

粉 砕

THE MICROMERITICS

ホソカワミクロン株式会社創立80周年記念号

No. 40 1996



ホソカワミクロン株式会社
粉体工学研究所

ホソカワミクロン株式会社創立80周年記念号

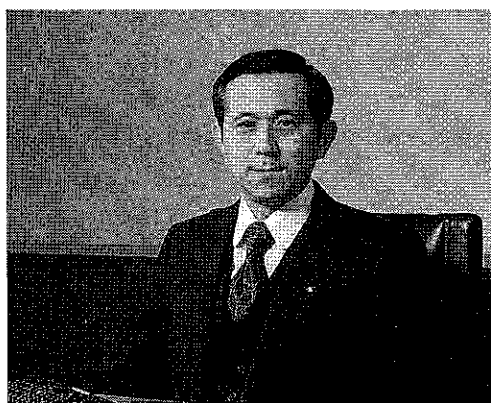
【巻頭言】	粉体と入国審査	ホソカワミクロン(株)	細川 悦男	(2)
【技術報告】	フロー式粒子像分析装置による凝集粒子構造の 直接観察	名古屋大学	森 英利	(4)
			吉田 宣史	
			椿 淳一郎	
		ファインセラミックセンター	内藤 牧男	
			早川 修	
【総説】	伝導加熱式攪拌乾燥器の基本設計	京都大学名誉教授	桐 榮 良三	(12)
		工技院物質工学工業技術研究所	大森 隆夫	
【参考資料】	粉碎の基礎と最近の動向	山形大学	神田 良照	(32)
【解説】	廃棄物等のリサイクル — 容器包装リサイクル法の施行に向けて —	大阪府立大学	宮南 啓	(40)
【技術資料】	瞬間真空乾燥 — ジェット粉碎システムについて —	ホソカワミクロン(株)	前川 義裕	(46)
【技術資料】	パルスジェット分散機構を搭載した流動層 造粒・コーティング・乾燥技術	ホソカワミクロン(株)	辻本 広行	(57)
			横山 豊和	
【グラビア】	80周年記念式典および 会長・社長就任披露パーティ	ホソカワミクロン(株)	編集部	(65)

＜特集＞ 粉体プロセスにおける安全・健康問題とその対策

粉体の健康影響	産業医科大学	田中 勇武	(69)
粉じん爆発の防止	東北大学	榎本 兵治	(79)
クリーン化技術をめぐる微粒子の諸問題	金沢大学	江見 準	(86)
高温ガスの集塵技術	(財)電力中央研究所	牧野 尚夫	(93)
バイオリジカルクリーン技術の実際		大熊 芳郎	(101)

【新製品紹介】	ホソカワ／ミクロン	イノマイザ	ホソカワミクロン(株)	技術開発部	(120)
【新製品紹介】	ホソカワ／マイクロ	ACMパルペライザ SB型	ホソカワミクロン(株)	営業企画	(125)
【新製品紹介】	ホソカワ／ミクロン	ミクロンジェットT型	ホソカワミクロン(株)	技術開発部	(128)
【新製品紹介】	ホソカワ／ミクロン	シンタパルスエアー	ホソカワミクロン(株)	技術開発部	(131)

粉体と入国審査



細川悦男*
Yoshio Hosokawa

粉体技術や粉体工学という言葉が世に知られるようになって何年になるのか定かではないが、これが英語となるともう一つよく解らない。

私は年に何回か海外に行くが、その度にうっとうしくなるのが入国審査である。

最近パウダー(粉体)という言葉も大分認知されてはきているが、つい最近迄はそうではなかった。

まず、「何の目的でこの国へ来たのか。」と尋ねられる。

当方は、「仕事である。」と答える。

次にくる質問は、「どんな仕事であるか。サンプルは持っているのか。」である。

ここから、私と審査官とのバトルが始まる。

私は、いつも「パウダープロセッシング」と答えるのであるが、これがなかなか解って貰えない。

運悪く、暇な審査官に引っかかると思わぬ手間を食う。

「どのような粉であるか。何に使うのか。」といろいろな質問が返ってくる。

何かの粉を製造している会社と勘違いするらしい。

勿論、私も説明が不足していることは先刻承知であるが、何せ長旅の後でもあり、つつい答えるのが面倒になる。

* ホソカワミクロン株式会社 社長
(〒541 大阪市中央区瓦町2-5-14)

【新製品紹介】	ホソカワ／ミクロン バルクタッパナ.....ホソカワミクロン(株) 技術開発部...	(133)
【新製品紹介】	ホソカワ／アルピネ スパイラルジェットミル100ASホソカワミクロン(株) 営業企画.....	(135)
【ニュース】	ホソカワニュース.....	(138)
	粉碎誌総索引(No.1～No.40)	(141)

特許一言メモ	コンピュータソフトが特許に(No.152)	(45)
	実施化率(保有特許に対する実施化の割合)(No.153)	(56)
	短くなった特許権の平均寿命(権利化特許の維持率)(No.154)	(85)
	参考文献のデータベースに取り組む特許庁(No.155)	(92)
	潜水艦 未だ浮上せず？(No.156)	(119)
	求む未利用特許の実施先(No.157)	(124)
	JAPIO 特許・商標の全文検索サービス開始(No.158)	(130)

Original Reports :

- In-situ Observation of Agglomerates Using
the Flow Particle Image Analyzer.....H. Mori, Y. Yoshida (4)
J. Tsubaki, M. Naito
and O. Hayakawa

【表紙】ホソカワ／ミクロン イノマイザ INM-60
(関連記事を120頁に掲載していますので御参照下さい)

そんな態度が余計気に入らなくなるらしく、バトルは益々泥沼に嵌まりこんでいくのである。どうも“パウダー”という言葉は彼らにとって、ピストルの火薬や白い粉(悪い粉)を連想させるらしい。

さて、ホソカワミクロン株式会社は、今年、創業80周年という記念すべき年を迎えた。

この80年の間、日本の粉体技術を世界に広めてこられた先輩方のご努力は大変なものであったろうと心から頭の下がる思いで一杯である。

“粉”は日常生活にも馴染深いものでありながら、それに関しての十分な知識を持っている人は限られている。

その“粉”をコツコツと研究され、また学問として世に広め、ハードとソフトを創り出し、一貫したパウダープロセッシングとしての技術とノウハウを世界に認知させたということは、今は当たり前のように思われるかも知れないが、中々大変なことであったと思わざるを得ない。

今、日本という小さな国が色々な製品を輸出し、また、ソフトまでも技術移転したりしている。それに合わせるように、粉体技術も目に見えない水面下で発展し、世界を覆うようになってきている。

にもかかわらず、今だに入国審査官としばしばバトルを演ずる私は、まだまだ未熟者である。

そういった意味でも、粉体技術に係わってこられた産業界や学会の方々が、若い頃から海外に飛び出し、日本の技術を広めていった事実には敬服するものである。

当社が国際企業であると言われる所以は、単に海外に多くの関係会社があるということに止まらず、“世界を舞台に企業活動を行う”という考えが原点にあるからである。

私はこれからもホソカワミクロンという会社の発展だけではなく、粉体技術の世界的な発展にも寄与していかなければならないと、今更ながら世界を廻って思うわけである。

私は創業80周年の年を迎えるに当たり、「良き伝統の上に新風を吹き込もう！」という方針を打ち出した。

長い伝統に新風を吹き込むということは、そう簡単なことではない。

しかし、少なくとも、粉体技術あるいは粉体工学というものを世界中の一般の人々にも解って貰えるような馴染の深い言葉にしたいものだと願っている。

これからも、この「粉碎」誌が原点となって日本の粉体技術が世界中で貢献できるよう努力を惜しまず頑張っていきたいと思うと同時に、この紙面を借りて、読者各位のご指導とご協力をお願い申し上げる次第である。

フロー式粒子像分析装置による凝集粒子構造の直接観察

In-situ Observation of Agglomerates Using the Flow Particle Image Analyzer

森 英利* 吉田 宜史* 椿 淳一郎*
Hidetoshi Mori Yoshifumi Yoshida Junichiro Tsubaki
内藤 牧男** 早川 修**
Makio Naito Osamu Hayakawa

Abstract

The present paper describes the feasibility of observing agglomerate structures using the Flow Particle Image Analyzer (FPIA), which has been originally developed for a particle size analyzer. Observations have been conducted to discuss the characterization of agglomerates prepared from several slurry systems, in which agglomerate structures have been controlled by doping dispersant or coagulating agent.

It is demonstrated that several kinds of agglomerates are reasonably observed and characterized with the FPIA. The experimental finding that the amount of coagulating agent has an influence on the agglomerate forming, suggests the existence of optimal dosage. It is also verified that the shear stress resulting from the sampling system designed in the FPIA is not so strong to break the agglomerates. This result should make it possible to apply the FPIA for the in-situ measurement of agglomerates in fluids.

1. 緒 言

微粒子分散系は、粒子間に作用する力の強弱により、種々な形態の凝集構造体を形成する。ファインセラミックスの製造プロセスでは、鑄込み成形、射出成形等々、いずれの成形法においても原料粉体は液相中に分散され、それぞれの成形法に適した流動状態に制御する必要がある。成形体に一旦保持された不均一性は、後工程の焼成操作により更に強調されるため、均質な成形体の形成がファインセラミックス製造プロセスの信頼性を向上させるために最も重要なキーテクノロジーであるといえる。またそのためには、セラミックス原

料スラリーの分散状態の厳密な調製、管理が必要である。

セラミックス原料スラリーの特性評価は、一般にみかけ粘度の測定によって行われているが、みかけ粘度のみによっては最適なスラリーが調製できないことは、実験的にも、また現場サイドからも明らかにされている。その大きな要因は、スラリー中に存在する凝集体に起因しており、スラリーの流動特性に及ぼす凝集体の影響を定量的に把握することが重要である。凝集体の評価には、凝集パラメーターなどの指標を利用することができるが、粘度測定の場合のように凝集体の構造そのものが直接測定値に影響する場合に適用することは、きわめて困難であるといえる。

凝集体の構造を直接観察するには、SEMなどによる粒子撮像を利用することが考えられるが、試料作製において種々な問題点が指摘される²⁾。試料支持膜上に凝集体サンプルを分散させたり、あ

* 名古屋大学大学院工学研究科物質制御工学専攻
(〒464 名古屋市千種区不老町)
Tel. (052) 789-2568/Fax. (052) 789-2566

