ratio (or weight fraction) on the mixing is also studied.

Three different procedures are examined experimentally: Procedure 1 in which coarse binary powders are directly fed to the pulverizer, Procedure 2 in which well-mixed binary powders are fed to the pulverizer and Procedure 3 in which the coarse powders are separately pulverized and mixed by a ribbon blender.

The findings obtained are as follows:

- (1) The degree of mixedness of a products by procedure 1 is better than that by the other procedures 2 and 3 under the condition where each component of the binary powders has nearly the same hardness.
- (2) Even for the powders with segregation tendency due to large particle size difference usually occurred in a conventional mixer, segregation does not take place in the present study and a high degree of mixedness is obtained. The pulverizer may be satisfactorily used as a mixer for fine powders without any trouble of agglomeration.
- (3) The degree of mixedness is hardly influenced by the feed ratio (or weight fraction) of the powders and the perforation of the screen.
- (4) The feed ratio, the perforation of the screen, and the difference in the hardness of the powders to be mixed affect definitely the particle size distribution of the crushed powder product.

著者摘録

リボン型混合機のような混合機を用いて微粉末の混合を行なうかわりに、高速型の衝撃粉碎機により粉碎混合することで微粉末の混合に代える研究を行なった。粒体試料としては 177~590 [μm] に整粒した食塩-炭酸カルシウム、珪砂-炭酸カルシウムおよびカーボランダム-炭酸カルシウムの二成分系

を用いた。粉碎混合物の粒度分布は、粉碎機内のスクリーンの孔径を 0.3~5.0 mm の間で 8 種類変化させることで調節した。また粒体試料の供給速度は 2~15 gr/sec に変化させた。さらに粒体試料の供給比率を変化させて混合への影響も検討した。粉碎混合および混合実験は 3 方法で行なった。すなわち、粒体試料を混合しないで一定速度および一定の割合で粉碎機に供給し粉碎混合する（方法 1）、混合した粒体を用い粉碎混合を行なう（方法 2）および各粒体を粉碎機で別々に微粉碎した後リボン型混合機で混合する（方法 3）。その結果、つぎの結論を得た。

1) 二成分系粒体試料の硬度に大きな相違がない場合、粉碎混合を行なうことで、混合機による微粉末混合の混合度と同程度の混合度が得られた。したがって粉碎機は良好な混合機であり、粉碎混合を行なうことで微粉末混合に代えられることがわかった。

2) 混合機において粒径の相違により分離が起こるような場合においても、粉碎混合では分離が起こらないで良好な混合状態が得られた。

3) 粒体の供給比率およびスクリーンの孔径は混合度にほとんど影響を与えないことがわかった。

4) 供給比率、スクリーンの孔径および粒体試料の硬度の違いは、粉碎混合物の粒度分布に影響を示した。

1. 緒 言

微粉末混合では、従来流動性の良好な粒体を対象としたものが多く、微粉末混合に関する報告は少ない。これは微粉末が粒体に比べて付着・凝集性が強く流動性も悪いことから、取り扱いがいろいろな点で困難であることによる。しかし工業プロセスにおいては微粉末の混合は非常に多く用いられている。

微粉末混合に関しては、Orr ら¹⁾、Poole ら²⁾、命尾³⁾、宮南⁴⁾ および筆者⁵⁾ の研究がある。これらの報告において良好な混合状態を得るために、予備混合して篩分操作またはインパクトホイールにより凝集塊を分散させる、あるいはスクリューやリボンなどの攪拌羽根を高速回転させ強力な剪断力により、凝集塊を解砕し微粉を流動化させて再凝集を防止する方法がとられている。しかし、微粉末の混合をいかに容易に行ない均一な混合状態を得るかということは、いまだ十分に分っていない。すなわち、混合操作の中でも微粉末の混合は重要な課題である。

そこで本研究では、付着や凝集の起こらない二成分系粒体を高速型の衝撃粉碎機を用いて、粒体の種類、スクリーンの孔径、粒体の供給速度および供給比率などの実験条件を変化させて粉碎混合を行ない、得られた粉碎混合物の粒度分布および比表面積を求めた。さらに粉碎混合物の混合度におよぼす粒体試料の硬軟の差異および実験条件の影響を調べると共に、リボン型混合機による微粉末混合の混合度と比較検討した。その結果、粉碎混合を行なうことで微粉末混合に代えられることがわかった。

ので、報告する。

2. 実験装置、実験方法、粒体試料および混合度の算出

本実験に用いた高速型の衝撃粉碎機（ホソカワマイクロパンタムミル、A P-B 型）の概略を Fig. 1 に示した。

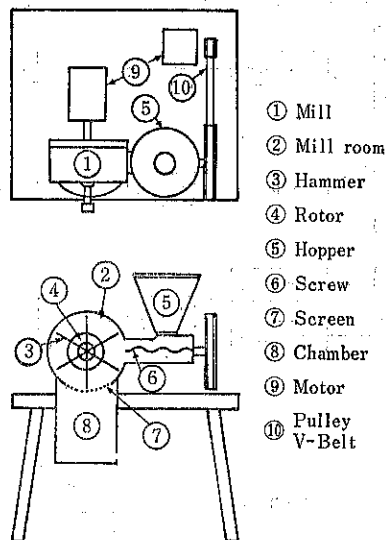


Fig. 1 衝撃粉碎機（ホソカワマイクロパンタムミル）の概略

粉碎室②の大きさは 134 mm (d), 35 mm (t) である。粉碎室には 6 本の可動型の T 型スイングハンマー③を取りつけたローター④が固定されており、ハンマーは 14,000 rpm (周速度 = 88 m/sec) の一定速度で回転する。ホッパー⑤に投入された粒体は、フィードスクリュ

一⑥の回転速度を変化させることにより、いろいろな供給速度で粉碎室にはこぼれるようになっている。さらに粉碎室の下部には丸孔型のスクリーン⑦が取り付けられており、粉碎室全周の約 $\frac{1}{4}$ を占めている。スクリーンを通過した粉碎混合物はチャンパー⑧に捕集した。

混合機には、剪断効果が大きく微粉末混合に適している横型のリボン混合機（有効容積 $4,800\text{cm}^3$ ）を用いた。また、リボン羽根には R-O^{7),9)} 型を採用した。混合操作は最適操作条件付近である回転速度 $N=150\text{rpm}$ 、粉体装入率 $F/V=30\%$ （見掛け容積基準）で行なった。

粉碎混合物の粒径分布は $37[\mu\text{m}]$ （400メッシュ）ま

では日本工業規格標準篩で、 $37[\mu\text{m}]$ 以下はアンドリアゼンピペットで測定した。また、比表面積は恒圧通気式比表面積測定装置で実測した。

実験試料には、おもに $177\sim 590[\mu\text{m}]$ （ $-28/+80$ メッシュ）に整粒した **Table 1** に示すモース硬度の異なる4種類の粒体を組合せた食塩-炭酸カルシウム、硅砂-炭酸カルシウムおよびカーボランダム-炭酸カルシウム（以下 $\text{Na}-\text{Ca}$ 、 $\text{Si}-\text{Ca}$ および $\text{C}-\text{Ca}$ 系と略す）の二成分系を用いた。なお、以後食塩、硅砂およびカーボランダムを A 成分（ W_A ）、炭酸カルシウムを B 成分（ W_B ）と便宜的に呼ぶことにし、着目成分を A 成分とした。

二成分系の粉碎混合および混合実験は **Table 2** に示す方法で行なった。すなわち、

① A と B 成分の粒体を一定量づつ粉碎機のホッパーに直接投入し、一定混合比、一定速度の連続的粉碎混合を行ない混合物（製品）を得る（実験方法1）。

② 二成分系粒体をリボン型混合機で混合した後、粉碎混合を

行なう（実験方法2）。

③ 二成分の粒体を別々に粉碎機で微粉碎した後、リボン型混合機で微粉末の混合を行なう（実験方法3）。

実験方法①ではいろいろと実験条件を変化させて行なったので **Table 3** にまとめて示した。なお、実験方法②および③ではスクリーンの孔径 S_c を変化させて行なった。

混合物の混合度を知るために、チャンパーあるいは混合機内から15個（約 $0.15\sim 0.2\text{g/1個}$ ）のサンプルを採用した。サンプル中の着目成分の分析方法は、まずサンプルを秤量し、食塩-炭酸カルシウム系ではクロム酸カ

Table 1 粒体試料

Sample	Symbol	Mohs Hardness	Density ρ (g/cm^3)	Specific Surface S_v (cm^2/cm^3)
Salt	Na	1—2	2.16	856
Calcium Carbonate	Ca	3—4	2.71	1295
Silica Sand	Si	4.5—5	2.66	1295
Carborundum	Cr	8—9	3.23	1065

Table 2 粉碎混合および混合実験方法

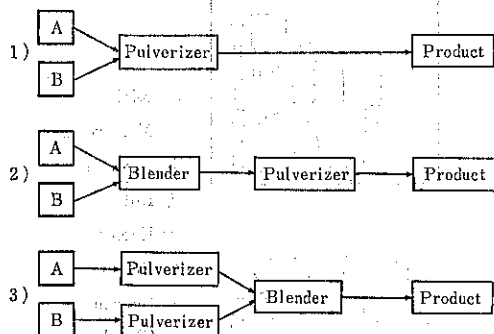


Table 3 実験条件

Condition	Screen S_c (mm ϕ)	Feed Rate f (g/sec)	Wt. Fraction $W_f = W_A : W_B$ (—)	Size ratio $r = d_A / d_B$ (—)
Screen	0.3, 0.5, 0.7, 0.8 1.8, 2.0, 2.5, 5.0	4	1 : 9	1
Feed Rate	0.3	2, 3, 4, 10, 15,	1 : 9	1
Wt. Fraction	0.3	4	1 : 9 6 : 4 2 : 8 8 : 2 4 : 6	1
Size ratio	0.3	4	1 : 9 6 : 4	1, 1.7, 2.1, 3.4

リウムを指示薬として約0.1N硝酸銀容液で滴定して食塩濃度 C_1 を(1)式から求めた。また硅砂-炭酸カルシウムおよびカーボランダム-炭酸カルシウム系では約2N塩酸を5ml 加え炭酸カルシウムを溶解し、その溶液を約0.8N水酸化ナトリウムで滴定し炭酸カルシウム(B成分)の重量を求め、さらに硅砂およびカーボランダム(A成分)の重量を逆算する方法でA成分の濃度 C_1 を求めた。

$$C_1 \text{ (あるいは } C_0) = \frac{W_A/\rho_A + W_B/\rho_B}{W_A/\rho_A} \times 100 \quad (\text{vol. \%}) \dots (1)$$

混合状態を求める基準となった標準偏差 σ および混合度 M の算出には、以下の式を用いた。

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (C_i - C_0)^2} \quad (N=15) \dots (2)$$

$$M = 1 - \sigma/\sigma_0 \dots (3)$$

ここで、 $\sigma_0 = \sqrt{C_0(100 - C_0)}$ である。

3. 実験結果と考察

3.1 粉砕混合物の粒径分布

粉砕混合物の粒径分布を知るために対数正規分布式を適用し、実験方法1で、実験条件をいろいろ変化させて得られた残留百分率 R と粒径 D_p との関係を調べた代表例として、スクリーンの孔径 S_c および粒体の供給比率 W_f を変化させて得られた結果をそれぞれ Fig. 2

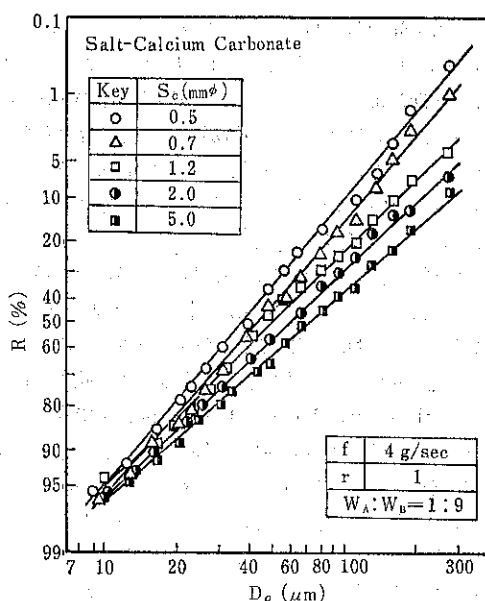


Fig. 2 粉砕混合物の粒径分布におよぼすスクリーンの孔径の影響

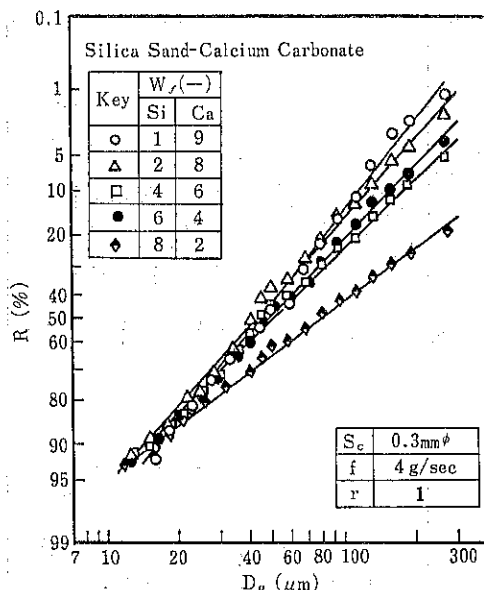


Fig. 3 粉砕混合物の粒径分布におよぼす粒体試料の供給比率の影響

および Fig. 3 に示した。ここでの粒径 D_p は重量基準によるものである。Fig. 2, 3 より粉砕混合物の粒径は広い範囲に分布するが、 R と D_p との間にはスクリーンの孔径 S_c および粒体の供給比率 W_f (重量基準) が変化しても、近似的に直線関係が得られた。このように R 対 D_p 関係が直線を示すことは、他の二成分系および実験条件においても確かめている。そこで、広い粒径範囲に分布する粉砕混合物の粒径分布の差異を簡便に表現するために D_{50} (50%通過径) および幾何標準偏差 σ_g を求めた。ここでは、 D_{50} および σ_g に注目して、以下の考察を行なうことにする。

3.1.1 D_{50} および σ_g におよぼすスクリーンの孔径および粒体の供給速度の影響

スクリーンの孔径 S_c を0.3~5.0 (mmφ/1個) の間で8種類変化させて得られた粉砕混合物の D_{50} 対 S_c および σ_g 対 S_c の関係を Fig. 4 に示した。Fig. 4 (a) よりスクリーンの孔径 S_c が小さくなると、いずれの二成分系の場合でも D_{50} が小さい値を示し微粉砕されていることがわかった。また、Table 1 に示すモース硬度の軟らかい系の組合せほど、 D_{50} が小さい数値を示した。すなわち、同じ孔径のスクリーンを用いて粉砕混合しても、軟らかい組合せの二成分系ほど微粉砕されることになる。つぎに Fig. 4 (b) より、スクリーンの孔径 S_c が小さくなると、特に S_c が1.2mm 以下では σ_g が小さい値を示し、粉砕混合物は揃っていることがわかった。したがって、Fig. 4 (a), (b) から、スクリーン

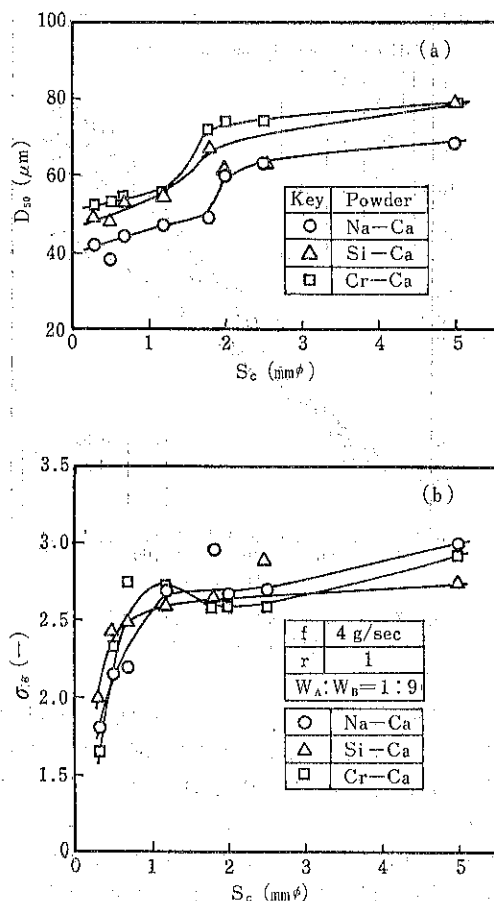


Fig. 4 D_{50} および σ_g におよぼすスクリーンの孔径の影響

の孔径が小さくなるほど混合物は微粉碎され粒径が揃っていることがわかる。

粒体の供給速度 f を変化させて得られた混合物の D_{50} および σ_g を Fig. 5 に示した。Fig. 5 (a), (b) から $f = 4 \text{ g/sec}$ 付近において D_{50} が極大値、また σ_g は極小値を示すという結果が得られた。このことは $f = 4 \text{ g/sec}$ 付近で操作した粉碎混合物の粒径は比較的揃っていることになる。したがって、粒径分布を描えるには、適当な粒体の供給速度 f があることがわかった。

以上のことから、 D_{50} および σ_g が共に小さい値を示す微粉末混合物を得るには、スクリーンの孔径 $S_c = 0.3 \text{ mm}\phi$ および粒体の供給速度 $f = 4 \text{ g/sec}$ 付近で行なえばよいことがわかった。

3.1.2 D_{50} および σ_g におよぼす粒体の供給比率および粒径比の影響

D_{50} および σ_g におよぼす粒体試料の供給比率 W_f (混合比率) の影響を Fig. 6 に示した。硅砂—炭酸カ

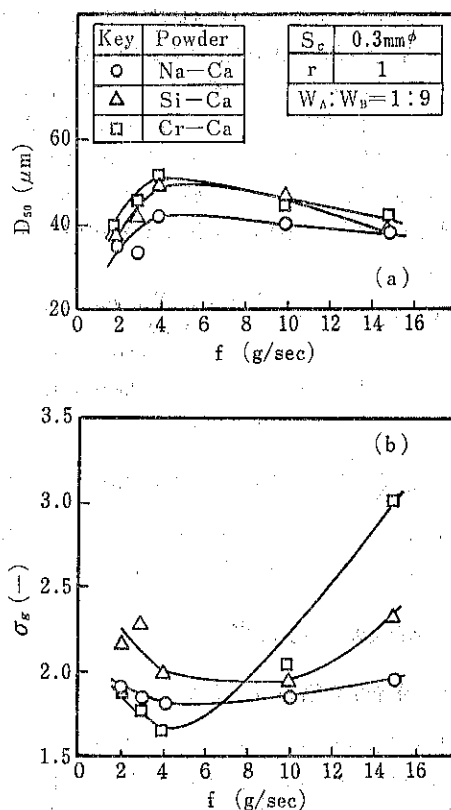


Fig. 5 D_{50} および σ_g におよぼす粒体の供給速度の影響

ルシウム (Si-Ca) およびカーボナダム—炭酸カルシウム (Cr-Ca) の系の場合、それぞれの系において硬い成分の硅砂およびカーボナダムの供給比率 W_f が小さくなると、 D_{50} および σ_g の値が共に小さくなり微粉碎されている。さらに、この図からも、同じスクリーンの孔径 S_c を用いても軟わらかい試料の組合せほど微粉碎されていることが確かめられた。

粒体試料に粒径の相違があった場合、混合物の粒径分布がどのような影響を受けるかを検討した結果を Fig. 7 に示した。なお、粒体試料には硬さのあまり変わらない硅砂—炭酸カルシウム系を選び、粒径比 r は硅砂の粒径を大きくすることにより r を $1 \sim 3.4$ 付近まで変化させた。 D_{50} は粒径比 r が $1 \sim 3.4$ 付近に変化してもほとんど同じ値を示した。しかし r が大きくなると σ_g は大きい数値を示すという結果が得られた。このことから粒体試料の粒径の異なりが大きくなるほど、混合物は幾分大きい方に多く分布していることがわかった。なお、実験条件をいろいろ変化させて得られた混合物の D_{50} および σ_g が小さい値を示すと、比表面積増加量 ΔS_v (ΔS_v

= 粉碎後の試料の比表面積 S_{v2} 、粉碎前の比表面積 S_{v1} も大きくなり、微粉碎されていることを多くの実験結果

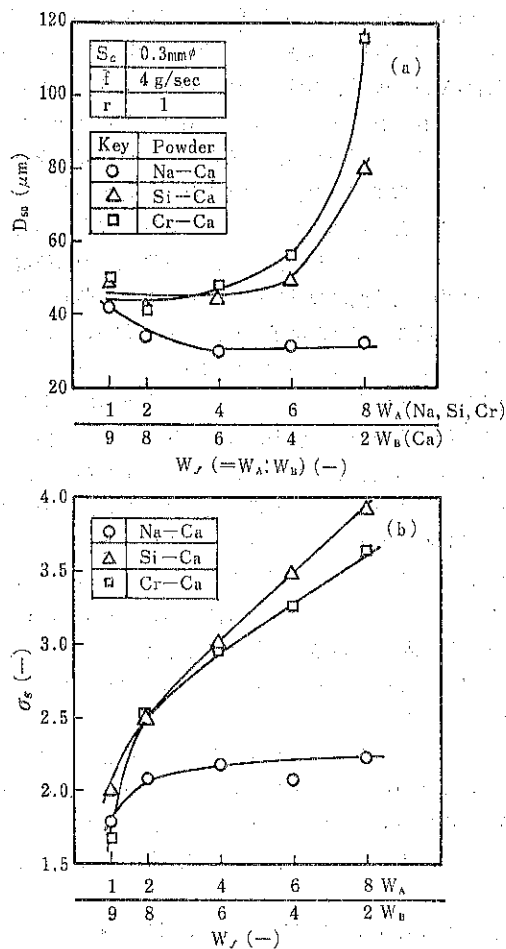


Fig. 6 D_{50} および σ_g におよぼす粒体の供給比率の影響

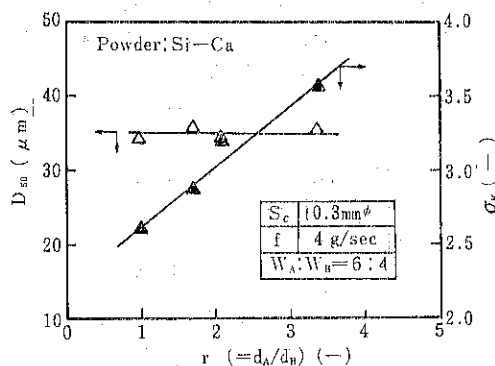


Fig. 7 D_{50} および σ_g におよぼす粒体試料の粒径比の影響

より確かめている。

さらに、実験方法2でスクリーンの孔径 S_c を変化させて得られた粉碎混合物の D_{50} および σ_g は、上述の実験方法1の結果とほぼ同じ値が得られた。また、実験方法3による単体試料の D_{50} および σ_g は、混合物に比べ共に小さい値を示したことから微粉碎されていることがわかった。

以上の結果より、粉碎混合物は広い粒径範囲に分布し、その分布はスクリーンの孔径 S_c と粒体の供給比率 W_f の影響を大きく受けるが、供給速度や粒径比の影響は比較的小さいことがわかった。

3.2 粉碎混合物の粒径と供給比率 (混合比率)

粉碎混合物はどの粒径範囲においても、AおよびBの両成分原料と同じ供給比率(混合比率)で粉碎されているかを知ることは望ましい。そこで粉碎混合物を Fig. 2, 3 のように一定の粒径範囲に篩分けたので、それぞれの粒径範囲における混合物の着目成分 (A 成分) 濃度 C_i を求めた。各粒径範囲と着目成分濃度 C_i との関係を調べた結果の一例を Fig. 8 および 9 に示した。ここで C_0 は1式からわかるように、粒体試料の供給比率より求まる着目成分の初期濃度であり、濃度 C_0 に C_i が近いほ

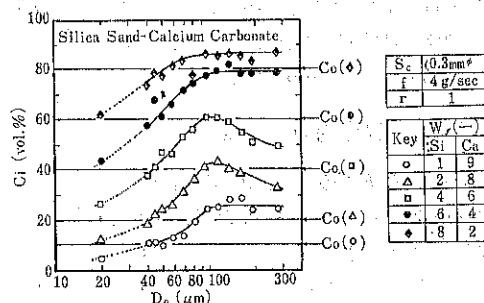


Fig. 8 各粒径範囲における混合物の着目成分濃度 (硅砂-炭酸カルシウム系)

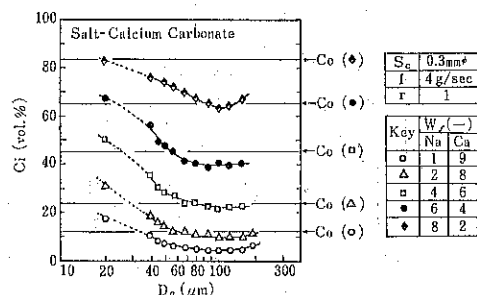


Fig. 9 各粒径範囲における混合物の着目成分濃度 (食塩-炭酸カルシウム系)

ど両成分が供給比率(混合比率)に等しく、すなわち両成分が均等に粉砕されていることになる。また、いずれの図においても破線で結ばれている結果は、 $D_p=37[\mu m]$ 以下における C_i の代表値である。さらに、Fig. 8 における着目成分は珪砂であり、Fig. 9 では食塩である。

Fig. 8 に示す珪砂-炭酸カルシウム系では、約40~50 $[\mu m]$ 付近において珪砂と炭酸カルシウムが供給比率に等しく粉砕されていることがわかった。また50 $[\mu m]$ より D_p が大きくなると C_i が大きい値を示し、Table 1 に示すモース硬度の大きい珪砂が多く、一方、 D_p が40 $[\mu m]$ より小さくなると C_i は小さい値を示し軟らかい炭酸カルシウムが多くなっていることがわかった。Fig. 9 の食塩-炭酸カルシウム系の場合は、40 $[\mu m]$ 以下で両成分が供給比率に等しく粉砕されていることがわかった。また、50 $[\mu m]$ より D_p が大きくなるにつれて C_i は小さい値を示し、炭酸カルシウムが多くなっていることが認められた。カーボランダム-炭酸カルシウム系では、約60~80 $[\mu m]$ の範囲で両成分が供給比率に等しく粉砕されていることを確かめている。さらに80 $[\mu m]$ より粒径 D_p が大きくなるとカーボランダムが多くなり、各成分の粉砕性と Table 1 に示すモース硬度と一致した結果を得ている。

なお、両成分が供給比率(混合比率)に等しく粉砕される粒径範囲は、各二成分系においてスクリーンの孔径 S_c 、粒体の供給速度 f および粒径比 r の影響をほとんど受けないことを確かめている。

3.3 粉砕混合物の混合度

3.3.1 実験方法の違いによる混合度

Table 2 に示す3方法で得た混合度 M と粒径 D_{50} との関係を Fig. 10 に示した。ここで D_{50} の大小はスクリーンの孔径を変化させて得られたものであり、 D_{50} が小さいとスクリーンの孔径 S_c も小さい。また、ここで

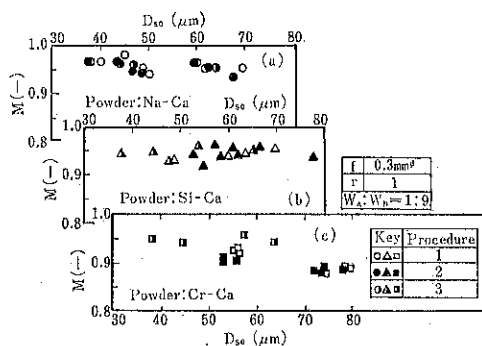


Fig.10 粉砕混合による混合度とリボン型混合機の混合度の比較

採用した混合度 $M(=1-\sigma/\sigma_0)$ の値が1.0になると完全混合状態である。なお、実験方法3での混合度としては最終混合状態における M をプロットした。

Fig.10 (a), (b) に示す食塩-炭酸カルシウム ($Na-Ca$) および珪砂-炭酸カルシウム ($Si-Ca$) 系の混合度 M は0.95付近の値を示すと共に、実験方法が異なってもそれぞれ二成分系において M はほとんど同じ値を示していることがわかった。すなわち、粉砕混合を行なうことで、微粉末の混合に代えられることがわかった。またこの場合、粒体をあらかじめ混合機で混合する必要もないことが認められた。さらに粉砕機内での粉砕混合物の平均滞留時間は数秒程度であり、リボン型混合機に比べて短時間で混合が終了した。一方、Fig.10 (c) に示すカーボランダム-炭酸カルシウム ($Cr-Ca$) 系の粉砕混合(実験方法1, 2)による混合度 M は、混合機による微粉末混合(実験方法3)に比べて小さい値を示し良好な混合状態が得られていないことがわかった。これは、カーボランダムが非常に硬いことから、両成分の平均滞留時間が異なったことによるものと考えられる。なお、カーボランダム-炭酸カルシウム系においても、粉砕混合物をさらにリボン混合機を用い、リボン羽根を5~6回回転させ粉体に位置移動を与えることにより、混合機による微粉末混合の混合度と同程度の数値が得られることを確かめている。

以上のことから、特に硬度の大きい試料を用いない二成分系粒体の場合、粉砕混合することで良好な混合度が得られ微粉末混合に代えられることがわかった。そこで以下では、実験方法1によって粉砕混合を行なった結果について述べる。

3.3.2 混合度におよぼす粒体の供給速度、供給比率および粒径比の影響

混合度 M と粒体の供給速度 f との関係を調べた結果を Fig.11 に示した。いずれの系においても強いというなら、 $f=4$ g/sec 付近において良好な混合状態が得られていることがわかった。このことは $f=4$ g/sec 付近で混合状態をよくする平均滞留時間が存在したことによるものと考えられる。また、 $f=4$ g/sec での粒径は Fig.

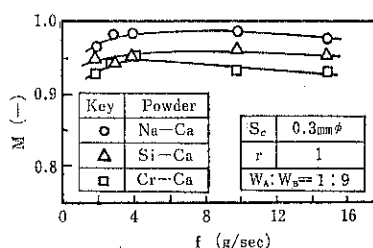


Fig.11 混合度におよぼす粒体の供給速度の影響

5 からわかるように比較的揃っている。そこで以下での粉砕混合は $f = 4 \text{ g/sec}$ 一定で行なった。

粒体の供給比率（混合比率） W_f を重量比で変化させ粉砕混合を行なって得られた混合物の混合度 M を Fig. 12 に示した。混合度は供給比率 W_f が変化しても $M = 0.95$ 付近の値を示し、良好な混合状態が得られているこ

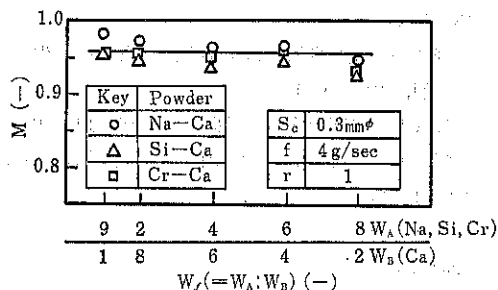


Fig. 12 混合度におよぼす粒体の供給比率の影響

とがわかった。すなわち、粉砕混合で得られる混合物の混合状態は、粒体の供給比率の影響を受けにくいといえる。このことは、V型混合機で粗粉の混合比率を変化させても混合状態が影響を受けないことと同様である⁹⁾。

二成分の粒体試料に粒径の相違があった場合、粉砕混合でどのような混合状態が得られるかを調べた結果を Fig. 13 に示した。ここで粒体試料には硬さのあまり違

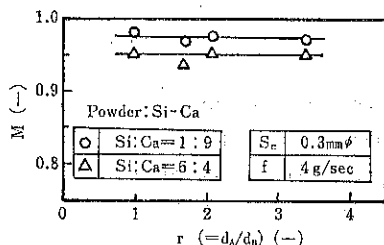


Fig. 13 混合度におよぼす粒体の粒径比の影響

わない硅砂—炭酸カルシウム系を選び、横軸の粒径比 r は硅砂の粒径を大きくして変化させた。混合度は粒径比 r が $1 \sim 3.4$ 付近に変化しても、 $M = 0.95$ 付近の値を示した。すなわち、注目すべき結果として、容器回転型混合機では粉粒体試料に粒径の相違がある場合、分離偏析が起こり良好な混合状態は得られにくい⁹⁾、粉砕混合の場合粒径比の影響を受けないで良好な混合状態られることがわかった。

以上のように、粉砕混合による混合度が良好な混合状態を示したのは、ハンマーの高速回転により粒体に衝撃および剪断効果が強く働くとともに粒子間の衝突、ある

いは両成分が流動化され分散・混合したことによるものと考えられる。さらに、この粉砕機での混合機構は、容器内で攪拌羽根などを高速回転させ粉粒体を流動化して混合する高速流動型および回転円板型混合機⁹⁾と類似であると考えられた。なお、この粉砕機は通常連続操作で行なわれていることから、良好な連続混合機といえる。

4. 結 論

付着や凝集が起こらず取り扱いやすい二成分系粒体を衝撃粉砕機を用い実験条件をいろいろ変化させて粉砕混合を行ない、得られた混合物の混合度および粒径分布などを調べた結果、つぎの結論を得た。

1) 粒体に特に硬い試料を用いない二成分系の場合、粉砕混合を行なうことで、混合機による微粉末混合の混合度と同程度の値が得られた。この場合、粒体を混合機で混合する前処理を行なわないで、直接粉砕を行なえばよいことがわかった。さらに粉砕機内における粉砕混合物の平均滞留時間は数秒程度であり、リボン型混合機に比べて短時間で混合が終了した。

2) 混合機では粒体試料に粒径の差異がある場合、分離偏析が起こり良好な混合状態が得られにくい⁹⁾が、粉砕混合の場合は良好な混合状態が得られた。

3) 粉砕機による混合機構は、容器内で攪拌羽根などを高速回転することにより、強力な剪断力と粉粒体を流動化させて混合する高速流動型および回転円板型混合機と類似であると考えられた。さらにこの型式の粉砕機は、良好な連続混合機であるといえることがわかった。

4) スクリーンの孔径、粒体の供給速度および供給比率などを変化させて得られた混合物は広い粒径範囲に分布し、その分布はスクリーンの孔径および供給比率の影響を顕著に受けた。

したがって、混合物の粒径分布をあまり問題としないような場合、別々に粉砕した微粉末混合の困難性を考えると、粉砕と混合を一挙に行なう粉砕操作で容易に微粉末混合に代えられることがわかった。

使 用 記 号

C_1	: サンプル中の着目成分濃度	[vol. %]
C_0	: 粒体試料の供給比率 (混合比率)	
	より求まる着目成分濃度	[vol. %]
D_p	: 粒径	[μm]
D_{50}	: 50% 粒子径	[μm]
f	: 粒体試料の供給速度	[g/sec]
M	: $(=1-\sigma/\sigma_0)$ 混合度	[—]
R	: 粉砕混合物の残留百分率	[%]
r	: $(=d_A/d_B)$ 粒体試料の粒径比	[—]

S_c : スクリーンの孔径 [mm ϕ]
 S_v : 比表面積 [cm 2 /cm 3]
 ΔS_v : 比表面積増加量 [cm 2 /cm 3]
 W_A : A成分の粉体の重量 [gr]
 W_B : B成分の粉体の重量 [gr]
 W_f : (= $W_A : W_B$) 粒体試料の供給比率 [—]
 σ_g : 幾何標準偏差 [—]
 ρ : 粒子の真密度 [g/cm 3]

- 3) 日本粉体工業協会, 混合攪拌分科会: 粉体と工業, 昭和50年1月号, p. 49 (1975)
- 4) Orr, N. A. and E. Shotton: The Chemical Engineer, Jan. 12, (1973)
- 5) Poole, K. R., R. F. Taylor, and G. P. Wall: Trans. Instn. Chem. Engrs., 43, T261 (1965)
- 6) 矢野武夫, 蟹瀬 巖, 田中邦雄: 化学工学, 20, 156 (1956)
- 7) 矢野武夫, 佐納良樹, 白川宇吉, 富永 徹: 化学工学, 24, 219 (1960)
- 8) 矢野武夫, 寺下敬次郎: 粉碎, No.18, 14 (1973)
- 9) 矢野武夫, 寺下敬次郎: 粉体工学研究会誌, 11, 392 (1974)

引用文献

- 1) 命尾晃利: 粉体工学研究会誌, 5, 986 (1968)
- 2) Miyanami, K., M. Sato, and T. Yano: Jour. of Bulk Solids Technology, 2, 47 (1978)

List of Figures and Tables.

- Fig. 1** High speed pulverizer.
Fig. 2 Cumulative oversize vs. size distribution of product as a parameter of the screen perforation. Procedure 1.
Fig. 3 Cumulative oversize vs. size distribution of product as a parameter of the feed ratio (weight fraction). Procedure 1.
Fig. 4 Geometric mean diameter D_{50} and geometric standard deviation σ_g vs. screen perforation. Procedure 1.
Fig. 5 D_{50} and σ_g vs. feed rate f . Procedure 1.
Fig. 6 D_{50} and σ_g vs. feed ratio W_f . Procedure 1.
Fig. 7 D_{50} and σ_g vs. particle size ratio r . Procedure 1.
Fig. 8 Deflected concentration of screened fractions vs. size distribution. Procedure 1.
Fig. 9 Deflected concentration of screened fractions vs. size distribution. Procedure 1.
Fig. 10 Degree of mixedness vs. D_{50} as a parameter of procedures.
Fig. 11 Degree of mixedness vs. feed rate for binary systems. Procedure 1.
Fig. 12 Degree of mixedness vs. feed ratio for binary systems. Procedure 1.
Fig. 13 Degree of mixedness vs. particle size ratio for binary systems.
Table 1 Test conditions.
Table 2 Sample powders.
Table 3 Procedures.

閉回路ボールミルにおける粉碎媒体最適充てん率

On the optimum ball filling ratio in closed-circuit ball mills

小沼 栄一*

Eiichi Onuma

1. ま え が き

セメント製造プロセスにおいて、粉碎消費動力の低減のためには、ボールミルへの粉碎媒体の充てん率を適正に保つことが重要である。閉回路ボールミルにおいては、すでに多くの研究成果が公表されており、実運転操作上の最適条件も概ね確立されている。しかし、現在の主力機種となっている高循環率型閉回路ボールミルにおいては、媒体充てん率の最適点に関しては閉回路ミルとは若干異なる側面があり、粉碎一分級プロセス全体を総合した観点からの新たな考察が必要のように思われる。本稿においては、このような見地から、閉回路ボールミル系において製品量あたりの総消費動力を最小とするような媒体充てん率について考察し、閉回路ボールミル系とは異なる本系の特性を解明しようと試みた。

2. 実操業系における経験

一般に、閉回路ボールミルにおいては、処理量あたりの消費動力が最小となる粉碎媒体充てん率の値は、30%付近を中心とした比較的高い領域にあることが知られている。たとえば、欧州においては、セメント粉碎用の3室チューブミルにおける慣用的な媒体充てん率として、第1室、第2室、第3室について、それぞれ30、27、24%とすればよいとされている²⁾。また、閉回路セメントミルにおいて、媒体充てん率を30%以下とすると、製品量あたりの消費動力は増加するとの報告もある²⁾。一方、閉回路ボールミルの場合、媒体充てん率の最適点については、被粉碎物の性状とそれに対するプロセス構成の適合程度に応じて、いろいろな場合があるようである。たとえば、大西らは、セメント粉碎の場合

について、媒体充てん率32%以上に動力消費上最適の領域があることを報告している¹³⁾。しかし、Fig.1に示すセメント原料粉碎ミル(4.2mφ×11.24mL、7.5mφの外部循環エアセパレータ付設)¹⁸⁾の場合、媒体充てん率の最適点は20%付近もしくはそれ以下であり、上述の場合とは、明らかに異なっている。そのほかにも、比較的軟質の原料を粉碎する場合、あるいは、分級機容量が小さく循環比の増加が制限される場合などにおいて、同様の現象に遭遇することが多い。

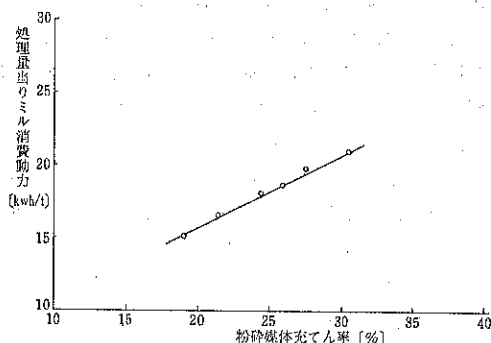


Fig. 1 セメント原料粉碎用閉回路ボールミルの一例

3. 粉碎分級適正バランス論による整理

3.1 仮説の提示

2項に述べたように、閉回路ボールミル系の場合、被粉碎物の性状あるいはプロセス構成の態様によっては、媒体充てん率が20%程度あるいはそれ以下で動力消費上の最適点に達する場合がある。このような現象を説明するために、以下の仮説を提示した。

i) 一般に、乾式ボールミル粉碎においては、粉碎媒体の粒度構成に応じて、粉碎効率が最大となるようなミル内の被粉碎物の粒度範囲が存在し、この範囲から外れ

* 小野田セメント㈱中央研究所
(〒135 東京都江東区豊州1-1-7)
Tel. (03) 531-4111

るに従って、粉砕効率は低下する。特に、ミル内における被粉砕物の粒度が細くなりすぎた場合、粉砕媒体による粉砕の選択確率はいちじるしく低下し、一方、アグロメレーションの生成する確率は増加する。

ii) 閉回路粉砕の際には、目標とする製品粉末度が定まれば、自動的にミル内における被粉砕物の粒度は概ね定まってしまう。しかし、閉回路粉砕の場合は、これと異なり、ミル出口（分級機入口）における粒度は、製品の目標粉末度とは別箇に、任意に選択することができる。この場合、それに応じて、循環比の値が変わるだけである。

iii) したがって、閉回路ボールミル系においては、ミル内における被粉砕物の粒度を、適正範囲に保つことが、粉砕効率向上のために重要となる。同一ミルにおいて媒体充てん率を増減した場合、それに応じてミル出口における被粉砕物の粒度は粗くも細くもなる。媒体充てん率を過大にした場合、ミル内における被粉砕物の粒度は細くなりすぎ、そのため、上述の原因により、粉砕効率は低下する。循環率の増加により、ミル内粒度を全体に粗らめへ導き、媒体充てん率を補正することは可能であるが、この場合、分級機の容量性能上の限界に遭遇する可能性がある。

iv) 以上の推論より、比較的小さい媒体充てん率ですでにミル出口における被粉砕物粒度が充分細くなっている場合、それ以上の媒体充てん率の増加は粉砕効率に悪影響を与えることが考えられる。このようなケースは、次のような場合に生起する可能性が強い。

イ) 分級機の容量が粉砕機に比して相対的に充分でないため、媒体充てん率増加により粉砕をさらに進行させても、生成する微粉を分級機で充分回収できず、粉砕・分級系内に微粉が recycle する場合

ロ) 被粉砕物がきわめて粉砕されやすく、それに対してミルの容量が大きすぎる場合

3.2 試算方法

上述の仮説が正しいとして、これによって実操業系の諸現象がどの程度説明可能かを確めるため、以下の試算を行なった。

同一ミルにおいて、媒体充てん率 J のみを変えた場合、ミル駆動に要する動力 N は、(1)式で表わされる⁷⁾。

$$N = k_p J (1 - J) \quad (1)$$

一方、ミル内における粉砕速度定数 k は、第一近似としては、ミルへ投入する動力 N に比例するはずであり、この k は、選択関数 $S(x)$ と(2)式で関連づけられている。

$$S(x) = k x^\alpha \quad (2)$$

(2)式において、 α は正数値であるが、これは、3.1節1)項で述べたように、被粉砕物の粒径 x が小さくなるにつれて、粉砕の選択確率が小さくなることを示している。なお、正確には、 $S(x)$ は(2)式のように x の単調増加関数でなく、極大値をとらねばならないが、これは、媒体径が被粉砕物粒度に対して過度に小さすぎる領域に相当し、本報で論じている粒度領域には合致しないので、(2)式を用いることにする。

ミル内における粉砕の分配関数 $B(y, x)$ は、(3)式で表わされる。

$$B(y, x) = (y/x)^n \quad (3)$$

多くの研究者の実験結果^{8,9)}に従い、 $B(y, x)$ は媒体充てん率には影響されないと仮定する。 α と n の値については、セメントクリンカ粉砕用実操業閉回路ボールミル系の値にもとづき¹⁰⁾、 $\alpha = 1.7$ 、 $n = 1.1$ を採用し、 k は、(1)式の N に比例するとし、その比例定数および(1)式の k_p は、実操業系における実績から逆算して求めるものとする。

被粉砕物のミル内平均滞留時間は、実操業系における実測値を使用する。

分級機における分級状況は、分割・分級モデル⁶⁾にしたがい、分割率および分級の鋭さは、分級径にかかわらず一定と仮定する。分級径は、製品の比表面積値が一定となるように、媒体充てん率に応じて調整されるものとする。

ミル前置方式 (Fig. 2) を想定し、ミル通過量 (= 分級機への時間あたり供給量) は、媒体充てん率の値にかかわらず一定と仮定する。その理由は、通常の閉回路ボールミル系においては、ミル通過量の最適点はおもに分級機の容量一分級特性によって定まり、粉砕の進行状況による影響は小さいことが判明しているからである¹⁰⁾。

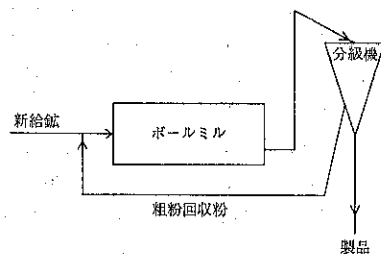


Fig. 2 ミル前置方式のフローシート

以上の仮定にもとづき、マトリクスシミュレーション方法¹⁴⁾によって、閉回路粉砕時の時間あたり製品量および製品量あたり消費動力を試算することにする。その際、分級機および輸送機の消費動力は、媒体充てん率の

値にかかわらず一定と仮定する。

3.3 試算結果

セメントクリンカ粉砕用閉回路ボールミル系(2.925 mφ×9.27mL)を想定した場合の試算結果を Fig.3 および Fig.4 に示した。ただし、これらの図において、標準サイズの分級機とは、外径 4.88mφ のスターテバント型エアセパレータが 1 基付設された場合であり、風量 1/2 相当の分級機とは、上記分級機を分級風量 1/2 となるように scale down した分級機が付設されたとした場合を表わす。ミル通過量の値は、分級機のサイズに応じて、それぞれ最適値を選んで一定としている。

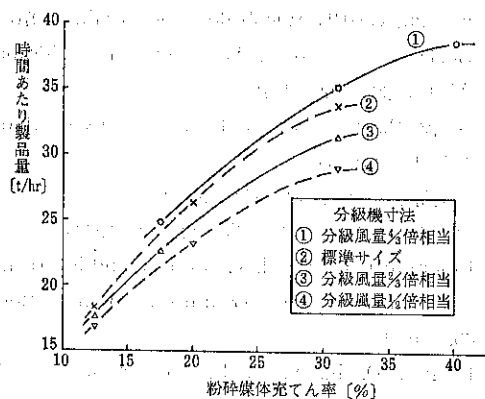


Fig. 3 セメントクリンカ粉砕用ミル系の試算結果 (製品比表面積=3200cm²/g)

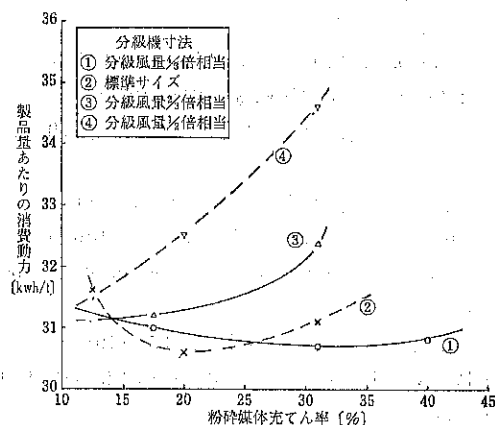


Fig. 4 セメントクリンカ粉砕用ミル系の試算結果 (製品比表面積=3200cm²/g)

Fig.5 は、同じ粉砕系において、粉砕速度定数が 2 倍の被粉砕物を粉砕すると想定した場合の計算結果である。

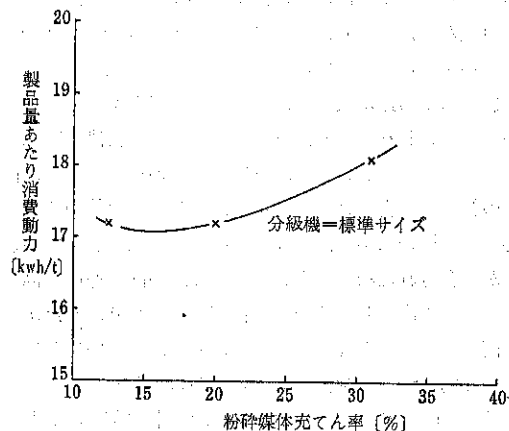


Fig. 5 粉砕速度定数が Fig.4 の 2 倍の場合 (製品比表面積=3200cm²/g)

これらの図より、以下のことがよみとられる。これらは、3.1 項で提示した仮説と符合する。

- i) 分級機サイズが小さいほど、媒体充てん率の小さい値で製品量あたりの消費動力は最小となる。たとえば、風量 1/2 相当の分級機の場合、媒体充てん率は 20% よりかなり低い値で動力最小となる。これに対し、風量 4/3 相当の分級機の場合は、媒体充てん率 30% 近くで動力最小となる。
- ii) 粉砕速度定数が 2 倍の被粉砕物の場合、標準サイズの分級機を用いても、媒体充てん率は 20% 以下で動力最小となる。

4. 他の観点からの考察

3 節において、閉回路ボールミル系における最適媒体充てん率の選定については、開回路ボールミルとはかなり異なる観点から検討する必要があることが示された。しかし一方においては、開回路ボールミルとも共通する、ミル内の粉砕機構および被粉砕物の流通機構に起因する本質的な意味での媒体の適正充てん率が存在する。この影響を看過してはならないことは当然であろう。

開回路ボールミルにおいて、媒体充てん率の最適点に影響を与える要因として、これまであげられているのは、下記の通りである。

- (1) ミル内における粉砕媒体の運動状況^{1),2),4)}
(ミル回転速度の影響を含む)
- (2) ミル内における被粉砕物の滞留時間分布におよぼす媒体充てん率の影響^{5),8),10),11),17),19),20)}
- (3) ミルの空転動力および補機動力

これらの諸因子の総合された結果として、ボールミル系の最適媒体充てん率が決定されているものと思われる。

る。これらの中では、特に、(1)の媒体の運動状態に関する研究が進んでおり、ミル回転速度との相互関係^{13,12),22)}などが重要視されている。一般に、ミルの回転速度の臨界値に対する比が大きいほど、媒体充てん率は小さい方がよいといわれている。セメントクリンカ粉砕用閉回路ボールミル系においても、実機テストの結果として、同様の結果が報告されているが¹²⁾、これは、媒体の運動状態の影響¹⁾のほかに、3節で述べたミル内最適粒度の影響が複合された結果と思われる。ミルの回転速度の高い方が、ミル内における粉砕進行度は大となり、したがって同一セパレータ容量条件においては、ミル内における被粉砕物粒度の微細化をもたらすからである。

Herbst ら⁴⁾は、シミュレーション計算結果にもとづき、製品量あたりの消費動力が最小となる媒体充てん率は、分級機に分級性能によらないと結論づけているが、これは、3節における結論と合致しない。このような結論のえられた原因は、分級径および循環比を分級性能にかかわらず一定としているため、媒体充てん率が大きくなってミル内の平均粒度は変わらないようになっていっていると推定されること、および、分級機に分級性能と分級機供給量の関係を表わすモデルが実情に即していないため、媒体充てん率が大きくなって粉砕機と分級機の容量性能バランスが悪化しないようになっていいること、などのためと思われる。

5. 結 論

閉回路ボールミル系において、製品量あたりの消費動力を最小にする粉砕媒体充てん率を決定する要因としては、閉回路ボールミル系の場合と共通する諸要因のほかに、ミル内における被粉砕物の平均粒度に関わる要因を無視することはできない。特に、分級機の容量が粉砕機に比して相対的に充分でない場合、および、被粉砕物がきわめて粉砕しやすく、それに対してミルの容量が大きすぎる場合は、比較的小さい媒体充てん率で、製品量あたり動力消費が最小となる可能性が強い。このような場合において、媒体充てん率を高めにしても動力面でロスを生じないための方策としては、以下の方法が考えられよう。

- (1) 分級機の増強
- (2) 粉砕媒体の小径化
- (3) 粉砕助剤の使用あるいはミル内調湿によるアグロメレーション発生の防止
- (4) ミル内通風の強化

記 号

$B(y, x)$: 粉砕における分配関数 [—]

J	: 粉砕媒体充てん率	[—]
k	: 粉砕速度定数	$[\text{min}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-a}]$
k_p	: 比例定数	$[\text{kW}]$
N	: ミル消費動力	$[\text{kW}]$
n	: 定数	[—]
$S(x)$	: 粉砕における選択関数	$[\text{min}^{-1}]$
x	: 粒径 (粉砕前)	$[\mu\text{m}]$
y	: 粒径 (粉砕後)	$[\mu\text{m}]$
a	: 定数	[—]

引 用 文 献

- 1) Beke, B.: 日本粉体工業協会粉砕分科会講演(1979)
- 2) Börner, H.: Zement-Kalk-Gips, 14, 237 (1961)
- 3) Duda, W. H.: Cement-Data-Book, 97, Bauverlag GMBH Wiesbaden and Berlin (1976)
- 4) Herbst, J. A. and D. W. Fuerstenau: Trans. AIME, 252, 169 (1972)
- 5) Hogg, R., K. Shoji and L. G. Austin: ibid., 258, 194 (1975)
- 6) 今泉常正: 選炭, 12 (57), 40 (1961)
- 7) 笠井康一: 小野田研究報告, 20, 48 (1968)
- 8) Keienburg, R., H. M. v. Seebach and F. Strauß: 3rd European Symposium on Comminution, 699 (1971)
- 9) Kelsall, D. F., P. S. B. Stewart and K. R. Weller: Powder Technology, 7, 293 (1973)
- 10) Molerus, O. and Paulsen, H.: Chem.-Ing.-Tech., 42, 270 (1970)
- 11) 森芳郎, 神保元二, 山崎昌男: 化学工学, 28, 204 (1964)
- 12) Olivero, L., F. Caire, G. Pintor and P. Bianchi: Zement-Kalk-Gips, 30, 644 (1977)
- 13) 大西利夫, 古川猛: セメント技術年報, 20, 139 (1966)
- 14) 小沼栄一: 粉体工学研究会誌, 11, 528 (1974)
- 15) Onuma, E., N. Asai and G. Jimbo: 4th European Symposium on Comminution, 559 (1975)
- 16) 小沼栄一: 化学工学論文集, 1, 351 (1975)
- 17) Paulsen, H.: Zement-Kalk-Gips, 22, 554 (1969)
- 18) 社内データ (未公表)
- 19) Shoji, K., R. Hogg and L. G. Austin: Powder Technology, 7, 331 (1973)
- 20) 杉本益規: 粉体工学研究会誌, 8, 273 (1969)
- 21) 鈴木末男: セメント技術年報, 10, 143 (1956)
- 22) Ковалюх, В. Р. and М. Б. Гуд: Цемент, (7), 8 (1978)

付着性粒体の yield locus 測定と ホッパーの最小出口寸法の決定

Measurements for Yield Loci of Cohesive Granular Materials and
Determination of the Minimum Dimension of Hopper Opening

綱川 浩
Hiroshi Tsunakawa

Abstract

Arching in a hopper must be avoided in a structural design of silos for storing a cohesive granular material. The minimum dimension of the hopper opening required for ensuring gravity flow of the cohesive granular material is determined from Jenike's theory and a yield locus of the material. The yield locus measured by a "constant volume" direct shear tester is approximately represented by the Coulomb law, depending upon a consolidating stress and time, and other factors. Calculated results of the hopper opening size are in good agreement with results of discharge of some wet granular materials from an experimental conical hopper.

著者摘録

付着性粒体をサイロ貯蔵する場合、ホッパーでの閉塞を防止する必要がある。材料が重力だけで排出するために必要なホッパー出口の最小寸法は Jenike 理論と材料の yield locus から決定できる。定容積型直接せん断試験器で測定した付着性粒体の yield locus は Coulomb 法則ではば表わせるが、圧密応力や圧密時間などに影響される。ホッパー出口の計算結果は実験用円すいホッパーからの湿潤粒体の重力排出実験結果とよく合う。

1. 緒言

乾燥粒体は、粒子間力が粒子の重量にくらべてはるかに小さい場合、ホッパーから円滑に重力排出する。しかし、湿潤粒体は粒子間に介在する液橋にもとづく粒子間力を持つため、ホッパー内で閉塞することがある。また、脱脂大豆や石ケンフレークなどのように粒子自体が変形しやすい材料は、圧密応力をうけると粒子同志の接触点で接触面積を増すため、粒子間力を著しく増大させる。このような付着性粒体を貯蔵するサイロあるいはバンカーを設計する場合、粒体の重力排出を確実にし、かつ、サイロの機能を維持するためにはホッパー出口の寸

法を適切に評価しなければならない。そのためには、付着性粒体の崩壊特性を代表する yield locus を正確に知る必要がある。

本研究では、定容積型直接せん断試験器¹⁾で測定した yield locus がほぼ Coulomb の式で表わせることを報告する。また、yield locus と Jenike²⁾ のアーチモデルを用いて、付着性粒体がホッパーから重力排出するために必要なホッパー出口の最小寸法を計算する方法をのべる。計算値は、小型円すいホッパーを用いた湿潤粒体の重力排出実験結果とよく合う。

2. 付着性粒体の yield locus 測定

2.1 せん断装置と測定方法

yield locus を測定するための定容積型直接せん断試験器¹⁾を Fig.1 に示す。また、試験器の主要構造を

横浜国立大学工学部化学工学科
〒240 横浜市保土ヶ谷区常盤台156
Tel. (045) 335-1451 (内線 2869)

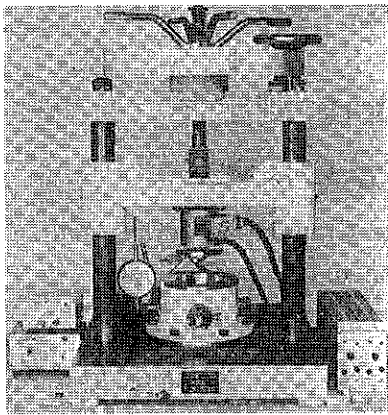


Fig. 1 "Constant volume" direct shear tester

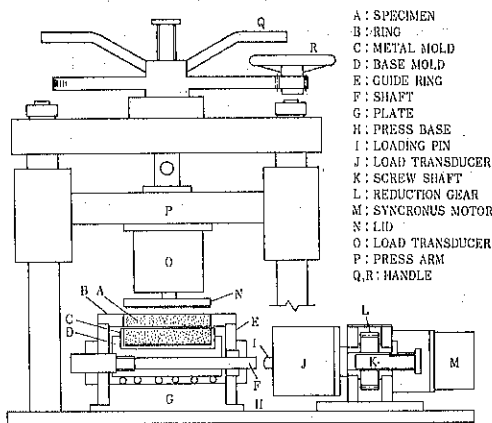


Fig. 2 Schematic diagram of the shear tester

Fig. 2に示す。本器は、小型プレス、せん断セル、ギヤードモーター、ダイヤルゲージ、荷重変換器、動ひずみ測定器およびペン書X-Y記録計などから成る。せん断セルは試料充てん金型とこれを支持するためのガイドリングなどで構成されており、プレスのベースに固定されている。試料充てん金型の断面形状は円形で、内径は100 mmである。また、金型は上下に2分割されており、上部はガイドリングにネジ止めされて固定金型となる。下部は直径8 mmの多数個のボールベアリング上に置かれて可動金型となり、毎分1.75mmの速度で水平方向に動く。固定金型と可動金型との間のすき間は約0.03 mmである。可動金型の深さは5 mmであり、底面は粗くしてある。

せん断セルのふたは、プレスのアームに取り付けた荷重変換器のローディングピンにネジ止めされている。ふたの面は粗くしてある。また、セルふたはプレスのハンドル操作で上下に移動する。せん断セルのふたに働く垂

直応力は荷重変換器で検出される。また、せん断応力はギヤードモーターのシャフトの先端に取り付けた荷重変換器で検出される。

試料をせん断セルに入れ、所定の充てん密度をうるかもしくは所定の圧密応力を加える。このとき、試料層の高さが約10 mmとなるようにあらかじめ採取量を決めておく。正確な高さはダイヤルゲージで測定する。ついで、試料層の表面にセルふたを介してわずかな垂直応力を加え、そのままの状態でギヤードモーターを駆動させて試料層をせん断する。したがって、試料は充てん金型とセルふたで抱束された一定容積内でせん断される。そこで、せん断の過程で生じるせん断応力と垂直応力の変化をそれぞれ荷重変換器で同時に検出し、動ひずみ測定器で増幅した後、ペン書X-Y記録計に出力すると、1度のせん断実験から yield locus を測定できる。

2.2 yield locus の測定結果と考察

湿潤状態および乾燥状態のガラス球と相馬砂の yield locus の測定結果を Figs. 3, 4 に示す。乾燥状態の

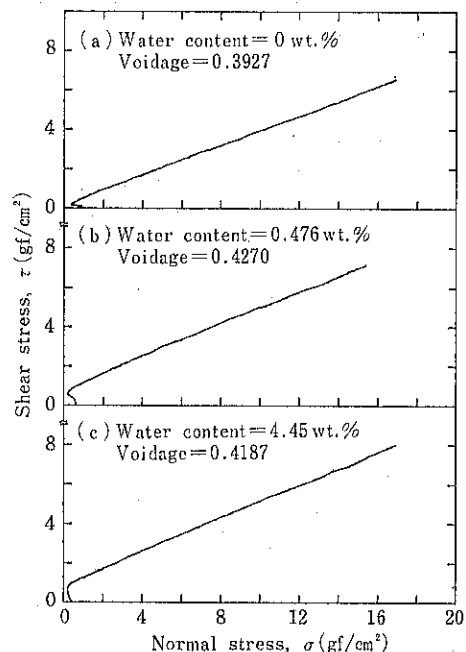


Fig. 3 Yield loci of glass beads with various water contents

yield locus は τ - σ 座標で原点を通る直線となる。このことは、多くの非付着性粒体に対してすでに知られている。湿潤状態の yield locus もほぼ直線となるが、その延長は τ 軸と正の値で交わる。すなわち、粒子間

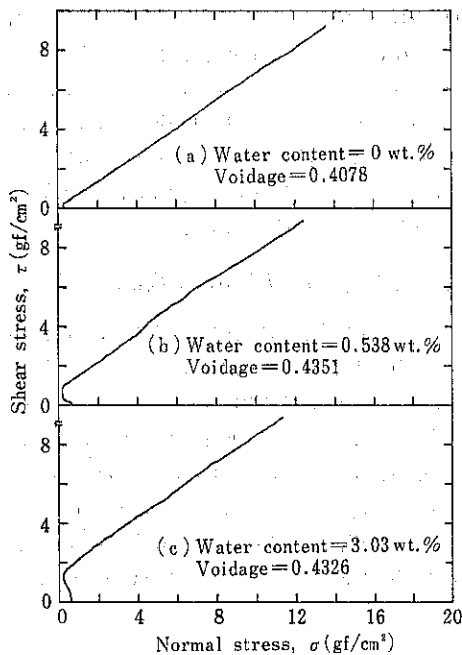


Fig. 4 Yield loci of Soma sand with various water contents

に形成された水膜にもとづく付着応力が存在する。したがって、yield locus は Coulomb 式で表わせる。

$$\tau = \sigma \tan \delta + C \quad (1)$$

ここで、 τ はせん断応力、 σ は垂直応力、 δ は内部まき角、 C は付着応力である。

ガラス球や相馬砂では、自由水分が粒子内部にほとんど吸収されないため、わずかな水分でも粒子間力を生じる。付着応力は、Fig. 5 に示すように、水分の増加とともに大きくなる傾向があるが、粒子の形状にも影響されると考えられる。湿潤状態の内部まき角は、Fig. 6 に示

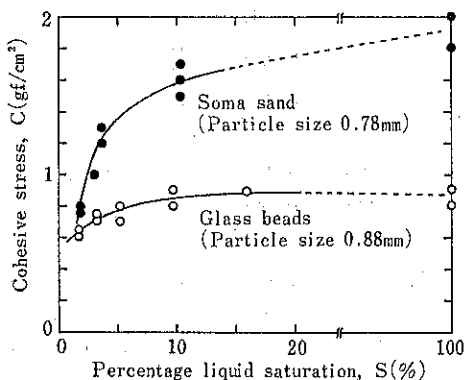


Fig. 5 Variation of cohesive stress with liquid saturation

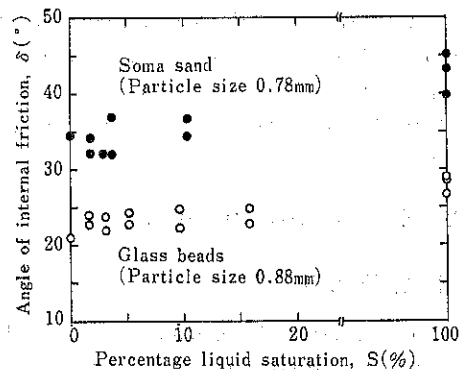


Fig. 6 Variation of angle of internal friction with liquid saturation

すように、乾燥状態にくらべてほぼ同じか若干大きな値となる。しかし、水分量にはほとんど影響されない。

一方、脱脂大豆のように水分を粒子内部に吸収する材料は水分によって粒子の硬度が変わるため、水分量ばかりでなく圧密応力や圧密時間も yield locus に影響する。圧密時間を変えて測定した脱脂大豆の yield locus を Fig. 7 に示す。ただし、水分は 16.6 wt. %, 圧密応力

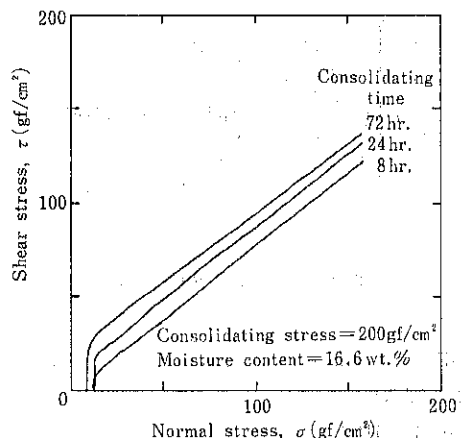


Fig. 7 Effect of consolidating time upon yield loci of soybean cake

は 200 gf/cm² である。yield locus は $\tau - \sigma$ 座標では直線であり、湿潤粒子の場合と同様に、(1)式で表わせる。また、yield locus は、圧密時間が長いほど、 $\tau - \sigma$ 座標でより上方に位置するようになるが、その傾きはほぼ同じであり、内部まき角は圧密時間にほとんど影響されない。すなわち、付着応力が圧密時間の増加とともに大きくなる。しかも、湿潤粒子の付着応力にくらべてはるかに大きな値である。この理由は、粒子同志の接点で粒子が変形して、粒子同志が圧着するためと考えら

れる。脱脂大豆はサイロ貯蔵中に時間経過とともに圧縮架橋を起し、閉塞することが知られている。Fig. 7 に示した結果は実際の現象と合致している。

以上のべたように、付着性粒体の yield locus はほぼ直線となり、Coulomb の式で表わせる。

3. ホッパー出口の最小寸法

3.1 計算方法

材料の yield locus が Coulomb 式で表わせる場合、アーチにおける応力状態は Fig. 8 に示す Mohr 応力円 で表わせる。この場合、最大応力は単軸崩壊応力 f であり、Fig. 8 の幾何学的関係から、

$$f = 2C \cot(\pi/4 - \delta/2) \quad (2)$$

しかし、yield locus の終点が確定できないから、最大圧密応力が規定できない。したがって、付着性粒体に関しては、Jenike²⁾ の定義にもとづいた崩壊関数が求まらない。したがって、粉体の場合³⁾ とちがって、材料の崩壊関数とホッパーの流れ係数の比較からホッパー出口の最小寸法を決定できない。

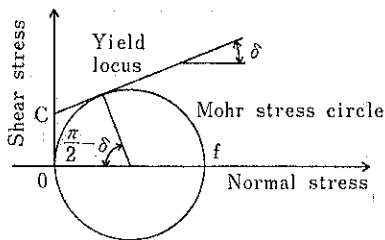


Fig. 8 Stress conditions of arch

Jenike の理論によると、ホッパー内に生じるアーチにおける最大応力 σ_1 は、

$$\sigma_1 = \tau D / H(\alpha) \quad (3)$$

ここで、 τ は充填密度、 D はアーチのスパン、また、 $H(\alpha)$ はつぎのように表わせる係数である。

$$H(\alpha) = 1 + m + 0.01(0.5 + m)\alpha \quad (4)$$

ここで、 α はホッパーの半頂角、 m はホッパーの形状係数であり、

$$\left. \begin{aligned} m &= 1 : \text{円すいホッパー} \\ m &= 0 : \text{平面ホッパー} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

単軸崩壊応力とアーチにおける最大応力が等しいとき、すなわち、

$$f = \sigma_1 \quad (6)$$

ホッパーの出口寸法は材料が重力排出するための最小値となり、その値は(3)、(6)式から、

$$D_0 = fH(\alpha)/\tau \quad (7)$$

ここで、 D_0 はホッパー出口の最小寸法である。

ホッパー出口の最小寸法を(7)式にしたがって求めるためには、(6)式の条件をできる限り満足しなければならない。そのためには、付着性粒体がホッパー内に貯蔵される条件にしたがってせん断試験を行ない、その結果から単軸崩壊応力を求める必要がある。

3.2 湿潤粒体の重力排出実験結果と考察

ホッパー出口の最小寸法を観察するため、付着性粒体として Table 1 に示す 4 種類の粒状材料を水でぬらした湿潤粒体を用いて、小型円すいホッパーからの重力排出実験を行った。ホッパーの略図を Fig. 9 に示す。ホッパーの最大径は 30 cm、頂角は 60 度である。また、材質はステンレス鋼であり、内面は鏡面研磨仕上げである。ホッパーの出口部分は開口板を 6 枚重ね合わせた構造であり、出口径は 1.245 cm から 8.100 cm まで段階的に変えられる。

Table 1 Properties of granular materials used

Materials	solid density [g/cm ³]	particle size [mm]
glass beads (1)	2.50	0.88
glass beads (2)	2.50	1.4
Soma sand	2.64	0.78
cation exchange resin	1.30	0.90

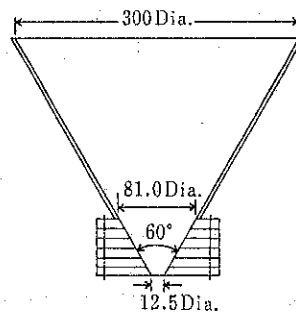


Fig. 9 Schematic diagram of experimental conical hopper

湿潤粒体の重力排出実験では、試料をホッパーに投入した後、ホッパー出口の開口板を 1 枚づつ取りはずして出口径を段階的に大きくし、試料が重力だけで流れるか流れないかを観察した。実験は 2~4 回くり返し行なったが、結果の再現性はよかった。

重力排出した直後に採取した試料に対して、3~4 回

のせん断試験を行なって、yield locus を測定した。結果は、すでに、Figs.3, 4に示したとおりである。なお、せん断試験を行なう場合、試料の空間率はホッパー内に貯蔵されたときの値と同じになるようにとくに留意した。試料の水分は重量乾燥法で測定した。

測定したそれぞれの yield locus を用いて、(7)式からホッパー出口の最小寸法を計算し、それらの平均値を求めた。計算結果は、Fig.10に示すように、実験結果とよく合う。

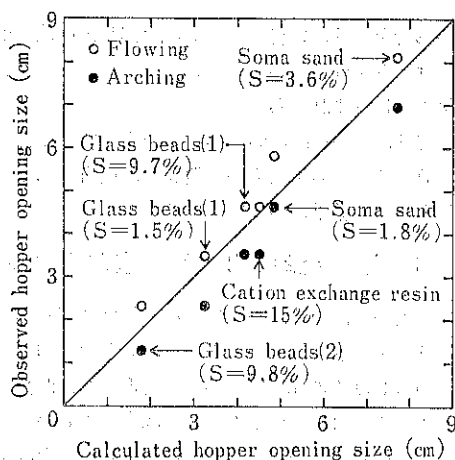


Fig. 10 Comparison of calculated with observed results of the minimum hopper opening size

4. 結 言

粒子径が約0.5 mm より大きな付着性粒体に関して、定容積型直接せん断試験器で測定した yield locus は

Coulomb 式で表現できる。このような材料を貯蔵するためのホッパーの最小出口寸法は yield locus と Jenike の理論から計算できるが、材料がホッパー内に貯蔵される条件にしたがって yield locus を測定する必要がある。

(謝辞) 定容積型直接せん断試験器は三枝隆氏(株東邦製作所)から提供していただいた。ここに記し、謝意を表します。

記 号

- C : 付着応力 [gf/cm²]
- D₀ : ホッパー出口の最小寸法 [cm]
- f : 単軸崩壊応力 [gf/cm²]
- H(α) : (4)式で定義する値 [-]
- m : ホッパーの形状係数 [-]
- S : 液飽和度(湿潤粒子層の空間容積に占める液容積の割合) [%]
- α : ホッパーの半頂角 [°]
- γ : 充填密度 [g/cm³]
- δ : 内部まざつ角 [°]
- σ : 垂直応力 [gf/cm²]
- $\bar{\sigma}_1$: アーチにおける最大応力 [gf/cm²]
- τ : せん断応力 [gf/cm²]

引 用 文 献

- 1) 綱川 浩・三枝 隆: 粉体工学会誌, **15**, 342 (1978)
- 2) Jenike, A. W.: Bulletin 123, Eng. Expt. Station, Utah State University, 1964
- 3) 綱川 浩・青木隆一・小島健二・松島弘輝: 粉体工学会誌, **15**, 336 (1978)

粉粒体層の一面剪断試験

宮南 啓* 寺下敬次郎* 矢野 武夫**
Kei Miyanami Keijiro Terashita Takeo Yano

1. 緒 言

粉粒体層の力学的特性は一面剪断試験、一軸圧縮試験、および三軸圧縮試験などによって調べられているが、その中でも一面剪断試験は比較的簡単な装置によって手軽に行なうことができ、また、実際問題でよく生じる不均一なひずみや平面変形条件下での現象をよく再現し基礎的な知見を得ることができるため、粉体工学の分野でもよく用いられている試験方法の一つである。

一面剪断試験においては垂直荷重をかけた粉粒体層を水平方向に剪断することによってその剪断力を測定し、載荷垂直荷重と剪断力の関係から破壊包絡線を描くことによって粉粒体層の剪断破壊特性が調べられる。また、破壊包絡線の勾配から内部摩擦係数が求められる。このようにして求められた粉粒体層の力学的特性は、粉粒体の輸送、貯蔵、供給あるいは混合など種々の粉粒体プロセスにおけるいろいろな条件下での粉粒体の流動性を検討したり、装置の合理的設計あるいは解析を行なう場合に必要不可欠なものとして活用されてきており、また、かなり多くの研究が報告されている。

しかしながら、たとえば、いままでに発表されている粉粒体の内部摩擦係数を種々比較検討してみると、同一（と考えられる）粉粒体に対して同じ型式の剪断試験機を用いた測定結果でさえも測定条件によって異なった値が得られている場合が多い。もともと粉粒体層は多数の個体粒子の集合体であり、粒子間には適度の相互作用が働いているため、その内部摩擦は粉粒体層を構成する個々の粒子の粒径あるいは粒子群としての粒径分布および充てん構造の影響を受けると考えられるが、それではどのような影響を受けるのか、あるいは、測定方法や測定

条件の影響を受けない普遍性のある内部摩擦係数を求めるのにはどうすればよいか、ということについて検討した結果の報告はまれである。

ここでは、一面剪断試験に関してもいままに報告されている研究等のうち主なものを概説し、反省を加え、さらに最近の研究結果について述べることにする。

2. 既往の文献に関する考察および反省

粉粒体層の一面剪断試験では、粉粒体層に剪断力によるすべりを生じさせ、そのときの垂直力と剪断力を測定する。Fig. 1 はその原理図であり、円形または四角形のセルを重ねて試料を入れ下のセルを固定しておいて上のセルを水平に動かすが、あるいは逆に上のセルを固定して下のセルを動かす。

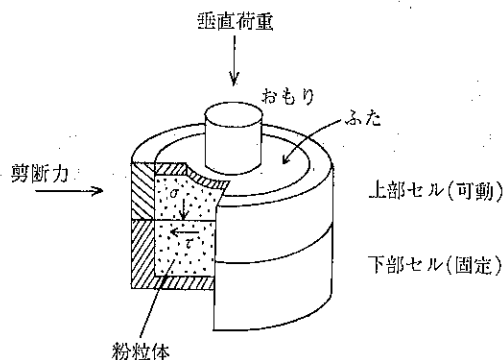


Fig. 1 一面剪断試験

種谷らは¹⁾一面剪断試験機で測定条件を変化させて食品粉体の剪断試験を行ない、内部摩擦係数は剪断セル径および剪断面より上部の粉粒体層高が小さい場合に大きくなることを指摘した。さらにこの原因を追求するため、着色した脱脂粉乳を用いて断層写真により流動の模様を調べ、剪断セル径および上部粉体層高が小さいほどセル側壁にあきらかな端末効果のあることを認めた。そして、この影響を少なくすることが重要であるとし、粉

* 大阪府立大学工学部化学工学科
(〒591 堺市百舌鳥梅町4-804)
Tel. (0722) 52-1161

** 矢野化学技術研究所
(〒550 大阪市西区西本町2-5-24 昭和ビル2F)
Tel. (06) 531-0273

粒体層高を充分大きく、剪断セル径を一定にし剪断試験を行なえばよいとした。山藤ら²⁾は内部摩擦係数と剪断初期空げき率の関係をj知るために既往の結果をまとめ、剪断初期空げき率が小さく粉粒体層が密充てん状態である程、内部摩擦係数は大きい値を示すことを見出した。同様の結論は、最近、綱川ら³⁾⁴⁾および高木ら⁵⁾によっても報告されている。

大坪⁶⁾は剪断力—垂直力関係すなわち破壊包絡線 (YL—yield locus) は必ずしもクーロンの法則に従わらず、剪断によって粉粒体層の空げき率が減少する場合は下に凸な曲線に、粉粒体層が膨張すなわち空げき率が増大する場合は上に凸な曲線になることを示唆した。梅屋⁷⁾⁸⁾らは実験的にこのことを確認した。また、篠原ら⁹⁾は内部摩擦係数に及ぼす空げき率の影響を調べるために均一粒子の規則充てん方式に基づいた粉粒体層のモデルを設定し、粉粒体層の摩擦機構および付着機構について粒子間接触点での表面摩擦、粒子間の機械的かみ合いおよび粒子間の付着、凝集などを考慮して理論的に考察し、粉粒体の内部摩擦係数が空げき率によって変化する要因は粉粒体層の不均一性に基づくものであることを見出した。

青木ら¹⁰⁾は空げき率一定の下で剪断試験ができる定容積型一面剪断試験機を用い、剪断セル内の粉粒体層高を種々変化させて実験を行なうて、粉粒体層高が大きいほど破壊包絡線 (定容積型では一回の剪断試験で求められる) の傾きすなわち内部摩擦係数が大きくなる結果を得た。梅屋ら¹¹⁾も定荷重型剪断試験機で同様な結果を得た。青木ら¹⁰⁾は剪断試験で直接測定できるのは“見掛け”の摩擦係数であり、真の内部摩擦係数は見掛けの内部摩擦係数と粉粒体層高/剪断セル径比との関係を Janssen の式に従って粉粒体層高が零になるところまで外挿することによって求められるとした。これは先述の種谷ら¹⁾の結果と異っており、粉粒体層高をできるだけ小さくして剪断試験を行なえばよいことになる。さらに、綱川ら³⁾は二、三の粉体を用いて定容積型と定荷重型の剪断試験結果を比較し、定荷重型の破壊包絡線が定容積型の場合よりも大きい値を示す傾向にあることを示した。また、両測定法による相違は、粉体の付着性が強い程、圧縮性である程著しいという結果を得ている。

Ashton ら¹²⁾は多種類の付着性粉体について Jenike セル¹³⁾¹⁴⁾ (定荷重一面剪断試験) を用い、予圧密圧力の大小により剪断初期の見掛け密度を変化させて剪断試験を行ない、見掛け密度に応じて上に凸になる破壊包絡線群を得た。さらに、クーロンの法則 ($\tau = \mu \cdot \sigma + c$) を修正した(1)式を導出した。

$$\left(\frac{\tau}{c}\right)^n = \frac{\sigma}{T} + 1 \quad (1)$$

ここで、 τ =剪断応力、 c =付着力、 T =最大引張応力、 n =剪断指数である。 n は流動性に関する因子であり、流動性の良好な粉体では1に近づき、凝集性の強い粉体では2に近い値を示す傾向にあることを見出した。Farley ら¹⁵⁾は n は粒子の表面積が増加すると減少するという結果を得た。その他、剪断指数 n に関しては Eelkmanrood¹⁷⁾、Nedderman¹⁸⁾、Kočova¹⁹⁾ および Williams ら²⁰⁾が考察を行なっている。また、 n を求めるためには最大引張応力 T を測定する必要があり、Rumpf ら²¹⁾、Farley¹⁵⁾、青木ら²²⁾および神保ら²³⁾により研究が行なわれている。さらに、剪断応力—垂直応力関係のみから曲線の式を電子計算機で推定し、 n を求めようとする試みが Stainforth ら²⁴⁾によってなされた。最近、綱川ら⁴⁾は定容積型剪断試験機で同じ試料について10回の剪断試験を行ない、 $\pm 10\%$ 以内の誤差で n の平均値が1.51であることを確かめ、粉体の流動性を剪断指数で評価するのは困難であると指摘した。

梅屋ら⁷⁾は一面剪断試験機で垂直応力を広範囲に変化させて剪断試験を行ない、Jenike¹⁴⁾と同様に上に凸の破壊包絡線を得た。また、その曲線を

$$\tau = K (\sigma + \sigma_0)^m \quad (2)$$

で表現した。ここで、 m は変形指数、 K は変形係数で共に粉粒体層を構成している粒子の物性ならびに充てん状態によって値が左右される係数である。(2)式はクーロンの法則において σ の項に m を附加したものであり、Ashton ら¹²⁾の(1)式と同じものである。さらに梅屋ら⁸⁾は、垂直応力を広範囲に変化させて得られる破壊包絡線は $m < 1$ 、 $m > 1$ および $m = 1$ の三領域に分けられることを示し、クーロンの法則より上に凸状に偏倚する要因が剪断過程における粒子の“ゆずり合い”の挙動によることを指摘している。

Jenike ら¹³⁾¹⁴⁾の提案した flow factor tester (定荷重型一面剪断試験機)は、剪断初期の充てん状態 (初期空げき率) をできるだけ一定に規定できるように工夫されている。彼らは予圧密圧力を変化させて、その予圧密圧力以下の垂直応力で剪断試験を行なえば一定の空げき率における破壊包絡線が得られると主張した。また、予圧密圧力を変化させて剪断試験を繰り返せば、予圧密圧力を終点とする破壊包絡線群が得られ、各曲線の終点でその曲線に接するモール円を描くとこの円群の包絡線は原点を通る直線になることを指摘した (Fig. 2参照)。このことは Ashton ら¹²⁾によっても確かめられている。その直線を有効破壊包絡線 (EYL—effective yield locus) といい、その傾きを有効摩擦角と呼ぶ。なお、