** ファインセラミックスセンター試験研究所
(〒456 名古屋市熱田区六野2丁目)

るいは真空中で蒸着処理をする場合、溶媒の蒸発に伴って凝集体構造が変化することが十分に予想され、また、凝集力によって付着している粒子は、電子ビームの照射により振動や飛散を起こしたりする可能性も指摘されており、実際の流れ系に存在する凝集体の構造をSEMステージ上に再現することは、きわめて困難である。しかしながら凝集体の観察には、その画像を利用することが最も多くの情報を得る方法であることは明らかである。このような条件を満たす装置として、フロー式粒子像分析装置がある。本分析装置は、シース液に挟まれた試料懸濁液がフローセル内を通過するときに、その画像が1/30s毎に取り込まれ、撮像された粒子像をリアルタイムで画像処理し、粒子のサイズや形状に関する情報を得る装置である³⁾。この装置を利用すれば、実際に流れの系に存在している状態の粒子の形態や凝集状態を、直接観察することが可能なはずである。

本試験研究では、フロー式粒子像分析装置を次の4種類のスラリー系

- (1) アルミナ高濃度スラリーを使用し、分散剤添加量を制御して凝集状態を変化させた系
- (2) アルミナ原料粉体中に含まれる粗大粒子の系
- (3) 溶融アルミナ粒子より作製した模擬凝集体の系
- (4) 溶融アルミナ粒子を凝集剤添加により凝集させた系

に使用して、各スラリー中に存在する凝集体構造の直接観察を試み、本分析装置の凝集体観察への適用可能性について有用な知見を得たので報告する。

2. 試験方法および試験用スラリーの調製

スラリー凝集系の撮像試験には、東亜医用電子株式会社製フロー式粒子像分析装置FPIA-1000を使用した。本分析装置では、1~160 μm が対象粒子径範囲とされており、撮像結果の画像解析により粒子径を6クラス(クラスー1: 81~160, クラスー2: 41~80, クラスー3および4: 21~40, クラスー5: 11~20, クラスー6: 1~10 μm)に分類し、各クラスの粒子画像が表示される。撮像試験では装置マニュアルに従い³⁾、サンプル中の粒子濃度

(粒子径21 μm 以上では3000個/ μl 以下、粒子径20 μm 以下では30000個/ μl 以下)を調製した。また、測定で実際にサンプリングされるサンプル試料量は2mlである。特に粒子濃度については、サンプル試料を10倍毎に希釈を繰り返す、最終的に1万倍まで希釈をして調製した。さらに撮像時には装置からのメッセージに従って、適正濃度範囲となるよう10倍毎の希釈を繰り返した。試験に供した上記4種類のスラリー系に対する観察目的および詳細な試料調製法は以下のとおりである。

スラリー系 (1)

セラミックス製造の実プロセスで使用されるアルミナ高濃度スラリーを取り上げ、成形のために試料調製段階で添加される分散剤のスラリー凝集構造への効果を、直接観察により考察することを目的とした。分散剤の添加量はスラリー系の凝集状態に影響を及ぼすことが知られており⁴⁾、本試験では分散剤濃度を変化させた系を調製して、凝集体構造への影響を観察した。

X線透過式粒度分布測定装置(Sedi Graph 5100, Micromeritics社製)によるアルミナ(昭和電工製; 湿式解砕品, 密度3.92g/cm³)の平均粒子径は0.52 μm である。分散媒にはイオン交換水を使用し、アルミナ1gあたりの分散剤(ポリアクリル酸アンモニウム塩; 東亜合成化学社製, 重合度80~140, 分子量6,000~10,000)添加量が、分散剤不足凝集系で0.8mg また分散剤過剰凝集系で6mgとなるように調製した。後述のように、アルミナスラリーのみかけ粘度は分散剤濃度に大きく影響し、スラリーの体積濃度に関わらず、ある分散剤濃度で極小値を示す。この傾向は、ポリアクリル酸アンモニウム塩のような高分子電解質の吸着の特徴から説明され、濃度が低い場合には高分子が直接架橋により粒子を強く凝集させ、一方濃度が高くなると吸着されない過剰の高分子が分散粒子同士を再凝集させた構造をとると言われている⁵⁾。ここでは、みかけ粘度が極小となる分散剤濃度以下のスラリー系を分散剤不足凝集系、またそれ以上のスラリー系を分散剤過剰凝集系と呼ぶこととし、各スラリー系の凝集構造の観察を試みた。

調製済み分散媒に、アルミナを固体濃度42vol.%となるように投入し、ボールミルにて1時間混合し、得られたスラリーを希釈して撮像用の懸濁液とした。希釈には、スラリー調製に用いた分散媒と同濃度の分散剤水溶液およびイオン交換水を使用した。また比較のために、0.05wt.%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液で分散させた懸濁液も同様な方法で調製した。ヘキサメタリン酸ナトリウムは分散剤として広く利用されるが、アルミナセラミックスの製造プロセスにおいては、ナトリウムのようなアルカリ成分は高温焼結過程でガラス相のマトリクスを形成しやすく、セラミックスの電気絶縁特性に悪影響を及ぼすために不向きである⁶⁾。ここではポリアクリル酸アンモニウム塩による分散効果との比較の観察を目的として使用した。分散媒をヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液とした場合には、サンプル濃度が予め20ppmとなるよう調製し、超音波バスにて3分間処理を施した。その他のサンプルについては、10倍毎の希釈を繰り返して1万倍まで希釈した。

スラリー系 (2)

粗大粒子はファインセラミックス原料粉体中に微量にしか含まれないが、焼結過程における異常粒成長や欠陥の原因となり、緻密な焼結体を得る上での障害となる。本試験では、原料粉体からアルミナ粗大粒子を抽出し、その形態の観察を試みた。

試料は、スラリー系(1)で使用したアルミナ原料粉体中に含まれる10 μ m以上の粒子を分級操作により抽出し、その形態の観察を試みた。試料調製では、抽出した粗大粒子をイオン交換水10ml中に十分量投入し、試料懸濁液とした。このスラリー系では、粗大粒子が沈降して堆積層を形成したため、撮像時にはこの堆積層中に試料吸引ピペット先端を挿入してサンプル吸引を行った。

スラリー系 (3)

このスラリー系では溶融アルミナ粒子より模擬的に凝集体を作製し、スラリー系(2)に含まれるアルミナ粗大粒子との形態の違いを比較した。

溶融アルミナ(フジミインコーポレーテッド社製; WA# 6000, JIS R6002による公称径2 μ m, 密度

約4g/cm³)を0.05wt.%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液中に投入し、20ppmの懸濁液とし、超音波バスにて15min間処理した。模擬凝集体は原料粉体を成形、仮焼、破碎、分級することにより作製した。篩分けにより粒子径+32 $\sim$ 75 μ mの範囲の粒子を抽出し、イオン交換水20ml中に50mgを投入、分散させてスラリーを調製した。模擬凝集体は沈降して堆積層を形成したため、撮像時にはスラリー系(2)と同様なサンプル吸引を行った。

スラリー系 (4)

凝集剤の添加により溶融アルミナ粒子を凝集させ、凝集剤添加量が凝集構造に及ぼす影響について観察した。凝集剤の作用は、基本的には架橋吸着による凝集構造の形成である。実際の凝集操作(除濁操作)においては残留濁度が最小となる最適凝集剤量の存在が知られており⁷⁾、凝集剤の不足系と過剰系では凝集構造が異なることも予想される。

アルミナ(WA# 6000)を50mlの凝集剤添加水溶液中に、濃度が約0.3wt.%となるように投入し、撹拌をしながら凝集させた。撹拌を停止すると凝集体は沈降したため、撮像時にはスラリー系(2)および(3)と同様なサンプル吸引を行った。凝集剤にはカリウム明礬(12水和物)を使用し、その濃度を0.05, 0.075および0.1mol/lと変化させて凝集状態を制御し、スラリー系の調製を行った。

Table 1に、上記スラリー系の粒子構成、観察目的および粒子が撮像された粒子径クラスをまとめて示す。

3. 試験結果および考察

スラリー系 (1)

Fig.1には、使用したスラリーのみかけ粘度の測定結果を示した。図から明らかなように、ある分散剤の添加量でみかけ粘度が極小値となる結果が得られている。この傾向は高分子電解質に一般的な特徴であり、その吸着特性から説明される^{5,8)}。低濃度では分散剤の各分子鎖は線状に伸びて、複数の粒子表面に同時に一個の鎖状高分子が吸着して直接架橋構造を形成し、強い凝集が起きているといわれる。また、分散剤濃度が増すと各

Table-1 Summary of the observed slurry systems

Slurry system	Particles	Purpose of the observation	Particle size class observed under the FPIA
1	alumina fine ceramics (average diameter $0.52\mu\text{m}$)	Influence of dispersant on the agglomerate structure	class-6
2	alumina fine ceramics (average diameter $0.52\mu\text{m}$)	Coarse particles contained in the fine ceramics powders	class-3, 4, and 6
3	fused alumina particles (average diameter $2.0\mu\text{m}$)	Model agglomerates prepared from fused alumina particles	class-2 and 6
4	fused alumina particles (average diameter $2.0\mu\text{m}$)	Influence of coagulating agent on the agglomerate structure	class-4, 5, and 6

Table-2 Average diameters of agglomerates prepared from Slurry-1 [μm]

	Sedigraph ¹	FPIA ²	FPIA ³	Solid concentration [ppm]
Slurry-1 with sodium hexametaphosphate	0.52	1.5	—	20
Slurry-1 with insufficient polyacrylate ammonium	0.65	1.7	2.6	17
Slurry-1 with excessive polyacrylate ammonium	2.0	2.2	1.8	1.7

1 - diluted with the filtrate separated centrifugally from the original slurry

2 - diluted with the solution used for the preparation of sample slurry

3 - diluted with distilled deionized water

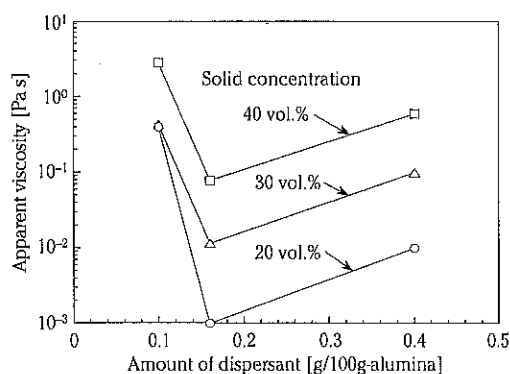


Fig. 1 Relation of apparent viscosity to the amount of dispersant (Slurry-1)

分子は分子間反発力によって丸まり、それが粒子表面に吸着されて粒子間の接近を妨げるために比較的安定した分散系を形成し、さらに濃度が増すと粒子表面に吸着されない過剰の分子が表面吸着層をもつ分散粒子同士を弱い力で再凝集するスラリー系になると言われている。本試験研究では、前項で定義した分散剤不足凝集系および分散剤過

剰凝集系を対象として、各スラリー系に存在する凝集粒子の撮像試験を行った。

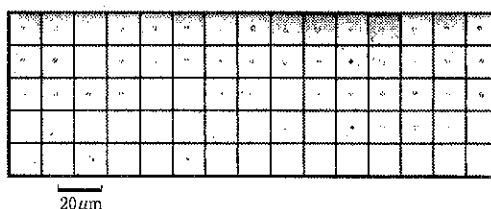
Table-2に各サンプルの50%平均径(重量基準)を、X線透過法による結果と併せて示した。なおX線透過法に供したサンプルは、分散剤濃度の変化の影響を避けるため、希釈には調製済みの42vol.%スラリーを遠心分離により固形分を除去した上澄み液を使用し、約7.5wt.%の懸濁液に調製した。また、いずれも固体濃度が20ppm以下に希釈されたサンプルを撮像試験に供している。分散剤過剰凝集系での固体濃度が低いのは、サンプル単位体積あたりの凝集体個数が多いことによる装置上の制約によるものである。このことは、X線透過法により測定された $1\mu\text{m}$ 以上の粒子の存在割合が、分散剤過剰凝集系では95%であるのに対して、分散剤不足凝集系では20%、またヘキサメタリン酸ナトリウム分散系では15%である結果からも確認することができる。表より、弱い力で凝集構造を形成していると考えられる分散剤過剰

凝集系での値 $2.2\mu\text{m}$ は、剪断力の影響をほとんど受けないX線透過法による値 $2.0\mu\text{m}$ とほぼ一致しており、FPIAの流れ系において凝集体に作用する剪断力は、この凝集体を破壊するほど大きくはないと考えられる。実際、FPIAのフローセル流路厚みは $200\mu\text{m}$ で、試料流は陽圧押し出しにより導入されるシース液に挟まれて観測部を通過するが、試料流内での速度勾配が小さくなるようシース液流量が調節されている。また、希釈液にイオン交換水を使用してサンプル中の分散剤濃度を減少させた場合には、分散剤不足凝集系では凝集が助長されて平均径が $1.7\mu\text{m}$ から $2.6\mu\text{m}$ と大きくなることが確認され、一方分散剤過剰凝集系ではやや分散が促進されて $2.2\mu\text{m}$ から $1.8\mu\text{m}$ と小さくなる傾向が確認された。

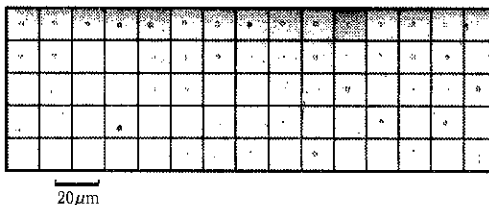
Fig.2には、各サンプルで撮像された結果を示した。すべてのサンプルにおいて、粒子はクラス-6で撮像され、クラス-5以上の範囲には粒子は存在していない。図より明らかなように、いずれの場合においても、凝集体径が小さく、その形態の詳細までは観察することができなかった。特に分散剤過剰凝集系では、95%以上が凝集体と考えられるが、凝集体の構造を直接観察することはできず、また枝状に成長した凝集体も観察されなかった。Fig.3には、イオン交換水で希釈したサンプルの撮像結果を示した。分散剤不足凝集系では、複数個の凝集粒子が結合したと思われる凝集体もみられ、撮像された粒子もFig.2の場合に比べてやや大きいことが確認されるが、この場合にも枝状に発達した凝集体は観察されなかった。

スラリー系 (2)

アルミナ原料粉体から抽出した粗大粒子のサンプルについては、クラス-3および-4に属する粒子が撮像された。Fig.4には、クラス-4で撮像された凝集体を例示した。図より、一次粒子が強く凝集して粗大粒子を形成している様子を見ることができる。この場合の平均円形度は 0.92 で、その分布も比較的小さい結果が得られている。また、Fig.5に示したようにクラス-6に属する粒子も撮像された。これらの粒子は試料調製の段階で粗大粒子表面上に付着した粒子が分離したものと考えられるが、分散処理を施していないためにス



(a) dispersed with sodium hexametaphosphate

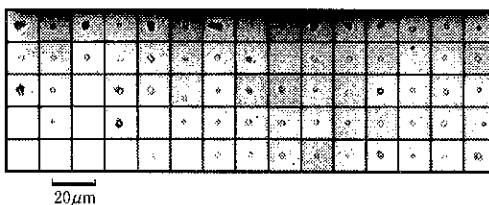


(b) dispersed with insufficient dispersant (polyacrylate ammonium)



(c) dispersed with excessive dispersant (polyacrylate ammonium)

Fig.2 Observed images of agglomerates in class-6, prepared from Slurry-1



(a) dispersed with insufficient dispersant (polyacrylate ammonium)



(b) dispersed with excessive dispersant (polyacrylate ammonium)

Fig.3 Observed images of agglomerates in class-6, prepared from Slurry-1 (diluted with distilled deionized water)

ラリー系(1)で撮像された粒子に比べて、かなりの凝集構造を呈していることが予想される。このスラリー系ではFPIA内部での粒子沈降の影響が大きく、投入粒子量に対して比較的少量の粒子しか撮像されなかった。

スラリー系 (3)

試料のWA# 6000粒子をヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液により分散させた場合の撮像結果を、Fig.6に示した。撮像粒子はすべてクラス-6に分類され、明らかに凝集体とみられる粒子は観察されなかった。粒子像から得られた重量基準50%平均径は $3.1\mu\text{m}$ で、公称径よりもやや大きな結果となっている。模擬凝集体のサンプルについては、スラリー系(2)と同様に、粒子沈降の影響により撮像された粒子数は少なかったものの、Fig.7に示したように篩分けされた範囲のクラス-2に属する粒子が撮像された。これら粒子は原料粉体を仮焼、破碎して得られたもので、その角張った形態がよく撮像されていることが確認され、スラリー系(2)の粗大粒子とは形態がかなり異なっていることも確認できる。また撮像試験の結果、液中で模擬凝集体から分離したと思われるクラス-6に属する粒子が相当数観察されている。これらの粒子はFig.8に示したように、粒径が小さいためにその形態まで詳細に観察することは困難であるが、解砕により生じた粒子であるために平均径の測定値は $1.9\mu\text{m}$ で、Fig.6のサンプルに比べて小さくなっている。

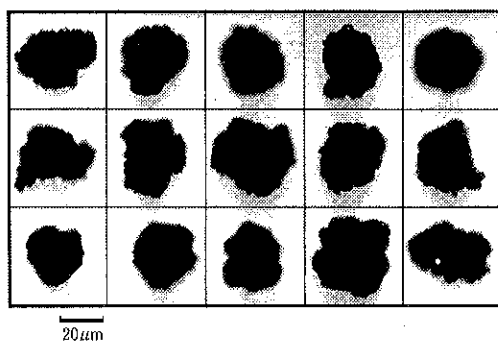


Fig.4 Large alumina particles observed in class-4, prepared from Slurry-2 (diluted with distilled deionized water)

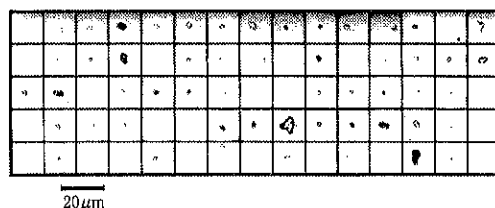


Fig.5 Images of agglomerates observed in class-6 (Slurry-2)



Fig.6 Observed images of agglomerates in class-6, prepared by dispersing WA# 6000 particles in 0.05wt.% sodium hexametaphosphate solution

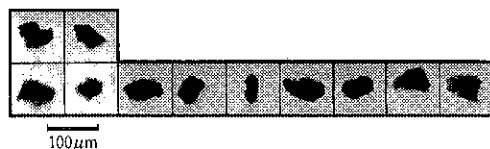


Fig.7 Observed images of model agglomerates in class-2, prepared from Slurry-3

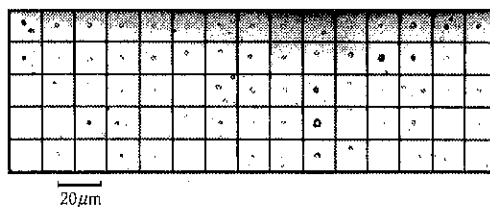


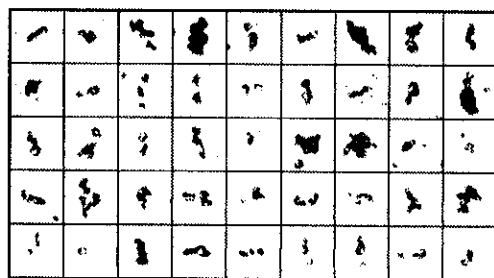
Fig.8 Images of model agglomerates observed in class-6, prepared from Slurry-3

スラリー系 (4)

Fig.9には、WA# 6000粒子をイオン交換水中に分散させた場合のクラス-4および-5に属する粒子の撮像結果を示した。いずれの場合も水分散媒によって分散しきれなかった凝集体が撮像されている。また凝集体の形態も一定しておらず、枝状の凝集体も数多くみられるが、あまり複雑な形状は呈していない。クラス-6に属する粒子も相当数撮像されたが、複数の一次粒子が単純な構造で凝集している形態を呈していることが確認された。一方、カリウム明礬により凝集させたサンプルについては、複雑な形態の凝集体が撮像された。Fig.10には、凝集剤濃度を变化させたサンプルについて観察されたクラス-4に属する凝集体の撮像結果を示した。Fig.9のサンプルに比べ、複雑に成長した凝集体の形態をみることができる。凝集体構造としては、水分散媒中で分散しきれなかった凝集体に一次粒子が凝集したもの、一次粒子が枝状に発達したもの、およびこれら発達した枝状凝集体同士が凝集したものが考えられ、いずれの凝集剤濃度のサンプルについても凝集体が観察された。またFig.11には、クラス-5で撮像された凝集体の結果を示した。クラス-4で観



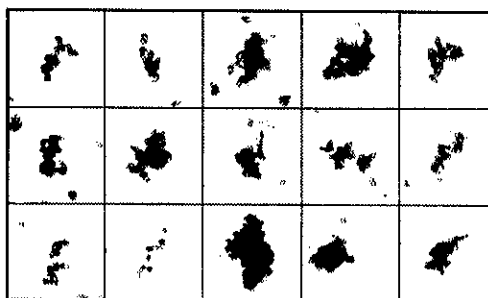
(a) observed in class-4



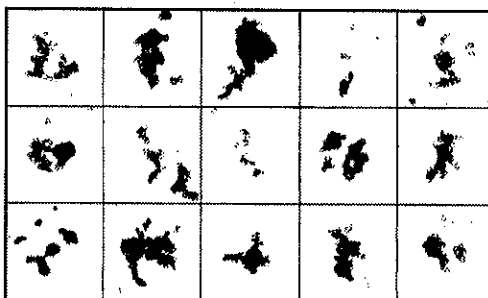
(b) observed in class-5

Fig.9 Observed images of agglomerates, prepared by dispersing WA# 6000 particles in distilled deionized water