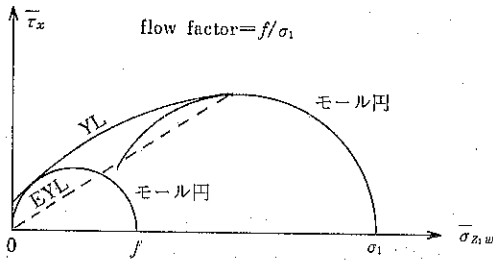


Fig. 2 破壊包絡線 (YL), 有効破壊包絡線 (EYL) および Jenike の flow factor

各破壊包絡線が上方に凸に彎曲するのは、剪断に際して滑り面における体積が膨張し、そのために費されるエネルギーが固体の摩擦力に加わるからであると推論されている。

さて、これまでに報告されている研究を検討してみると、気が付くことは、剪断面近傍における垂直応力とその分布が実測されていない点である。すべて、剪断セル上に載荷した荷重を剪断面積で割った見掛けの値を用いている。さらに、粉粒体層が剪断されると充てん状態が変化して層の膨張あるいは収縮あるいは両方が起こるとされているが、剪断試験で剪断力と層の膨張・収縮の両方が同時に測定されている例もまれである¹⁾¹¹⁾²⁵⁾²⁶⁾。いま Fig. 3 に示すように剪断されている粉粒体層中の剪断面 (面積 S) 上の任意の場所における微小面積 ds (といっても固体粒子が粉粒体としての実体を失なわないように充分な数だけ含まれているような面積) を考える。この ds にかかる垂直応力を σ_z 、剪断応力を τ_x とする。クーロンの法則が成立する粉粒体については、付着力が無いと仮定すると

$$\tau_x \cdot ds = \mu \cdot \sigma_z \cdot ds \quad (3)$$

が成立する。ここで μ は内部摩擦係数である。 μ が定数であると仮定して(3)式を剪断面全体にわたって積分す

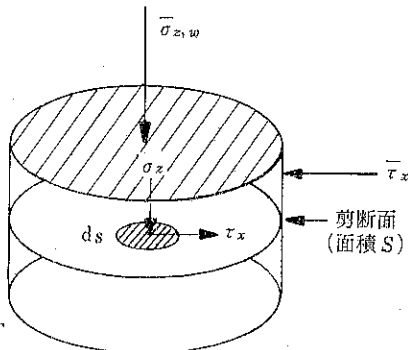


Fig. 3 剪断面における応力

ると

$$T_x = \mu \cdot \Sigma_z \quad (4)$$

となる。ここで

$$T_x = \int_S \tau_x \cdot ds, \quad \Sigma_z = \int_S \sigma_z \cdot ds$$

である。(4)式は平均値を用いて(5)式のように表現してもよい。

$$\bar{\tau}_x = \mu \cdot \bar{\sigma}_z \quad (5)$$

ただし

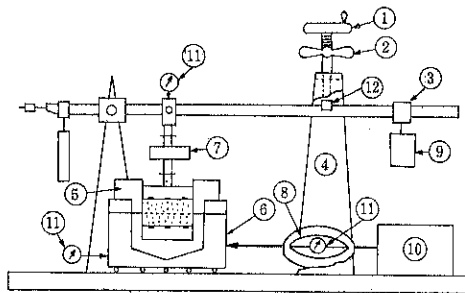
$$\bar{\tau}_x = T_x / S, \quad \bar{\sigma}_z = \Sigma_z / S$$

ここでまず、一面剪断試験の結果が τ_x 対 σ_z の関係において整理されるのではなく、 $\bar{\tau}_x$ と $\bar{\sigma}_z$ の関係において整理されることに注目すべきである。つぎに、一面剪断試験における剪断は一つの面で起こっているのではなく層をなして起こっているのであるが⁸⁾²⁷⁾²⁸⁾²⁹⁾、実測される全剪断力を T_x とみなし、それを剪断面積で除して平均の剪断応力 $\bar{\tau}_x$ としても問題はないと考えられる。しかしながら、載荷全垂直荷重 Σ_w (剪断セル上に載せたおもりの重量) をもって Σ_z に等しいとしてよいか否かについては議論の余地がある。よく知られているように、粉粒体層に加えられた圧力は層内に均等に伝わらないことが多く、また、その伝わり方に関する普遍的、定量的な法則はないからである。試料粉粒体の種類、測定方法および測定条件に応じて剪断面付近の全垂直荷重 Σ_z が Σ_w と等しくなる場合もあるだろうし、また、そうでない場合もあるはずである。従来から行なわれてきた大抵の一面剪断試験では $\Sigma_z = \Sigma_w$ とみなし、それを剪断面積で除したものを $\bar{\sigma}_z$ として $\bar{\tau}_x$ との関係が論じられており、この辺に、内部摩擦係数が測定方法や測定条件によって変化したり、あるいは、 $\bar{\tau}_x$ と $\bar{\sigma}_z$ の関係が本来直線関係であるのにあたかもそうでないように観測されている原因があるように考えられる。先に引用した文献(10)においては Σ_z と Σ_w の相違を Janssen の式によって補正しており注目すべきことであるが、Janssen の式は静止粉体層に適用はできても剪断状態にある粉体層に対しては適用できないことが確かめられている³⁰⁾³¹⁾。

筆者らは、もしも τ_x と σ_z の関係が直線であるならば、剪断セル内の剪断面近傍の垂直応力を数個所で実測し、それらの測定値の算術平均を $\bar{\sigma}_z$ とみなして(5)式により普遍性のある内部摩擦係数 μ を算出できるはずであると考え、それが可能な一面剪断試験機を試作した。そして、いろいろな種類の粉粒体について剪断試験を行ない、測定方法や測定条件にほとんど影響されない内部摩擦係数が求められることを明らかにした³²⁾³³⁾。以下ではそれらの結果について詳しく述べることにする。

3. 一面剪断試験機および実験方法

一面剪断試験機には定荷重型のものと定容積型のものがある。Fig. 4 に示した一面剪断試験機はその両方の剪断試験を行なえるようになっている。この試験機は下部セル可動型であり、固定セル⑤および可動セル⑥は円筒状で直径は40, 80, 100および120mmに変化できる。剪断速度は 0.25~15mm/min の範囲で任意に設定できるようになっている。定荷重剪断試験の場合には、セル内に装入した粉粒体層にかかる垂直荷重 (Σ_w) を、おもり⑨の大小および竿③のてこの長さを調節することにより、0.008~1.5Kg/cm² の範囲で調節する。一方、定容積剪断試験の場合には、支柱④にねじで保持されているクランプ⑫によって竿③を水平に押え込み（ハンドル①で調整する）、ストッパー②で固定して、粉粒体層の容積が剪断中変化しないようにする。剪断時に粉粒体層が膨張しようとする力の一部が垂直力 (Σ_w) として観測されるが、それはセルピストン上部にとりつけた圧縮型荷重変換器⑦によって測定する。



- | | |
|----------|-----------------|
| ① ハンドル | ⑦ 荷重変換器(ロード・セル) |
| ② ストッパー | ⑧ ブルーピング・リング |
| ③ 竿 | ⑨ おもり |
| ④ 支柱 | ⑩ 駆動部 |
| ⑤ 固定剪断セル | ⑪ ダイアル・ゲージ |
| ⑥ 可動剪断セル | ⑫ クランプ |

Fig. 4 一面剪断試験機

粉粒体層の剪断によって生じる剪断力 T_x はブルーピング・リング⑧とダイアル・ゲージ⑪によって測定する。つぎに、水平変位（剪断変位）および剪断に伴って観測される粉粒体層の膨張あるいは収縮（定荷重剪断の場合）は垂直変位として、それぞれ、可動セルの横およびピストン上部の竿の部分にとりつけたダイアル・ゲージ⑪で検出する。

さらに、剪断面近傍における垂直応力を測定するため

に Fig. 5 に示したように 上部および下部セル内に各3個づつ歪ゲージ式圧力変換器（直径 6 mm）を取り付けてある。これらの変換器からの信号は、上述のすべてのダイアル・ゲージからの信号と共に多ペン式レコーダおよび X-Y レコーダに、剪断開始から終了まで同時に記録できるようになっている。

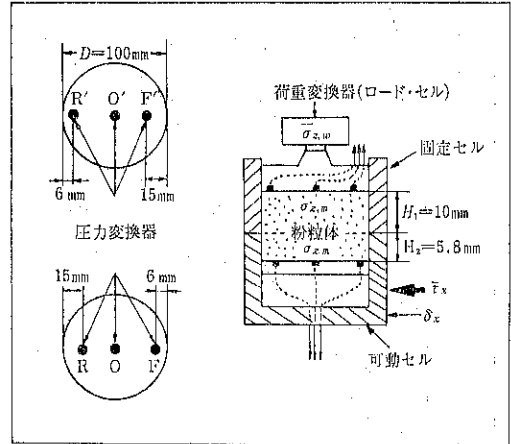


Fig. 5 剪断面近傍における圧力変換器の配置

一面剪断試験においては剪断過程が剪断セル内の粉粒体層の初期空げき率によって種々特徴的な変化をし、また、積極的に初期空げき率を変化させる必要があるため、セル内に試料をできる限り一様に充てんすることが大切である。密充てん状態の実験をするときには、通常、セル内に粉粒体を少量づつ層状に装入し、その都度、押え板で粉粒体層表面を水平にする程度に押えながら所定の層高まで充てんし、一定の予圧密圧力 ($\bar{\sigma}_{z,p}$) を層高が変化しなくなるまで加える。つぎに予圧密圧力を取り去り、 $\bar{\sigma}_{z,p}$ よりも小さな範囲でいろいろな載荷垂直荷重 ($\bar{\sigma}_{z,w} = \Sigma_w/S$) を加えて剪断する。また、粗充てん状態を得たいときには、試料を一度に静かに装入し押え板を用いずに層表面を水平にし、場合によっては予圧密も行なわずに剪断する。

4. 実験結果および考察

4.1 定荷重一面剪断試験

初期充てん状態を変化させて得られた水平（剪断）変位 δ_x —剪断応力 $\bar{\tau}_x$ 曲線および δ_x —垂直変位 δ_z 曲線（以後両者を併せて剪断過程曲線と呼ぶ）は Fig. 6 に示すような三つの典型的なパターン I, II および III 型に分類することができた。Fig. 6 には、先に Fig. 5 に示した剪断面近傍の各位置 F, O および R における実測垂直

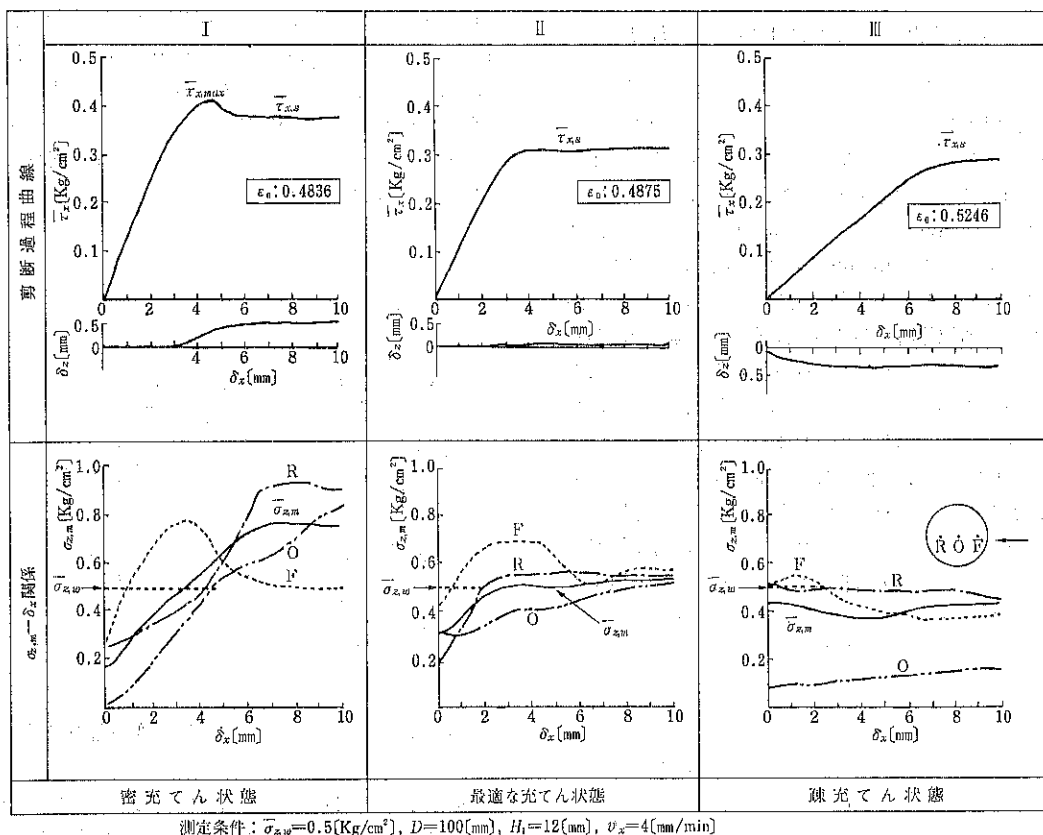


Fig. 6 剪断過程曲線、垂直応力分布および実測平均垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,m}$ におよぼす初期充てん状態の影響 (粗粉ホワイト・アラundam (105~350 μm))

応力 $\sigma_{z,F}$, $\sigma_{z,O}$ および $\sigma_{z,R}$ ならびにそれらの平均値

$$\bar{\sigma}_{z,m} = \frac{\sigma_{z,F} + \sigma_{z,O} + \sigma_{z,R}}{3}$$

と δ_x の関係もそれぞれの型に対応させて示してある。この図からわかるように、I型の剪断過程曲線のように剪断応力 $\bar{\tau}_x$ が急勾配で増大し明瞭な極大値 $\bar{\tau}_{x,max}$ を示した後定常値 $\bar{\tau}_{x,s}$ を示し、かつ、垂直変位 δ_x が大きく粉粒体層があまりに膨張する密充てん状態では、剪断開始時 ($\delta_x = 0$) における $\sigma_{z,F}$, $\sigma_{z,O}$ および $\sigma_{z,R}$ は共に $\bar{\sigma}_{z,w}$ より小さく、また、応力分布が生じている。この状態より剪断を始めると各点での $\sigma_{z,m}$ ($m = F, O, R$) が δ_x と共に大きく変化し、かつ、剪断面上で一樣でなく、また、3点の垂直応力の平均値 $\bar{\sigma}_{z,m}$ は $\bar{\sigma}_{z,w}$ (載荷垂直応力) よりも大きい値を示すようになってくる。一方、III型のように $\bar{\tau}_x$ が単調に増加し δ_x の大きいところで $\bar{\tau}_{x,s}$ を示し、 δ_x が負で比較的大きく、剪断に伴って粉体層が圧密される疎充てん状態では、各点での $\sigma_{z,m}$ は δ_x と共にそれ程大きくは変化しないが剪断面で

一樣でなく、かつ、 $\bar{\sigma}_{z,m}$ は $\bar{\sigma}_{z,w}$ よりも小さくなっている。これらのIおよびIII型に対し、II型すなわち δ_x の比較的小さいところで $\bar{\tau}_{x,s}$ を示し、かつ、 δ_x もほとんど変化しないような充てん状態では、 $\delta_x = 0$ における垂直応力分布の幅もそれ程大きくなく、剪断開始直後に各点の $\sigma_{z,m}$ は δ_x と共に変化するが、すぐに $\bar{\sigma}_{z,w}$ に近づいて剪断面上で一樣になり、かつ、 $\bar{\sigma}_{z,m}$ が $\bar{\sigma}_{z,w}$ とほぼ等しくなってくる。なお、微粉は一般にIII型を示す場合が多いが、II型を示すものもある。初期充てん状態 (空げき率 ϵ_0)、剪断セル径 D および剪断面から上にある粉粒体層の高さ H_1 を変化させて検討した結果、載荷垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,w}$ と実測平均垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,m}$ の関係は Fig. 7 のようになることがわかった。すなわち、 $D = 100 \text{ mm}$, $H_1 = 12 \text{ mm}$ 付近で δ_x の小さい場合 (II型の剪断過程曲線を示す場合) に限り、 $\bar{\sigma}_{z,w}$ を用いても正しい内部摩擦係数を求められる。しかし、できる限り剪断面近傍の垂直応力とその分布を実測することが望ましい。また、少なくとも垂直変位 δ_x は測定するべきである。

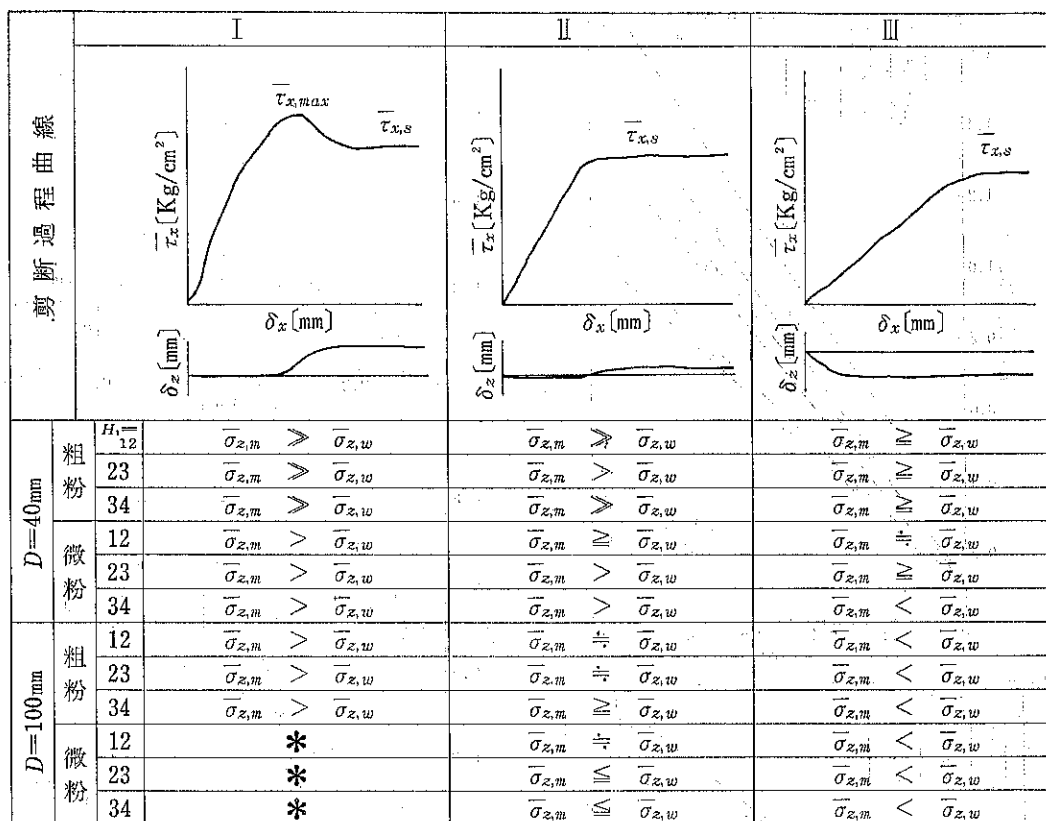


Fig. 7 剪断過程曲線と実測平均垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,m}$ および載荷垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,w}$ との関係

Fig. 8は破壊包絡線 ($\bar{\tau}_x - \bar{\sigma}_z$ 関係) に及ぼす粉体層高 H_1 の影響が, $\bar{\sigma}_z$ として $\bar{\sigma}_{z,w}$ を用いるかあるいは $\bar{\sigma}_{z,m}$ を用いるかでどう変わってくるかの一例を示したものである。その差はあきらかであろう。なお、同図中、 μ_{max} は $\bar{\tau}_x$ として $\bar{\tau}_{x,max}$ を、また、 μ_s は $\bar{\tau}_{x,s}$ を用いたときの内部摩擦係数である。Fig. 9は剪断セル径 D の影響について同様の比較を行なったものである。いずれにおいても、 $\bar{\sigma}_z$ として $\bar{\sigma}_{z,m}$ を用いることにより、 H_1 や D の影響を受けない μ が一義的に定まってくることがわかる。

微粉の例として小麦粉における初期充てん状態 (初期空げき率 ϵ_0) の影響を示したのが Fig. 10 であり、実測平均垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,m}$ を用いれば、 ϵ_0 が $\mu_{m,s}$ に及ぼす影響はほとんど無くなることがわかる。

以上に例示した比較からあきらかなように、 $\bar{\tau}_{x,s}$ 対 $\bar{\sigma}_{z,m}$ の関係は測定条件の影響をほとんど受けて、粉粒体の種類に対応した一本の直線上にまとまってくる。したがって、その勾配から求められる内部摩擦係数 $\mu_{m,s}$ および $\mu_{m,max}$ は各試料粉粒体に固有な普遍性のある定数とみなすことができる。二、三の粗粉と微粉について

そのようにして求めた $\mu_{m,s}$ の値を Table 1 にまとめて示した。なお、これらの $\mu_{m,s}$ の大小は各粉粒体の流動性の良否と対応しており、 $\mu_{m,s}$ が小さい程流動性は良好である。

4.2 定容積一面剪断試験

定荷重一面剪断試験によって内部摩擦係数を求めるには粉粒体層に載荷する荷重を種々変化させる必要がある。この場合、各載荷垂直応力における初期空げき率 ϵ_0 の調整が容易でなく、一本の破壊包絡線を得るのにも相当時間がかかる。ところが剪断によって膨張するような粉粒体層を一定容積で剪断すると剪断面に応力が発生する。この応力を剪断応力と垂直応力に分けて同時に測定すれば一回の剪断試験で破壊包絡線を求めることができる。この方法に関してはすでに二、三の研究が報告⁸⁾⁴⁾¹⁰⁾されているが、定荷重剪断試験結果との比較が十分でなく、また、剪断面近傍の垂直応力とその分布も調べられていない。なお、微粉の場合には剪断によって粉体層が収縮するので、定容積剪断を行なうときには Fig. 11 に

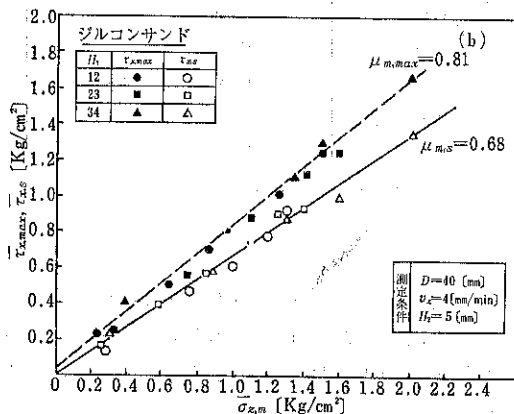
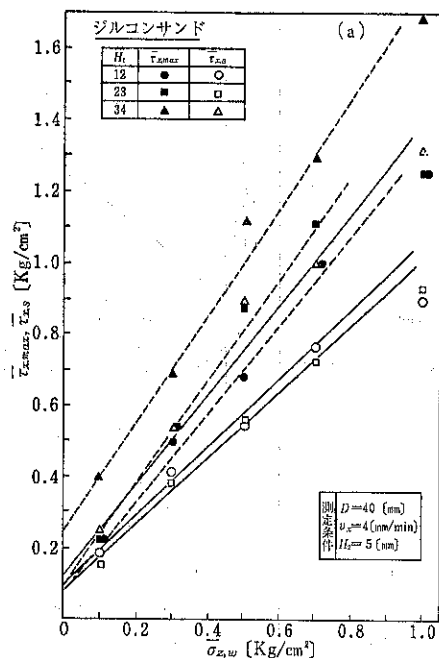


Fig. 8 破壊包絡線におよぼす粉体層高 H_1 の影響

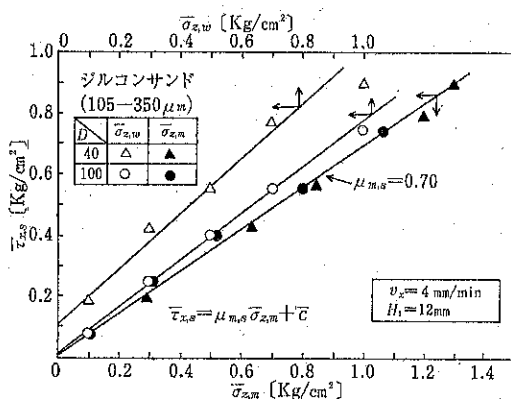


Fig. 9 破壊包絡線におよぼす剪断セル径 D の影響

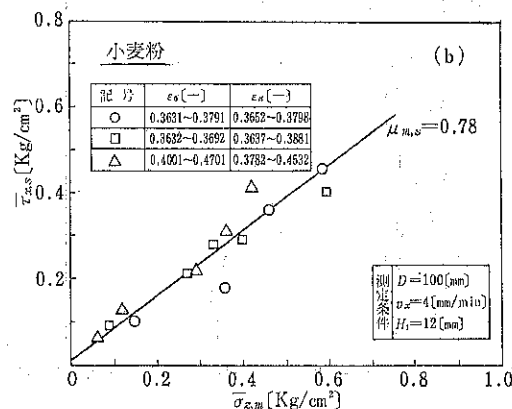
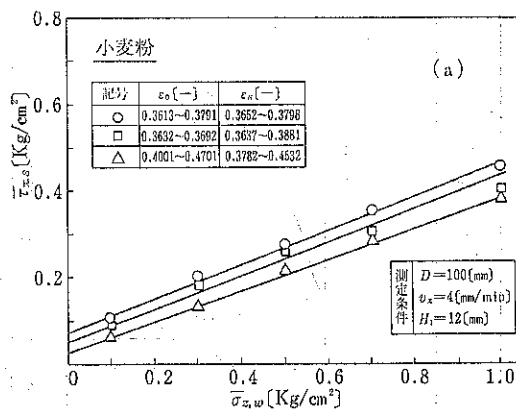


Fig. 10 破壊包絡線におよぼす充てん状態の影響 (微粉: 小麦粉)

粉体	物性値	
	内部摩擦係数 μ _{m,s} [-]	安息角 φ _r (deg) (tan φ _r [-])
粗粉	豊浦砂	0.62 (35.0)
	ジルコンサンド	0.72 (33.0)
	炭酸ナトリウム	0.75 (37.5)
	ホワイトアラシタム	0.75 (40.0)
	重炭酸カリウム	0.83 (41.6)
中粉	ガラス粉	0.87 (36.5)
	焼石膏	0.64 (50.0)
	アルミナ	0.65 (50.0)
微粉	小麦粉	0.78 (48.0)
	カオリン	0.80 (57.0)
	酸化チタン	1.23 (51.3)

1) D=100mm, H₁=12mm, H₂=5mm, v_z=4mm/minで測定。
2) 注入角法で測定。

Table 1 実測平均垂直応力に基づく粉粒体の内部摩擦係数

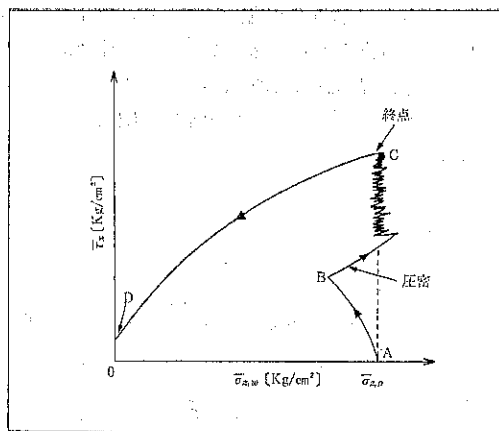


Fig. 11 微粉に対する定容積一面剪断試験

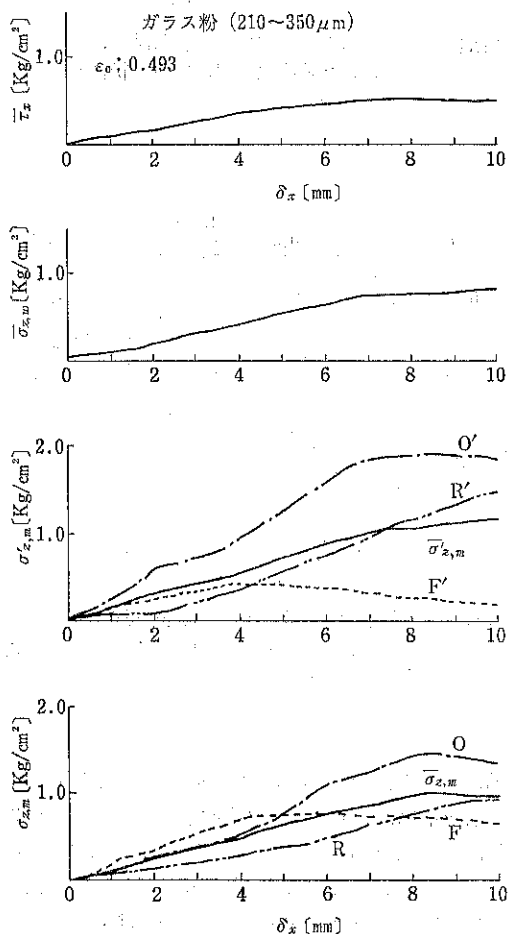


Fig. 12 定容積一面剪断試験における剪断過程
(粗粉: ガラス粉)

示したように粉体層に一旦予圧密圧力 $\bar{\sigma}_{x,p}$ をかけて圧密してから (A点) 剪断を行なうとB点まで $\bar{\tau}_x$ が増大し, $\bar{\sigma}_{x,w}$ は減少する. そこで, $\bar{\sigma}_{x,w}$ が $\bar{\sigma}_{x,p}$ と同じになるように粉体層の体積を順次減少させてゆき, $\bar{\sigma}_{x,w}$ が減少しなくなると $\bar{\tau}_x$ は最大値を示して一定となる (終点C). この状態より $\bar{\sigma}_{x,w}$ を順次減少させると $\bar{\tau}_x$ も減少するので両者を X-Y レコーダに記録することにより破壊包絡線を求めることができる.

Fig. 12 と Fig. 13 は, それぞれガラス粉 (210~350 μm) および粉糖 (1.15 μm) について, τ_x , $\bar{\sigma}_{x,w}$, $\bar{\sigma}_{z,m}$ お

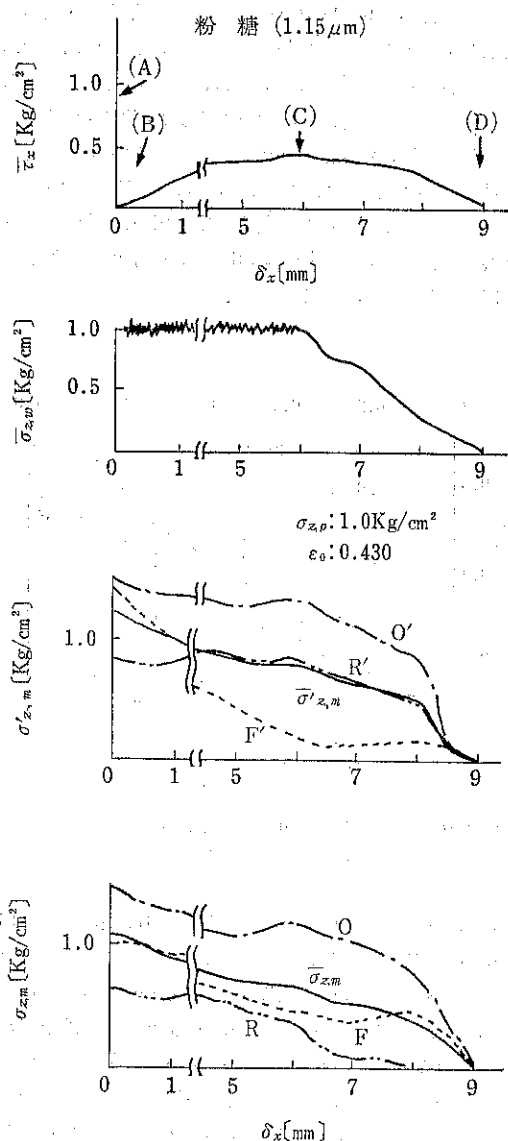


Fig. 13 定容積一面剪断試験における剪断過程
(微粉: 粉糖)

よび $\bar{\sigma}_{z,m}$ と $\bar{\sigma}_x$ の関係を示したものである。Fig. 12 のガラス粉（粗粉）の場合には、剪断面各点における $\sigma_{z,m}$ は、 $\bar{\sigma}_x = 0$ において零であり、剪断を開始するとFおよびO点が大きい値をとって垂直応力分布を示しながら増大する。実測平均垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,m}$ はロードセルで巨視的に測定した垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,w}$ よりも大きい値を示している。Fig. 13 に示す粉糖（微粉）では、粉体層を圧密したA点（Fig. 11）における垂直応力分布は一様でないが、 $\bar{\sigma}_{z,m} \approx \bar{\sigma}_{z,w}$ である。抜重して粉体層を膨張させたCからD点においても垂直応力分布は一様でなく、また、 $\bar{\sigma}_{z,m}$ は $\bar{\sigma}_{z,w}$ よりも一般に小さい値を示した。

ガラス粉（210~350 μm ）について定容積剪断試験の結果と定荷重のそれを比較して示したのが Fig. 14 である。粗粉の定容積剪断においては、剪断応力として定荷重剪断における $\bar{\tau}_{x,max}$ に相当する値が測定されと考えられるため、 $\bar{\tau}_{x,max}$ を用いて比較している。両者における破壊包絡線（ $\bar{\tau}_x$ 対 $\bar{\sigma}_{z,w}$ ）はほぼ一致しているといえる。また、実測平均垂直応力を用いた破壊包絡線（ $\bar{\tau}_x$ 対 $\bar{\sigma}_{z,m}$ ）は $\bar{\tau}_x$ 対 $\bar{\sigma}_{z,w}$ の関係よりも小さい勾配でほぼ一致していることがわかる。

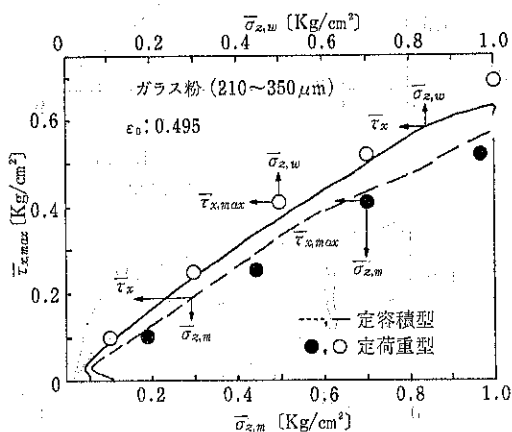


Fig. 14 定荷重および定容積一面剪断試験によって求められて破壊包絡線の比較（ガラス粉）

Fig. 15 および Fig. 16 は、それぞれ、粉糖（1.15 μm ）およびステアリン酸マグネシウム（1.75 μm ）（いずれも微粉）についての定容積と定荷重の剪断試験結果を比較したものである。両図中、 $\bar{\sigma}_{z,m}$ を用いた破壊包絡線は破線で示してある。また、微粉の定容積剪断試験では $\bar{\tau}_x$ として定荷重における $\bar{\tau}_{x,s}$ が観測されるので、Fig. 15 および Fig. 16 には $\bar{\tau}_{x,s}$ 対 $\bar{\sigma}_{z,w}$ または $\bar{\sigma}_{z,m}$ を点綴した。いずれの図においても定容積剪断試験で得られた $\bar{\tau}_x$ 対 $\bar{\sigma}_{z,w}$ の関係は上に凸の弯曲を示しており、あ

たかもクーロンの法則から偏倚しているように見えるが、実測平均垂直応力 $\bar{\sigma}_{z,m}$ を用いた破壊包絡線は、多少のばらつきが見られるものの、ほぼ直線と見なすことができ、また、定荷重剪断試験の結果ともほぼ一致することがわかる。

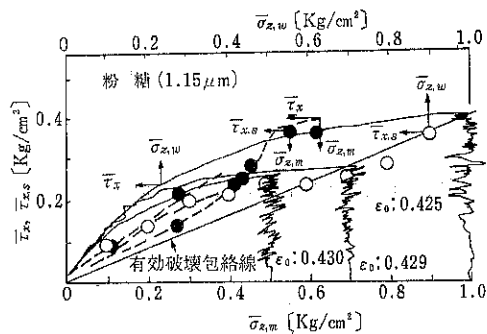


Fig. 15 定荷重および定容積一面剪断試験によって求められた破壊包絡線の比較（粉糖）

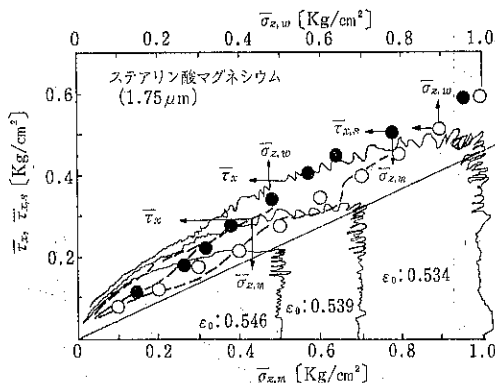


Fig. 16 定荷重および定容積一面剪断試験によって求められた破壊包絡線の比較（ステアリン酸マグネシウム）

Table 2 は定容積と定荷重の剪断試験で得られた $\bar{\tau}_x$ 対 $\bar{\sigma}_{z,m}$ の関係から算出した内部摩擦係数を二、三の粉粒体について比較して示したものである。両者は大体において一致している。なお、同表中に示されている内部摩擦係数は、粗粉の定荷重剪断については $\bar{\tau}_{x,max}$ に基づいた値であり、また微粉については $\bar{\tau}_{x,s}$ による値である。

	粉 粒 体	定容積剪断による 内部摩擦係数	定荷重剪断による 内部摩擦係数
粗	豊 浦 砂	0.88	0.84
	ガ ラ ス 粉	0.64	0.57
	ホワイトアランダム	0.50	0.45
粉	ガラス球 No.2	0.40	0.39
	ステアリン酸マグネシウム	0.63	0.67
微	粉 糖	0.62	0.55

Table 2 定容積および定荷重一面剪断試験によって求められた内部摩擦係数の比較

5. 結 言

一面剪断試験によって測定条件や測定方法の影響をほとんど受けない普遍性のある粉粒体層の内部摩擦係数を求めるためには、剪断面近傍の垂直応力とその分布を実測する必要があることを、実例を示しながらあきらかにした。垂直応力を実測しない場合には、定荷重剪断においては剪断セル内の粉粒体の初期空き率を種々変化させ、層の膨張・収縮のほとんど起こらない条件を見つける必要がある。一方、定容積剪断試験においては、現在のところ、剪断面より上部にある粉粒体層の厚みを種々変化させて破壊包絡線がどのように変化するかを観測する以外に方法はなからう。この場合、剪断されている粉粒体層の垂直応力をどのような方法で外挿するかは、今後、検討していかなければならない問題である。

いずれにしても剪断面近傍における垂直応力を正当に評価できるか、あるいは載荷垂直応力が正しく剪断面にかかってくる条件で一面剪断試験を行えば、その結果から算出された内部摩擦係数によって粉粒体の流動性を評価することは妥当である。われわれは、従来から行なわれているように、載荷垂直応力と実測の剪断応力に基づいて描かれた破壊包絡線から剪断指数 (11式参照) を求めたり、Jenike の flow factor (Fig.2 参照) を求めてみたが、これらの値は測定条件の影響を受けてばらつきが多く、流動性の評価には無理があることを確かめている。

粉粒体層の一面剪断試験に限らず、粉粒体層の力学的特性全般に関する研究が、今後一層発展するためには、剪断などを受けている粉粒体層内の応力分布に関する理論的、実験的研究の両面を強力に推進する必要がある。

引 用 文 献

- 1) 種谷真一, 曽根敏磨: 応用物理, **31**, 286 (1962)

- 2) 山藤和男, 青木隆一: 化学工学, **28**, 691 (1964)
- 3) 綱川浩, 青木隆一: 粉体工学研究会誌, **11**, 263 (1974)
- 4) 綱川浩, 三枝隆: 粉体工学会誌, **15**, 342 (1978)
- 5) 高木史人, 杉田稔: 粉体工学会誌, **16**, 277 (1979)
- 6) 大坪建: 粉体工学, **1**, 27 (1964)
- 7) 梅屋 薫, 北森信之, 荒木征雄, 美間博之: 材料, **15**, 166 (1966)
- 8) 梅屋薫, 北森信之, 原隆一, 吉田達郎: 材料, **18**, 489 (1969)
- 9) 篠原邦夫, 田中達夫: 化学工学, **32**, 88 (1968)
- 10) Aoki, R., H. Tsunakawa: J. Chem. Eng. Japan, **6**, 462 (1973)
- 11) 梅屋薫, 原隆一, 吉田達郎, 成広信次: 材料, **19**, 521 (1970)
- 12) Ashton, M. D., D. C. H. Cheng, R. Farley, F. H. H. Valentin: Rheol. Acta, **4**, 206 (1965)
- 13) Andrew, W., A. W. Jenike: Trans. Instn. Chem. Engrs., **40**, 264 (1962)
- 14) Jenike, A. W.: Bull. of Univ. of Utah, No. 108 (1961), No. 123 (1964)
- 15) Farley, R., F. H. H. Valentin: Trans. Instn. Chem. Engrs., **43**, 1973 (1965)
- 16) Farley, R., F. H. H. Valentin: Powder Technology, **1**, 344 (1967/68)
- 17) Eelkmanrooda, J.: Powder Technology, **12**, 97 (1975)
- 18) Nedderman, R. M.: Powder Technology, **19**, 287 (1978)
- 19) Kočova, S., N. Pilpel: Powder Technology, **5**, 329 (1971/72)
- 20) Williams, J. C., A. H. Birks: Powder Technology, **1**, 199 (1967)
- 21) Rumpf, H., H. Schubert: J. Chem. Eng. Japan, **7**, 294 (1974)
- 22) 青木隆一, 綱川浩: 材料, **18**, 497 (1969)
- 23) 神保元二, 浅川貞雄, 曾我尚人: 材料, **17**, 540 (1968)
- 24) 梅屋薫, 磯田武雄, 原隆一, 加藤義徳: 材料, **22**, 637 (1973)
- 25) 山口柏樹: エンジニアリング・サイエンス講座26, “土の力学”, p. 26, 共立出版 (1976)
- 26) 寺下敬次郎, 宮南啓, 吉田元茂, 矢野武夫: 粉体工学会誌, **15**, 515 (1978)
- 27) Morgenstern, N. R., J. S. Tchalenko: Geotechnique, **17**, 309 (1967)

- 28) Schwedes, J.: Powder Technology, 11, 59 (1975).
- 29) 宮南啓, 寺下敬次郎, 尾崎徹, 矢野武夫: 粉体工学会誌, 16, 173 (1979)
- 30) 寺下敬次郎, 宮南啓, 矢野武夫, 宇野省三: 粉体工学会誌, 16, 394 (1979)
- 31) 寺下敬次郎, 宮南啓, 矢野武夫: 粉体工学会誌,

16, 406 (1979)

- 32) 寺下敬次郎, 宮南啓, 山本孝夫, 矢野武夫: 粉体工学会誌, 15, 526 (1978)
- 33) 寺下敬次郎, 宮南啓, 矢野武夫, 山本宜之: 粉体工学会誌, 15, 583 (1978)
- 34) Stainforth, P. T., R. E. R. Berry: Powder Technology, 8, 243 (1973)

特許一言メモ No. 11

弁理士の効用

新たに発明したものを特許出願しようとするとき、まず弁理士に依頼するのが無難であるといえる。そのみちの専門家であるから、当然のことながら明細書を作成する段階から権利化できるように書いてくれる。また、意見書その他の中間手続きにもあらゆるテクニックを使い権利化につとめてくれる。なかでも発明者の話しを聞き、第3者的にそしゃくして、しかも専門的に第3者に判り易く、発明という技術思想を明細書という形に具体化してくれる。そしてこのことは実際に自己の権利を主張したいとき、相手にわからせ易く、誤解の余地を少なくする。うまくゆけば紛争を未然に防止することができる。という効用までである。発明者自身が作成するとどうしてもひとりよがり的で、第3者には判りにくい内容となるばかりでなく、多くの欠陥を含んだものとなり易いきらいがあり、労多くして効少なし、の見本みたいなものになってしまう。

さて弁理士に依頼するとき、特許権を獲得するまでの費用は、その発明の内容によって異なるが、特定発明が1. 内容がふつうのもので大体次の程度は心づもりをしなければならぬ。

出願の手数料(審査請求を含め)	76,000円
印紙代(“ ”)	27,400円
成功謝礼(公告によって成功とする)	50,000円
第1～第3年度分特許料(手数料含)	17,000円
合計	174,000円

特許料は納付しないと特許確定せず、しかも3年毎に大体倍、倍と高くなる。

ただし、これは昭和53年4月に改定された弁理士会標準額表と、同年5月特許庁改正料金表によるものであり、実用新案のときはこれより少し安くなる。また、その発明の内容、審査段階での意見書、その他でこれより高くつくことはあっても安くなるということはない。

なお、弁理士に限らないが、このような知的労働に対する報酬は、わが国は欧米諸国にくらべ安いといわれており、今後次第にもっと高く評価されるすう勢にある。

(M. N生)

サイロ内の懸垂棒に働く粉粒体のまさつ力

Frictional Force Exerted by a Bulk Solid on Steel Rods Suspended in a Silo

綱川 浩, 荒井 誠司
Hiroshi Tsunakawa Seiji Arai

Abstract

Frictional force exerted by a bulk solid on steel rods suspended in a silo was measured during both filling and emptying of the bulk solid. Experimental results showed that the frictional force suddenly increased immediately start of emptying of the bulk solid and reached a maximum value. A formula obtained from a force balance on an elemental slice of the bulk solid could fully estimate the maximum frictional force. Coefficients of friction between the bulk solid and both the silo wall and the steel rod were found to be important for estimation of the frictional force.

著者摘録

直径および表面あらさのちがう丸棒をサイロ内に懸垂し、これらに働く粒体のまさつ力を試料の投入開始から排出終了まで連続測定した。その結果、まさつ力は試料の排出開始と同時に急激に増大し、最大値を示すことがわかった。力のつりあいから導いた計算式はこのような最大値を十分に評価できた。計算には、試料とサイロ壁および棒表面との間のまさつ係数が重要であった。

1. 緒言

サイロの内部には、目的に応じていろいろな構築物を付設することがある。たとえば、粉面のレベル計を支持するためのワイヤーロープ、サイロブレンダーに用いる内円筒、閉塞防止用のインサート¹⁾、乾燥用のクロスバーなどさまざまである。しかし、これらの付設構築物に働く粉粒体の荷重はいまだ明らかでなく²⁾、実際にもワイヤーロープやクロスバーなどの破断事故が生じている。

本研究では、サイロ直筒部の中心に懸垂した丸棒に限定して、これに働く粉粒体のまさつ力を解析する。また、実験用サイロ内に懸垂した直径および表面あらさの

ちがう各種の丸棒に働く粒体のまさつ力の測定結果と計算結果を比較検討する。

2. 理 論

2.1 円環型サイロにおける粉粒体の応力

サイロ直筒部の中心に丸棒を鉛直につりさげると、Fig. 1 に示すような円環型サイロとなる。この円環部における粉粒体の応力を解析するため、鉛直方向の力のつり合いを考えると、

$$\begin{aligned} & \frac{\pi}{4}(D^2-d^2)(\bar{\sigma}_v+d\bar{\sigma}_v)+\pi D\tau_1dh+\pi d\tau_2dh \\ & =\frac{\pi}{4}(D^2-d^2)\bar{\sigma}_v+\frac{\pi}{4}(D^2-d^2)r_dh \end{aligned} \quad (1)$$

(1)式を整理すると、

$$\frac{d\bar{\sigma}_v}{dh}+\frac{4(\tau_1D+\tau_2d)}{D^2-d^2}=\gamma \quad (2)$$

横浜国立大学工学部化学工学科

〒240 横浜市保土ヶ谷区常盤台156

Tel. 045-335-1451 (内線2869)

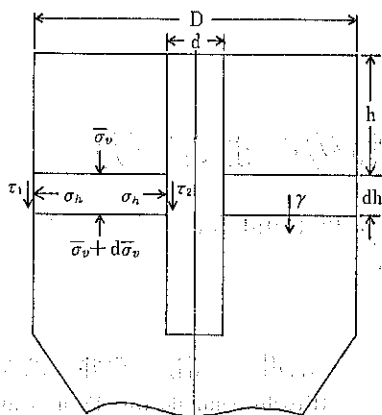


Fig. 1 Force balance

水平応力はサイロの断面に均一に分布していると仮定すると、せん断応力は、

$$\tau_1 = \mu_1 \sigma_h \quad (3)$$

$$\tau_2 = \mu_2 \sigma_h \quad (4)$$

また、水平応力と平均鉛直応力との間には、つぎの関係がある。

$$\sigma_h = k \bar{\sigma}_v \quad (5)$$

(3)~(5)式を(2)式に代入して整理すると、

$$\frac{d\bar{\sigma}_v}{dh} + \lambda \bar{\sigma}_v = \gamma \quad (6)$$

ただし、

$$\lambda = \frac{4\mu_1 k}{D} \frac{1 + \frac{\mu_2}{\mu_1} \frac{d}{D}}{1 - \left(\frac{d}{D}\right)^2} \quad (7)$$

初期条件 $h=0, \bar{\sigma}_v=0$ で(6)式を積分すると、サイロの断面に働く平均鉛直応力は、

$$\bar{\sigma}_v = \frac{\gamma}{\lambda} (1 - e^{-\lambda h}) \quad (8)$$

(8)式は、 $d=0$ のとき、Janssen 式⁹⁾ そのものである。

2.2. 懸垂棒に働く粉粒体のまさつ力

丸棒の微小長さ dh に働くまさつ力は、Fig. 1 から、

$$dF = \pi \tau_2 d \, dh \quad (9)$$

(4), (8)式を(9)式に代入すると、

$$dF = \frac{\pi \mu_2 \gamma k d}{\lambda} (1 - e^{-\lambda h}) dh \quad (10)$$

(10)式を積分すると、

$$F = \frac{\pi \mu_2 \gamma k d}{\lambda} \left\{ h - \frac{1}{\lambda} (1 - e^{-\lambda h}) \right\} \quad (11)$$

(8)式を用いて、(11)式を書きかえると、

$$F = \frac{\pi \mu_2 \gamma k d}{\lambda} (r h - \bar{\sigma}_v) \quad (12)$$

$\bar{\sigma}_v$ は正の値であるが、 $\bar{\sigma}_v=0$ となるとき、 F は最大値となる。これは(12)式から、

$$F = \frac{\pi \mu_2 \gamma k d h}{\lambda} \quad (13)$$

懸垂棒の直径がサイロの直径にくらべて小さいとき、応力比はつぎのように表わせる^{4)~6)}。

$$k = \frac{1 - \sin^2 \phi_1}{1 + \sin^2 \phi_1} \quad (14)$$

ただし、

$$\phi_1 = \arctan \mu_1 \quad (15)$$

3. 実験装置と方法

実験装置の概要を Fig. 2 に示す。実験用サイロは内径 30cm、長さ 100cm の直筒部と頂角 50° のホッパーから成る。材質はステンレス鋼であり、内面は鏡面研磨仕上げである。直筒部上端のフランジ面には、2 個の小型荷重変換器(直径 25mm、高さ 9 mm)が軸対称の位置に固定されている。これらの荷重変換器には、懸垂棒を支棒するために、直径 10mm、長さ 40cm のステンレス棒がサイロ断面の直径に沿ってほぼ水平に渡されている。この支持棒には、サイロ断面の中心に相当する位置から壁までの間に幅約 1 mm の V 字型みぞが 6 ケ所切っ

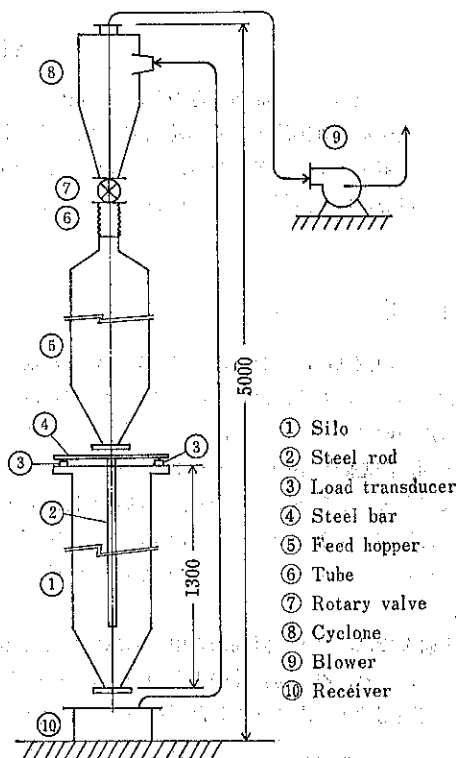


Fig. 2 Schematic diagram of experimental apparatus

る。一方、懸垂棒の上端には、直径0.5mmのナイロン糸がほぼ半円形にしばりつけてある。ナイロン糸を支持棒のV字型みぞに入れて懸垂棒をつる。懸垂棒は直径10、15、20、25mmの滑面丸棒（ステンレスみがき丸棒）と直径19mmの粗面丸棒（黒皮付丸棒）で、長さはすべて100cmである。

試料は空気力輸送ラインを経て、供給用ホッパーにあらかじめ貯蔵される。供給用ホッパーのゲートを開けると、試料は所定の供給速度で実験用サイロに投入される。投入完了後に供給用ホッパーのゲートを閉じ、ついで、実験用サイロのゲートを開けて試料を排出させる。排出した試料は再び空気力輸送ラインを経て、供給用ホッパーに貯えられる。

試料の投入開始から排出完了までの間に懸垂棒に働いたまさつ力は2個の荷重変換器で検出され、動ひずみ測定器で増幅した後、ペン書記録計に連続記録される。荷重変換器の容量はともに20kgであり、その出力感度は分銅で検定してある。また、懸垂棒の位置はサイロ断面の中心から壁に向かって、0、30、60、90、120、135mmの6ヶ所である。

前報^{4,5)}にのべたように、試料の投入速度はサイロ内の応力状態に影響するが、排出速度は影響しない。そこで、投入速度については、本実験装置で実現しうる最小値(0.039cm/sec)と最大値(1.52cm/sec)で実験した。また、排出速度は0.61cm/secに固定した。ただし、投入・排出速度は試料の自由表面が移動するときの線速度で表示した。

4. 実験結果と考察

実験に用いた試料は平均粒径0.9mmのポリスチレン球である。その充填密度は0.62g/cm³である。また、定容積型直接せん断試験器^{7,8)}で測定したポリスチレン球の流れ性質をTable 1に示す。

Table 1 Flow properties of polystyrene spheres

Angle of internal friction	Angle of wall friction		
	against silo wall	against smooth surface rod	against rough surface rod
16.70°	9.37°	10.70°	15.64°

懸垂棒に働くまさつ力を試料の投入開始から排出完了まで連続測定した結果の記録例をFig. 3に示す。懸垂棒は直径10mmと25mmの滑面丸棒と直径19mmの粗面丸棒である。投入時のまさつ力は、投入速度が1.52cm/secのときは0.039cm/secのときにくらべて、2～

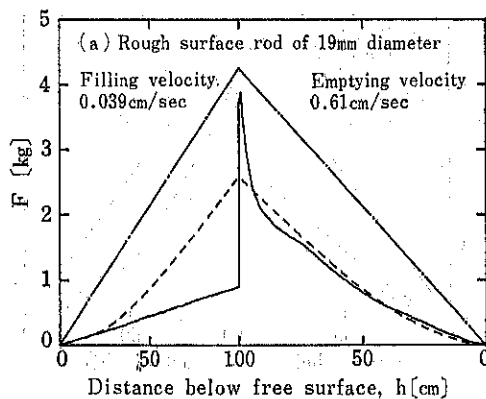


Fig. 3 (a)

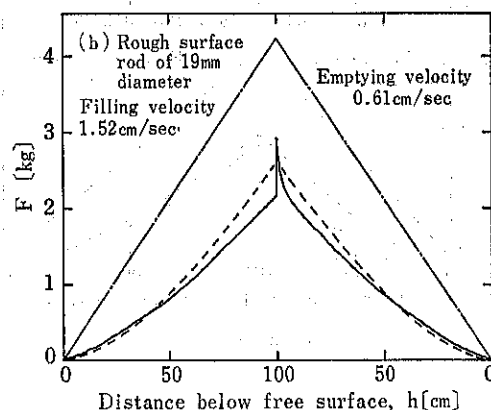


Fig. 3 (b)

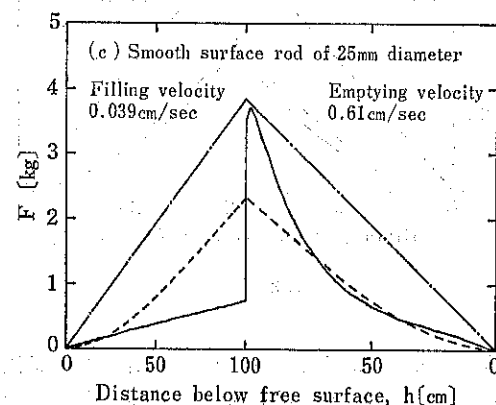


Fig. 3 (c)

Fig. 3 Variation of frictional force measured during initial filling and emptying, and comparison of measured with calculated results

(— measured, - - - eqn. (11), ——— eqn. (13))

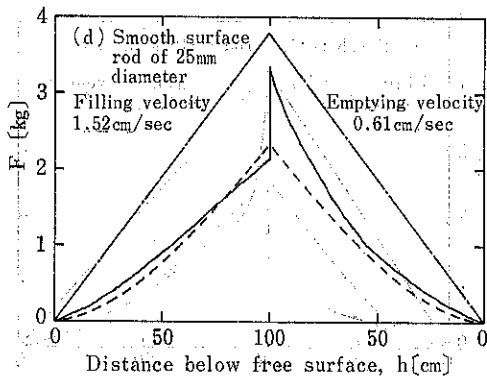


Fig. 3 (d)

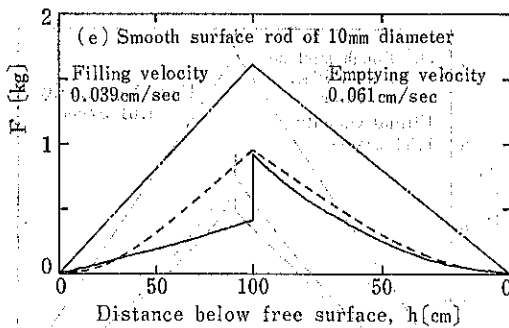


Fig. 3 (e)

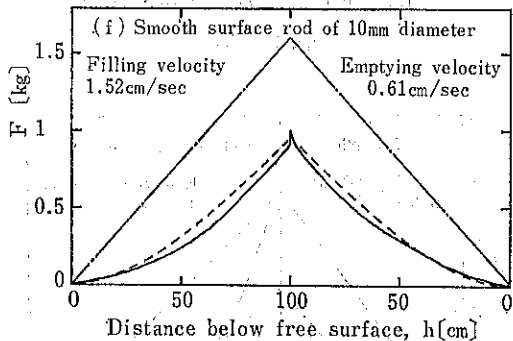


Fig. 3 (f)

3倍大きい。また、まさつ力は試料の排出と同時に急激に大きくなり、最大値を示すが、その後排出が進むにつれて減少する。この傾向は投入速度がおそい場合および懸垂棒の直径が大きい場合に著しい。排出直後に現われるまさつ力の最大値も投入速度がおそいときに大きい。また、排出が進んだ段階では、まさつ力は投入速度のちがいでほとんど影響されない。

Table 1 に示した流れ性質を用いて、(11)、(14)式から計

算したまさつ力を Fig. 3 に破線で示した。計算値は静的状態（投入時）でも動的状態（排出時）でも同じであるが、投入速度 1.52cm/sec で測定した投入時のまさつ力とよく合い、かつ、投入速度がちがっても排出が進んだ段階で測定した排出時のまさつ力ともよく合う。

しかし、排出直後に現われるまさつ力の最大値は、直径 10mm の滑面丸棒を除いて、(11)式の計算値より約 1.6 倍大きい。これは、静止状態から排出状態にかけて、試料の充てん構造が急激に変わることによって、応力状態が変化するためと考えられる。

そこで、最大まさつ力を与える(13)式による計算結果を Fig. 3 に一点鎖線で示した。計算値は、直径 10mm の滑面丸棒の場合を除くと、投入速度 0.039cm/sec のときの排出開始直後に現われるまさつ力の最大値とよく合う。

なお、懸垂棒をサイロ壁から 15mm 離れた位置に設置した場合でも、実験結果は Fig. 3 に示した傾向と同じであった。

懸垂棒の直径とまさつ力の関係を Fig. 4 に示す。懸垂棒の位置はサイロ断面の中心であり、投入速度は 1.52 cm/sec、排出速度は 0.61cm/sec である。実験値は投入時のまさつ力、排出開始直後の最大値および定常流れ時のまさつ力に分けて示した、(11)、(14)式からの計算値は、Fig. 4 に実線で示したように、投入時および定常流れ時に測定したまさつ力とよく合う。しかし、懸垂棒の直径が 20mm と 25mm の場合、排出開始直後のまさつ力の最大値よりは小さい。一方、(13)式による計算値は、Fig. 4 に一点鎖線で示したように、まさつ力の最大値より大きい。

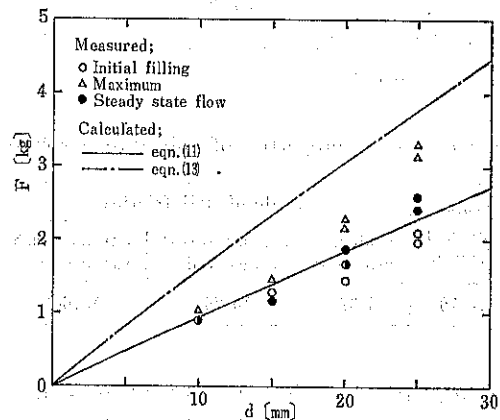


Fig. 4 Relationship between frictional force on smooth surface rod and it's diameter (Filling velocity=1.52cm/sec, emptying velocity=0.61cm/sec)

懸垂棒の設置位置とまさつ力関係をFig. 5に示す。位置はサイロ断面の中心から壁に向う半径距離とサイロ半径の比で表わした。また、まさつ力の実験値は排出開始直後の最大値を示した。ただし、投入速度は1.52cm/sec、排出速度は0.61cm/secである。Fig. 5からわかるように、まさつ力は懸垂棒の位置によって有意な差はない。なお(11)、(14)式からの計算値を参考のため破線で示した。

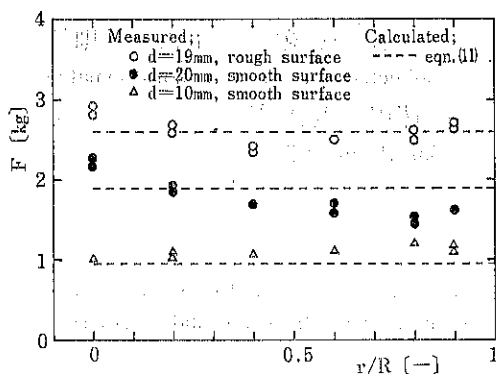


Fig. 5 Effect of radial position of steel rod upon frictional force

5. 結 言

サイロ内の懸垂棒に働く粒体のまさつ力は試料の投入速度に大きく影響され、また、試料の排出開始直後に最大値に達し、排出が進んだ段階では投入速度のちがいに影響されない。力のつり合いから導いた(11)式は投入時および定常流れ時のまさつ力の計算に使える。しかし、まさつ力の最大値の評価には(13)式が有効である。また、まさつ力は懸垂棒の設置位置によってあまり変らない。

サイロ内に円筒やワイヤーロープなどを付設する場合、強度計算には(13)式が適当であろう。計算には、試料

とサイロ壁および付設物体表面との間のまさつ係数が重要であるから、これらを正確に測定する必要がある。

記 号

- D : サイロの直径
- d : 懸垂棒の直径
- F : 懸垂棒に働く粉粒体のまさつ力
- h : 粉粒体の自由表面からの距離
- k : 平均鉛直応力に対する水平応力の比
- R : サイロの半径
- r : サイロ断面の中心から壁に向う半径距離
- ρ : 粉粒体の充てん密度
- λ : (7)式で定義する値
- μ_1 : 粉粒体とサイロ壁との間のまさつ係数
- μ_2 : 粉粒体と懸垂棒表面との間のまさつ係数
- σ_h : 水平応力
- $\bar{\sigma}_v$: 平均鉛直応力
- τ_1 : サイロ壁に働くせん断応力
- τ_2 : 懸垂棒表面に働くせん断応力
- ϕ_1 : 粉粒体とサイロ壁との間のまさつ角

文 献

- 1) 網川浩, 青木隆一, 小島健二, 松島弘輝: 粉体工学雑誌, 15, 594 (1978)
- 2) Tsunakawa, H. and R. Aoki: Powder Technol., 11, 237 (1975)
- 3) Janssen, H. A.: Z. Ver. dt Ing., 39, 1045 (1895)
- 4) Tsunakawa, H. and R. Aoki: J. Chem. Eng. Japan, 7, 131 (1974)
- 5) 網川浩, 浅野祐三, 青木隆一: 粉体工学研究会誌, 14, 497 (1977)
- 6) 網川浩, 青木隆一, 小島健二, 松島弘輝: 粉体工学雑誌, 15, 336 (1978)
- 7) 網川浩, 三枝隆: 粉体工学雑誌, 15, 342 (1978)
- 8) 網川浩: 粉砕, 24, (1979)

移動層塔壁での粉粒体の剪断応力特性

Characteristics of Shearing Stress between Particles and the wall-Surface on the Moving Bed

油谷 暢悦* 上松 一則**

Nobuetsu Yutani Kazunori Uematsu

藤田 重文***

Shigefumi Fujita

Abstract

In this study, as basic research for the study of the behavior of particles in slugging fluidized beds, characteristics of shearing force between the wall-sureface and solids-particles of the moving bed are discussed.

Interactions between internal surface of the wall in cylindrical column and moving particles, and between external surface of the wall inside annular column and particles, shearing force acting of moving particles on the wall-surface were measured.

As an experimental method, a simple measurement was made, that is, experimental relationship between shearing on the wall-surface and elapsed time is given which realizes in accordance with the changed the height of moving bed. Shearing stress is estimated, differentiating shearing force obtained with respect to elapsed time.

As a result, experimental shearing stress data are in good agreement with theoretical values obtained by dynamical balance acting on the internal wall-surface in cylindrical column, on the other hand, characteristics of shearing stress acting on the external wall-surface in annular column are very complicated and can't be explained in terms of simple dynamical model. The shearing stress is influenced by particle diameter. By use of dimension analysis, the following experimental equation is obtained.

$$\tau_1 g_c / \rho D_p g = \frac{2}{3} (D_e / D_p)^{0.8}$$

where, τ_1 : shearing stress acting on the external wall-surface in the case of a annular column, g_c : gravitational conversion factor, g : gravitational acceleration, D_p : particle diameter, ρ : particle density, D_e : values substracted internal diameter of inside column from external diameter of outside column in a annular column.

著者摘録

スラッシング流動層の粒子挙動を研究するための基礎的研究として、移動層内粒子群と筒壁との間に作用する剪断応力に関する検討を行なった。

円筒内壁と移動粒子群との相互作用ならびに 2 重円筒内筒外壁と粒子群との相互作用について、粒子

* 東京農工大学
(〒184 小金井市中町 2-24-16)
Tel. (0423) 81-4221

** 現在, サントリー株式会社

*** 幾徳工大

・壁間に働く剪断力が測定された。実験方法として簡便な方法が用いられた。すなわち、壁面に働く剪断力と経過時間との関係を求める、ここで、その関係は移動層高さの変化と共に変化する。剪断応力は得られた剪断力を時間で微分することによりえられる。

その結果、実験的剪断応力値は、円筒内壁の場合力学バランスから求められた理論値とよく一致する。一方、環状壁の場合、剪断応力特性は複雑で、簡単な力学モデルで説明できない。

次元解析により、次の実験式を得た。

$$\tau_{igc}/\rho D_p g = \frac{2}{3} (D_o/D_p)^{0.8}$$

ここで、 τ_i ：環状管内筒外壁に作用する剪断応力、 g_c ：重力換算係数、 g ：重力加速度、 D_p ：粒径、 ρ ：粒子密度、 D_o ：環状管外筒内径と内筒外径との差

1. 緒 言

化学工業の諸粉体プロセスにおいて、粉体供給器、移動層反応器や粉砕機などの設計上、粉粒体の容器内の流動現象を解明することが必要であり、特にそのための基礎となる粉粒体と容器壁との間に働く剪断応力に関する情報は極めて重要であろう。

従来、重力下での容器内の移動粉粒体と容器壁面との間における剪断応力値の測定は、容器壁面に作用する粉体圧に関する研究に関連して、局所での受圧面での粉体圧測定値より推算した青木ら¹⁾や Handy ら²⁾の報告があるが、近年、矢野ら^{3,4)}は垂直式剪断試験装置により粉体摩擦係数を測定することが試みられている。この場合、移動層・塔壁面間の剪断応力の正確な値が当然必要であろうと思われる。また、著者が検討している気系流動層の粒子挙動解析には、粉粒体の動的状態における粉粒体と塔壁面との間に働く剪断応力値が必要である。特に、最小スラッグ速度の理論解析には粉体充填高さ、断面形状および粉粒体・塔壁間の剪断応力値の関係を知らることが不可欠である。

以上の現状のように、移動層塔壁での粉体圧に関する研究は種々の形状のサイロの強度設計上、多くの報告⁵⁾があるが、移動層高および断面形状と移動層塔壁での剪断応力値との関係を検討したものはないようである。

そこで、本報告では円筒部分ならびに共軸同心円筒の間隙部分を流れる移動層と塔壁面との剪断応力値を検討した。すなわち、移動層高さ方向に対し変化する応力を高さ方向に積分した荷重曲線を実験的に求め、所定の移動層高さに対し作用する剪断応力値を整理したのでここに報告する。

2. 移動層塔壁での剪断応力値

2.1 円筒内移動粒子層の場合

円筒内の静止粉体層の塔壁にかかる高さ方向の粉体圧分布は、いわゆるヤンセンの式として次式で与えられ

る。

$$p = \frac{D \cdot r}{4 \mu_w k} [1 - \exp \{-(4 \mu_w k / D) h\}] \quad (1)$$

Eq. (1)より、塔壁にかかる剪断応力分布は

$$\tau_{gc} = \frac{Dr}{4} [1 - \exp \{-(4 \mu_w k / D) h\}] \quad (2)$$

と表現される。 $4 \mu_w k$ の値は材料および壁面の性質によって異なるとされている⁴⁾。

一方、円筒内の移動粒子群が定速で移動している場合、水平部分に働く応力が一様であるとき、粉粒体と壁面との間に働く剪断応力と水平部分の粉粒体の自重は釣り合うので、

$$\pi D_{ii} \cdot \tau_{igc} = \frac{\pi}{4} D_{ii}^2 \cdot \gamma \quad (3)$$

が成立する。すなわち、整理して

$$\tau_{igc} = D_{ii} \cdot \gamma / 4 \quad (4)$$

となる。これは、Eq. (2)において $h \rightarrow \infty$ の場合に相当する。

2.2 共軸同心円の環状部分内移動粒子層の場合

同軸円壁面に働く剪断応力を Fig. 1 のように定め、2.1 と同様の仮定の下に、壁面剪断応力と粉粒体の自重

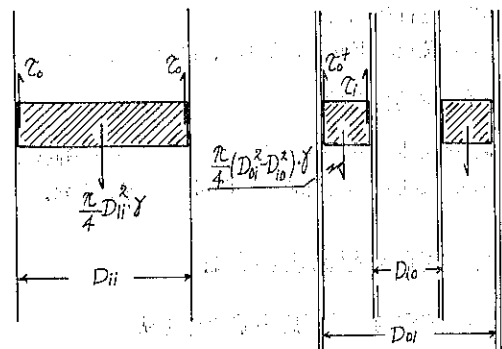


Fig. 1 Relationship between shearing stress and dynamic balance.

との釣り合い条件より、

$$\pi D_{o1} \cdot \tau_o + g_c + \pi D_{i1} \cdot \tau_{i1} g_c = \frac{\pi}{4} (D_{o1}^2 - D_{i1}^2) \cdot \gamma \quad (5)$$

が成立する。

Eq. (5)を整理して、

$$\tau^* g_c = D^{*2} + D^* \left(\frac{\tau_o}{\tau_i} \right) \quad (6)$$

$$\text{ただし、} \tau^* = (\tau_o - \tau_o^+) / \tau_o, \quad D^* = D_{o1} / D_{i1} \quad (7)$$

3. 実験

3.1 実験装置および実験方法

実験装置は Fig. 2 に示したように、(I)粉粒体の移動層降下速度制御部分、(II)粉粒体・塔壁間剪断応力の作用部分、(III)塔壁にかかる荷重測定系の3つの部分からなる。

外筒および内筒の材質はアクリル樹脂製で、(I)の移動層降下速度の制御は容器内下部に取り付けられたオリフィス径を変化させることによって行なった。(III)の測定系はリン青銅製の歪測定板 (15.5×3.5×0.2) にストレインゲージ (共和電業製 KFC-5-C1-16) を張り、ブリッジボックスに組み込み、ストレインアンプ (共和電業製 DPM-IN) で増幅し、ペンレコーダーに記録する。実験方法は外筒 (94φ) の底部および内筒内に粉粒体を充填し (Fig. 2 参照)、オリフィス 開閉弁を開き、粉粒体を移動させ、その時の粉粒体と筒内壁との間に働く剪断応力の層高部分の積算値 (円筒塔壁全体にかかる垂直方向の荷重) の変化を連続的に測定する。

同様の実験を内筒径 5 種 (26, 36, 46, 60, 70)、試料粉体 5 種 (ガラス球, $D_p = 0.1833, 0.1295, 0.0647, 0.0457$, イオン交換樹脂 $D_p = 0.0704, 0.0498$) について行なった。また、同内筒および外筒と同試料を用いて共軸同心円筒の環状部分を粉粒体が移動する場合についても実験を行なった。

実験の種類は Fig. 3 に整理し、図示した。

3.2 実験条件

本実験条件、実験試料の物性ならびに比較・検討のため用いた文献上の試料物性を Table 1 に整理した。

4. 実験結果および考察

4.1 実測例と剪断応力値の算出法

先の 3.1 の実験方法にしたがって得られたチャート紙上の実測曲線例を Fig. 4 (円筒内の場合) および Fig.

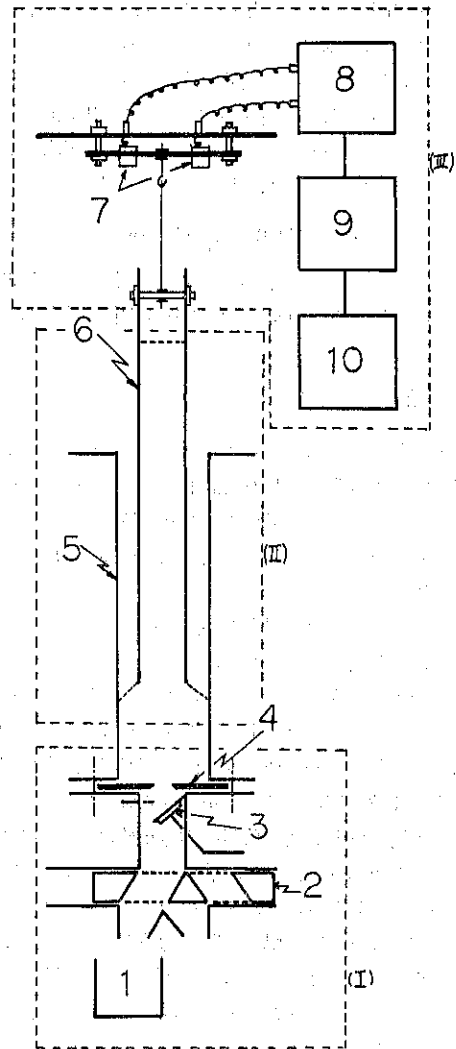


Fig. 2 Experimental apparatus.

(I) Section controlling for particles velocity. 1 Storage container, 2 Slide valve, 3 Valve for either opening or shutting, 4 Orifice plate.

(II) Section of shearing stress between particles and the wall-surface. 5 Outside column, 6 Inside column.

(III) Section for measuring shearing force. 7 Strain gage, 8 Bridge box, 9 Amplifier, 10 Pen-recorder.

5 (環状部分の場合) に示す。

なお、各々について粉粒体の流動状態の観察結果を同図中に挿入してある。Fig. 4 および Fig. 5 の特性曲線の傾向性は容器内の移動層の流動状態と密接に関連していることがわかった。これは移動層の下降速度の変化に

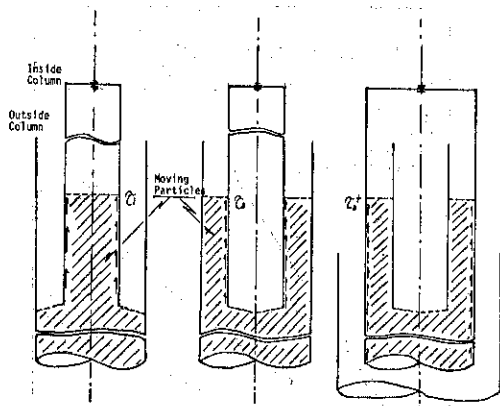


Fig. 3 Experimental methods.

Table 1 Properties of materials used and experimental conditions

Material	D_p (cm)	γ (G/cm ³)	Ref.
Glass Beads	0.183	1.52	Auth.
	0.129	1.52	Auth.
	0.0647	1.52	Auth.
	0.0457	1.52	Auth.
Ion Exchange Resins	0.0704	0.790	Auth.
Glass Beads	0.0498	0.0790	Auth.
Glass Beads	0.1-0.168	1.616	2)
	0.05-0.071	1.516	2)
Soma Sand	—	1.532	2)
Rape-seed	—	0.687	2)

$D_{ii}=1.0-7.0\text{cm}$, $D_{io}=1.2-5.0\text{cm}$, $D_{oi}=10\text{cm}$.

よる壁面に垂直方向の圧力変化に起因する。

移動層の移動開始初期④において荷重が異常に大きくなるのは静止粉体が移動開始時に加速度を生じ、塔壁に異常垂直圧として作用するためであろう。また、移動開始後数秒間（実験条件により異なる）荷重の時間的変化が極めて少ない部分⑤が生ずるが、これはいわゆる粉体全体が移動するまでの層内を粒子移動状態が伝播する遅れ時間を示している。これは粉粒体が静止状態から移動状態へ移る緩和時間である。

本実験では、層内粒子移動状態が Fig. 4 および Fig. 5 においてマスフロー状態の場合について解析した。

つぎに、剪断応力値の算出法について、円筒内粒子移動層の場合を例にとり述べる。

容器内粉粒体の移動速度を $\bar{U}_c$ (cm/sec)、移動する粒子群の経過時間を θ (sec)、円筒内径 D_{ii} (cm)、剪断面積を S [cm²] とすれば、

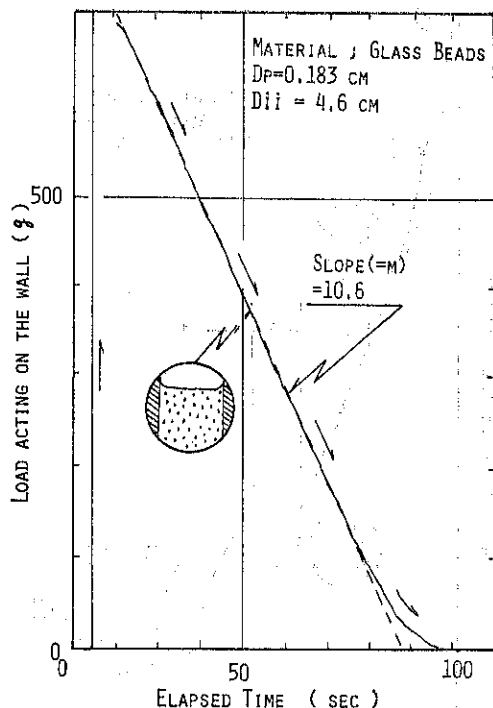


Fig. 4 Change of shearing force acting on the internal surface in case of cylindrical column.

$$dS = \pi D_{ii} \bar{U}_c d\theta \quad (8)$$

の関係がある。剪断応力値 τ_{gc} は次式で表わされる。

$$\tau_{gc} = dF/dS = (dF/d\theta)/(dS/d\theta) \quad (9)$$

ただし、 F は剪断面全体に作用する荷重を示す。

Figs. 4) および 5) の結果より、層高が充分あれば端効果は無視でき、

$$dF/d\theta = m \text{ (一定値)} \quad (10)$$

をえる。

一方、Eq. (8)より

$$dS/d\theta = \pi D_{ii} \bar{U}_c \quad (11)$$

であるから、Eq. (10)および Eq. (11) を Eq. (9)に代入して、

$$\tau_{gc} = m/\pi D_{ii} \bar{U}_c \quad (12)$$

となる。一方、 $\bar{U}_c$ は一般に層高の低い場合を除いて、オリフィス径 D_o と試料の物性が定まれば一定値⁴⁾をとる。

したがって、Eq. (12)を用いれば、 τ_{gc} が算出可能であり、 τ_{gc} は一定値をとる。

環状部分内を粉粒体が移動する場合、共軸同心円筒の内筒に作用する剪断応力を算出するには、

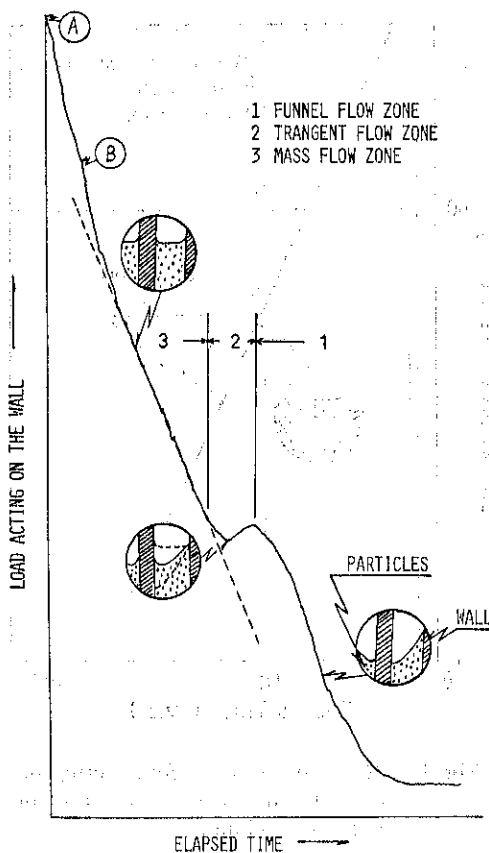


Fig. 5 Change of shearing force acting on the external surface of inside column in case of annular column.

$$\tau_{io}g_c = m/\pi D_{io} \bar{U}_c \quad (13)$$

を、また共軸同心円筒の外筒の内径面および円筒の外径面に作用する剪断応力値の和は

$$\tau_{tg} = m/\pi (D_{oi} + D_{io}) \bar{U}_c \quad (14)$$

で算出できる。ただし、 D_{oi} は外筒の内径を、 D_{io} は内筒の外径を表わす。

4.2 諸操作条件の検討

(1) ストレインゲージ検定曲線、ストレインゲージの伸びの荷重に対する直線性を調べるため行なった検定曲線を Fig. 6 に示す。本図より荷重に対する直線性が極めてよいことが確かめられた。

(2) 内筒の位置および移動層の下降速度の荷重に与える影響、環状部分を粒子層が移動する場合について内円筒壁に作用する剪断応力に対するオリフィス板から内円筒下端までの距離 h_o の影響を検討したところ、Fig. 7 のように、平均粒径 $D_p = 0.129 \text{ cm}$ のガラス球では、 $h_o >$

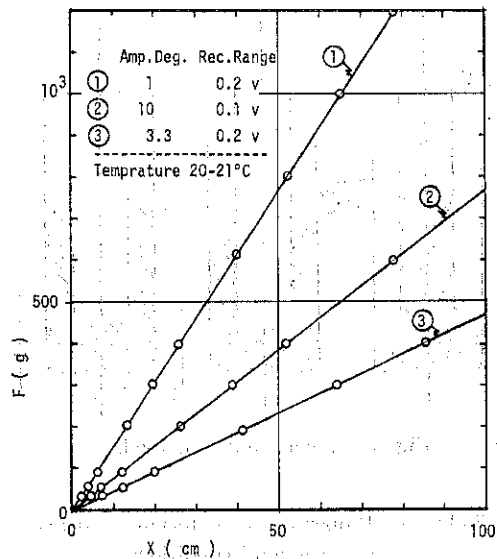


Fig. 6 Calibration curve estimating shearing force.

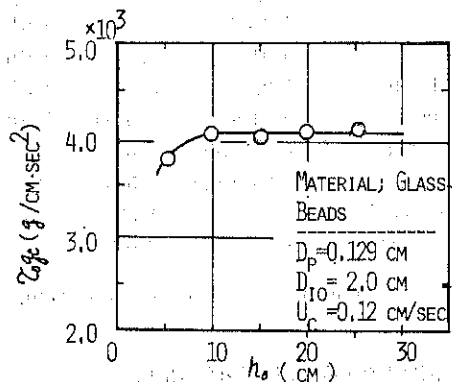


Fig. 7 Effects of length h_o from edge of inside column to orifice plate on shearing force acting on the internal surface of inside column.

10cm の部分で h_o は剪断応力 $\tau_{io}g_c$ に影響を与えないことがわかった。 $h_o < 10 \text{ cm}$ の部分で剪断応力が h_o の影響を受けているのは、オリフィス近傍で粉粒体の流れがいわゆるファンネルフロー (Funnel Flow) になっているため、内筒壁に作用する圧力に変化を生ずることによる。

以上の実験事実により、内円筒の位置を決定する操作条件として、 $h_o = 15 \text{ cm}$ とし、他の実験を行なった。

一方、移動層の下降速度の剪断応力に与える影響については、既往の結果²⁾と同じく Fig. 8 に示すように一定

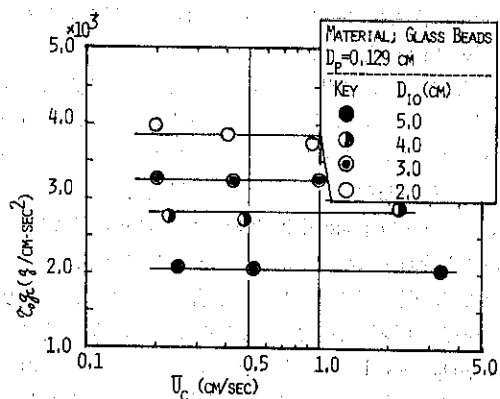


Fig. 8 Effects of descending velocity of the moving bed on the shearing force on the internal surface of inside column.

速度下では影響を与えないことが確認された。

4.3 移動層断面形状と壁面剪断応力

断面形状について、本報告では断面が円の場合と同軸環状部の場合について検討した、本研究の直接的目的がスラッシング流動層の粒子層挙動解析に塔壁面にかかる剪断応力値を必要とするためである。本研究とスラッシング流動層挙動との対応を Fig. 9 に示した。

4.2 節で示した実験条件のもとで、(i)移動層断面が円の場合、(ii)断面が同軸2円環状部の場合について断面形状の壁面剪断応力に与える影響について解析した。

(i)の場合、Eq. (4) の考察により、剪断応力 τ_{ig} は D_{ii} に比例することが予想される。Fig. 10 によれば、 τ_{ig} は D_{ii} に比例し Fig. 11 より粒子移動層の下降速

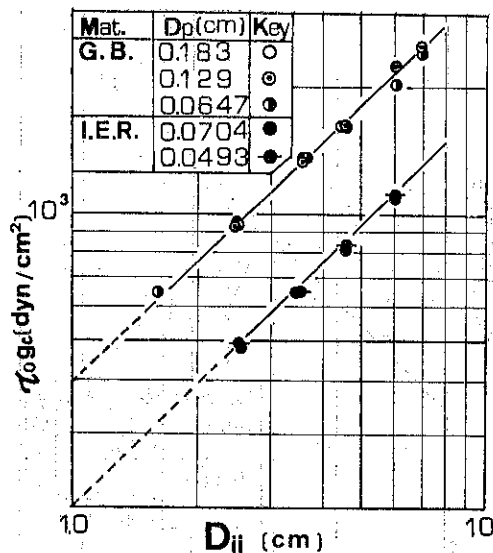


Fig. 10 Experimental relationship between shearing stress τ_{ig} and internal diameter D_{ii} of inside column.

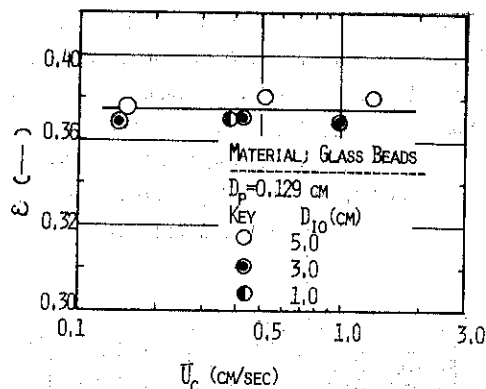


Fig. 11 Effects of descending velocity U_e of the moving beds on the void fraction ϵ of the bed.

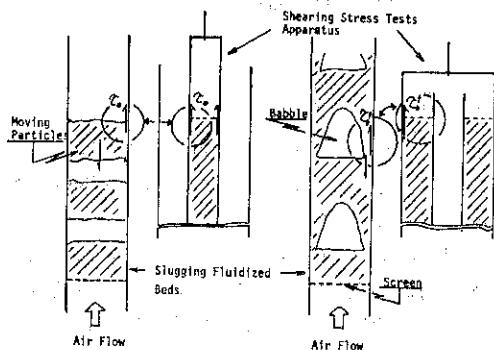


Fig. 9 Comparisons of the behavior of moving particles in slugging fluidized beds with that in shearing stress test-apparatus.

度 U_e は層空隙率 ϵ に影響を与えないので、 τ_{ig} は D_{ii} と粒子物性（ここでは粒子密度）によって決まる。

すなわち、Fig. 10において $D_{ii} = 1$ における τ_{ig} の値は各々ガラス球粒子群ならびにイオン交換樹脂の比重量 γ の値を示している。したがって、 τ_{ig} vs. γD_{ii} をプロットすれば Fig. 12 のように円筒内粒子移動層の場合の全データは、青木ら²⁾ のデータを含めすべて同一直線上に整理された。(ii)の場合、Eq. (6)が成立するか否かを検討するため、先に示した Fig. 3 における実験(3)の方法により $(\tau_o + \tau_i)g$ の値を実験的に求め、Fig. 3

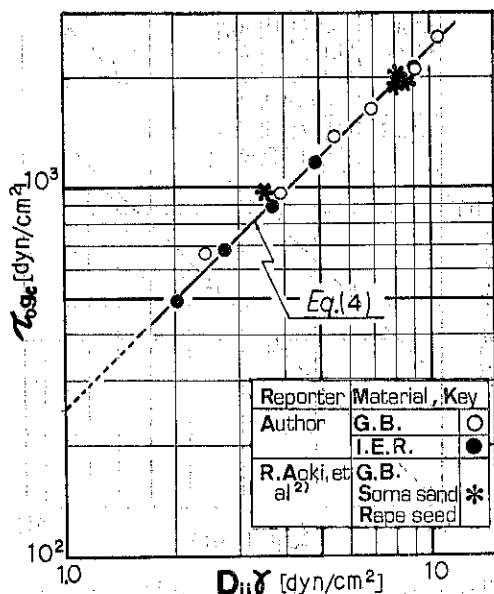


Fig. 12 Comparison of experimental data with values estimated by Eq. (4).

の実験(1)および(2)により求めた τ_{0g} および τ_{1g} の値を Eq. (6)に代入 τ_{0g} を求め、最終的に $(\tau_0 + \tau_1)g$ の値を算出する。計算値 $(\tau_0 + \tau_1)_{cal.}$ と実測値 $(\tau_0 + \tau_1)_{obs.}$ とを比較すると Fig. 13-(A) のようによく一致するので、Eq. (6)は妥当なものであると考えられる。

つぎに、環状部分の大きさが剪断応力 τ_1 に与える影響を定量的に検討するため D^* , τ_0 および τ_1 の実測値を

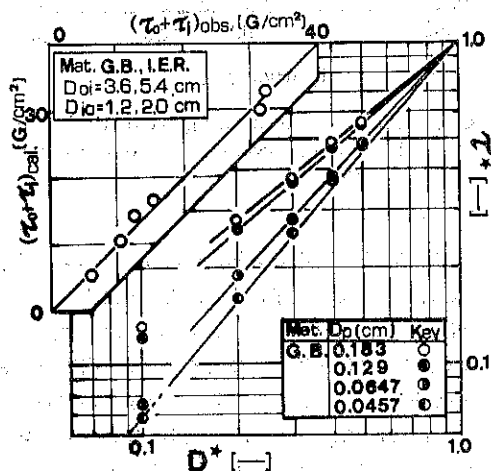


Fig. 13 A) Comparison of experimental data $\{(\tau_0 + \tau_1)_{obs.}\}$ with the calculated values $\{(\tau_0 + \tau_1)_{cal.}\}$.
B) Relationship of τ^* with D^* .

Eq. (6) に代入して求めた τ^*g と D^* との関係を求める と Fig. 13-(B) をえる。

本図において、環状部分の内筒壁面での剪断応力には環状部分の長さが影響することは当然であるが、その影響の傾向性が粒径をパラメーターとして変化しているのは、この種の問題に対する考察が巨視的力学バランスのみでなく壁・粒子間の微視的接触による局所剪断応力についても検討する必要があることを示している。

そこで、環状部粒子移動層の場合について τ_{1g} に与える粒径の影響を次元解析により整理し、最終的に、 $\tau_{1g}/\rho D_p g$ vs. D_e/D_p をプロットすると Fig. 14 のようにすべての実測値は次式で相関付けられた。ただし、 $D_e = D_{01} - D_{10}$ である。

$$\tau_{1g}/\rho D_p g = (2/3) \cdot (D_e/D_p)^{0.8} \quad (15)$$

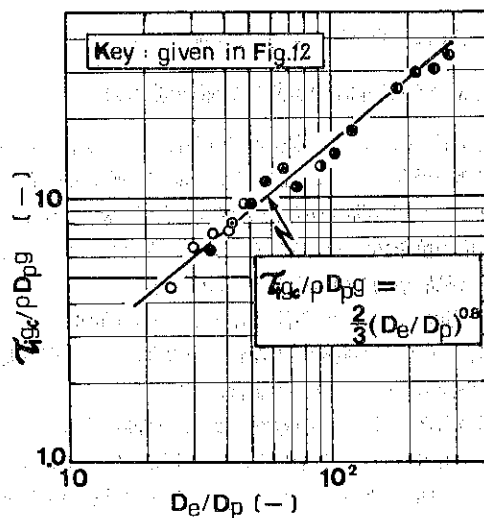


Fig. 14 Relationship between $(\tau_{1g}/\rho D_p g)$ with (D_e/D_p) .

5. 結 言

(1)円筒内粒子移動層の壁・粒子群間に働く剪断応力値は Eq. (4)で表現しうることが、剪断応力の実測積分曲線からの推算値によって確かめられた。

(2)同軸環状部内粒子移動層の場合、内筒壁に作用する剪断応力値は環状部分の大きさならびに粒径の影響を受けることが明らかになり、実験式として Eq. (15) をえた。

使用記号

D : 円筒径 [cm]
 D_{II} : 円筒内径 [cm]

D_{i0} : 共軸2重円筒の内筒の外径	[cm]	τ_t : $(=\tau_{0^+} + \tau_i)$	[Kg/cm ²]
D_{o1} : 共軸2重円筒の外筒の内径	[cm]	τ^* : $(=\tau_0 - \tau_{0^+})/\tau_0$	[—]
D_e : $(=D_{o1} - D_{i0})$	[cm]	ρ : 粒子密度	[g/cm ³]
D^* : $(=D_{o1}/D_{i0})$	[—]		
D_p : 平均粒径	[cm]		
F : 剪断力	[G/cm ²]		
g_c : 重力換算係数	[kg·m/Kg·sec ²]		
h_0 : 内筒下端からオリフィス板までの距離	[cm]		
h : 充填粉粒体層の高さ	[cm]		
k : 粉体層の水平圧と垂直圧の比	[—]		
m : $(=dF/d\theta)$	[G/cm ² ·sec]		
p : 円筒内の粉体の垂直圧力	[Kg/m ²]		
S : 粉体・壁間剪断面積	[cm ²]		
U_0 : 移動層内粒子群の下降速度	[cm/sec]		
$\bar{U}_c$: 容器内粉粒体の移動速度	[cm/sec]		
γ : 比重量	[Kg/cm ³]		
θ : 経過時間	[sec]		
μ_w : 壁面摩擦係数	[—]		
τ : 剪断応力	[Kg/cm ²]		
τ_0 : 円筒内径壁に作用する剪断応力	[Kg/cm ²]		
τ_i : 共軸2重円筒内筒外壁に作用する剪断応力	[Kg/cm ²]		
τ_{0^+} : 共軸2重円筒外筒内壁に作用する剪断応力	[Kg/cm ²]		

引用文献

- 1) Aoki, R. and H. Tsunakawa: J. Chem. Eng. Japan, 2, 126 (1969)
- 2) 青木, 網川, 上野: 化工協会第37年会講演要旨集, (II)255 (1972)
- 3) Handly, M. E. and M. G. Perry: Rheologica Acta, 4, 226 (1965)
- 4) 井伊谷鋼一編: “粉体工学ハンドブック,” 朝倉書店 (1967)
- 5) Jenike, A.W. and J.R. Johanson: Transactions of the ASME, 340 (1969)
- 6) Lvin, B. JA: Powder Technology, 4, 280 (1970)
- 7) 新居田, 寺下, 矢野: 第16回粉体に関する討論会講演要旨集, p. 70 (1978)
- 8) 寺下, 宮南, 矢野: 第16回粉体に関する討論会講演要旨集, p. 73 (1978)

粉体のタッピング圧密について

Compaction of several Powders by the Tapping

和田 憲造* 中富 美鈴* 早野 延男* 上滝 具貞**

Kenzō Wada Misuzu Nakatomi Nobuo Hayano Tomosada Jyōtaki

Abstract

The characteristics of compaction of powders are one of the most important features in handling powders.

This second report is dealt with the tapping effect of powders in a vessel (newly added samples, Lactose, White Alundum).

Experimental results are summarized by the next formula

$$\frac{C}{mgH} = \frac{r(\omega T)^{n'}}{H^{k'}}$$

where

n', k', r ; parameters

g ; constant of gravity

m ; total mass of powder in the vessel

ω ; tapping speed

H ; tapping height

C ; rate of compaction

T ; tapping duration.

著者摘録

粉体の充填特性は粉体を取り扱う上で非常に重要な特性であり、粉体の物性を知る一つの方法でもある。

本報告は前報に引続き、粉体のタッピングによる充填について、タッピング速度 ω 、タッピング高さ H （落下高さ）を変化させた時のかさ密度の変化について調べ、各粉体のかさ密度、空隙率、圧縮度について、またタッピングによる衝撃力と圧縮度の関係について、検討を行ったものである。

1. 緒言

粉体の充填特性は粉体の特性を知る一つの方法でもあり、粒度分布とともに、粉体の物理的性質を決めるものとも基本的な性質であり、粉体の力学的性質、あるいは

また電気、光学的性質等に直接関係してくるものである⁶⁾。粉体の充填には自然流動による方法と外力を加えて充填を行う方法とがあり、既報¹⁾において後者のうちの一つであるタッピング圧密についてタッピング高さ (H)、タッピング回数 (ωT) を変化させた時のかさ密度の変化について検討を行った。

粉体がタッピングにより圧密化されていく過程は粉体によりまちまちであるが、まず初期容積を明確にしておくことが重要である。タッピング充填においては粉体の圧縮の度合（容積の減少の度合）が粉体の特性に密接に関連している。

* 山口大学工学部

(〒755 宇部市常盤台)

Tel. 0836-31-5100

** 九州共立大学

(〒806 北九州市八幡西区折尾自由ヶ丘)

Tel. 093-691-3331

粉体充填初期においては特に粉体固有の力学的挙動が表われ、粉体粒子のからみ合い、付着力、凝集力、その他粒子の化学的性質により複雑な粉体固有の挙動を呈する。

タッピングによる圧密の過程は、充填初期の状態からタッピングを行うと、まずタッピングによる衝撃力のため粉体層を構成している凝集粒子間のブリッジがくずれ、粒子の再配列が行なわれる。そして小さい粒子は大きい粒子の間隙に入り込み、その行程を繰り返すことにより、次第に圧密の度を深め、最終的にはしっかりした粉体層を形成する。そして以後タッピングを行っても、粉体層は表面的には、なんら変化しない状態となる。いうなれば、タッピング初期においては、粉体層は塑性的性質を示し、最終的には弾性的性質を示すと言える。

タッピングの初期充填方法として、本実験においてはパウダーテスター（細川鉄工所製）による、ゆるみかさ密度測定におけると同じ充填方法（後述）をとった。タッピングの初期の圧密については、この初期充填の状態に大きく影響される。即ち、圧密に影響を及ぼす因子として粉体の空隙率、凝集力、付着力、粒子の形状、粒度分布等があり、これらとタッピングの際の衝撃力との関係により、圧密過程が決定される。

タッピング圧密に衝撃力を考慮した報告⁴⁾は少なく、今回の報告では、既報¹⁾のものに新たに試料を2種類追加し、各粉体における空隙率、圧縮度、衝撃力等について検討を行った。

2. 実験装置及び方法

実験装置及び方法については既報¹⁾で行ったと同様の方法にて行った。充填容器には、パウダーテスター付属の容器を使用し、落下高さを6mm~18mm、タッピング速度を20回/min~120回/minの範囲で変化させ実験を行った。初期充填方法としては、パウダーテスターによる、ゆるみ見掛比重測定の際の充填方法、即ち、24meshのふるいを通し、20~30秒にて粉体の落下量が100ccとなるような振動強度で落下させることにより、充填を行った。

実験試料としては新たに、次の二種類を付け加えた。

(1)乳糖

(2)ホワイトアラウンド（粉体工学会付着凝集グループ共通試料）

実験試料の物性（既報のものを含み）をTable.1に、またパウダーテスターにより測定した各粉体の流動性指数²⁾をTable.2に示す。

Table. 1. Properties of Powder

Properties \ Powder	Gypsum	CaCO ₃ -BF300	Fly Ash	Flour	Carbon	Lactose	White Alundum
Density	2.31	2.70	2.33	1.44	1.69	1.53	3.90
Aerated bulk density(g/cm ³)	0.54	1.07	0.69	0.56	0.41	0.50	0.90
Pucked bulk density(g/cm ³)	1.20	1.56	1.17	0.77	0.52	0.91	1.83
Mean diameter(μ)	40.0	23.7	2.9	23.0	—	—	6.3
Particle form							

Table. 2 Index of Flowability point of Powder

Powder	Angle of Repose		Compressibility		Angle of Spatula		Cohesion		Index of Flowability point
	deg	point	%	point	deg	point	%	point	
Gypsum	45.1	15	49.3	0	66.4	12	56.3	4.5	31.5
CaCO ₃ -BF300	45.0	15	31.4	10	65.8	12	13.6	12	39
Fly Ash	49.3	12	40.7	2	82.1	7	14.2	12	33
Flour	46.5	12	27.5	12	62.9	12	16.5	12	48
Carbon	39.7	17.5	21.1	17	56.4	16	59.7	2	52.5
Lactose	52.3	12	45.0	2	56.3	16	20.4	12	42
White Alundum	51.0	12	50.0	0	67.8	12	72.5	2	26

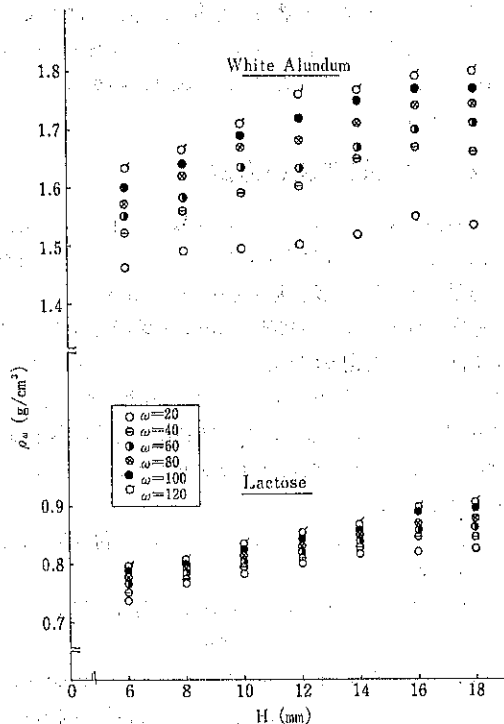


Fig. 1 Variation of the bulk density with tapping height

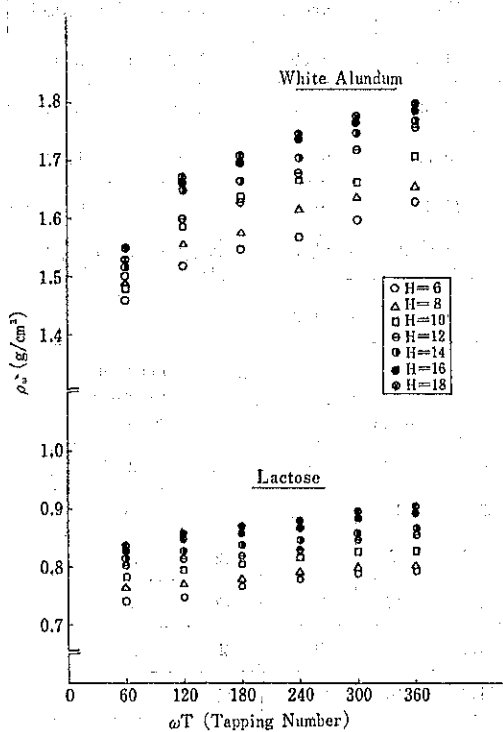


Fig. 2 Variation of the bulk density with ωT

3. 実験結果及び考察

Fig. 1, Fig. 2 に今回の試料についてのタッピング速度 ω , タッピング高さ H を変化させた時の, カサ密度 ρ_ω の変化の状態を示す.

既報¹⁾においてタッピングの変化の度合を次の実験式で表わした.

$$\rho_\omega = A \rho_0 (\omega T)^n (H)^k \quad (1)$$

ρ_ω : カサ密度 (g/cm^3)

ρ_0 : ゆるみカサ密度 (g/cm^3)

ω : タッピング速度 (回/min)

T : タッピング時間 (min)

H : タッピング高さ (mm)

A : 定数 ($A = \rho_{\omega 1} / \rho_0$, $\rho_{\omega 1}$: $\omega T = 1$, $H = 1$ でのカサ密度)

n, k : 定数

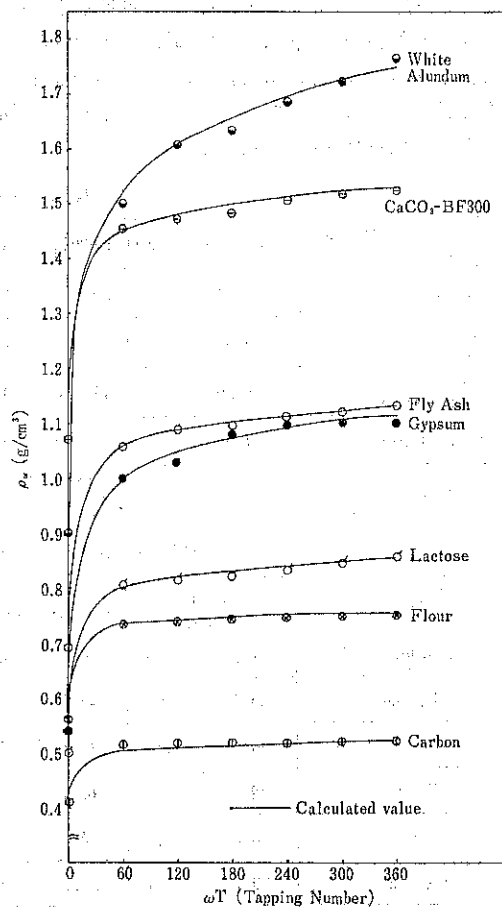


Fig. 3 Comparison of the experimental results with calculated data of bulk density with ωT for $H=12$

ρ_ω を上式で表わした時の $H=12$ における各粉体の実験値と計算値の比較を Fig. 3 に示す。いずれの粉体の場合もかなりよい一致を見ていることから、以後の検討は、この式も併せて用いて進めていく。

3.1 空隙率について

Fig. 4 に各粉体における $H=12$ において、 ωT を変化した時の空隙率の変化を示す。粉体は、タップ密度の変化により、二つの型に分けられた^{1),3)}。

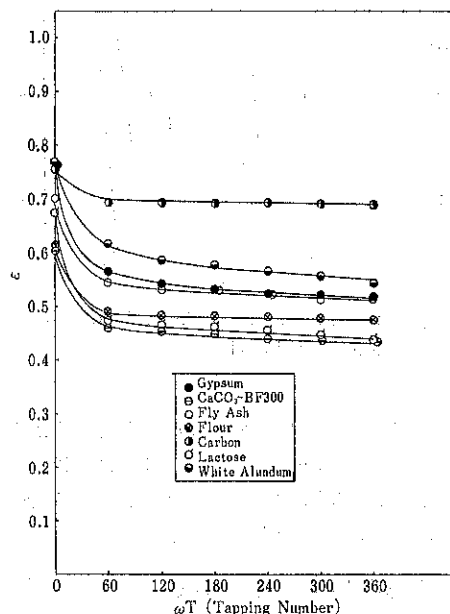


Fig. 4 Porosity against tapping Number

I 型は、流動性悪く、タッピングによるかさ密度の変化大の粉体、II 型は流動性良く、タッピングによるかさ密度の変化小なる粉体である。Fig. 3 より、I 型に属する粉体として

- (1) 排煙脱硫石膏
- (2) フライアッシュ
- (3) $\text{CaCO}_3\text{--BF 300}$
- (4) 乳糖
- (5) ホワイトアラングム

II 型に属する粉体として

- (6) 小麦粉
- (7) カーボン

があげられる。空隙率は、いずれの粉体もタッピング初期に大きく変化し、以後、I 型に属する粉体は徐々に空隙が小さくなっていき、II 型に属する粉体は $\omega > 60$ 以後の変化の度合が、非常に少ない。これは初期段階においてタッピングの衝撃により、粉体粒子間のブリッジが

崩れ、粒子の再配列が行なわれたことになる。また初期空隙率と最終空隙率 ($\omega T=360$ における ϵ) の差が大きいほど初期において、粉体内部に多くの空隙を有していたことになる。また I 型において $\omega > 60$ 以後も徐々に空隙が減少するのは、粉体層内部にタッピングの衝撃力により、なお潰しうる空隙をもっているということから付着、凝集性の大きな粉体ということができる。

一般には空隙率は、粉体の粒子径、粒度分布、及び付着、凝集力、水分の有無等に左右されるので、一概に空隙率と凝集性の関係を論ずることはできないが、タッピングによる空隙率の変化には凝集性の影響を無視することができない。

3.2 圧縮率について

Fig. 5, Fig. 6 に $H=12$ において ω を変化した時、また $\omega T=180$ にて H を変化した時の圧縮率の変化の様子を示す。圧縮率は次式で示されるもので、粉体の初期状態からの圧縮の度合を示す。

$$C = \frac{\rho_\omega - \rho_0}{\rho_0} \times 100(\%)$$

今、タッピング容器の容積を V 、粉体の初期容積を V_0 、タッピング後の容積を V_ω 、容積中の粉体の重量を M とすると

$$C = \frac{V_0 - V_\omega}{V_0} \left(V_0 = \frac{M}{\rho_0}, V_\omega = \frac{M}{\rho_\omega} \right)$$

となり、圧縮率は又、かさべり度を表わしている。

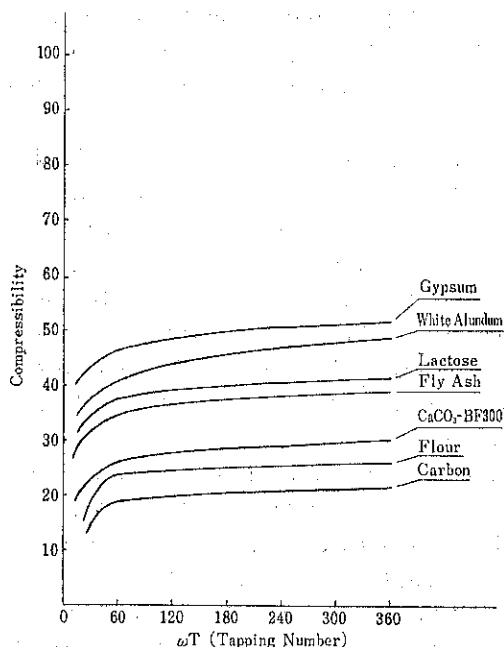


Fig. 5 Variation of the Compressibility with ωT

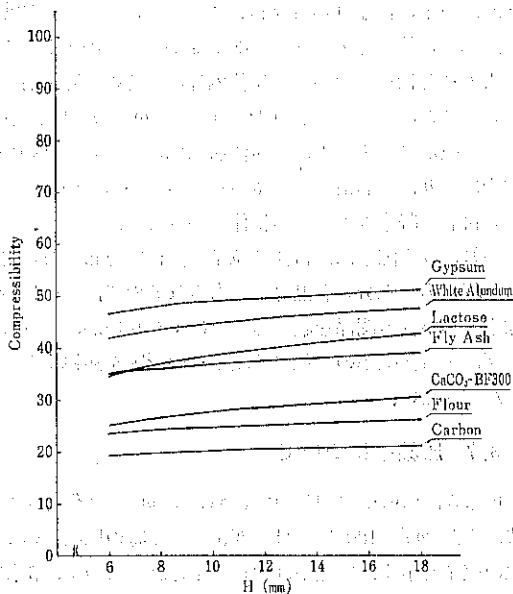


Fig. 6 Variation of the Compressibility with tapping height

Fig. 5, Fig. 6を比較してみると、各粉体は落下高さを変化させた時の変化の状態とタッピング回数を変化させた時の変化の状態とが異なっている。Fig. 5において最も変化幅大なるものは、ホワイトアラランダムであり、Fig. 6においては乳糖の変化が大となっている。つまり、粉体層に同じ衝撃力 $T = mgH \cdot (\omega T)$ を与えても、落下高さを変えた場合と、タッピング回数を変えた場合とでは、粉体層の変形の度合いが異なるということである。

Fig. 7に落下高さ H 、タッピング回数 ωT を変化させた時の圧縮率に及ぼす影響の強さを示す。これは横軸に $\log C$ 、縦軸に $\log (H/H_0)$ 、 $\log (\omega T/\omega T_0)$ ($H_0 = 6$, $\omega T_0 = 60$) をとり、 $H = 12$ における $\log C \sim \log (\omega T/\omega T_0)$ の関係を破線で、また $\omega T = 120$ における $\log C \sim \log (H/H_0)$ の関係を実線で示したものである。従って、これらの直線の傾きは圧縮率に対する ωT , H の影響の強さを表わしており、また各直線の横軸切片の値は圧縮率の大きさを表わしている。

このグラフを見ると、いずれの場合も落下高さ H を変化させる方が、タッピング回数を変化させることより圧縮率に及ぼす影響は大である。なかでも、 $\text{CaCO}_3\text{-BF300}$ 、乳糖にそれが顕著に表われている。

このことは、タッピングされる粉体層の力学的、また物理的性質により異なると思われ、弾性的性質の強いものは直線の傾きが少なく、直線の傾きが大きなるほど塑性

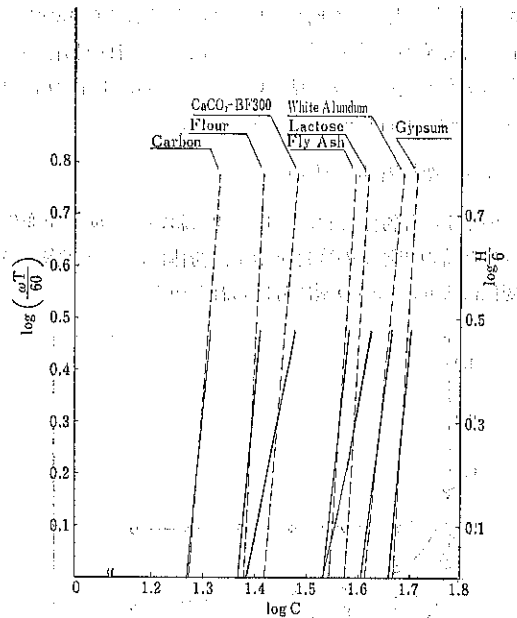


Fig. 7 Plots of $\log C$ vs. $\log \omega T/60$ and $\log C$ vs. $\log H/6$

的性質が強くなり、付着、凝集性の強い粉体と言えるのではないだろうか。Fig. 7から知れるように、粉体のタッピングにおいて圧縮率は各タッピングにおける衝撃力即ち、落下高さに大きく影響される。

3.3 圧縮率と衝撃力について

圧縮率は、タッピングにより粉体の受ける衝撃力の大きさに影響される。衝撃力は容器内に充填されている粉体自体の重さによるものである。従って今回のタッピング実験においては、各粉体は粉体ごとに異った衝撃力を受けていることになる。ここで、各粉体に同じ衝撃力を与えた場合、いわば単位衝撃力当りの圧縮率について考えてみる。

Fig. 8に、落下高さ H の変化による C/mgH の変化を示す。この時、 $\omega T = 180$ である。また Fig. 9に $\log H \sim \log (C/mgH)$ の関係を示す。これらのグラフから、単位衝撃力当りの圧縮率は石膏が一番大きく、 $\text{CaCO}_3\text{-BF300}$ がもっとも小さい。これは、 $\text{CaCO}_3\text{-BF300}$ は初期充填の状態において空隙率がもっとも少なく、タッピングによる空隙率の変化が他の粉体に比べて小なるためである。タッピング圧縮については種々の式が発表されているが^{3), 6)}、落下高さ H を含めた式は非常に少ない⁴⁾。

Fig. 9のグラフより圧縮率について、次の実験式を考えることができる。

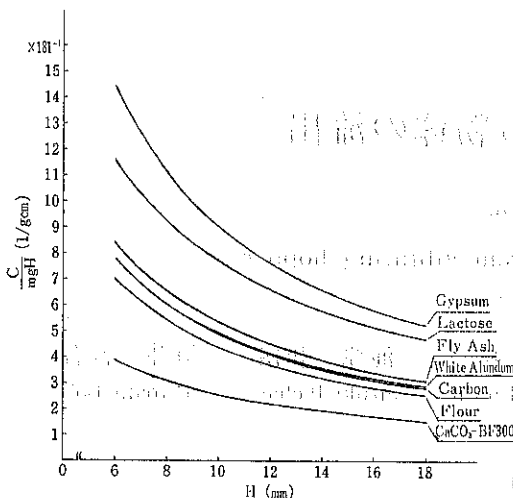


Fig. 8 Plots of C/mgH vs. H for $\omega T=180$

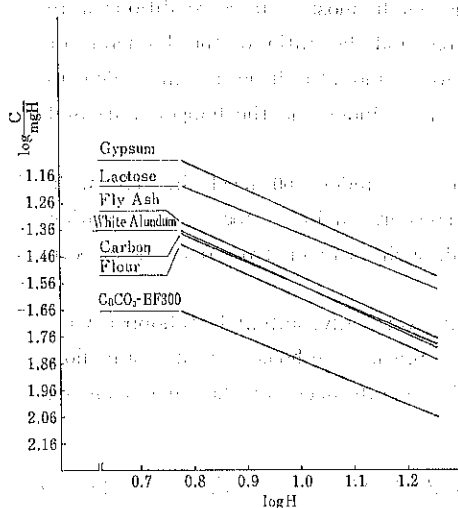


Fig. 9 Plots of $\log C/mgH$ vs. $\log H$

$$\log \frac{C}{mgH} = \log r + n' \log \omega T - k' \log H$$

$$\therefore \frac{C}{mgH} = \frac{r(\omega T)^{n'}}{H^{k'}} \quad (2)$$

C : 圧縮率

m : 粉体の質量 (gsec/cm)

g : 重力加速度 (cm/sec²)

H : 落下高さ (cm)

ω : タッピング速度 (回/min)

T : タッピング時間 (min)

k' , n' , r : 定数

r は $\omega T=1$, $H=1$ における初期の単位衝撃力当りの圧縮率を表わしており、この値により圧縮されやすさ、及び、初期の充填状態を推察することができる。また n' , k' はそれぞれ ωT , H の影響の強さを表わしており、 n' は大きいほど、また k' は小さいほど ωT , H の影響大と言える。Table.3 に各粉体の r , n' , k' の値を示す。この結果は Fig.7 のグラフを数値的に表わしたものにほかならない。また(2)式は(1)式に比べ、タッピングした時の粉体の特性をより明らかに表わしていると言える。

Table. 3 Value of constants k , n' and r

Powder	r	n'	K'
Gypsum	54.1	0.062	0.916
CaCO ₃ -BF300	11.19	0.080	0.817
Fly Ash	30.6	0.066	0.904
Flour	28.7	0.045	0.914
Carbon	27.3	0.075	0.916
Lactose	37.4	0.057	0.813
White Alundum	22.8	0.098	0.885

4. 結 論

- (1) 空隙率の変化の状態もまた粉体により二つの型に分けられるが、変化の過程は粉体の初期充填状態、力学的性質に左右される。
- (2) タッピングによる圧密についてはタッピング回数 ωT より、落下高さ H の影響が大である。
- (3) 単位衝撃力当りの圧縮率を考えることにより、タッピング圧密特性をより明らかに粉体の特性と関係づけることができる。

参 考 文 献

- 1) 和田, 早野; 粉砕 [23] 24 (1978)
- 2) R. L. Carr; Chem. Engineering 72 [2] 163 (1965)
- 3) 川北, 津々見; 法政大学工学部研究集報 [3] 43 (1966)
- 4) 大冢, 砂田, 壇上; 材料18, 189 June (1969)
- 5) 川北, 種谷; [粉体工学] プラント工学社 (1969)

振動ホッパーから粉体の流出

—実験的研究—

Discharge of fine powder from vibrating hopper

川合 誠一 池原 和樹 道井 啓右
Seiichi Kawai Kazuki Ikehara Hiroaki Doi

Abstract

Hollizontally vibrated hoppers were studied to find out the most suitable apparatus conditions for the discharge of cohesive fine powders, changing each possible factors which might affect on the discharge rate of powders. As the result, most suitable conditions were found in such following condition as hopper angle is 60° and the ratio of the diameters of cylindrical part to those of hopper exit is about 6 to 7, and also it is recommended to install an insert just on a position of the junction of the cylinder and the hopper skirt and more over to hang down a branch from the insert.

Consequently, discharge rates of cohesive fine powders of under 200 mesh in sieve were measured with the hopper. Discharge rates of fine powders mainly depend on vibration frequency and amplitude but not the vibration method, such as given from one side or both sides of the hopper.

Further flow pattern in the hopper was observed with vertically halfcut hemihopper with different hopper angles and attachments by changing vibration methods. As a result, flow pattern changes with changing these factors but discharge rate does not change extremely.

1. は し が き

粉体を円滑に流出させる一つとしてホッパーに振動を与える方法がある。これを加えることによって架橋が破れ、あるいは流出の摩擦抵抗が減少することなどから流動性がよくなるためと考えられている。しかしながら、200 mesh 以下の凝集性粉体を使用した振動ホッパーに関する研究は案外少ない。これらの報告によると高振幅、低振動数のとき加振力が粉体層内部にまで伝達され易いことを指摘している。例えば Myers³⁾ は渦巻型や旋回型ホッパーについて振幅 $\frac{1}{8} \sim \frac{3}{8}$ インチ、振動数 800~1,800 r.p.m. が適当であると発表している。また Dumbaugh²⁾ は上下振動ホッパーで $\frac{1}{8}$ インチ、860 r.p.m.

付近が望ましいと述べているが、いずれも根拠となるデータが示されていない。その後いくつかの報告はあるが、上下振動の基礎的解析に重点を置いたもの、または用いた試料粒形や振動力がある範囲に限られているなど^{1), 6), 9)} まだ実験研究を重ねる必要があることは確かである。

元来粉体の流出量を決定するには各物性値のほか、複雑に絡み合った装置や操作条件など多くの因子との関係を総合的に評価することが重要であろうが、しかしこのことは困難である。そこで本報ではまず評価関数として瞬間流出量の偏差が少なく、しかも平均流出量が多い条件を設定し、ホッパーの流出に影響を与えと考えられる各因子ごとに最適条件を見出すための実験を行なった。つぎにこのようにして見出された最適条件の粉体流出量と物性や振動条件などの関係について考察を加えた。

2. 実 験

2.1 試 料

試料粉体は回転ホッパーの場合と同じ石膏、澱粉、小麦粉、滑石を使用した⁵⁾。これらの流動性に関係が大きい粒径 D_p 、嵩密度 ρ_a 、内部摩擦係数 μ 、圧縮比 F 、付着力 C などの物性値は Table 1 に載録した。

2.2 装 置

まずホッパーは従来用いていた寸法で工作が簡単な上、内部の流動状態が観察し易いことから150mm ϕ で厚さ3mmの塩ビで製作した。つぎに加振装置は電磁パイププレートや振動モーター、あるいは補助パイププレートなどが市販されている。しかしホッパーの大きさや強度の点を考慮し、同時にこれまであまり報告が見受けられない水平方向の衝撃振動装置を試作した。Fig. 1 に装置の概略を示す。ホッパーは円筒部とスカート部の境にインサートを備え、円筒の上部2カ所を厚さ2mm、幅30mmの鉄板で外枠に固定されている。インサートは幅20mmのブリキ環に約1.5mm ϕ の針金をハンダ付けし、端から2本目までビニールテープを張り、この部分を加振点の反対側に置いた。加振にはカムクラックシャフトを通してモーターに接続されている振動棒を使用してスカート部に水平振動を与えるようにした。

振動数と振幅の調整はそれぞれモーターに加わる電圧および振動棒と加振点の間隔を変化させることにより行った。振動数 N はモーターに直結した積算回転計の一定時間中の回転数から求めた。ただしこの振動状態をオシロスコープで観測したところ、1回の衝撃によりホッパーは2回振動することが明らかになったので測定振動

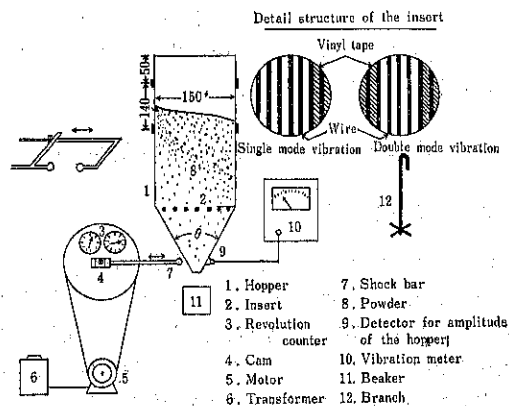


Fig. 1 Experimental Apparatus

数を2倍した値を実際の N とした。また振幅 a は振動計の指針より求めた。しかし N と a は相互に影響し合い、回転数を少なくすれば N とともに a も少なくなる。あるいは無負荷状態で調整できたとしても、ときには粉体を充填する際の速度や僅かな振動など微妙なかわりが N 、 a や流出量に響くこともないわけではなかった。それゆえ数回同一操作で測定した流出量のうち中間値に近いデータを採用した。

2.3 操 作

かように充填方法による流出量の影響をできるだけ避けるため、試料を入れた漏斗を棒で叩きながらホッパーに供給した。ホッパー出口面より約350mmの高さに充填し、暫く沈静するを待ってモーターを動かし振動を始めた。Fig. 2 からわかるように最初は特に流出偏差が多いから普通30秒後より採取にとりかかり、10秒ごとの流出重量を測定して瞬間流出量 w を得た。実験中 N と a が

Table 1 Properties of sample powder

Powder	Particle diameter D_p [μ m]	Bulk density ρ_a [g/cm ³]	Friction * coefficient μ [—]	Compressive ratio F [—]	Cohesive ** force C [dyne/cm ²]
Gypsum	62.0	0.968	2.798	0.945	0.00237
	40.3	0.861	3.171	1.139	0.00280
Potato starch	30.0	0.679	1.664	0.715	0.00185
Wheat flour	49.3	0.593	2.065	0.822	0.00100
Talc	15.4	0.620	6.968	1.145	0.00170

* Measured by tilting method

** Measured by shearing test

ほぼ一定になるように行い、いずれかが所定の値から外れたとき測定を中止した。この時間中に採取した流出量から平均流出量 W を算出した。

3. 最適ホッパー条件の実験的検討

3.1 インサート

Fig. 2 はインサートの有無による粉体の流出量の影響を知るため、その経時変化を調べたものである。図より明らかなように流出の初期と終期においてはともに w は大きく変動している。つまり初期では充填むら、後半では充填粉体量の減少に伴う N や a が変化したためと言える。いまホッパーのスカート部に振動すると全体に加振側壁面に粉体はよせつけられ、反対側に細長い流路ができる。せり上った表面の粉体は反対側壁面へ移動しさらに流路を通して流出口へ出ようとするが、もし一度に多量流下すると間もなく閉塞する。この際インサートを利用するのはフィードスタビライザーと同様⁹⁾ 凝集塊を分散させ、粉体圧を減殺し、あるいはフラッシングを抑制して定量性を向上させる効果を持っているからである。確かに図でインサートのある場合 $t=40\sim130$ sec では概ね N および a が変らず、安定した流出が行われた。

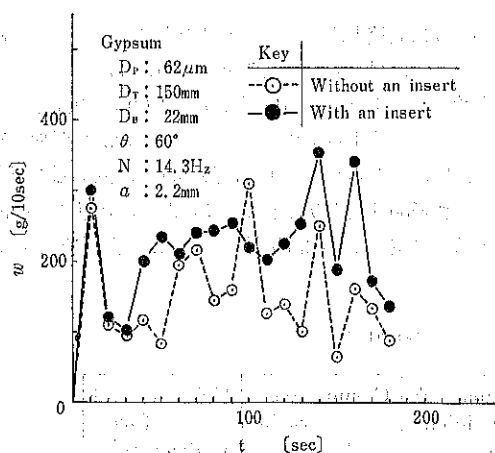


Fig. 2 Time dependency of instantaneous discharge flow rate from the hopper with and without an insert

3.2 加振位置

流出口縁より20, 50, 80mm上方に加振点を変えて w を測定しFig. 3を得た。図よりわかるように流出口に近いほど片打ち、両打ちとも w の偏差が少なく W が大きい。したがってスカート部下方の衝撃がアーチの破壊に

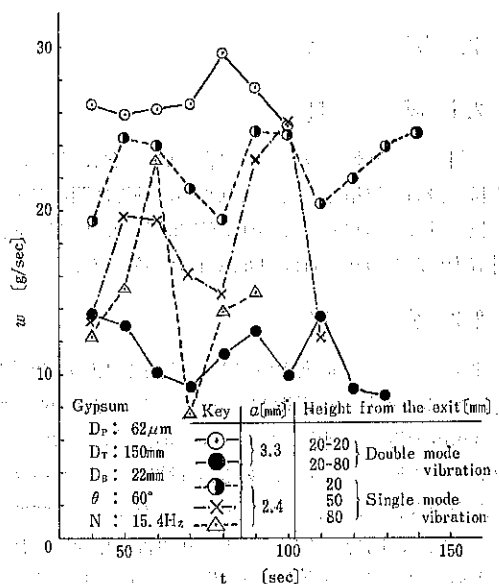


Fig. 3 Relation between instantaneous discharge flow rate and vibration height

効果的であることが理解できる。

3.3 ホッパー開き角

Fig. 4, 5 はホッパー開き角の影響を調べたものである。Fig. 4において w の時間的変化を示したが、 θ : 60°は比較的安定であり、 W はもっとも大きい、つぎに30°

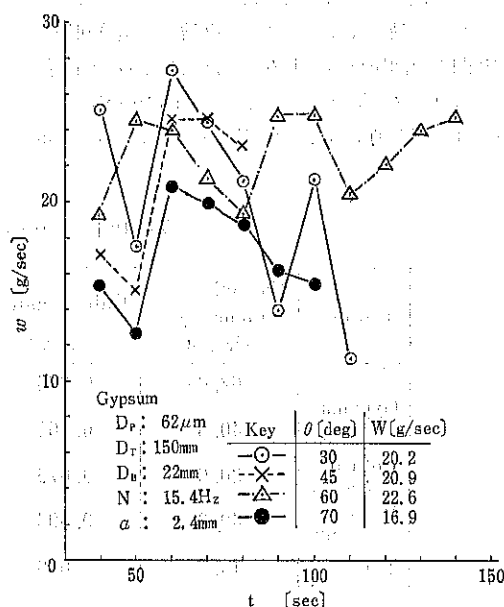


Fig. 4 Effect of hopper angle on instantaneous discharge flow rate

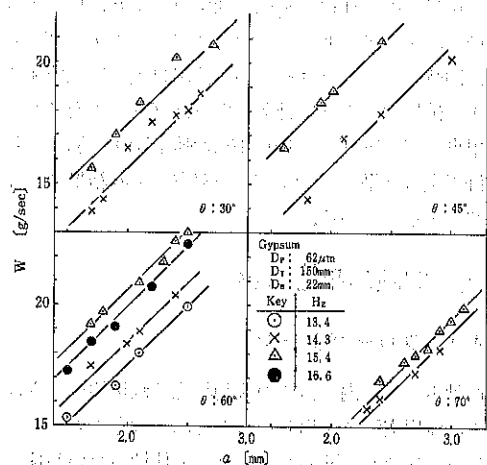


Fig. 5 Effect of hopper angle on the average discharge flow rate

はスカート部が細長いいため曲率半径の小さい強固なアーチを作り易く、その破壊に手間どるから W が大きく変動している。一方 70° はスカート部の傾斜面が大変緩やかであり、 W が少ないのはもつともである。

3.4 出口径

上記の最適条件の下で D_B を $17.5 \sim 26 \text{ mm}^\phi$ に変えると、Fig. 6 の如く D_B に対する N の関係は W について一定の傾向がみられなかった。(ただし 17.5 mm はプロットを省略した) しかし意外なのは流出口の単位面積当りの流出量 W' は Fig. 7 で示すように 22 mm が最大

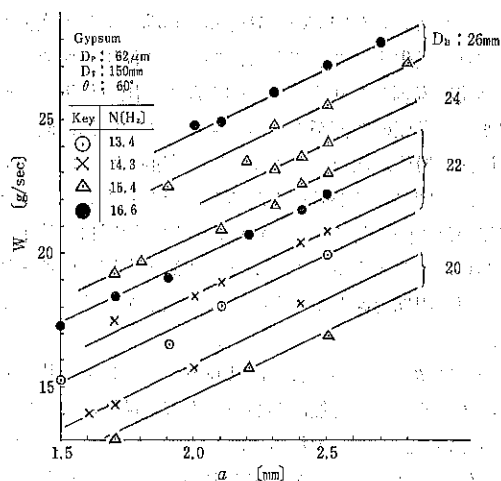


Fig. 6 Effect of D_B on the average discharge flow rate

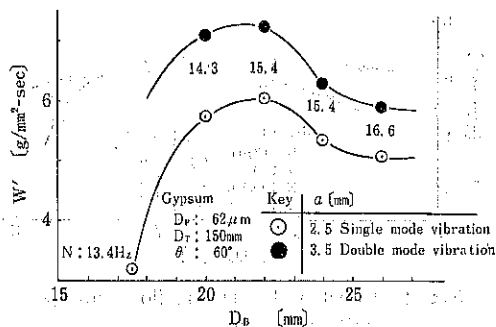


Fig. 7 Relation between exit diameter and discharge flow rate per unit exit area

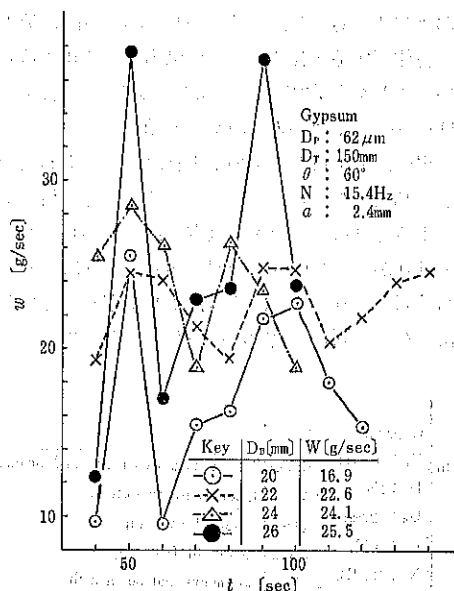


Fig. 8 Influence of exit diameter of the hopper on instantaneous discharge flow rate

であった。しかもこの大きさは Fig. 8 でわかるように比較的 w の偏差が少なかった。これは多分 D_B が大きいと一時に過剰量が流下しようとしてかえって流出口近くで閉塞を起し w の偏差が大きくなれば W も少なく、ひいては W' が増加しないからと思われる。

3.5 円筒径

これまでの測定は $D_T: 150 \text{ mm}^\phi$ を対象としてきたが、 $130, 170 \text{ mm}$ に変え D_T/D_B に対する W' の関係は Fig. 9 のようになる。この範囲のデータから断定するのは早計かも知れないが、管径比 D_T/D_B は $6 \sim 7$

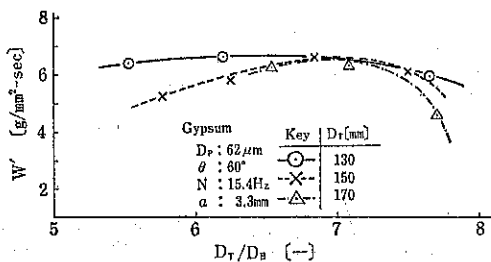


Fig. 9 Effect of D_T/D_B on flow rate per unit exit area

でWが最高を示している。ちなみに160~240 μ mの砂の重力流出⁷⁾および本実験と同じ試料を使用した回転ホッパー⁵⁾における管径比の最適値 $(D_T/D_B)_{opt.}$ はそれぞれ3および4であった。つまり D_T から D_B に流下する際に粉体が圧縮される影響は振動力により相当緩和されていることが推定できる。以上の結果を総合すると $D_T/D_B=6\sim7$, $\theta: 60^\circ$ の水平振動ホッパーにインサートを用い、流出口近くを加振すればもっとも適当であることが判明した。したがってこの装置条件を用いて片打ちによる各試料粉体のWを測定した。しかしながら片打ちではaが2~3mmの範囲であり、より広い測定結果から検討しようと考え、その振幅を予期して片打ちが一段落したのち両打ち実験に移った。さきにFig. 1に示

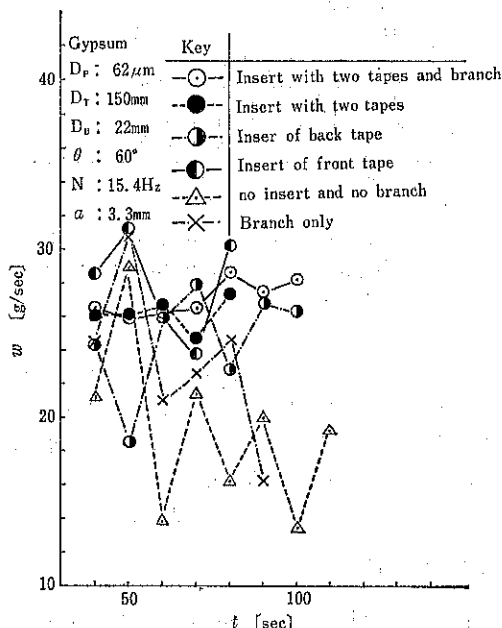


Fig. 10 Relation between instantaneous discharge flow rate and attachment of double mode vibration

した衝撃棒の一往復で両側の加振点を交互に打つように準備し、またインサートの両端にビニールテープを張った。同時にできるだけ速やかに流出口近くに生成するアーチを破壊するように針金で作ったブランチをインサート中央にぶら下げた。Fig. 10は両打ちのとき、これらを併用すると果してw, Wの双方とも好結果につながることを示している。

4. 実験結果と考察

4.1 フローパターン

振動ホッパー内の粉体の流動状態は直接観察できないので、流出実験に使用したものと同じ大きさのホッパーを半分縦断し、断面を板ガラスで仕切ったいわゆる半割ホッパーを用意した。これに62 μ mの石膏と125 μ mの石炭粉末を交互に層状になるように注意しながら充填した。側面を $N: 15.4\text{Hz}$ で加振すると同時に5秒間隔で流出変化を写真撮影した。Photo. 1, 2は $\phi: 60^\circ$ の場合についてインサートの有無および片打ちと両打ちによる両者の違いを比較したものである。紙面の都合で振動開始から20, 40, 60秒後の写真を示したが、粉体のフローパターンはそれぞれ異なっている。すなわち片打ちの場合、粉体は加振壁側に片寄り、反対側にできる隙間を通過して流出する。またインサートがあればその上部の粉体は中央部を流下するが、下部ではやはり反対側から流出している。つぎに両打ちではインサートがなければ全体に中央部分を流出口へ流下し、空洞は堆積表面まで上昇する。しかしインサートが存在すると空洞はインサート下部にある空間に達して消滅する。ここでさきに挙げたインサートの利点は前述のほか、流出を助けるエアレーションに有効な空洞の上昇区間を短縮してその空洞が小刻みに発生することである。要するに流出し始めると勢い流出過剰となり易いから間もなく流出口付近で一時的閉塞して負圧の空洞ができる。するとこの空洞に向かって上層部の粉体が次々に落下するから空洞は瞬く間に上昇する。丁度アーチが破壊されると、空洞の上昇で含んだ空気のため動き易くなった粉体は一挙に流出口へ流下するから再び架橋する。このように架橋・空洞と破壊・流出の短い周期を繰り返すとき好ましい流出が続くはずである。

つぎに $\theta: 30^\circ$ の場合にはPhoto. 3のように片打ちではインサートの有無にかかわらず流出模様は 60° に大体似ている。しかし両打ちではスカート部が細長く加振力が伝達され易いことが主因で両側面にできた流路を粉体は流下し易いのに対し、中央部分の流下が遅いので特別に変ったパターンが現われた。



Photo. 1 Flow pattern of single mode vibration at 60°

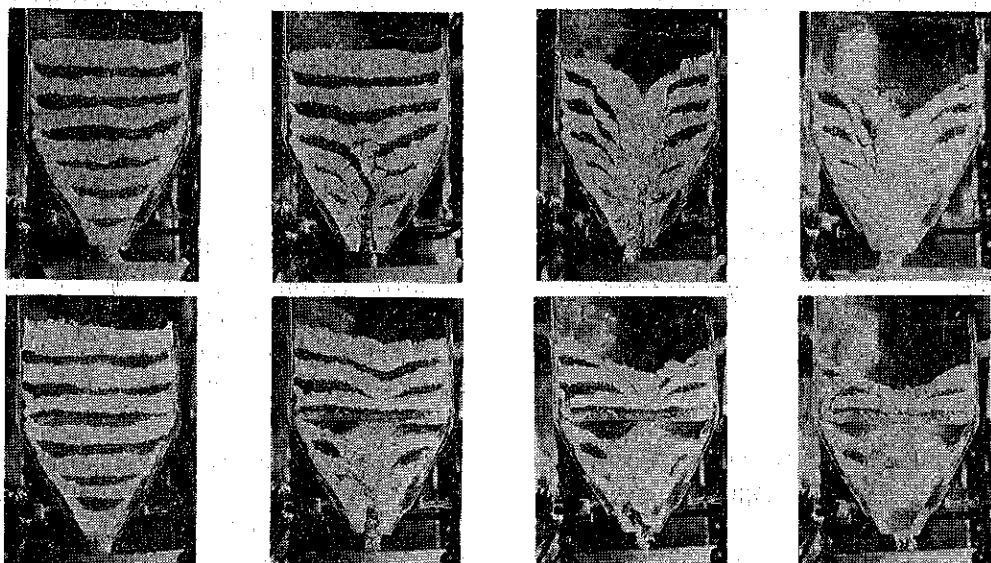


Photo. 2 Flow pattern of double mode vibration at 60°

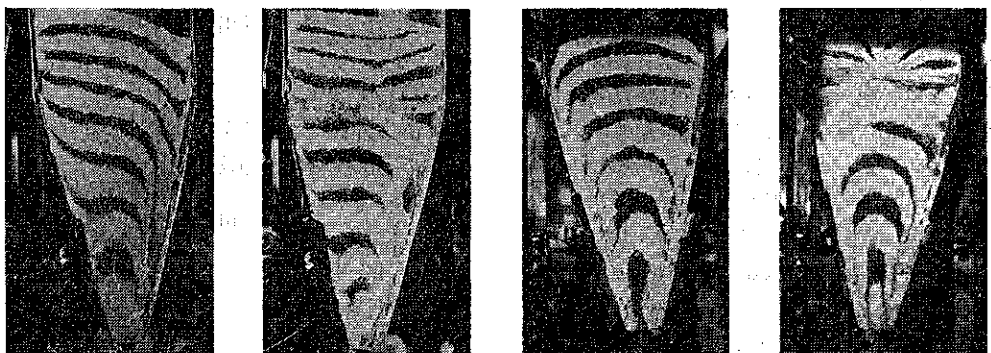


Photo. 3 Flow pattern of single and double mode vibration at 80°

4.2 試料別の流出

Nとaを変えた試料ごとのWは Fig.11 に示す。始めに片打ちの62 μ mと40 μ mの石膏では前者が15.4Hz、後者が16.6Hzで多く流出しD_pが大きいとNが少ない。これはD_pの大小よりもむしろ ρ_a が大きければ慣性力も大きいとNが少なく済むと考える方が妥当のようである。事実 ρ_a が小さい他の粉体はどれも後者の例にあてはまるからである。ただ滑石は異例でaが大きくなってもWの値がふえない。つまり粒形が剝片状で

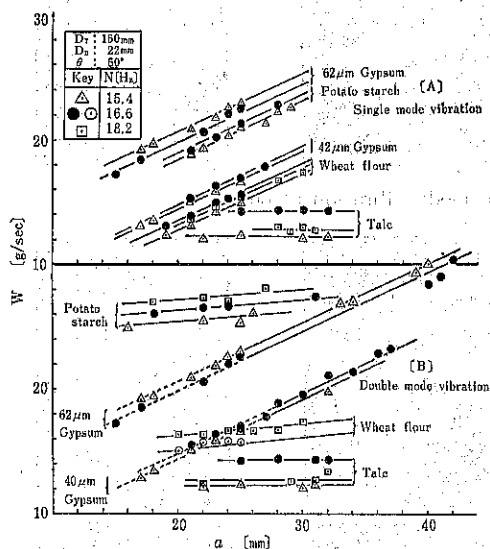


Fig.11 Average discharge flow rate against each powder

ρ_a が小さい上 μ およびFが大きいなど流出摩擦の多い因子が揃ってaの効果が流出量に現われないからである。

つぎに石膏の両打ちデータだけが片打ちの(点線で示した)延長線上のa:4mm付近までWをプロットすることができた。これはFが大きいほど流出が困難であるから大雑把ではあるが、aの小さい領域は流動性 $\propto 1/F$ 、大きくなるにつれ慣性力 $\propto \rho_a$ の支配力が強くなると仮定する。あたかも石膏はFが大きいからaの少ない間はWも少ないが、aが多くなるにしたがって ρ_a の効果が次第に現われてWも増加している。反対に澱粉や小麦粉はF、 ρ_a とも小さいのでaが少ない間はともかく、aが大きくなってもWの値はほとんど増加していない。また片打ちよりも両打ちのときWに対するNが多くなっているのは恐らく ρ_a が小さいと片打ちでできる流路を流下するよりも、両打ちの流出に必要な破橋に若干

多くのNを要することを示唆しているようである。いずれにしても最初に引用した既往文献に推奨されているNやaの値は本実験に一つの裏付けを与えている。なお当初期待していたCとWの間に一定の関係を見出すことができなかった。

最後に加振方向が上下の場合、跳躍した粒子の落下衝撃力でアーチが容易に破壊されるから暗に水平振動に勝るとの考え方があつた。試みに49 μ mのグラファイトはD_B:10mm ϕ で1.5g/sec流出する上下振動に対し、40 μ m石膏はD_B:22mm ϕ でa:1mmのときFig.11より外挿して10g/sec流出したとする。仮に ρ_a が類似しているとしてW'を算出すると、おおよそ2.0および2.6g/cm²-secとなり決して劣ることはない。殊に一回の上下衝撃力で破橋できなければますます密充填されることより実験の継続が不能となる心配もある。つぎに小麦粉を60°ホッパーの両打ちの水平振動で幅25mm、奥行き100mmの長方形流出口を使用した上滝ら⁴⁾の結果とWを比較することはできなかったが、Wはおおよそ50%少なかった。このことから水平振動における流出口の形状は円形よりも長方形を採用すると粉体粒子の加振運動から考えて合理的なようにうかがわれ、追究の不足を感じた。

5. あとがき

200 mesh 以下の粉体をD_T:150mm ϕ の塩ビ製ホッパーから定量的流出を目標に水平振動により流出量を測定した。インサート(両打ちのときブランチを併用)を用い、 θ :60°、ホッパーのスカート下部を加振し、D_T/D_B $\approx$ 6~7のときWの偏差が少なく、しかもWが多く最適条件とみなした。

半割ホッパーで加振方向、インサートの有無、ホッパー角度を変えてフローパターンを観察した。一方試料粉体ごとにWを測定し、片打ちから両打ちにかけてaに比例するもの(石膏)、ほとんど影響しないもの(滑石)、または片打ちと両打ちで異なる関係を示すもの(澱粉、小麦粉)などの原因を流出模様と物性値から説明を試みた。

謝辞 ご指導とご鞭撻を賜った江見準、金岡千嘉男両先生に深く感謝致します。

使用記号

a	: 振 幅	[mm]
C	: 付着力	[dyne/cm ²]
D _B	: 流出口径	[mm]
D _p	: 粒子径	[μ m]

D_T : 円筒径	[mm]
F : 圧縮比	[-]
N : 振動数	[Hz]
W : 平均流出量	[g/sec]
W' : 単位面積当りの流出量	[g/mm ² -sec]
w : 瞬間流出量	[g/sec]
t : 経過時間	[sec]
μ : 内部摩擦係数	[-]
ρ_a : 嵩密度	[g/cm ³]
θ : ホッパー開き角	[deg.]

参 考 文 献

- 1) 荒川正文: 材料 **23**, 504 (1969)
- 2) Dumbaugh G. D., : Mechan. Eng., **88**, No. 5 107 (1966)
- 3) Myers J. I., : Ibid., **92**, No. 3 27 (1970)
- 4) 上滝ら: 粉体と工業 **4**, No. 7 29 (1972)
- 5) 川合誠一: 粉砕 **23**, 22 (1977)
- 6) 木幡, 後藤, 田中: 化学工学 **31**, 56 (1967)
- 7) 杉浦一郎: 応用物理 **19**, 7 (1950)
- 8) 横山藤平: 粉体工学 **3**, 683 (1966)
- 9) 吉田, 向坂, 油谷: 化学工学 **32**, 470 (1968)

特許一言メモ No. 12

特許公報の読み方

特許公報は難かしい専門技術とその用語、悪文で知られ、これを読み通し、理解するには相当の覚悟が要る。そこで特許公報の骨組みを知っておけば少しでも読み易くなるのでは、と考えた。

まず、はじめに公報の種類がたとえば特、実、特開、実開など区別してあり、その次に公報番号、公告日、分類がかけられている。

次に書誌的事項といって、出願番号、出願日、公開番号、優先権主張、発明者、出願人(権利者)、引用文献などが記載されている。ここまではよいが問題はここからである。

まず、特許請求の範囲、俗にクレーム(claim)というが、その発明の不可欠の構成要件が記載されている。時として作用をかいいてあるが、これは構成要件を修飾している程度である。

次に発明の詳細な説明として、まずはじめに書かれるのはその発明の目的が、解決しようとする問題点、産業上の利用分野などを従来技術との関連において説明されている。そして、次にその発明の構成と実施例と作用、効果が説明されている。

次に図面のある場合は、その簡単な説明とクレームに出された構成部材の説明があり、図面で終わっている。なお、従来技術も図面で説明しているものがあるので、よく区別して読むことが肝心。

(M. N生)

オリフィスからの粒子群の排出特性†

—空気圧が背圧として作用する場合—

Discharge of solid particles through orifice

—Effect of fluid drag—

田中 勇武* 杉 正浩***

Isamu Tanaka Masahiro Sugi

石蔵 利文**** 篠原 久**

Toshifumi Ishikura Hisashi Shionhara

Abstract

The controlled feed rate of solid particles through orifices is one of the important problems in handling solid particles. This rate is considerably influenced by the air pressure below the orifices.

Relationship among the discharge rate of solid particles F , inlet volumetric flow rate of air from the orifice G_0 , and pressure drop ΔP was investigated experimentally.

The ratio of F to the discharge rate of solid particles in the case of gravitational flow F_0 was varied from 0.85 to 0.04.

As F/F_0 decreased, the flow pattern in the tube and through the orifice was changed as follows.

Region I (F/F_0 is large); The flow of solid particles in the tube moves smoothly as a moving bed.

Region II (F/F_0 is medium); The flow of solids in the tube shows a pulsatile moving bed, but the discharge of solids through the orifice keeps continuous.

Region III (F/F_0 is small); The discharge of solid particles mutually repeats the phenomena of discharge and choking due to the formation of arch at the orifice.

There were three regions as above the mention in the case of sands, but Region II was not recognized in glass beads.

For the safty operation, it is important to obtain the critical discharge rate to stay in Region I. The estimation method for this value was proposed.

The estimated values were in good agreement with experiments.

It was found that the Kozeny-Carman's equation was valid in Regions I and II instead of the difference of the flow pattern in these regions.

著者摘録

オリフィスを通して空気圧が作用する場に粉粒体を定量供給することは、連続式溢流管形式多段流動層や多段噴流層を始め、幅広く応用されることが考えられるが、定量的な研究は、充分になされていない。

重力のみによる粒子群の排出速度 F_0 と空気圧が背圧 ΔP として作用する場合の粒子群の排出速度 F との関係およびオリフィスから流入する空気流量について実験的に検討し、さらにオリフィス部からの粒子群の排出およびその上部にある供試管内の粒子群の移動状態について観察した。 F/F_0 の値は 0.85 から 0.04 まで変化させた。試料粒子としては、砂とガラス粒子とを各々 2 種類用いた。その結果、次に示す 3 つの流動状態が観察された。

領域Ⅰ (F/F_0 , 大) 供試管内の粒子群は、スムーズな移動層状態で下降する領域

領域Ⅱ (F/F_0 , 中) 供試管内の粒子群は、脈動を伴う移動層状態で下降する領域

領域Ⅲ (F/F_0 , 小) オリフィスからの粒子群の排出が間欠的である領域

ガラス粒子については、領域Ⅱが観察されなかった。

装置を安全に定常的に運転するためには、操作条件、設計条件を領域Ⅰに保つ必要があり、この領域の限界値の推算は重要である。この推算式を提案し、実験値と比較した結果良好な一致がみられた。

また、領域Ⅰ、Ⅱでは、流動状態が異なるにもかかわらず、ともに Kozeny-Carman 式が成立することが確認された。

1. 緒 論

オリフィスを通して粉粒体を移動させる方法は、オリフィス径により簡単に粉体の移動速度を制御できるため、多方面に応用されている。しかしながら、オリフィス部に背圧が作用する場合には、オリフィス部において、粉粒体の閉塞が生じやすくなり、スムーズな移動が難しくなることが知られているが、その定量的把握は充分とはいえない。連続操作における流動層や噴流層において、省エネルギーの立場から熱効率、反応率を向上させるために層を多段化することが検討されているが、段間の粒子の移動について十分に解明されていないため、実際に稼働している多段の流動層および噴流層は少ないようである。

流動層を多段化する方法として、溢流管形式^{2),3),4)}と多孔板形式⁵⁾とが考えられ、さらに前者は、溢流管下部にオリフィスを付備したもの⁶⁾とオリフィスがないもの⁴⁾とに分けられる。

連続式でオリフィスを付備した多段流動層および多段噴流層の設計、運転にあたって、粒子群を上段から下段へスムーズに移動させることが最も大切であり、このための操作条件、幾何条件を把握しなければならない。この問題は、結局、向流気流がある場合のオリフィスから

の粒子群の排出という問題に帰着する²⁾。

前報²⁾において、管内をスムーズな移動層状態で下降した後、オリフィスから粒子群が排出する場合について検討した。

本報では、操作範囲を広げて、向流気流がある場合の管内の粒子群の移動状態およびオリフィスからの粒子群の排出特性を調べ、管内をスムーズな移動層状態で下降し、定常的にオリフィスから粒子群が排出される限界の操作条件、幾何条件について明らかにした。

2. 実験装置および方法

2.1 実験装置

実験装置の概略を Fig. 1 に示す。供試管内の粒子群の流動状態を観察するため、外筒は塔径が 12cm、供試管は、管内径 2.4 cm、管長（図中④のオリフィス板から流量測定用側管部までの長さ）50 cm で、透明アクリル製とした。粒子供給用オリフィス板⑦と供試管⑥の下部にとりつけたオリフィス板④は、真ちゅう製であり、静電気の影響を除去するためアースされている。④のオリフィス部にかかる背圧は、2つの流量調節バルブ②、③で調節された。

2.2 実験方法

ブロウ①から流量調節バルブ②を通して塔内に導入された空気の一部は、オリフィス④、供試管⑥を通して、石けん膜流量計③でその流量 G を計測された後系外へ排出される。大部分の空気は、排気調節バルブ③を経て、系外へ排出される。

一方、粒子は、ホッパー⑥より、粒子供給用オリフィス⑦で所定の供給速度 F にされた後、供試管⑥内へ直接供給される。供試管での粒子の移動状態が観察された

† 第15回粉体に関する討論会（1977. 11. 福岡）にて一部発表

* 産業医科大学

（〒807 北九州市八幡西区医生ヶ丘）

Tel 093-603-1611

**九州大学工学部

（〒812 福岡市東区箱崎）

Tel 092-641-1101

***三井石油化学㈱岩国大竹工場

****福岡大学工学部

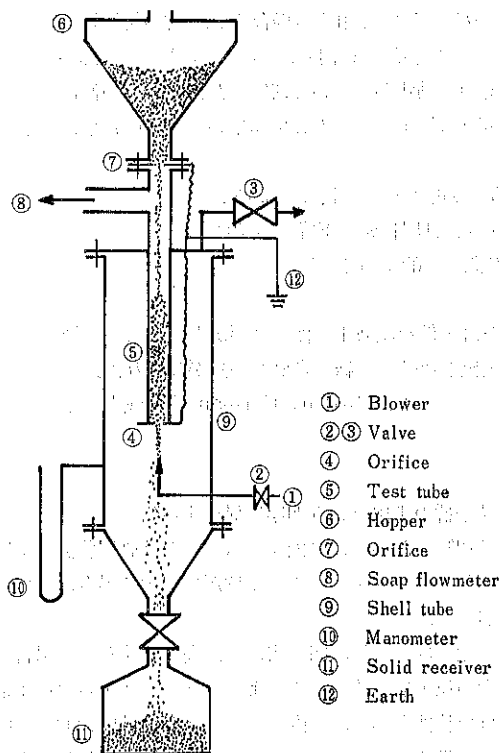


Fig. 1 Experimental Apparatus

後、④のオリフィスを経て、粒子捕集ビンへ排出される。ここで、ある時間間隔でサンプリングを行ない、粒子の排出速度 F' が測定される。

粒子の供給速度 F と F' が等しくなった時、定常状態になったとみなし、⑧の石けん膜流量計で G_0 、供試管外壁にとりつけてあるスケールで、粒子層高 L 、⑩のマノメーターで背圧 ΔP を測定した。

実験に用いた粒子を Table 1 に示す。 ρ_s はピクノメーター法、 ε は前報と同一方法²⁾、 ϕ_r は 10.6 cm の塔の下部に、1.25 cm の穴径をもつオリフィス板を取りつけて、試料を流出させた時に生ずる逆円錐状の残留層の傾斜角により測定した。砂粒子の D_p は空気透過法、ガラス粒子については顕微鏡法による。

3. 実験結果および考察

3.1 粒子群の流動状態

オリフィスから排出される粒子群の速度（定常状態においては、供給速度 F と等しい）と⑧の石けん膜流量計で測定された G_0 との関係を Figs. 2, 3 に示す。横軸の F_0 は、重力のみによるオリフィスからの粒子の排出速度を示す。縦軸の G_0/A は、オリフィス④を通して流入した空気流量を供試管断面積で割った値を示している。これは、供試管内を通過する粒子と空気の相対速度に相当している²⁾。図から F/F_0 が小さくなるにつれて、供試管内へ流入する空気量 G_0 が増加すること

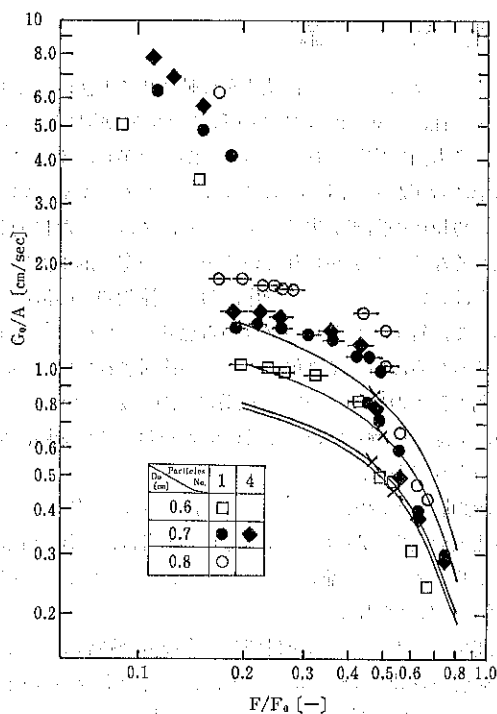


Fig. 2 Relation between G_0/A and F/F_0 (sands)

Table 1 Used particles

No.	Particles	Diameter D_p [μ]	Density ρ_s [g/cm^3]	Void fraction ε [-]	Angle of repose ϕ_r [$^\circ$]
1	Toyoura sand	140	2.67	0.477	33
2	Glass bead	154	2.50	0.407	22
3	Glass bead	270	2.50	0.403	22
4	Zircon sand	122	4.65	0.426	31

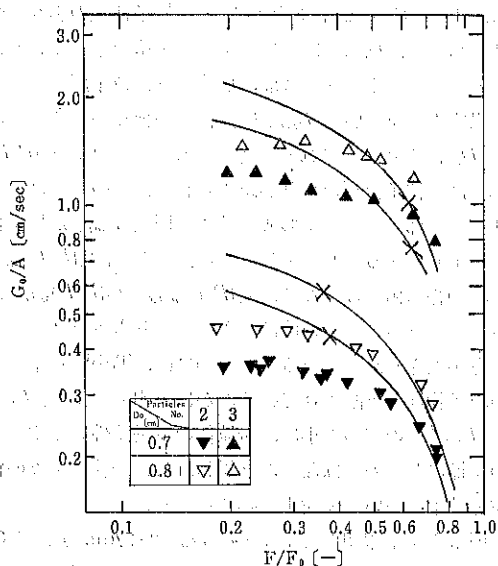


Fig. 3 Relation between G_0/A and F/F_0 (glass beads)

がわかる。Fig. 2における試料粒子が砂の場合、 F/F_0 がある程度以上に大きいと、供試管中の粒子群の流れは、スムーズな移動層状態であるが、 F/F_0 の値が次第に小さくなり、 G_0/A がある値以上に増加すると、供試管内の粒子群の移動は、脈動しながら下降する移動層へと移行する。その時、 F/F_0 の変化割合は小さくても、 G_0/A の値は、急激に増加する。観察により、粒子群の移動が脈動した移動層状態にある実験値については、実験値に横棒 (—□—, —●—, —○—, —◆—) を付記して示した。さらに F/F_0 が小さく、ほぼ 0.2 以下になると、オリフィス部で閉塞が生じる。閉塞が生じると供給されている粒子が供試管中に蓄積し始め、ある粒子層高 (L_{max}) になるとオリフィス部の閉塞が崩れて、粒子群の排出がおこる。この時の排出速度は、 F に比較して大きいため、供試管中の粒子層高は減少する。ある程度の層高 (L_{min}) まで低下すると、再びオリフィス部が閉塞し、供試管中に粒子の蓄積が始まる。このような L_{max} と L_{min} との間を周期的にくりかえす粒子移動状態となる。この場合 G_0 の測定は、③の石けん膜流量計では困難であったため、図中にはプロットされていない。この閉塞、排出の特性については後述する。図中 F/F_0 が 0.2 以下の場合にプロットされている実験点は、強制的に④のオリフィス部から過剰の空気を流入させ、供試管中の粒子群を流動層状態にした時の値である。

このように、 F/F_0 が 0.2 以下の場合には、閉塞と排出とを繰り返す不安定な流動状態と、流動層状態との二

通りの挙動が観察された。

Fig. 3 は試料粒子として、ガラスビーズを用いた結果を示している。観察によると、 F/F_0 を減少させても、砂の場合にみられた顕著な脈動現象はみられず、スムーズな移動層状態で下降した。さらに F/F_0 が小さくなり、ほぼ 0.2 以下になると、砂と同様にオリフィス部で閉塞現象が生じ L_{max} と L_{min} との間を周期的に変動した。この場合、オリフィス部に強制的に空気を過剰に送入させても、砂でみられるような流動層状態を出現させることはできなかった。

3.2 流動状態図

Figs. 2, 3 で示したように、試料粒子により、その移動状態が異なる。この原因は、オリフィス部の粒子と空気との挙動に関係あると考え、半円筒の供試管を試作し、オリフィス部の排出特性を観察した。その結果を Fig. 4 の下部に示す。上部には対応する実験値の領域を定性的に示す。

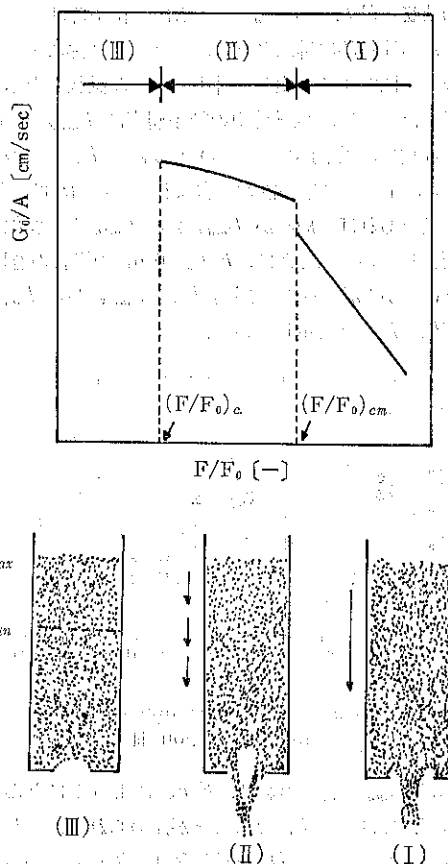


Fig. 4 qualitative schematic diagram of flow patterns

領域Ⅰ ($F/F_0 \geq (F/F_0)_{cm}$) 供試管中の粒子群の移動は、移動層状態で下降し、オリフィスからの粒子群の排出は、主にオリフィス穴の中央部からなされていることが認められた。