察された凝集体像とほぼ同様な形態の凝集体が撮像されている。凝集剤濃度を变化させた場合、いずれの凝集体も平均円形度は0.9であったが、円形度0.9以下を示す凝集体の存在割合は、凝集剤濃度が0.05および0.1mol/lの場合には各々46%および47%であるのに対し、0.75mol/lの場合には40%であった。図からも、凝集剤濃度が0.05および0.1mol/lの場合には枝状あるいは鎖状に発達した凝集体が多く存在している様子をうかがうことができる。一般に凝集剤には、イオン性、分子量等が関係する固有の最低残留濁度の値を示す最適凝集剤量が存在することが知られており、凝集



(a) concentration of potassium alum - 0.05 mol/l



(b) concentration of potassium alum - 0.075 mol/l

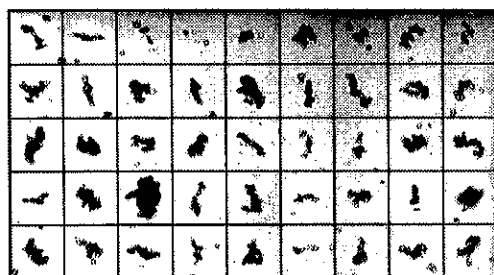


(c) concentration of potassium alum - 0.1 mol/l

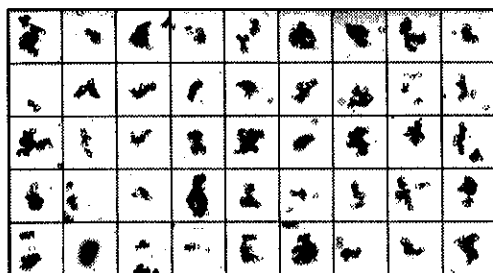
Fig.10 Observed images of agglomerates in class-4, prepared from Slurry-4

Table-3 Influence of the concentration of coagulating agent on the average diameter of agglomerate

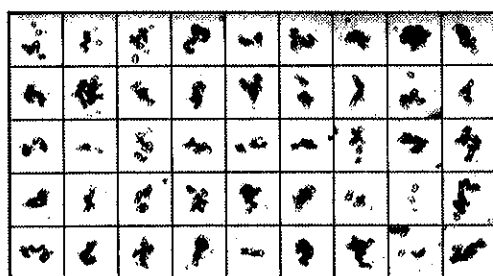
Concentration of potassium alum [mol/l]	0	0.05	0.075	0.1
Average diameter [μm]	4.9	6.6	12.8	10.0



(a) concentration of potassium alum - 0.05 mol/l



(b) concentration of potassium alum - 0.075 mol/l



(c) concentration of potassium alum - 0.1 mol/l

Fig.11 Observed images of agglomerates in class-5, prepared from Slurry-4

剤の不足系と過剰系とでは凝集体の形態も変化することが考えられる。本実験で使用した条件下でのカリウム明礬の最適凝集剤量を明らかにすることはできなかったが、円形度や平均径などの測定結果から、凝集剤濃度0.075mol/l前後で凝集形態が変化している可能性が示唆される。Table-3には、凝集剤濃度を変化させた場合の重量基準50%平均径の測定結果を示した。表より、凝集剤濃度の増加により、凝集が促進されて平均径が増加する傾向を確認することができる。しかし凝集剤濃度を0.1mol/lとした場合には平均径がやや減少しており、他の場合に比べて凝集状態が変化している可能性も考えられる。

4. 結 言

フロー式粒子像分析装置を使用して流れ系に存在する凝集体の直接観察を試み、種々な凝集系スラリーを用いてその有用性を確認した。本試験の凝集条件範囲では、分析装置内において凝集体が破壊されることはなく、実際の凝集体構造を再現性よく撮像することが可能であったと結論される。本試験研究では、凝集体の流れ系における形態を直接観察できる可能性を調べることを主目的としているため、撮像結果から凝集体構造とスラリーの調製条件との関係を定量的に評価するまでには至っていない。しかし、フロー式粒子像分析装置により撮像された凝集体の画像情報を利用すれば、各種次元や形状指数などにより凝集体構造を定量的に表現することも可能である。

謝 辞

本試験研究では、東亜医用電子株式会社よりフロー式粒子像分析装置FPIA-1000を借用した。ここに付記して、感謝申し上げます。

(31頁へつづく)

伝導加熱式攪拌乾燥器の基本設計

Basic Design of Heat Conductive Agitating Dryer

桐 榮 良三* 大森 隆夫**
Ryozo Toei Takao Ohmori

1. 乾燥器の特徴

- (1)材料層の攪拌を十分に行い完全混合状態に近づけることにより、非親水性材料ではすべての水分が材料表面への付着水分となり定率乾燥が行われる。吸着性粒子の場合でも1粒ずつの乾燥に近似できて乾燥が迅速に行える。材料混合を十分に行うことに注意すること。
- (2)加熱面から混合粒子層への非定常熱伝導がくり返され、加熱面当たりの総括伝熱係数は $100 \sim 400 \text{ J/m}^2\text{sK}$ ($85 \sim 340 \text{ kcal/hm}^2\text{°C}$)程度と大きくて装置が小さくてよい。
- (3)湿り材料は水分による凝集性が大きいいため混合、攪拌に特に注意すること。
- (4)回分又は連続方式により少量から大量(400 t/h)処理の装置が使用できる。
- (5)発生水蒸気を排出するため必要とする空気量は比較的小量である。
- (6)装置の攪拌部または加熱部が駆動であるため、構造、運転には注意を必要とする。

2. 装置の分類

- (1)静止加熱面型(機械攪拌)
 - a. 溝型(円筒型)乾燥器 Fig.2-1

* 京都大学名誉教授
(〒606 京都市左京区下鴨梁田町11-1)

** 工業技術院物質工学工業技術研究所
(〒305 つくば市東1-1)

- b. 円板(多段円板)乾燥器 Fig.2-2
- (2)回転加熱面型(加熱管及び機械攪拌)
 - a. 回転コイル乾燥器 Fig.2-3
 - b. 水蒸気加熱管束付回転乾燥器 Fig.2-4

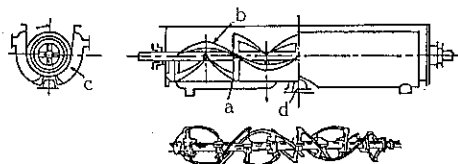


Fig.2-1 溝型攪拌乾燥器 (二重螺旋翼)

- a. 長腕螺旋翼 b. 短腕螺旋翼
- c. 2重外套 d. 材料出口

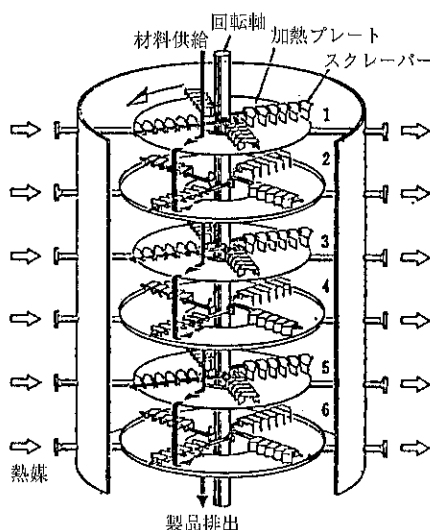


Fig.2-2 多段円板乾燥器

(3)回転加熱(冷却)円筒型(重力による混合)

a. 二重円錐(ダブルコーン)型乾燥器 Fig.2-5

b. 回転円筒型乾燥(冷却)器

(4)加熱スクリュウ(切欠円板)型捏加乾燥器

Fig.2-6 本稿では扱わない。

上記の(1), (2), (3)についての一般論を3.~6.で述べ、各種乾燥器の基本設計例を7.に示す。

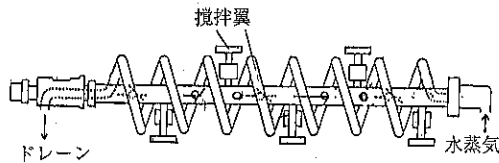


Fig.2-3 回転コイル乾燥器(加熱コイル)

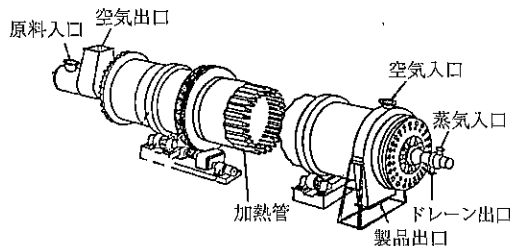


Fig.2-4 水蒸気加熱管束付回転乾燥器

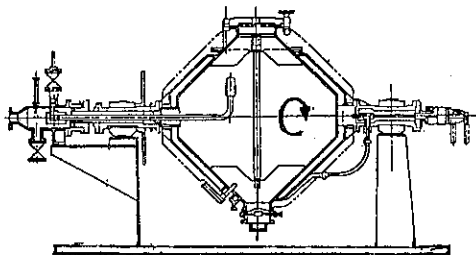


Fig.2-5 二重円錐型回転乾燥器

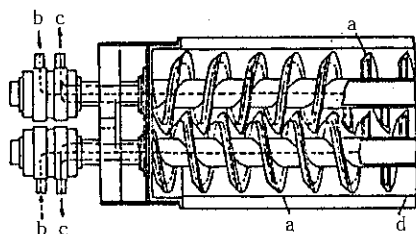


Fig.2-6 加熱スクリュウ型捏加乾燥器

a. 螺旋搅拌器

b, c. 加熱媒体出入口

d. 加熱外套

3. 粒子層への伝熱機構とモデル化

3.1 粒子混合と熱浸透モデル

温度 T_w の加熱面には半無限深さを持つ粒子層が接触する場合、最初粒子層は全体として温度は T_b で均一であり、その後時間と共に粒子層へ非定常熱伝導が起こり、接触時間 τ 後に加熱面からの距離に従って粒子層温度 T_m に分布を生ずる。その後加熱面に接する粒子層の搔取りあるいは粒子の流下により接触粒子層が加熱面から完全に離脱すると再び T_b の粒子層が加熱面に接触して加熱がくり返される。このような粒子の状態を完全混合とよび、非定常熱伝導の状態は熱浸透モデルによる温度分布を示すとして説明できる。浸透モデルは1935年にR. Higbieにより提唱された液体へのガス吸収速度に関するモデルであり、これを加熱面から粒子層への熱伝導に適用する。Fig.3-1のたて軸に無次元材料温度 $\Pi = (T_m - T_b) / (T_w - T_b)$ 、横軸に無次元の加熱面からの距離 $z = x / \sqrt{\lambda_e \tau / C_{pm} \rho_b}$ をとって接触時間 $t=0$ と $t=\tau$ における温度分布を示した。 T_m : z の位置の粒子層温度、 T_b : 半無限距離の粒子層均一温度、 T_w : 加熱面温度、 x : 加熱面からの距離、 λ_e : 粒子層の有効熱伝導度、 C_{pm} : 粒子層の比熱容量、 ρ_b : 粒子層の見掛け密度である。なお $t=0$ では全層の温度は均一で T_b である。