領域Ⅱ ($(F/F_0)_{cm} < F/F_0 \leq (F/F_0)_c$) オリフィスからの粒子群の排出は、オリフィス穴の円縁部から円環状でなされる。一方、オリフィス部に流入する空気は、穴中央部に気泡を形成しながら入り、供試管の粒子層部へ入るとすぐに消滅することが観察される。これは、気泡で流入した空気が粒子層に入ると粒子層間の隙間に浸透してしまい、気泡状態を保ちえないと考えられる。なおこの領域の G_0/A の値は、最小流動化開始速度 U_{mf} よりも小さい。

オリフィス部で気泡の生成、消滅がくりかえされるため、供試管中の粒子群の下方への移動が脈動した移動層になるものと予測される。ガラスビーズの場合、供試管内の粒子の移動状態に明確な脈動が生じないのは、オリフィス部における気泡の生成が顕著にみられないためと判断される。

領域Ⅲ ($F/F_0 < (F/F_0)_c$) もはや粒子群は、オリフィスから連続的に排出されず、オリフィス部にアーチを形成して閉塞する状態と、排出という流動状態を示す。前述したように、供試管中の粒子層高は L_{max} と L_{min} とを周期的に変動する。この L_{max} と L_{min} との値を Fig. 5 に示す。図中の縦軸に含まれている ΔP は、 F/F_0 が一定であれば、層高が L_{max} から L_{min} まで変化しても変化しない。たとえば、 $F/F_0 = 0.07$ の場合の ■ と □ 印とは、 ΔP が一定で、層高 L が L_{max} から L_{min} まで変化したことを示している。

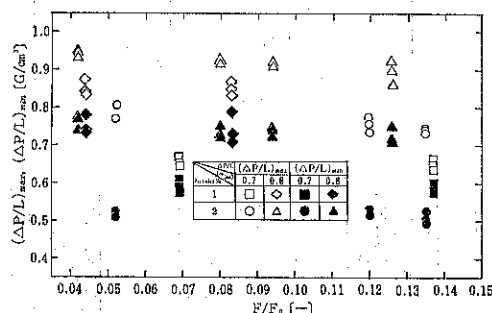


Fig. 5 $(\Delta P/L)_{max}$ and $(\Delta P/L)_{min}$ in Region III

$(\Delta P/L)_{max, min}$ の値は、 F/F_0 によってほとんど変わらず、ほぼ一定値になることが認められる。これらの値は、オリフィス径 D_0 と粒子種類に依存しているようにみえる。 D_0 が大きいほど $(\Delta P/L)_{max, min}$ の値は大きくなっている。さらに詳細に調べてみると、 $(\Delta P/L)$

$_{min}$ は、 $(\Delta P/L)_{max}$ に比較して、粒子種類の影響を受けておらず、 D_0 によって、ある一定値を示している。このことは、オリフィス部に形成された粒子層のアーチが崩壊する粒子層高 L_{max} は、粒子の種類の影響を受けず、 D_0 により規定されると考えられる。一方、 $(\Delta P/L)_{max}$ は、粒子種類の影響が認められる。このことは、オリフィス部にアーチを形成し始める層高 L_{min} が粒子種類により異なることを示している。さらに、 $(\Delta P/L)_{max, min}$ の絶対値だけでなく、 $(\Delta P/L)_{max} - (\Delta P/L)_{min}$ に着目してみると、その値は、砂粒子よりもガラスビーズの方が大きくなっている。この効果は、Table 1 中のどの粒子物性に支配されているのかは不明であるが、 L_{max} と L_{min} との差の大小は、粉粒体の流動特性を示す一つの指標になるのではないと思われる。今後、種々の粉粒体粒子について検討する必要がある。

Fig. 6 は、横川⁶⁾ がけい砂 ($D_p = 294 \mu m$, $\rho_s = 2.63 \text{ g/cm}^3$, $\varepsilon = 0.45^*$, $\phi_r = 34^\circ$) を用いて、供試管径 12.8 cm, オリフィス径 2.0 cm の噴流層装置で得たデータを用いて、同図中に示した (●) 印も供試管中の粒子群が脈動して移動していることを示しており、領域Ⅰ、Ⅱが存在していることが認められる。領域Ⅲについての実験的検討はなされていないようである。

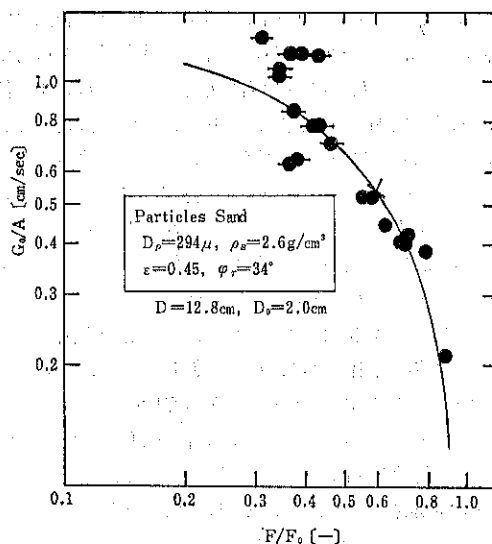


Fig. 6 Relation between G_0/A and F/F_0 by Yokogawa⁶⁾ (sand)

3.3 実験整理式

前報²⁾ において、供試管内がスムーズな移動層で下降

* 著者らが仮定した値である。

している場合の供給速度 F と圧損 ΔP との関係を示す実験整理式は±25%の精度で次式によって表わされることを明らかにした。

$$(F_0 - F)/F_0 = 0.53(\Delta P/r_s L)(D/D_0)^{1.8} \dots\dots\dots(1)$$

また、スムーズな移動層状態で粒子群が移動している場合、次式で示される Kozeny-Carman 式が成立することが確かめられている²⁾。

$$\Delta P/L = 180\mu(G_0/A)(1-\epsilon)^2/D_p^2 g_c \epsilon^3 \dots\dots\dots(2)$$

ただし $Re = D_p(G_0/A)\rho/\mu < 10$

Eqs. (1), (2) から F/F_0 と G_0/A との関係が求まり、各粒子についての計算値を Figs. 2, 3, 6 に実線で示す。Figs. 2, 6 においては、領域Ⅰにおける実験値と実線とはほぼ一致している。一方ガラスビーズの場合 (Fig. 3) においても F/F_0 が大きい場合には、ほぼ実験値と実線が一致しているが、 F/F_0 が小さくなると実験値と実線の偏倚が大きくなっている。このように F/F_0 が小さくなるか、砂粒子の場合のように領域Ⅱになると Eq. (1)あるいは、Eq. (2)が成立しなくなることが考えられる。ここで Eq. (2), すなわち Kozeny-Carman 式の適用限界について検討した結果を Fig. 7 に示す。

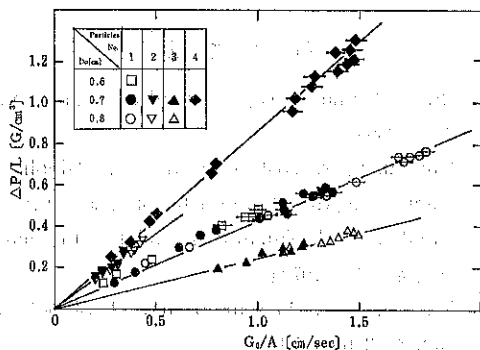


Fig. 7 Relation between $\Delta P/L$ and G_0/A at various solid particles

図中の各実線は、Eq. (2)より計算された値を示す。図中の実験値は、砂の場合、領域Ⅰ、Ⅱ、ガラスビーズの場合 Fig. 3 で得られた全データの領域での値を示す。図から実線と各実験値とは良好な一致がみられる。砂の場合、領域Ⅱでは、脈動した移動層状態であるにもかかわらず、測定された G_0 が、時間平均値であるため、この領域でも Eq. (2)が成立するものと予測される。Eq. (2)は、実験範囲で成立することから、Figs. 2, 3, 6 で示された実験値と実線とのずれは、Eq. (1)によるものと推定される。

3.4 領域ⅠとⅡとの境界値

多段流動層および多段噴流層を安定に定常操作するための第一の要件は、段間の粒子群の移動にあり、安全に操作するには、本研究で得られた領域Ⅰで運転されることが望ましい。このため領域ⅠとⅡとの境界を推算することは大切であり、一方、Eq. (1)の成立する限界ともなり、大変重要な値と考えられる。ここでは、下記の仮定に基づいてこの境界値の推算を行なった。“オリフィスから排出される粒子群の体積流量とオリフィスから流入する空気流量とを比較し、後者が前者よりも大になるとオリフィス部へ気泡という形で空気が流入する。”すなわち、領域Ⅰは次式で示される。

$$U_s \geq G_0/A \dots\dots\dots(3)$$

$$\text{ただし } U_s = F/(1-\epsilon)\rho_s A \dots\dots\dots(4)$$

Eqs. (3), (4) から

$$F/F_0 \geq (1-\epsilon)\rho_s G_0/F_0 \dots\dots\dots(5)$$

Eq. (5)中の F_0 は重力落下時のオリフィスからの粒子の排出速度であり、多くの実験整理式が得られている。ここでは、次式¹⁾を用いた。

$$F_0 = 0.306\sqrt{g\rho_s}\sqrt{D_0 - D_p} A_0 \dots\dots\dots(6)$$

Eqs. (2), (6)を用いて Eq. (5)を整理すると次式を得る。

$$(F/F_0) \geq \frac{1.07\rho_s D_p^2 \epsilon^3}{1.07\rho_s D_p^2 \epsilon^3 + \sqrt{D_0 - D_p}(D_0/D)^{0.2}(1-\epsilon)} \dots\dots\dots(7)$$

Eq. (7)によれば、粒子種類 (D_p , ρ_s , ϵ) およびオリフィス径 D_0 、供試管径 D が決まれば、スムーズな移動層で供試管中を移動できる F/F_0 の限界値が得られる。Eq. (7)を各砂粒子について適用し得られた推算値を Fig. 2 に×印で示す。図からスムーズな移動層状態で流れている領域Ⅰ (□, ●, ○, ◆) と脈動を伴う移動層状態で流れている領域Ⅱ (—□, —●, —○, —◆) との境界とほぼ一致している。Fig. 6 のけい砂についても領域Ⅰ (●) とⅡ (—●) との境界値と良好な一致がみられる。この結果、オリフィスから流入する空気流量が、オリフィスから排出される粒子群の体積流量よりも少ない間は、スムーズな移動層で下降し、多くなると、オリフィス部で気泡の生成が発生するため、脈動を伴う移動層状態で下降するようになると推察される。参考までにガラスビーズ粒子に対する Eq. (7)の推定値を Fig. 3 中に×印で示している。

4. 結 論

空気圧が背圧として作用する場合のオリフィスからの粉粉体の排出に関して砂とガラスビーズについて実験を行い次の結論を得た。

(1) F/F_0 により、粒子の流動特性が次の3つの領域に区分できる。

領域Ⅰ 供試管中の粒子群がスムーズな移動層状態で下降する領域

領域Ⅱ 供試管中の粒子群が脈動を伴う移動層状態で下降する領域（ただし、ガラスビーズの場合は顕著に観察されなかった。）

領域Ⅲ オリフィス部にアーチの形成・崩壊が生じ、粒子群が間けつ的に排出される領域、この領域で強制的に過剰の空気をオリフィスから流入させると、流動層を形成させることができる。（ガラスビーズでは不可）

(2) 領域Ⅰ、Ⅱの境界は、装置を安定に安全に操作する上で重要な値であり、その推算方法を提案し、実験値と比較した結果、良好な一致がみられた。

(3) 領域Ⅰ、Ⅱにおいて、粒子群の移動状態は異なるが、両領域において Kozeny-Carman 式が成立することが認められた。

(4) 領域Ⅲにおけるアーチの形成、崩壊は、 F/F_0 によらず、粒子の種類、オリフィス径によって規定されることがわかった。

使用記号

A	=cross-sectional area of test tube ($=\pi D^2/4$)	[cm ²]
A_0	=cross-sectional area of orifice ($=\pi D_0^2/4$)	[cm ²]
D	=diameter of test tube	[cm]
D_0	=diameter of orifice	[cm]
D_p	=particle diameter	[cm]
F	=feed rate of solid particles	[g/sec]
F_0	=discharge rate of solid particles in the case of gravitational flow	[g/sec]
F'	=discharge rate of solid particles	[g/sec]
$(F/F_0)_{cm}$, $(F/F_0)_c$	=ratio of feed rate of solid particles to discharge rate of solids in	

case of gravitational flow at the boundary between region I and II, and region II and III, respectively. (referred to Fig. 4)

G_0	=volumetric rate of air through outlet measured by ③ in Fig. 1	[cm ³ /sec]
g	=gravitational acceleration	[cm/sec ²]
g_c	=gravitational conversion factor	[g·cm/G·sec ²]
L	=moving bed height	[cm]
ΔP	=pressure drop	[G/cm ²]
U_{mf}	=superficial fluid velocity (measured on an empty test tube basis) at minimum fluidizing conditions	[cm/sec]
U_s	=downward velocity of descending solid particles ($=F/\rho_s(1-\epsilon)A$)	[cm/sec]
ϵ	=void fraction in moving bed	[-]
ρ	=fluid density	[g/cm ³]
ρ_s	=solid density	[g/cm ³]
μ	=fluid viscosity	[g/cm·sec]
γ_s	=specific weight ($=\rho_s \cdot g/g_c$)	[G/cm ³]
φ_r	=angle of repose	[°]

引用文献

- 1) Muchi, I. and S. Yagi; Kagaku Kōgaku, **19**, 158 (1955)
- 2) Tanaka, I., N. Yoshihara and H. Shinohara; Kagaku Kōgaku Ronbunshu, **4**, 238 (1978)
- 3) Tanaka, I., M. Yamaguchi and H. Shinohara; ibid, **4**, 317 (1978)
- 4) Tanaka, I., Y. Hashimoto and H. Shinohara; ibid, **4**, 320 (1978)
- 5) Tanaka, I., T. Ishikura, A. Uchiyama and H. Shinohara; ibid, **5**, 397 (1979)
- 6) Yokogawa, A.; Dr. Thesis (Osaka Univ.) (1971)

エキスパンドメタルの分級性能

Powder Fraction Performance of Expanded Metal

大島 敏男* 廣田 満昭* 田中 正男**
Toshio Oshima Mitsuaki Hirota Masao Tanaka

Abstract

Experiments in powder fraction were performed using expanded metal (PAIRO SCREEN) for fine powder under $10\mu\text{m}$. The effect of mean air velocity, number of screens and space distance between the screens on the fraction efficiency was examined.

Experimental results showed that 50% separation point lowered with increasing of the number of screens and the slope of fractional separation efficiency curve was affected with the space distance of screens. In this experimental region, the effect of mean air velocity on the fraction performance was not recognized.

著者摘録

エキスパンドメタル（パイロスクリーン）を用いて、 $10\mu\text{m}$ 以下の微粉の分級実験を行った。分離効率におよぼす風速、スクリーン枚数およびスクリーン間隔の影響について検討した。

実験結果より、スクリーン枚数の増加につれ50%分離径は小さくなり、また、部分分離効率曲線の勾配はスクリーン間隔の影響を受ける。実験範囲内において分離性能におよぼす風速の影響は認められなかった。

1. 緒言

気流中に置かれた障害物への粒子の衝突は、粒子径と風速がともに大きいときは慣性衝突が支配的である。衝突効率を支配する慣性パラメータは粒子径を含んだ因子であり、他の条件が同じときは粒子径が大きいほど慣性捕集はされ易い。したがって、粒径に分布のある粉体を慣性捕集するとき、障害物に捕集される粒子は障害物に接近する気流中に含まれている粒子の粒径分布とは異なり、粗粒側に片寄った分布を持つ。そのため、障害物を通過した気流中に含まれる粒子は通過前より細粒側に片寄り、粒子は分級されたことになる。障害物による集塵に限らず、一般の集塵操作においても同様に分級操作を行っていると考えられるものが多い。

エキスパンド・メタル（以下スクリーンと呼ぶ）が粉体の種類によっては数 μm 程度の微粉のブレダスターとして有効であり、また操作条件によっては鋭い分級性能を示すことを先に報告した¹⁾。ここでは、スクリーンを分級器として用いる場合、風速、スクリーン枚数およびスクリーン間隔が分級性能におよぼす影響について実験的検討を行ってみた。

2. 実験装置および方法

実験装置の概略を Fig. 1 に示す。ブロワー③と2ケのバルブ操作によりダクト内風速を調整する。テーブルフィーダー①から供給された試料粉体はエジェクター②で分散され、気流に乗り、スクリーン④で捕集される。スクリーン前後の試料の粒径分布は、各々、サンプリングプロブ⑥および⑦で等速吸引し、カスケードインパクター④と⑤でそれぞれ測定した。スクリーンの部分分離効率は、スクリーン前後の粒径分布とスクリーンの総

* 姫路工業大学産業機械工学科

** 極東石油 K K

合捕集効率から算出した。Fig. 2 に示すようなスクリーン（材質：SUS 304，板厚 t ：0.15mm）を1枚ごとに時計方向に90度回転して設置した。そのときのスクリーン通過圧力損失を Fig. 3 に示す。また、実験試料として用いたフライアッシュと軽質炭酸カルシウムの物性値（細川鉄工所：パウダーテスターによる）を Table 1 に示す。

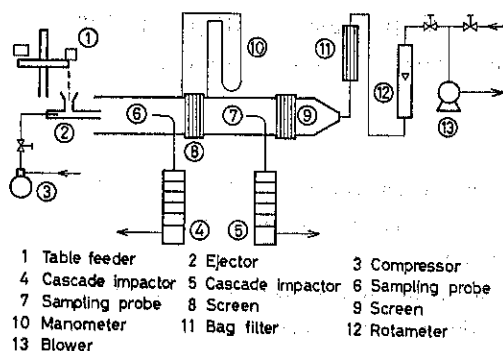


Fig. 1 実験装置の概略図

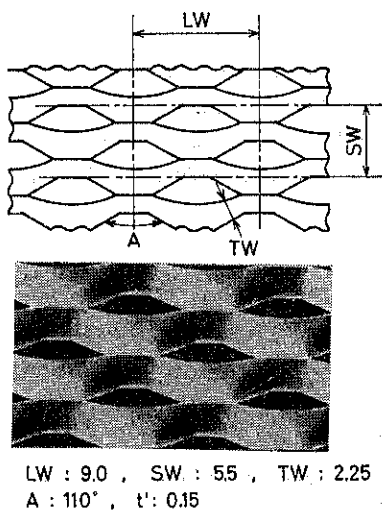


Fig. 2 スクリーンの詳細図

3. 実験結果および考察

スクリーンのような障害物による粒子の集塵操作では、粒子の捕集と、堆積した粒子の払い落としの2つの操作が繰り返されるために堆積粒子量は時間的に変化する。そのため、スクリーンの捕集性能は、Fig. 4 で示されるように時間的に変化する。Fig. 5 はスクリーン上の堆積粉塵がない状態から一定時間内のスクリーンの総

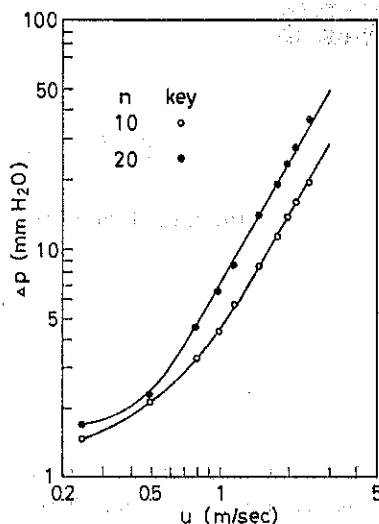


Fig. 3 風速と圧力損失の関係

Table 1 試料粉体の物性

	Flyash	CaCO ₃
Angle of Repose (deg.)	47	43
Angle of Fall (deg.)	26	31
Angle of Difference (deg.)	21	12
Aerated Bulk Density (g/cm ³)	0.79	0.27
Packed Bulk Density (g/cm ³)	1.24	0.70
Compressibility (%)	35.9	60.9
Cohesiveness (%)	5.5	65.7
Angle of Spatula (deg.)	68	79
Dispersibility (%)	68	5
Diameter (μm)	9	6
Flowability	46	25
Floodability	80.5	35.0

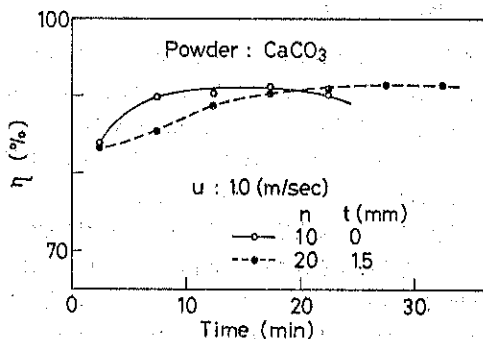


Fig. 4 総合捕集効率と捕集時間の関係

合捕集効率を示したもので、風速、スクリーン枚数およびスクリーン間隔などの影響を受ける。また、スクリーンの部分分離効率も Fig. 6 で示されるように、使用条件によってはかなり鋭い分級性能を示しているが、総合

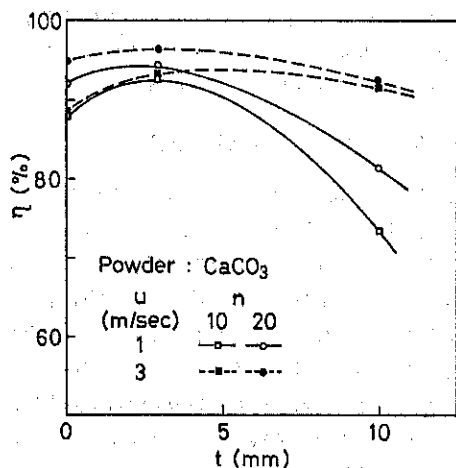


Fig. 5 総合捕集効率とスクリーン間隔の関係

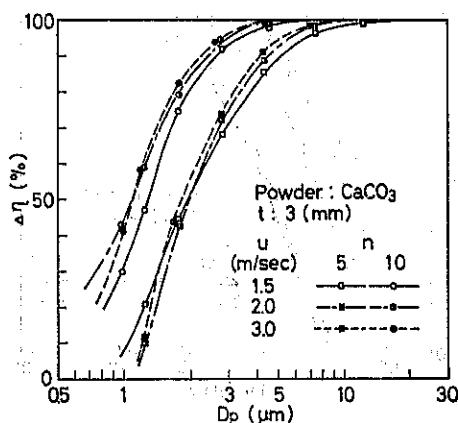


Fig. 7 部分分離効率と粒子径の関係

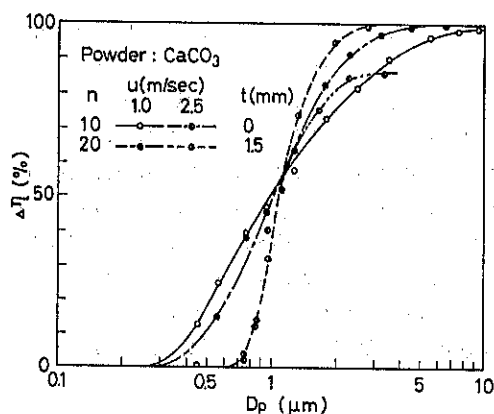


Fig. 6 部分分離効率と粒子径の関係

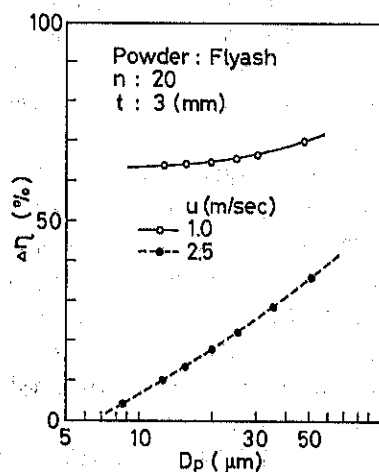


Fig. 8 部分分離効率と粒子径の関係

捕集効率の場合と同じような因子の影響を受けている。

スクリーンを分級器として用いる場合、分級性能の時間的な変化を小さくする必要がある。そのため、本報告では Fig. 4 中で、総合捕集効率が時間的に変化しない範囲において、風速、スクリーン枚数およびスクリーン間隔が分級性能におよぼす影響について検討を行った。

3-1 風速の影響

Fig. 7 に試料粉体が炭酸カルシウムの場合の部分分離効率におよぼす風速の影響を示した。スクリーン枚数 n が 5, 10 のどちらも部分分離効率曲線はかなり鋭い分級性能を示し、枚数の多い方が 50% 分離径は小さくなる。しかし、風速の変化による分級性能の相違はほとんど認められなかった。つぎに試料粉体にフライアッシュを用いたときの実験結果を Fig. 8 に示す。風速の変化に対して分級性能は変化しているが炭酸カルシウムの場合と

は異なり、部分分離効率曲線は横に広がり、ほとんど分級能力がないことを示している。フライアッシュのような流動性のよい粉体は、スクリーンのような障害物に衝突したときに障害物上に堆積し難いため、捕集効率は非常に低くなる。そのため、フライアッシュのように流動性のよい粉体に対してスクリーンのような障害物を分級器として使用することは不適当と思われるので、以下炭酸カルシウムについてのみ分級性能を検討する。

3-2 スクリーン枚数の影響

Fig. 9 にスクリーン間隔 $t = 3$ mm、風速 $u = 2.0$ m/sec と 3.0 m/sec における部分分離効率を示す。枚数 n がいずれの場合もかなり鋭い分級性能を示している。また、どちらの風速においても、スクリーン枚数による分級性能の違いが明確に現われており、スクリーン枚数が

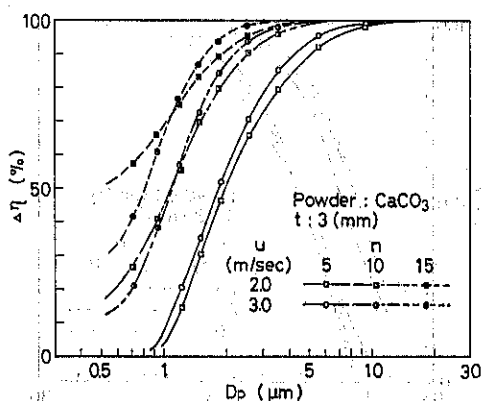


Fig. 9 部分分離効率と粒子径の関係

少なくなるにつれて50%分離径が大きくなっている。これはスクリーン枚数が少ないときは小さい粒子はほとんど通過してしまうことを示している。しかし、スクリーン枚数を増しても部分分離効率曲線の勾配の変化はほとんど認められなかった。

Fig. 10 はスクリーン間隔 $t=10\text{mm}$ の場合の結果を示したものである。スクリーン枚数 n が少なくなるにつれて50%分離径が大きくなる傾向は $t=3\text{mm}$ の場合の結果と同じであるが、それに伴い部分分離効率曲線の勾配がゆるくなる傾向が認められる。このようにスクリーン間隔が小さいときと特性が異なるのは、スクリーン間隔が大きくなるにつれてスクリーン相互間の干渉効果が異なってくるためであろう。いずれにせよ、スクリーン枚数が増加すると50%分離径は小さくなるが、スクリーン枚数が多すぎると、総合捕集効率が非常に高くなり（枚数20枚で95%以上）、通過粉塵量が少なすぎて分級器としては適さないように思われる。しかしながら、Fig. 4

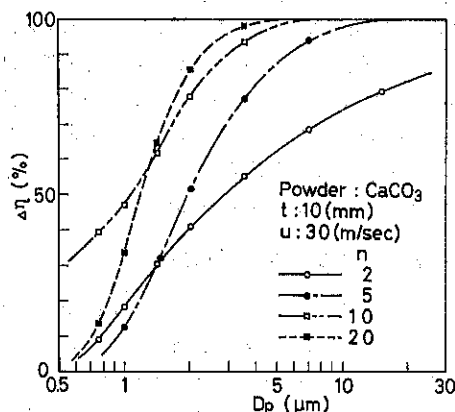


Fig. 10 部分分離効率と粒子径の関係

からも推察されるように、スクリーン枚数が多くなるにつれて安定な分級操作を行える時間が長くなっていくのでこれら相互の関係を考慮して枚数を選ぶ必要がある。

3-3 スクリーン間隔の影響

Fig. 11 に $u=3.0\text{m/sec}$, $n=5, 10$ の種々のスクリーン間隔における実験結果を示す。 n がどちらの場合においても、 $t=3\text{mm}$ で50%分離径が最小となり、部分分離効率曲線の勾配が大きく、鋭い分級性能を示しており、 t がそれよりも大きくても小さくても50%分離径は大きくなり、勾配は小さくなっている。これは Fig. 5 において、総合捕集効率が $t=3\text{mm}$ 附近で最大になることと対応しており興味ある関係である。しかしながら、いずれの場合においても、部分分離効率曲線の勾配は Fig. 6 の場合よりも小さくなっている。これは前述のように、分級性能実験はスクリーン上にある程度の粒子が堆積した状態で行っているが、スクリーン面上に堆積できる粉体量には限度があり、スクリーン間隔が小さくなるにつれて、また、スクリーン枚数が少なくなるにつれてスクリーン面上に堆積できる粉体量は少なくなる。そのため、粉体の吹き抜けが起こり、分級性能が低下したと思われる。 $t=1.5\text{mm}$ において、 n が5枚から10枚に増加しても分級性能が向上しなかったのも同様の原因と考えられる。また、 t が大きいときは、スクリーン間の干渉効果が少なくなり、Fig. 5 に示したように、総合捕集効率が低下するための影響が現われたものと思われる。

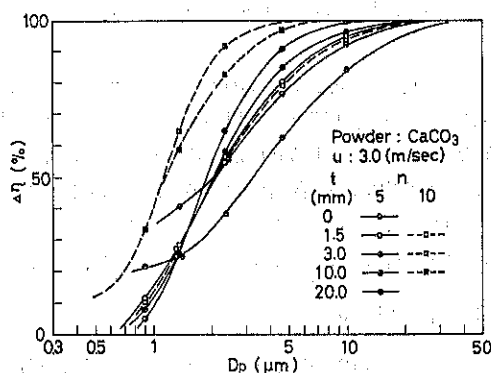


Fig. 11 部分分離効率と粒子径の関係

4. 結 言

スクリーンを微粉の分級器として用いたとき、分級性能におよぼす風速、スクリーン枚数およびスクリーン間隔などの影響について実験的検討を行った。スクリーン

のような障害物上への粉体の堆積挙動は不安定な現象であるため、分級性能におよぼす種々の因子の影響も非常に複雑であるが、次のような定性的な結論を得た。

1) 炭酸カルシウムのように付着性のある粉体に対しては、スクリーンは分級器としても使用できる。しかし、フライアッシュのように流動性のよい粉体の分級は困難である。

2) 部分分離効率曲線の勾配はスクリーン間隔の影響を強く受け、 $t = 3 \text{ mm}$ で最大になる。

3) $t = 3 \text{ mm}$ において、スクリーン枚数が増すにつれ50%分離径は小さくなる。

4) 分級性能におよぼす風速の影響は実験範囲内 ($1 \sim 3 \text{ m/sec}$) では認められなかった。

使用記号

D_p	: 粒子径	(μm)
n	: スクリーン枚数	(—)
t	: スクリーン間隔	(mm)
u	: 風速	(m/sec)
η	: 総合捕集効率	(%)
$d\eta$	: 部分分離効率	(%)
dP	: 圧力損失	(mmH ₂ O)

参考文献

- 1) 大島, 廣田, 横田, 田中: 化学工学論文集, 4, 227 (1978)

特許一言メモ No. 18

ヨーロッパ特許

外国への特許出願は、それぞれの国ごとに申請をしていくものに対し、本誌前号で説明したPCT (特許協力条約) では一國に出願することにより複数の指定國に出願したものとして取扱われ、この場合は単に出願手続きの一部を統一的に処理しようとするもので、最終的には各指定國においてそれぞれの手続きが行なわれた。

これに対しヨーロッパ特許は、西ドイツ・ミュンヘンにあるヨーロッパ特許庁に対し出願國を指定、一つの出

願をすれば一括して審査が行なわれ、許可になると指定國でそれぞれ特許を得たものとして取り扱われる。したがって國ごとに各國特許庁との応答はしなくてよいが、出願が拒絶されるとすべての指定國に対して拒絶されたことになる。そして審査基準はドイツ系できびしく、出願料が各國別の出願より高額になるようで、特許性の高いものでしかも約5ヶ國以上の國に出願するような場合にそのメリットがいかされる、といわれる。なお、ヨーロッパ特許は昭53. 6. 1より出願が受付られている。

(注) 特許協力条約 (PCT) については、本誌第22号 (1977) p. 119 でのべた。

(M. N生)

カスケード・インパクターの設計法に関する一考察

奥田 聡* 山下 治寿**

1. 緒 言

K. R. May¹⁾ によって考案されたカスケード・インパクターは大体0.2ないし20 μm の粒子を測定するのに有効である。カスケード・インパクターはノズルより噴出するジェット気流中の微粒子を捕集板に衝突させ、慣性力の違いにより微粒子を分離捕集し、粒度分布を測定する装置である。カスケード・インパクターについては多くの研究があるが^{2)~6)}、ここではサブミクロン領域からサブミクロン領域にわたるなるべく広い範囲の粒子の粒度測定用カスケード・インパクターを製作するための設計因子および設計式について検討したので、その結果について報告する。

2. カスケード・インパクターによる50%分離径の計算

ノズル先端と衝突板との距離を L 、ノズル径を D_c として、クリアランス比 $L/D_c=1\sim3$ の場合、粒子慣性パラメーター Ψ と捕集効率 $\Delta\eta$ との関係はWongとRanz²⁾の実験式によると次式になる。

$$\Delta\eta = 3.8\sqrt{\Psi} - 0.954 \quad (1)$$

また、粒子慣性パラメーター Ψ は次式で示される。

$$\Psi = \frac{C_c \rho_p v_1}{18\mu D_c} \cdot D_p^2 \quad (2)$$

ここで、 ρ_p は粒子密度 $[\text{g}/\text{cm}^3]$ 、 μ は気体の粘性係数 $[\text{g}/\text{cm}\cdot\text{sec}]$ 、 D_c はノズル径 $[\text{cm}]$ 、 D_p は粒子径 $[\text{cm}]$ である。また、 v_1 は1段目のジェット気流の平均ガス速度 $[\text{cm}/\text{sec}]$ であり、次式で示される。

$$v_1 = \frac{Q_0}{\pi D_c^2/4} \cdot \frac{P_0}{P_1} \quad (3)$$

ただし、 Q_0 は流量 $[\text{cm}^3/\text{sec}]$ 、 P_0 、 P_1 はそれぞれ入

口および i 段目での圧力 $[\text{g}/\text{cm}^2]$ である。また C_c はカニンガム補正係数であり、次式で示される。

$$C_c = 1 + \frac{2\lambda}{D_p} \left[1.23 + 0.41 \exp\left(-\frac{0.44D_p}{\lambda}\right) \right] \quad (4)$$

ここで、 λ は気体分子の平均自由行程 $[\text{cm}]$ であり、次式で示される。

$$\lambda = \frac{2\mu}{\rho \bar{v}}, \quad \bar{v} = \frac{8g_c P_i}{\pi \rho} \quad (5)$$

ただし、 $\bar{v}$ は気体分子の平均速度 $[\text{cm}/\text{sec}]$ 、 ρ は気体密度 $[\text{g}/\text{cm}^3]$ 、 g_c は重力換算係数 $[\text{g}\cdot\text{cm}/\text{g}_w\cdot\text{sec}^2]$ である。

各段での限界粒子径を求めるために、50%分離径 D_{p50} を用いると、捕集効率 $\Delta\eta=0.5$ として、(2)式を(1)式に代入して次式がえられる。

$$\sqrt{\frac{C_c \rho_p v_1}{18\mu D_c}} \cdot D_{p50} = 0.38 \quad (6)$$

(1) カニンガム補正係数を無視した場合：

粒子径が数 μm 以上では、カニンガム補正係数を無視することができるので、 $C_c=1$ として(6)、(3)式より次式がえられる。

$$D_{p50} = 1.43 \sqrt{\frac{\mu D_c^3}{\rho_p Q_0} \cdot \frac{P_1}{P_0}} \quad (7)$$

(2) カニンガム補正係数の指数項を無視した場合：

カニンガム補正係数のカッコ中の第2項を無視すると

$$C_c = 1 + 2.46\lambda/D_p \quad (4')$$

となる。(3)、(4')、(5)式を(6)式に代入しすると、次式をうる。

$$D_{p50}^2 + \frac{4.92\mu\sqrt{\pi}}{\sqrt{8g_c\rho P_1}} \cdot D_{p50} - (0.38) \frac{18}{\rho_p} \frac{\mu D_c^3 \pi P_1}{4Q_0 P_0} = 0 \quad (8)$$

(3) カニンガム補正係数を考慮した場合：

$$\frac{\rho_p v_1}{18\mu D_c} \cdot \left[1 + \frac{2\lambda}{D_{p50}} \left\{ 1.23 + 0.41 \exp\left(-\frac{0.44D_{p50}}{\lambda}\right) \right\} \right] \cdot D_{p50}^2 = 0.144 \quad (9)$$

(9)式による50%分離径 D_{p50} はNewton-Raphson法

* 同志社大学 工学部 化学工学科
(〒602 京都市上京区今出川通鳥丸東入)
Tel. (075) 221-2311

** 嵯峨川粉体工学研究所

3. 試作したカスケード・インパクター

試作したカスケード・インパクトの各段における圧力損失の測定値とベルヌーイの定理により次式で求めた値を Fig. 3 に示す.

$$\Delta P_1 = P_0 - P_1 = \rho \frac{g_c}{g} \left\{ \frac{v_1^2 - v_0^2}{2g} + (h_1 - h_0) \right\} \quad (10)$$

4. 計算結果と考察

Fig.5～Fig.10に1段目から6段目までの50%分離径と粒子密度との関係をガス流量をパラメーターとして示したものである。このグラフを用いることにより、粒子密度の明らかなすべての粉体について広範囲の粒度測定のための設計が可能となる。

Table 1 各段のノズル径およびノズル衝突板との間隔, 50%分離径
($\rho_p=2.27\text{g/cm}^3$, $Q=5\text{l/min}$)

段 No.	ノズル径 D _c [cm]	間 隔 L [cm]	分離径 D _{ps0} [μm]
1	0.51	1.53	5.01
2	0.51	1.05	2.81
3	0.27	0.81	1.88
4	0.19	0.57	1.08
5	0.14	0.42	0.65
6	0.11	0.33	0.42

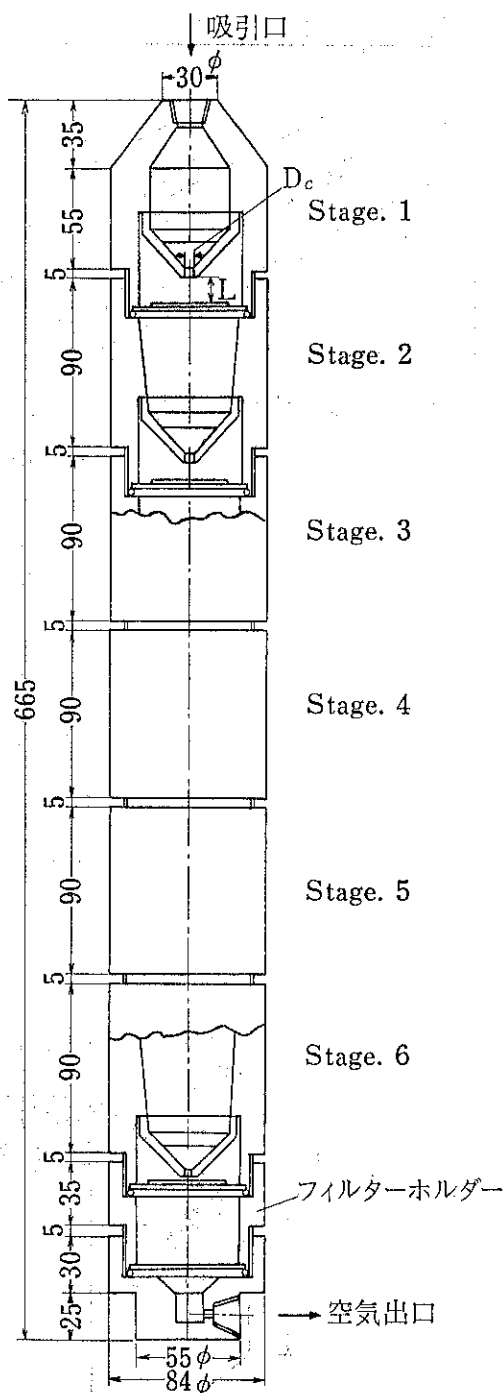


Fig. 1 試作カスケード・エンパクター組立図

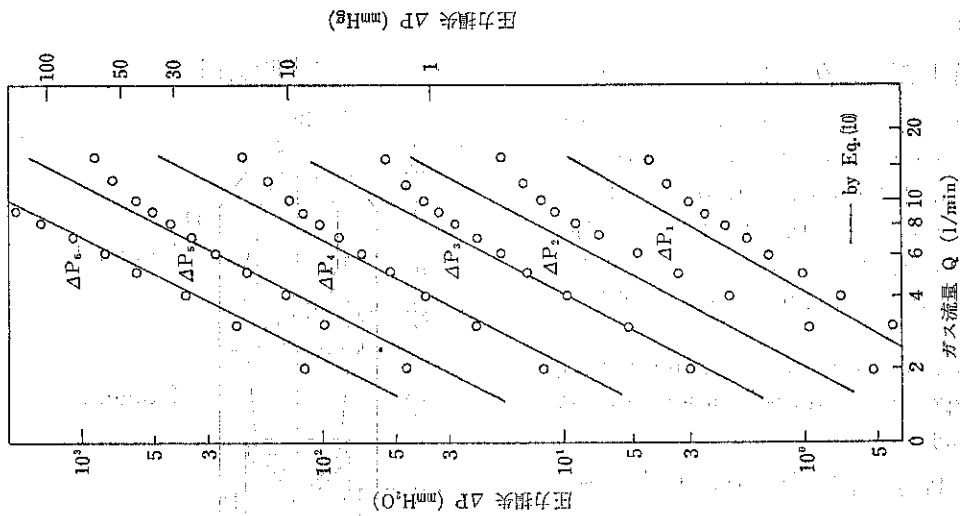


Fig. 3 各段における圧力損失と
ガス流量との関係

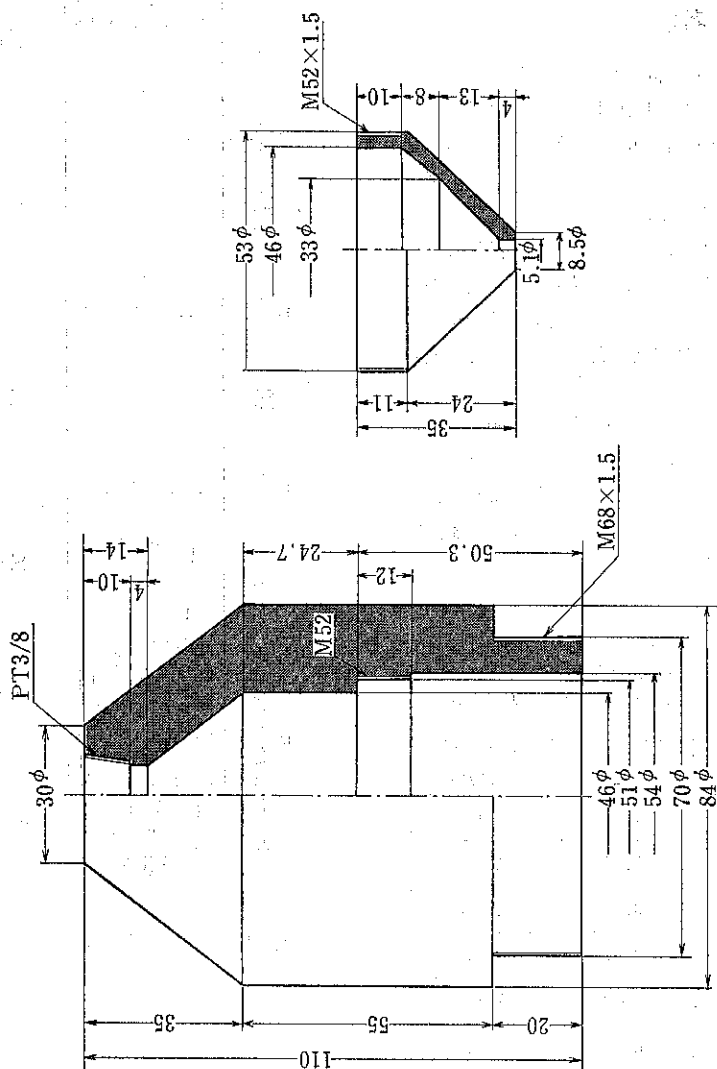


Fig. 2 第一段詳細図

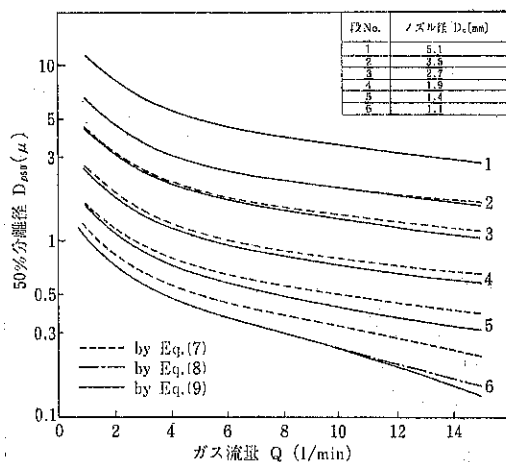


Fig. 4 各段の50%分離径とガス流量との関係 ($\rho_p = 2.27 \text{ g/cm}^3$)

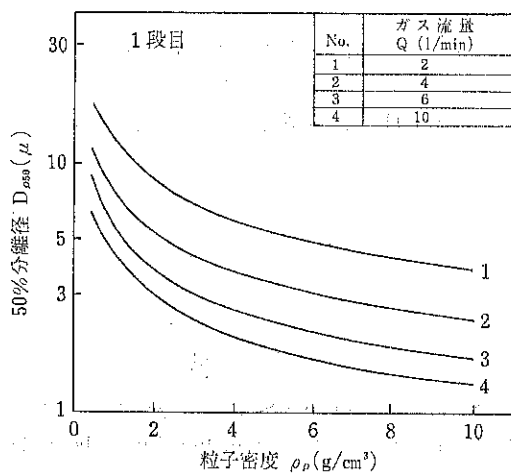


Fig. 5 50%分離径の粒子密度による変化

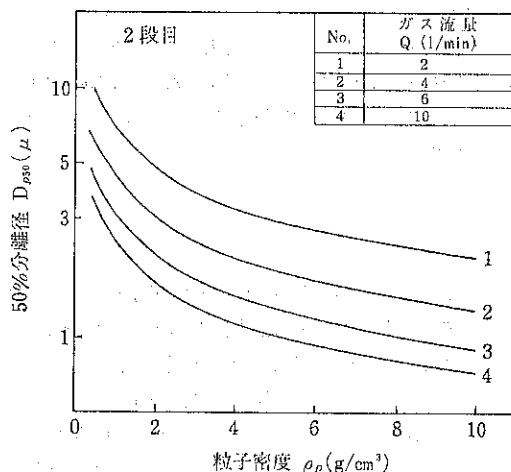


Fig. 6 50%分離径の粒子密度による変化

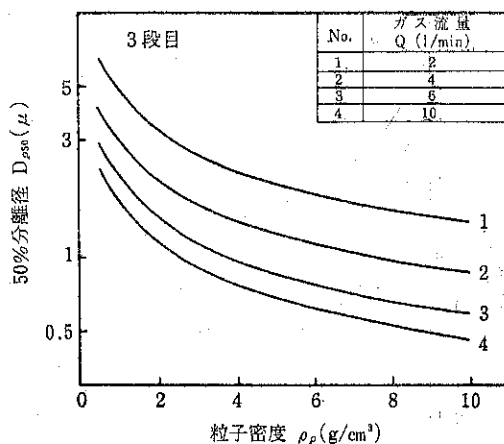


Fig. 7 50%分離径の粒子密度による変化

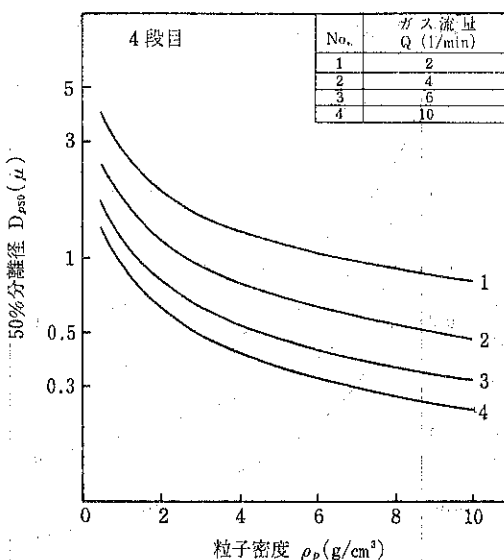


Fig. 8 50%分離径の粒子密度による変化

Fig.11は50%分離径とノズル径との関係を流量をパラメーターとしてプロットしたものである。この図により、カスケード・インパクターによる測定に必要な粒度範囲を設定することによってノズル口径を決定することができる。

5. 緒 言

カスケード・インパクターを設計・製作して使用するにあたっての設計因子について、その特徴を明らかにするとともに、計算式として(8)式で計算してよいことを確認した。

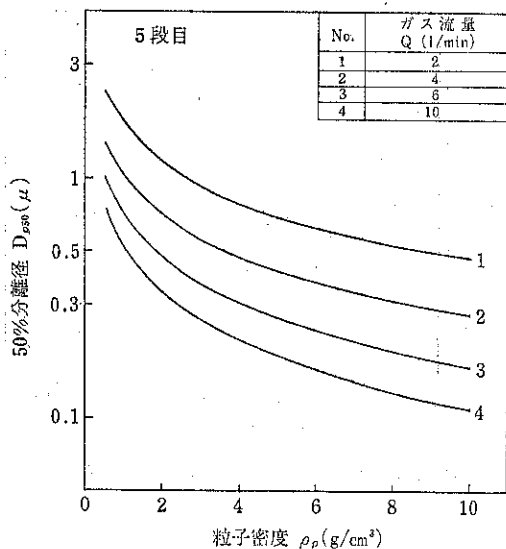


Fig. 9 50%分離径の粒子密度による変化

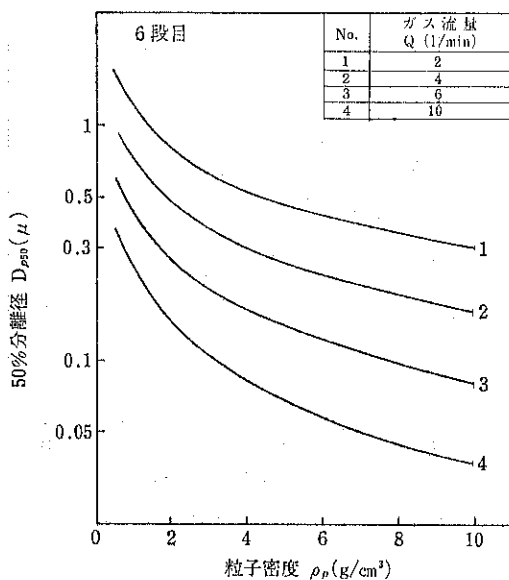


Fig. 10 50%分離径の粒子密度による変化

補 遺

本論文中、カスケード・インパクターの分離径の計算は理論的に流量とノズル口径より求めてきたが、当研究室で試作したカスケード・インパクターの圧力損失特性は Fig. 3 にみられるように、5 段目、6 段目において (10 式と少し差が生じる。この差異が実際の分離径にどの程度影響をおよぼすかを示したのが Fig. 12 である。Fig. 12 は、5 段目、6 段目の各流量 (4, 10, 15 [l/

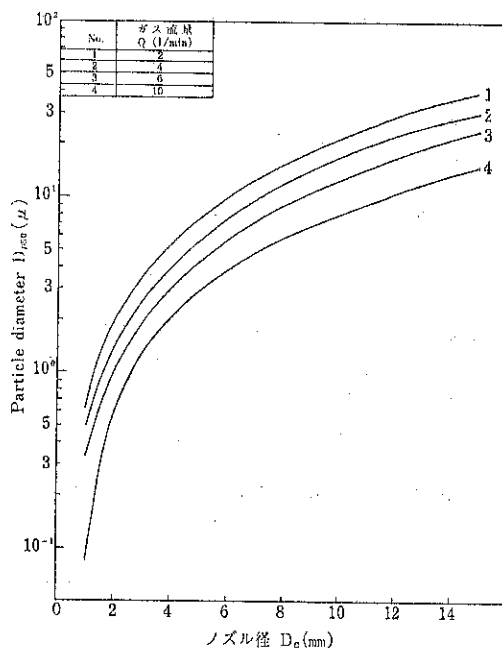


Fig. 11 50%分離径とノズル径との関係

参 考 文 献

- 1) K. R. Nay, Journal Sci. Inst., **22**, 178 (1945)
- 2) W. E. Ranz, J. B. Wong, Ind. Eng. Chem., **44**, [6], 1371 (1952)
- 3) 湯 晋一, 井伊谷鋼一, 化学工学, **33**, [12], 1265 (1969)
- 4) 井伊谷鋼一ら, 化学工学, **33**, [7], 689 (1969)
- 5) 牧野和孝ら, 粉体工学研究会誌, **3**, [2], 508 (1966)
- 6) 吉田英人ら, 粉体工学研究会誌, **13**, [12], 655 (1976)

min]) に対する 分離径と粒子密度との関係を示し、図中、実線は実験による圧力損失値から求めた分離径を示し、5 段目、6 段目の理論値を一点鎖線、破線で示したものである。これより、分離径は理論値より多少の差を生じることがわかり、当研究室では試作後の実験的圧力損失値より求めた分離径を採用している。なお、1 段目～4 段目については、この差はほとんどないことを確認

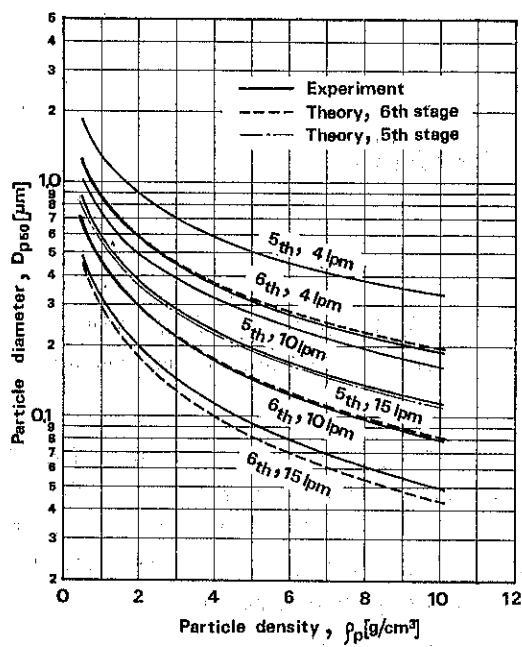


Fig. 12

している。

以上のことを、追加および補足説明とする。

製薬工業における造粒

杉原 正泰*, 大倉 輝明*

Masayasu Sugihara Teruaki Ohkura

近年医薬品はその種類および剤形ともに非常な進歩をとげているが、この1つには調剤の便性あるいは主薬の安定性、有効性等を向上させる目的で作られた多くの造粒製剤がある。この代表として以前より用いられている顆粒剤があげられる。これは容量法で一定重量の薬品を簡易かつ正確に分取するのに都合が良く、飛散性が小さく、調剤上取扱い易い反面、散剤との配合では分離が認められるという欠点を持っていた。そこで近年より粒子径の小さな造粒製剤が作られ第9改正日本薬局方に細粒剤として新たに規定された。これによると細粒剤の粒度は「ふるい分けするとき23号(500 μ)ふるいを通して150号(105 μ)ふるいに残留するものは全量の75%以上であり、32号ふるいに残留するものは全量の5%以下、200号(74 μ)ふるいを通してものは全量の10%以下」と規定され、必要に応じて着色料、芳香剤、矯味剤を加えることができる。すでに優秀な製剤も数多く市場に出ており、調剤操作の容易さ、服用の便利さと共に矯味矯臭の点でも便利なことから今後は散剤調剤の中心になるものと考えられる。さらに最近注目されているマイクロカプセルや、大粒の造粒品としての丸剤や錠剤がある。このように造粒製剤は最終製品として用いられるばかりでなく錠剤、カプセル剤の製造時の中間製品としても広く用いられている。

1. 造粒の定義

造粒とは字のごとく粒を造る操作であり D. M. Newitt¹⁾ によると「粉体や塊状、ときには溶液となっている原料を用いてほぼ均一な形と大きさの粒を作り出す操作をさす」と定義されている。その他 Rumpf²⁾ や Perry³⁾ も異った表現をしているが現在では Newitt の

定義が一般に用いられる。ここで「ほぼ均一な形と大きさ」が問題になるがフレーカ造粒のように形の均一にならないものも含み、大きさは10mm程度までだと思う。しかし本報では丸剤や錠剤のような大粒の造粒品は省き、比較的小粒の造粒を中心に述べる。

2. 造粒の利点と欠点

造粒の利点は第一に流動性が良くなることがあげられる。これは製造上きわめて有利な点で貯蔵から輸送、秤量等が自動化でき、またこの際コンベアやチェーン、計量ホップ等に付着することもない。さらに飛散がなく歩どまりが良くなり、労働条件も改善されるためGMPに対処できる。また見掛比重は大きくかつ一定になるので、かさかさが小さくなるばかりでなく、容積式のフィーダで容量供給でき、自動計量が容易になる。以上は製造段階での利点であるが、さらに医薬品のように最終製品の商品価値が問題となる場合は、外観が美しく容器に付着しないばかりでなく、服用時に口に付着せず、味や香をかえて服用しやすくすることができる。また溶解速度をかえたり、表面積を小さくして、防湿、安定化ができる。このように多くの利点があるが、一方コスト高になるという欠点もある。その他いくつかの欠点があるがすべてに共通したものは少ない。

3. 造粒方法の分類

製薬工業における造粒は、多種少量生産、安定性、安全性の確保、有効性の保証、商品価値等を考慮して行なわれる。そこで従来は押し出し造粒法、破砕造粒法、転動造粒法、噴霧造粒法等が主として用いられてきた。しかし最近ではGMPに対処して、洗浄が容易でクロスコンタミネーションを防止でき、結合剤においても水溶媒化に有利な流動層造粒法、打錠用顆粒としてさらに密度の高い優れた顆粒が得られる乾式造粒法、徐放化、腸溶

* 東京女子医科大学病院薬剤部
(〒162 東京都新宿区市谷河田町10)
Tel. (03) 353-8111

化など多目的のコーティングに適した遠心流動形コーティング造粒法等の新しい造粒法、造粒装置が開発され実用に供されつつある。これらの造粒法は大別すると粉末のまま圧を加えて製する乾式法、結合剤の水溶液を加える湿粒法、大量の水を加えてから製する噴霧造粒法に分けられ、このうち湿粒法が一般に多用されている。

4. 湿粒法

湿粒法は原料粉末に各種の結合剤の溶液を加えて造粒する方法で古くから用いられ現在でも各種の業界で最も多く用いられている。この方法に属する装置は非常に多種多様であるが、その機構により大別すると大体次のようになる。

1. 押し出し造粒法
2. 転動造粒法
3. 流動層造粒法
4. 破碎造粒法

4.1 結合剤

湿式の造粒における粉体と液体の充てん特性をFig. 1に示したが、このうち湿粒法は主として Funicular 域および Capillary 域を利用するものである。

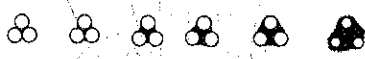
水分 0					
					
固相	粒子	連続	連続	連続	不連続
液相	水	不連続	連続	連続	連続
気相	空気	連続	連続	連続	零
充てん域		Pendular 域	Funicular 域	Capillary 域	Slurry 域
臨界点		C-1	C-2	C-3	C-4
		(鉄儀の臨界点) C-5 (和点)			
Atterbergの命名		パサパサ	P.L. (ネバネバ)	L.L. (ドロドロ)	

Fig. 1 粉体—水系の充填構造

一般に粉体の結合については、Rumpf が次のような基本的な式を示している。

$$\sigma_z = 1.1 \frac{1-\epsilon}{\epsilon} \cdot \frac{H}{d^2} \quad \dots\dots(1)$$

σ_z : 引張強さ d : 粒径

ϵ : 空けき率 H : 接触点の結合力

この式は、粉体間の結合力が接触点数と接触点の結合力により支配的であることを示している。またFig. 2のように結合剤により粉体がぬれた場合にHは

$$H = \alpha d f(\delta \beta) \quad \dots\dots(2)$$

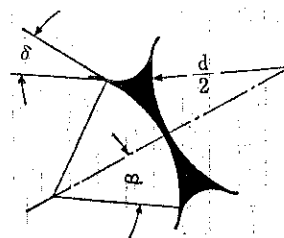


Fig. 2

α : 結合剤の表面張力 d : 粒径

δ : 接触角

β : 液環のつくる扇状角

で示される。またこの時に結合剤を媒体としている粒子数Nは

$$N = \frac{A}{V_p} = \frac{A(1-\epsilon)}{\alpha_v s d_v^3} = \frac{A \rho_0}{(\rho - \rho_0) d_v^3 \alpha_v} \quad \dots\dots(3)$$

A: 粉末単位重量当りに加えた結合剤溶液の量

ρ : 粉体の真の密度

ρ_0 : 粉体の見掛けの密度

で表わされる。このように結合剤は粉体の接触点数と接触点の結合力、しいては造粒物の強度に影響を及ぼすことになる。また結合剤は原料粉体の表面によく付着しないと結合力を働かせることができないため、原料粉体の性質により適切なものを選択する必要がある。実際に製薬工業で使用している結合剤を次にあげる。広義では水も結合剤の1つと考えられるがここでは省く。また使用する液体としては、粉末によっては分解や変質を生ずることがある場合は有機溶媒を用いることもある。結合剤自体は他の医薬品の薬効に影響を与えることなく、さらに安全性の面から検討を加え選択することが必要である。

a) 水溶性結合剤

でんぷん、ゼラチン、アラビアゴム、砂糖、デキストリン、ポリビニルアルコール (P. V. A.), メチルセルロース (M. C.), カルボキシメチルセルロースナトリウム (C. M. C. Na) など。

b) 有機溶媒性結合剤

エチルセルロース (E. C.), アセチルセルロース など。

c) 水・有機溶媒両溶性結合剤

ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン (P.V.P.), ヒドロキシプロピルセルロース (H. P. C.) など。

4.2 押し出し造粒法

Fig. 3 に押し出し造粒法による顆粒剤の製造工程を示

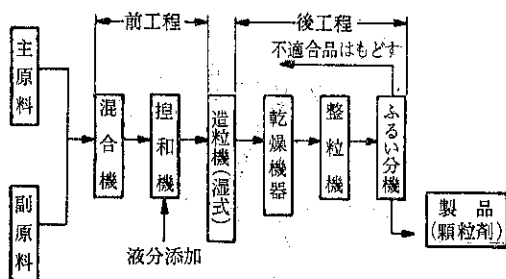


Fig. 3 粉粒剤の製造工程

したが、原料を適当な混合機でよく混ぜたのち捏和機にかけ適当な結合剤を加えて原料粉体と十分混合させてから造粒機に入れ、スクリーンから押し出して造粒する。

一般に押し出し造粒機は次の5形式に大別され、さらにその機構により分類される。

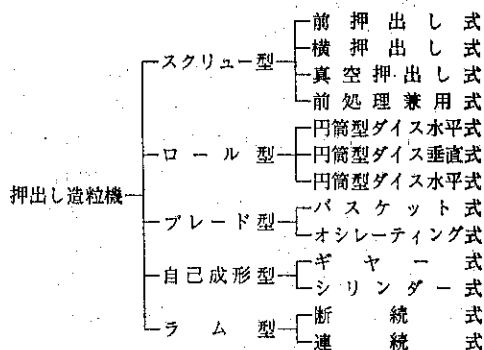


Table 1 押し出し造粒分類表

以下この中から製薬工業においてよく使われるものについて紹介する。

(A) 横押し出し式スクリーン造粒機

スクリーン形造粒機は材料を回転するスクリーン部に供給し材料を加圧、圧縮しながら前進させ、スクリーンの先端または横につけたダイスの孔より連続的に押し出し造粒させるものである。横押し出し式はこのスクリーンの先にエクストラクトスクリーンという押し出しロールを付けたもので、それにより側面のスクリーンより材料を押し出し成形するものである。

スクリーン部は1〜2本のスクリーンを使用し、エクストラクト部は三角山の羽根を3枚もっている。またこの内部は中空になっており温水あるいは冷水で熱管理ができるようになっている。造粒された粒子の形状は約0.3〜2.0mmの円柱および不定形で、硬度も軟かいもの

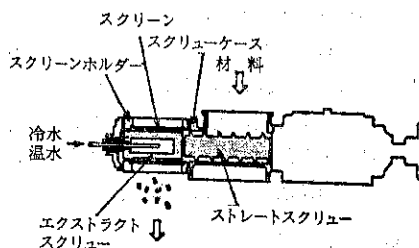


Fig. 4 横押し出し式造粒機構⁵⁾

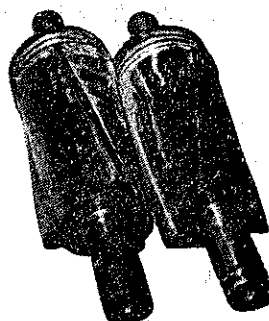


Fig. 4 エクストラクトスクリーン⁵⁾

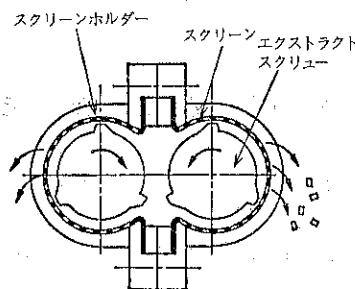


Fig. 6 スクリーン部における造粒状況⁵⁾

とやや硬いものと両方可能である。なお機械仕様および処理能力を Table 2.1⁵⁾, Table 2.2⁵⁾ に示す。

(B) バスケット式造粒機

材料を円筒形ダイスと内部で回転するブレード（羽根またはバー）の間に供給しその押し出し圧によりダイスの孔から押し出して造粒するブレード形押し出し造粒機の1つでその機構を Fig. 7 に示す。

Fig. 7 に示すように円筒形ダイスの内部に逆方向に回転する上下2枚の羽根がある。上部ホッパーより供給された材料はまずフィード羽根（フィーダ）により分散しながら押し下げられ、次に回転する押し出し羽根によりスクリーンの孔から外に押し出される。これにより作られる顆粒は円柱で大きさは0.5〜5mm程度である。

Table 2.1 押し出し式ペレッタダブル（二軸式）仕様

表 2.1 横押し出し式ペレッタダブル（二軸式）仕様

項目 型式	電動機 [kW]	スクリーン回転数 [rpm]	スクリーン呼び径 [mm]	寸 法 縦 × 横 × 高 [mm]	重 量 [kg]	処理能力 [kg/h]
EXD-60	1.5	30~60	60	500×1100×1300	450	20~ 80
EXD-100	3.7	30~60	100	650×1500×1300	800	100~ 400
EXD-130	5.5~7.5	20~50	130	700×1650×1500	1100	300~ 800
EXD-180	11~15	20~50	180	1600×3100×1100	1900	500~2000

Table 2.2 横押し出し式ペレッタ（一軸式）仕様

表 2.2 横押し出し式ペレッタ（一軸式）仕様

項目 型式	電動機 [kW]	スクリーン回転数 [rpm]	スクリーン呼び径 [mm]	寸 法 縦 × 横 × 高 [mm]	重 量 [kg]	処理能力 [kg/h]
EKK-1	0.75	20~60	60	500× 600×1200	200	10~ 50
EXB-7.5	5.5	20~60	100	650×1100×1500	650	50~200
EXC-20	15	20~50	200	1800×3000×1100	3500	200~800

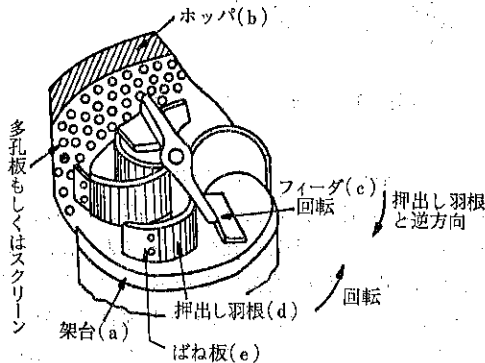


Fig. 7 バスケット式造粒機の構造図

(C) オシレーティング式造粒機

バスケット式と同様にプレート形押し出し造粒機である。造粒機は Fig. 8⁵⁾ に示すように水平に固定した半円

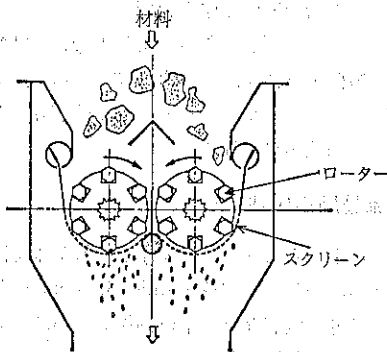


Fig. 8 オシレーティング式造粒機構

形のスクリーンと通常 6 本のバーを持つローターより成り、材料は回転するローターによりスクリーン上にこすりつけられて目合より下方に押し出される。1 本ローター式と 2 本ローター式があり取り付けられているバーも材料の物性により円柱状・六角状・平板状の 3 種の使い分けができる。造粒された粒子は 2~80 メッシュ位の広い粒度分布を持った円柱あるいは不定形顆粒で、打錠用の顆粒の造粒によく使われたが能率が悪いのと網の破損が多い欠点がある。

4.3 転動造粒法

この方法は大量かつ比較的廉価に顆粒を作りたい時に適する方法で湿らせた粉体に振動あるいは回転運動を与えて固体粒子を集合させ、ほぼ球状で適当な強度を持った凝集体を作る操作である。加湿は直接造粒機において乾燥粉末原料に液を散布する方法と、混合機を用いてあらかじめ湿潤粉体とする方法があり、造粒装置としては回転ドラム形、回転皿形、振動形がある。2~3 mm から 15~20 mm くらいの粒度分布の広い顆粒が得られ、その品質は原料粉末の粒径、表面張力、濡れ特性、結合剤等により左右させられる。通常数~20% 程度の水分を含み、空隙率は 20~40% くらいである。

(A) ドラム形造粒機

Fig. 9⁶⁾ にその構造を示すが、水平またはわずかに傾斜させたドラムを回転させ片方から原料を供給し、もう一方より顆粒が排出される。内部には加水装置とスクレーパー装置がついている。この他に円錐ドラム形、攪拌羽根付ドラム形などがある。

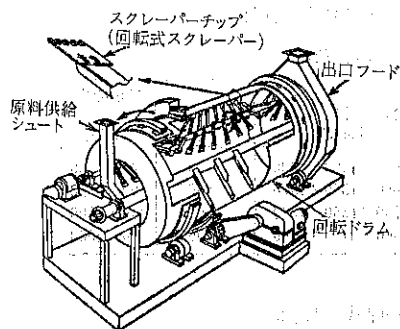


Fig. 9 ドラム型造粒機 (化成肥料) の構造図

(B) 皿形造粒機

Fig. 10⁵⁾ にその外観を示したが、たらい状の皿を傾斜して回転させ、皿内の適当な場所に供給した原料を加湿しながら造粒するもので、改良形として、段付皿形、カラー付皿形、二重皿形、円錐皿形がある。ドラム形に比べて自己分級機能を有するため粒度分布が狭く、転動作用がよいため球形度の高い顆粒が得られる。

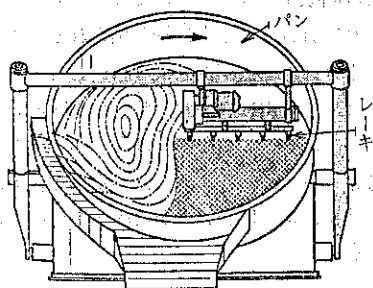


Fig. 10 皿形造粒機の構造図

(C) 振動形造粒機

(A)(B) に比べ造粒作業面積が広く、消費動力が少なく、均一性の良い顆粒が得られる等の利点がある。Fig. 11, 12, 13⁵⁾ にその一例を示すが、水平振動盤形、振動攪拌形、振動コンベヤー形がある。

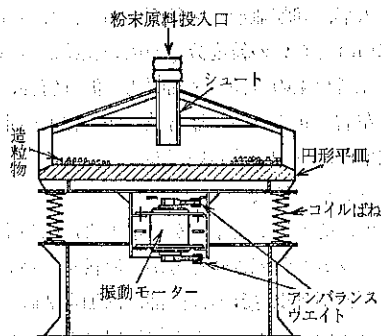


Fig. 11 水平振動盤型造粒機

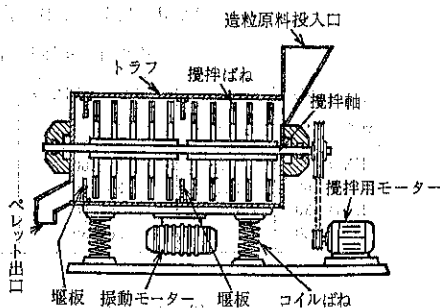


Fig. 12 振動攪拌型造粒機

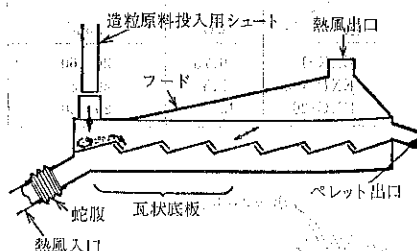


Fig. 13 振動コンベヤー型造粒機

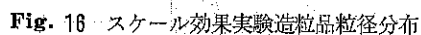
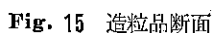
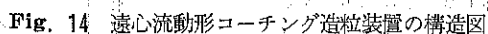
(D) 遠心流動形コーティング造粒装置

前述の3種の造粒機では装置内での循環流が不完全であり、スケールアップ条件の確立も困難であった。これに対し本機は固・液の混合分散性が極めてよいため混合分散速度が大きく、また粒子表面への展延性が極めてよい等の利点を有し、スケールアップにも有利な特長がある。

Fig. 14⁶⁾ にその構造を示すが、核粒子をローターの回転により遠心流動させこれにコーティング液またはバインダー液を定量スプレーしながら医薬品粉末を定量散布し造粒する。さらにこの機構により Fig. 15⁶⁾ に示したように数種の主薬の多層コーティングを行うこともできこの際コーティング層の物性や厚みを変えることにより徐放性製剤を作ること可能である。また構造および剪断の発生と伝達機構が単純なため、Fig. 16⁶⁾ に示したように能力比10:1のスケールでもシャープな粒度分布を持ったほぼ同等の顆粒が得られる。

4.4 流動層造粒法

流動層とは下から吹き上げる流体中に粉粒体を浮遊懸濁させながら、いわゆる“Dynamic Suspension”の状態を吸収、乾燥、吸着などの単位操作あるいは反応を実施する方法を流動化法 Fluidization と称し、その状態を流動層と呼んでいる。流動層は1941年米国で石油の接



— 83 —

床面積が小さいため工場内のスペースが少なくすみ、その上取り扱い操作が簡単である。

Fig. 17⁸⁾ は流動層造粒機の平面図でAの部分に粉末を充てんする。外部より空気Bを取り入れ、フィルターでろ過してから空気を加熱し、流動層の整流盤より層内に送り込む。流体の流れが少ない場合、粉末は何ら挙動を示さないが、ある流速に達すると流動化し始める。流動化し始める最低流速を流動化開始流速 Minimum fluidization velocity と呼んでいる。流動化が進むと粉末の性質によりパブリング、ボイリング、チャンネルリング、スラッキングなどの諸現象を呈する。層内における粉末の挙動におよぼす要因は、粉末の粒径、比重、形状、付着・凝集性、流体の粘度などによって決まってくる。層内で造粒のために噴霧する結合剤の液量は、流動化している粒子に作用する場合、Fig. 1 に示すようにキャピラリー域で行われる。造粒は流動化している粉末の大きさと、液滴の大きさに依存している。結合剤の噴霧量が増すと、造粒粒子の大きさも大きくなってくる。結合剤の液滴の径および液量を制御することにより、それに対応した粒度の造粒物が得られる。このようにして得た造粒物は、他の造粒物と比較すると比容積が大きくなる傾向にある。そのため包装形態が大きく、カプセルに充てんする場合号数が大きくなり、打錠のさい打錠機の臼への所定の充てん量の問題などを生ずることがある。

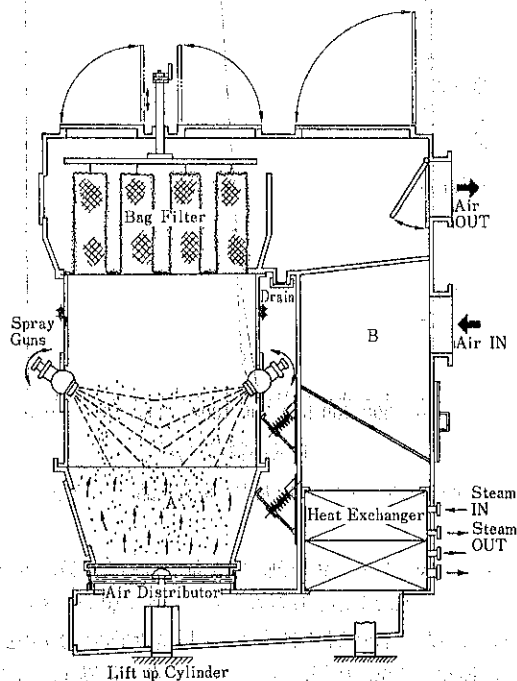


Fig. 17 流動層造粒機の構造図

そこで昨年、流動層造粒機で重量細粒剤が製剤化されるようになった。製造方法は従来の連続造粒法 (Fig. 18⁹⁾) に対して不連続造粒法 (Fig. 19⁹⁾) と呼んでいる。不連続造粒法は流動層造粒で、スプレー、シェーキングを繰り返す造粒方法に水分制御方式を取り入れ、湿度調節により造粒物の可塑変形の大きさをコントロールしながら造粒する。水分量を Fig. 1 に示すF-1, F-2 の手前まで断続的に与えながら造粒する方法である。水分量と見かけ密度の変化を Fig. 20¹⁰⁾ に示す。この方法によって得た細粒剤は粒度分布が狭く比容積の小さい重質細粒剤になる。

流動層造粒機F L-100型で2・3の試料について連続法、不連続法による造粒物の見かけ密度を表3⁹⁾ に示

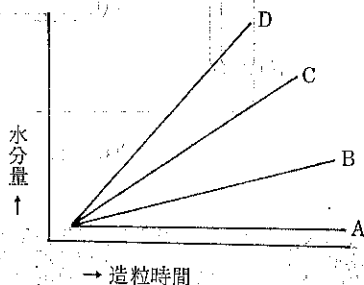


Fig. 18 連続法

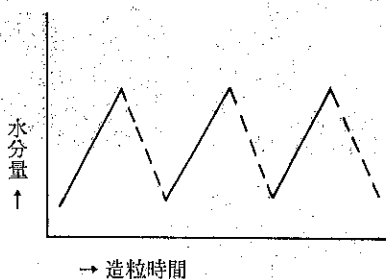


Fig. 19 不連続法

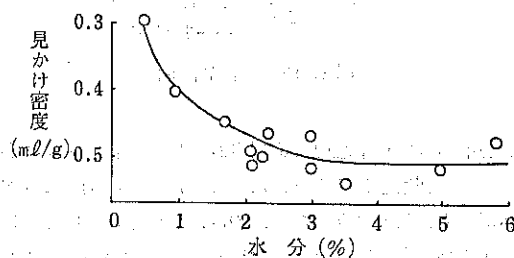


Fig. 20 水分と見かけ密度

Table 3 流動層の連続および不連続造粒法による物性

原料	マンニトール	白糖 (粉砕品)	マンニトール 1	乳糖 1	乳糖 7
仕込量	5 kg	5 kg	5 kg	5 kg	5 kg
結合剤、添加量	1% HPC-HAq. 4 kg	水 2 kg	2% HPC-LAq. 4 kg	5% HPC-LAq. 4.5 kg	
造粒方式	連続	不連続	連続	不連続	連続
見かけ密度 静物	0.408	0.489	0.455	0.578	0.441
見かけ密度 タップ	0.500	0.562	0.521	0.638	0.562
粒度分布 メッシュ %					
28	0.7	0.9	2.3	1.8	1.5
48	20.5	28.9	75.9	82.5	24.3
65	22.3	32.5	17.7	13.4	31.5
100	24.4	20.6	2.1	1.3	23.1
150	15.7	10.3	0.5	0.3	12.3
200	9.1	4.4	0.3	0.1	5.0
-200	7.3	2.4	1.2	0.6	2.3

す。流動層造粒機は同一層内で、混合、造粒、コーティングなど多目的に製剤できる利点をもち、その上GMPの面からもクロスコンタミネーションの防止、洗浄のしやすさなどの長所をもつ製剤機械といえよう。本機は医薬品のみならず食品工業、粉末冶金、触媒工業、洗剤工業などで品質向上を目的として採用されている。

4.5 破碎造粒法

湿式破碎造粒法は、従来押し出し造粒法で造粒できなかった 0.1~0.3mm の顆粒を作るために開発された方法で、押し出し造粒法と同様に調製された材料を破碎することにより粒を作る方法である。特に医薬品においては散剤の服用性改善、分包作業の能率向上等に有利である。Fig. 21 に医薬品における製造工程を示す。湿式破碎造粒機は、スクリーンによる分別法とスクリーンレス法に大別される。

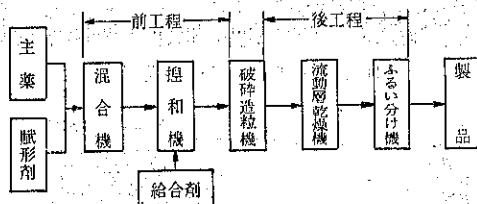


Fig. 21 医薬品微粒剤の製造工程

(A) スクリーンによる分別法

これは造粒機内で特殊なナイフカッターを回転させ、せん断・摩擦作用により細分し、下部あるいは外周に取り付けたスクリーンにより希望する粒度に分級する装置である。以前はスクリーンの開孔面積が小さいため（下部180度）、物性によっては目詰りをおこしやすかったが近年では、外周（360度）にスクリーンを取り付けるこ

とが可能になり湿式でも十分使用できるようになっている。この一例としてフラッシュミルの構造を Fig. 22⁵⁾ に、スクリーンおよびカッターを Fig. 23⁵⁾ に示す。ホッパーより供給された材料はナイフカッターで破碎され、この時のせん断衝撃作用と粒どおしの摩擦乱流作用によって造粒され、スクリーンにより分級されて排出される。この種の装置として他に、エミューティングミル、フィッツミル、トーネードミル、Rietz disintegrator などがある。

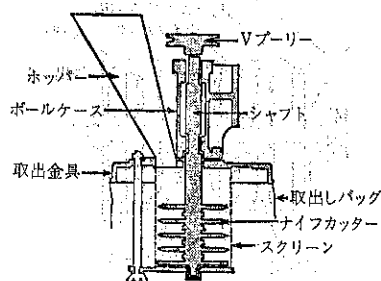


Fig. 22 フラッシュミルの原理図

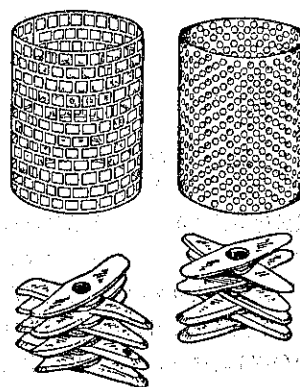


Fig. 23 フラッシュミルのスクリーンおよびカッター

(B) スクリーンレス法

スクリーンによる分別法では微粉が多く収率が悪いという欠点があったが、この方法では発生する微粉を遠心力および渦巻流により、破碎室壁面上で転動させ二次凝集等により再造粒させるため、粒度分布の狭い製品が得られる。一例としてミニマイザーの原理を Fig. 24⁵⁾ に示した。この方法によると比較的ソフトで溶解性が良い 0.1~1.0mm 程度の丸味をもった不定形の微細粒が効率よく得られる。

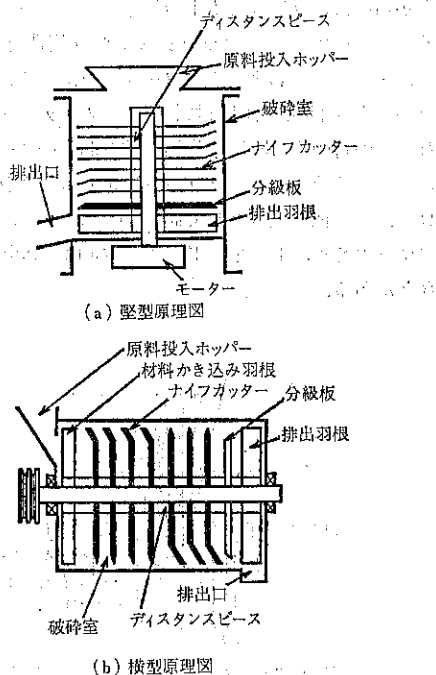
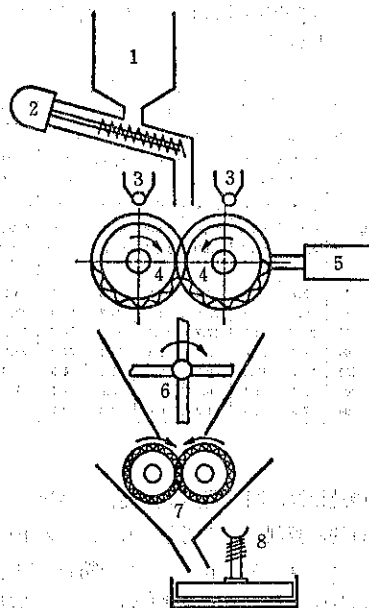


Fig. 24 ミニマイザーの原理図



1. ホッパー
2. フィーダー
3. 滑沢剤スプレー装置
4. 波形圧縮ロール
5. 圧縮用油圧シリンダー
6. 破碎機ニードル
7. 破碎機(カッター)
8. 整粒機

Fig. 25 乾式造粒機(フロイント産業KK)の構造

5. 乾式造粒法

これには粉末を型の中あるいは2つのロール間で圧縮して成形する圧縮造粒と、さらにこれを適当な大きさに破碎する乾式破碎造粒法がある。前者には打錠機、ブリケットティングマシン、コンパクトングマシンが含まれる。薬物の中には水により分解するものがかかり知られているが、こうした薬物に対し乾式造粒法は、湿粒法と比較して、湿潤剤を必要としないため、主薬の分解の心配が少なく、湿潤、捏和、乾燥の中間工程が省けるため時間短縮、生産効率に有利である。また密度の高い顆粒が得られる等の利点がある。Fig. 25⁶⁾ にその一例としてローラーコンパクターの構造を示したが、その機構は脱気、圧縮、破碎、整粒よりなる。ホッパーから供給された原料は、スクリー脱気を受けてから圧縮ローラーによりフレークになる。このフレークは次の破碎機により粗破され、さらに整粒機を経て製品化される。本機においては Fig. 26⁸⁾ に示すように特殊ローラーの開発により、従来のフラットロールより圧分布が均一でかつ未圧縮体の少ない成形が行なわれることから今後この造粒法が見直されると思われる。代表的な機種と能力を Table 4⁸⁾ に示す。

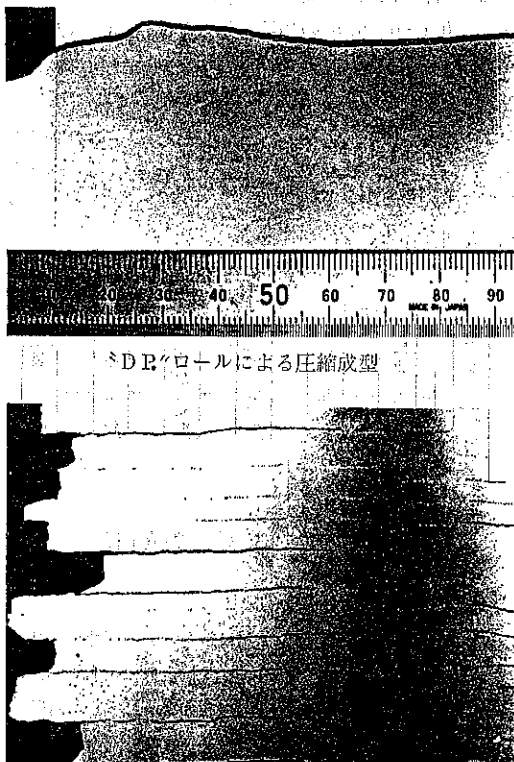


Fig. 26 ロールの相違による圧縮成型性の比較

Table 4 乾式造粒機の仕様

仕 様	MODEL	MINI	TF-156	TF-208	TF-3012	TF-4015	TF-5040
特殊圧縮ロール $\phi \times W(\text{mm})$		100×35	150×60	200×80	300×120	400×150	500×400
ロール回転数 rpm		0.3~8	2~20	2~20	2~20	1.5~15	2.5~10
成型圧力 ton(max)		8	15	20	30	40	100
ロール用電動機 KW		0.4	2.2	3.7	7.5	11	37
スクリー用電動機 KW		0.4	0.75	0.75	2.2	3.7	5.5
製粒機用電動機 KW		—	0.4	1.5	2.2	3.7	3.7
処 理 能 力 kg/h		~5	~40	~70	~200	~400	~10,000
振 付 面 積 W×D×H(m/m)		580×675×715	900×1000×1600	800×1150×1700	1000×1400×2150	1200×1650×2400	3000×2000×3500
概 算 重 量 kg		170	900	1,800	2,800	3,500	10,000

6. 噴霧造粒法

噴霧造粒法は溶液、ペースト、懸濁液、熔融液等の液状材料を向流あるいは並流気流中に噴霧し、この液滴を熱風により乾燥し、球状粒子を得る方法である。この方法により得られる製品の粒度は噴霧機の構造や原液の物性、操作条件により決まるが、通常噴霧機としては加圧ノズル、回転円盤、二流体ノズルが用いられる。Fig. 27, 28³⁾にはその微粒化の機構と模様を示すが、この造粒機では通常粒径10~200 μ 程度の粒子が得られる。また原液の濃度、温度が乾燥粒のかさ密度に大きな影響を与える。Fig. 29³⁾に噴霧乾燥装置の一例、Fig. 30にはGMPに対処した例を示す。

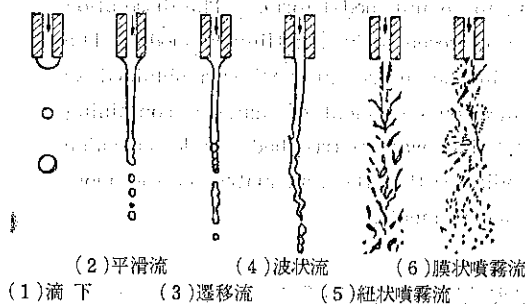


Fig. 27 流速による微粒化機構の変遷

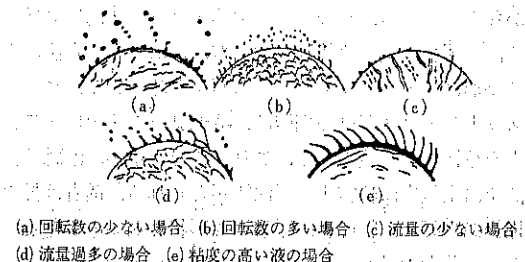


Fig. 28 回転円盤による微粒化模様

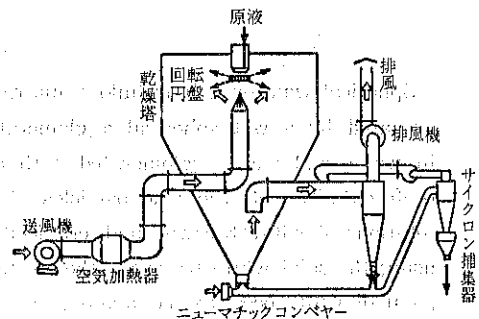


Fig. 29 垂直下降混合型噴霧乾燥装置 (Nito 型)

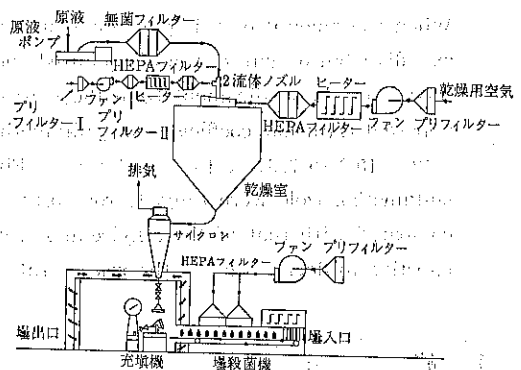


Fig. 30

文 献

- 1) D. M. Newitt, Trans. Inst. Chem. Eng, **36**, 422 (1958).
- 2) H. Rumpf, Chemie: Ing. Techn., **30**, 144(1958).
- 3) Perry, Chemical Engineers Handbook, (1950).
- 4) 日本機械学会編: “造粒と造粒装置”, p.136(1987).
- 5) 日本粉体工業協会編: “造粒便覧”, (オーム社)1975.

(以下141ページにつづく)

湿式球形造粒法によるワックスマトリックス製剤の調製

Preparation of Wax Matrices of Medicament by a Wet Spherical Agglomeration Technique

竹中 英雄, 川島 嘉明, 森 晴美

Hideo Takenaka, Yoshiaki Kawashima and Harumi Mori

Summary

Spherical wax or ethylcellulose matrices of sulfanil amide and sulfamethoxazole were prepared by a wet spherical agglomeration technique. The medicaments were dispersed in water and were agglomerated with a small amount of second bridging liquid which preferentially wets the solid particles. In the present study, as the bridging liquid, benzene solutions of white beeswax and ethylcellulose or solid white beeswax were used. When using the solid white beeswax, the system should be heated at least up to the melting point of white beeswax, i.e. about 70°C. The sizes of matrices were varied inversely as increasing the amount of bridging liquid used and the agitation speed employed in the system. Hydrophobization of the medicaments prior to the agglomeration was significantly effective to increase the sizes of matrices, whose size distribution became a bi-modal form. When the amount of bridging liquid increasing, the mode at the lower size of the differential size distribution curve was disappeared converting to an uni-modal form. The dissolution process of the medicament from the matrices were represented by the Higuchi model. The apparent diffusion coefficient of sulfamethoxazole in the matrix at 37°C was obtained as 2.12×10^{-6} to 7.64×10^{-8} (cm²/sec). Film permeation coefficient of matrices containing sulfamethoxazole were ranged from 0.011 to 0.31. The wax matrix had the lower value compared with that of the ethylcellulose, which indicates that the wax matrix is the more effective to delay the release rate of the medicaments.

1. 緒 言

湿式球形造粒法¹⁾は、液体サスペンション中の粒子を直接液中でペレット化させる、いわゆる湿式造粒法²⁾の主要方法の一つとして知られている。本造粒法により生成したペレットは球形で高密度となるのが特長で、固液分離が容易であり、乾燥ペレットは自由流動性を示すので、廃水処理³⁾、石炭⁴⁾や粉末冶金分野における新しい

造粒法⁵⁾として注目を集めている。

さて、製剤分野においては、製剤からの主薬の溶出速度を調節して、製剤の利用率を高めるための種々の工夫がなされている。その中で、主薬をワックス内に分散させ、主薬の溶出を徐放性にする方法がある⁶⁾。本法による剤形はワックスマトリックス製剤と呼ばれる。ワックスマトリックス製剤の調製は、熔融ワックス中に薬剤粉末を分散させた後冷却し、これを粉碎するか、熔融分散液を冷空气中に噴霧する方法⁷⁾がとられる。前者は粉碎操作が必要で、粉碎物が不規則な形状となるのが難点である。後者の方法では粒子は球状で自由流動性となるが、噴霧装置が必要である。そこで本研究では、湿式球

岐阜薬科大学
Gifu College of Pharmacy, Mitahora Gifu 502
〒502 岐阜市三田洞東5-6-1
TEL (0582) 37-3931

形造粒法を応用して、サルファ剤をモデル薬剤として球状のワックスマトリックスを簡便に製造する方法の探索と、ワックスマトリックスからの主薬の溶出速度の評価を行った。また、溶出速度とマトリックスの製造条件との関係をも明らかにした。

2. 実験方法

2.1 材 料

被造粒粉体には、スルファメトキサゾール（塩野義）、スルファニルアミド（半井化学）を使用した。スルファメトキサゾールは、幾何平均径 $380\mu\text{m}$ の物と、これをジェットミルにより粉碎した物（ $<6\mu\text{m}$ ）とを使用した。スルファニルアミドの粒子径は、 $-32+48\text{mesh}$ （ $297\mu\text{m}$ ）である。マトリックス剤として使用したワックスは m.p. $60\sim 67^\circ\text{C}$ のサラシミツロウ（三木化学工業）である。また、エチルセルロース（キシダ化学）も使用した。

2.2 被造粒粉体の疎水化

被造粒粉体の表面を疎水化すれば、液体架橋剤との親和性が増す為、造粒効率が增大し粒子表面が被覆され易くなる事が期待される。そこで、造粒実験には、原料そのままの物と、表面処理をして疎水化した物とを使用した。スルファメトキサゾールの表面処理は、粉体 100g をパルミチン酸のアルコール溶液（3.1w%）200 ml に分散させた後、48時間放置した。表面にパルミチン酸が吸着したスルファメトキサゾールは、 40°C で24時間乾燥させた後造粒実験に供した。スルファニルアミドの表面処理は、粉体 100g を直径約 30cm のオニオン型コーティングパンにとり、パルミチン酸のアルコール溶液（6.0w%）を時々噴霧しながら、コーティングパンを回転角 45° 、回転速度 50rpm で回転させて行った。全量 100ml のコーティング溶液を約90分で噴霧した。 40°C の温度で乾燥しアルコールを蒸発させた後、被造粒粉体とした。

2.3 マトリックス造粒物の調製法

湿式球形造粒法の概要は、被造粒粉体を非溶解性の液体中に分散させた後、この液体とは非混和性で、分散粒子と親和性を有する第2の少量の液体（架橋剤）を添加して、粒子間に液体架橋を形成させて粒子を球形に造粒する方法である。本造粒法によるマトリックス製造方法には、熔融法と溶液法がある。熔融法では、蒸留水に非溶解性の薬剤粉末を攪拌機で分散させながら昇温し、約 90°C に達せしめた後、適量のサラシミツロウを加えて

造粒する。溶液法では、室温で蒸留水中に、非溶解性の薬剤粉末を分散させ、結合剤又はワックスのベンゼン溶液の適量を加えて、攪拌しながら粒子を造粒する。以上の如く、本造粒法では有機粉体表面の疎水性を利用して、水中に於て、液体架橋剤として使用したワックス溶液又はベンゼン溶液によって粒子間に液体架橋を形成させている。具体的には、スルファメトキサゾール 10g を蒸留水 300ml と共に造粒器（直径 8cm 高さ 18.5cm の円筒型ガラス容器）に導入する。底から 1cm に設置した4枚羽根攪拌翼（直径 5cm）で種々の攪拌速度（241, 382, 620, 1100rpm）で攪拌しつつ、容器全体をマントルヒーターで加熱し 90°C に達せしめる。細切したサラシミツロウを、粉碎スルファメトキサゾールの場合には 1.5g、非粉碎品では 1.25g を添加して10分間攪拌しながら放置する。その後マントルヒーターを除去し攪拌を続けながら（約2時間）室温に至るまで放冷する。溶液法の場合には、粉碎スルファメトキサゾール 5g に対し、種々の体積（0.5, 1.3, 3.0ml）のエチルセルロースのベンゼン溶液（7.0w%）を添加して造粒した。約2～3時間放置して予めベンゼンを揮発させた後マトリックス化した造粒物を 40°C で24時間乾燥した。スルファニルアミドの水に対する溶解度がスルファメトキサゾールに比し高く、高温ではできないので溶液法でのみ行った。スルファニルアミド 10g をサラシミツロウのベンゼン溶液（9.3w%）、4ml 又は 8ml で造粒した。攪拌機の回転速度は 620rpm とした。マトリックス造粒物の乾燥法は上記と同じである。乾燥マトリックス造粒物は、粒度測定とマトリックスからの主薬の溶出試験に供した。

粒度分布の測定は、日本薬局方標準網ふるい（直径 7.5cm）を用いて手動で行った。マトリックス造粒物からの主薬の溶出試験は、ビーカー法又は U. S. P. 法（米国薬局方、溶出試験法）で行った。Fig. 1 に両法の溶出試験器の概要を示す。溶出液として蒸留水 900ml を溶出試験器にとり、これに平均粒子径 $750\mu\text{m}$ （ $-16+32\text{mesh}$ ）の試料約 90mg を添加し、攪拌速度 150 rpm で粉子を分散させた。溶出温度は 37°C である。適当な時間間隔で溶出液（2ml）をサンプリングし、 $0.2\mu\text{m}$ のミリポアフィルターを通した後、二波長分光光度計（日立556）で吸収波長 257 及び 250nm における吸光度を測定し溶出したサルファ剤量を測定した。

3. 結果と考察

3.1 マトリックス造粒物の粒度

マトリックス造粒物の平均粒子径（メディアン径）は、

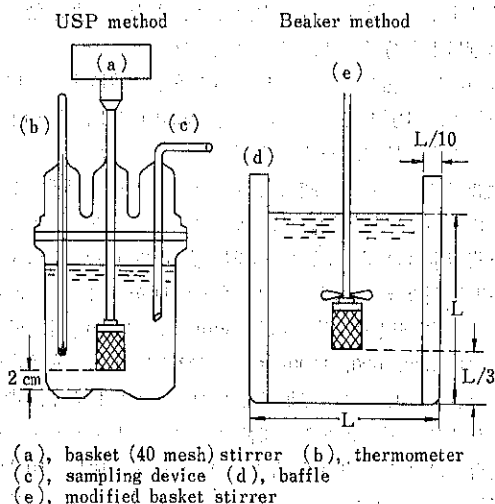


Fig. 1 Apparatus for dissolution test

溶液法並びに溶融法共に、 $100\mu\text{m}\sim 2.4\text{mm}$ の範囲内で造粒時の攪拌速度、液体架橋剤の添加量によって著しく変化した。また、原料粒子の表面処理の影響も強く現われた。Fig. 2 に、溶融法で、粉碎スルファメトキサゾールを造粒した場合の、攪拌速度がマトリックス造粒物の平均粒子径に及ぼす影響を示す。原料粒子に表面処理が施されていない場合には、攪拌速度の増大と共に平均粒子径は $380\mu\text{m}$ から $150\mu\text{m}$ まで単調減少した。一方表面処理粉体の造粒では、未処理の場合に比べマトリックス造粒物の粒子径が大きく、かつ攪拌速度に対する依存性が強く現われた。非粉碎スルファメトキサゾールの場合には、攪拌速度がマトリックス造粒物の平均粒子径に

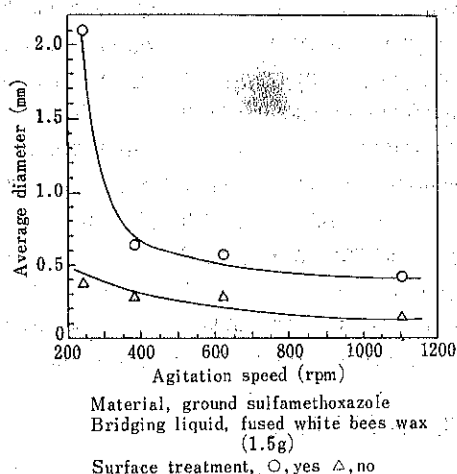


Fig. 2 Effect of agitation speed on matrix size

及ぼす影響はほぼ同様な結果をもたらしたが、表面処理の効果はほとんど見られなかった。この結果は、粉碎スルファメトキサゾールの粒子径 ($<6\mu\text{m}$) が、非粉碎物 ($380\mu\text{m}$) に比べはるかに小さく、その為表面処理が効果的に行われ、表面が疎水化し粒子間に液体架橋が形成され易くなった事によると思われる。溶液法で粉碎スルファメトキサゾールを造粒した場合の、液体架橋剤量がマトリックス造粒物のメディアン径に及ぼす影響を Fig. 3 に示す。非表面処理粉体の場合には、造粒粒の平均粒子径は、液体架橋剤の添加量の増大と共に単調な増加を示した。それに対して表面処理粉体のマトリックス造粒物の粒子径は、液体架橋剤の添加量の影響を強く受け、指数関数的に増大した。この表面処理粉体の造粒挙動は、前述の如くその高い表面疎水性に起因する。スルファニルアミドの溶液法による造粒においても同様な表面処理効果が現われた。Fig. 4 に、粉碎スルファメトキサゾールの溶融法により調製されたマトリックス造粒物の粒度分布を示す。非表面処理粉体のマトリックス造粒物のデータは、対数確率目盛り紙上でほぼ直線となり、対数正規分布を示した。攪拌速度が増大するにつれ、幾何標準偏差が小さくなり粒子サイズがそろった傾向にある事も示された。一方、表面処理粉体のマトリックス造粒物の頻度粒度分布曲線は2つの極大値を有する、bi-modal 分布を示すのが特徴である。特に攪拌速度が遅い程その傾向が強く表われた。溶液法によるマトリックス造粒物も同様な傾向を示した。表面処理粉体の場合に見られた

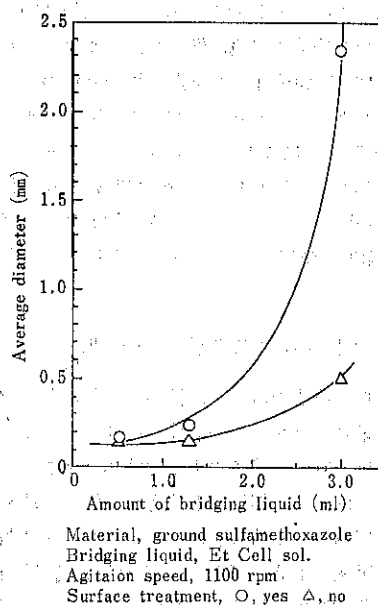


Fig. 3 Effect of bridging liquid on matrix size

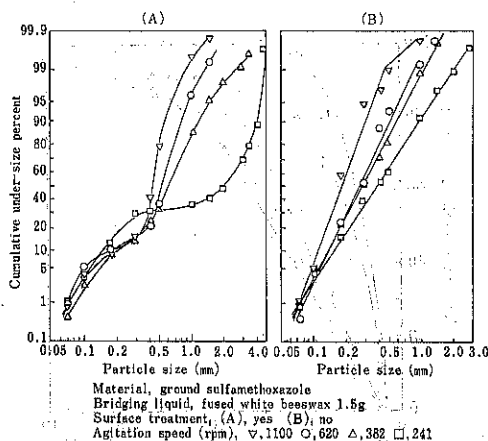


Fig. 4 Effect of agitation speed on size distribution of matrix

bi-modal 分布は、液体架橋量を増大させると、粒子径が小さな所で現われた極大点消失し、uni-modal 分布に移行した。非粉碎スルファメトキサゾールやスルファニルアミドの造粒においても、表面処理粉体のマトリックス造粒物は同様な傾向が見られた。しかし、非処理粉体との相違は、粉碎物の場合程顕著ではなかった。

3.2 マトリックス造粒物からの主薬の溶出挙動

造粒物がマトリックス化されているかどうかを判定する為に、造粒物からの主薬の溶出過程を調べた。主薬の溶出速度に及ぼす表面積の効果を、いづれの造粒物に対しても同一にする為に、造粒物を篩い分けして、 $-16+32$ mesh (平均径 $750\mu\text{m}$) の物について溶出試験を行った。スルファメトキサゾールの溶出過程をビーカー法によって調べた結果を Fig. 5 に示す。溶融法、溶液法によるいづれの造粒物からの主薬の溶出速度は、同じ粒度の原料粉体のそれよりも遅く、徐放性を示した。造粒物の内、溶液法で調製した造粒物からの溶出過程が最も速く、非表面処理粉体から製した造粒物の初期の溶出過程は、原料粉体のそれとほぼ同じであった。この結果は十分にマトリックス化されず表面に露出している微粒子が速かに溶出した事に因ると思われる。溶出時間が経過すると共に造粒物の溶出過程が、原料粉体の場合よりも遅くなる事がそれを支持している。表面処理粉体から製した造粒物の溶出過程はさらに遅くなり、薬剤のマトリックス化がさらに向上している事を示している。溶融法で製した造粒物が最も強い徐放性効果を示した。溶出時間 5 時間で、溶出率は 30% 以下で、主薬の大部分が残存している。この結果は、溶融法がスルファメトキサゾールのワックス

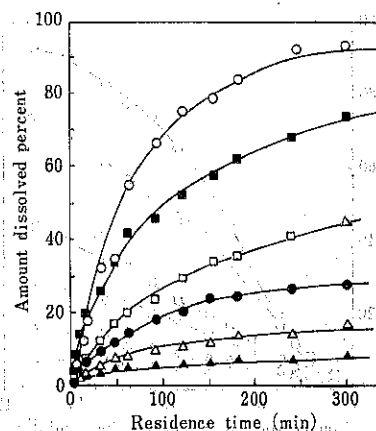


Fig. 5 Dissolution profile of sulfamethoxazole matrix

マトリックス化法として十分に評価される事を示している。粉碎スルファメトキサゾールのマトリックス造粒物の溶出過程は、非粉碎物から製した物に比し、サラシミツロウの使用量が多いにもかかわらず速かであった。この結果は主薬の表面積の相違に基づくものと思われる。

Higuchi⁷⁾ は、マトリックスからの主薬の溶出過程を (1) 式及び (2) 式で表わした。

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{1}{2} (D(2A - C_s) C_s / t)^{\frac{1}{2}} \quad \dots\dots (1)$$

$$Q = (D(2A - C_s) C_s t)^{\frac{1}{2}} \quad \dots\dots (2)$$

ここで、 Q , t 時間に単位マトリックス表面から溶出した主薬の量 (g/cm^2) A , 単位マトリックス体積中の主薬の含有量 (g/cm^3) C_s , 主薬の溶解度 (g/cm^3) D は拡散係数 (cm^2/sec) である。ここで $C_s \ll A$ が成立する時、(2) 式を変形すると、(3) 式を得る。

$$C_r = 100 \cdot S_v (2DC_s t / A)^{\frac{1}{2}} \quad \dots\dots (3)$$

ここで、 C_r , 溶出率 (%), S_v は比表面積 (cm^2/cm^3) である。スルファメトキサゾールのマトリックスからの溶出データを (3) 式に基づいて整理した結果を Fig. 6 に示す。原料粉体並びに、溶液法により、非表面処理粉体から製した造粒物の溶出データは、ゆるやかな S 字曲線を描いた。一方他の造粒物のデータは溶出初期から長時間 (<120 分) にわたり直線性を示し、式 (3) が適用できる事を示した。この結果は、Fig. 5 にも示された如く、造粒物がワックスマトリックス化され、溶出過程が徐放化した事を示している。溶液法によるスルファニルアミ

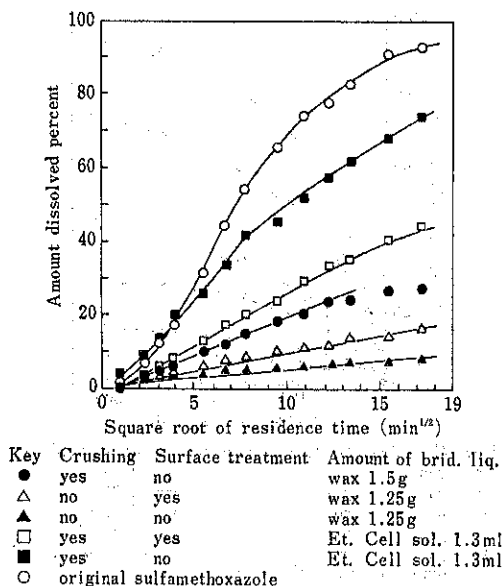


Fig. 6 Amount dissolved percent as a function of square root of residence time

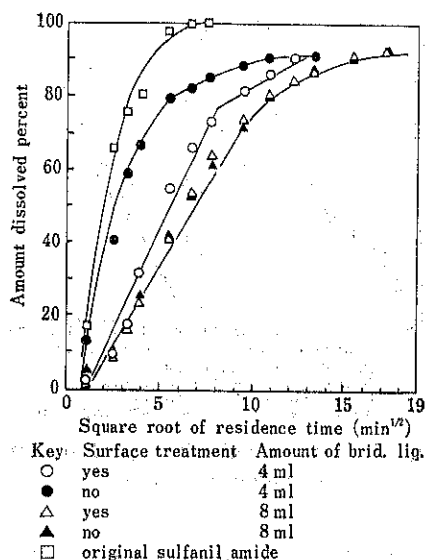


Fig. 7 Amount dissolved percent as a function of square root of residence time

ドの造粒物の溶出過程を同様に(3)式で整理したその結果を Fig. 7 に示す。液体架橋剤(サラシミツロウのベンゼン溶液)の添加量が 8 ml 並びに 4 ml の場合で粉体の表面を疎水化した物は、溶出時間が約 1 時間半まではデータが直線となり、造粒物のマトリックス化が示された。溶融法 (Fig. 6) に比べ、溶出速度は速かった。この事は、スルファメトキサゾールに比べスルファニルアミドの溶解性が高い事と、サラシミツロウの使用量が少ない事因る。スルファメトキサゾールの溶融法におけるワックスの使用量は 1.25~1.5g/10g であるが、スルファニルアミドの造粒におけるそれは、0.36~0.72g/10g に相当する。当然の事ながら、溶出速度の直接的な調節法はマトリックス剤の添加量の調節と溶出溶媒に対する溶解性の異ったマトリックス剤の選択である。

Fig. 6 及び 7 のデータの直線の勾配 ($\tan \alpha$) からマトリックス内の主薬の見かけ上の拡散係数 (D) を算出することができる。

$$\tan \alpha = 100 \cdot S_v (2DC_s/A)^{1/2} \quad \text{.....(4)}$$

また、溶媒中の真の主薬の拡散係数 (D^*) を知れば知れば膜透過係数 (f) が求まる。

$$D = D^* f \quad \text{.....(5)}$$

37°C におけるスルファメトキサゾールの水中の拡散係数 (D^*) は、野上⁹⁾が 20°C において求めた値 ($5.21 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{sec}$) を用いて (6) 式⁹⁾により推算し、 $6.87 \times$

$10^{-6} (\text{cm}^2/\text{sec})$ とした。

$$D^*_t = \frac{D^*_{20}}{1.6} (1 + 0.03t) \quad \text{.....(6)}$$

ここで t は温度である。Fig. 6 より求めたスルファメトキサゾールのマトリックス内の見かけの拡散係数は $2.12 \times 10^{-6} \sim 7.64 \times 10^{-8} (\text{cm}^2/\text{sec})$ のオーダーであった。この値と液中の拡散係数 (D^*) を (5) 式に代入し、スルファメトキサゾールマトリックスの透過係数 (f) を求めた。 f は 0.011~0.31 の範囲にあり、エチルセルロースよりもサラシミツロウを使用した場合の方が低くなり、溶出が抑制されることがわかった。

4. 総 括

湿式球形造粒法を応用して、溶融法並びに溶液法により、液中で薬剤粉末を簡単に球状のワックスマトリックスとする事ができた。マトリックスの粒子径や溶出挙動は以下に示す造粒条件によって容易に変化させることができた。

1) マトリックスの粒子径は、造粒時の搅拌速度が速く、液体架橋剤 (マトリックス剤) の添加量が少ない程減少する。原料粉体を予め疎水化させておくと、マトリックスの粒子径は増大する。

2) マトリックスの粒度分布幅は、搅拌速度が速い程狭くなり粒度がそろふ。疎水化粉体から製したマトリックスの粒度分布は bi-modal な分布となるが、液体架橋

剤の添加量を増せば、粒子径が小さい方の極大点は消失し、uni-modal 分布となる。

3) マトリックスからの主薬の溶出過程は Higuchi モデルで表わされた。

4) スルファメトキサゾールのマトリックス内の見かけの拡散係数は $2.12 \times 10^{-6} \sim 7.64 \times 10^{-8} (\text{cm}^2/\text{sec})$ であり、膜透過係数は 0.011~0.31 であった。エチルセルロースよりサラシミツロウの場合の方が膜透過係数は小さく、徐放効果が優る事がわかった。

引用文献

- 1) 川島嘉明, 粉体工学会誌, 16, 319 (1979)
- 2) F. J. Zuiderweg and N. van Lookeren Campagne, The Chem. Engr., July/August, p. 223 (1968)
- 3) C. E. Capes, A. E. McIlhinney and A. F. Sirianni, The 2nd International Symposium on Agglomeration, Atlanta, Ga., U.S.A. (1977)
- 4) A. F. Sirianni, C. E. Capes and I. E. Puddington, Can. J. Chem. Eng., 47, 166 (1969)
- 5) L. Lachman, H. A. Lieberman and J. L. Kanig, The Theory and Practice of Industrial Pharmacy, Lea and Febiger (Philadelphia), 1970 pp. 408.
- 6) I. S. Hamid and C. H. Becker, J. Pharm. Sci. 59, 511 (1970)
- 7) T. Higuchi, Ibid., 52, 1145 (1963)
- 8) H. Nogami, T. Nagai and A. Suzuki, Chem.

Pharm. Bull., 14, 329 (1966)

- 9) 佐藤一雄“物理定数推算法”丸善(東京), 1957, pp. 306

英文要旨

湿式球形造粒法によりスルファニルアミド並びにスルファメトキサゾールの球形エチルセルロース又はワックスマトリックスを製した。薬剤を水中に分散させ、粒子を濡らし易い、第二の少量の液体架橋剤で造粒した。本研究では、液体架橋剤として、サラシミツロウ及びエチルセルロースのベンゼン溶液又は固形サラシミツロウを使用した。固形サラシミツロウを使用する時は、系を少くともサラシミツロウの融点まで、即ち約 70°C にまでは系を加熱する必要がある。マトリックスのサイズは、系の攪拌速度と液体架橋剤の使用量と逆比例の関係にあった。造粒前に薬剤を疎水化しておくともマトリックスの粒子径は有意に増大し、粒度分布が、bi-modal な形となった。液体架橋剤量を増大すると、微分(頻度)粒度分布曲線の粒度が低い所のモードは消失し、uni-modal 形となった。マトリックスからの薬剤の溶出過程は Higuchi モデルで説明できた。マトリックス中の 37°C におけるスルファメトキサゾールの見かけの拡散係数は $2.12 \times 10^{-6} \sim 7.64 \times 10^{-8} (\text{cm}^2/\text{sec})$ であった。スルファメトキサゾール含有マトリックスの膜透過係数は 0.011~0.31 となった。この値はワックスマトリックスの方がエチルセルロースマトリックスと比較して低くなった。この事はワックスマトリックスの方が薬剤の徐放化に対してより有効である事を示している。

薬学における圧縮関連研究

A review on the study of compression of powders in the pharmaceutical field.

金庭 延慶* 今川 敏二*

Nobuyoshi Kanemiwa Kanji Imagawa

はじめに

薬学における圧縮に関する研究は錠剤の製造技術研究として始まり、金属、セラミック、土木などの分野における圧縮研究の成果を取り入れて進められた。

医薬品は、他の分野に比べて有機化合物を取り扱う場合が多く、従って物性も広範囲に変化することになる。また圧縮現象は機器依存性が高く、従って薬学での圧縮研究は応用工学として、統一した理論の発展よりも個々の医薬品の圧縮研究という色彩が強い。

薬品での圧縮関連研究の内容を分類すれば次の様になる。

- 1 圧縮装置
- 2 圧縮関係式（圧縮式、圧力伝達式、応力分布式）
- 3 圧縮現象のメカニズム
- 4 圧縮現象のレオロジー
- 5 圧縮におけるエネルギー
- 6 圧縮成形の本質
- 7 圧縮成形体の硬度と構造均一性
- 8 圧縮による物性の変化

研究はそれぞれの医薬品について上記の内容のほとんどを含んだものが多い。

まず錠剤が他の分野の圧縮成形体と異なる特徴を記すことから始めよう。

1 錠剤の特徴

錠剤は医薬品を圧縮成形して造られるため他の分野の圧縮成形体と異なる点が、原料粉末においても成形体においても存在する。

*昭和大学薬学部

（〒142 東京都品川区旗の台1-5-8）

Tel. (03) 784-1151

原料粉末の特徴としては第一に、有機化合物が大部分を占めており、無機化合物と比べて融点も低く硬度も軟らかく従って圧縮特性も異なる点である。

第二には各種の添加剤を混合した混合粉体系である点である。添加剤としては主薬の安定を計るため、分解反応を抑制する安定剤、錠剤が消化管中で完全に崩壊し効力を発揮させるための崩壊剤、一定形状に増量するための賦形剤、成形性を良くするための滑沢剤などが添加される。これらの添加剤の種類、配合割合を調節して成形性を高める。

従来はこれら混合粉体に適当な結合剤を加えて適当な粒度の顆粒とし、それを圧縮する顆粒圧縮成形法が、その顆粒を構成する個々の物質の粉体物性に影響を受けず、偏析も生じない打錠法として行なわれてきたが、大量生産と共にコストのかかる造粒プロセスを除いた直接粉末圧縮法が、適当な添加剤の開発、充填方法の改良、圧縮技術の向上により広く行なわれる様になった。

山口らによれば、均一充填は安息角 42° 以下、比容積 3.0ml/g 以下、空隙率37%以下の粉体を用いると良好である¹⁾。

成形体としての条件は成形性と薬物の効力の安定性の二つに分けられる。

成形の面では服用するため直径はせいぜい10mmであり、一般に剤皮を施すとき均一被覆ができるような角のない丸い形とする。硬度は10kg内外の値で、内部構造は均一で層状に割れないことが要求される。それぞれ硬度計、摩損度計で評価される。

薬物の安定の点では、薬物の含量の変動は薬局方の通則で範囲が規定され、錠剤の重量は薬局方の重量偏差試験法で規定されている。また錠剤の消化液中での崩壊性と崩壊して薬物が溶出することも留意され、それぞれ崩壊試験、溶出試験で評価される。崩壊試験は薬局方に規

2000

1

1000

1000

定機、機々



Figure 1



安価でも



سید بن طاہر

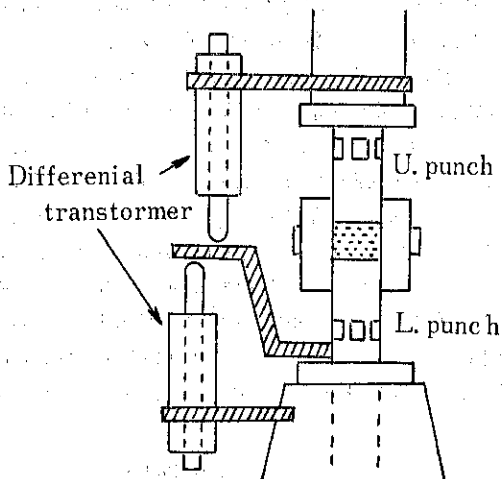


Fig. 4-1 Apparatus to measure Upper Punch and Lower Punch Displacement.

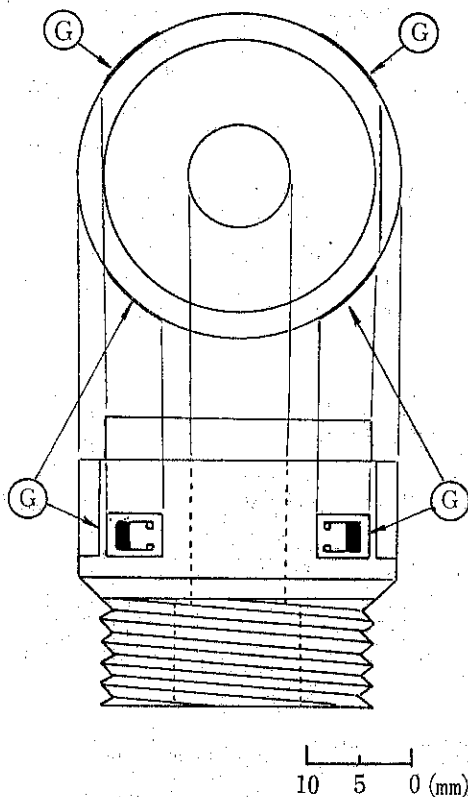


Fig. 4-2 Die Designed for Measurement of Die Wall Pressure © Strain Cage KFC-2-C1-11 (Kyowa Electronic Instruments Co. Ltd.) (ASAHIINA)

Ridgway らは偏光とガラス製のウスを用い撮影機により応力を測定した⁶⁾。Travers らは熱電対を圧縮する試料中に入れておき温度変化を測定した⁷⁾。

そのほか P. York らは種々の温度下で、セン断試験、圧縮、圧縮成形体の強度を測定した⁸⁾。

成形体の評価は、薬学では硬度と摩損度が測定される。硬度は直径方向加圧により成形体の破壊に要する kg 数として求められ、摩損度は容器中に成形体を入れ回転し容器中での衝突による損傷を調べる。錠剤の衝撃に対する強度測定も考案されている⁹⁾。また錠剤内部の均一性を各部分に穿孔し、その穿孔速度によって強度分布を調べる方法も考案された¹⁰⁾。

3 圧 縮 式

粉体を圧縮するとき圧力 P とパンチ変位 d との間に次の関係が得られることが多い。安茂による例を Fig. 5 に示す。

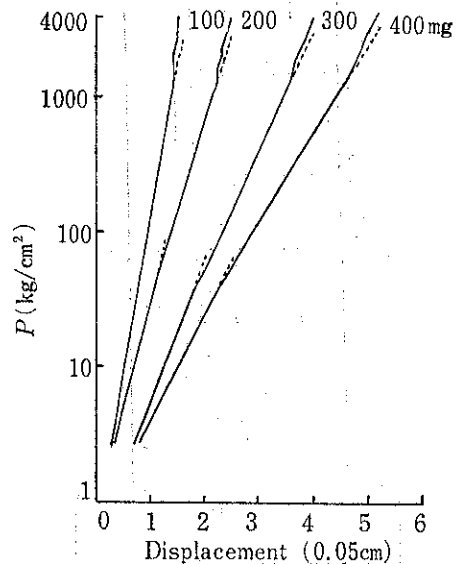


Fig. 5 Relation between the Displacement and Log P at the Amount of the Sample; 100, 200, 300, 400mg sample: lactose (ANMO)

$$\ln P = kd + c \quad k, c: \text{定数} \quad (1)$$

変位 d はそのときの容積 V_d と初期容積 V_0 とパンチ断面積 S を用いて表わせるから(1)式は次式となる。

$$\ln P = k(V_0 - V_d)/S + c \quad (2)$$

係数を物質の特性値とするために、粉体の空隙が零の時の体積 V_∞ との比容積 $V_r (=V_d/V_\infty)$ で表わせば

(2)式は

$$\ln P = -KV_r + C \quad (3)$$

$$(K = kV_0/S \quad C = kV_0/S + c \dots \dots \text{定数})$$

となり Balsin の式となる。

これらの式は微分して移項すると

$$Pdv = KdP$$

となり、圧力の増分と圧縮による仕事の増分が等しい圧縮過程という意味を持つ式であることが判る。

別所らは圧縮実験でパンチ径と試料量を変化すると圧縮式の定数が異なるが、これらの数値を組合わせて無次元数として、結果的には歪量として扱うと種々の実験が一本の線上にのり、種々の実験をする必要が無くなるという¹¹⁾。Fig. 6-1 に元の実験値を示し、Fig. 6-2 に

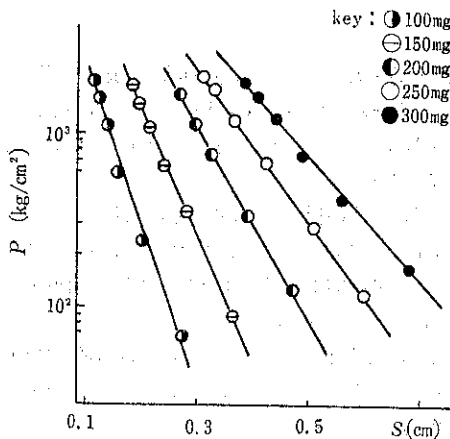


Fig. 6-1 Effect of Packed Weight in Ca-citrate 4H₂O Compression on Thickness (Bessho)

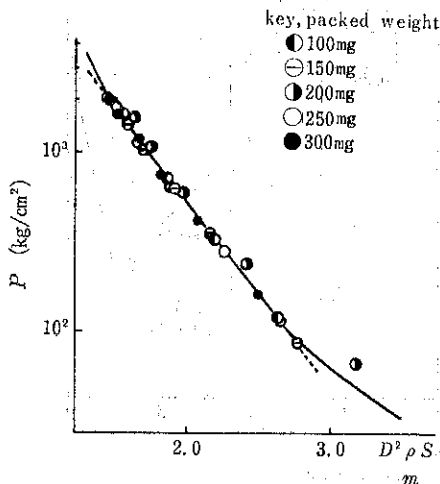


Fig. 6-2 Compression Characteristic Curve of Ca-citrate 4H₂O (Bessho)

無次元化した例を示す。

そのほか薬学で応用されている式に Heckel¹²⁾ の式と Cooper¹³⁾ の式がある。

Hechel は圧力による比密度 $D (=1/V_r)$ の増加は空隙率 $(1-D)$ に比較するとして次式を導びいた。

$$\ln \frac{1}{1-D} = KP + A \quad (5)$$

A.R. Cooper ら粒子よりも大きい空隙を粒子の再配列でうめる確率と、粒子より小さい空隙を粒子の変形破壊によりうめる確率を考えて次式を導びいた。

$$V^* = \frac{V_0 - V}{V_0 - V_\infty} = a_1 \exp(-K_1/P) + a_2 \exp(-K_2/P) \quad (6)$$

(5)(6)式の両式を使用して J.T. Fell ら¹⁴⁾ と P. York ら¹⁵⁾ は圧縮のメカニズムを後に述べる様に検討した。

別所らはエネルギー保存則と粉体工学的手法を用いて解析し、連続した無限に多くの過程を含んだ級数による式の 1~3 項を用いた近似式として次式を導びいた。

$$\frac{d\epsilon}{dP} = c_1 \rho \epsilon^n (1-\epsilon)^{m+2} P^{l-1} \quad (7)$$

ϵ : 空隙率 ρ : 密度 P : 圧力

c_1, l, m, n : 定数

この式において m, n, l を適当に選ぶことにより、これまでに提案された全ての式を導びけるとした¹⁶⁾ それぞれの式における位置のエネルギー関数も求めている。

4 圧力の伝達

物質に加えられた垂直圧縮力 P は壁面と下パンチに伝達される。この場合壁面での摩擦力によって垂直圧縮力は消費されるため、垂直応力 P_a は上面からの深さ H と中心から壁面までの距離 R の関数 $f(P, H, R)$ となる。

この関数としては次式のような Janssen の式が最もよく応用される。

$$P_L/P_H = \exp(-4\mu KH/D) \quad (8)$$

R : 下パンチ圧 P_H : 上パンチ圧 μ : 壁面摩擦係数 K : 垂直圧の水平方向伝達係数 H : 深さ D : パンチ径。

伝達式についても別所らは一般式を求めその特別解として(8)式を求められることを示した¹⁷⁾。また平均壁面圧 P_D を、 KPL を深さについて積分して求めた¹⁸⁾。

$$P_D = \frac{D}{4\mu H} \left\{ 1 - \exp(-4KH\mu/D) \right\} P_u \quad (9)$$

Nelson らによれば上下パンチ間の圧力伝達は物質特有の様相を呈する¹⁹⁾。また別所らによれば空隙率の高い部分では粉体層構造変化のため著しく変化するが、高圧では一定比率になるという¹⁸⁾。大塚らは $\log(P_L/P_u)$

$= -KH$ として測定して得た K 値と物質の硬度に相関を認めた²⁰⁾。K. Ridgway らは壁面への圧力伝達は、低速圧縮実験では物質の硬度の増加とともに増加した²¹⁾が、高速のロータリー打錠機では認められなかったという⁶⁾。

(8式で μ と K を定数としていることについて岡田らは試料をゴム袋に入れ高压容器中で水圧により圧縮し、物質に加えられる本来の圧力と空隙率の関係を求め、パンチとワズで圧縮した試料では垂直圧と水平圧の平

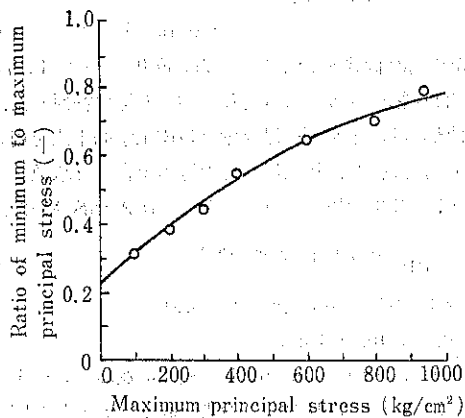


Fig. 7-1 Relationship between the Ratio of Minimum to Maximum Principal Stress and Maximum Principal Stress (OKADA)

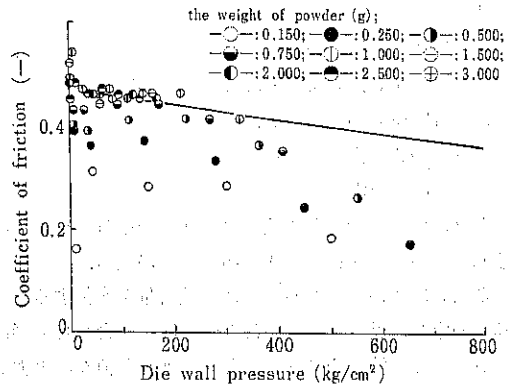


Fig. 7-2 Relationship between Pressure and Coefficient of Friction on the Die Wall (OKADA)

均値が実効圧力であるとし、先の結果と比べて計算し K を求めた²²⁾それを使用し μ も求めた。結果は高压になるに従い K は 1 に近ずき (Fig. 7-1) μ は低下した。 (Fig. 7-2)

この様な伝達の様相について岡田らは Janssen の式に適合する形式にもとずき、物質を極大を持った KCl タイプと、逆の結果を示す乳糖タイプとその他のタイプの三つに分けた²³⁾ (Fig. 8)

また垂直圧縮と除圧のサイクルにおける壁面圧の変化のパターンによって S. Leigh らは物質を三つのタイプに分類した²⁴⁾。 (Fig. 9)

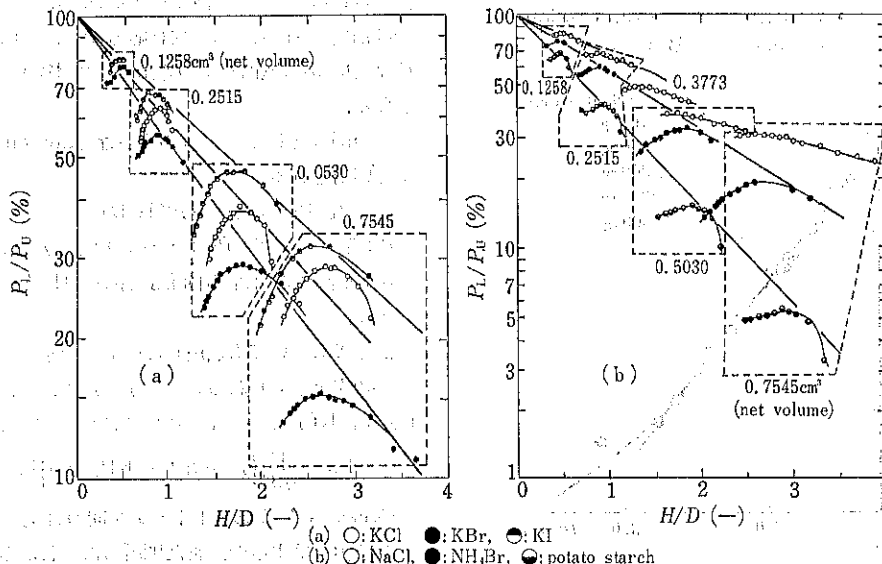


Fig. 8-1 Relationship between Common Logarithm of Pressure-Transmission-Ratio and the Thickness Divided by the Diameter of Die (D) in the Case of KCl-Type (OKADA)

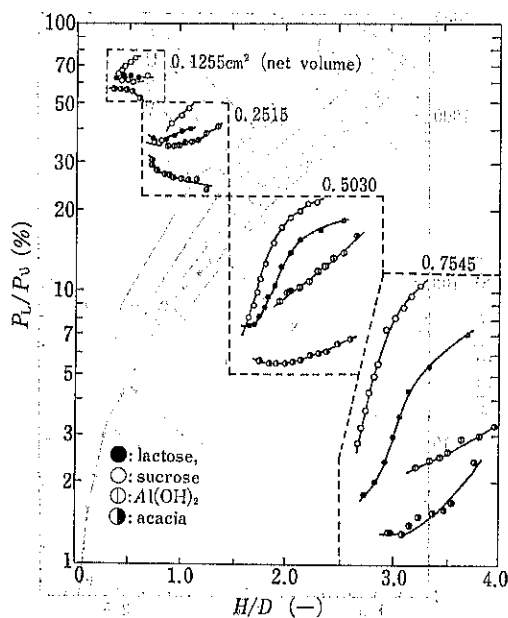


Fig. 8-2 Relationship between Common Logarithm of Pressure-Transmission-Ratio and the Thickness Divided by the Diameter of Die (D) in the Case of Lactose Type. (OKADA)

5 応力分布

先にも述べた様に垂直応力は $P_a = f(P, H, R)$ という関数になるが、実際にこれらの関数を求めることは困難で、垂直軸に対して対称な場合について解いた例がある。別所らは先に述べた様に求め¹⁷⁾、福森らは Mohr の考え方を応用して求めた²⁵⁾。

実際の測定は困難であるが、堀越らは酵素が圧力により活性を失うことを利用して各部の活性を測定して圧力分布を推定した²⁶⁾。

6 粉体圧縮のメカニズム

粉体を圧縮するときの個々の粒子の変化については、Seelig らによる粒子の再配列、弾性又は塑性による変形そして破砕による三段階の密度増加の進行メカニズムが標準的に考えられ、それにそった様々の説が提案されている²⁷⁾。

D. Train は Balsin の式を適用したとき折線を示すことについて 1) 粒子の再配列 2) 強化構造形成 3) この構造の破壊 4) 物質本来の圧縮性による圧縮と説明した。(Fig.10)²⁸⁾ 安茂は同様な説であるが 1) 強化構造の固定 2) その破壊が何段にも連続して進行すると考え

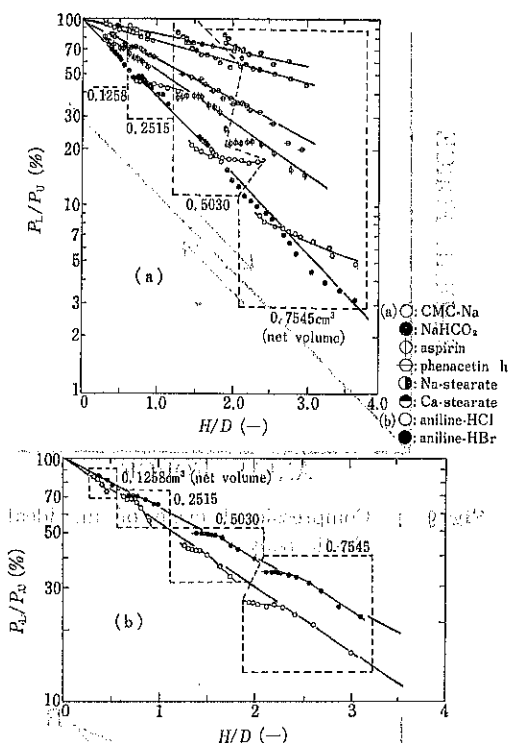


Fig. 8-3 Relationship between Common Logarithm of Pressure-Transmission-Ratio and the Thickness Divided by the Diameter of Die (D) in the Cases of Powders not Belonging to KCl and Lactose Type. (OKADA)

た²⁹⁾ (Fig.11). Heckel は(5)式の説明に Seelig と同様な考えと示し¹²⁾、Cooper らは(6)式を先に述べた様な考えから導いた¹³⁾。York らは両者の式を用いて圧縮充填のメカニズムを検討し、Heckel の式(5式)に対する物質の適合の仕方では物質が分類できるとした¹⁵⁾ (Fig. 12). J.T. Fell らも両者の式を用いて解析し、小さな粒子において粒子の再配列が著るしいとした¹⁴⁾。岡田らは圧縮において変形が主体となる KCl タイプと破砕が主体となる乳糖タイプに分けられるとした²³⁾。大塚らも変形が生じないと考えられる低圧でも圧力伝達係数は硬度と相関があり変形の可能性を示している²⁰⁾。

この様に種々のメカニズムが提案されているが、実際には物質により異なり一律には論じられないものと考えられ、基本的粉体物性との相関で考えねばならない。

7 圧縮エネルギー

圧縮圧 P_s と変位 s についての曲線下の面積は仕事量 W をあらわす。

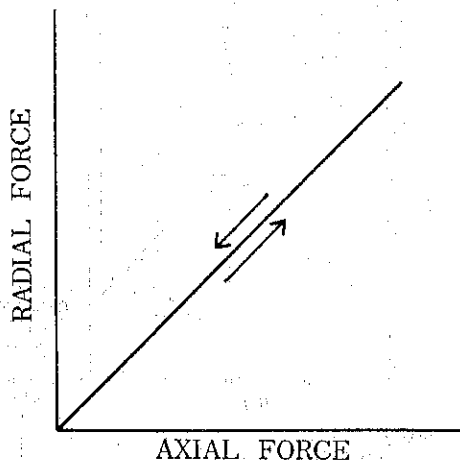


Fig. 9-1 Compressional cycle of an ideal elastic body.

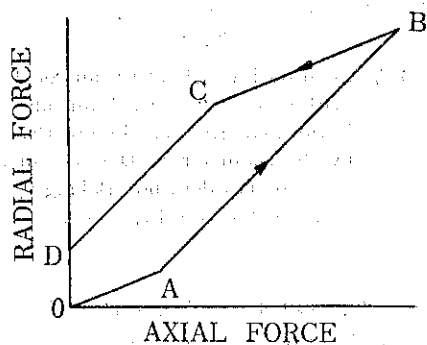


Fig. 9-2 Compressional cycle of a body with constant yield stress in shear.

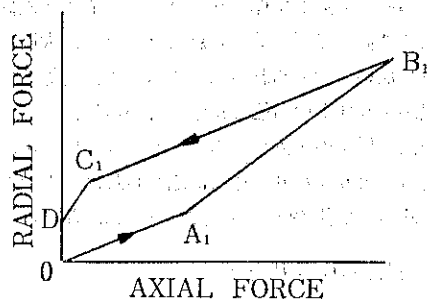


Fig. 9-3 Compressional cycle of a Mohr's body. (S. LEIGH)

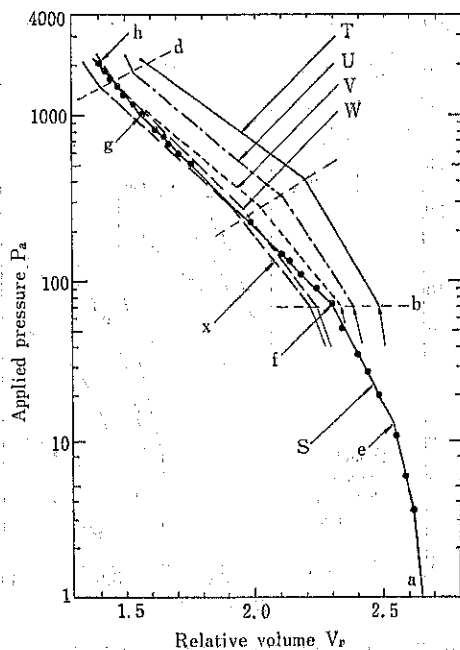


Fig. 10 Relation between applied pressure and relative volume of compact. In the case of curve S,
 Stage I extends from a to e
 " II " " e to f
 " III " " f to g
 " IV " " g to h
 (D. Train)

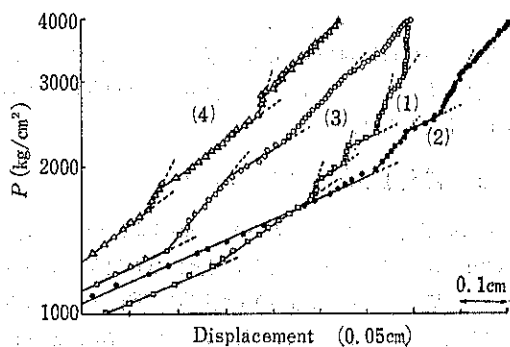


Fig. 11 Relation between Log P and Displacement and at High Pressure.
 sample : (1) microcrystalline cellulose
 (2) corn starch
 (3) lactose
 (4) aluminium oxide
 (ANMO)

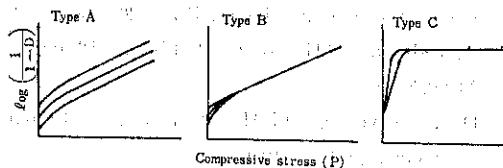


Fig. 12 Classification of compression behaviour distinguished by the Heckel equation (YORK)

$$w = \int P_s d_s$$

この量は Nelson らによって打錠工程での消費エネルギーの観点から測定され³⁰⁾、前川らは多段圧縮の評価のために使用した³¹⁾。J.T. Fell らは物質の圧縮特性を評価するためには圧縮係数よりも、変位-消費エネルギー線の係数の方がよく実状をあらわすという³²⁾。D.N. Traverse らは圧縮試料の温度上昇を測定し、加圧除圧のサイクルでの消費エネルギーと比べて、結晶の格子欠陥にエネルギーが消費されるものと推定した³³⁾。

8 圧縮現象のレオロジー

安茂らは三要素モデルを用い³⁴⁾、圧力に対する緩和弾性率の分布を求め、対数圧力-変位の関係と対比し圧縮のメカニズムと対応づけた²⁹⁾³⁵⁾。佐川らも三要素モデルで粉体の挙動をよくあらわす式を求めたが³⁶⁾、このモデルは除圧すると長い時間には原形に回復するという実状とは合わない欠点があるため、歪を固定するスライダーを含むモデルでの式も求めた³⁷⁾。これらの解析から抜圧時間を延長するほど錠剤の回復歪が減少することを証明し³⁸⁾補助圧縮機構を持つロータリー打錠機を考案した³⁹⁾。

これらレオロジーによる解析は材料試験機によって行なわれたが、森井らは打錠機を使用し、様々な速度での応加-歪曲線から合成したクリープ曲線より、様々なレオロジー定数を得ることを考案した⁴⁰⁾。(Fig.13)

9 圧縮結合の本質

圧縮による粒子間の結合については様々な説が出されているが、有機化合物の多い医薬品では融点が低くこの面での研究が多い。Rankel らは圧縮圧力と融点降下についてクラペイロンの式を用いて解析し、これと局所的な摩擦熱によって融解結合を生ずるという⁴¹⁾。P. York らは温度を変えた圧縮実験と⁸⁾、融点の異なる脂肪酸を用いた圧縮実験で¹⁵⁾粒子間接触点での融解結合が生じているとした。N. Pilpel らは圧縮の活性化エネルギーを求めて焼結理論と融解によって説明している⁴²⁾。

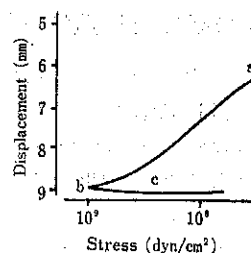


Fig. 13-1 Relationship between Displacement and Stress. whole compression time is 1.13 sec. (MORI)

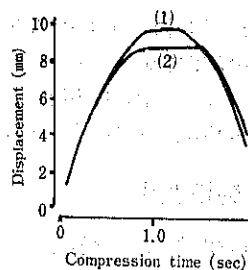


Fig. 13-2 Relationship between Displacement and Compression Time.
trace (1): without sample
trace (2): with 550mg of crystalline cellulose (MORI)

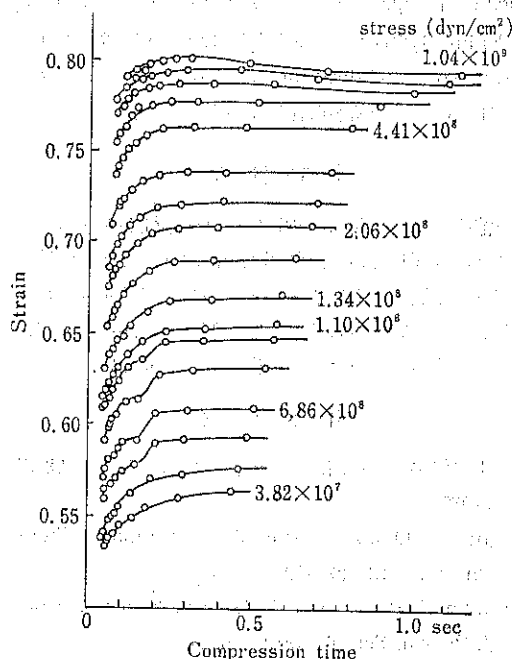


Fig. 13-3 Creep Curves evaluated from Dynamic Compression Process (MORI)

10 成形体の硬度と構造均一性

圧縮圧力と硬度については古くから研究が多く、圧力の対数と硬度が比例する結論となっている⁴³⁾、圧縮式においても圧力の対数が比容積等と比例しており、両者の関係から硬度と比容積等は比例関係にあることとなり様々な式が提案されている⁴⁴⁾。

J. M. Newton らは上パンチと下パンチの平均圧力 P_m と空隙率 ϵ と成形体の直径 D 、厚さ t による次式と硬度 F との間には極めて相関が良いという⁴⁵⁾。

$$F = \frac{2P_m}{\pi Dt(1-\epsilon)}$$

この様な硬度とともに構造の均一性も重要視されており、圧縮成形体が層状に割れることをキャッピング、ラミネーティングといい、これは応力緩和現象と関連しており圧縮停滞時間の延長により改善されるという⁴⁶⁾。

11 圧縮と物性変化

圧縮により粒子は破碎したり再結合したり、あるいは結晶性が変化する。薬学では難溶性薬物を微粒子化によりあるいは結晶多形の活性形を利用することにより溶解性の向上を計っている。この様な薬物を錠剤としたときに再結合により粗大化したり、低活性多形に転移することは望ましくない。N.A. Armstrong によれば圧縮圧力増加により炭酸マグネシウムは粗大化している⁴⁷⁾。K. A. Kahn は圧縮による粒度変化は物質の性質により異なるという⁴⁸⁾。G. Ibrahim らによればフェニルブタゾン は圧縮により結晶多形転移するという⁴⁹⁾。

おわりに

圧縮研究は様々な面で物質により圧縮性が異なるということに直面している。製薬工業における高速の直接粉末打錠の発展とともにますますこの分野での研究が重要となることが感じられる。今回は個々の薬品についてはほとんど述べなかった。又の機会にゆずりたい。

引用文献

- 1) 山口仁平, 高田郁生, 高尾喜久司, 薬剂学 28 57 (1968)
- 2) Jutaro Okada, Yoshinobu Fukumori, Chem. Pharm. Bull., 22 439 (1974)
- 3) John E. Rees, John A. Hersey, Ewart T. Cole, J. Pharm. Sci., 61 1313 (1972)
- 4) 金谷芳雄, 安藤利亮, 朝比奈菊雄, 薬剂学 39 26 (1979)
- 5) Magotoshi Horii, Noriaki Takeguchi, Isamu Horikoshi, Chem. Pharm. Bull., 21 589 (1973)
- 6) K. Ridgway, P.H. Rosser, J. Pharm. Pharmac., 23 202S (1971)
- 7) D.N. Traverse, M.P.H. Merriman, J. Pharm. Pharmac., 22 11S (1970)
- 8) P. York, N. Pipel, J. Pharm. Pharmac., 24 47 P (1972)
- 9) 諏訪要, 薬学誌 98 696 (1978)
- 10) 気賀沢和雄, 飯村秀樹, 杉村英昭, 谷崎明, 薬学雑誌 94 1281 (1974)
- 11) 別所貞雄, 富岡穂一, 伊藤四郎, 薬学雑誌 88 1495 (1968)
- 12) R.W. Hekel, Trans. Met. Soc. AIME, 221 1001 (1961)
- 13) A.R. Cooper, L.E. Eaton, J. Am. Cer. Soc., 45 97 (1962)
- 14) J.T. Fell, J.M. Newton, J. Pharm. Sci., 60 1866 (1971)
- 15) P. York, N. Pipel, J. Pharm. Pharmac., 25 1P (1973)
- 16) 別所貞雄, 富岡穂一, 伊藤四郎, 薬学雑誌 92 686 (1972)
- 17) 別所貞雄, 富岡穂一, 伊藤四郎, 薬学雑誌 92 343 (1972)
- 18) 別所貞雄, 富岡穂一, 伊藤四郎, 薬学雑誌 89 599 (1969)
- 19) Eino Nelson, S.M. Naqvi, L.W. Busse, Takeru Higuchi, J. Amer. Pharm. Asso., 43 596 (1954)
- 20) Akinobu Otsuka, Kazumi Danjo, Hisakazu Sunada, Chem. Pharm. Bull., 21 428 (1973)
- 21) K. Ridgway, J. Grasay, P.H. Rosser, J. Pharm. Pharmac., 21 24S (1969)
- 22) 岡田寿太郎, 福森義信, 薬学雑誌 94 285 (1974)
- 23) Jutaro Okada, Yoshinobe Fukumori, Chem. Pharm. Bull., 23 326 (1975)
- 24) S. Leigh, J.E. Caress, B.W. Bort, J. Pharm. Sci., 56 888 (1967)
- 25) Yoshinobu Fukumori, Jutaro Okada, Chem. Pharm. Bull., 25 1610 (1977)
- 26) Isamu Horikoshi, Noriaki Takeguchi, Magotoshi Morii, Chem. Pharm. Bull., 21 2136 (1973)
- 27) R.E. Seelig, J.W. Wulff, AIME Trans., 166 492 (1946)
- 28) D. Train, J. Pharm. Pharmac., 8 745 (1956)
- 29) 安茂寿夫, 成富正温, 小野弘二, 浅野正道, 薬学雑誌 94 1281 (1974)

- 誌 89 359 (1969)
- 30) Eino Nelson, L.W. Busse, Takero Higuchi, J. Amer. Pharm. Asso., 44 223 (1954)
- 31) 前川秀幸, 坂元照男, 今川寛子, 薬剤学 29 97 (1969)
- 32) J.T.Fell J.M. Newton, J. Pharm. Sci. 60 1428 (1971)
- 33) D.N. Traverse, P.J.P. White, C.J. Lewis, J. Pharm. Pharmac., 24 57P (1972)
- 34) 安茂寿夫, 和志武三徳, 蔵重達夫, 成富正温, 薬剤学 26 267 (1966)
- 35) 安茂寿夫, 他5名, 薬学雑誌 88 857 (1968)
- 36) 佐川良寿, 坂元照男, 前川秀幸, 薬剤学 36 185 (1976)
- 37) 佐川良寿, 坂元照男, 前川秀幸, 薬剤学 36 145 (1976)
- 38) 佐川良寿, 坂元照男, 前川秀幸, 薬剤学 36 189 (1976)
- 39) 佐川良寿, 坂元照男, 前川秀幸, 薬剤学 37 15 (1977)
- 40) Magotoshi Morii, Noriaki Takeguchi, Isamu Horikoshi, Chem. Pharm. Bull., 21 589 (1973)
- 41) Albert S. Rankel, Takelu Higuchi, J. Pharm. Sci., 57 574 (1968)
- 42) N. Pilpel, S. Esezobe, J. Pharm. Pharmac., 29 389 (1977)
- 43) 前川秀幸, 坂元照男, 佐藤文雄, 薬剤学 36 189 (1976)
- 44) E. Shotton, D. Granderton, J. Pharm. Pharmac., 12 87T (1960)
- 45) J.M. Newton, et. al., J. Pharm. Pharmac., 23 195S (1971)
- 46) 前川秀幸, 坂元照男, 増井泰子, 今川寛子, 薬剤学 29 90 (1969)
- 47) N.A. Armstrong, R.F. Haines—Nutt, J. Pharm. Pharmac., 22 8S (1970)
- 48) K.A. Khan, C.T. Rhodes, J. Pharm. Sci., 64 444 (1975)
- 49) G. Ibrahim, F. Pisano, A. Bruno, J. Pharm. Sci. 66 669 (1977)

特許一言メモ No. 14

IPC (国際特許分類)

我が国特許分類が、昭和55年1月よりIPC(国際特許分類)のみに変更される。これは分類体系の国際的な統一を目指したもので、一貫性のある内外特許情報の収集なり、効率的な利用に役立たせようとするもので、特許庁において早くから準備をしていたものである。

たとえば、「破砕」は、J.P.C.(日本特許分類)では72

に分類されていたが、IPCでは「破砕、粉砕、または砕解一般；穀粒の粉砕」となり、このうしろにたとえば、13/00「回転打撃部材を有する粉砕機による粉砕」といったサブクラスの記号が並べられることになる。いずれにせよ、IPCについては一日も早く理解習熟することが求められている。(M. N生)

粒子の帯電

Electrification of Particles

増田 弘昭*

Hiroaki Masuda

1. はじめに

粉体粒子の帯電は、帯電量の大小は別として、粒子が装置器壁と接触する所では必ず生じる。粉粒体を空気輸送する時に静電気が発生する事は、特にその量が大きい事もあって良く知られている^{(1),(2),(3)}。輸送管路の一部分をアクリルなどの透明な絶縁物で作って観察すると、条件によっては周期的な火花放電が見られる。詳しい観察は行わなかったが、火花は流れ方向に生じているように見えた。これは気流によって火花が流されたためとも考えられる。高速空気輸送の場合のように誰れの目にもはっきりと静電気現象とわかる事もあるが、粒子と器壁の接触する所では必ず帯電が起ると思って良いから、粉体の帯電現象は大なり小なりすべての粉体操作に関連している。粒子の運動は、特に粒径や密度が小さくなれば静電気によって支配される事にもなる。例えば微細粒子をふるいを使って分級するとき、粒子はふるいの網と何回も衝突、接触する。その結果、粒子は帯電し、静電氣的付着を起して目づまりの一因となる。また、粉じんがダクトに沈着する原因の一部としては、粒子が壁面と接触や衝突をくり返えて帯電し、あるいは前もって帯電していたため、粉じんどうしが電氣的に反発することによって促進される事も考えねばならないであろう⁽⁴⁾。むしろ場合によってはこの方が、気流の乱れよりも主な原因になっているかも知れない。

粒子(絶縁物)の帯電が原因となって装置器壁に付着しても、通常は装置器壁が金属であるから、適当にアースしておけば良いと考えがちであるが、これは誤りである。アースによって器壁の帯電は防げる(場合によってはこれも難しいことがある)が、粒子の帯電は防げな

い。また、特に微小粒子の場合、付着した粒子は、たとえその粒子を壁に押しつける外力はなくても、自分自身でそのような力を作り出すことができる。しかも、その力によって壁面との接触部分が次第に変形し、接触面積を大きくして行くので時間が経つにつれて次第にその力は大きくなる^{(5),(6)}。

一方、粒子の帯電は粉じん爆発事故の一因とも考えられている。化学工場におけるガス爆発の最小着火エネルギー 0.01~0.3mJ と比べ、粉じんの最小着火エネルギーは大体において 10mJ 程度以上とされており、ガスや蒸気の爆発に比べて大きなエネルギーの着火源が必要のはずである。しかし、バグフィルタの払落と直後の爆発や、粉体の排出、投入時の爆発などは帯電粉体の放電が原因とされているように、最小着火エネルギーが大きいからと云って安心はできない。また、粉じんが直接爆発するのではなく周囲の可燃性ガスの爆発に対する着火源となることもある^{(7),(8),(9),(10)}。

粉じん爆発のような極端な災害ではなくても、たとえば空気輸送管が帯電し、たまたまその近くにやって来た作業員に放電したとすると、電氣的ショックで二次的の災害が起ることもある。特に絶縁性輸送管については注意する必要がある。

もちろん、粒子の帯電が工業において悪い影響ばかり及ぼしているわけではない。帯電した粒子の運動は電界によってコントロールできるので、集じん、静電粉体塗装、複写(ゼロックス)、静電印刷、静電粉体選別やエアロゾルの計測、大気中の繊維状粒子の選別(計測)などに利用されているし、今後も新しい応用法が開発されるであろう。

本文では、粒子の帯電に関する基礎事項を述べることにする。

2. 粒子帯電現象の検討

粉体(粒子)が装置器壁に接触あるいは衝突すると

* 広島大学工学部化学工学科
(〒730 広島市千田町3丁目8番2号)
Tel. (0822)41-1161

ぜ帯電するのであろうか。この疑問に対する解答は現在もなお十分とは考えられていないが、ある程度はわかっていると見てよいであろう。ただし、平衡状態についての検討に限られる。この帯電基礎論については物理学、電子工学に負う所が大きい。

これに対し、接触の強さや、衝突速度などの操作条件によって帯電量はどうかという応用的問題がある。

2.1 帯電基礎論

粒子（絶縁物）が帯電するにはイオンの付着や物質の加熱・溶融・冷却に伴う永久変形などの種々の原因が考えられるが、ここでは粉体操作に最もふつうに起る接触や衝突による帯電に限定する。まず、帯電基礎論を理解する上で必要と思われる基礎概念をふり返ってみよう。

(a) フェルミ準位

固体物質内の電子は、その温度に応じて種々のエネルギーをもち、ある温度においては（粉体の粒度分布と同じように）エネルギー分布が決まる。このとき、温度が高いほどエネルギーの大きい電子が生じる。エネルギーの分布は統計力学によって次のフェルミ・ディラックの分布関数（積算ふるい下分布に相当する。分布と分布関数とは区別する。）で表わされることが示されている。

$$F(E) = \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E - E_f}{kT}\right)} \quad (1)$$

k : ボルツマン定数, 8.63×10^{-5} (eV/K)

式の形からもわかる通り、 E_f は $F=0.5$ となるエネルギーの値であり、これをフェルミ準位と呼ぶ。（粒度分布で云えば中位径 D_{p50} に相当する）

フェルミ・ディラックの分布関数（1）で、分母の指数項が1に比べて大きい所（電子のエネルギーがフェルミ準位 E_f に比べて大きい部分）では

$$F(E) \cong \exp\left(-\frac{E - E_f}{kT}\right) \quad (2)$$

この式はボルツマン分布と呼ばれている。

(b) バンド理論

原子が単独に存在する（特殊な）場合を考えると、原子に束縛された電子は、とびとびの（離散的な）エネルギー準位しかとれない。しかし、多数の原子が集まった普通の物体では、各原子の相互作用によって電子のエネルギー準位があるエネルギー幅をもって広がる。この幅をもって帯状になった準位をエネルギーバンドと呼ぶ。もともと離散的なエネルギー準位しかとれない原子が集まったのであるから、電子の取りうるエネルギー準位の存

在しない範囲（帯）ができる。このようなエネルギー準位の帯を禁止帯という。このエネルギー帯以外は許容帯といって、電子が存在できる（電子がそのようなエネルギーを持つことができる）が、その一部分しか、電子で満たされていないで電子が自由に動ける場合、これを伝導帯という。（真空準位に近い方、真空準位については0を参照）

許容帯でもエネルギー準位がすべて電子で占有されている場合には充満帯という。

(c) 仕事関数（化学ポテンシャル）、電子親和力

固体内の原子核は電界を作っているが、その電界の影響を受けない所を真空準位という。フェルミ準位にある電子を真空準位まで運ぶときに要するエネルギーを仕事関数あるいは化学ポテンシャルと呼ぶ（Fig. 1, ϕ ）。また、伝導帯の底にある電子を固体外（真空準位）に取出すのに要するエネルギーを電子親和力という（Fig. 1, χ ）。仕事関数や電子親和力の値は真空準位を基準にしているの、例えば仕事関数の小さいものほどフェルミ準位は高いことになる。

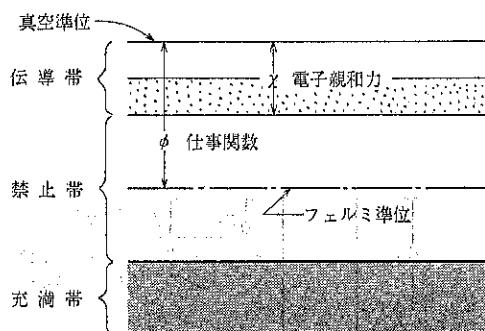


Fig. 1 エネルギーバンドと仕事関数・電子親和力

(d) 表面準位、表面状態

物体内部とは異なり、表面には特別のエネルギー準位が考えられる。これを表面準位と云う。表面準位には、表面の汚れていないある種の半導体で見られるような固有の表面準位と（この場合の表面準位は禁止帯中に存在し得る）、表面が化学的あるいは物理的に汚れたために生じる外来的表面準位がある。後者は物質が大気中にさらされている間にも形成されると考えられている。

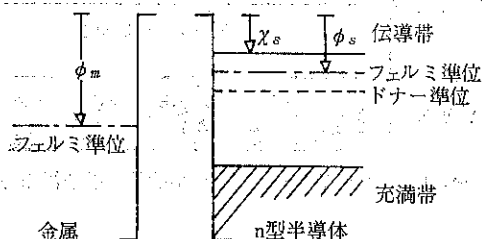
(e) 金属と半導体の接触

半導体には充満帯の電子が熱的に励起されて伝導帯に上がり電気伝導を示すようになった固有半導体と、不純

物原子が原因となって電気伝導を示す不純物半導体がある。固有半導体では電子と正孔（電子のぬけがら）がともに電荷を運んでいる。一方、不純物半導体には電子が電荷を運ぶn形半導体と、正孔が電荷を運ぶp形半導体とがある。n形半導体では伝導帯のすぐ下に局在した準位があり、これをドナー準位と云う。p形半導体では伝導帯のすぐ上に局在したエネルギー準位があり、これをアクセプター準位と云う。ドナー準位にある正孔は動けないが、それに対応して伝導帯にある電子は電界によって動くことができる。また、アクセプター準位にある電子は動けないが、それに対応して伝導帯にある正孔は動くことができる。

このような半導体と金属が接触すると、どのような変化が起こるかを考えてみよう。Fig. 2に金属とn形半導体のエネルギー図を示す。まず、接触前の図 Fig. 2(a)について、 ϕ_m は金属の仕事関数（真空準位からエネルギー準位の低い方に向かって測る）、 ϕ_s は半導体の仕事関数、 χ_s は半導体の電子親和力である。ドナー濃度（密度とも云う）が大きいと、n形半導体のフェルミ準位は伝導帯の底とドナー準位のほぼ中央になることが知られている。接触後の変化については次の二つの場合がある。

(a) 接触前



(b) 接触後

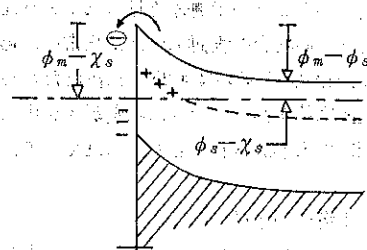


Fig. 2 金属とn型半導体の接触

e-1) $\phi_m > \phi_s$ の場合

接触すると Fig. 2(b)に示すように両者のフェルミ準位が一致するように電子の移動が生じる。同図の場合、n形半導体のフェルミ準位が金属のフェルミ準位より高い（下から測る）のでn形半導体の伝導帯にある電子が金属に向かって移動する。

両物体は接触前には電氣的に中性であったので、接触後には半導体は電子の不足によって正に（この場合の正イオンをドナーイオンと云う）帯電し、金属は過剰の電子によって負に帯電する。ドナーイオンは動けない（位置が束縛されている）から、半導体の表面に出ることはできず、物体内部に向って分布している。この部分を空間電荷層と云う。一方、金属の過剰電子は表面に配置される。空間電荷層には電荷がたくわえられるので、一種のコンデンサーと見なすことができる。

e-2) $\phi_m < \phi_s$ の場合

接触すると金属から半導体に向って電子が移動する。したがって金属が正に、半導体が負に帯電する。

(f) 絶縁物

絶縁物は禁止帯の幅が大きい物質である。禁止帯の幅を E_0 とすると、 $E_0 \gg kT$ であれば事実上絶縁物と見なされる。 20°C (293K) における kT はボルツマン定数 8.63×10^{-5} (eV/K) を用いて 0.025 eV と計算される。したがって禁止帯の幅 E_0 が数 eV もあればよい絶縁物となる。しかし、温度が高くなったり、X線のような波長の短い（エネルギーの大きい）光をあてたりすると、伝導帯の電子の中には禁止帯をとり越えて伝導帯に上がるものもでてくる。現実には絶縁物とされているものでも、電気抵抗が大きいくだけで伝導帯には電子があり、その数 N は次のように表わされる。

$$N \cong N_0 \exp(-E_0/2kT) \quad (3)$$

ここで、 N_0 は定数であるが、伝導帯の底に N 個のエネルギー状態が密集しているのと同じであり、これを有効状態数と云う。

さて、以上の基礎概念のもとで、物質の帯電が数式的にどのように扱えるのかを見るため、簡単なp-n接合の場合について接合部における電荷の配置を考える³⁰⁾。長さ方向にも幅方向にも十分大きい2枚の板の接合は、厚さ方向の1次元問題となる。接触位置を $x=x_0$ とし、p-n接合部で電荷の収支をとると、次の（1次元）ポアソンの方程式がえられる。

$$d^2V/dx^2 = -\rho(x)/\epsilon \quad (4)$$

V: 電位 (V)

ϵ : 誘電率 $=\epsilon_r \epsilon_0$, ϵ_r は比誘電率 (これを誘電率と呼ぶこともある), ϵ_0 は真空の誘電率 (8.85×10^{-12} F/m)

$\rho(x)$ は電荷密度であり, 次の(6), (7)式で与えられる正孔濃度 p と電子濃度 n およびアクセプター濃度 N_a を用いて次式のように表わされる.

$$\rho(x) = -e(N_a - p + n) \quad (5)$$

正孔濃度:

$$p = p_0 \exp(-eV/kT) \quad (6)$$

電子濃度:

$$n = n_0 \exp[-e(V_d + V_0 - V)/kT] \quad (7)$$

式(6), (7)の定数 p_0 , n_0 はそれぞれ p 形領域の正孔濃度および n 形領域の電子濃度である.

p 形領域 ($x_1 \leq x \leq x_0$ とする) では自由電子の数は少ないので n を無視することができる. また普通の条件 (室温) では $eV/kT \gg 1$ である (f を参照) から p も無視できる. したがって電荷密度 $\rho(x)$ は

$$\rho(x) \cong -eN_a \quad (5a)$$

式(5a)をポアソンの式(4)に代入して解くと,

$$\frac{dV}{dx} = \frac{eN_a}{\epsilon}(x - x_1) \quad (8a)$$

および(8a)を積分して

$$V = \frac{eN_a}{2\epsilon}(x - x_1)^2 \quad (8b)$$

ただし, $x = x_1$ で $V = 0$, $dV/dx = 0$ と仮定した.

n 形領域 ($x_0 \leq x \leq x_2$) では式(5a)に相当して

$$\rho(x) \cong eN_d \quad (N_d \text{ はドナーイオン濃度}) \quad (9)$$

したがって, ポアソンの式より

$$\frac{dV}{dx} = \frac{eN_d}{\epsilon}(x_2 - x) \quad (10a)$$

$$V = (V_d + V_0) - \frac{eN_d}{2\epsilon}(x_2 - x)^2 \quad (10b)$$

ただし, $x = x_2$ で $V = V_d + V_0$, $dV/dx = 0$ とした.