材料混合が不十分の場合には τ 時間後に粒子が完全に離脱して T_b の粒子と置換されないことが起きる。このような状態が数回くり返されると、Fig.3-1に示したように $t=0$ と $t=\tau$ の温度分布を持つ擬定常状態となり、以後この状態がくり返されると考える。大森[1]、宮原[2]は不完全混合率 f の考え方を導入して説明を行った。 $f=0$ は完全混合であり、 $f=1$ は混合が全く行われない静止の状態である。図に示した $f=0.4$ では接触開始時 $t=0$ において $\Pi=0.4$ 即ち $T_m > T_b$ の状態にあることを定量的に示している。Schlünderら[3]は同様にこの現象を研究して、混合数(mixing number) N を定義して、例えば $N=5$ とは攪拌翼が加熱面を5回通過することにより完全混合が1回達成されることを示すとした。しかしいずれの説も実験が極めて困難なため f も N もその値を攪拌の条件

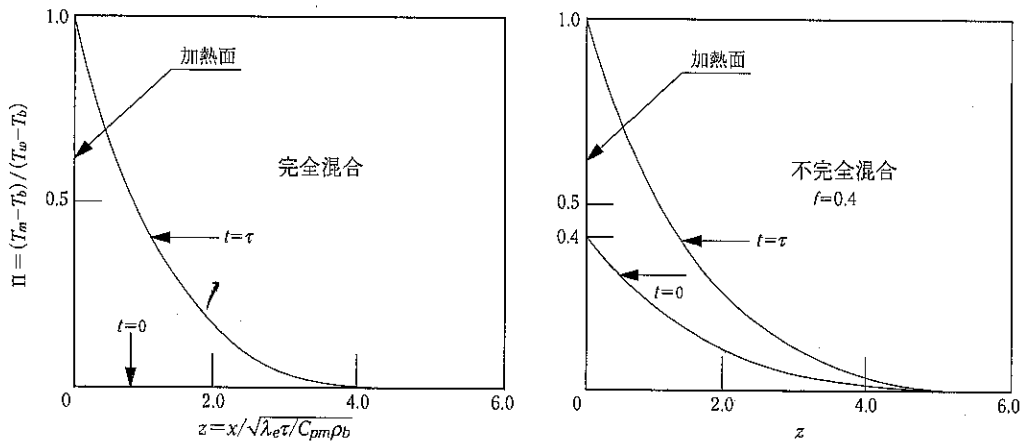


Fig.3-1 熱浸透モデルによる粒子層温度分布

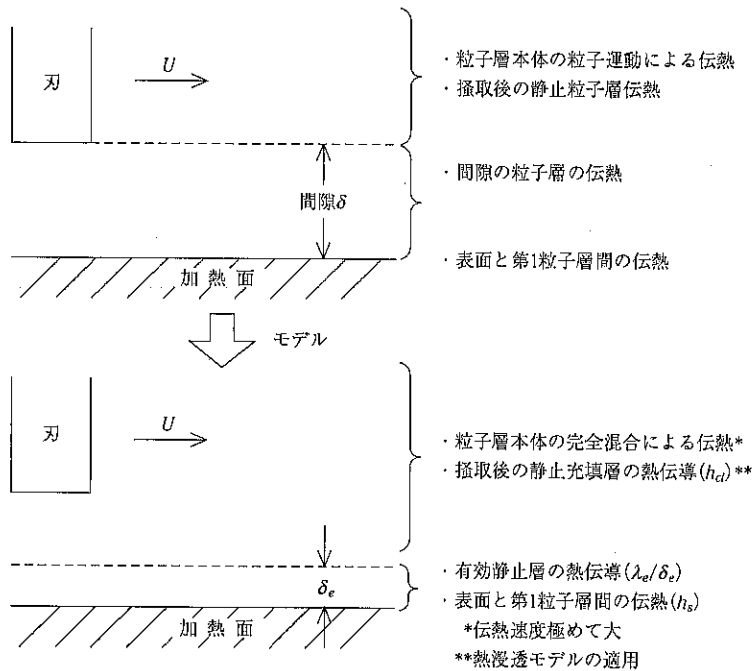


Fig.3-2 掻取刃による伝熱モデル

などから一般化できていない。しかし混合状態がよくないと伝熱量の著減することは実験からも上述の計算からも明らかである。現在では攪拌に十分注意して混合した場合には、完全混合を前提とした熱浸透モデルによる計算結果とよく一致するという実験結果とか運転結果に基づいてこのモデルが用いられている。混合に関する研究は混合操作そのものとしても最も大切な問題であり今後の発展に期待したい。

3.2 回転刃(攪拌翼を兼ねる)が加熱面近旁を掻取る場合

Fig.3-2に示すように掻取刃と加熱面の間には工作上必ず間隙 δ が存在する。これは伝熱上の抵抗となるのでモデル化して伝導のみで伝熱される有効静止層厚さ δ_e を考えてFig.3-2に示すような伝熱モデルを考える[1]。熱浸透モデルを掻取後次の掻取の行われるまでの $0 \sim \tau$ の間に用い、円

筒加熱面に1枚の刃を用いる場合、円筒の直径を D_d 、回転数を N とすれば刃の速度 $U = \pi D_d N$ 、 $\tau \doteq 1/N$ となる。平板加熱面で掻取刃が複数の腕の半径方向に多く設けられる場合 (Fig.2-2) があり、 τ と U のとり方に注意を必要とする。

3.3 回転加熱円管(管束)に直角あるいは斜めに粒子層が接触移動する場合

相対速度 U_r で移動する粒子群と加熱円管が接触する場合にはFig.3-3に示すように(1)粒子群は加熱面に平行に速度 U_r で流れ、この値は粒子層本体の移動速度に等しいとする。(2)この移動粒子層において速度分布はなく、流れに直角方向での混合もない。(3)円管の頂点で2分して円管表面を流れる粒子の流線を含む面で切られる円管の断面は図に示すように円または楕円となると考える。以上の接触状態での伝熱は加熱表面と第1粒子層間の伝熱(h_s)と流下粒子層での熱浸透域が存在し、加熱管と接する前後共に完全混合状態にある時は熱浸透モデルが適用できる(h_d)。この場合は掻取とことなり加熱面と粒子層の間に静止層がなく伝熱には有利な状態にある。

加熱円管(直径 d_c)に直角に接する場合の接触時間 τ は

$$\tau = L/U_r = (\pi/2)d_c/U_r \quad (3-1)$$

斜めに角度 ϕ で接触する場合、

$$\left. \begin{aligned} \tau &= L/U_r \\ L &= (d_c/\sin\phi) \int_0^{\pi/2} \sqrt{1 - \cos^2\phi \sin^2\omega} d\omega \end{aligned} \right\} \quad (3-2)$$

で計算される。ロータリーコイルの場合コイルの

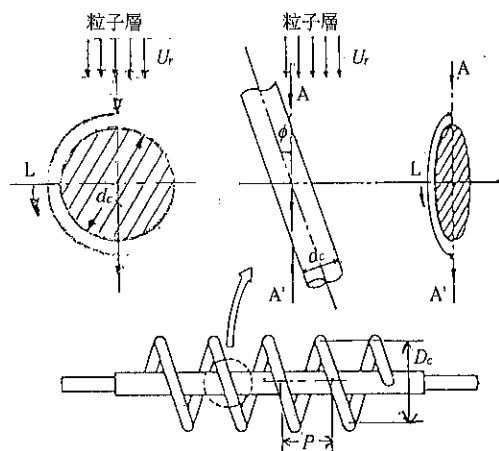


Fig.3-3 加熱円管に接する粒子の移動モデル

巻直径 D_c 、コイル1巻きのピッチ P 、とすると

$$\phi = \tan^{-1} \{(P/2)/D_c\} \quad (3-3)$$

で与えられる。

(例) $d_c = 0.06\text{m}$, $D_c = 0.94\text{m}$, $P = 0.33\text{m}$ のコイルで式(3-3)より $\phi = 10^\circ$, $\sin\phi = 0.174$, $\cos^2\phi = 0.970$, $\int_0^{\pi/2} \sqrt{1 - 0.970 \sin^2\omega} d\omega = 1.04$ と数表[4]より求められる。式(3-2)より $L = 0.36\text{m}$, $U_r = 0.5\text{m/s}$ の場合に加熱管への接触時間 $\tau = 0.36/0.5 = 0.72\text{s}$ 。

3.4 粒子層と加熱面との相対速度の小さい場合

回転円筒内面加熱(冷却)型とか二重円錐(ダブルコーン)型乾燥器 (Fig.2-5) のように粒子層は加熱面上にのり、加熱面と一体に近い状態で距離 l だけ共回りして、ある高さから粒子が重力により加熱面から離れて落下することをくり返す。粒子層と加熱面のずれ速度は小さく、接触時間 τ は回転速度を U とすると $\tau = l/U$ とし、この間の伝熱量は静止状態での熱浸透モデルにより計算されるが、粒子混合状態が悪く伝熱量も少ないものとなる。総括伝熱係数の近似計算については7.7を参照されたい。

4. 粒子層への伝熱係数

4.1 熱浸透モデルの伝熱係数(h_{cl} , h_m)

粒子層本体温度 T_b の粒子層が加熱面温度 T_w に接し、 τ 時間毎に加熱された材料が T_b の温度の粒子層に置換され、 $0 \sim \tau$ の間に非定常熱伝導により加熱される場合に浸透説を適用すると

$$C_{pm}\rho_b \partial T_m / \partial t = \lambda_e \partial^2 T_m / \partial x^2 \quad (4-1)$$

が成立する。 T_m は加熱面から x 離れた場所の粒子層温度、 t は接触時間で、 C_{pm} : 粒子層の熱容量、 ρ_b : 粒子層見掛密度、 λ_e : 粒子層の有効熱伝導度

$$\lambda_e / C_{pm}\rho_b = \alpha, (T_m - T_b) / (T_w - T_b) = \Pi \text{ とすると} \quad (4-2)$$

$$\partial \Pi / \partial t = \alpha \partial^2 \Pi / \partial x^2$$

$$I.C. \Pi = 0, t = 0$$

$$B.C. \Pi = 1, x = 0; \Pi = 0, x = \infty$$

$$\xi = x / (2\sqrt{\alpha t}) \text{ として解くと}$$

$$\Pi(\xi) = 1 - (2/\sqrt{\pi}) \int_0^\xi e^{-\xi^2} d\xi$$

ここで

$$\text{誤差関数 } \text{erf}(X) = (2/\sqrt{\pi}) \int_0^X e^{-\xi^2} d\xi$$

$$\text{erfc}(X) = 1 - \text{erf}(X)$$

を用いると

$$\Pi(\xi) = 1 - \operatorname{erf}(\xi) = \operatorname{erfc}(\xi) \quad (4-3)$$

伝熱量 q は

$$\begin{aligned} q &= -\lambda_e \partial T_m / \partial x|_{x=0} = -\lambda_e (T_w - T_b) \partial \Pi / \partial x|_{x=0} \\ &= \lambda_e (T_w - T_b) \partial / \partial x \left[\frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{x/2\sqrt{\alpha t}} e^{-x^2/4\alpha t} dx \right]_{x=0} \\ &= \lambda_e (T_w - T_b) (2/\sqrt{\pi}) (1/2\sqrt{\alpha t}) e^{-0} \\ &= \sqrt{\lambda_e C_{pm} \rho_b / \pi t} (T_w - T_b) = h_{cl} (T_w - T_b) \quad (4-4) \end{aligned}$$

$$h_{cl} = \sqrt{\lambda_e C_{pm} \rho_b / \pi t} \quad (4-5)$$

$0 \sim \tau$ の間の平均伝熱係数 h_m は

$$h_m = (1/\tau) \int_0^\tau h_{cl} dt = 2 \sqrt{\lambda_e C_{pm} \rho_b / \pi \tau} \quad (4-6)$$

である。例えば平岡・田中の[5]などを参照されたい。

4.2 有効熱伝導度(λ_e)の推算と測定

この種の乾燥器においては含水および無水時の粒子層(空隙率 ε)の有効熱伝導度 λ_e は極めて重要な物性である。非親水性材料で水分は粒子の接点近傍に保有され、水分の増加に従って構成する細い空隙から次第に満水となる。

吸着性材料は材料の微細孔に水分が吸着され、含水率により特有の蒸気圧曲線を示して物性として与えられる。この場合は粒子相互間の空隙に水を保有することはない。

(1) λ_e の推算

非親水性材料の無水時における λ_e の推算については多くの式が与えられているが、いずれも固体材料そのものの熱伝導度 λ_s を知る必要がある。

岡崎ら[6]は立体幾何学モデルを用いて、まず無水時と空隙満水時の λ_e の値を計算し、空隙率 ε を変数として (λ_s/λ_i) 対 (λ_e/λ_i) の関係をFig.4-1のように示した。 λ_i は空隙を満たす流体(空気あるいは水)の熱伝導度であり、実験との一致もよい。この図から λ_e の一点を知れば λ_s を求められる便宜もある。ついで岡崎ら[6]は含水時の λ_e の推算に進んだ。これは温度勾配下で層内で発生する水蒸気の移動によるエンタルピー移動の項 λ_d をも加えたものである。この計算法はプログラムに組んでディスクに納められており、京大岡崎・田門研究室に依頼するといつでもコピーが自由に許され、物性を与えると直ちに λ_e が求められる。

Fig.4-2に鳥取砂層の λ_e を空隙飽和度 $0 \sim 1$ について、 $30 \sim 70^\circ\text{C}$ で測定した結果と計算結果を示した。両者は良好な一致を示すと共に温度が高くなるとエンタルピー効果の著しいことがわかる。なお Φ と質量含水率 w ($\text{kg-水}/\text{kg-固体}$)の間には

$$\Phi = w \rho_b / \rho_w \varepsilon = w \rho_s (1 - \varepsilon) / \rho_w \varepsilon \quad (4-7)$$

の関係があり、 ρ_w :水の密度 1000 kg/m^3 、 ρ_s :固体の密度 kg/m^3 である。

Fig.4-3にはシュクロース結晶の分離・洗浄後の乾燥に用いるために $\Phi = 8.0 \sim 0\%$ 、温度 $20 \sim 75^\circ\text{C}$ の λ_e を計算した図を示す、代表径 $d_p: 0.51 \times 10^{-3} \text{ m}$ (非球形)、空隙率 $\varepsilon: 0.45$ 、比熱容量 $C_{pm}: 0.3 \text{ kcal/kg}^\circ\text{C}$ 、 $\rho_b: 874.5 \text{ kg/m}^3$ 、 $\lambda_s: 0.5 \text{ kcal/mh}^\circ\text{C}$ を物性としていた。なお計算プログラムの単位が従来の工業単位なのでそれを記したが、

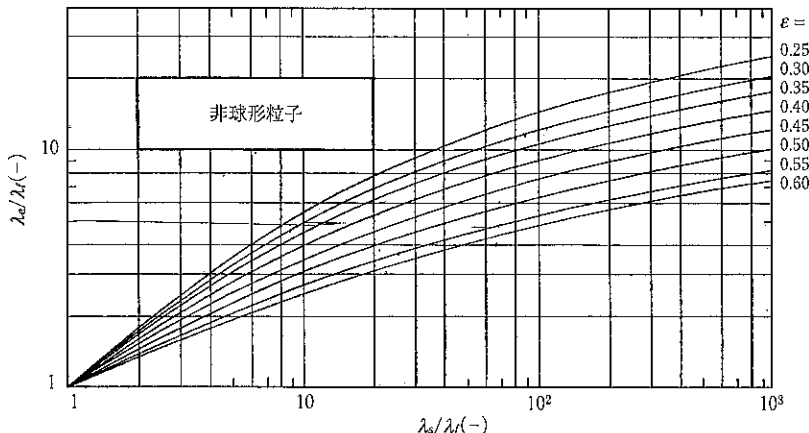


Fig.4-1 非球形粒子層の有効熱伝導度 λ_e 対固体粒子の熱伝導度 λ_s 。
(λ_i : 粒子層間隙の流体の熱伝導度)

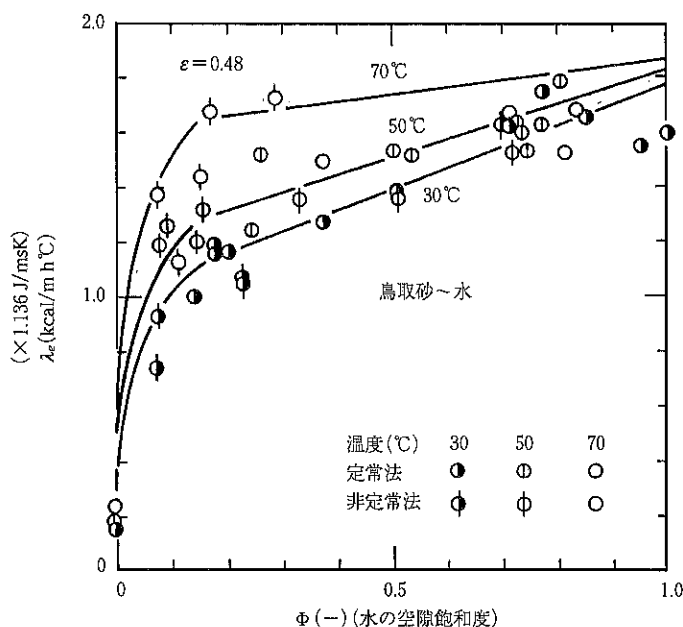


Fig.4-2 λ_e の計算値と実験値の比較

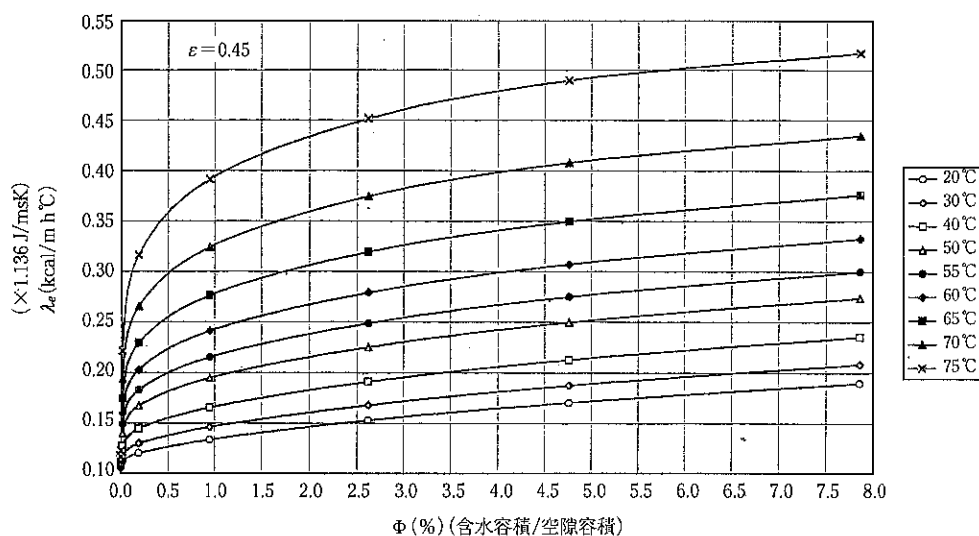


Fig.4-3 シュクロース結晶層の有効熱伝導度 λ_e (計算値)

本文中の他のすべての計算はSI単位による。

(2) λ_e の測定

充填層の λ_e を直接測定する計器が多く発売されておりそれによる測定と他の比熱容量などの物性の測定を業務とする企業を利用することができる。しかし乾燥では材料温度が高くなるので高温での測定は困難が多い。この場合は常温近傍で含水率と空隙率を定めて測定し(λ_{el})、ついでエン

タルピー輸送による項(λ_d)を計算してこれを加算して

$$\lambda_e = \lambda_{el} + \lambda_d \quad (4-8)$$

とする。 λ_d は

$$\lambda_d = (\epsilon D_v / \mu_d) (M_v / RT_m) \{ p_T / (p_T - p_m) \} (\gamma_m) (dp_m / dT_m) \quad (4-9)$$

から計算される。 D_v : 水蒸気拡散係数(m^2/s), μ_d : 蒸気拡散の屈曲係数 $= \epsilon^{-1/2}$, M_v : 水蒸気分

子量 18 kg/kmol, R : 気体定数 8314 J/kmolK, T_m : 材料温度 (K), p_r : 全圧 (Pa = kgm/m²s²) 1.013×10^5 , p_m : T_m に対する水蒸気圧, γ_m : T_m での蒸発潜熱 (J/kg), dp_m/dT_m : T_m での水蒸気圧勾配 (Pa/K = kgm/m²s²K).

(例) シュクロース結晶層 ($\varepsilon = 0.45$) の 65°C, $\Phi = 4.75\%$ の λ_e を常温 (30°C) の λ_{el} と上記計算による λ_d の和として求めて, 65°C での計算値と比較する. 65°C における $p_m (= 187.5 \text{ mmHg}) = 0.2468 \times 1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$, $\gamma_m = 2.34 \times 10^6$, $dp_m/dT_m = 0.0111 \times 10^5$, $D_v = 0.277 \times 10^{-4}$ を式 (4-9) に代入して計算すると $\lambda_d = 0.185 \text{ J/msk}$ 従って $\lambda_d = 0.185/1.163 = 0.16 \text{ kcal/mh}^\circ\text{C}$ となる. Fig.4-3 で 30°C で $\lambda_e = 0.185$ であるから 65°C での λ_e は式 (4-8) から $\lambda_e = 0.185 + 0.16 = 0.345 \text{ kcal/mh}^\circ\text{C}$ となる. 他方 Fig.4-3 で 65°C における値は 0.35 であり両者は良好な一致を示す.