ここで, 接合部 $x = x_0$ では式(8a)と式(10a)の値 ($(dV/dx)_{x=x_0}$), および式(8b)と式(10b)の値 ($V(x_0)$) は一致しなければならないので次式が得られる.

$$x_0 - x_1 = \sqrt{\frac{2\epsilon(V_d + V_0)}{eN_a(1 + \frac{N_a}{N_d})}} \quad (11a)$$

$$x_2 - x_0 = \sqrt{\frac{2\epsilon(V_d + V_0)}{eN_d(1 + \frac{N_d}{N_a})}} \quad (11b)$$

電位 V の変化している部分 (遷移領域) の厚さ d は

$$d = x_2 - x_1 = \sqrt{\frac{2\epsilon(V_d + V_0)(N_a + N_d)}{eN_a N_d}} \quad (12)$$

また, 遷移領域の単位面積あたりの電荷 (電荷密度) は

$$\sigma = \epsilon \left. \frac{dV}{dx} \right|_{x_0} = eN_d(x_2 - x_0) = eN_a(x_0 - x_1) \quad (13)$$

単位面積あたりの静電容量は

$$C = \frac{d\sigma}{dV} \Big|_{V_d + V_0} = \sqrt{\frac{e\epsilon N_a N_d}{2(V_d + V_0)(N_a + N_d)}} \quad (14)$$

式(14)を式(12)を用いて書き直すと,

$$C = \epsilon/d \quad (15)$$

すなわち, この空間電荷層は (遷移領域の) 厚さ d の平行平板コンデンサーとして働くことがわかる.

さて, 実際に扱われる粉体は電気的には絶縁物である事が多い. 金属と絶縁物の接触は, 絶縁物が禁止帯の中に連続的に分布する表面状態と内部のトラップ準位, および特定のエネルギー準位に分布するアクセプター型トラップとドナー型トラップを持つと仮定すれば, 帯電理論を統一的に取扱えることが示されている²⁰⁾. いま, 絶縁物表面での接触前後のポテンシャルの変化がアクセプター型トラップ準位とフェルミ準位の差より小さいならば, 電荷密度 σ は次式で与えられる.

$$\sigma = \frac{\phi_s - \phi_m}{\frac{1}{eN_s + (\epsilon N_b)^{1/2}} + \frac{e z_0}{\epsilon_0}} \quad (16)$$

ここで $\phi_s - \phi_m$ は絶縁物の仕事関数と金属の仕事関数の差であり, これを電荷素量 e で割ったものを接触電位差 V_c と云う. 接触部は物理的に両物体表面が完全に一致するのではないと考えられ, そのギャップを z_0 , およびギャップ (真空) の誘電率を ϵ_0 とする. また, N_s は表面状態の濃度 ($\text{ケ}/\text{cm}^2 \cdot \text{eV}$), N_b はアクセプター型トラップの濃度 ($\text{ケ}/\text{cm}^3 \cdot \text{eV}$) である.

式(16)で表面状態を無視できる時 ($z_0 = 0$, $N_s = 0$) は,

$$\sigma = \frac{\epsilon(\phi_s - \phi_m)}{e z_0} = \frac{\epsilon V_c}{z_0} \quad (16a)$$

ただし, $z = \sqrt{\epsilon/e^2 N_b}$ は effective Debye length と呼ばれる.

また, 式(16)でトラップ濃度が無視小 ($N_b = 0$) とすると,

$$\sigma = \frac{eN_s(\phi_s - \phi_m)}{e^2 z_0 N_s} = \frac{e^2 N_s V_c}{1 + \frac{e^2 z_0 N_s}{\epsilon_0}} \quad (16b)$$

さらに, 式(16b)で $N_s \gg \epsilon_0/e^2 z_0$ とすると,

$$\sigma = \frac{\epsilon_0(\phi_s - \phi_m)}{z_0 e} = \frac{\epsilon_0 V_c}{z_0} \quad (16c)$$

Davies (1969) は真空中で種々の金属と絶縁物 (誘電体) の接触帯電実験を行い, Fig. 3 のような結果を得ている²¹⁾. $V_c = 0$ で $\phi = 0$ となっていないのは, 金との接触電位差を用いている事による. 電荷密度 σ が接触電位差 V_c に正比例することが, あらゆる絶縁物について

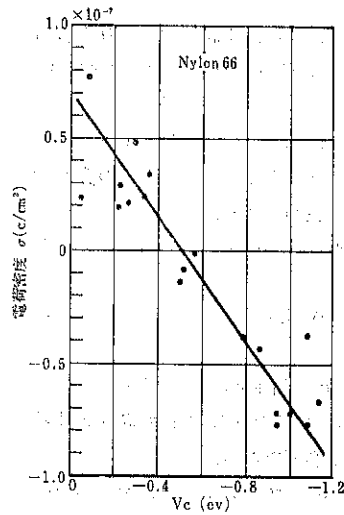
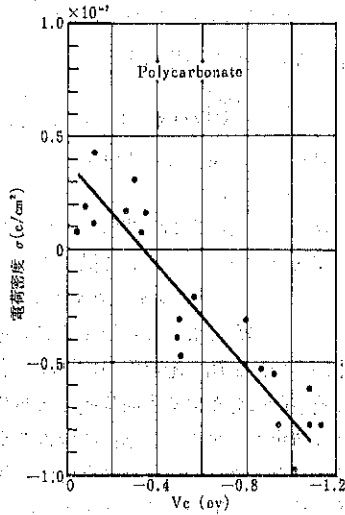


Fig. 3 接触帯電による移動電荷密度と接触電位差 (金を基準)

成立するかどうかには疑問もある。例えば Chowdry-Westgate (1974) は理論的に、エネルギーギャップにトラップが一様分布しているときの電荷移動量は接触電位差に正比例するが、トラップが離散的に分布しているときは、トラップのエネルギー準位およびバンドのゆがみによって電荷移動量と接触電位差の関係は指数関数的あるいは2次関数的になることを示している⁶⁾。

また、Garton (1974) も厚さ b の絶縁物と金属の1次元接触 (無限平板) を解析的に解いて次式を得ている¹⁴⁾。

$$\sigma \approx \frac{\pi \epsilon kT}{eb} \exp\left(-\frac{eV}{2kT}\right) \quad (17)$$

式(17)の V は、接触電位差の符号を変えたもの ($-V_c$) に等しいことを熱力学を用いて説明できる。ただし式(17)は接触電位差 0.5V 以下の場合に適用できるもので、それ以上の接触電位差ではこの解析法が妥当でなくなる。

以上のように絶縁物の帯電は、必ずしも接触電位差に正比例するとは云えないようである。しかしまた、帯電量が接触電位差に正比例すると考えるのにも根拠がある。したがって粉体粒子の帯電を検討する場合は帯電量は物質特有のある量に正比例すると考えて検討するのが妥当であろう。このある量を普通は接触電位差と呼んでいる。もう一つ、基礎論で欠けているのはダイナミクスである。現在の所、平衡状態に関する研究しか見当たらない。

物質内電子のエネルギー状態や絶縁物中で電気伝導を生じる機構についても理論的および電子ビームを用いて実験的にも検討されている^{1), 3), 12), 26), 35)}。電子分光装

置のように高価な装置を要するが、むしろ実際上は表面の汚れた状態における物性も必要であろう。

2.2 表面の化学的性質と帯電

ロシアの科学者 Derjaguin らは光伝導性のセレン板に付着させた粒子を Fig.4 のような付着力測定装置を用いて分離し、分離した粒子の電荷を Fig.5 ような電荷測定器によって求めた^{6), 7)}。この実験によって微小ポリマー粒子 (5~30 μ m) の付着が接触帯電によって支配されている事を示している。このとき、ポリマー粒子の主な官能基の種類によって、例えば Fig.6 のように分離後の帯電量が変化した。また光を照射することによって、粒子の帯電量が変化した。しかもその波長によって付着力も変わることを示した。したがって、この場合の付着特性は主としてドナーとアクセプターの相互作用によっている。

ポリマーの構造と帯電について、鉄粒子とポリマー板の帯電実験から電子を放出し易い (electron-releasing) 傾向のあるポリマーは正に帯電し、逆に電子を受け入れ易い (electron-attracting) ポリマーは負に帯電する

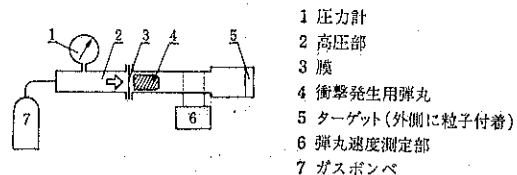


Fig. 4 Derjaguin らの付着力測定装置

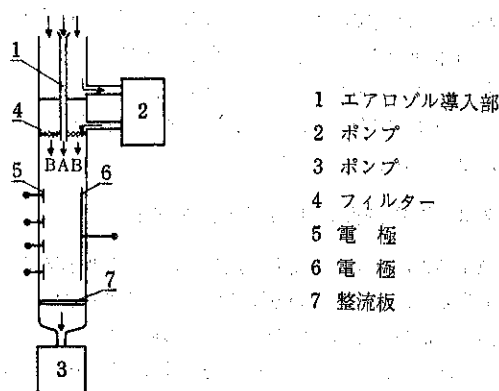


Fig. 5 電荷スペクトロメーター

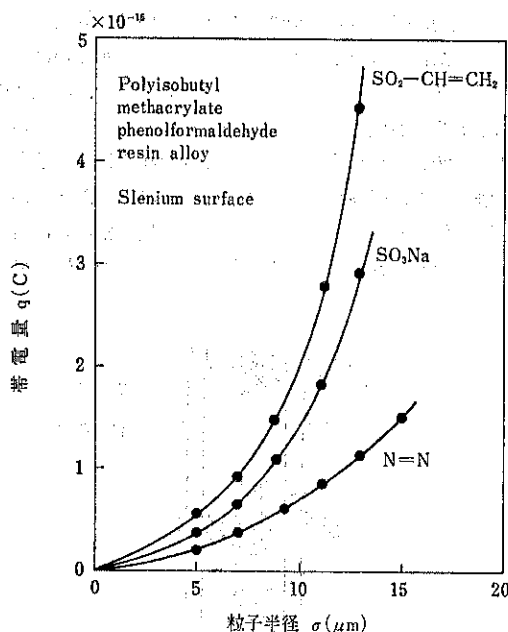


Fig. 6 ポリマー粒子に添加した官能基の種類による帯電量の変化

という実験結果も得られている³²⁾。実際に取扱われている種々の粉体についてその化学的構造と帯電を検討することは今後の重要な課題である。

一方では、絶縁性粒子や液滴の仕事関数が、その物質の誘電率と粒径に依存するという理論もある¹³⁾。計算によると、電子は誘電率の大きいものから小さいものに移動しやすく、特に誘電率の大きい粒子では粒径の大きいものから小さいものへ移動しやすい。この理論によると、液滴の分裂において、大きい液滴(または原液本体)

は仕事関数が小さいため正に、小さい液滴(または発生液滴)は仕事関数が大きいため負に帯電することが予想される。

Fig. 7 は金属板と粉体粒子(モランダム)の衝突帯電における経時変化を示している²³⁾。一枚の銅板でも粒子の衝突する場所によって初期の発生電流(帯電量と考えてよい)は異なる。しかし、ある程度時間が経過すると同一値に収束していて面白い。これは初期には帯電が金属板表面の性質によって支配されていたのに対し、衝突をくり返す間に金属本体の性質と粒子の性質によって決まる新しい状態に移行したためであると思われる。

このように、表面の性質が支配的か、あるいは内部の物質本来の性質が支配的かを検討する方法として、Lowell (1977) の実験は単純で興味深い²²⁾。すなわち、金属で作った球および円錐をそれぞれ同じ力でポリマーの板に

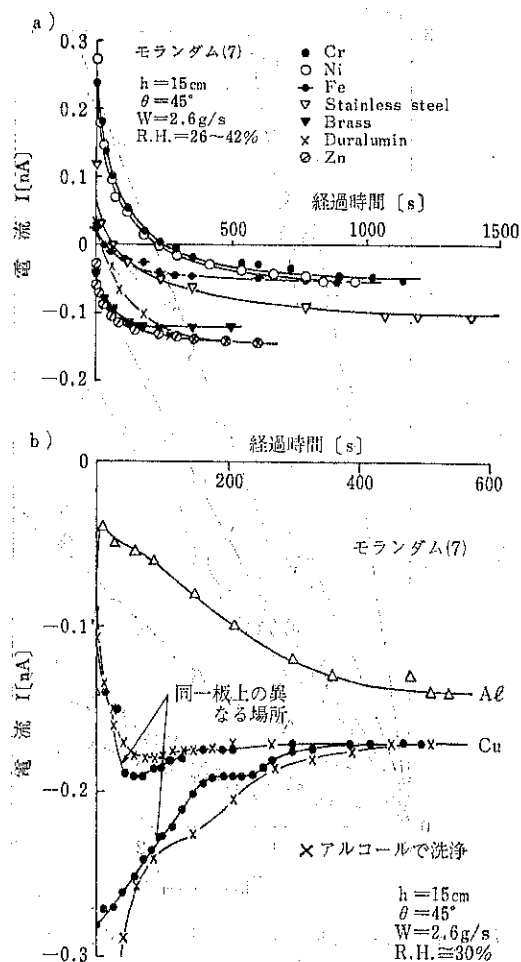


Fig. 7 新しい金属板からの発生電流(粒子と傾斜金属板の衝突帯電)

押しつけた時、円錐の方がポリマー板の奥深く押し込まれるから接触部分の一部はポリマー内部の性質を持つであろう。したがって球の帯電量と円錐の帯電量を比較し、単位接触面積当りの帯電量に差があれば、それは表面の性質と内部の性質の違いによるであろう。実験や考察には多少疑問や改良の余地があるようにも思えるが、この実験結果では、ポリマーの種類によって表面物性（表面状態）が支配的な場合と、ポリマー内部の性質が支配的な場合が見られた。

Fig. 8 は筆者らが傾斜銅板とモランダム粒子の衝突における発生電流を調べた結果である²⁰⁾。横軸は衝突の強さと思ってよい。矢印で示した弾性限界において特異な現象が生じている。すなわち、弾性範囲のデータと、塑性変形を生じる範囲でのデータの間に発生電流が落ち込んでいる。したがって両範囲での比例定数は、異なるが、これは衝突によって生じる新しい傷（塑性変形、物質内部の性質が関与する）が帯電に寄与し始めるためと考えてよいであろう。この点をより詳しく検討できるかどうかは、実際上の衝突が殆んど塑性変形を伴うので、重要な意味を持っている。

2.3 操作条件による帯電量の変化

粒子の帯電は粒子と器壁が接触したときに摩擦がなくても生じるだろうかという疑問は、古くから摩擦によって静電気が生じる事を聞かされているので当然生じてくる事であろう。以上述べて来た帯電基礎論に基づいて考える限りでは摩擦がなくても帯電するというのは正しいようである。この問題について次のような実験がある²⁰⁾ (Rose and Ward, 1957)。Fig. 9 は摩擦が起らないように留意した実験装置で、①の絶縁体球（ $\frac{1}{2}$ ", 1", 2"）を電気的に絶縁された板②（金属あるいは絶縁物）に押しつけた後、分離し、エレクトロメーターあるいはファラデーケージによって球の帯電量を測定する。試験球の初期電荷は石炭ガス火災あるいは15ミリキューリーのタリウム204を用いて除去している。Rose らはこの装置で接触前後の電荷移動量がススを用いて測定した接触面積に正比例することを示した。また、金属が常に正に帯電するというそれまでに発表されていた一部の実験結果に

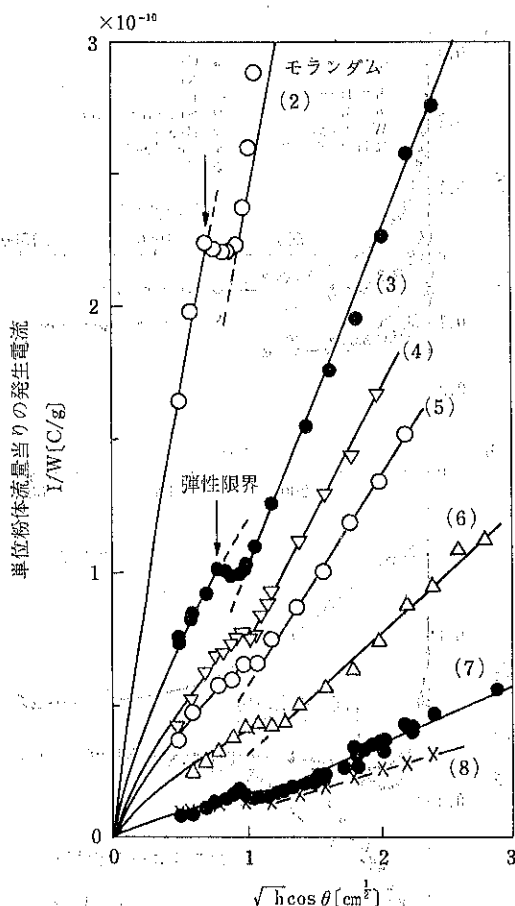


Fig. 8 傾斜金属板（銅）とモランダム粒子の衝突による発生電流
(h: 衝突板までの距離, θ : 衝突板の傾斜角)

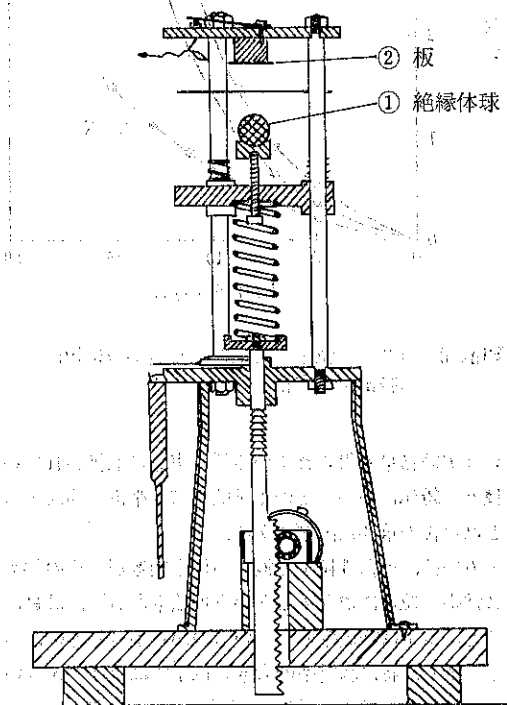


Fig. 9 接触帯電実験装置 (Rose-Ward)

対し、物質の組み合わせによっては正にも負にもなるという結果を得た。さらに、単位接触面積あたりの電荷移動量は両物質の本質的特性に依存してはいるが、帯電量が接触電位差によるとは考えられないという考察を行っている。また、単位接触面積あたりの電荷移動量が球の誘電率に比例したことから、帯電量が分離時の逆放電によって支配されるのではないかと考えているが、式(16a)のように、この結果は帯電基礎論と矛盾するものではないし、Harper¹⁶⁾も指摘しているように放電が生じるほど十分な帯電は起っていないであろう。なお、放電が生じるような帯電では帯電量は $(1 + \text{比誘電率})$ に比例する。

Rose-Wardの実験は接触した球と平板が電氣的に平衡状態に達した場合であって、実際の粉体プロセスで起るような速い衝突の場合に適用できるとは限らない。このような速い衝突による帯電について、筆者らは低濃度空気輸送における帯電を検討した^{23), 24)}。まず物質の帯電符号に関して、輸送管内面を絶縁物で被覆して行った実験結果はRose-Wardと同様、金属が必ずしも正になるのではないという結果を得た²³⁾。すなわち帯電列は次のようになった。

(+)小麦粉—セラダム—ガラス—PVC—鉄—珪砂—テフロン(—)

また、粒子とパイプ壁面の衝突回数および接触面積を、壁面に張付けた薄いプラスチックシート上に出来る

傷跡を顕微鏡で測定して求めた結果によると、このような速い衝突でも帯電量は接触面積に正比例すると推定された²⁴⁾。さらに、粒子の衝突帯電において、摩擦が支配的ではない事は前出のFig. 8においても見られる。すなわち、傾斜金属板の角度を変えて帯電量を求めた結果は板面に垂直方向の衝突速度のみ(傾斜角によらず)に依存した²⁵⁾。傾斜板の角度を変えれば摩擦の程度は大きく変化する²⁷⁾にもかかわらずこのような結果が得られた事は、明らかに摩擦が支配的因子ではない(少なくともそのような場合がある)ことを示している。この結果によって、粒子の衝突帯電の操作条件への依存性は非常に単純化される。

さて、2.1節の式(17)によると接触部の温度が帯電に影響することも考えられる。Bowles (1961)は誘電体球の帯電について接触部での温度勾配の影響を検討している⁴⁾。Fig. 10において両球(ポリスチレン球)は最初(衝突前)には異なる温度に保たれており、片方の球は炉の中で加熱されている。また両球はイオンで中和されている。この両球を1回だけ衝突させ、衝突後の電荷をファラデーケージで測定する。接触時間は別の実験として球にアルミを蒸着して導電性とし、オッシロスコープを用いて測定している。また接触部の温度勾配は計算によって求めている。この実験によって、帯電が接触部での温度勾配に依存するらしい事は示されたが、実験結果の温度依存性は明確でない。

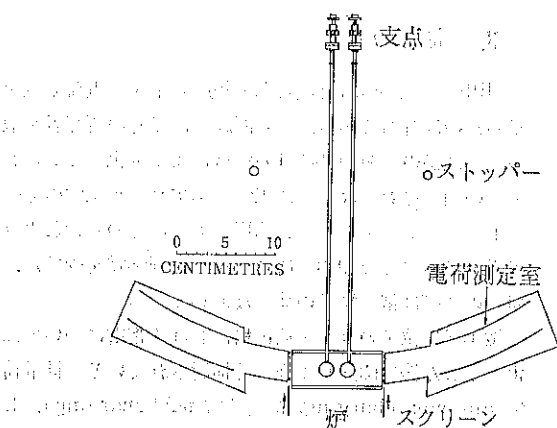
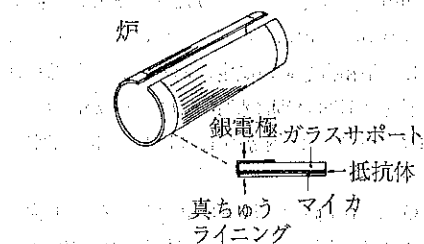


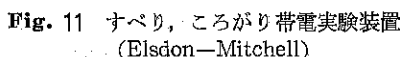
Fig. 10. 衝突帯電実験装置 (Bowles, A. H.)

Bowles⁴⁾の実験は摩擦を伴わないが、接触部の温度を問題にするのであれば、むしろ摩擦による局所的な温度上昇の影響が興味深い。筆者らの実験結果 (Fig. 8) はこの点も考慮したものであるが、摩擦による温度上昇の影響はこの実験範囲では見られない。

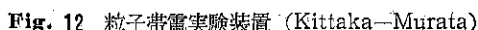


最後に参考として、その他の帯電実験装置を二、三紹介する。

Fig. 11は金属あるいはポリマー球をポリマーシートにスプリングで押し付け、ポリマーシート上の電荷を誘導プローブの電位測定によって求めるものである¹⁰⁾。球



この他 CO_2 粒子を傾斜金属板に噴射し、帯電実験を行う Hart らの実験¹⁷⁾、エアロゾル粒子 ($2 \sim 10 \mu\text{m}$) を用いた John らの実験¹⁹⁾ が興味深いがここでは割愛する。また、金属板上でガラスビーズをころがして、その帯電量をファラデーケージで測定した研究もある²⁵⁾。このとき接触面に垂直に電界をかけているが、湿度が高くなると粒子の表面伝導度が大きくなると、帯電量に対する湿度の影響が大きくなっている。特にガラスビーズは水分を表面に吸着しやすい事が注意されている。湿度の



微小球形粒子のコロナ放電場における帯電については電気集じん機に関連して詳しく検討されている(拡散荷電 diffusion charging, 衝突荷電 field charging)。しかし、通常の粉体処理操作に関連してくる粒子が、そのような電界中ではないにもかかわらず帯電することについては本文でその概略を述べたように研究はまだ十分行われていない。しかし、このような過程(接触、衝突)における最大荷電量は field charging よりもむしろ大きくなり得ると予想される。したがって、本文で述べたような帯電は、その正負を自由に選ぶことは今の所できないが、微小粒子の運動制御(たとえば集じん)に応用

される可能性もあるし、微粒子の計測にも使えるであろう。なお本文では帯電過程の解析法については述べなかったが、これについては別の機会にゆずる事とする。

引用文献

- 1) Alzewel, K. A. et al., Electrical conductivity of antimony chalcogenides; *Phys. Chem.*, **94** (416), 235~241 (1975).
- 2) 荒川正文; 気相における粉体粒子の凝集機構, 粉体工学会誌, **16** (9), 305~312 (1979).
- 3) Badhan, A. R. et al.; Electron transport mechanisms in very thin Al_2O_3 films, *Int. J. Electron.*, **40** (4), 313~321 (1976).
- 4) Bowles, A. H.; The Effect of a Thermal Gradient upon charge Separation between Similar Polyethylene Surfaces, *Proc. Phys. Soc.*, **78**, 958~969 (1961).
- 5) Chowdry, A. and C. R. Westgate; The role of bulk traps in metal-insulator contact charging, *J. Phys. D.: Appl. Phys.*, **7**, 713~725 (1974).
- 6) Derjaguin, B. V.; On the Role of Electrostatic Forces in the Adhesion of Polymer Particles to Solid Surfaces, *Powder Technol.*, **2**, 154~158 (1968).
- 7) Derjaguin, B. V., Yu. P. Toporov, and I. N. Aleinikova; Electroadhesive properties of Polymer Particles in Contact with the Photoc-conductor Surface, *J. Colloid Interface Sci.*, **54** (1), 59~68 (1976).
- 8) Dahneke, B.; The influence of Flattening on the Adhesion of Particles, *J. Colloid Interface Sci.*, **40** (1), 1~13 (1972).
- 9) Davies, D. K.; Charge generation on Dielectric Surfaces, *Brit. J. Appl. Phys.*, **2** (2), 1533~1537 (1969).
- 10) Elsdon, R., and F. R. G. Mitchell; Contact electrification of polymers, *J. Phys. D.: Appl. Phys.*, **9** (10), 1445~1460 (1976).
- 11) Fischer, J.; Pneumatic conveying of granular plastics, *Chem. Eng. Progress*, **58**, 66~69 (1962).
- 12) Fowler, J. F.; X-ray induced conductivity in insulating materials, *A236*, 464~480 (1956).
- 13) Gallo, C. F. and W. L. Lama; Some charge exchange phenomena explained by a classical model of the work function, *J. Electrostatics*, **2** (2), 145~150 (1976).
- 14) Garton, C. G.; Charge transfer from metal to dielectric by contact potential, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **7**, 1814~1823 (1974).
- 15) 洪公弘; 粉じん爆発について, 粉体工学研究会誌, **13** (12), 664~672 (1976).
- 16) Harper, W. R.; Contact and frictional electrification, Oxford Univ. Press (1967).
- 17) Hart, J., Y. M. Huang, and D. T. Schnitzler; The frictional charging of metals by a carbon dioxide spray, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **8**(16), 1941~1947 (1975).
- 18) 上滝具貞, 富田侑嗣, 湯晋一; 空気輸送における静電現象の研究紹介, 粉体工学研究会誌, **12** (3), 166~170 (1975).
- 19) John, W., G. Reischl, W. Devor, and J. J. Wesolowski; Investigation of particulate matter monitoring using contact electricity, EPA report 600/2-78-212 (1978).
- 20) 葛西昭成; 帯電基礎論の現状と将来, 静電気学会誌, **1** (1), 46~51 (1977).
- 21) Kittaka, S., and Y. Murata; A new system for measuring the charging tendency of solid particles, *J. Electrostatics*, **2**, 111~119 (1976).
- 22) Lowell, J.; Surface states and the contact electrofication of polymers, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **10**, 65~71 (1977).
- 23) 増田弘昭, 小松孝寛, 井伊谷鋼一; 被覆管内固気2相流の帯電, 化学工学論文集, **2** (5), 512~516 (1976).
- 24) Masuda, H., T. Komatsu, and K. Inoya; The static electrification of particles in gas-solids pipe flow, *A. I. Ch. E. Journal*, **22** (3), 558~564 (1976).
- 25) Masuda, H., and K. Inoya; Electrification of particles by impact on inclined metal plates, *A. I. Ch. E. Journal*, **24** (6), 950~956 (1978).
- 26) Nishitani, T., K. Yoshino, and Y. Inuishi; Electronic conduction in polyethylene induced by pulsed electron beam, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **15** (5), 931~932 (1976).
- 27) Powell, F., and B. W. Quince; The kinetics of impact in drop-weight experiments, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **5**, 1540~1553 (1972).
- 28) Peterson, J. W.; Contact charging between a

- borosilicate glass and nickel, J. Appl. Phys., 25 (4), 501~504 (1954)
- 29) Rose, G. S., and S. G. Ward; Contact electrification across metal-dielectric and dielectric-dielectric interfaces, Brit. J. Appl. Phys., 8, 121~126 (1957)
- 30) Savilonis, B. J., and J. S. Lee; Particle deposition in a charged aerosol flowing through a conducting tube, Trans. ASME: J. Fluid Eng., 100, 449~452 (1978)
- 31) 斉藤与四郎; 粉体流送パイプの静電帯電とその災害防止対策法, 計装, 16 (10), 41~47 (1973)
- 32) Shinohara, I., F. Yamamoto, H. Anzai, and S. Endo; Chemical structure and electrostatic properties of polymers, J. Electrostatics, 2, 99~110 (1976)
- 33) 田島泰幸; 化学工場における静電気災害とその対策, 化学装置, 17 (2), 30~39 (1975)
- 34) 田島泰幸; 静電気による粉じん爆発とその防止対策, 粉体と工業, 7 (2), 33~46 (1975)
- 35) Taylor, D. M.; Electron-beam charging of polyethylene terephthalate films, J. Phys. D: Appl. Phys., 9, 2269~2279 (1976)
- 36) 和田正信, 中野朝安; 固体電子工学, コロナ社 (1964)

特許一言メモ No. 15

特許を取得するには どれくらいの期間がかかるか

特許の出願書類(願書, 明細書, 図面など)を作るのに1週間から2ヶ月くらいかかる。次にこれを出願するが, 同時に審査請求をしておく, として2ないし4年くらいかかってやっと実際の審査にかかってもらえることになる。ここで拒絶理由通知書というのを受けると, 意見書や補正書などのやりとりで約1ないし2年は余計

にかかってしまう。そして幸いにも特許査定となり, 特許料を支払って, 登録され特許証が届くまでに3ないし6ヶ月はかかる。

したがって, スムーズに事が運んで3ないし5年はかかる。これは実用新案の場合も同じである。

なお, 審査請求を期限一杯の, 出願から特許なら7年, 実用新案なら4年というように引きのばすと, それに前記期間を加えたものになってしまう。また現在の公開制度により, 不利益を受けるときは, それを理由に優先審査請求のみちもある。(M, N生)

'79 アヘマを見て

彼谷 憲美*
Nohiyoshi Kaya

本年6月17日から23日まで西独フランクフルト市で開かれたアヘマに、当社はHOSOKAWA EUROPE LTDを通して新型分級機、スーパーセパレータを出展しました。会期前後の準備、実演、後始末を含めて、ホソカリヨーロッパ応援のため、研究所の横山所長と共に6月8日から30日まで、英国、西独へ出張しました。

私にとって初めての海外出張であり、いろいろな失敗談、貴重な体験など興味あることも多かったのですが、ここではアヘマを中心に印象を記します。

◎アヘマの印象

アヘマについては既に種々の雑誌に記事が載っており御存知の方も多いと思いますが、改めて紹介しますと、

Table 1 展示の内容(東畑;粉体と工業8月号より)

分 類	展示社数	展示場所
化学装置(含グループ)		
プラント開発,計画,建設	100	8I,13,14
機械的操作	330	6,7,8,13,F2~3
熱的操作	250	4,13,14,F1~3
ポンプ,圧縮機,弁,接手	350	5,5A,F2~3
包装機	90	3,F2
プラント,付属機器	140	5A,13,F2,F4
事故防止,工業安全,照明	10	10
実験技術(含グループ)		
実験装置(一般)	330	6I,6II,8I
光学,物理的測定,天秤	140	6III
測定,制御,オートメーション	260	1A,1C,2,2I
材料技術,材料試験	210	5,5A,9,13,14,F2,F4
原子力	20	8I
研究,教育,文献	110	1B,1BI,12

* I 2階, II 3階, III 4階, F屋外展示

* 細川粉体工学研究所

(〒573 枚方市招提田近1-9)

Tel. (0720) 57-3721

アヘマ(ACHEMA)はデヘマ(DECHEMA—西独化学工学会)が主催して3年毎にフランクフルト市で開かれる化学装置の展示会と技術会議の頭文字をとった略称です。

日本で言えば、化学プラントショーに相当しますが、化学装置プラントのほか、原子力機器、分析機器さらには実験室用の理化学器械も含めた化学関係の総合展示会で、大正9年にハノーバーで第1回が開催されて以来、19回目を迎える伝統ある、国際的な見本市です。

場所はフランクフルト中央駅近くの常設見本市会場で、行なわれ、この会場は東京湾の国際貿易センターの2倍余もある10万m²に及ぶ広大な面積を占め、毎年開かれるモーターショーでも有名な所です。

この会場のほぼ中央に位置した、当社のコマのある6号館まで西入口(Photo. 1)から歩いて10分余りもかかる程です。会期中、この長い道のりを、初めは他社の展示品をキョロキョロながめながら歩きましたが、毎日のことで次第に見飽きてくると、前をゆく女性を見つめながら歩くことが多くなりました。ヨーロッパでは後や横の裾が割れたスリットスカートが大流行で、目の保養にはなりましたが、足は結構、疲れました。(Photo. 2)

これ程、広い会場ですから、全部の展示品を、くまなく見ようと思えば、優に3、4日はかかります。天気の



Photo. 1 西入口からアヘマ会場を望む(前を行くのは、全て出展関係者)

Achema-Kongress-Stadt · Achema-Congress City · Cité des Congrès Achema

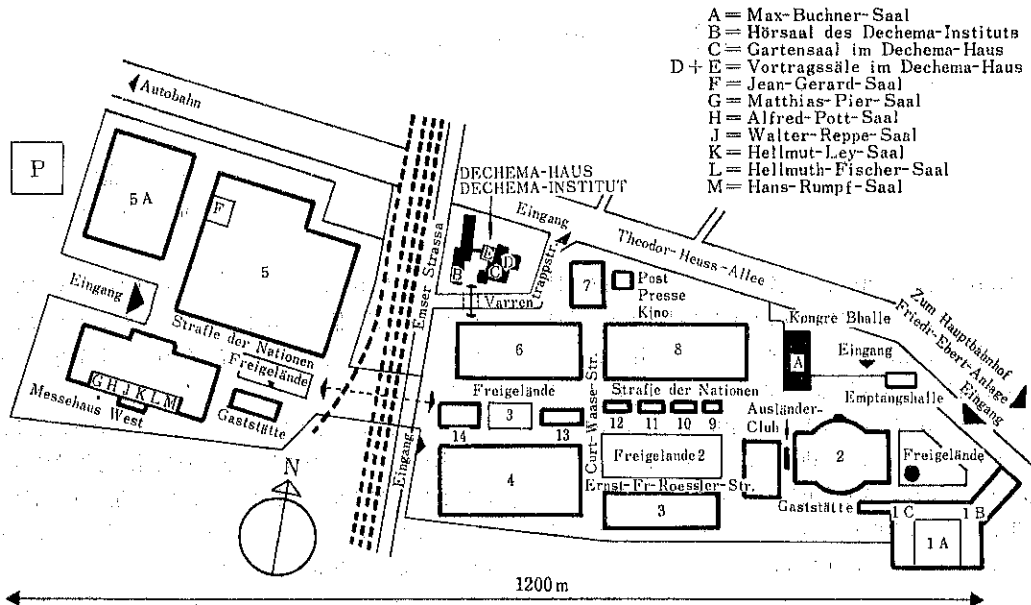


Fig. 1 会場の配置図 (当社のコマは、図中の6号館にあった)

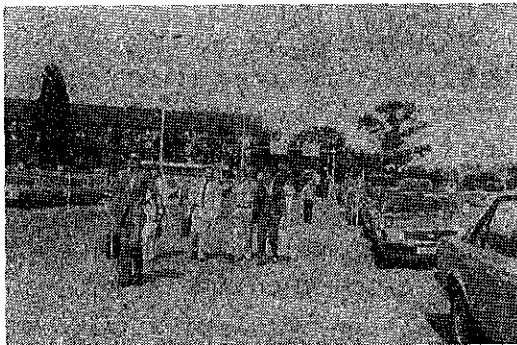


Photo. 2 各社のコマへ向かう展示担当者

良い日など、見学疲れした人々が、芝生の上で寝ころんでいる姿を、あちこちで見受けました。

この会場内には、レストランは勿論、外貨も取扱う銀行、郵便局、アヘマの記念品や、みやげ物、雑誌も売る売店、プレスセンター、旅行案内所、展示品のコンピュータ検索サービスを行う情報センターなどのサービス施設が整い、必要な用事は全て会場内で間に合うようになっており、かなりの人が利用して混雑していました。

出展参加国は地元の西独以外に、英国、スイスをはじめとする西欧諸国、アメリカ、カナダの北米国、ソ連、チェコなどの東欧圏、さらに日本、インド、イスラエルのアジア諸国など27か国に及び、出展品の約4/5が海外と

Table 2 国別展示グループ数

西ドイツ	1600	インド	7
イギリス	157	チェコ	6
スイス	131	ポーランド	5
フランス	94	スペイン	5
アメリカ	74	フィンランド	4
オランダ	60	イスラエル	2
イタリア	57	カナダ	1
ベルギー	26	アイルランド	1
オーストリア	26	ユーゴ	1
デンマーク	25	リヒテンシュタイン	1
スウェーデン	13	ノールウェイ	1
日本	11	ルーマニア	1
東ドイツ	10	ソ連	1
ハンガリー	8		

いう世界的なものです。

参観者は16万人と予想され、国籍も中国を含む80か国と、多彩で、サリーを着たインド婦人やターバンを巻いたアラブ人も時々、見かけました。

また日本からの参観者も多く、化学工学協会や日本粉体工業協会、あるいは雑誌社の視察団など多数参観されたようで、1日として広い会場内で日本人を見かけない日はなく、特に日本人は肌の色が違うので余計に目立

つのでしょうが、日本の国際進出もここまで来たかと、驚ろかされたものです。(この印象は、アヘマ出張の帰り、パリへ立寄ったときも感じました。もっとも、パリではベトナム系の人もいますので全部が日本人とは限りませんが。)

それにしても1日の入場料30DM(約3千円余)全期間通しての登録料168DM(約1万9千円)と相当高い金を払って世界各国から来るのですから、それだけ熱心な参観者が多かったと思います。

もっとも、手渡されるガイドブックや講演目録、さらに付録を含めると4~5kgの冊子となり、本文はドイツ語、英語、フランス語の3カ国語で書かれ、巻末の機種別索引はスペイン語、ロシア語も加えた5カ国語で検索可能であり、そのほか新製品だけを紹介したパンフレット、環境保全関係のパンフレットなど参観者の国際的便宜がはかられていることを考えれば、この値段になるのかもしれない。

ヨーロッパでは2、3カ国語を話す人も多く、ホソカワの現地(ドイツ)営業担当 Geburtig 氏(Photo. 3, 真中後向の人)も自国語のドイツ語のほか、英語、フランス語がツーツーでした。アルバイトで受付をしたオランダ女性(写真3)もオランダ語に英語、ドイツ語がペラペラで、彼らは流暢な英語で、一方の私はアヤフヤな英語で何とかしのいでいたのとは大違いでした。

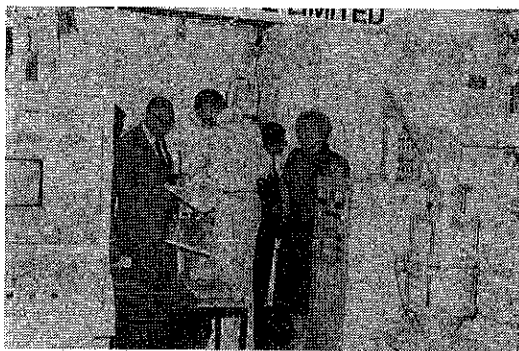


Photo. 3 当社のコマ風景(顧客に説明しているのが Geburtig 氏、奥に佐藤(功)マネジャー、その横が受付嬢)

しかしロンドン駐在の佐藤(光)氏や横山(豊)氏は英語、ドイツ語の2カ国語が堪能で、客先との応待も難なくスマートにこなしておられました。佐藤氏などは、会期中で横山氏と交代してロンドンへ帰任の際、先程の受付嬢を巧みなドイツ語でカキドキ、お別れに、キスしてもらったと聞いては、私も英語はもちろん、ドイツ語も自由に話せたら!と思わずにはいられませんでした。

出展された各社の展示機械は、化学装置に関する限り画期的な新製品といったものではなく、従来の主力製品を中心に展示している傾向で、どちらかと言えば、アヘマを新製品の広告宣伝の場ばかりでなく、有効な商談の場として考えているようで、ジックリと話し合いの出来るよう、機械の配置、インテリアなどに工夫をこらし、各社のコマは上品で落ちついた雰囲気のものが多かったようです。

したがって展示品の中には本や雑誌で見慣れた機械も結構、多く陳列されておりました。

しかし、どのメーカーも商談を強力に押し進めるべく、首脳陣を投入し、幹部あるいはトップエンジニアがコマに設けたカウンターでアルコール入りのグラスを片手に顧客と談笑している光景をみて、これがヨーロッパ風の見本市かとシミジミ思いました。

中には、私が考えて行き過ぎと思われるコマもあり、肩をアラワにロングドレスを着た若い女性を配して、チョットとした高級クラブ並みの雰囲気のものもありました。

当社の展示品は幸いにも多くの人の関心を集め、時によっては落ちついて商談する間もない程、混雑し活気がありました。

また、ホソカワヨーロッパから佐藤(功)マネジャーをはじめ King 専務、本社から細川社長(Photo. 4)横山研究所長がアヘマに参加されたことは、時宜を得た、有意義なことであったと思います。



Photo. 4 顧客に説明する横山(豊)氏と、細川社長(右)

◎スーパーセパレータの展示

当社の展示品は新製品のスーパーセパレータにマイクロンドライヤ、それにパウダーテストの3機種でした。パウダーテストとマイクロンドライヤはホソカワヨーロッパで用意され、特に問題はなかったようです。

スーパーセパレータは開発直後の新製品、しかも輸送コンテナの関係で横に寝かせて梱包、制御部にマイクロ

プロセッサを内蔵しており振動、熱や紫外線に弱い等の条件があり、西独へ輸出するには神経をつかいました。

安全のため、マイクロプロセッサとインターフェイスのボードは手荷物にして、飛行機に持ち込んで、運ぶようにしました。しかし手回り荷物が多くトランクに入らないので風呂敷に包んで運びました。海外旅行をする日本人は多くても、電子回路基板を風呂敷に包んで飛行機に乗り込んだ日本人は、そうザラにはいない筈と思います。

そのせいか、チューリッヒ、フランクフルト、パリの各空港で、係官に呼び止められ、その度に風呂敷を広げて下手な英語で中味を説明しなければなりませんでした。

展示の準備期間中は、朝7時開門、晩10時閉門で私達は朝8時頃から夜9時頃まで充分作業することが出来ました。アヘマの会場に着く前は、ドイツ人のことですから朝9時頃から夕方5時まで、昼休み1時間を除いて厳重に8時間作業しかできないのではないかと心配していましたが、大間違いで、私達が当社のコマに着き作業を始める頃は、多くのコマで既にトンカチと仕事の音が響いていました。また、まとまった昼休みはなく、売店で買った、かの有名なフランクフルトソーセージを中にはさんだパンとビール（日本のように手堅るに水がのめない）で簡単に昼食をすますと、即座に仕事にとりかかるといった具合です。

また、彼らは制服としての作業衣、作業帽がなく、各自が勝手に好みの服装で作業していました。中には上半身丸裸でジーパンの半スボン姿の人もありました。

ドイツ人には私の作業衣、作業帽（Photo: 5）が珍しいのか、アヘマの記念に作業帽を売ってくれと言われたこともありました。

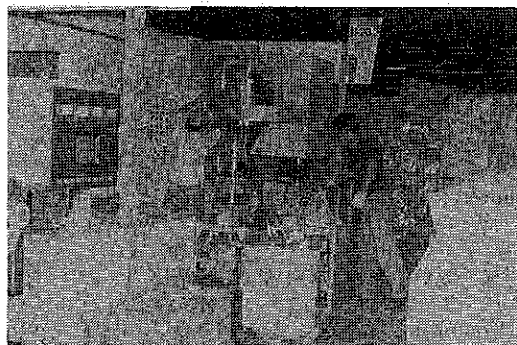


Photo. 5 作業中の佐藤(光)氏(右)と私(左)

簡単な昼食だけで12時間近くも働くドイツ人のタフネスの秘密は夕食にあります。私達も彼らに対抗すべく、毎日300g程のステーキとワインでスタミナを補給しま

した。向こうへ行かれた日本人の方の中には、ドイツ料理はまずいと言われる人もいますが、私の今回の出張を通しての経験では、おいしいものでした。もっともGeburtig氏がフランクフルトの美味なレストランだけを選んで案内してくれたのかもしれませんが……。

向こうのワインやビールは、日本の地酒に相当するもので、地方によって特産品があり、フランクフルトではヘニングガービールが有名でした。この醸造元はビールの外、工場内のサイロの屋上を展望台付のレストランにして経営しており、私達もこのレストランでドイツ料理を、充分賞味しました。（Photo. 6, 7）

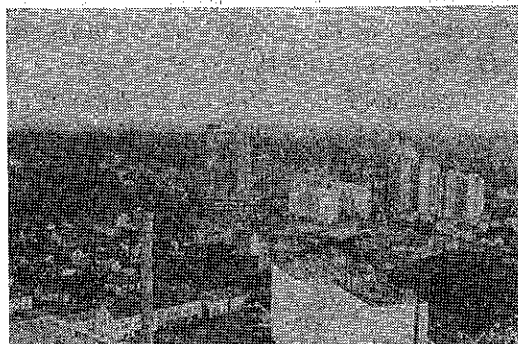


Photo. 6 ヘニングガータワーのレストランからビール工場の眺め（向こうに典型的なドイツ風の家屋が見える）



Photo. 7 同じくヘニングガータワーから展望（近代的アパートとホテルが建っている）

またフランクフルトでは、大衆的なアルコール飲料として、ビールのほか、アップルワインという飲物がありフランクフルトの下町へ飲みに行ったこともあります。（Photo. 8）

ドイツ人の食事は質素と一般に言われていますが、八百屋の店先には豊富な果物が並び、何よりも健啖家である証拠には、中年以後の女性の体つき（Photo. 9）を見れば、彼らのタフネスの源が何であるか判ります。



Photo. 8 フランクフルトの下町風景（向こうが下町のレストラン、街路にテーブルと椅子を置いている）



Photo. 9 八百屋の前を通り過ぎる女性（中年以後の女性は太めの人が圧倒的である）

スーパーセパレータ本体の方は輸送中についた錆やキズが多少ありましたが、実際に分級させて展示する計画

は首尾よく成功しました。

スーパーセパレータだけの引合いも1日平均で20~25件はあった程、当社のコマは連日、大勢の人がつめかけ盛況でした。

これには、実際の工業用機械にマイクロプロセッサを組合せ、粉体処理装置として自動運転させたこと、2~3 μm の微粉において分級が可能であるなどの秀れた特長を備えた分級機であることが注目されたものと思います。

ヨーロッパの某競合メーカの技術部長が、堂々と役職を告げ、分級機構について所長に質問に來たり、ロンドンで客先立会いの下でテストを早急にやってほしいと熱心に頼まれた客先もあり、応待に当ったホソカワヨーロッパの人や所長はテンテコ舞いの忙がしさでした。

アヘマを見て強く感じた点に、計測、分析機器の著しいコンピュータ化、しかもデータ、図形処理が進んでいる点でした。実際の工業用機械と組合せたものは高粘度液の攪拌装置以外見当らなかったようです。しかし、このコンピュータ化の波はいずれ全分野に及ぶことは確実であり、当社としても、更に改良を重ね、より使い易く、洗練された分級システムを追求してゆかねばならないと思います。

最後に、今回のスーパーセパレータのアヘマ展示のため御協力いただきました、(株)ホソカワインターナショナル、および滞在中色々とお世話下さった HOSOKAWA EUROPE LTD. の皆様方に、この紙面を借りて厚く、お礼申し上げます。

天然ゼオライトの特性と利用

Properties and Utilization of Natural Zeolite

高坂 彬夫*
Ayao Takasaka

1. はじめに

1756年、スウェーデンの鉱物学者 Cronstedt は銅の鉱石中から新しい結晶を発見した。この結晶は比較的低温でガラス化し、さらに含まれる水分の放出によって泡出つ現象がみられることから、ギリシャ語の沸とう (ζεω) と石 (λίθος) に因んで Zeolite (和名 沸石) という学名が与えられた。

ゼオライトは、化学的にはアルカリ土類金属を含む結晶性の含水アルミノケイ酸塩であり、天然に産するものと合成されたものがある。

ゼオライトの種類は多く、天然産ゼオライト34種類、合成ゼオライト約100種類が知られている。

主なる市販の合成ゼオライトを分類すると Table 1 のようになる¹⁾。

Table 1 Classification of synthetic zeolites

Name	Pore size (Å)	Main cations	Composition
A-type	Na-A 4	Na ⁺	Na ₂ O · Al ₂ O ₃ · 2 SiO ₂ · nH ₂ O
	K-A 3	K ⁺	Exchange Na ⁺ → K ⁺
	Ca-A 5	Ca ²⁺	Exchange K ⁺ → Ca ²⁺
X-type	Na-X 10	Na ⁺	Na ₂ O · Al ₂ O ₃ · 2.5 SiO ₂ · nH ₂ O
	Ca-X 8	Ca ²⁺	Exchange Na ⁺ → Ca ²⁺
Y-type	10	Na ⁺	Na ₂ O · Al ₂ O ₃ · 4.5 SiO ₂ · nH ₂ O
L-type	8	K ⁺	K ₂ O · Al ₂ O ₃ · 6 SiO ₂ · nH ₂ O
Mordenite	7	Na ⁺	Na ₂ O · Al ₂ O ₃ · 10 SiO ₂ · nH ₂ O
Chabazite	5	Na ⁺ , Ca ²⁺	Na ₂ O · Al ₂ O ₃ · 4 SiO ₂ · nH ₂ O

このうち、A型ゼオライトの結晶を Photo 1. に、X型ゼオライトの結晶を Photo 2. に示す。合成ゼオライトは天然ゼオライトに比べると分子ふるい効果が顕著であり、吸着能やイオン交換能も良好であるため、これらの

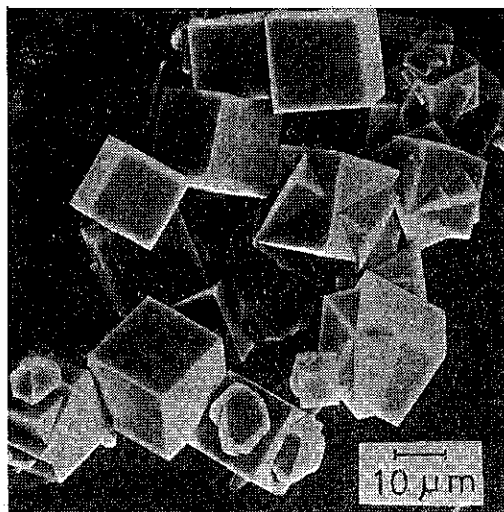


Photo. 1 Scanning electron micrograph of A-type synthetic zeolite.

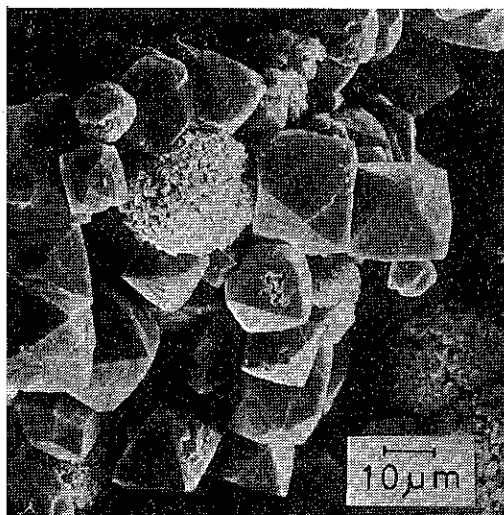


Photo. 2 Scanning electron micrograph of X-type synthetic zeolite.

* 山形大学工学部
(〒992 米沢市城南4丁目3-16)
Tel. (0238) 22-5181

物性や応用面について多くの研究が報告されている²⁾³⁾。

一方、天然ゼオライトは世界各地に産出するが⁴⁾、わが国で産出する天然ゼオライトは、火山ガラス類が長年、地下で荷重や熱水作用で変成したものであり、その主なるものは Clinoptilolite (クリノプチロライト) と Mordenite (モルデナイト) である。

筆者は、先に日本の代表的なゼオライトの一つである板谷産ゼオライトの特性と利用について報告⁵⁾したが、その後の進歩の状態を世界の天然ゼオライトを対象として述べる。

2. 産 出

天然ゼオライトは、マグマに關係して産出する場合と堆積岩中に産出する場合がある。

マグマに關係する場合は美しい結晶をなして産出する場合が多いが、その産出量は極めて少量であるため資源として利用することは困難である。

堆積岩中に産出する場合は続成作用によるものと塩湖堆積物として生成する場合に分類できる。

わが国は第三紀中新世の時代に酸性のマグマによる火山活動が活発であり、その時代に堆積した凝灰岩がゼオライト化したものが多い。

米国においては湖底堆積層中の火山ガラス層においてゼオライト化した資源が多く、その種類は Chabazite (菱沸石)、Clinoptilolite、Erionite (エリオナイト)、Mordenite、Phillipsite (十字沸石) などである⁶⁾⁷⁾。

現在、わが国の天然ゼオライトの採掘状況は Table 2 の通りであり、その総量は約7万トン/年と推定される。

Table 3 は、わが国の代表的な天然ゼオライトの一つである板谷産ゼオライト (Photo 3) の生産の推移を示したものである。板谷ゼオライトは1964年に遡る⁸⁾⁹⁾によって地質および鉱物学的研究が行なわれ、1966年から

Table 3 Production of Itaya-zeolites

Year	S G W	Hi-Z	Total
1966	3600		3600
1967	3200		3200
1968	13200		13200
1969	17100		17100
1970	32600		32600
1971	33300	(40)	33300
1972	36200	2700	38900
1973	38700	4800	43500
1974	33000	4200	37200
1975	31500	5100	36600
1976	32200	4700	36900
1977	26700	4400	31100
1978	22100	7600	29700

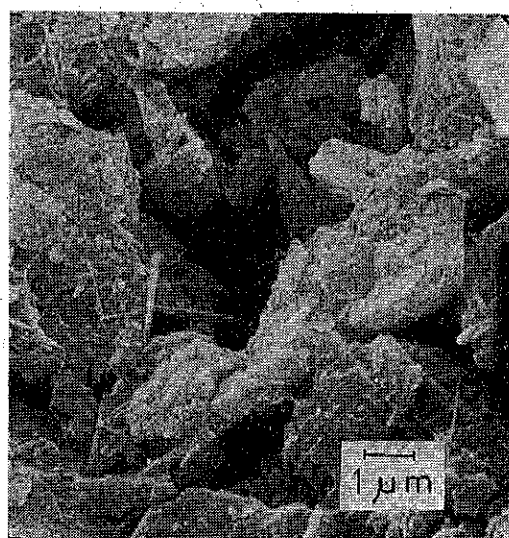


Photo. 3 Scanning electron micrograph of clinoptilolite from Itaya.

Table 2 Zeolite mines in Japan

Mine	Prefecture	Zeolite
Osiyamanbe	Hokkaido	Clinoptilolite
Futatui	Akita	Clinoptilolite
Yasawagi	Akita	Clinoptilolite Mordenite
Itado	Akita	Mordenite
Itaya	Yamagata	Clinoptilolite
Shiroishi	Miyagi	Mordenite
Ten'ei	Fukushima	Mordenite
Maji	Shimane	Mordenite
Iwami mine	Shimane	Clinoptilolite

ジークライト化学産業KKによって乾式法を用いた本格的な生産が行なわれるようになった。1971年には湿式法を用いた試験操業が行なわれ、1972年から湿式法も本格的な生産に入った。

1978年度には、乾式、湿式総計で約3万トンの製品が出荷されている。

なお、現在天然ゼオライトを生産している国は、わが国をはじめ米国、イタリア、ハンガリー、ブルガリア、ユーゴスラビア、メキシコ、ドイツ、韓国などであり、その総量は30万トン/年に達するものと推定される。

3. 精 製 法

世界の天然ゼオライト製品の大部分は乾式法によって製造されている。Fig. 1 は板谷産ゼオライトの乾式精製プロセスのフローシートである¹⁰⁾。

天然ゼオライト中には、蛋白石、石英、長石、有機物

などの不純物を含むため、これらをできるだけ除去し、製品の純度および白色度を向上させることが試みられている。Fig. 2 は、板谷産ゼオライトの湿式精製プロセスのフローシートである。また、Photo 4~Photo 12 にその主なる設備を示した。なお、これら精製法についての詳細はすでに報告したので省略する¹¹⁾。

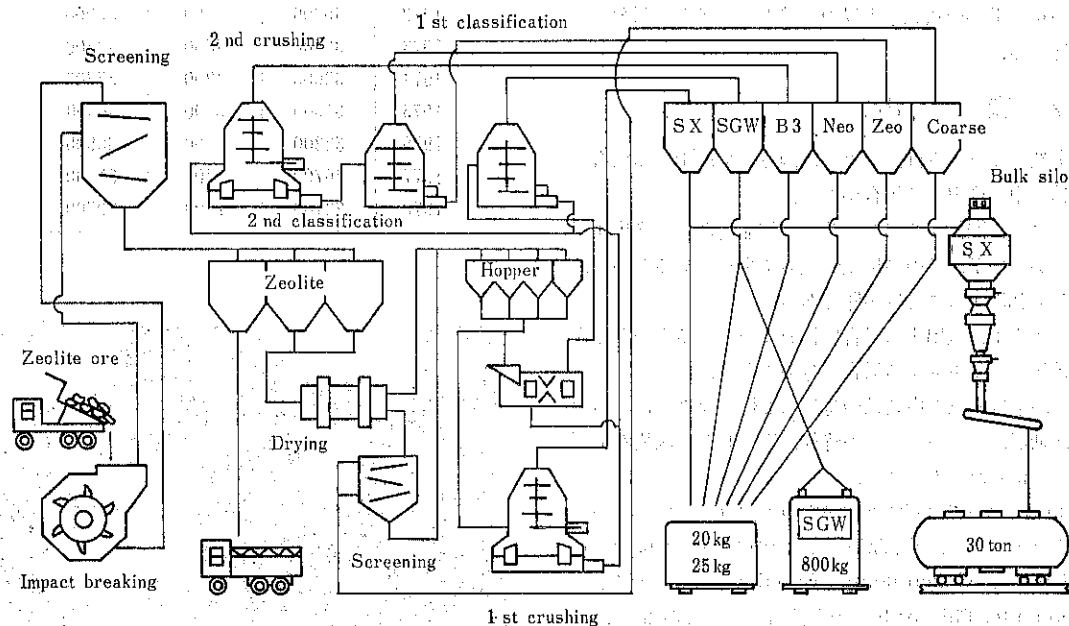


Fig. 1 Flow sheet of the S G W production process.

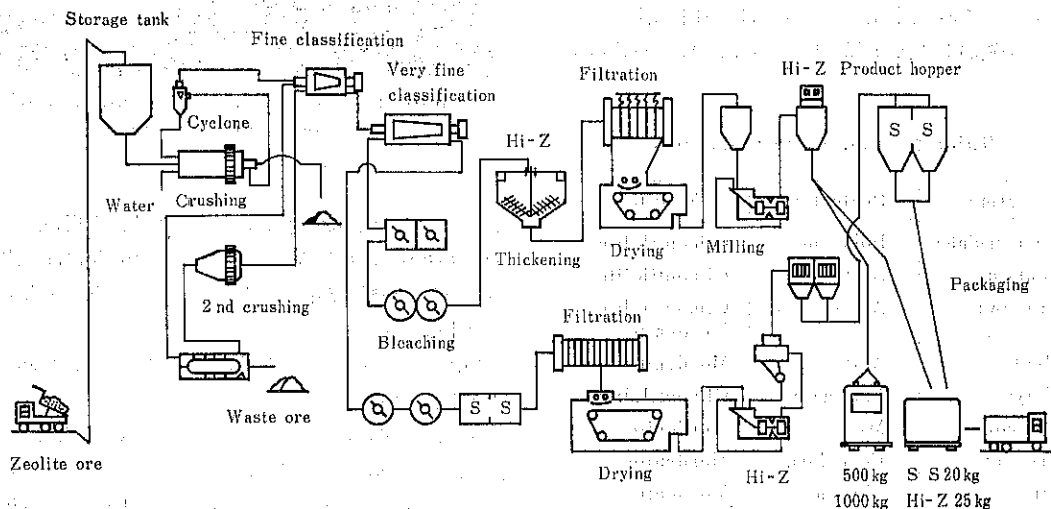


Fig. 2 Flow sheet of the Hi-Z production process.



Photo. 4 Clinoptilolite mine of Itaya,
Yamagata Prefecture.

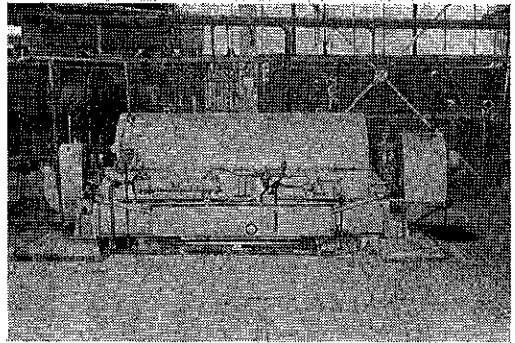


Photo. 7 Centrifuge.

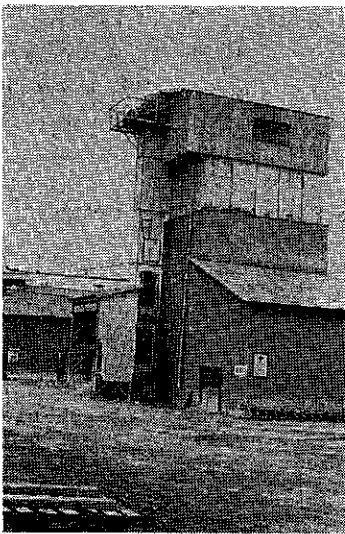


Photo. 5 Ore storage.

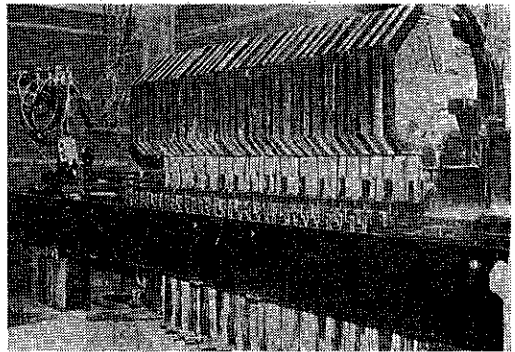


Photo. 8 Filter press.

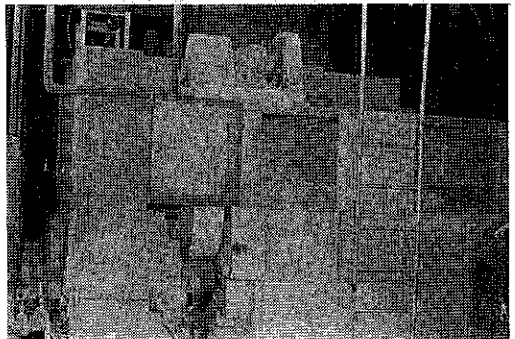


Photo. 9 Conveyor dryer.

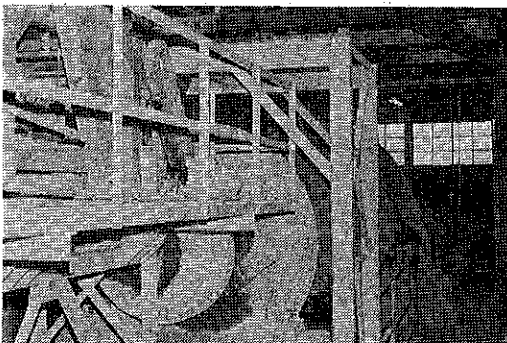


Photo. 6 Tube mill.

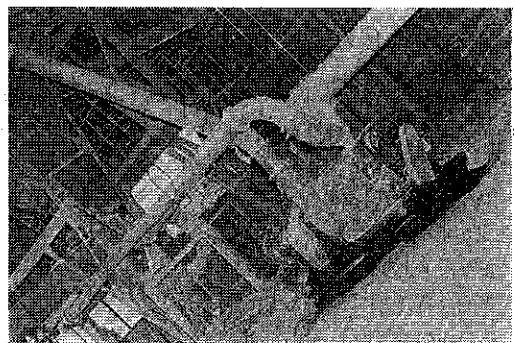


Photo. 10 Mill.

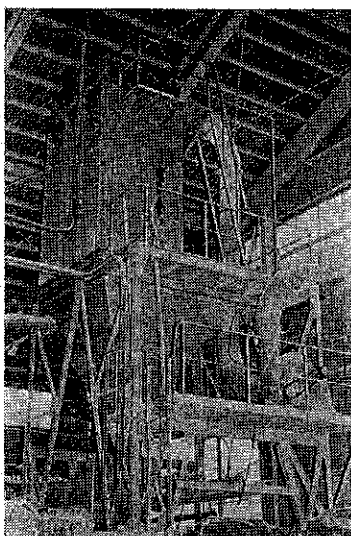


Photo. 11 Bag filter.

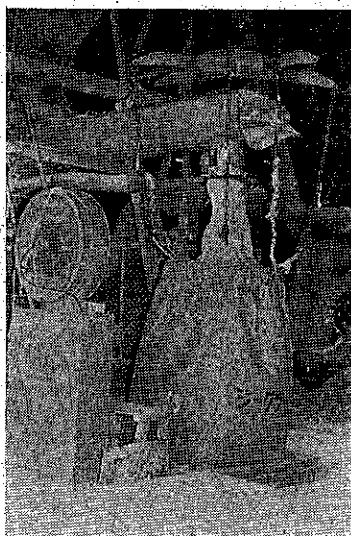


Photo. 12 Packer.

4. 天然ゼオライトの特性

天然ゼオライトの諸性質については近年詳細に報告されている⁴⁾。本紙では、わが国の代表的なゼオライトの一つである板谷産ゼオライト製品の記述にとどめる。

天然ゼオライトの乾式製品 (SGW) の代表的な特性を Table 4 に示す。

また、天然ゼオライトの湿式製品 (CZ, Hi-Z, SS) の代表的な特性を Table 5 に示す。

その他の諸特性は、用途と関連づけて5.において述べる。

Table 4 Properties of dry treatment zeolites

		SGW	SGW-B ₂	Neo-Z	Coarse
Particle size	+15 μ m			<30%	0.5~1 mm
	+10 μ m	<20%	<30%		1~3 mm
	-10 μ m			>40%	3~5 mm
	-5 μ m	>55%	>35%		10~30 mm 30~50 mm
CEC (meq/100g)		140~150	130~150	120~130	130~150
H ₂ O (%)	Zeolite	5~7	5~7	~7	<10
	Free	0	0	0	<3
Whiteness (%)		>73	>68	>63	
pH		7~9	7~9	7~9	
Bulk density (g/cm ³)		0.20~0.25	0.25~0.30	0.30~0.40	0.65~0.95
Chemical composition (%)	SiO ₂	71~74			
	Al ₂ O ₃	11~12.5			
	Fe ₂ O ₃	1.1~1.5			
	CaO	1.0~1.2			
	MgO	0.3~0.5			
	Na ₂ O	2.5~3.0			
	K ₂ O	2.5~3.5			
	Ig. loss	6.5~8.5			
Packaging style	3 P PB 25 kg		3 P PB 25 kg	3 P PB 20 kg	
	FB 800 kg			PEB 20 kg	

PB=Paper bag FB=Flexible bag PEB=Poly ethylene bag

Table 5 Properties of wet treatment zeolites

		CZ	Hi-Z	SS	Coarse
Particle size	+15 μ m		<5%	<5%	0.5~1 mm
	+5 μ m	<3%			1~3 mm
	-5 μ m		>55%	>75%	3~5 mm
	-2 μ m	>80%			
CEC (meq/100g)		145~150	140~150	120~130	130~150
H ₂ O (%)	Zeolite	7~8	13~15	7~8	5~7
	Free	0	6~7	1~2	0
Whiteness (%)		>88	>83	>73	
pH		3~4	3.5~4.5	4.5~5.5	
Bulk density (g/cm ³)		0.1~0.5	0.25~0.3	0.15~0.2	0.65~0.75
Chemical composition (%)	SiO ₂	72~73	72~73	72~74	72~73
	Al ₂ O ₃	11.5~12	11.5~12	11.5~12	11.5~12
	Fe ₂ O ₃	<0.5	<0.7	<2.5	<1.2
	CaO	<1	<1	<0.9	<1.2
	MgO	<0.8	<0.8	<0.7	<0.7
	Na ₂ O	2~2.5	2.5~3.0	1.5~2	2.5~3
	K ₂ O	3.5~4	3~3.5	2.5~3	2.5~3
	Ig. loss	7.5~8	6.5~7.5	7~7.5	7~8
Packaging style	3 P PB 10 kg		3 P PB 25 kg	3 P PB 20 kg	3 P PB 20 kg
			FB 1000 kg		PEB 20 kg

5. 用 途

天然ゼオライトの用途を大別すると

- (1) ガス吸着およびイオン交換などの特性を利用したもの

- (2) 充てん材として利用するもの
 - (3) 他の化合物と混合したり溶融してセラミックを製造するもの
 - (4) その他
- などに分類される。

以下、これらの主なる利用法について考察してみよう。

5.1 吸着特性の利用

(1) 真空凍結乾燥

焼成した天然ゼオライトは合成ゼオライトと同様水蒸気を強力に吸着する性質がある。

例えば、PSA法 (Pressure Swing Adsorption method) を利用して常温の大気中の水蒸気を脱着すると -55°C 程度の露点まで乾燥できる。このように、天然ゼオライトの水分の吸着力は強いが、その吸着量は12wt%程度と少なく再生温度が 400°C と高いため、従来、乾燥剤としてはあまり用いられなかった。しかし、近年、シリカゲルの価格が高騰してきたので、シリカゲルの用途の一部を安価な天然ゼオライトで置き換えることが試みられている。

筆者らは天然ゼオライトの水蒸気吸着特性を食品の真空凍結乾燥プロセスに利用することを試み、乾燥時間の大幅な短縮化に成功した¹²⁾¹³⁾。Fig. 3 は使用した真空凍結乾燥装置の概略である。

(2) 酸素、窒素およびメタンの製造

1977年、日本における工業ガス生産量のうち968万トンが酸素で493万トンが窒素である。酸素ガスの生産量は全ガス量の63.5%、窒素ガスは32.2%に達している。このうち、酸素ガスは、将来、1) 廃水処理、2) 都市ゴミ処理、3) 石炭のガス化、4) 製紙工業、5) 醗酵工業、6) 湖沼、河川の浄化、7) 原子力製鉄などへの利用が期待できる¹⁴⁾。このため、従来の深冷分離に頼っていた酸素の製造法を他の経済的な方法に切り換えていく必要がある。

ゼオライトは常温で酸素より窒素を選別的に吸着する性質があるので、この特性を利用して空気中の酸素を濃縮することができる。

米国においては、“Lindox” PSA 酸素発生装置が開発され、水処理用の Unox システム中に組み入れられている¹⁵⁾。その一例として日産30トンの酸素 (純度95%) を生産し、活性スラッジ法に利用されている。モルデナイトは、合成の Ca-A 型ゼオライトに競走できる天然ゼオライトであるが、クリノプチロライトや菱沸石も使用できる。

わが国では改質モルデナイトを使用した大阪酸素の酸素自動濃縮装置 “Daxon”¹⁶⁾ や板戸ゼオライト (主成分モルデナイト) を使用したキャタラ工業の酸素発生装置⁹⁾がある。

筆者らは、板戸産天然ゼオライト、改質モルデナイト、合成ゼオライトを使用して空気中の酸素を濃縮する

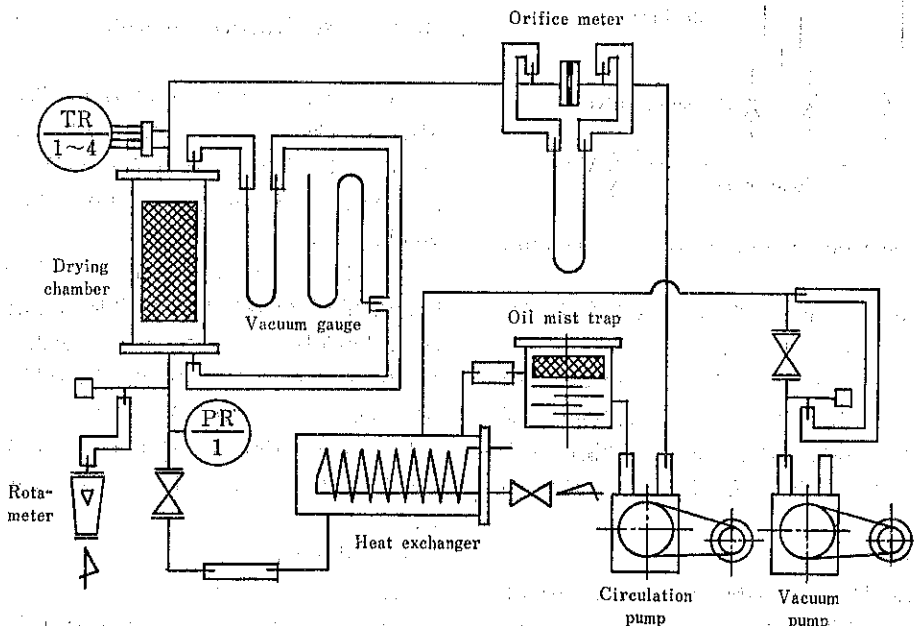


Fig. 3 Schematic diagram of vacuum freeze drying of food by using zeolite.

小型酸素発生装置について研究した^{17)~19)}。その原理を Fig. 4 に示す。原料の空気を無給油式小型コンプレッサーで圧縮し水分を除去した後、ゼオライト充填てん塔の一番下に供給する。充填てん塔では、水分、窒素が吸着された後、酸素が取り出される。一定時間後、自動的に原料空気は次のゼオライト充填塔に切り換えられ、前の塔の圧力を常圧にもどして吸着物を脱着しゼオライトを再生する。製品およびパージ中の酸素濃度は、燃料電池をセンサーとする酸素濃度計で測定した。合成ゼオライト 5A (Ca-A型) を使用すると酸素濃度 95% までの富酸素空気を得ることができる。400°C で焼成した板谷産ゼオライトを利用すると 2 塔式でも濃度 50% 程度の富酸素空気を得ることができる。

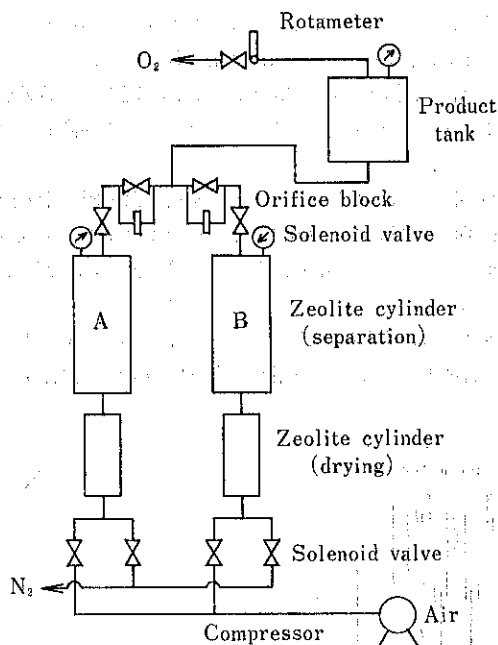


Fig. 4 Schematic diagram of oxygen generator.

また、PSA 法を用いて空気中の窒素を濃縮し純度 99.9% の窒素が得られている¹⁹⁾。

クリノプチロライトがメタンをほとんど吸着しない性質を利用して、下水処理場などのメタン発酵施設や石油化学工場などから発生する低濃度メタンを濃縮して燃料などとして利用することが北海道工業試験場で開発されている。

(3) 太陽熱の利用

最近、石油の供給不安から他のエネルギー源が見なおされてきた。D. I. Tchernev²⁰⁾ は、クリノプチロライト、エリオナイト、菱沸石の水分を太陽熱を利用して加

熱脱着し、その浸漬熱を暖冷房に利用することを試みている。

試験装置によると 5040 kcal/日 の入熱があると、2268 kcal/日 を冷房に使用することができる。また、18.58 m² の屋根に 1 トンのゼオライトを用いると 1 トンの空調をすることができる。通産省の試算（都市ガス換算）によるとゼオライトを使用しない太陽熱利用装置の償却年数は給湯型で 6~7 年、給湯・暖房型で 20 年、給湯・暖房・冷房型だと 22 年ほどかかるという²¹⁾。今後、石油価格が上昇すれば、それだけ償却年数が短くなるが、天然ゼオライトを用いた熱回収システムは 10~12 年である。若しこの熱回収システムが成功すると天然ゼオライトの年間需要は急増するものと考えられる。

筆者らは、種々なる条件下で天然ゼオライトおよび合成ゼオライトの浸漬熱を測定し、ゼオライトが太陽熱を吸収する熱媒体として有効であるか否かを検討中である²²⁾。

(4) 排水処理

天然ゼオライトは特に陽イオンを交換する性質がある。

例えば、クリノプチロライトの陽イオン交換の選択性は、Cs>Rb>K>Na>Sn>Li および Pb>Ag>Cd~Zn~Cu>Pb、Pb の交換率は 80%、Cd、Cu および Zn の交換率は 20% と報告されている²³⁾²⁴⁾。

筆者らは、板谷産ゼオライトに対する H⁺、NH₄⁺、Ca²⁺、Cd²⁺、Cu²⁺、Hg²⁺、Mg²⁺、Ni²⁺、Pb²⁺、Cr⁶⁺ などの吸着について研究した²⁵⁾²⁶⁾。これら陽イオンの常温における吸着等温線は Freundlich 型であらわされる。

モルデナイトへのイオンの親和力の順位は Cs>K>NH₄⁺>Na>Ba>Li である。また、pH 4~7 の範囲での Na- および NH₄- モルデナイトへの陽イオンの選択性は、NH₄⁺>Na⁺>Mn²⁺>Cu²⁺>Co²⁺~Zn²⁺>Ni²⁺ である²⁷⁾。

天然ゼオライトのこれら陽イオン交換特性を利用し、原子力発電の際の放射性廃棄物の処理²⁸⁾、海洋、湖沼の富栄養化の原因の一つとなる NH₄⁺ の除去、土壌改良などのための重金属イオンの除去などに応用することは興味深い。しかし、これらの陽イオンを吸着したゼオライトを二次公害の起らぬよう処理することは重要な課題である。天然ゼオライトは陰イオンをあまり吸着しない。

(5) 染料の吸着

天然ゼオライトは酸性およびアルカリ性染料を吸着する性質がある。Fig. 5 は Astrason Blue BG および Xylene Brilliant B の 16°C における等温吸着を測定

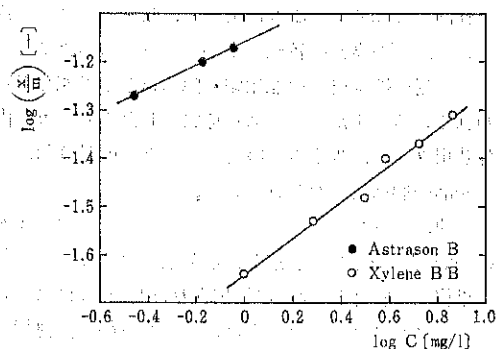


Fig. 5 Adsorption curves of dyes by clinoptilolite from Itaya.

した結果である²⁹⁾。

これらの染料の天然ゼオライトへの吸着現象は、ほぼ Freundlich の式で整理することができる。染料を吸着したゼオライトは焼成すると脱色できる。この性質は染色排水処理プロセスの吸着剤としてゼオライトが使用できる可能性を示している。

磯ら³⁰⁾は、宇都宮産大谷石（主成分、クリノプチロライト）と水酸化アルミニウムスラッジを併用して中小染色工場向けの排水処理装置を開発している。

アルミニウムスラッジおよびゼオライト系脱色剤は、染料の種類により選択性があり、一般にカチオン、反応性染料は完全に脱色されないの、最終段階で活性炭処理を併用すると効果的である。

(6) 触 媒

天然ゼオライトを未処理のまま触媒として使用することはあまり期待できないが、 $\text{SiO}_2\text{—Al}_2\text{O}_3$ 系触媒として有効な場合もある。

トリメチレンジアミンとグリセリンの反応に板谷産ゼオライトを未処理のまま触媒として使用すると 315°C で約65%の収率で2-メチルヘキサヒドロピリミジンを得ることが報告されている³¹⁾³²⁾。

酸処理したクリノプチロライトは芳香族炭化水素を吸着することが知られており、また、酸処理またはアルカリ処理したクリノプチロライトは、水素化、脱水素、脱アルキルに対して有効である。

この他、パラフィン類のクラッキング、原油の脱ろう、トルエンのベンゼンおよびキシレンへの不均化、ブタンの異性化の触媒として有効である。

クリノプチロライトをA型の合成ゼオライトと混合するとCo触媒的な作用をする。クリノプチロライトは、異性化、アルキル化、水素化、水素化脱硫法に使用する貴金属、遷移金属触媒を分散させるマトリックス材料としても有用である。

5.2 充てん材としての利用

(1) プラスチック充てん材

天然ゼオライトは、すでに中質紙および上質紙の充てん材として利用されているが³⁾、プラスチックの充てん剤として使用することも試みられている。筆者は板谷産天然ゼオライトの湿式精製品（商品名CZ）を塩化ビニル樹脂に添加することを検討した。塩化ビニル樹脂（SS-110S）100 g、可塑剤（DOP）50 g、安定剤（TCS-9）5.5 g、CZ 10 gの配合物より試作したビニルシートの特性についての測定結果はTable 6の通りであり、混練性、着色度、熱安定性、加熱変化は良好であった。しかし、焼成カオリンのように電気絶縁向上材としての効果は期待できない。

Table 6 Properties of Itaya zeolite-vinyl chloride compound

Sample	Properties of blending	Colour of sample	Stability on heat (min)	Colour change on heating	Volume electric resistance ($\Omega\cdot\text{cm}$)		Degree of electric resistance up (—)	
					30 °C	60 °C	30 °C	60 °C
Itaya—zeolite	○	□	240	○	2.4×10^{13}	2.5×10^{12}	1.09	3.42
Itaya—zeolite (350°C, 60 min)	○	○	300	○	2.4×10^{13}	1.9×10^{12}	1.09	2.60
Itaya—zeolite (800°C, 60 min)	○	○	300	○	2.3×10^{13}	1.5×10^{12}	1.05	2.05
Clay 33	○	○	240	○	2.1×10^{14}	2.2×10^{13}	9.55	30.14
Blank	○	○	—	○	2.2×10^{13}	7.3×10^{11}	1	1

○ Very good □ Good

メラミン-ホルムアルデヒド樹脂のフィラーとしてモルデナイトを40%, ポリプロピレン樹脂に50%程度までクリノプロクロライトを添加することが試みられている³⁰⁾。充てん剤としては粒径が小さく、白色度が高いことが要求されている。

(2) 洗剤のビルダー

合成洗剤、肥料、飼料、食品などに含まれているリン化合物は、使用後海洋の富栄養化をもたらし、 NH_4^+ などと赤潮の原因となる。このため、米国、ドイツなどにおいてはリン酸塩の使用が規制されている。わが国でも日本工業規格(JIS)で洗剤中の P_2O_5 を明記することを義務づけられているが、業界の自主規制は10%以下である³³⁾。

1976年のトリポリリン酸ナトリウムの全世界の生産量は280万トンといわれているが、最近、合成洗剤中のリン酸塩を少なくし、火山性粘土からつくられたゼオライトを添加したものが商品化されている。(例えば水沢化学のシルトンB)その添加量は無リン洗剤で17%, 低リン酸塩のもので15~5%である。リン酸塩の働きは、

- 1) 水の硬度を軟化する
- 2) 泥などの固形分を分散する
- 3) 酸性の汗や脂を中和する
- 4) 繰り返し洗濯による再汚染を防止する
- 5) 粉末の流動性を良好にする

などの特徴を有するが、ゼオライトで代用できるのは1)と5)だけといわれている³⁴⁾。したがって、この方面のゼオライトの需要は、消費者が洗浄力が従来の合成洗剤よりも若干低下しても赤潮対策に協力するためにゼオライト入りの洗剤を使用するか否かの判断にかかっている。

5.3 セラミックス材料としての利用

(1) 建 材

クリノプロクロライトに硫酸アルミニウムを吸収させ、これを600°Cで仮焼したものをドロマイトプラスターあるいは消石灰に適量配合することにより、無収縮で強度の大きい自硬性プラスターを得ることができる。

また、天然ゼオライトの発泡性を利用し、セメント、焼石膏、石灰、ドロマイトプラスターなどとの軽量発泡硬化体の試作研究も行なわれている。

5.4 そ の 他

シラスにドロマイト(苦灰石)を30~45%配合し、1,350~1,450°Cで電気熔融した後、巻き取るか、吹製装置で分散し連続的に綿状のガラス繊維が製造されている。

これは、1,200°Cの温度にも耐え、耐アルカリ性も優れている。この繊維の特徴を生かしてガラス繊維補強セメント、耐火被覆材、船舶用耐火隔壁材などの開発が行なわれている。また、シラスを原料とした赤レンガ、内装外装用タイル、吸音板、吸音ブロック、軽量骨材、ガラス製品の製造も行なわれている。

この他、シラスパーライトにサトウキビアルコール製造の廃液を含浸させて製造した商品名“コーキライト”は、果樹、野菜、園芸などに使用されはじめられている。

また、クリノプロクロライトは、ペイント顔料、無機合成用原料、化成肥料コーティング材、配合飼料助材、クレンザー用原材料、廃油および流出油処理材、育苗、培養土材、ガス吸着・脱臭剤などその利用はますます広がっている。

6. おわりに

わが国は天然ゼオライト資源に比較的恵まれている。その上、国土が狭隘、交通が比較的便利のため資源の調査も迅速に進み、その物性を有効に利用する開発研究も各国に先がけて進められている。しかし、さらに高度な利用を図るためには、合成ゼオライトには見られないような特異な物理化学的諸性質の解明が必要であるように思われる。

また、合成ゼオライトをはじめ各種の材料と複合使用するユニークな開発も重要である。

本稿を草するにあたり、貴重な資料を提供された、ジークライト化学鉱業をはじめ関係各社に感謝の意を表わす。

文 献

- 1) 三浦正道, 辻内孝文, 森下悟, 深沢豊昭: 合成ゼオライトの性状, 東洋曹達研究報告, 21, [2], 89~106 (1977).
- 2) Donald W. Breck: Zeolite molecular sieves, John Wiley & Sons. (1974).
- 3) Jule A. Rabo: Zeolite chemistry and catalysis, American Chemical Society (1976).
- 4) L. B. Sand & F. A. Mumpton: Natural zeolites occurrence, properties, use, Pergamon press (1978).
- 5) 高坂彬夫: 板谷産ゼオライトの特性と利用, 粉砕, [20], 127~142 (1975).
- 6) 小泉光恵, 上田 智: ゼオライト—その組成と構造—, 化学, 30, [11], 856~864 (1975).
- 7) 小泉光恵, 上田 智: ゼオライト—自然界での生成と実験室での合成—, 化学, 30, [12], 957~965

- (1975).
- 8) 湊 秀雄, 高野幸雄: Potassium clinoptilolite の産出について, 粘土科学, 4 [1], 1~11 (1963).
 - 9) 湊 秀雄: ゼオライトの応用—資源とその利用—, セラミックス, 10, [12], 941~957 (1975).
 - 10) ジークライト化学産業株式会社: 製品のできるまで (カタログ), (1978).
 - 11) 遠藤二男, 木村義行, 後藤秀雄, 高坂彬夫: 天然ゼオライトの湿式精製とその特性, 化学工学協会, 第40年会研究発表, 要旨集, 454~455 (1975).
 - 12) 高坂彬夫, 松田良弘, 鈴木正良: 天然ゼオライトの水蒸気吸着と真空凍結乾燥プロセスへの利用, 化学系学協会連合東北地方大会, 化学工学要旨集, 1~2 (1975).
 - 13) 高坂彬夫, 松田良弘: ゼオライトを用いた食品の真空凍結乾燥, 材料, 26, [288] 823~826 (1977).
 - 14) 三浦幸一郎: 酸素利用の現状と展望, 化学工業, 30, [1], 68~71 (1979).
 - 15) 高橋一太: 排水処理における酸素の利用, 化学工学, 42, [9], 506~510 (1978).
 - 16) 大阪酸素工業株式会社: ゼオハープを使った吸着式酸素自動濃縮装置 (カタログ).
 - 17) 高坂彬夫, 松田良弘: 小型圧ガスイング法を利用したゼオライトによる空気中の酸素の濃縮, 第16回粉体に関する討論会, 要旨集, 115~117 (1978).
 - 18) 高坂彬夫, 松田良弘: ゼオライトによる空気中の酸素の濃縮, 化学工学協会第44年会, 要旨集, 281~282 (1979).
 - 19) 高坂彬夫, 松田良弘: 板谷産ゼオライトによる富酸素空気の製造, 材料, 28, [312], 794~797 (1979).
 - 20) D. I. Tchernev: Solar energy application of natural zeolite, Natural zeolites 479~485 (1978).
 - 21) 読売新聞: ソーラーシステム—太陽熱利用の出番 昭和54年6月5日
 - 22) 高坂彬夫, 遠藤正美, 松田良弘: 水晶温度センサーを使用したゼオライトの浸漬熱の測定, 第17回粉体に関する討論会, 要旨集, 123~125 (1979).
 - 23) N. F. Chelishchev, Berenshtein T. A., Gribanova N. K. and Martynova N. S.: Ion exchange properties of clinoptilolite, Dokl. Akad. Nauk. SSSR, 210, 110~112 (1973).
 - 24) N. F. Chelishchev, Marynova, N. S., Fakina, L. K. and Berenshtein, B. G.: Ion exchange of heavy metals on clinoptilolite, Dokl. Akad. Nauk. SSSR. Chem Phys. 217, 1140~1141 (1974).
 - 25) 高坂彬夫, 佐藤 実, 奥山 崇, 松田良弘: 天然ゼオライトによる NH_4^+ , Cu^{2+} および Cd^{2+} の吸着除去, 第15回粉体に関する討論会, 要旨集, 11~13 (1977).
 - 26) 高坂彬夫, 佐藤 実, 奥山 崇, 松田良弘: 板谷産ゼオライトによる H^+ , NH_4^+ , Cu^{2+} および Cd^{2+} の除去, 材料, 27, [298], 628~631 (1978).
 - 27) R. M. Barrer, and Townsend, R. P.: Transition metal exchange in zeolites, Part 1, Thermodynamics of exchange of hydrated Mn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} and Zn^{2+} ions in ammonium mordenite, J. Chem. Soc. Faraday Trans. 1 72, 661~673 (1976 a).
 - 28) 菅野卓治: 放射性廃液とその処理—ゼオライトを用いた一つの試み, 表面, 15, [8], 458~466 (1977).
 - 29) 高坂彬夫, 三塚史彦: 天然ゼオライトの染料吸着, 未発表.
 - 30) 磯 文夫: 建材など材料への応用および排水処理への応用, 第3回ゼオライトセミナー資料, 65~76 ジャパンリサーチ コーポレーション (1976).
 - 31) 岡田寿太郎, 中野功一, 土屋裕弘, 塚本豊久: 充填層反応装置によるトリメチレンジアミンとエチレングリコールの気相反応, 薬学雑誌, 95, [10], 1191~1197 (1975).
 - 32) 土屋裕弘: ヘキサハイドロピリミジン類, ピリミジン類の気相合成反応に関する研究, 京都大学薬学部学位論文, 31 (1977).
 - 33) 中沢忠久, 小川政英: 合成洗剤用ビルダーとしてのゼオライト, 化学と工業, 31, [2], 109~112 (1978).
 - 34) 読売新聞: 無リン洗剤, 昭和54年5月24日

バグフィルターの払落し

椿 淳一郎*

Jun-ichiro Tsubaki

1. はじめに

バグフィルターは乾式電気集塵装置とともに、特に微粉の集塵効率が他の装置に比べて高く、乾式であることから高性能集塵装置として広く用いられている。また電気集塵装置と比較した場合、機構が簡単である上に集塵性能が安定している¹⁾という優れた特徴を持っている。バグフィルターの性能は一般に集塵性能と払落し性能に大別され²⁾、圧損、捕集効率、濾布寿命³⁾のパラメータによって評価されている。またバグフィルターは、一般に払落し方法によって分類されている。以上のことから、バグフィルターによる集塵において払落しの重要性をうかがい知ることができる。また、バグフィルターの技術的課題^{4),5),6)}として、高温、高湿、腐蝕性ガスの集塵、高速通過、払落し直後の排出濃度を下げること、高性能濾布の開発等があげられているが、これは濾材の開発とともに、払落し技術によって解決されるべき課題である。

このようにバグフィルターにおいて、払落し操作はきわめて重要な役割を果たしているが、バグフィルター技術が現在でも経験に大きく依存しているという状況を反映して、払落しに関する基礎的な研究は極めて少ないようである。そこで、本報においては、払落される濾布上粉塵の堆積構造、払落し機構および残留粉塵の残留状態に着目して、払落しに関する基礎研究の現状を整理し、今後の方向を展望することを試みた。

本論に入る前に、払落し技術全般の問題点と課題について概観してみる。

2. 払落し技術の問題点と課題

払落しに関する問題点を、Dennis and Wilder⁵⁾は

次の6点に要約している。

- (1) 適切な圧損を保つように、十分な量の粉塵を払落せない。
- (2) 払落しエネルギーが過剰であったり、濾布全体に伝播されないことにより、濾布が損傷し頻繁な取り換えが必要である。
- (3) 濾布粉塵層界面において、与えられたエネルギーが十分に払落し応力として変換されないために、過剰のエネルギーを必要とする。
- (5) 払落しに時間がかかり過ぎ、余分なスペースが必要である。
- (6) 払落し方法の不適切な選択と、払落し方法に対する濾布の不適切な選択。

以上の問題点が改良されれば、新たな分野でバグフィルターの利用が可能になり、濾布の破れやそれに起因する粉塵の漏れを防ぐことができ、過剰払落しを避けることにより、粉塵の排出濃度を大巾に下げることができるとしている。

そして、払落しに必要な条件として次の5つをあげている。

- (1) 払落し時、直後に集塵効率が低下しないこと。
- (2) 全操作時間にわたって圧損ができるだけ小さいこと。
- (3) 払落し時間ができるだけ短いこと。
- (4) 払落しエネルギーの与え方、濾布の機械的損傷等による濾布の寿命の短縮をできるだけおさえること。
- (5) 払落しエネルギーをできるだけ最小にすること。

以上の条件を全て満足しても、粉塵の回収という点からするとそれほど利点はないが、大気への排出量を減らすという点では重要であると指摘している。

一方、高津と久恒⁷⁾は払落しに必要な条件として次の6点を挙げている。

- (1) 濾布全体に一律な払落しが行なわれること。
- (2) 払落した後、濾布に残留する粉塵量が少ないこ

* 名古屋大学工学部 化学工学科
(〒464 名古屋市中区千種不老町)
Tel. (052) 781-5111

と。

- (3) 毎回確実に必要量のダストを払落せること。
- (4) 払落しに要するエネルギーがなるべく少ないこと。
- (5) 汙布を傷めないこと。
- (6) 機構が簡単で故障がないこと。

以上、払落しに関する問題点、必要な条件についてみてきたので、次に払落しに関する基礎研究の現状について概観する。

3. 堆積粉塵層の圧損特性

一般に粉体層に流体を透過する場合、Kozeny-Carmen 式からも導かれるように、粉体層での圧力損失は、層高一定の場合は流速に比例し、流速一定で一定濃度の粉体を集塵する場合は層高（捕集粉体量）に比例する。実際のバグフィルターの圧損を表す式としては、粉塵層の充てん率が小さく Kozeny-Carmen 式の適用に無理があることから次のような実験式⁹⁾が用いられている。

$$\Delta P = (a + bm^q)u = (A + BM^q)u \quad (1)$$

ここで、 m は捕集粉塵量、 M は払落し操作によって脱離しない残留粉塵を差引いた粉塵量、 u は汙過風速である。(1)式においても、やはり粉塵負荷量が一定なら、圧損は流速に比例している。

しかし、集塵操作によって形成される粉塵層は、このような圧損特性を示さず、このことが払落し機構や、集塵効率に重要な影響をおよぼしている。

まず、定風速汙過の場合の圧損特性についてみてみる。木村と伊谷¹⁰⁾は Fig. 1 に示すように、粉塵負荷量が

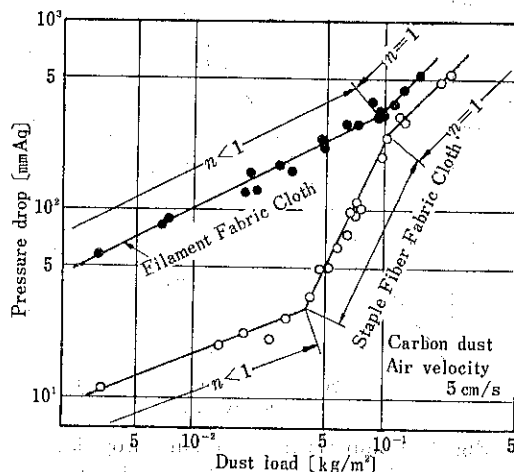


Fig. 1 Example plots between collected dust load and pressure drop for filter cloths

多くない場合、圧損と粉塵負荷量との関係は一次にならず、汙材による違いも認められることを報告している。さらに、この結果より、微少厚さの粉塵層の圧損が Kozeny-Carmen 式に従うと仮定して、次式より粉塵層内の空隙率分布を Fig. 2 のように求めた。

$$\frac{(1-\varepsilon_p)}{\varepsilon_p^3} = \frac{g_0 \rho_p d_p^2}{\mu u K k^2} \left(\frac{d\Delta P}{dm} \right) \quad (2)$$

我々^{11),12)}も長繊維織布を用いて、Fig. 1 と同じ結果を得ているし、フェルトを用いて短繊維織布と同じ結果を得ている。また、Dennis, Cass and Hall¹³⁾, Holland and Rothwell¹⁴⁾, Stagert²⁰⁾も、粉塵負荷量が多くない場合に粉塵負荷量と圧損は一次の関係にならないことを報告している。ここで注目したいのは、木村ら、筆者ら、Holland et al の実験条件、特に汙材、試料が異っているにもかかわらず、圧損が粉塵負荷量と一次の関係になるのが、粉塵負荷量でほぼ 0.1 kg/m^2 以上と一致していることである。このように、汙材の影響を強く受けながら粉塵層が形成されるという事実は、払落し機構、特に粉塵層の脱離面を考える上で重要な示唆を含んでいるものと思われる。

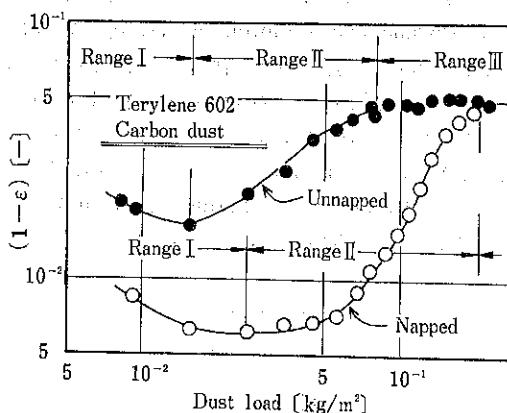


Fig. 2 Distribution of apparent solid fraction of particle layers on aspun staple cloth filter (one side napped cloth)

Fig. 1 に示した長繊維織布の圧損特性について、Dennis, Cass and Hall¹³⁾ は次のような説明を試みている。長繊維織布の場合、集塵は Fig. 3 に示すように圧損の低い目開き部の繊維層で行なわれる。そして、その繊維層の部分が V 字形になっているため、捕集粉塵量と粉塵層高の関係が一次にならず、それ故粉塵負荷量と圧損の関係も一次にならなくなる。

形成された粉塵層に清浄空気を流し圧損特性をみてみると、風速を上げていった場合は汉過風速を過ぎたあた

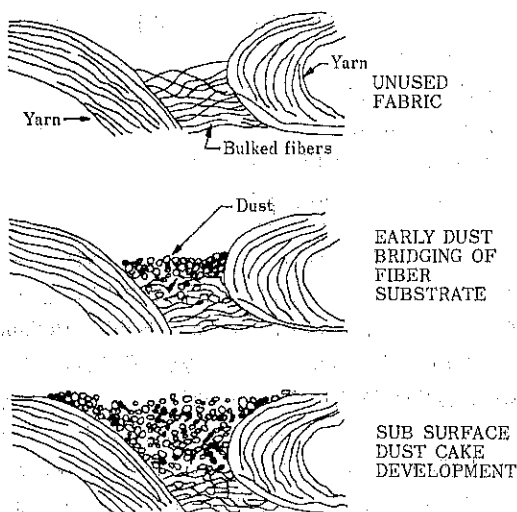


Fig. 3 Schematic, dust accumulation on woven glass fabrics.

りから Fig. 4 に示すように、圧損の上昇がにぶくなり、風速を下げると圧損は風速に比例しながら減少するという現象が、多くの研究者^{(14),(15),(16),(17)}によって報告されている。Holland and Rothwell^{(14),(17)} は、捕集粉塵層に清浄空気を流した場合の圧損の測定と、粉塵層のビデオカメラによる観察から、この現象を粉塵層に生ずるピンホールによって説明している。このピンホールは織布に比べてフェルトの方があき易く、ピンホールの径もフェルトの方が大きい（フェルトは1mm、織布は0.5mm）、また粒子密度は小さい方があき易いと報告している。

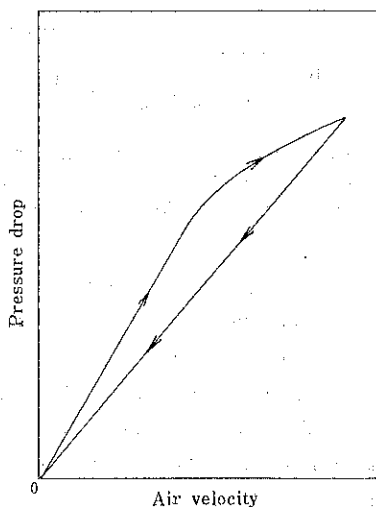


Fig. 4 Pressure drop/flow characteristic of dust cake.

Fig. 5 において、一度ピンホールのあいた粉塵層に更に粉塵を捕集して $30.5\text{mg}/\text{cm}^2$ の粉塵負荷量にしたCと、始めから集塵をして $30.5\text{mg}/\text{cm}^2$ にしたBを比較してみると、Cの方がはるかにピンホールがあきにくいCとを示している。これは、ピンホールのあいた粉塵層で集塵をすると、気流は優先的にピンホールを流れるため架橋現象等によってピンホールは閉じられ、以前よりも丈夫な粉塵層が形成されるためであるとしている。彼らは、Figs. 6~8 に示すように濾材密度の影響についても実験を行っている。図からも明らかなように、濾材密度が数%増加するだけで、粉塵層の圧密現象が表われ、遂にはピンホールの生成がみられなくなる。彼らはピンホールの生成原因として、ニードルフェルトの場合は、ニードリング加工時に生ずる空隙のむら、織布の場合は織り目をあげている。

Leith and First⁽¹⁸⁾ はピンホールも含めた粉塵粒子の通過現象について注目すべき研究を行っている。

フライアッシュ粉塵をニードルフェルトによって集塵し、パルスジェットで払落しを行い、払落し、粒径および濾過風速の透過率におよぼす影響をみている。Fig. 9 は払落し直後に通過粉塵量が最大になることを示している。我々⁽¹⁹⁾ も実操業バグフィルターの測定から、払落し直後の排出濃度が、個数濃度で数十倍になるという結果を得ている。粒径の影響は、Fig. 10 に示すようにそれほ

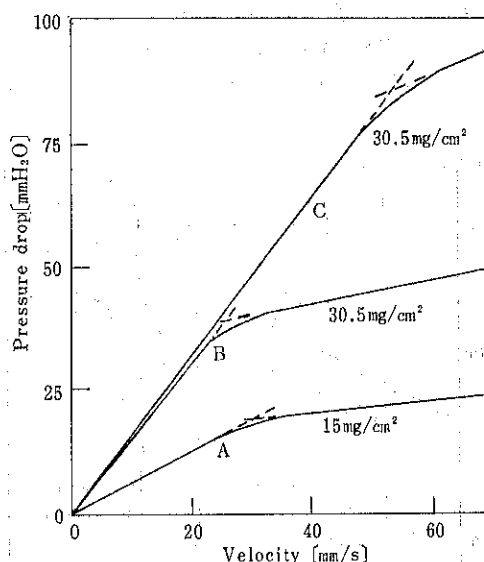


Fig. 5 Comparison of pressure drop/flow characteristics of two calcite dust cakes of similar dust masses and different formation histories.

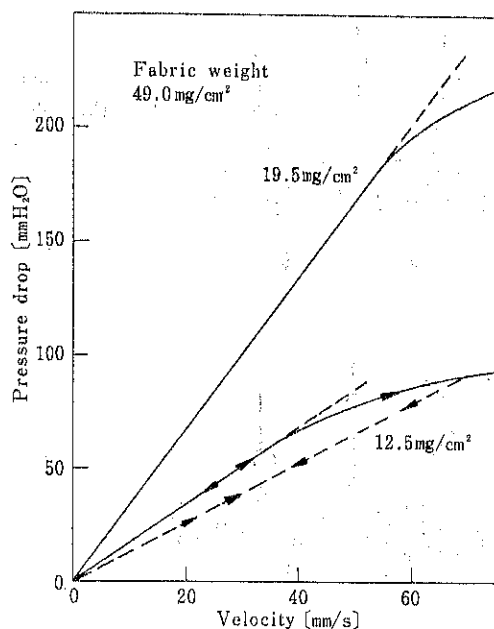


Fig. 6 Pressure drop/flow characteristics of alumina cakes on felted medium showing effect of adding dust to pinholed cakes ('Normal' behaviour).

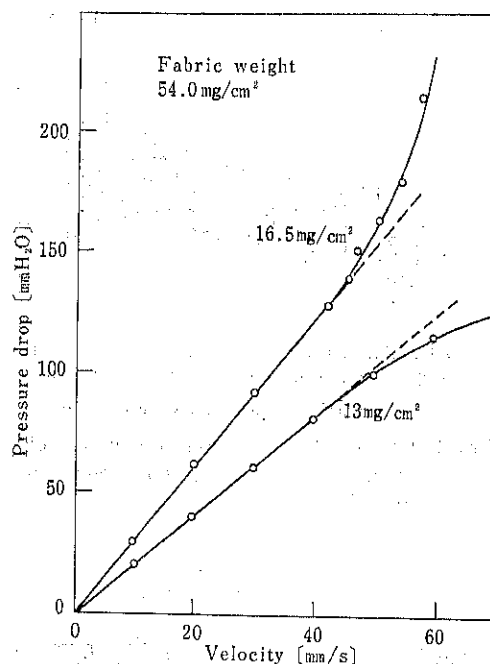


Fig. 8 Pressure drop/flow characteristics of alumina cakes on felted medium showing effect adding dust to pinholed cake (cake 'compression' with no subsequent pinhole formation).

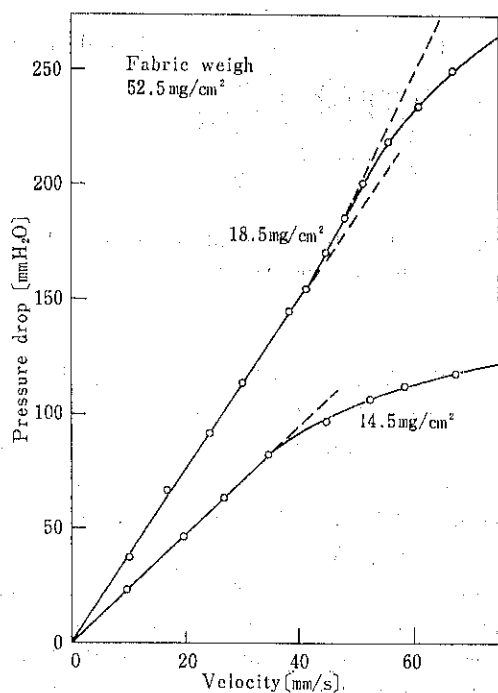


Fig. 7 Pressure drop/flow characteristics of alumina cakes on felted medium showing effect of adding dust to pinholed cakes (cake 'compression' followed by pinholing).

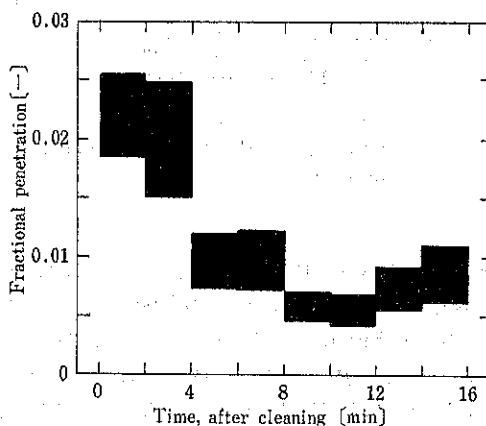


Fig. 9 Fractional penetration versus time after cleaning, with 95% confidence intervals.

ど大きくなく、粒径の増大とともにわずかに増大している程度である。それに対して、Fig.11に示すように汙濁風速の影響は大きく、風速の増大とともに通過率も大きく増大している。彼らは、この通過現象の機構を Fig. 12 に示すように、直通 (Straight through)、押し

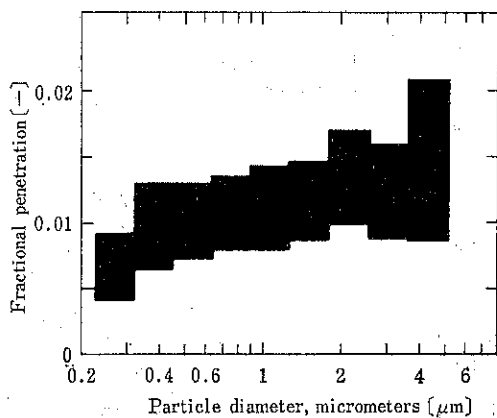


Fig.10 Fractional penetration versus particle diameter, with 95% confidence intervals.

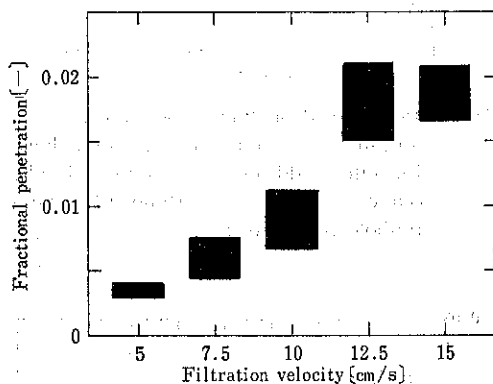


Fig.11 Fractional penetration versus face velocity, with 95% confidence intervals.

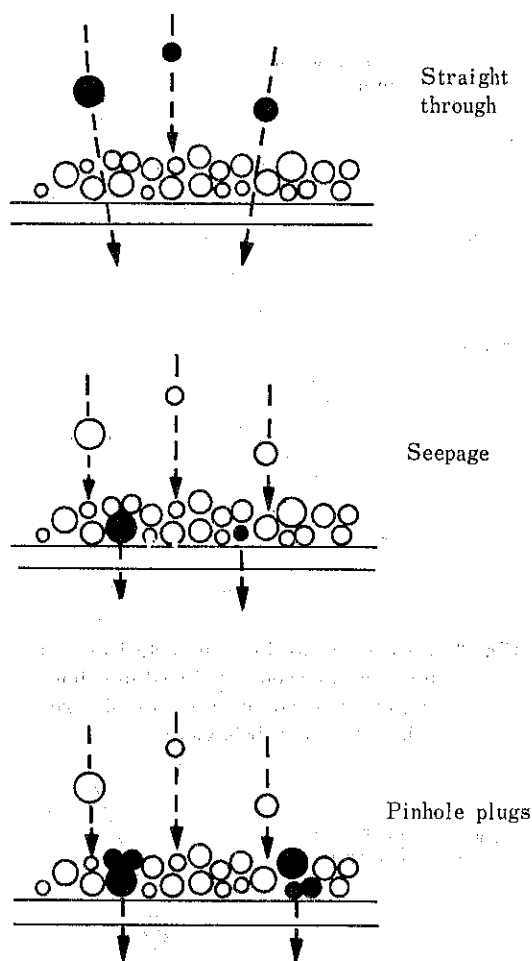


Fig.12 Schematic representation of fly ash emission mechanisms.

(Seepage), 吹抜け (Pinhole plugs) として考え、巧みな実験手法により、各々の機構の寄与率と捕集粉塵層厚さの関係を Fig. 13 に示すように求めた。図からも明らかのように、集塵の初期においては直通による通過がほとんどであるが、粉塵層の形成とともに、吹抜けと押出しによる通過が主になってくる。しかし、吹抜けが起るとピンホールを直通する粉塵が増すため、直通による通過が再び増大しはじめる。

このように、直通や押出しが吹抜けによっても起るため、彼ら²⁰⁾は通過の機構を改めて次のように整理した。

Penetration	{	Straight through	{	Straight through
		Pinhole bypass		Pinhole bypass
		Seepage		Seepage
				Pinhole generation

直通は粉塵を供給している時だけ起ることを利用して、直通による通過フラックスと、押出しによる通過フラックスを実験により Fig.14²⁰⁾ のように求めている。図から明らかのように、汙過風速の増大によって捕集効率の下がるのは、押出しによるものであることがわかる。

パルスジェット払落し方式のバグフィルターにおいて Fig.15 に示すように、汙過風速の増大とともに圧損が急激に増大するという現象が報告^{21),22)} されている。

Leith, First and Feldman²²⁾ は、この現象が払落された粉塵の再捕集によるものであるとして、実験によって再捕集率を求めている。実験には3本のニードルフェルトバグで構成されるパルスジェット払落し方式の装置を用いている。最初の集塵時に1本のバグにだけ、ウラニンで着色したトレーサ粉塵も集塵しておき、ホップ

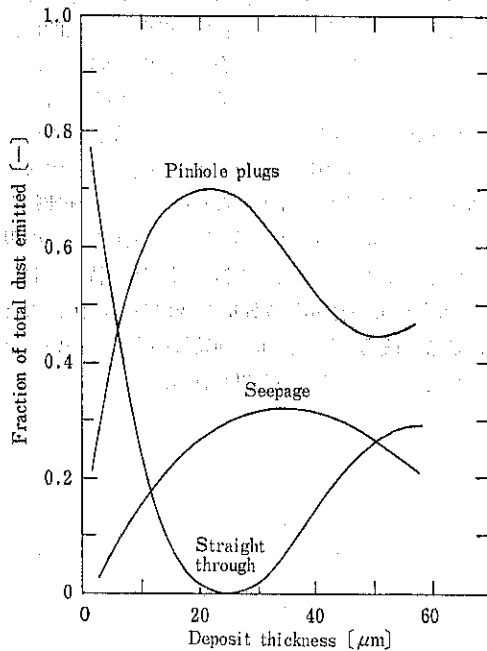


Fig.13 Fraction of total fly ash emitted which is accountable to indicated emission mechanism, versus deposit thickness.

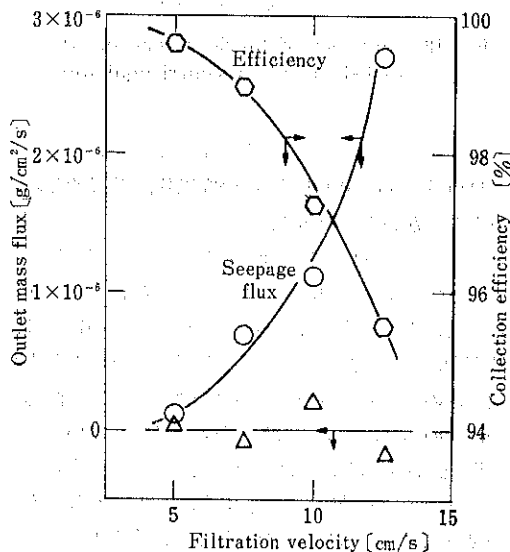


Fig.14 Outlet mass flux vs. filtration velocity for seepage and straight through penetration.

へ払落されたトレーサー粉塵濃度の測定値から、トレーサー粉塵に関する物質収支式を用いて、元のバッグへ再

No. 24 (1979)

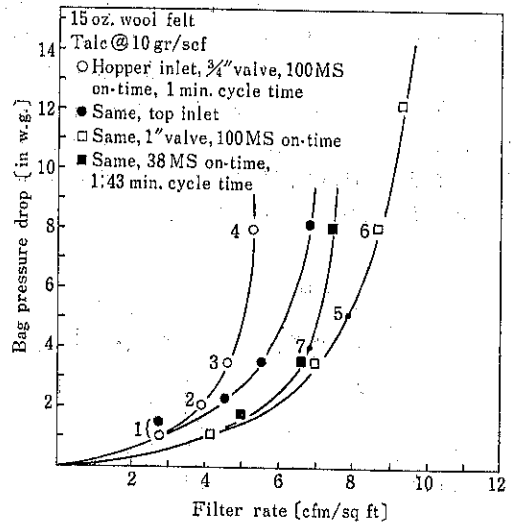


Fig.15 Bag pressure drop versus filter rate.

捕集される割合、 K_1 、隣のバッグへ再捕集される割合、 K_2 、ホッパーへ落ちる割合、 K_3 、をそれぞれ求めた。その結果を Table 1 のように示しているが、通常の汙過風速、5cm/sec、においても、捕集粉塵の88%が元のバッグで再捕集され、50%が隣のバッグで再捕集され、ホッパーへ落ちるのは12%だけである。また、15cm/secの汙過風速においては、80%以上が元のバッグで再捕集され、ホッパーに落ちるのはわずかに1%だけである。このように汙過風速の増大とともに、実質的に払落される粉塵量が極端に減少するため、圧損もFig.15²¹⁾に示すように急激に増大することになる。

Table 1 Transfer parameters.

Filtration Velocity, cm/s	K_1	K_2	K_3
5	0.38 ± 0.16	0.25 ± 0.09	0.12 ± 0.21
10	0.75 ± 0.03	0.07 ± 0.02	0.11 ± 0.04
15	0.83 ± 0.03	0.08 ± 0.02	0.01 ± 0.04

以上、汙布上に形成される粉塵層の特徴を主に圧損特性の面からみてきたので、次にこれらの粉塵層がどのような機構によって汙布から脱離するかについてみてみる。

4. 捕集粉塵層の払落し機構

機械的振動による払落しの場合に、粉塵層に払落し力として作用する応力として、Dennis and Wilder⁵⁾は

Fig. 16 に示すような 4 つの応力をあげている。この 4 つの応力のうち、せん断、曲げ、変形による応力は粉塵層をルーズにするだけで、粉塵層を汙布から脱離するのは、加速度による垂直応力であるとしている。彼らは、Fig. 17 に示すように残留粉塵量をバグの最大加速数によって整理し、良い相関を得ているし、Walsh and Spaite²³⁾ も同様のことを述べている。

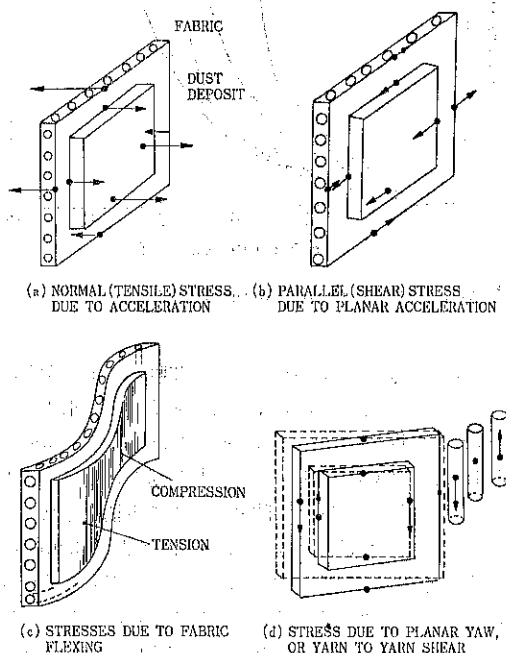


Fig. 16 Potential dust fabric stresses developed during shake cleaning

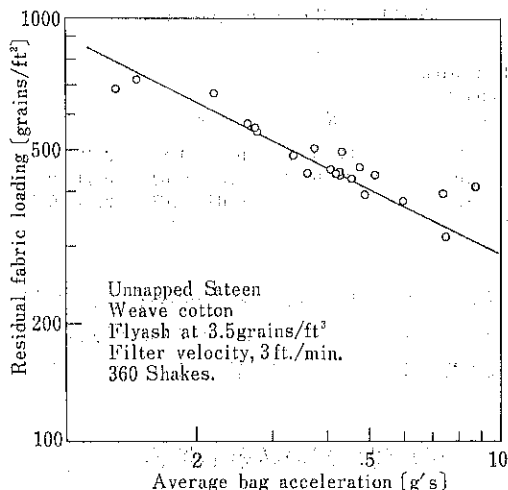


Fig. 17 Residual fabric loading versus average bag acceleration

木村²⁴⁾は遠心力によって払落しを行い、汙布組織（織り方）、汙布表面特性、粉塵粒度の影響を実験的に検討している。それによると、汙布組織の影響はほとんどみられず、また粒子は小さい程分離しにくいと報告している。Fig. 18 に汙布表面特性についての結果を引用したが、短繊維汙布上の粉塵層は、小さい加速数で脱離始めるが、残留粉塵量が 0.1 kg/m² のあたりで加速数を上げても払落しが進行しない領域が表われる。この現象は、Figs. 1, 2 に示した捕集粉塵層の圧損特性においても、やはり 0.1 kg/m² のありで変化がみられたことから、払落し機構、特に汙布表面特性の影響について重要な示唆を含んでいるものと思われる。

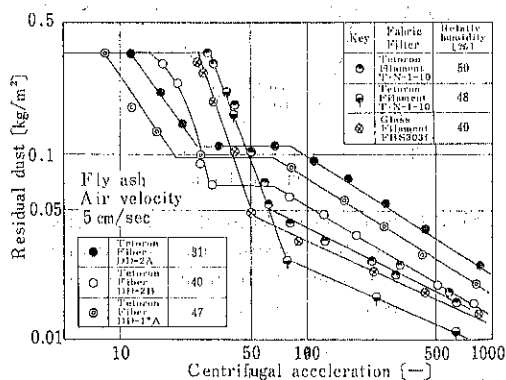


Fig. 18 Influence of fabric filters on the dislodgement by centrifugal force

次にパルスジェットによる払落し機構について述べるが、Dennis and Wilder⁵⁾の研究以外に基礎的な研究はみあたらないようである。

パルスジェットによる払落しの場合、粉塵層に払落し力として作用する応力に、彼らは Fig. 16 に示した 4 つと逆気流による流体抵抗をあげている。バグの運動は機械的振動による払落しに比べると単純で、ほとんど半径方向だけの運動であるので、バグの加速による垂直応力と一次元の曲げによる応力が重要であるとしている。また、機械的な応力と流体抵抗を比較して、この場合もやはりバグの加速運動によって主に払落しが行われ、逆気流の役割は汙布から分離された粉塵を、吹き飛ばすことにあると述べている。汙布表面の最大加速度は、パルスジェットが加えられた時の圧損の変化速度に依存することから、パルス圧が高い程よく払落されるとしている。しかし、井伊谷、牧野、森²⁵⁾はパルス圧にはある最適値があると報告している。これは、パルス圧が高くなりすぎると、前述したバグへの再捕集率が高くなるためと思

われる。パルス期間内の圧変化をみると、最初の 50~100msec でピークが表われ、次の 60msec で圧は急激に減少し、その後は一定になるので、パルス時間は払落しそのものには関係しないが、パルス時間が長ければ払落された粉塵をホッパーへ落すのに有効である⁵⁾。

逆圧による払落しについての基礎的研究は、あるにはある⁵⁾が、まったく手がつけられていない状態といっている⁵⁾が、まったく手がつけられていない状態といっている⁵⁾が、まったく手がつけられていない状態といっている⁵⁾。

以上、基本的な3つの払落し方式について、その払落し機構をみてきたが、いずれの場合も汙布表面に加わる加速度が最も重要な役割を果たしている。また、音波による払落しの場合もやはり汙布表面の加速度によって粉塵が払落されると、Olsson²⁶⁾は述べている。

これまで、払落される粉塵層と、払落し機構について概観してきたので、次は払落し後に汙布に残留する粉塵についてみる。

5. 残留粉塵の圧損特性と構造

残留粉塵の問題は、動力消費、集塵効率に大きな影響をおよぼすため重要である。井伊谷、牧野²⁷⁾は、逆圧式と機械的振動式による払落し実験を行ない、残留粉塵量と圧損の関係を Fig. 19 のように求めた。これらの図からもわかるように、堆積粉塵量が同じでも、払落し過程においてはかなり小さな圧損を示していることがわかる。この原因の一つには、粉塵層が一様に払落されない、いわゆるまだら落ちがあげられる。井伊谷、牧野²⁷⁾は、このまだら落ちをモデル化し、Fig. 19 に示すように払落し過程における圧損の推定に成功している。もう一つの原因としては、剪断力や汙布の変形、流体抵抗による粉塵層のゆるみが考えられる。Dennis and

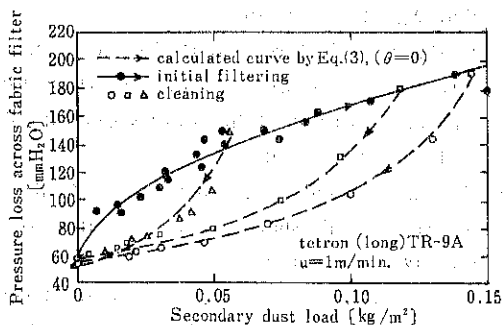


Fig. 19 Relationship between pressure loss across fabric filter and secondary dust load (Mechanical shaking type, tetron long fabric)

Wilder⁵⁾は、残留粉塵量と圧損の関係について Fig. 20 に示すような結果を報告している。粉塵量の増加にもなつて一応圧損も増加する傾向はみられるが、400 grains/ft² (0.279kg/m²) 以上ではまったく相関が無いといつてよく、払落し後の粉塵は不均一な状態で残留していることが、この図からもわかる。

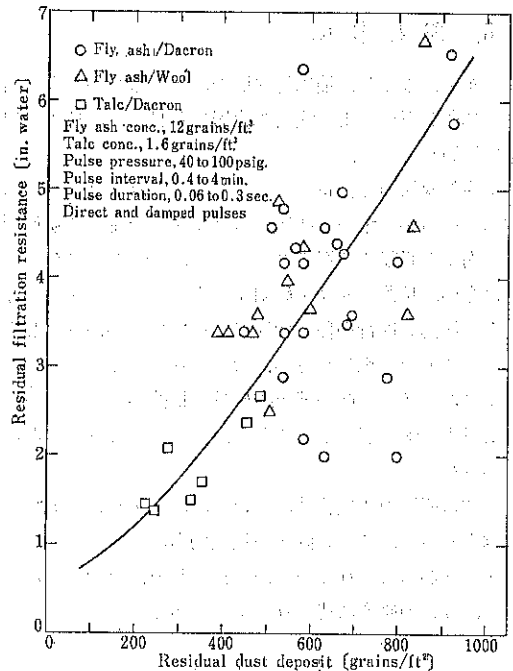


Fig. 20 Relationship between residual dust deposit and residual filter resistance

Rothwell²⁸⁾はノメクスフェルトによって方解石粉を集塵し、逆圧で払落しを行った後に汙布を 300μm 毎の厚さで切り、汙布内の粒子重量分を Table 2 のように求めた。それによれば、2ヶ所を除いて粉塵濃度はほぼ一定であり、粉塵濃度が出口側に向って指数関数的に減少するという結果にはなっていない。その原因とし

Table 2

Depth below surface (μm)	Mass of solids (mg/(cm ² μm))
300	1.7×10^{-2}
600	8.7×10^{-3}
900	2.9×10^{-3}
1200	4.1×10^{-3}
1500	3.0×10^{-3}
1800	3.8×10^{-3}
2100	1.1×10^{-2}
2400	5.2×10^{-3}
2700	6.5×10^{-3}
3000	4.2×10^{-3}

て、彼は集塵時のパーコレーションをあげている。0～600 μ m で濃度が高いのは、粉塵と繊維が団子状にからまり、逆圧によっても払落されないためであるとしている。このような現象は我々¹¹⁾も観察している。また、2100 μ m の部分はフェルトの基布の部分に相当し、基布まで達した粒子は逆気流によっては十分払落されず、濃度が高くなるとしている。

6. おわりに

汙布上に堆積した捕集粉塵層の、圧損特性からみた構造、払落し機構および残留粉塵層に着目して、払落し現象を概観してきた。

捕集粉塵層の圧損特性については、それなりに研究も進んでいるが、堆積粉塵層にエネルギーを加えて粉塵層を汙布から脱離する機構については、未解明の部分が非常に多い、払落し機構を解明する上で、エネルギーの与え方と払落し進行過程の関連が、重要な手がかりを与えてくれるものと思われるが、報告されているデータのほとんどが、払落し前の捕集粉塵量、払落し後の残留粉塵量に対する配慮が不十分であるため、ここではとりあげなかった。

残留粉塵層の圧損特性については、モデル化に成功した例もみられ、払落し直後の集塵効率についてもいくつかデータが報告されているが、払落し方法との関連については今後の研究に待たれるようである。

引用文献

- 1) 化学工学協会編：「化学工学便覧」改訂四版，丸善（1979）
- 2) 野村：“集じん装置の設計方針”，化学工場，18，24/29，（1974）
- 3) 牧野，森：“汙過集じん＜その2＞バグフィルター”，化学工学，41，133/135（1977）
- 4) Stern, A.C.: 「Air Pollution」 vol. IV, 3rd. Ed. Academic press (1977)
- 5) Dennis, R. and J. Wilder: “Fabric Filter Cleaning Studies”, EPA650/2-75-009 (1975)
- 6) 井伊谷，伊藤，森下，江見，牧野：“＜対談＞バグフィルターおよびエアフィルター技術”，化学工学，41，140/143（1977）
- 7) 井伊谷：“海外における汙過集じん技術”，ibid, 41，120/123（1977）
- 8) 高津，久恒：“バグ・フィルターの払落しについて”，ibid, 41，136/137（1977）
- 9) 久保，神保，水渡，高橋，早川：「粉体」改訂二版，丸善（1979）
- 10) 木村，井伊谷：“乾式汙布集塵における圧力損失特性”，化学工学，29，166/174（1965）
- 11) 峰田：“バグフィルター集塵における逆圧払い落としに関する研究”，名古屋大学1978年度修士論文
- 12) 田上：“バグフィルター集塵での衝撃力による払い落としに関する研究”，名古屋大学1978年度卒業論文
- 13) Dennis, R., R.W. Cass and R.R. Hall: “Dust Dislodgement from Woven Fabrics Versus Filter Performance”, APCA, 28, 47/52 (1978)
- 14) Holland, C.R. and E. Rothwell: “Model Studies of Fabric Dust Filtration 1. Flow Characteristic of Dust Cakes Uniformly Distributed on Filter Fabrics”, Filtration & Separation, 14, 30/36 (1977)
- 15) 神保，椿，羽多野，峰田：“バグフィルターからの払い落とし時における粉体の凝集・分散”，化工協会東海支部第37回研究談話会要旨集（1977・名古屋）
- 16) 井伊谷編：「集塵装置」新版，日刊工業新聞社（1966）
- 17) Holland, C.R. and E. Rothwell: “Model Studies of Fabric Dust Filtration 2. A Study of the Phenomenon of Cake Collapse”, Filtration & Separation, 14, 224/231 (1977)
- 18) Leith, D. and M. W. First: “Performance of a Pulse-Jet Filter at High Filtration Velocity I. Particle Collection” APCA, 27, 534/539 (1977)
- 19) 神保，森山，江見，金岡，椿：“神岡鉱山の排煙対策に関する調査研究”，神通川カドミウム被害団体連絡協議会委託研究（昭和50年度）報告書（1976）
- 20) Leith, D. and M.W. First: “Performance of a Pulse-Jet Filter at High Filtration Velocity III. Penetration by Fault Processes”, APCA, 27, 754/758 (1977)
- 21) Bakke, E.: “Optimizing Filtration Parameters”, ibid, 24, 1150/1154 (1974)
- 22) Leith, D., M.W. First and H. Feldman: “Performance of a Pulse-Jet Filter At High Filtration Velocity II. Filter Cake Redeposition”, ibid, 27, 636/642 (1977)
- 23) Walsh, G.W. and P.W. Spaite: “An Analysis of Mechanical Shaking in Air Filtration”, ibid, 12, 57/61 (1962)
- 24) 木村：“汙布式フィルターにおける付着粉じん層の剝離性”，化工協会東海支部第37回研究談話会要旨集（1977・名古屋）

（以下141ページにつづく）

低温粉碎による抹茶製造

豊立 勝二*

Katsuji Toyotake

1. はじめに

「おうす」として飲用に供される抹茶は、その味、香、色あい、泡立ち等、人間の感受性にうったえる面が多い。またその製造においても昔からの「石臼」で粉碎されているということが一層それを高めているように思われる。飲用時、「おいしい」「ゆったりした感じ」は、抹茶の良し悪しからだけくるものではないが、抹茶そのものの品質が低ければ、やはり鋭敏にそれを感じ、総体的な結果として起る、「おいしい」「ゆったりした感じ」は引き起されないであろう。

抹茶の製造法について、より能率的な、より高品質のものを得る研究もなされている。

頭書、石臼以外の近代的大量生産型の粉碎機で、お茶を粉碎するということは、少し気がひけたのであるが、粉になった抹茶のみを科学的にみれば、そこには別の方法でより高品質のものを期待しても決して不思議ではない。このようなことから、液体窒素（ -196°C ）を用いて冷却し、お茶の成分を固化し、逸散しないようにして粉末化を計る低温粉碎法も、抹茶製造の一方法となる可能性もあると考え、少しテストをしてみた。その結果、若干問題もあるが、石臼で粉碎した抹茶とほぼ同程度と思われるまで粉碎できたので、ここにその概略を示した。

2. 抹茶製造の現状

抹茶用のお茶の葉は、茶園畑にて、摘みとり前20日間履覆われてから摘まれる。摘まれた葉は、「蒸す」行程、乾燥行程を経るが、玉露と異って「揉まれる」ことはない。乾燥された葉は、茎の部分を取り除き葉部のみに分別される。これは「てん茶」といわれ、最後に石臼で、粉碎されて「抹茶」となる。

2.1 石臼の粉碎処理能力

石臼は通常、その外径が1尺1寸（334mm）、重量は約20～23kgで、上下に分れる。回転数は50～60RPMで1台当り約0.1PSの動力を要し、その生産量は1時間当り約0.06～0.08kgである。

粉碎の雰囲気は重要であり、そのため空調された室で、多数の石臼が並べられることが多い。粉碎時における石臼の温度は50～60℃くらいになるようである。

2.2 石臼による粉碎品の特徴

石臼による粉碎機構は、圧縮・せん断・摩擦・ひねり・ひきさき等、極めて複雑である。粉碎品の形状はやや細長くなり、粒度分布は1～50 μ と幅広くなる。このことは、「泡立ち」等に重要であるといわれる。

市販されている抹茶は多様である。比表面積で、少なくとも13,000 cm^2/g 以上、高級品になると18,000 cm^2/g 程度になる。細かく粉碎したもの、粗く粉碎したもの、生産地の相異、新旧の葉など適当なブレンドも行なわれる。30 μ 以下の粒子で細かい程良いようである。

2.3 石臼以外の粉碎機の研究

原始的ともいえる石臼による抹茶の製造には、現在では、石臼の原石や製作技術者の不足、急激な需要の増大に応じることの難しさ、石臼設置の場所の大きさ等の問題がある。そのためボールミルやハンマーミル等化学工学の最先端をいく粉碎機でのテストも行なわれている。しかしながら、粒度、異物混入、香りの逸散、粒子形状等、石臼にまさる粉碎機がまだできていないようである。

3. リンレックスミルによるてん茶の粉碎

リンレックスミルは、4年前に大阪瓦斯㈱と豊細川鉄工所の共同研究で開発された低温粉碎機である。これ

* 豊細川粉体工学研究所
〒573 枚方市招提田近1丁目9
Tel. (0720)57-3721

は、液体窒素 LN_2 (-196°C) を用いて、粉碎機の温度を任意に冷却コントロールできる。テストに用いた粉碎機は高速衝撃型で内部に分級機構をもつ型式である。蒸発した N_2 ガスを用いて粉碎システムを循環させ空気との接触を断っている。フローシートを Fig. 1 に示す。粉碎機は 10P S である。

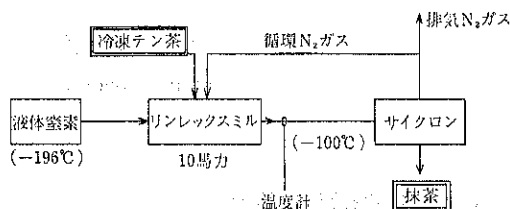


Fig. 1 リンレックスミルフローシート

3.1 リンレックスミルによる粉碎処理能力

てん茶を LN_2 中に浸漬し、 -196°C まで冷却してから、 -100°C に冷却された粉碎機に投入した。その結果、細かく粉碎した方として、比表面積が $14,050\text{cm}^2/\text{g}$ 、粉碎能力が $0.67\text{kg}/\text{HrPS}$ であった。粒度の調節は、分級点の調節や回転数の変更で可能である。それに応じて処理量も変る。このことは 10P S 型のリンレックスミル (LX-1 型) 1 台で、 $6.7\text{kg}/\text{Hr}$ となり石臼約 100 台分の処理量をもつことになる。

3.2 リンレックスミルによる粉碎品の特徴

粉碎機構は単純な衝撃である。したがって粉碎品も石臼による粉碎品に比し単純ではないかと考えたが、Photo. 1, 2 にあるように、160 倍程度の拡大では、両者の明確な差はつかめなかった。粒度は $1\sim 30\mu$ 程度の幅で分布しており、石臼品に比し分布の幅がやや狭いようである。石臼による抹茶と対比するため、Table 1 に特性比較を示し、その粒度分布を Fig. 2 に示す。

測定は、次の方法で行なった。

水分 70°C で 2 時間放置

粒度分布 コールターカウンター法 (重量分布)

比表面積 恒圧通気式比表面積測定法 (島津製)

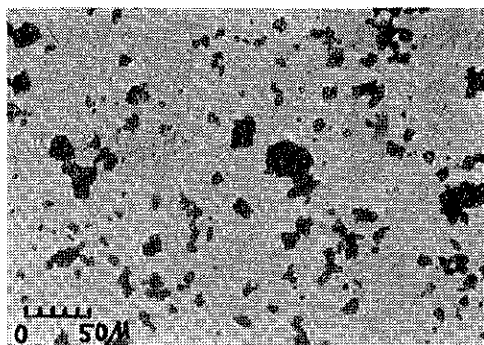


Photo. 1 石臼による茶の粉碎② 比表面積 $13040\text{cm}^2/\text{g}$

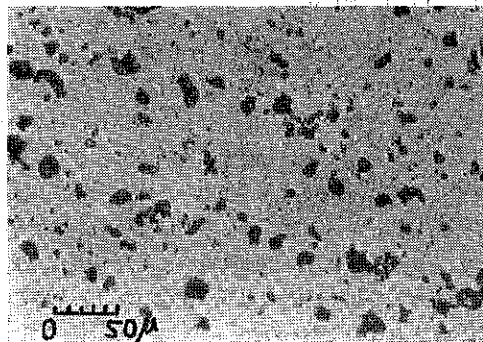


Photo. 2 リンレックスミルによる茶の粉碎③ 比表面積 $14050\text{cm}^2/\text{g}$

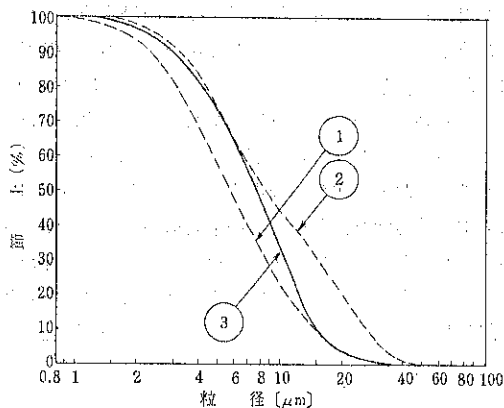


Fig. 2 抹茶の粒度分布の比較

Table 1 抹茶の特性比較

記号	粉碎機	比表面積 (cm^2/g)	比表面積径 (μ)	重量平均径 (μ)	粉碎能力 (Kg/HrPS)	水分 (%)
①	石臼	15750	2.7	5.7	~0.6	3.0
②	石臼	13040	3.3	8.5	~0.8	3.8
③	リンレックスミル	14050	3.1	7.6	0.67	2.8

①~③の粉碎前の「てん茶」は同一のものではない。

3.3 液体窒素 (LN₂) 消費量

冷媒として LN₂ を用いるが、その消費量は、粉砕処理能力によって大きくかわる。上記テスト結果では、0.67 kg/HrPS の処理能力で、てん茶 1 kg 当り、17.9 kg の LN₂ を使った。LN₂ 単価を 40 円/kg LN₂ とすると、約 716 円/てん茶 1 kg のコストとなる。現在抹茶が、数万円～10 数万円/kg の価格からみれば、大きい価ではない。

4. 茶官能審査

石臼品を基準にして、色あい、起泡度、味、香等について官能審査を行なった。その結果、低温粉砕品は、石臼品に比し、舌ざわりや外見等ではほとんど差異はないが、やや香りがおちるのではないかと、しかし、粉砕する前のてん茶が同一でなければ比較は難しいとの結論であった。

5. あとがき

てん茶の中に含まれる多くの成分をそのまま残して抹茶とする方法の中で、その成分を -100°C 以下に冷却し

てその散逸を防ぐ低温粉砕法は、石臼での粉砕品とかなり近い状態にもっていけることが判った。今後さらに問題点を明確にし石臼品に近づけてゆきたい。

しかし、別の問題として、現在の抹茶の需要量や何百年に亘る歴史と伝統に支えられた茶道のもつイメージの問題もあり、単に量産によるコストダウン、合理化を唱えても一人相撲に終る感がある。新しい粉砕法による「粉末茶」の用途はナウな感覚をもった、新しい嗜好製品の開発が先ず必要ではないかとも思われる。テストに当って、抹茶のことを何も知らなかった我々に、各種測定法、官能検査、各種文献等親切に指導して下さい、京都府立茶業研究所の大西市造氏に深く感謝いたします。

引用文献

- 1) 大西市造, 食品工業, p. 26~37, 2 下 ('72)
- 2) 大西市造, 粉体と工業, p. 66~72, 7 ('74)
- 3) 青木功, 寺井えつ子, 松山卓蔵, 粉体工学研究会誌, Vol. 14, No. 5, 274~277 ('77)
- 4) 横山藤平, 粉体と工業, p. 46~55, 2 ('79)

(87ページのつづき)

- 6) 津田恭介, 野上寿; “医薬品開発基礎講座 18 製剤工学”, p. 130 地人書館 (1971).
- 7) 野上 寿, 仲井由宣, 杉原正泰; 薬剤学, 24, 103 (1964).

(138ページのつづき)

- 25) 井伊谷, 牧野, 森: “パルス・ジェット式バグ・フィルター”の払落し特性”, 化工協会第11回秋季大会要旨集 (1977・東京)
- 26) Olsson, M.: “Sonic Cleaning of Dust Filters”, Filtration & Separation, 14, 601/604 (1974)
- 27) 井伊谷, 牧野, 森, 奥谷: “バグ・フィルターの逆流コラプス式と機械振動式との払い落し性能の比較

No. 24 (1979)

- 8) フロイント産業機技術資料 (1978).
- 9) 桐栄良三; “乾燥装置” 日刊工業新聞社, (1966).
- 10) 西村憲治; 月刊薬事, 21, 141 (1979).

- 検討”, 化学工学論文集, 2, 341/346 (1976)
- 28) Rothwell, E.: “Fabric Filter Failures—Relating Laboratory Observations to Practice”, Filtration & Separation, 15, 586/593 (1978)
- 29) Strangert, S.: “Predicting Performance of Bag Filters”, Filtration & Separation, 15, 42/48 (1978)

標準粉体の紹介(再録)

Introduction of the Standard Powder

山下 憲一*

Kenichi Yamashita

1. まえがき

昭和33年に始めて試験用粉体(現在は試験用ダストという)の規格が制定されてから最早28年を経過したが、その間、試験用ダストは各種集じん装置、除じん装置のろ過効率試験、機器類の摩耗、耐久性能試験などが国の鉱工業における各種試験研究に広く用いられてきた。

しかしながら、試験用ダストを多量に必要とする業界の研究組合においては研究組合独自に試験用ダストを作っていた関係から、比較的潤沢にまかなわれていたが、このほかのユーザーが必要とする場合の入手は必ずしも容易でなかった。

したがって、試験用ダストの入手方法、使用法についての問い合わせが規格を作成した事務局である工業技術院標準部や、規格原案の作成に直接担当した私共到大へん多くあり、これに対応するだけでも大へんな状況が長く続いた。それらのいずれからも容易に“入手できる試験用ダストの早期の確立”が強く要望されてきた。

このような折の昭和46年11月、粉体工業懇話会(現在の日本粉体工業協会)が発足し、同懇話会の事業として標準粉体を取り扱うということがとりあげられ、昭和47年6月その計画の具体化をはかるために標準粉体委員会が組織された。ここでは、当面の問題としてJISに定められる試験用ダストを入手しやすく、使いやすくするとともに、今後その確立が望まれるような標準粉体を探し、これらを体系化して何時でもユーザーの要望に応じられるようにその具体化をはかることになった。

それ以来、標準粉体についての企画、普及、研究などの運営は標準粉体委員会があたっているが、標準粉体についての製造、包装、出荷および管理の実業面は細川

粉体工学研究所で担当され今日に至っている。申すまでもなく、標準粉体を作り貯え、頒布するということは並み大抵のことではありません。細川粉体工学研究所ではあえてこの縁の下で力持ちともいえる事業を引き受けられ、わが国の鉱工業の発展のために貢献されていることに深く敬意を表するものである。

もともと、素性のはっきりわかった各種の標準粉体を作り貯えて、この中からユーザーの試験・研究目的に合ったものを選びお届けするというシステム、すなわちパウダーバンク(粉体銀行)を作るということは、粉体とともに生きてきた私共にとって一つの大きな望みであったと申せましょう。

このようにして、日本粉体工業協会副会長、井伊谷京都大学教授がかねがね提唱されていたパウダーバンクの母体が同工業協会内に設置されて最早6ケ年を経過し、今やその理想に一步一步近づいているとともに、同工業協会の事業としても発展してきている。

標準粉体についてはこれまで多く報告しているのので、ここでは日本粉体工業協会で行っている標準粉体を中心にご紹介する。

2. 標準粉体の内容

日本粉体工業協会の標準粉体委員会では、これまで一般に標準粉体と総称してきたものを、粉体の特性と使用目的とによってTable 1のように標準粉体、基準粉体および試験用ダストに便宜上分類している。

Table 1は、京都大学化学研究所の荒川正文先生の標準粉体の分類を引用したものであるが、標準粉体および基準粉体は、微粒子測定器や粉体粒度測定器などの検定及び校正用であり、試験用ダストは工業規模またはそれに近いダスト処理装置性能試験を対象とする。したがって、当然試験用ダストに比較して基準粉体は粒度や形状がよく揃っているものであり、さらに、標準粉体は均一粒径で形状が規則なものでより精度の高いものである。

*工業技術院機械技術研究所

(〒189 東京都東村山市富士見町5-12-2)

Tel 0423-93-9231 内線(284)

Table 1 標準粉体の分類

名 称	内 容	使 用 途	使用量
基礎物性用 標準粉体	粉体现象を複雑にする統計的性格をできるだけ単純化するため、理想的な形状と粒度をもつもの。ポリスチレンラテックス、ステアリン酸エアロゾルなど	機器の校正、検定など	極少量
基準粉体	粉体及び粒子状物質などの基礎研究や、測定装置の検定などに用いる粉体で、形状や粒度の揃ったもの。ガラスビーズ、炭化けい素、炭酸カルシウム、石松子など	機器の校正、検定、高性能フィルタ類のろ過度試験	少量
試験用ダスト	工業規模又はそれに近い粉体処理装置等の性能試験を対象としたもので、JIS Z 8901試験用ダストに規定されるものなど	機器の耐久性能試験、集じん装置のろ過性能試験	多量

Table 2 標準粉体及び基準粉体の内容と適用例

名 称	種 類	内 容	適 用 例
標準粉体	(1) ポリスチレンラテックス	粒径 0.1~7 μm 程度の単分散粒子で、10%の懸濁液として 5 cm^3 程のびんに入っている。	光散乱式微粒子測定器の校正 ³⁾ 、顕微鏡用標準試料
	(2) ステアリン酸または DOP エアロゾル	ステアリン酸または DOP (フタル酸ジオクチル) をエアロゾル発生器で発生する中位径 0.3 μm 、幾何標準偏差 1.2 の単分散粒子が得られる。	浮遊粒子状物質測定器の校正用 ¹⁰⁾ 、放射性エアロゾル用高性能フィルタの性能試験用 ¹²⁾
基準粉体	(1) ガラスビーズ	化学的に安定な球状粒子、粒径数 mm から数 μm の各種	フィルタのろ過効率試験の標準試料、空気輸送実験 粉体粒度測定器の標準試料、各種計器の機能実験
	(2) α アルミナ、炭化けい素	研削材として各種のものがある市販品を精選処理したものの各種	
	(3) 軽質炭酸カルシウム	立方体 (斜方六面体) 粒子で、反応条件により数 μm から 20 μm の均一粒子	
	(4) 石松子	ヒゲノカズラの胞子で粒径は 30~40 μm 、天然物で粒度がよく揃い、きわめて流動性がよい。	流動性試験の標準粒子、拡散試験

また、試験用ダストは使用の際に比較的多量のものを必要とするのに対し、標準粉体や基準粉体は比較的小量を必要とする。ただし、これは標準粉体の内容の分け方の一つの例であって、JIS の試験用ダストは試験用にのみ使用されるものでなく、機器類の校正や検定などに用いられることは当然である。

3. 日本粉体工業協会で頒布している標準粉体

Table 2 は、日本粉体工業協会が頒布している標準粉体及び基準粉体を示したものである。

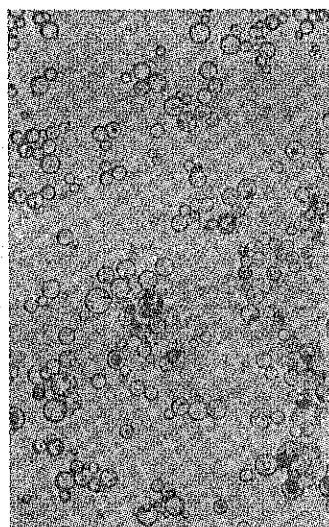
3.1 標準粉体

標準粉体のポリスチレンラテックスは Dow 社製のもの

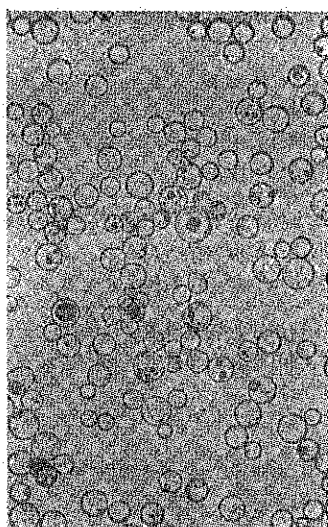
のであるが、これについては当面委託販売している。ポリスチレンラテックスは各種の粒径のものがあ、球形で粒度がよく揃っていることから、光散乱式の微粒子測定器の校正³⁾に用いられるほか、電子顕微鏡の検鏡試料中に添加して倍率の検定及び被検物の大きさとの比較などに用いられている。

3.2 基準粉体²⁾

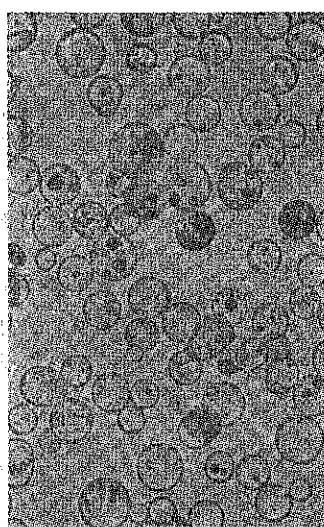
Table 2 に示した基準粉体は現在頒布しているものの例である。これらはその基礎的物性がはっきりしているし、工業粉体の精選品または中間試験装置程度の規模で製造できるのでかなり多量に確保でき、価格もそれ程高価にならない。しかし、均一径の粉体と違って輸送中の



平均粒子径：13 μ m



平均粒子径：31 μ m



平均粒子径：64 μ m

Fig. 1 基準粉体，ガラス球の形状

Table 3 ガラスビーズ，GBUH-30C の粒度分布（光学顕微鏡）（荒川）

粒度範囲 μ	代表径 μ	個数ひん度 %	個数積算 %	重量ひん度 %	重量積算 %
0 ~ 10	5	2.24	2.24	0.02	0.02
10 ~ 20	15	27.53	29.77	5.12	5.14
20 ~ 30	25	52.71	82.48	45.38	50.52
30 ~ 40	35	15.28	97.76	36.09	86.61
40 ~ 50	45	1.94	99.70	9.76	96.37
50 ~ 60	55	0.15	99.85	1.37	97.74
60 ~ 70	65	0.15	100.00	2.26	100.00
70 ~ 80	75	0			
計		100.00	100.00	100.00	100.00

個数基準平均粒子径 D_1 : 23.82 μ 標準偏差 σ : 7.87 μ 非球形粒子含有率（個数） : 6.1%
 体面積平均径 D_3 : 28.84 μ 重量平均径 D_w : 31.36 μ 真密度 : 2.565
 分布 : 対数正規分布

粒度偏析（大粒子と小粒子が部分的に分離する）の問題があるので，包装単位や使用に際しての注意事項などが検討されている。

Fig. 1 及び Table 3 は，基準粉体の中のガラス球の一例であって，平均的な形状と粒径分布とを示したものである。これらガラス球は中空粒子や不規則形状のものが除かれ，ほとんど球状粒子のみとなっている。

オランダの中央技術研究所で作られ頒布されているガラス球²⁾は，血球や液体中の微粒子の粒径分布を測定するクーラーカウンター³⁾の校正に用いられているが，わが国でガラス球を航空宇宙用動油のろ過効率試験，燃

料ろ過器用フィルタの効率試験用の標準粒子としてその使用が検討されている。

炭化けい素も各種のものがあるが，これまでトンまたは数 10 kg 単位で販売されていたが，日本粉体工業協会では品質を精選し 1 kg 単位で頒布しているので，価格および購入単位の点で改善され，ユーザーにとっては入手しやすく，無駄なく使用できるようになっている。

軽質炭酸カルシウムは，斜方六面体という特長のある形状を有し，しかも均一粒径の粒子なので，粒体物性機器などの基礎実験用として用いられてくるものと思われる。

Table 4.1 試験用ダストの種類

種 類	使 用 ダ ス ト	形 状 又 は 成 分	中 位 径 $x_{50}/\mu\text{m}$	分布指数 n	幾何標準偏差 σ_g
1種	け い 砂	粒 状 $a \times b \times c$	193	1.93	2.14
2種	け い 砂	$a \times b \times c$	30	0.95	4.00
3種	け い 砂	$a \times b \times c$	8	0.77	3.63
4種	タ ル ク	疑似斜方晶形	7	1.0	2.43
5種	フライアッシュ	球 形	15	1.3	2.24
6種	普通ポルトランドセメント	$a \times b \times c$	26	1.03	3.65
7種	関 東 ロ ー ム	$a \times b \times c$	30	0.95	4.00
8種	関 東 ロ ー ム	$a \times b \times c$	8	0.77	3.63
9種	タ ル ク	疑似斜方晶形	4.2	1.0	2.95
10種	フライアッシュ	球 形	5.1	1.3	2.40
11種	関 東 ロ ー ム	$a \times b \times c$	2	1.2	2.15
12種	カーボンブラック	球 形	—	—	—
13種 A/B	エ ア ロ ザ ル	球 形	0.3	—	1.15
14種	エ ア ロ ザ ル	球 形	0.8	—	1.83
15種	混 合 ダ ス ト	$\left\{ \begin{array}{ll} 8 \text{ 種} & 72\% \\ 12 \text{ 種} & 25\% \\ \text{コットンリント} & 3\% \end{array} \right.$	—	—	—

備考 $a \times b \times c$ は、不規則形状を示す。

Table 4.2 試験用ダストの適用例

種類	使 用 ダ ス ト	適 用 例
1 種	けい砂粉（粗粒）	機械・計器類の摩耗，耐久性能試験，化学装置の性能試験
2 種	けい砂粉（細粒）	機械・計器類の摩耗，耐久性能試験
3 種	けい砂粉（微粒）	機械・計器類の摩耗，耐久性能試験
4 種	タルク（微粒）	除じん，集じん装置試験
5 種	フライアッシュ（微粒）	除じん装置試験
6 種	普通ポルトランドセメント	自動車用ランプ類の気密試験
7 種	関東ローム粉（細粒）	除じん，集じん装置試験，機械・計器類の摩耗，耐久性能試験
8 種	関東ローム粉（微粒）	除じん，集じん装置試験，機械・計器類の摩耗，耐久性能試験
9 種	タルク（超微粒）	高性能集じん，除じん装置試験
10 種	フライアッシュ（超微粒）	高性能集じん，除じん装置試験
11 種	関東ローム（超微粒）	高性能集じん，除じん装置試験
12 種	カーボンブラック（超微粒）	高性能除じん装置試験
13 種	エアロゾル（超微粒）	超高性能エアフィルタ試験，粉じん計の校正
14 種	エアロゾル（超微粒）	超高性能エアフィルタ試験，粉じん計の校正，クリーンルームのリーク試験
15 種	混合ダスト	プレフィルタ試験

石松子は天然物であることと，流動性がきわめて良好なので，実在粉じんではかも大気中で分散性がきわめてよいということから，流動性試験の標準試料とし用いたり，拡散実験や集じん試験，動物実験などにもその用途の開発が期待されている。

3.3 試験用ダスト

試験用ダストは Table 4.1～4.2 に示したように15種類のものが定められており，Fig.2 に示すような粒径分

布と Fig. 3 に示すような形状を呈している。現在のところ日本粉体工業協会ではこの中で6種，13種，14種および15種を除く各種のダストを取り扱っている。

また，このほかに JIS では3，4章で述べるようなダストもきめられており，ゆくゆくは試験用ダストの規格に統合されることが望まれているが，これらのダストについても一部当協会として取り扱いが可能になっている。

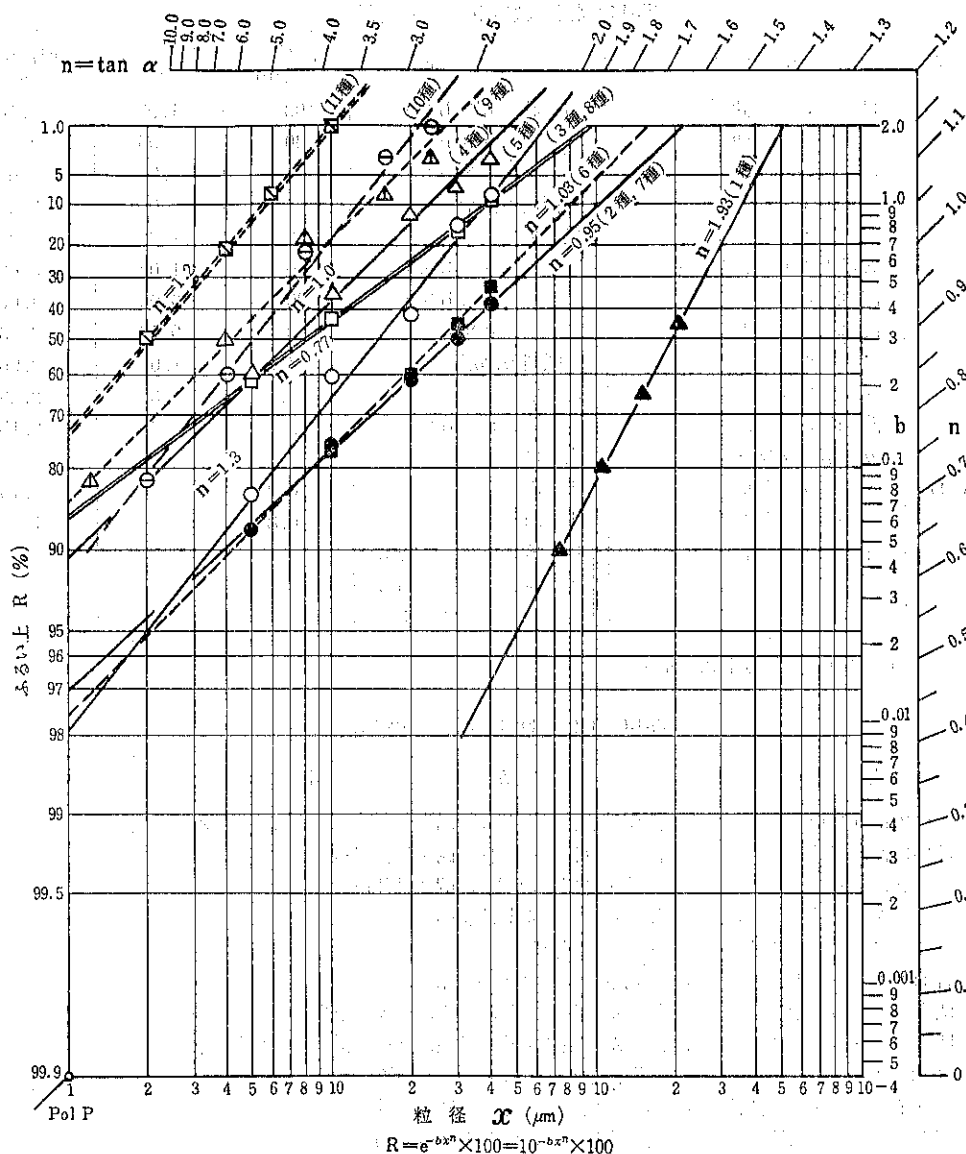


Fig. 2

現在、取り扱っているダストの概要を紹介すると次のようになる。

(1) 1種, 2種, 3種 (けい砂粉)