吸着性材料では式 (4-9) における p_m の値は吸着平衡曲線により定められた含水率に対応する値となる. あとの扱いは非親水性材料と同様に行えばよい. 計算例を 7.6 に示した.

(3) λ_e の使い方

熱浸透モデルによる計算の際には λ_e は一定として解を求める. 実際は乾燥に伴って λ_e が小さくなる. 近似として含水率変化範囲においては, λ_e と飽和度 Φ の示す曲線の面積々分の平均値を用いる. $\Phi = 0$ まで乾燥する時には 0 の近旁で λ_e は急激に小となる. 極めて少量の水分の存在でも λ_e は $\Phi = 0$ の値よりは可成大きい. 乾燥では含水率の大きい所から 0 へ変化するので無水時の値をとるのではなく, 急激に減少する λ_e の曲線の延長と $\Phi = 0$ の交点をとるのがよいと考える. 計算例を 7.1 に示す.

4.3 加熱面と第1粒子層間の伝熱係数 (h_s)

Schlünder ら [7] によると h_s (J/m²sK) は以下のよう

$$h_s = \psi h_p + (1 - \psi) h_{2p} + h_r \quad (4-10)$$

h_p は粒子第1層への伝熱係数. ψ は表面被覆率 (-) で最大で六方最密充填時の値 0.91 をとる. 第2項は第2層への伝熱係数, 第3項は放射による伝熱係数であるが第1項と比較して省略できる.

$$h_p = 4(\lambda_g/d_p) \{ (1 + 2\sigma/d_p) \ln(1 + d_p/2\sigma) - 1 \} \quad (4-11)$$

λ_g : 空気の熱伝導度 (J/msK), d_p : 粒子径 (m) σ は気体分子の修正平均自由行程 (m) で, 平均自由行程 Λ (m) は

$$\Lambda = [\lambda_g / \{ p_r (2C_{pg} - R/M_g) \}] \sqrt{2\pi RT/M_g} \quad (4-12)$$

である. p_r : 全圧 (Pa), C_{pg} : 空気の比熱容量 (J/kgK), R : 気体定数 8314 J/kmolK, M_g : 空気の分子量 28.8 kg/kmol, T : 温度 (K). σ は Λ の温度補正值として与えられ

$$\sigma = 2\Lambda(2 - \gamma)/\gamma \quad (4-13)$$

γ は適応係数と呼ばれて次の実験式で与えられる.

$$\log_{10}(1/\gamma - 1) = 0.6 - (1000/T + 1)/2.8 \quad (4-14)$$

h_s は粒子径 d_p により大きく変化する. 多くの例から $h_s = 1.9 \times d_p^{-0.84}$ (h_s : J/m²sK, d : m) と近似計算される (温度: 323 ~ 343K, d_p : (0.3 ~ 1.5) $\times 10^{-3}$ m). 例えば粒子径 0.4mm で $h_s = 1360$, 1.5mm で $h_s = 440$ となる.

(例) 代表径 $d_p = 0.51 \times 10^{-3}$ の粒子層の温度 65°C における h_s を求める.

式 (4-12) より

$$\begin{aligned} \Lambda &= [(0.0277) / \{ (1.013 \times 10^5) (2 \times 1000 - 8314/28.8) \}] (2 \times \pi \times 8314 \times 338/28.8)^{1/2} \\ &= 1.20 \times 10^{-7} \text{ m} \end{aligned}$$

式 (4-14) より

$$\begin{aligned} \log_{10}(1/\gamma - 1) &= 0.6 - (1000/338 + 1)/2.8 \\ \gamma &= 0.866 (-) \end{aligned}$$

式 (4-13) より

$$\sigma = 2 \times 1.20 \times 10^{-7} (2 - 0.866) / 0.866 = 3.14 \times 10^{-7} \text{ m}$$

式 (4-11) より

$$\begin{aligned} h_p &= 4(0.0277/0.51 \times 10^{-3}) \{ (1 + 2 \times 3.14 \times 10^{-7} / 0.51 \times 10^{-3}) \ln(1 + 0.51 \times 10^{-3} / 2 \times 3.14 \times 10^{-7}) - 1 \} \\ &= 1240 \end{aligned}$$

式 (4-10) より

$$h_s = (0.91)(1240) = 1128 \text{ J/m}^2\text{sK}$$

上記の近似計算からは, $h_s = 1110$ と求められる.

4.4 静止加熱面掻取型の有効静止層厚さ (δ_e)

3.2 の Fig.3-2 に示したモデルにより定めた δ_e を実験から求める. 実験に用いた回転羽と攪拌翼の構造については, Fig.2-1 と Fig.4-4 に二重螺旋翼を, Fig.4-5 に二重平板翼を示した. 溝型乾燥器の直径 (D_d) 200mm のものに対してであるが, 直径 600mm での実験値も説明できる.

(1) 二重螺旋翼: Fig.4-4 に示すように長短2種の腕

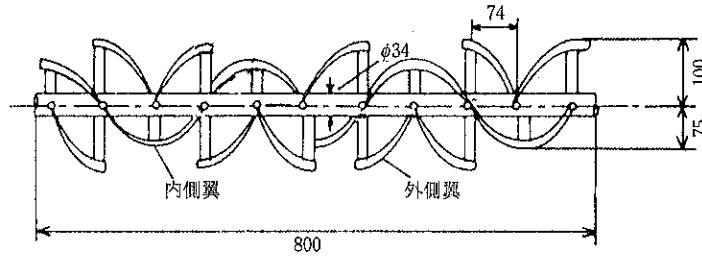


Fig.4-4 二重螺旋翼

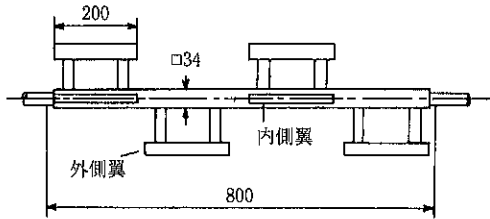


Fig.4-5 二重平板翼

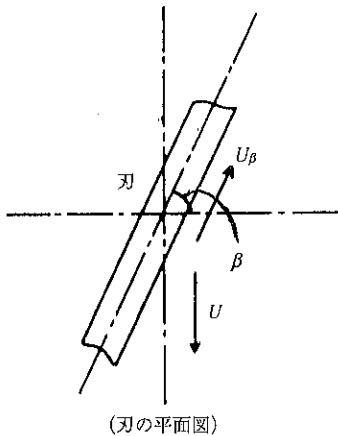


Fig.4-6 刃の側面に沿って動く粒子の相対速度

長さを持つ螺旋翼を設置する。長腕(外側)翼は翼のピッチ(P)の1/4(74mm, 90°ひねり)毎に切断した翼として図のように取りつける。短腕(内側)翼は容器中央まで連続した左右2枚の螺旋翼として回転により材料を両端に送る作用をし、長腕翼は中央に送る作用をして材料を乾燥器内に均一に分散させる。長腕翼の刃が加熱面に接する角度βはFig.4-6に示すように

$$\beta = \tan^{-1} \{ (D_d/2) / (P/4) \} = \tan^{-1} (100/74) = 53.5^\circ$$
で求められるが、螺旋翼はねじれがあるため、製作されたものでは $\beta = 65^\circ$ である。刃と加熱面間の間隔 δ (m), 粒子代表径 d_p (m), 翼の回転速度

U (m/s), 刃の側面に沿って動く粒子の斜行相対速度 U_β とし、 δ_e は下式で求められる。

$$\delta/d_p \geq 1$$

$$1/(\delta_e/d_p) = 1/\xi + d_p/\delta \quad (4-15)$$

ξ は粒子と刃の相対速度の δ_e に及ぼす影響で、実験式として次式で表される。

$$\xi = 0.6(\delta/d_p - 1)^{0.5} / (U^{0.8} + 3.5U_\beta^{0.45}) \quad (4-16)$$

$$U_\beta = U \sin \beta \quad (4-17)$$

$$0 < \delta/d_p < 1$$

$$\delta_e = 0 \quad (4-18)$$

(例) シュクロース結晶, $d_p = 0.51 \times 10^{-3}$ mの乾燥において、装置の加熱面と掻取螺旋翼の平均空隙距離 $\delta = 4 \times 10^{-3}$ m, 回転刃の $\beta = 64^\circ$, 翼の回転速度 $U = 0.5$ m/sで操作する時の δ_e を求める。

$$\text{式(4-17)より } U_\beta = 0.5 \sin 64^\circ = 0.45$$

式(4-16)より

$$\xi = 0.6 \{ (4 \times 10^{-3} / (0.51 \times 10^{-3}) - 1 \}^{0.5} / \{ (0.5)^{0.8} + 3.5(0.45)^{0.45} \} = 0.519$$

式(4-15)より

$$1/(\delta_e / (0.51 \times 10^{-3})) = 1/0.519 + (0.51 \times 10^{-3}) / (4 \times 10^{-3})$$

$$\therefore \delta_e = 0.249 \times 10^{-3} \text{m}$$

(2) 平板翼:

平板翼の場合には翼による粒子の斜行が生じないため式(4-16)中の $U_\beta = 0$ として式(4-15), (4-16)を用いる。

(例) 螺旋翼の場合と同様の条件について計算すると $\xi = 2.735$, $\delta_e = 1.034 \times 10^{-3}$ mとなる。 ξ は螺旋翼の5倍, δ_e は同じく4倍の値となり、伝熱に対する抵抗は数倍に達する。

5. 総括伝熱係数(h_w , h_c あるいは h_T)

5.1 静止加熱面螺旋翼掻取方式

3.2で示したモデル(Fig.3-2)によると, ある接触時間 t での総括伝熱係数 h_{wi} (J/m²sK)は

$$h_{wi} = 1 / (1/h_s + \delta_e/\lambda_e + 1/h_{ci}) \quad (5-1)$$

で, h_s は4.3で求めた加熱面と粒子第1層間の伝熱係数, δ_e/λ_e は静止層での伝導伝熱抵抗でそれぞれ4.4と4.2で推算あるいは測定される. h_{ci} は熱浸透による伝熱係数で, 4.1から計算される.