これらのダストは化学装置の性能試験や機器類の摩耗、耐久性能試験などに用いられている。

いずれも、後に述べる相馬標準砂を磁製ボールミルで粉砕して作られるもので、1種 (粗粒) はアメリカ軍規格 MIL-F-7194 の No. 4¹⁾ に相当し、2種 (細粒) 及び3種 (微粒) はアメリカの自動車工業会推奨規格 SAE²⁾ の Coarse 及び Fine に相当する粒径分布をもつ

ており、代表的な外国の規格値と関連性をもっている。

(2) 4種, 9種 (タルク)

4種 (微粒) 相当品はもともと顔料、塗料、製紙などの工業材料ならびに添加物として一般に多量に使用されている関係もあり、手軽に入手できるということから集じん装置の試験用として以前から使われてきた。

ただし、一般の市場品は粒径分布がまちまちのものが多かったため、これを集じん試験に用いた場合、試験結果の再現性が期待できなかった。今回、当協会では規格品を調製し、安定供給できるようにした。

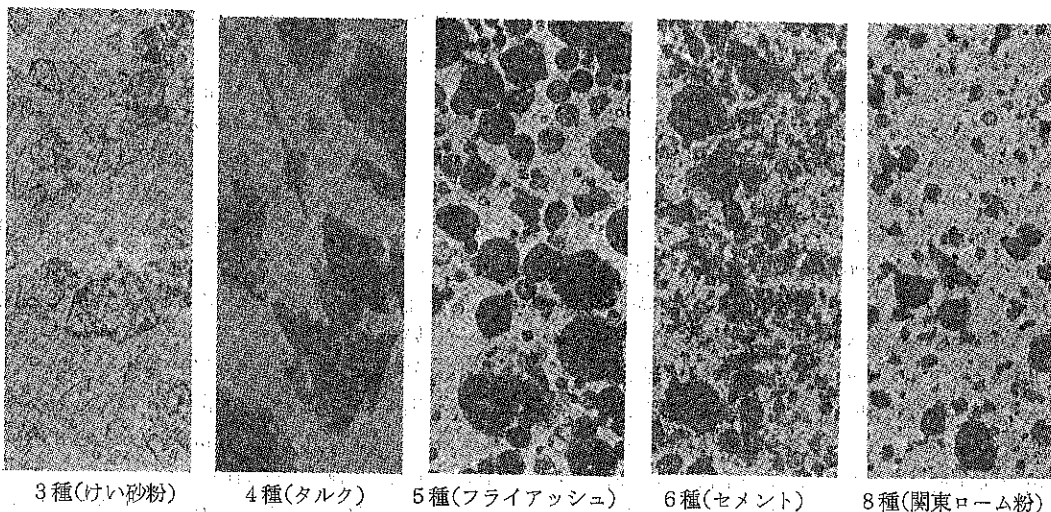


Fig. 3 試験用ダスト形状

9種(超微粒)は、4種相当のタルクを適当な風力分級機で分級して作るか、或いは粉碎機により粉碎して規定粒径分布のものが作られる。

4種は一般フィルタ布の集じん性能試験に、9種は高性能フィルタ布の集じん性能試験用である。

(3) 5種, 10種(フライアッシュ)

5種(微粒)は、火力発電所から発生する煤じんを集じん装置で捕集し、これを風力分級機やふるいを用いて規定粒径分布に調製したものである。

タルクと同様にこれまでJISで定められていたが、市販品のものの中に規定粒径分布のものがなかったため、規格品のものは使用できなかったが、近く当協会がJISの製品が頒布される予定である。(現在頒布中)

10種(超微粒)は、5種相当のフライアッシュを適当な風力分級機を用いて作られるが、これも5種と同様に近く頒布できる予定である。(現在頒布中)

5種は各種の除じん装置、集じん装置のろ過性能試験、10種は高性能の除じん及び集じん装置の試験用である。

(4) 6種(普通ポルトランドセメント)

6種のセメントは、粒径分布が2種、3種に近接しており、試験用ダストの中で最も入手しやすいという理由から規格制定の頭初きめられた。しかし、吸湿性を有するため集じん装置や除じん装置のろ過性能試験にこれを用いた場合、試験装置内で固着して機器を損傷した例もあり、さらに規格制定の頭初とは異なり試験用ダストの一般への普及がはかられている現在ではあまり必要ないので削除したいという意見がJISの専門委員の間で圧倒的であったが、下記の理由から規格に残ることになった。

た。

すなわち、アメリカのSAE推奨規格⁶⁾では自動車ランプ類の気密試験用として定められているので、国際的な関連をもたせるためにわが国でもJIS⁷⁾で自動車用ランプ類の気密試験用として定められている関係もあり、試験用ダストの規格ではそのまま保存することになった。

(5) 7種, 8種及び11種(関東ローソ粉)

7種(細粒)及び8種(微粒)は、関東ローソ(関東火山灰土の第一層の武蔵野ローソに相当する)を焼成後、磁製ボールミルで粉碎して作られる。

2種及び3種と同様にSAE推奨規格のCoarse及びFineの粒径分布をもつが、これとは化学組成が異なる。

7種及び8種は、JISの自動車用空気清浄器の試験方法や、換気用パネル形エアフィルタなどの諸規^{8)~10)}に定められている関係もあり、JISに規定している試験用ダストの中で使用量が最も多い。

11種(超微粒)は、8種相当の関東ローソ粉を適当な風力分級機を用いて分級するか、または粉碎機を用いて粉碎して造られる。この試験用ダストは、前述の9種、10種ともに粒径 10μ 以下の超微粒ダスト(JISでは超微粒ダストということは、ダストを粗粒、細粒、微粒とわかり易いように区分したために便宜上超微粒とした)であるが、これらのダストはビル衛生管理基準¹¹⁾における室内浮遊粉じん、ならびに環境基準¹²⁾における大気中の浮遊粉じんに相当する粒径分布をもつものである。

これらのダストは高性能エアフィルタのろ過性能試験用として一部使用されているが、そのほかの高性能除じん装置の性能試験用としても使用できるようになってい

る。

(6) 12種（カーボンブラック）

カーボンブラックは、実在する降下媒じんに近い特性を有することから、大形除じん装置のろ過性能試験用として今回の規格の見直しの際に新たに定められた。

もともとカーボンブラックは、放射性粉じん用エアフィルタの規格¹²⁾に定められていたが、同規格ではカーボンブラック（商品名三池20号）がすでに国内において生産が停止していることと、放射性粉じんとその特性が異なるという理由から廃止されたので、試験用ダストの規格では日本カーボンブラック協会の推奨もあり新たなカーボンブラック（商品名旭サマーナル）が採用された。

普通、カーボンブラックを購入する場合は最小単位が20kg 入り1袋であることと、ロットによって特性が変わるおそれがあることから、これまでユーザーにとっては不便のことが多かった。

日本粉体工業協会では大量にカーボンブラックを一括購入し、その特性を検定して1kgの小単位として頒布できるようにしたので、特性のわがったものが容易に入手できるようになった。

(7) 13種、14種（エアロゾル）

13種、14種のエアロゾルは、サブミクロンの液滴微粒子である。

固体微粒子の調製できる限界は9種、10種及び11種のように粒径10数ミクロン以下であるが、これよりこまかいものはエアロゾルにたよらざるを得ない。エアロゾルはすでに MIL¹³⁾ や BS¹⁴⁾ で超高性能エアフィルタの試験用として定められているので、わが国においても10数年前から規格案がだされ審議されてきたが資料不足のため今日まで見送られてきたいきさつがある。しかしながら、わが国でも現実には MIL 規格を準用して放射性粉じん用エアフィルタの試験に使用されていたり、微粒子測定器の校正用として JIS¹⁵⁾ でもきめられたので、今回13種、14種として新たに規定されるにいった。

13種は DOP（フタル酸ジオクチル）エアロゾル及びステアリン酸エアロゾルで、ともに中位径0.3 μm 、幾何標準偏差1.2の単分散粒子で、エアロゾル測定器の校正用、高性能エアフィルタのろ過性能試験用である。

14種は DOP エアロゾルで中位径0.8 μm 、幾何標準偏差1.8の多分散粒子である。これは超高性能エアフィルタの漏洩試験や高性能フィルタのろ過性能試験に用いられる。

なお、現在のところ13種及び14種のエアロゾルについては発生方法や試験方法が研究されている段階なので、近い将来当協会でも取り扱うことが要望されている。

(8) 15種（混合ダスト）

15種の混合ダストはプレフィルタ（粗じん用フィルタ）のろ過性能試験に用いられる。

路上ダストに相当する試験用ダスト8種（関東ロームの微粒）72%、これに降下媒じんに対応する12種（カーボンブラック）25%、室内粉じんに対応するコットンリント3%を添加した3者の混合よりなるダストで、アメリカの A F I 規格¹⁶⁾に定められる混合ダストに相当するものである。

3.4 試験用ダスト以外に JIS に定められているダスト

(1) 航空機用空気ろ過器試験用ダスト¹⁷⁾

この規格では4種類の試験用ダストが決められているが、その4種類のダストは、先に述べた試験用ダスト1種、2種及び3種によって作られる。

すなわち、No. 1 は2種、No. 4 は1種そのものであり、No. 2 と No. 3 は2種と3種とを混合して調製するか、もしくは相馬標準砂を磁製ボールミルで粉碎して調製するようになっている。したがって、当協会としては試験用ダスト1種、2種及び3種と同様にこれらの試験用ダストも常時通り扱えるようになっている。

(2) 放射性粉じん用エアフィルタ試験用ダスト¹²⁾

これまでカーボンブラック（商品名 三池20号）が決められていたが、先に述べたようにカーボンブラックが廃止され、新たにステアリン酸エアロゾルが定められた。このエアロゾルは平均粒径0.35 μm ($\sigma_g < 1.3$) のもので試験用ダスト13種のエアロゾルに相当するものである。

(3) 防じんマスク用試験用ダスト¹⁸⁾

この試験用ダストも取り扱える態勢になっている。

防じんマスクの試験用ダストは、福島県石川山産の石英を電気炉を用い炉内温度700°Cで焼成した後、水中で急冷し乾燥後磁製ボールミルで粉碎して調製するようになっている。防じんマスクの規格ではこの石英ダストをダスト発生機によって発生し、空気中に分散した状態のダストを採取し電子顕微鏡で測定した粒径が2 μm 以下になるように定めている。

石英ダストは防じんマスクの試験用のほかに、自動車のシートベルトの試験にも用いられる。すでにオーストラリアの規格¹⁹⁾では定められているが、最近わが国においても JIS 化の動きがある。これは石英を磁製ボールミル粉碎して、粒径149 μm 以下の規定値のものとするものである。

ただし、石英ダストは硬質でしかも角部を有することから、これを機器の耐久性能試験などに用いる場合、摩耗促進性きわめて高いため結果の即時性のある点は勝れているといえるが、使用にあたってこれを人体が吸入し

た場合有害であるから取り扱い上十分注意を要する。

3.5 その他のもの

日本粉体工業協会ではこれまで紹介したもののほかに次のものも取り扱っている。

(1) 相馬標準砂

相馬標準砂は、福島県相馬郡小高町産の天然けい砂で主としてセメントの強度試験などに用いられきたが、これまでも粉体機器の物性試験にもしばしば使用されてきた。

この標準砂は、小高白銀砂と称せられる粘土のいく分混ざった原砂を露天掘して、これを水洗した後、自然脱水して乾燥し、ふるい分けして粒径840~590 μm に整粒したものである。

相馬標準砂を購入する場合最少単位が45 kg 入り1袋なので、当協会においてはこの標準砂を1 kg, 4 kg, 10 kg の小単位として頒布している。

(2) SAE推奨規格⁹⁾の Fine, Coarse

アメリカの自動車工業会の推奨規格に定められる試験用ダストで Fine (微粒) および Coarse (細粒) の2種類がある。いずれもアリゾナの自然ダストで粒径分布および化学組成が規定されている。

Fine は自動車用空気清浄器のろ過性能試験に用いられるほか、AFI規格¹⁰⁾に定められる混合ダスト(試験用ダストの15種に相当する)の主体となるものであり、航空宇宙用作動油の標準汚れ液などにも使用されている。なお、この標準汚れ液²⁰⁾は液体中の微粒子測定装置の校正用に用いるもので、1/1の清浄作動油中にFineが1 mg の割合で添加されている。

Coarse は、建設機械用の大型空気清浄器のろ過性能試験に用いられる。

なお、Fine および Coarse は市場品として一般に入手することができるが8ポンドかん入りが1単位となっているため、ユーザーから特性を検定したものを少量欲しているという要望があるので、日本粉体工業協会ではすでに粒径分布や真比重などを検定し、数100g単位で頒布できるように作業を進めている。

4. 標準粉体の入手方法の案内

標準粉体は次のところで頒布している。

〒606 京都市左京区田中開田町2-7 思文閣会館

33号 日本粉体工業協会

電話: 075-761-7123

なお、官公庁、国立大学の場合事務の簡素化をはかるため、でき得る限り直接の購入申し込みはさけ、研究室に出入の業者を通して購入されると幸いである。

たとえば、日本粉体工業協会会員の筒井理化学器械(株)

No. 24 (1979)

(住所、〒110 東京都台東区根岸1-2-18, Tel: 03-872-4154) に便宜上関東地方の取扱い店になっていただいている。

参 考 文 献

- 1) たとえば、山下憲一; “入手しやすい試験用粉体について,” 空気清浄, 9, [5], 55~60 (1971).
- 2) 荒川正文; “標準粉体,” 分析化学, 22, [9], 1260~1274 (1973).
- 3) クリンルーム中における浮遊微粒子の測定方法, JIS B 9920-1975.
- 4) MIL-F-7194, (1951).
- 5) SAE Hand Book, “Air Cleaner Test Code,” 829 (1973).
- 6) SAE Hand Book, “Test for Motor Vehicle Lighting Device and Components”-SAE J 575 e, 750 (1973).
- 7) たとえば, “自動車用ランプ類,” JIS D 5500-1969.
- 8) “自動車用空気清浄器試験方法,” JIS D 1612-1963.
- 9) 換気用パネル形エアフィルタ, JIS B 9908-1965.
- 10) 厚生省令第2号, “建築物における衛生的環境の確保に関する法律施行規則,” 1, [11] (1971).
- 11) 環境庁告示第1号, “浮遊粒子状物質に係る環境基準について,” 1, [1] (1972).
- 12) “放射性エーロゾル用高性能エアフィルタ,” JIS Z 4812-1975.
- 13) MIL-STD-282' (1956).
- 14) B. S. 2831, (1957).
- 15) “大気中の浮遊粒子状物質自動計測器,” JIS B 7954-1974.
- 16) Air Filter Institute, “Code for Testing Air Cleaning Device Used in General Ventilation,” Section 1, revision (1956).
- 17) “航空機用空気ろ過器(発動機吸気用),” JIS W 4481-1959.
- 18) “防じんマスク,” JIS L 8151-1972.
- 19) Australian Standard E 35, Part II-1970.
- 20) “Recommended Procedures for Evaluating Fluid Power Components and Systems,” Fluid Power Research Center, March, [192], 93~103.

新製品紹介

ホソカワ／ミクロン

スーパーセパレータ MSS 型

（株）細川粉体工学研究所

1. はじめに

近年、化学工業、薬品工業、窯業をはじめ、微粉体をその原料、中間体、最終製品とする多くの産業分野において、新規の粉体製品が次々と現われ、またその品質の向上や工程の改善のニーズが高まってきた。

そのため、粉体の粒度と粒度分布を調整する分級操作に対して、より超微粉領域の、よりシャープな分級が可能な装置が従来にも増して要望されている。

こうしたユーザーのニーズに応えるため、このたび新型分級機として、ホソカワ／ミクロン スーパーセパレータ MSS 型が開発された。（Photo. 1 参照）

尚、この分級機は先きの西独フランクフルトにおけるアヘマ展（昭和54年6月17日～23日）、東京晴海での '79

化学ブランドショウ（昭和54年10月1日～5日）の両展示会に出展し、多くの関係者の注目をあびた。

以下この新型分級機MSS型の概要について記述する

2. 構造と特徴

この分級機は独特の分級ゾーンを形成する分級部と特殊な分級ロータそして粗粉排出機構からなる強制渦型気流分級機で、原料は搬送空気に乗せられて上部の原料入口より供給され、分級部に導かれる。分級部は特殊な分散機構とくりかえし分級機構を兼ね備え、原料は鋭い分級作用を受け、粗粒側は下部の粗粉出口より排出される。また微粉側は空気とともに上部微粉出口より排出され、捕集装置により捕集される。

分級粒径の変更も極めて容易で、所定の条件をマイク

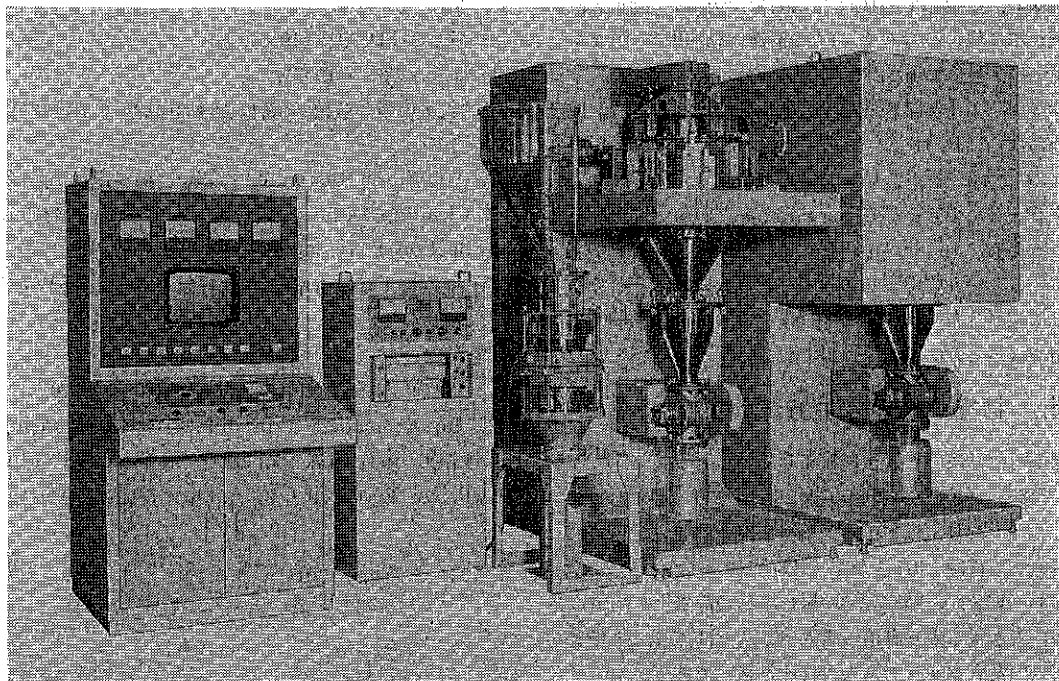


Photo. 1

ロコンピュータにインプットするだけで、自動的に運転条件が計算、改定され、新しい条件での安定した運転が開始される。そのため、このスーパーセパレータMSS型は次のような多くの特徴を有している。

(1) 分級がシャープである。

独特の分散機構により、粉体の分散を強力に行なうと共に粉体の再凝集を防ぎ、効果的な分級作用によって鋭い分級が可能となった。

(2) 高精度の分級効率が得られる。

分級部における新発想のくりかえし分級機構と、内部分級面と外部分級面を兼ね備えた新機構により、分級効率は80~90%と飛躍的に向上した。

(3) 超微粉域でも分級性能が優れている。

機器各部の構造に新設計による高速化が進められ、1ミクロンから2ミクロンのような超微粉領域において

テムを内蔵し、必要条件をインプットするのみで、自動的に最適運転条件が計算、設定され、自動制御によりその条件に安定した運転が保たれ、その結果、鋭いカットポイントの安定した高品質の製品が得られる。

(5) 広範囲の用途に適用できる。

以上の多くの特徴から、分級径が1ミクロン前後から数百ミクロンまでの多くの粉粒体の分級処理に適用でき、あらゆる産業の広いニーズに応える汎用性を持っている。

Table 1 はMSS型の型式および仕様である。

3. 性 能

一般に分級機の性能比較は容易ではない。即ち、原料の種類、粒度分布、分級径、処理能力、運転条件等どれをとっても分級性能に影響を与えるため、同一の比較基

Table 1 型式および仕様

項目	MSS-1型		MSS-2型		MSS-3型		MSS-4型		MSS-5型	MSS-6型	MSS-7型
	L型	H型	L型	H型	L型	H型	L型	H型			
分級機所要動力 (KW)	2.2	5.5	3.7	7.5	3.7	11.0	5.5	15.0	22~37	37~55	55~90
最高回転数 (R.P.M.)	4800	8000	2200	4400	1600	3200	1100	2000	1250	850	600
使用風量 (m ³ /min)	10~15	8~12	25~40	20~30	50~80	40~60	100~150	80~100	150~300	300~600	600~1200
最小理論分級径 (μ) ($\rho_s=2.7\text{ g/cm}^3$)	4.0	1.5	5.0	2.0	6.0	2.5	6.0	3.0	4	5	6
概略処理能力 (kg/hr)	50~150	30~50	150~350	70~120	300~700	150~250	600~1500	300~500	500~2000	1000~4000	2000~8000

(註) 処理能力は原料の性質、粒度分布、分級点、精度等の分級条件によって異なります。

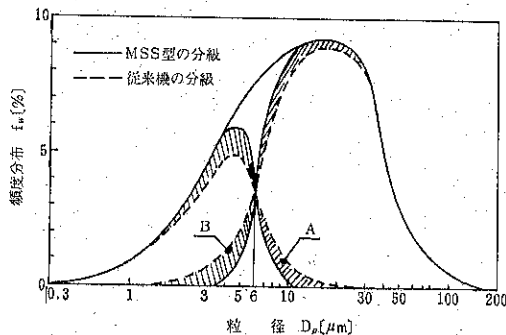


Fig. 1 MSS型の分級性能

も、優れた分級性能を発揮する。更に分級室内は独特の分級機構による自浄作用により付着性のかなり強い粉体であっても、付着成長を最小限に押え、良好な分級結果が得られる。

(4) 安定した運転、安定した製品が得られる。

本装置はマイクロコンピュータを組み込んだ制御シス

準がなかなか決められない難点がある。

Fig. 1 はMSS型と従来機との分級形態の比較である。図よりわかるように、従来微粉に混っていた粗粉(図のA部)は本来の粗粉側に移り(粗粉の微粉へのトビが無くなった)、また、従来粗粉に混っていた微粉(図のB部)は本来の微粉側に移っていることが明瞭にわかる。(効果的な分散と分級により、付着、凝集粉が減少した)

すなわち、従来機に比べるとシャープさは非常に改善され、その結果、ニュートン効率、シャープネス共に向上したわけである。

Fig. 2 は各種粉体をMSS型により分級した例であり、いずれも良好な分級結果を得ている。

Photo. 2 は分級品の顕微鏡写真の一例である。

4. おわりに

従来より、微粉になればなる程、粉体の付着性、凝集性の影響が増大し、分級性能はもち論、装置への付着等に多くの問題を残していた。今回、ユーザーからのニ

ズもあり、スーパーセパレータMSS型を開発したわけで多くのユーザーの御要望にも応えられるものと確信している。

現在、各業界の顧客より多くのテスト依頼が寄せられており、従来不可能と見られていた分級についても好結果を得ていることを付記する。

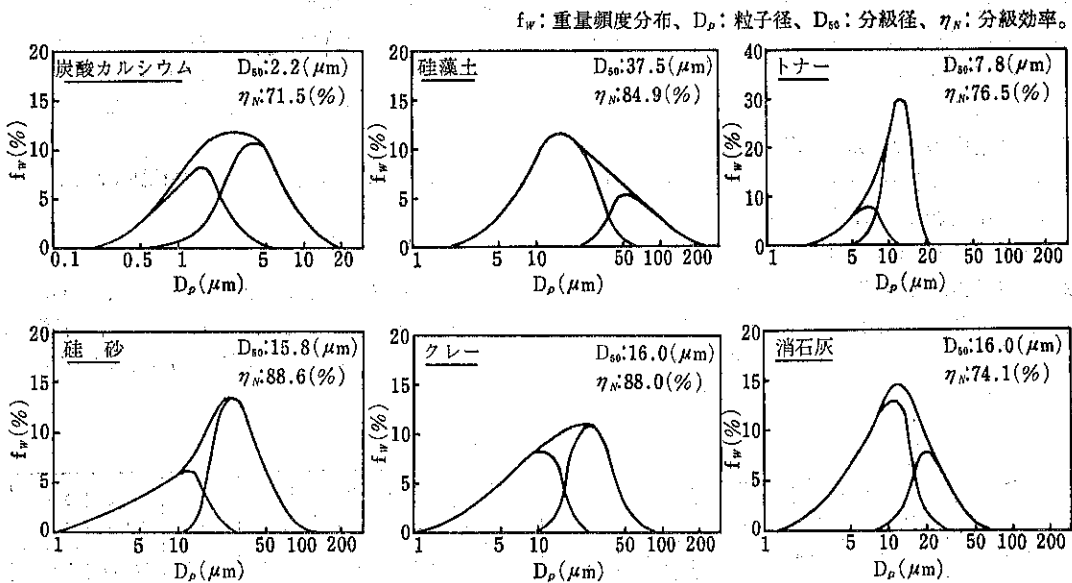


Fig. 2 各種粉体の分級例

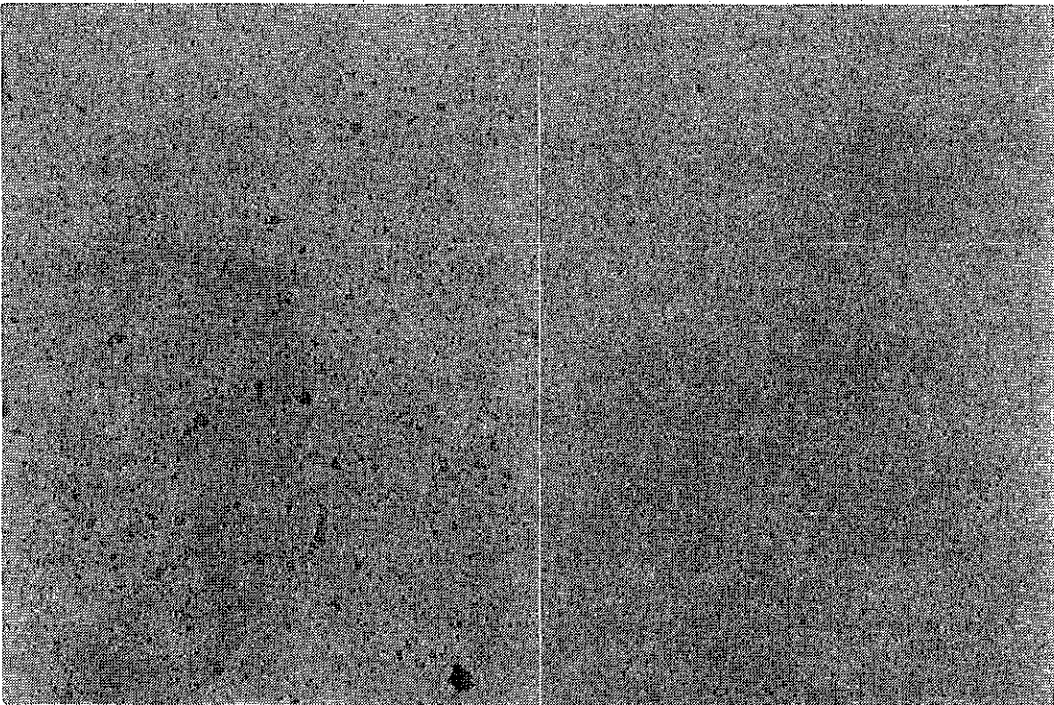


Photo. 2(a) 炭酸カルシウム (2.2 μm)

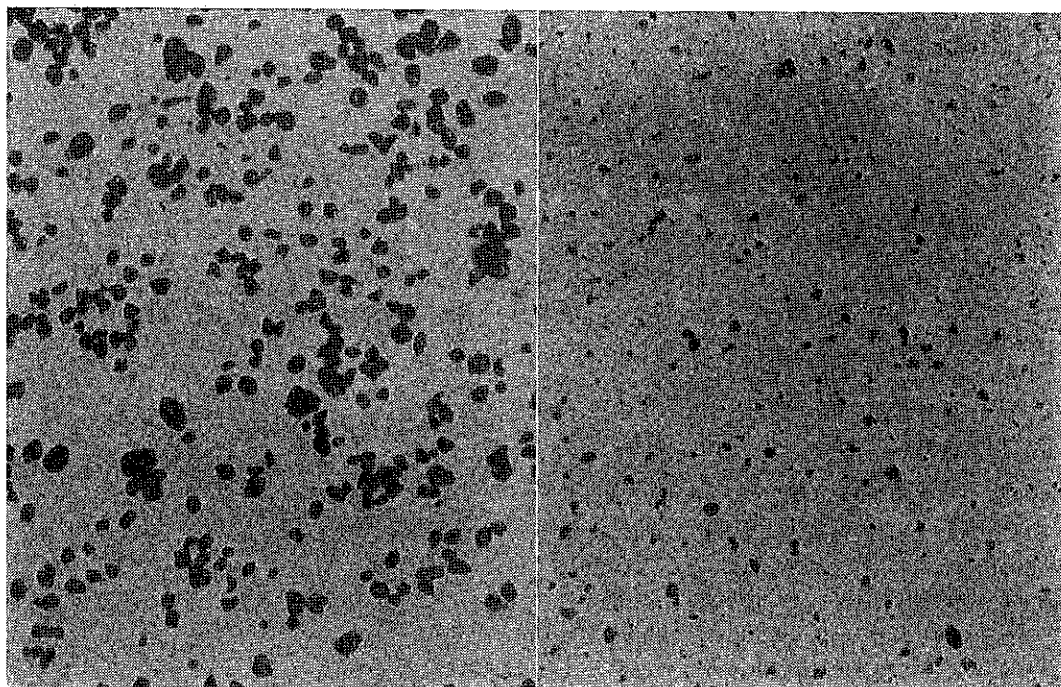


Photo. 2(b) トナー (12.2 μ m)

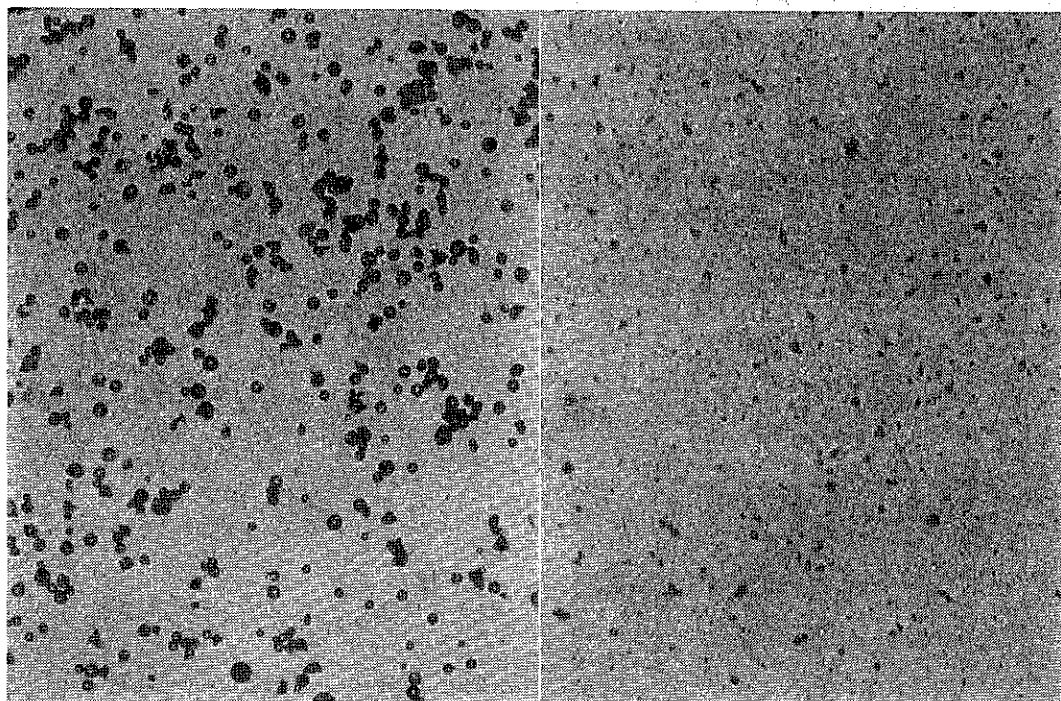


Photo. 2(c) フライアッシュ (12.5 μ m)

新製品紹介

ホソカワ／ミクロン コ ヒ テ ス タ

(株) 細川粉体工学研究所

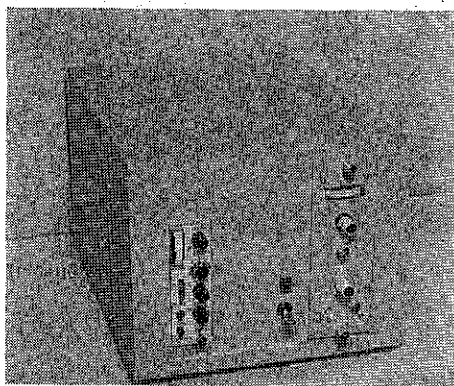
1. はじめに

粉体プロセスではしばしば付着や凝集が問題とされており、これを防止あるいは利用することができれば、粉体技術の大きな進歩が期待されます。しかし現状では経験的技術に頼らなければならない部分が多く、粉体のさまざまな性質をどのように粉体機器の設計や操作に応用するかということが粉体工学のひとつの大きなテーマであることは言うまでもありません。付着力についてもこのような観点から幅広い研究がおこなわれております。このたび発売されたホソカワ／ミクロン コヒテスタはこのような目的で粉体層の破断過程を解析するために開発されたものであり、引張り強度と破断部の変位を同時に測定し粉体の付着力（凝集力）を評価するものです。

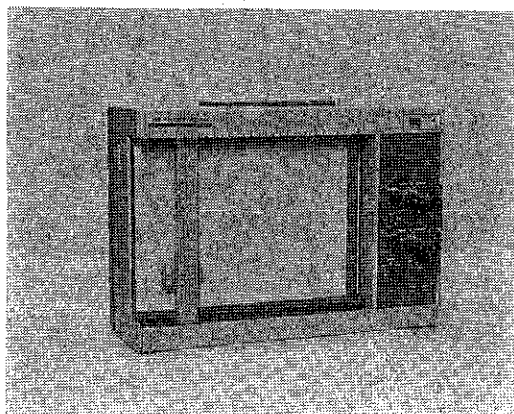
2. 装置の概要と特長

ホソカワ／ミクロン コヒテスタは、測定機本体と演算増幅器そしてX-Yレコーダで構成されています。(Photo. 1 参照) 各部の仕様は次に示すとおりですが、これは従来からの多くの研究と豊富な測定データの蓄積

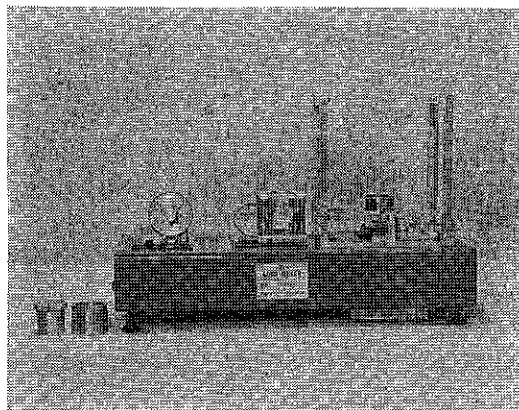
から生み出されたものです。



(b) 演算増幅器



(c) X-Y レコーダ



(a) 吊り下げ式付着力測定機 (本体)

Photo. 1 ホソカワ／ミクロン コヒテスタの外観

仕 様

測 定 方 法	； 垂直圧密水平引張法 (可動セル吊り下げ型)
引張り測定範囲	； 0～40g/cm ² (標準)
変位測定範囲	； 0～1000μm (標準)
予 圧 密 荷 重	； 0～200g/cm ²
セ ル 寸 法	； φ50mm, h20mm

引張速度 ; 2mm/min

寸法および重量 ;

測定機本体 $w650 \times h415 \times d220\text{mm}$, 23kg

演算増幅器 $300 \times 250 \times 420\text{mm}$, 15kg

X-Y レコーダ $433 \times 299 \times 147\text{mm}$, 11kg

使用電源 ; 100V, 70W

付属品 ; 充電筒, 圧密用おもり 各1個
記録用紙, 記録用グラフ用紙 各1冊

特長

1. 引張強度と変位が同時に測定でき応力変位線図から付着力を求めることができます。
2. 摩擦がなく高精度の測定値が得られます。
3. 構造ならびに取り扱いが簡単で、清掃も容易です。

本装置は、半円筒形に2分割されたセル中に粉体層を形成し、水平方向に引張力を加えて破断するものです。2分割セルの片方(可動セル)は、3枚のリン青銅帯板に吊り下げられていて摩擦力が働かないので精度の高い

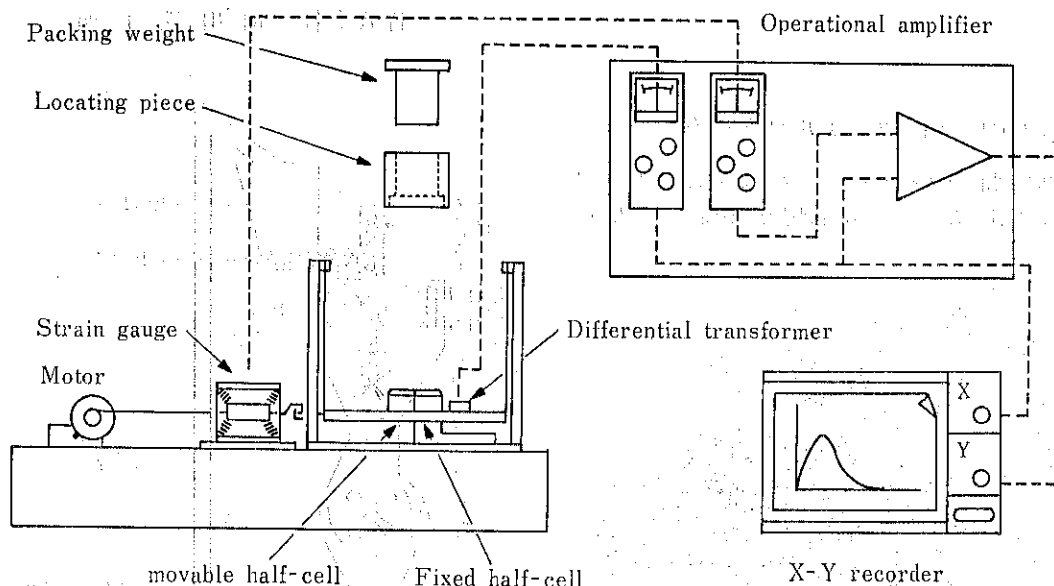


Fig. 1 コヒテスタの概要

測定値が得られます。Fig. 1 に示しましたように、ストレインゲージで検出した引張力と差動トランスで検出した変位は演算増幅器を経て、X-Y レコーダに入力されます。測定結果は、縦軸に引張力、横軸に変位が記録され Fig. 2 のような応力変位線図として得られます。これは

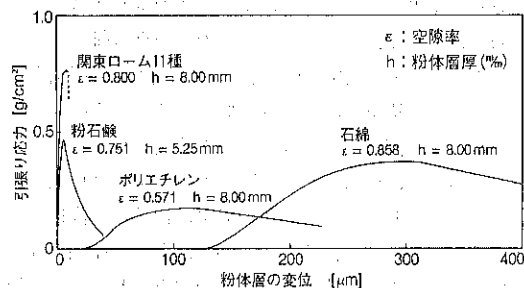


Fig. 2 コヒテスタによる測定例

粉体層の破断過程を示すもので、付着力や破断に必要な仕事量など粉体層の力学的性質を解析するために有益なデータを与えてくれます。

3. 測定の応用

コヒテスタによる測定の応用には、次に掲げるような事項が考えられます。

1. 貯槽内での粉体の凝集や固結現象の評価に。
2. 薬剤や粉体材料の表面改質の効果判定に。
3. 粉末製品の品質管理や製品管理に。
4. 研究室での力学的性質の検用に。

この他にも、粉体プロセスへの応用についての研究が現在も続けられており、コヒテスタの利用価値はさらに高いものとなるでしょう。

新製品紹介

ホソカワ/フィッツ チルソネータ

ホソカワ/フィッツ フルイドベッドドライヤ

ホソカワ/フィッツ マラクセータ

株式会社 細川鉄工所

ホソカワ/フィッツ チルソネータ

本機は米国フィッツパトリック社より技術導入したもので、当社においては、独占製造及び販売をするもので

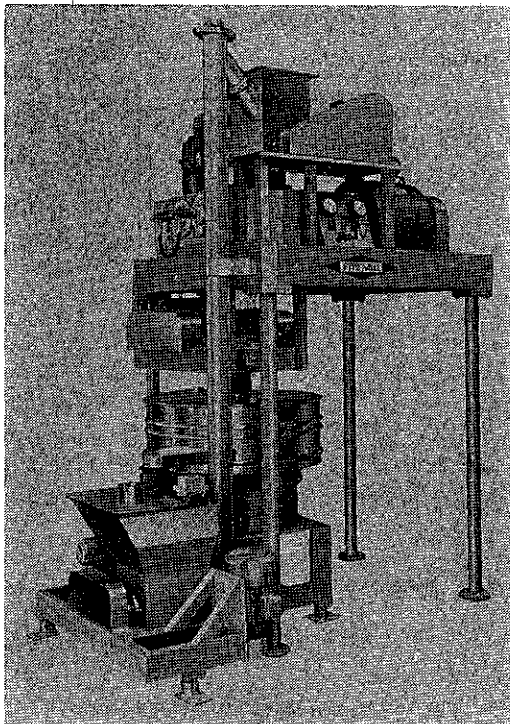


photo. 1 チルソネータ

ある。本機は簡単に言えばただ単なるロール式の圧縮機であるが、他のシステムと組み合わせて容易に、乾式圧縮造粒機となるものである。市場においても、単なる圧縮機としてよりも、造粒機としての需要の方が大である。機械的な構造を説明すると、まずホッパー内に入れられ

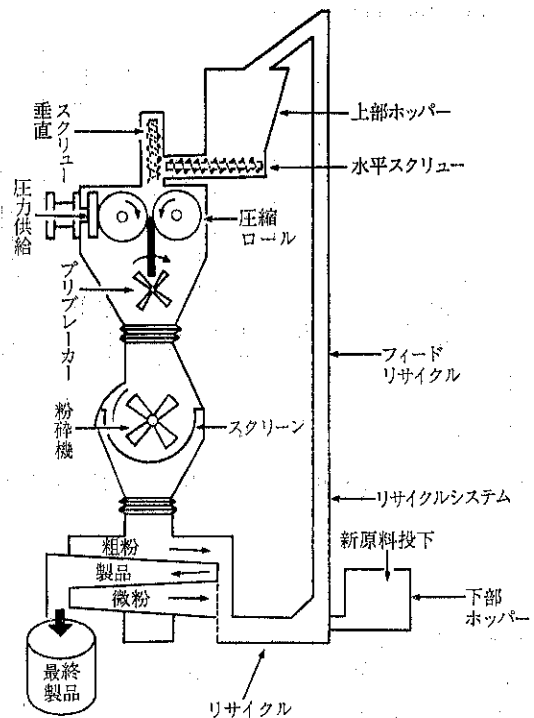


Fig. 1 チルソネータの構造

た原料は水平軸スクリュウによって次の垂直軸スクリュウ内に移動する。そこでやや回転の早い垂直軸スクリュウによって、原料中の抜気を行いある程度の圧縮を行う。こうして抜気と圧縮された原料はそのままの力で2本のロールの間にはさまれる。この時当然ロールは回転しているので、原料はロール間で十分圧縮され板状になってロールより出る。この時の見掛け比重は最高通常の4倍くらいに達する。そこまでがただ単なる圧縮工程のみであり、その後他システムを組み合わせて、造粒過程に入るのである。まず板状の原料をプリブレカー

によって破碎し、その後にスクリーン付の粉碎機によって、ある程度まで粒度を整える。担しそれだけでは十分な粒度調整は出来ないで、その下にシフターを設け相粉、微分をカットし、それらは元の原料ホッパーにコンベアー等によってフィードバックされ、仕様に合った粉粒のみが他所へ排出される様になっている。以上が機械的な構造であるが細部にわたっては、かなり詳細に至るのでここでは以上にとどめておく。

さて、この機に圧縮、造粒された原料のメリットという点では次の様な事が考えられる。

1. 貯蔵している間にケーキング又はパッキングする事を防ぐことが出来る。
2. 持ち運びする際の 手間が 微粉の時より 手軽になる。
3. 見掛け比重がアップするので、貯蔵の場所をあまりとられなくてすむ。
4. 乾式であるので乾燥の手間が省ける。
5. 打錠機にフィードする際、造粒したものは非常に流れやすいので、正確な量をフィード出来、打錠機の性能をアップする事が出来る。
6. 見掛け比重が一定するため、容積量に対しての重量が正確になり、供給機にかけやすくなる。
7. 造粒する事によって分散効果をあげる事が出来る。
8. 圧縮する事により粉塵が立たず、皮膚又は眼等をいためる事がない。
9. 埃の立たない粉粒を造る事が出来る。例えば農薬を散布する時など風にのって微粉が他所へ浮遊するのを防ぐ事が出来る。

10. 圧縮により出荷費用のコストを低減できる。

以上が主なる特徴であるが、その中でも2, 3, 8, 10, は他のシステムと組み合わせることなく、本機単体のみで使用出来るということを見逃してはならない。

次に主なアプリケーションの例としては、

1. 薬品（アスピリン、抗生物質、農薬、飼料にまぜるビタミン剤、等。）
2. 化学（酸化マグネシウム、炭カル、ソーダ灰、合成樹脂、テレフタル酸、タンダステンカーバイト、酸化ウラン、等。）

その他として、肥料、顔料、染料、洗剤、活性炭などに使用されている。

最後に本機の型式仕様を下記してみると、

I R 4×10, 4はロールの巾を表し、10はロールの直径を表している。

I R 4×10 動力5~7.5HP 能力 500/hr

I R 7×10 動力15~20HP 能力 750~1000kg/hr

I R 12×12 動力25~30HP 能力 1500~2000 kg/hr
以上簡単に説明をしたが、機械の構造の割には使いやすく、安心して使用出来るメリットがあると言えよう。

ホソカワ/フィッツ

フルイドベッドドライヤ

本機はテルソネータと同様に、独占製造及び販売を行うものである。

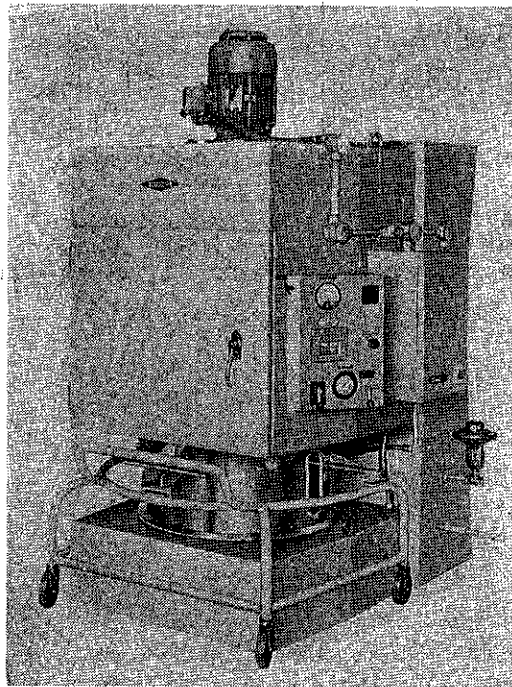
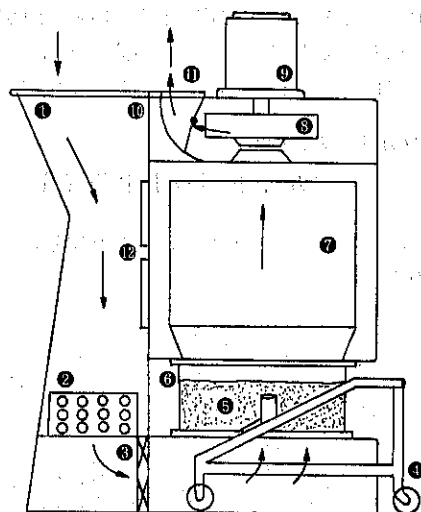


photo. 2 フルイドベッドドライヤ

本機はその名称の示すように、流動式の乾燥機であり、バッチ式として使われる。原理は非常に簡単で、ヒーターによって暖められた熱風がコンテナ底部のターボスクリーンを通過し、その時の風速風量によってコンテナ内部の原料が流動し乾燥状態に入る。流動しにくい原料に対してはコンテナ内部に付いているアジテーターによって攪拌する事もできる。コンテナ上部に浮遊した粉塵は、バッグフィルターによって集められ、定期的にその払い出しを行うことができる。乾燥時間は原料によりまちまちであるので、出口温度が一定になった時点で乾燥終了というめどを立てる事が出来る。

本機の特徴としては、ターボスクリーンを使用しているので、乾燥後のコンテナの持ち運びにもほとんど原料の落ちこぼれはない。耐爆対策として、防爆ベルト面積を大きくとり、抵抗のない様にグラスファイバーの軽い



① 空気入口 ② エアヒーター ③ エアフィルター ④ キャリヤー
⑤ 原料 ⑥ コンテナ ⑦ エアフィルター ⑧ 送風機
⑨ ファンモーター ⑩ ダンパー ⑪ 空気出口 ⑫ コントロールパネル

Fig. 2 フィルドベッドドライヤの構造

ものを使用している。又、コンテナ部はゴム材によってシールされているので、絶縁されている故に、プラグ方式を用いてアースしている、バッグの静電に対しては、特に問題のある場合は、アース繊維入りのものを使い防爆に対処する事も出来る。通過風量の多いものに対してはバッグを2重にしたダブルバッグタイプを使用する事もできる。コントロールも空気式のものを、電装関係も耐爆型を使用出来る。担し耐爆については特に必要な時のみそれらをほどこすものであって、不必要な場合はあまり神経質になる必要はないと思われる。

主な適用例としては、澱粉造粒物、チーズ、その他食品、医薬品、化学薬品などに使用され

ている。なお適用粒子径として、100メッシュから10ミリくらいである。

主な型式及び仕様としては下記のものがある。

ホソカワ/フィッツ マラクセータ

本機も他2機種と同様に、独占製造及び販売を行うものである。

本機はその主な特徴として、チューブ状トラフ内に連続スクリー、カットオフスクリーそしてパドルが取り付けられた、いわばミキサー+ニーダー+押し出し機の特徴を有する機械であり、連続運転として使用される。パドルは角度が変えられ混合の状態を変化させる事が出来る。又、トラフ部にはジャケットが取り付けられ、冷却及び加熱を可能ならしめるものである。本機はサンタリー構造であるため、分解が非常に簡単で清掃にも時間が掛からぬ様に考えられている。又本機トラフ部にノズルを設ける事により、加湿、加油及び香料の添加も可能になるものである。

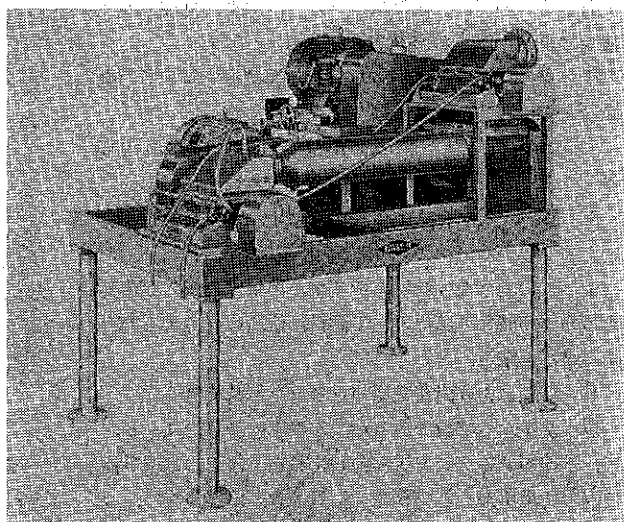


photo. 3 マラクセータ

型 式	コンテナ 全 容 量	コンテナ寸法 高×径	ファン動力	風 量	アジテータ 動 力	アジテータ 回 転 数	フィルター 通過面積
FA-75	57 ℓ	292× 578 mm	5 HP	MAX 34 m³/min	1/6 HP	35 R.P.M	ダブル 1.72 m²
FA-150	244	406× 883	10	71	1/3	19.5	ダブル 3.36 シングル 3.24
FA-250	637	451×1,334	20	99	1/2	8.8	ダブル 6.90 シングル 5.20
FA-500	1,150	546×1,638	30	184	1	9.7	ダブル 10.81 シングル 6.93

(使い易さの原因としては、乾燥に必要なすべての機器がコンパクトに収納されたユニットになっている点であろう)

本機には特に標準機はなく、それぞれのニーズに合った機種をその都度販売するので、過去においてフィッツ社はそれぞれ独特の特徴を持つ機種を製作している。それらの機種を統合してどのようなものが製作されたかを下記してみる。

- 混合トラフがジャケットになったもの。
- アウトレットにオリフィスプレートが付いたもの。
- 一種の乾粉に二種の液体を連続添加し混合するもの。
- 特殊オリフィスプレートを付けて、板状の製品を得られる様にしたもの。この場合、後工程としてカッターを

取り付けたりする。

○乾粉と液体の接触操作を行った後、粉碎機を直結して粉碎工程を行っているもの。

○負荷の変動に伴って自動的に変化する、調整可能なバックプレッシャーディスチャージを付けたもの、等々。

主な適応例として、ケーキミックスの製造、ドッグフード用ビスケットの製造、パイの原料製造、等に使用でき、一品一様ではあるが構造が簡単なため、幅広い使用範囲が期待される。

新製品紹介

熱交換機 リーツサーマスクリュウ
粗 碎 機 リーツラバーチョッパ
粉 碎 機 リーツディスインテグレータ

株式会社 細 川 鉄 工 所

リーツサーマスクリュウ

1. 概 要

リーツサーマスクリュウは弊社が米国の食品化学機械メーカーであるリーツ社 (RIETZ) と独占販売提携を行った、スクリュウコンベアー型式の熱交換機です。

本機は食品工場、化学工業の輸送を伴う粉体の熱交換を効率的に行うために開発されました。

ローター側は中空のシャフト、スクリュウブレード及びトラフ側はジャケットと、大きな伝熱面積を有しており、これらに熱媒体を流して原料を移動させながら効率的に熱交換を行います。

2. 構 造

原料はスクリュウの回転により移送され、その移送過程で熱交換を行います。

一方蒸気などの熱媒体はロータリージョイントを通してスクリュウローター内に入り、熱交換を行った後、再びロータリージョイントへ戻り排出される。

またジャケット内にも熱媒体が入り、伝熱の向上をはかっています。

スクリュウの回転速度を任意に変えることにより処理原料の滞留時間の調節が容易にできます。

仕様に応じて加熱、蒸発乾燥、焙焼いずれにも使用でき、サニタリー構造も容易です。

3. 特 長

- 1) 移送しながら熱交換できる。
- 2) 滞留時間を一定に保つことができ、製品の品質が均一になる。
- 3) 低速回転（一般的には1～5R/M）のため摩耗はほとんどない。
- 4) サニタリー構造にも容易にできる。

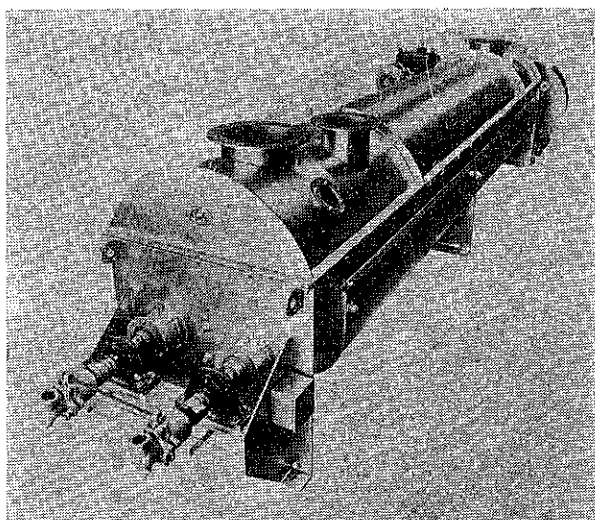
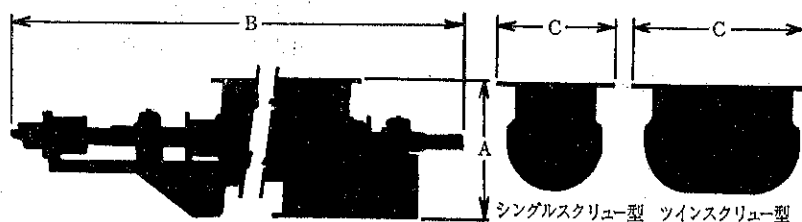


photo. 1
サーマスクリュウ

4. 型式及び仕様



型 式	A	シングルスクリー型			ツイン スクリー型		
		B	C	全伝熱面積	B	C	全伝熱面積
TJ 8×8	350 mm	2,261 mm	325 mm	3.04 m ²	3,632 mm	525 mm	5.35 m ²
8×10	〃	2,870	〃	3.88	4,241	〃	6.84
8×12	〃	3,480	〃	4.72	4,851	〃	8.31
8×14	〃	4,089	〃	5.55	5,461	〃	9.75
TJ 12×10	525	4,165	450	5.31	4,496	725	9.54
12×12	〃	4,775	〃	6.50	5,106	〃	11.7
12×14	〃	5,385	〃	7.68	5,715	〃	13.8
12×16	〃	5,994	〃	8.86	6,325	〃	15.9
TJ 16×12	650	4,979	575	8.82	5,207	900	16.1
16×14	〃	5,588	〃	10.5	5,816	〃	19.1
16×16	〃	6,198	〃	12.1	6,426	〃	22.0
16×20	〃	7,417	〃	15.4	7,645	〃	28.0
TJ 24×12	850	5,055	750	15.9	4,648	1,250	29.5
24×14	〃	5,664	〃	18.9	5,258	〃	35.0
24×16	〃	6,274	〃	21.8	5,867	〃	40.4
24×20	〃	7,493	〃	27.7	8,001	〃	51.4
24×24	〃	8,712	〃	33.7	9,220	〃	62.4

リーツラバーチョッパ

1. 概 要

リーツラバーチョッパは弊社が米国の食品化学機械メーカーであるリーツ社(RIETZ)と独占販売提携を行った粗砕機です。本機は原料を低速で剪断・粗砕していくもので、その使用条件や目的からみて非常に堅牢にできています。

当初は食肉の裁断用に開発されましたが、更に現在ではゴム(天然、合成、再成いづれにも)の粗砕にも使用されます。

2. 構 造

原料ホッパー下部に低速(10~40R.P.M)で回転する、スクリータイプのハンマがあり、原料を移動させながら、固定刃との間で剪断し、スクリーハンマの移動でオリフィスプレートに押しつけ、それから押

し出された碎料はカットオフナイフによって切断され、より細かくなります。

スクリーハンマとカットオフナイフは別個のモータで駆動され、また、オリフィスプレートは2分割できシ

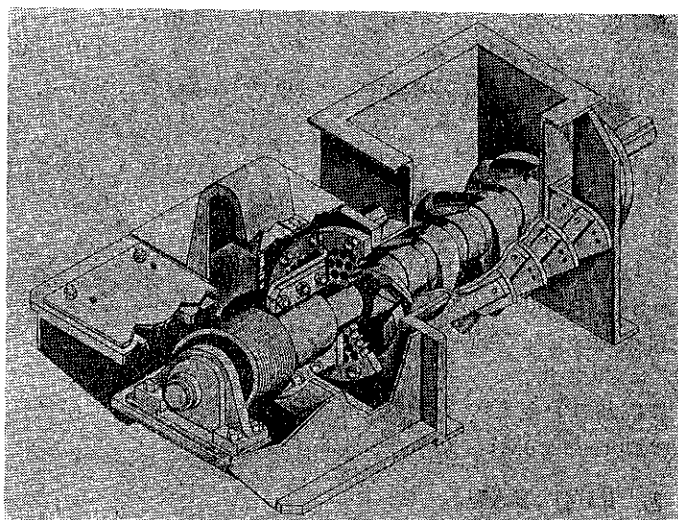


photo. 2 ラバーチョッパ

ャフトを分解せずに取り付け取りはずしができます。

3. 特 長

1) 堅牢な構造でその上保守点検が容易。

- 2) 低速回転のため摩耗や騒音が小さい。
- 3) 所要動力が少ない。
- 4) 製品の温度上昇が少なく、品質の損傷が少ない。

4. 型 式 及 び 仕 様

型 式	ロータ径	動 力	ハンマ回転数	カットオフ ナイフ回転数
B P 15Hヘビータイプ	375 mmφ	15~110kW	10~40R/M	400~500R/M
P B 15Hライトタイプ	"	15~ 55kW	10~40R/M	400~500R/M

リーツディスインテグレータ

1. 概 要

リーツディスインテグレータは弊社が米国の食品化学機械メーカーであるリーツ社 (RIETZ) と独占販売提携を行った粉砕機です。

野菜、果物、食肉、魚肉などの食品工業全般をはじめ、化学工業薬品、合成樹脂、その他の化学工業製品など広範囲にわたり、利用できます。

本機は360°のスクリーンを持ち、粉砕分散を行ないながら、異物や粉砕困難なものを分離して、機外に排出できるユニークな構造になっており、その上、分解、組立清掃が容易です。また、その目的により乾式、湿式のいずれの方式にも使用できます。

2. 構 造

それぞれの使用目的に応じて、次の3機種があります。この3機種の選定基準としては、

R D型……付着しやすいものや、流れにくいもの

R P型、R A型……フルーツなどのようにゆっくりと流れる状態のもの

R I型……液体やスラリー等配管ライン中に組み込むもの。

1) R D 型

モータ直結駆動式の縦型構造で、原料を上部より投入し、上部フィダハンマと下部リフターハンマには原料が粉砕されずに排出してしまうことのないように、先端部を斜めにカットして粉砕室内の滞留による粉砕分散効果を高めています。

製品は360°の全周スクリーンを通過して回収し異物などは別の製品と分離して機外に排出します。

2) R P型、R A型

原料は上部より投入し製品は斜下より排出します。粉

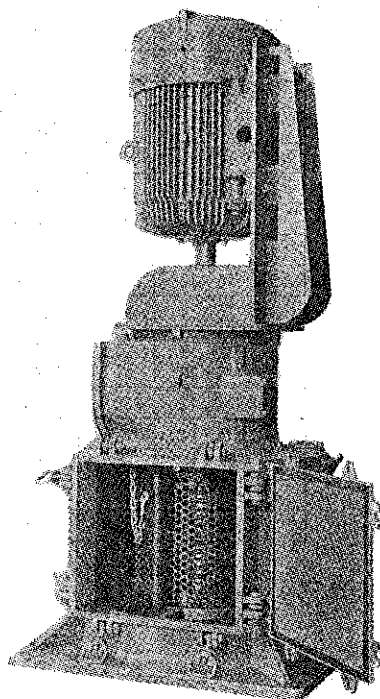


photo. 3 R D型

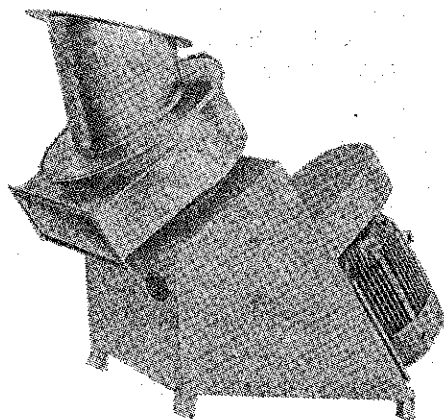


photo. 4 R A型

砕分散機構はRD型と同じでモータ直給駆動型のRP型があります。特に、スクリーンはクランプバンドで取り付け取り外しが簡単で清掃も非常に容易です。

3) RI型

生産プロセスにある液体やスラリーなどの配管ライン中に設置できる特長があり、粉碎、分散機構はRD型と同じである。

ポンプアップされた原料は粉碎室内で効果的に粉碎、分散を行ない異物などは、下部より簡単に取り出すことができる。

3. 特 長

- 1) 360°全周スクリーンを使用しているので、能力が向上し、製品の温度上昇やモータに対する過負荷が減少できる。
- 2) 粉碎、分散を行ないながら同時に異物除去ができる。
- 3) 分解、組立、スクリーンの交換、清掃が簡単である。
- 4) RD型は重負荷構造で、化学工業用である。
- 5) RP型、RA型はサニタリー構造に適し、食品薬品用である。
- 6) RI型はPVCや洗剤などのスプレードライヤー

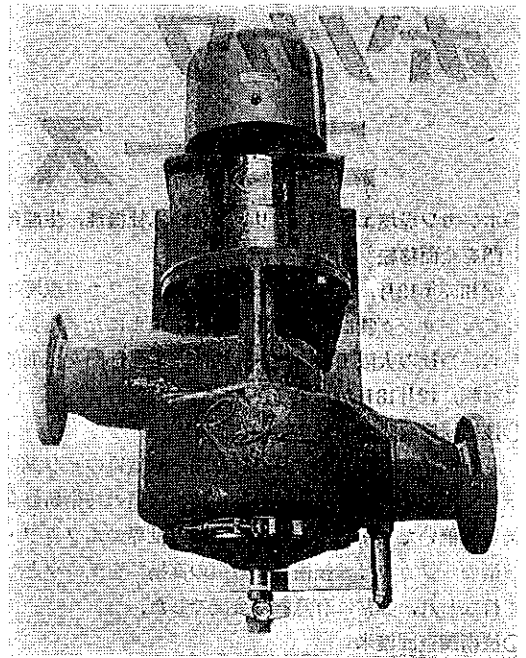


photo. 5 RI型

の前工程における粉碎、分散に適している。

4. 型 式 及 び 仕 様

1) RD型 (タテ型)

型 式	動 力	回 転 数	スクリーン寸 × 高 さ
R D - 8	3.7~15kW	8,400R/M	250mm×225mm
12	11 ~ 37	6,500	300 ×300
18	22 ~110	3,600	450 ×450
24	37 ~150	2,700	600 ×500

2) RP型, RA型 (アングル型)

型 式	動 力	回 転 数	スクリーン径
R P, R A - 6	MAX2.2kW	12,000P/M	150mmφ
8	MAX15	8,400	200
12	MAX30	5,500	300
18	MAX55	3,600	450

3) RI型 (インライン型)

型 式	動 力	回 転 数	入口口径	出口口径
R I 1-6	3.7~15kW	3,600R/M	75mmφ	50mmφ
R I 2-6	11~30	3,600	100	100
R I 2-8	11~30	2,700	150	150

ホソカワ ニュース

○ホソカワ環境エンジニアリング(株)本社機能、生産部門を全面移転

昭和53年12月、当社の関連会社であるホソカワ環境エンジニアリング(株)は枚方本社工場が手狭になったことから、当社の大阪工場内へ本社機能、生産部門を全面的に移転、12月18日から業務を開始しました。

○技術研修会議開催

昭和54年1月19日～1月21日の間、滋賀県の琵琶湖のホテルにおいて当社及関連会社の技術課員の技術研修会議を開催いたしました。この会議は“世界のホソカワ・技術のホソカワ”、“技術者の意識の高揚”をテーマとして行なわれ、非常に有意義な会議でした。

○技術調査団渡米

昭和54年1月22日～2月24日の約1カ月間、副社長を団長とした当社の技術調査団が渡米しました。

渡米の目的は米国の各技術提携先の視察と当社が今後、食品、医薬品業界への市場開拓を目的とした新製品の提携についての調査を行ない、各種の調査を完了しました。

○フィッツパトリック社と技術提携

昭和54年2月17日、世界でも有名な米国の粉砕機メーカー（主として医薬品・食品関係）であるフィッツパトリック社（The Fitz Patric Company）と下記の製品について独占製造販売契約を完了しました。

ロール式圧縮造粒機 ホソカワ/フィッツ
チルソネータ
連続混合機 ホソカワ/フィッツ マラクセータ
流動乾燥機 ホソカワ/フィッツ
フルイドベッドドライヤ
中砕機 ホソカワ/フィッツ フィッツミル

○リーツ社と販売提携

昭和54年2月28日 米国の有名な食品機械メーカーであるリーツ社（Ritz Division Bepex Corporation）と下記の製品について独占販売契約を完了しました。

粉砕機 リーツ デイスインテグレート
熱交換機 リーツ サーマスクリュア
粗砕機 リーツ ラパーチョッパ

○パウテック展示会出品

昭和54年3月6日～9日の間、イギリスのパーミガム市で開催された世界的に有名な粉体関係の専門展示会で

ある POWTECH EXHIBITION に当社はホソカワ・ヨーロッパを通じて下記のものを出品しました。

粉体特性測定機 ホソカワ/ミクロン
パウダテスタ 型式PT-E
乾燥機 ホソカワ/ミクロン
マイクロドライヤ 型式MDH-I
供給排出機 ホソカワ/ミクロン
フロートロン 型式AV-II

○ホソカワ粉体技術センター竣工

昭和54年4月、東京支店中野分室の施設を千葉県柏市中十余二丁目山406-6に移設拡充し、ホソカワ粉体技術センターを設立しました。同センターの完成により関東地におけるユーザーサービス体制を強化すると共に、関西、関東地区での粉体技術研究体制が確立しました。

○新製品 吊下式粉体層付着力測定機 コヒテスタ発売開始

昭和54年4月 ホソカワ/ミクロン コヒテスタの発売を開始しました。同装置は粉体物性特性の重要な測定項目とされている粉体層の付着力測定装置です。

○米国の粉体機器の専門展示会へ出品

昭和54年5月15日～17日の間、米国のフィラデルフィア州で開催された Powder & Solids '79 に当社の技術提携先であるパイプラ社が当社の粉体特性測定機 コヒテスタ他を出品いたしました。引合も多数あり、非常に好評でした。

○リファックス稼動開始

昭和54年6月、事務合理化の一環として枚方本社事務所、東京支店、大阪工場、粉体機器サービス（大阪・東京）にリコー-650S型のリファックスが設置されました。各番号は下記の通りです。

枚方本社事務所 0720-55-2410
東京支店 03-503-2230
大阪工場 06-573-2616
細川粉体機器サービス（大阪） 06-573-2616
" （東京） 0471-32-2516

○ACHEMA '79 展示会出品

昭和54年6月17日～23日の間、西ドイツ、フランクフルト市で開催された世界的に有名な国際化学機械展ACHEMA '79 に当社は関連会社のホソカワヨーロッパを通して新製品の分級機ホソカワ/ミクロン スーパーセパレータMSS型の実演展示を行ないました。引合件数も多く、非常に盛況でした。

○新製品 分級機 スーパーセパレータ発売開始

昭和54年6月、ホソカワ/ミクロン スーパーセパレータMSS型を発売開始しました。同装置は分級効率80～90%を可能にした画期的な装置で超微粉領域（1μ～

2μ)における分級を可能とする装置であります。又マイコンを内蔵した自動制御システムを採用しており、安定した品質の製品が常に得られます。西ドイツのフランクフルトで開催された国際化学工業展ACHEMA '79及び国内の'79化学プラントショーで出品実演展示し、内外の絶賛をあげました。

○'79食品工業展出品

と き 昭和54年6月5日～9日

ところ 晴海・東京国際貿易センター西館

小間数 4小間

当展示会は食品関連機械装置の総合専門展示会としては日本で唯一の展示会です。

当社は新提携のフィッツ社、リーツ社の各製品と連続製麵加湿装置をパネルで展示発表し、超低温粉碎機リンレックスミルを実物展示しました。ホソカワ環境エンジニアリング㈱も各空調システムをパネルで展示し、この間引合件数も多く、非常に盛況でした。

○粉体技術講演討論会開催

昭和54年8月8日当社において「第13回粉体工学に関する講演討論会」が開催されました。テーマは「粉体の力学的特性の把握と粉体プロセスの応用」で行なわれ、各地より80名が参加され、盛況裡に終了しました。

○(株)トーマンへ当社製品説明会開催

昭和54年9月17日当社において㈱トーマンと当社製品販売代理店契約締結を前提に当社製品及関連会社製品の販売動向及びアプリケーションの説明と試験室の見学が行なわれました。㈱トーマンよりは全国の支店の担当者が参加され、非常に盛況裡に終わりました。

○'79大韓民国国際環境汚染防止機器展出品

昭和54年7月4日～9日の間、ソウル郊外の機械常設展示館で開催されました。当社は現地の代理店の大成産業㈱と共に当社の渦過式集塵機ホソカワ/マイクロ パルスエア－型式SP49-8を出品展示しました。

○営業技術研修会議開催

昭和54年9月21日～23日の間、滋賀県の琵琶湖のホテルにおいて関西地区の当社の営業・技術課員と関連会社の参加者により昭和54年度営業技術研修会議が開催されました。この会議は営業、技術としての基礎並びに知識基本技能の再認識と向上を通じて安定的な収益路線の確保をはかることを目的として行なわれ、非常に有意義でした。

○細川グループ関東地区研修会議開催

昭和54年9月22日～24日の間、静岡のラフォーレ修善寺において関東地区の当社及関連会社の社員の研修会議が行なわれました。

この会議は

1. 細川グループの関東地区における連帯意識の高揚。
2. 如何に自己活性化をはかるか。
3. 営業活動の効率化。
4. 専門知識の取得。

を議題に行なわれ、非常に有意義でした。

○'79化学プラント・ショー出品

と き 昭和54年10月1日～5日

ところ 晴海・東京国際貿易センター西館

小間数 8小間

'79化学プラント・ショーは本年で15年目、12回目を迎え、化学機械装置の専門展示会として海外よりの参加もあり、内外の最大の関心を寄せられている展示会です。当社は新製品の分級機を始め、新しい技術提携先のロール式圧縮造粒機他を展示しました。引合件数も多く非常に盛況でした。

出品機種

分級機 ホソカワ/ミクロン スーパーセパレータ

MSS型(実演)

ロール式圧縮造粒機 ホソカワ/ウィッツ

チルソネータ(実演)

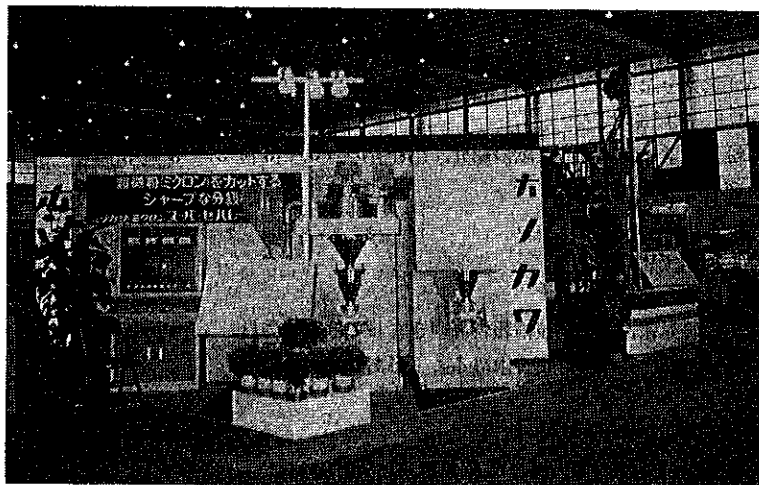
流動乾燥機 ホソカワ/フィッツ

フルイドベッドドライヤ

中砕機 ホソカワ/フィッツ フィッツミル

吊下式粉体層付着力測定機 ホソカワ/ミクロン

コヒテスタ



“粉碎”誌編集委員会

編集委員会査読委員

査読委員長	大阪府立大学教授	矢野 武夫氏
査読委員	京都大学名誉教授	中川 有三氏
“ ”	中部工業大学教授	吉田 哲夫氏
“ ”	京都大学教授	井伊谷鋼一氏
“ ”	京都大学教授	吉岡 直哉氏 (御年令順)

“粉碎”誌投稿規定抜萃

1. 原稿の種類

1.1 研究報告

粉体工学に関連する完結した研究で、他誌に未発表のもの、和文の著者摘録と英文要旨をつけて下さい。また図表の説明は英訳して下さい。なお、研究報告には査読があります。

1.2 技術報告

粉体工学に関連する工業化試験、工業装置の運転あるいは設計法に関する研究成果をまとめた内容のもの。なお、技術報告にも査読があります。

1.3 総説(解説および講義も含む)

粉体工学に関連あるいは寄与する分野の解説的記事、この場合特に著者の意見や見解を盛り込んだ入門的にわかり易く説明したもの。

1.4 参考資料

粉体工学に関連する研究や調査などのメモ、記録、あるいは装置の設計、運転、測定等に必要と思われる内容をもつもの。粉体工学に関連する問題に対する意見あるいは討論、本誌に発表された研究論文に関する補遺あるいは意見を記述したもの。

1.5 文献紹介

粉体工学に関連する文献の紹介、紹介者の意見や批判を適当におりませたもの。

1.6 随筆

1.7 その他

2. 原稿の編集

1) 研究報告および技術報告につきましては査読委員の査読結果に従って訂正を求めることがありますので御協力下さい。

2) 原則として年1回発行します。

3) 抜刷を御希望の場合は編集事務局へ御連絡下さい。実費にてお預けいたします。

4) 掲載済の原稿は返却いたします。

5) 掲載しました原稿に対しては若干の稿料を送らせていただきます。ただし、研究報告および技術報告は原則として抜刷100部贈呈し、稿料は支払いません。

◎連絡先

〒573 枚方市招提田近1丁目9番地

細川粉体工学工学研究所

“粉碎”編集事務局宛 (Tel 0720-57-3721)

原 稿 募 集

“粉碎”誌の原稿を募集いたします。粉体工学に関係する研究報告、技術報告、総説、参考資料、文献紹介、随筆など特徴ある記事をふるって御投稿されるようお願いいたします。ご一報いただきまし

次号発行予定 昭和55年10月末日

原稿締切 昭和55年7月15日

編 集 後 記

編 集 部

本誌24号もようやく発行することができ、投稿いただいた諸先生方や御協力していただいた読者諸兄には感謝するとともに、発行が遅くなりましたことを心よりお詫び申しあげます。

粉体技術の進歩を願って、毎日御苦心や御苦勞を重ねていらっしゃる方々のためにお役に立てれば編集部の願ってもない喜びです。

本号には、薬学関係の御投稿もたくさんいただきました。粉粒体を扱う技術分野は非常に広く、巻頭言に矢野先生のお書きになったテクノロジー・トランスファーの重要性も増々高まって行くことでしょう。本誌がその一助となるよう読者の皆様と共に編集部一同努力したいと思ひます。
(K. F.)

“粉 碎” No.24 1979年

昭和54年11月25日 印刷

昭和54年12月1日 発行

編集発行責任者 横 山 藤 平

(非売品)発行所 細川粉体工学研究所

大阪府枚方市招提田近1丁目9

印刷所 ナニワ印刷株式会社

大阪市北区天満1丁目9-19

特許一言メモのメモ

本誌の埋草として紙面を けがしている本欄も、これまでの分を整理しておこう。そしてはじめにまでさかのぼって番号を入れ、本誌には No. 11 より始めさせて頂いた。

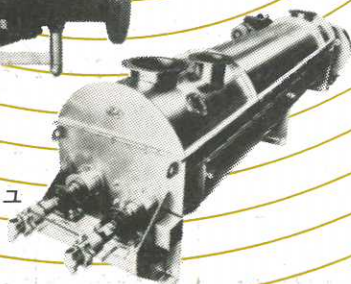
No.	タ イ ト ル	号 (年号)	ページ
1	めまぐるしく改正される特許法	22 (1977)	22
2	公開特許公報	"	43
3	特許協力条約 (P C T)	"	119
4	特許出願いまむかし	23 (1978)	23
5	弁理士に依頼しない特許出願	"	41
6	特許の寿命	"	54
7	登録商標の更新手続	"	69
8	公開公報は張り子のトラ	"	77
9	審査請求のこと	"	108
10	特許庁工業所有権相談所	"	110
11	弁理士の効用	24 (1979)	32
12	特許公報の読み方	"	59
13	ヨーロッパ特許	"	71
14	I P C (国際特許分類)	"	103
15	特許を取得するにはどれくらいの期間がかかるか	"	114

いま、 注目の新製品登場

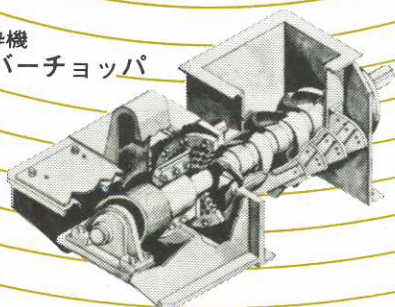


粉碎機
ディスインテグレータ

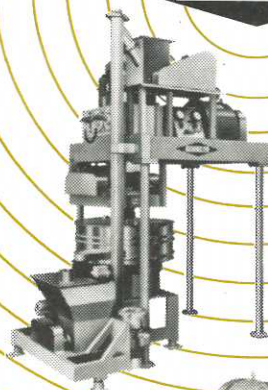
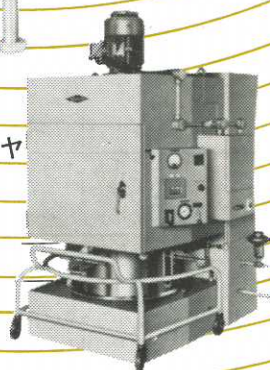
熱交換機
サーマスクリュ



粗砕機
ラバーチョッパ

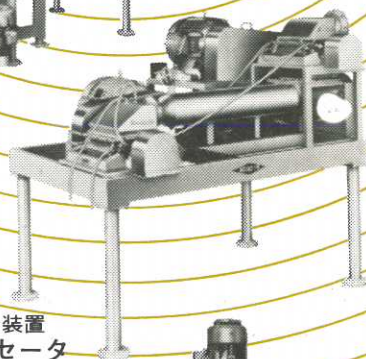


流動乾燥装置
フルイド ベッドドライヤ



圧縮造粒装置
チルソネータ

連続混合装置
マラクセータ



弊社はこのたび、世界でも有名な米国の粉碎機メーカー、フィッツ社 (THE FITZ PATRIK COMPANY ILLINOIS) および、食品機械メーカーであるリーツ社 (RIETZ DIVISION BEPEX CORPORATION CALIFORNIA) と提携し、新しい製品ラインを加えました。

各機種共特に、食品・医薬品方面に適したものであり、今後需要業界の皆々様のお役に立つものと確信いたしております。

各種粉体処理機器とエンジニアリング

ホソカワ

株式会社 細川鉄工所

〒573 大阪府枚方市招提田近1丁目9番地
〒105 東京都港区虎ノ門1丁目2番20号 (第19森ビル)
電話 / 大阪 (0720) 55-2221・東京 (03) 503-2231

韓国駐在員事務所 大成産業株式会社 機械事業部
ソウル特別市鍾路区貴鉄洞43-4 TEL. 75-6451~5
台湾駐在員事務所 源祥貿易股份有限公司
台北縣板橋市文化路1段223 TEL. 9614027. 9615517