粒子層と加熱面の接触時間 τ (s)は螺旋翼で加熱面が掻取られた後再び掻取られるまでの時間で, この間の平均総括伝熱係数 h_w は

$$h_w = (1/\tau) \int_0^\tau h_{wi} dt \quad (5-2)$$

で与えられる. 計算を整理すると

$$h_w = 2h_s\lambda_e \{ \sqrt{\pi\tau_0} - \ln(1 + \sqrt{\pi\tau_0}) \} / \{ (\lambda_e + \delta_e h_s) \pi \tau_0 \} \quad (5-3)$$

$$\tau_0 = h_s^2 \lambda_e \tau / \{ (\lambda_e + \delta_e h_s)^2 C_{pm} \rho_b \} \quad (5-4)$$

円筒加熱面(直径 D_d)に螺旋翼が回転速度 U (m/s)で接触する場合, 回転数を N (r.p.s.)とすると, 接觸間隔時間 τ (s)は

$$U = \pi D_d N \quad \tau = \pi D_d / U = 1/N \quad (5-5)$$

である. すべての記号とその単位(SI単位)は前出した.

実験装置径(D_d)0.2mにガラスビーズ($d_p = 0.36 \times 10^{-3}$ m)をいれ, 螺旋翼と加熱面との間隔 δ を変化させた時の h_w の実験値と式(5-3)による計算値の比較をFig.5-1に, 直径0.6mの装置による同様の比較をFig.5-2に示した[1]がいずれも良好な一致をえた. 計算例は7.1に示す.

5.2 静止加熱面平板翼掻取方式

この場合は4.4(2)平板翼で述べたように $U_\beta = 0$ として δ_e を計算する. あとの計算は5.1と全く同様である. 平板翼を用いて間隔 δ を変化させた実験をガラスビーズ($d_p = 0.36 \times 10^{-3}$ m)を材料として行った結果と式(5-3)による計算値を比較してFig.5-3に示した. 螺旋翼に比較して h_w の値は約1/2に著減している[1]. 計算例を7.2に示す.

5.3 回転加熱管方式

粒子層と加熱管の接触について, 3.3で述べた

伝熱モデルによると, 熱浸透説が適用されて基礎式は[17]により

$$C_{pm} \rho_b \partial T_m / \partial t = \lambda_e \partial^2 T_m / \partial x^2 \quad (4-1)$$

$$\text{を } I.C. T_m = T_b \quad t=0, x>0 \quad (5-6)$$

$$B.C. -\lambda_e (\partial T_m / \partial x) = h_s (T_w - T_m), x=0 \quad (5-7)$$

$$\partial T_m / \partial x = 0, x=\infty \quad (5-8)$$

で解くこととなる. T_m : 粒子層の温度(K), T_b : 粒子層本体の温度(K), T_w : 加熱管表面温度(K), h_s : 4.3で定めた加熱面と粒子第1層間の伝熱係数(J/m²sK). 解は[8]より

$$(T_m - T_w) / (T_b - T_w) = \text{erf}(x/2\sqrt{\alpha t}) + \exp \{ h_s x / \lambda_e + (h_s / \lambda_e)^2 \alpha t \} \times \text{erfc} \{ (x/2\sqrt{\alpha t}) + (h_s / \lambda_e) \sqrt{\alpha t} \} \quad (5-9)$$

$$\alpha = \lambda_e / C_{pm} \rho_b \quad (5-10)$$

となり, この解から接触開始からの時間 t における伝熱係数 h_{ci} , (J/m²sK)は

$$h_{ci} = h_s \exp(t_0) \text{erfc}(\sqrt{t_0}) \quad (5-11)$$

$$t_0 = h_s^2 t / (\lambda_e C_{pm} \rho_b) \quad (5-12)$$

でえられる. t_0 : 無次元の時間.

接觸時間0~ τ (s)の間の h_{ci} の平均値 h_c は

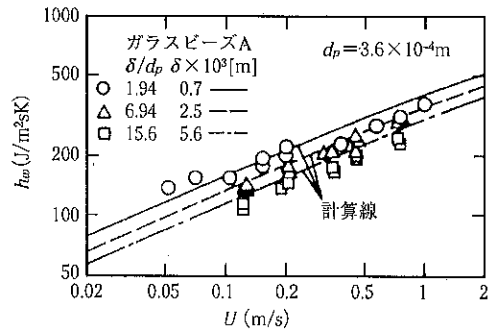


Fig.5-1 二重螺旋翼方式の伝熱係数 h_w 対攪拌速度 U および空隙距離 δ の影響($D_d=0.2$ m)

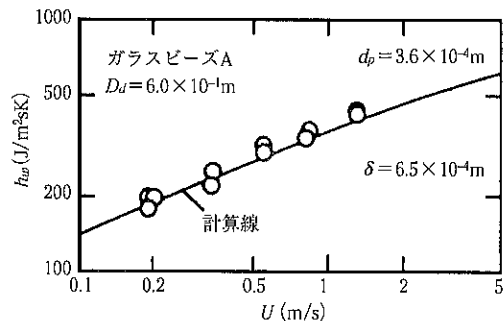


Fig.5-2 二重螺旋翼方式の伝熱係数 h_w 対攪拌速度 U ($D_d=0.6$ m)

$$h_c = (h_s/\tau_0) [2\sqrt{\tau_0/\pi} - 1 + \exp(\tau_0) \operatorname{erfc}(\sqrt{\tau_0})] \quad (5-13)$$

$$\tau_0 = h_s^2 \tau / (\lambda_e C_{pm} \rho_b) \quad (5-14)$$

τ は式(3-1)か(3-2)で計算される。

回転加熱コイル(d_c : 0.02m, コイル巻径0.16m, ピッチ P : 0.10m)によりガラスビーズ(d_p : 0.36×10^{-3} m)を加熱した時の h_c 対コイルの回転速度 U_r (m/s)の実験値と式(5-13), (5-14)および(3-2)で計算した h_c の計算値とをFig.5-4に示した。また加熱管径 d_c を0.02mおよび0.05mに変えた実験値と計算線をFig.5-5に示したが両者共良好な一致をえた。

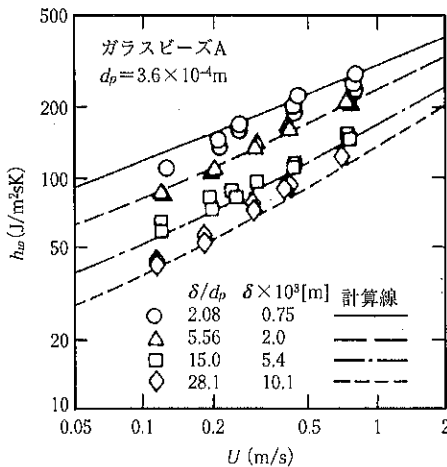


Fig.5-3 二重平板翼方式の伝熱係数 h_w 対攪拌速度 U 空隙距離 δ の影響($D_d=0.2$ m)

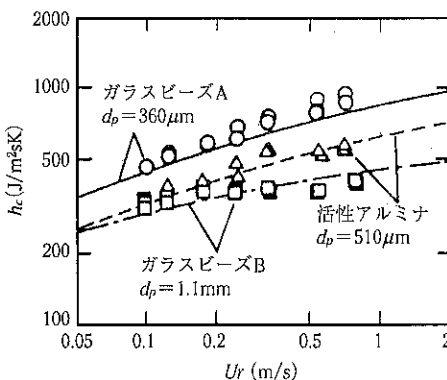


Fig.5-4 回転加熱コイルの伝熱係数 h_c 対回転速度 U_r ($d_c=0.02$ m, 曲線は計算線)

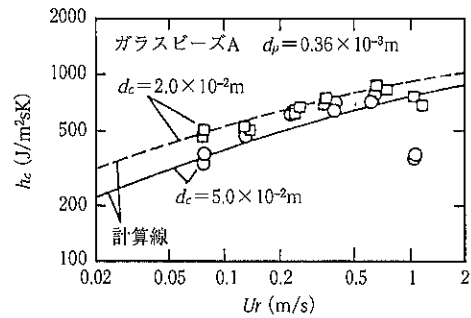


Fig.5-5 管径 d_c が 2×10^{-2} と 5×10^{-2} mの加熱管の h_c の実験値と計算値の比較

6. 乾燥器容積の計算

6.1 基礎的事項

(1) 乾燥器直径 D_d と長さ L_d の比

多くの装置を参考として

静止加熱面型で回分式の場合 $L_d/D_d=1 \sim 2$

回転加熱管型で回分式 $L_d/D_d=2 \sim 3$, 連続式 $L_d/D_d=3 \sim 5$ (最長7)

(2) 乾燥時間

回分式で30~60min, 連続式で15~30min程度が多い。

(3) 材料充填率

円筒断面積の30%程度, 溝型で下部半円筒の60%程度が殆どである。伝導伝熱から考えると充填率が多い方が望ましいが, 材料層厚さが厚くなって攪拌が不十分となり, 不完全混合状態となって伝熱量が著減する。一般的に粒子が小さく(d_p が 10^{-4} mのオーダー), 攪拌速度も小さい場合(U が0.5m/s程度以下)には, 加熱面と第1層粒子間の伝熱係数 h_s は大きく, 材料層の熱浸透による伝熱係数 h_{ci} が小さくて総括伝熱係数 h_c は不完全混合率の影響を大きく受けるが, 粒子が大きく(d_p が 10^{-3} mのオーダー), 攪拌速度も大きい場合(U が2~3m/s程度)にはこの逆で総括伝熱係数の低下は少なくすむ。宮原[2]はこの影響を定量的に計算して, ある例で不完全混合率 $f=0.8$ の場合に前者は完全混合時の伝熱係数の約0.5になるに対して後者は0.8に留まることを示した。攪拌に対する配慮の参考になる(4.3参照)。

さらに乾燥する材料では水分による凝集があり, 乾燥の初期には伝熱係数が一層減少すること

を考慮する必要がある。従って大粒子とか流動性のよい材料では充填率をあげることが可能で上限で40%程度、この逆では下限20%程度がとられる。

(4) 材料により覆われる加熱面積(A_h)と材料と空気の接触する表面積(A_a)

材料は常に攪拌されており、 A_h も A_a も攪拌に伴って変動している。攪拌の強度を種々に変えて、 A_h と A_a の状態変化を測定した結果、材料が静置されている場合の値をとって10%以内で一致することを知った。従って近似値としては、充填率を定めると、中心角、弦、弧、扇状部の高さがすべて直径の関数として数表[9]から与えられる。これを用いて A_h と A_a が計算される。

(5) 回転攪拌翼、回転加熱管の速度(U , U_r)

代表径 d_p が 10^{-4} mオーダーの微小粒子について攪拌あるいは回転の速度は0.3~0.5m/s程度にとられる。大きな速度をとると攪拌翼の通過後に空所を生じ、あるいは加熱管の後面に材料と接触しない部分を生じる。このため伝熱係数が急激に低下することを1~2m/s以上の実験で経験した。他方 d_p が 10^{-3} mのオーダーではこの配慮はさほど必要でなく、数m/sで操作される。

粒体層中の攪拌であるため攪拌翼、回転加熱管の強度計算が大切であり、攪拌動力の計算には混合機とか輸送機の例が有用である。

6.2 設計計算

非親水性材料で粒子間隙に保有される水分は十分な攪拌混合により、すべての水分が粒子の表面蒸発の状態乾燥され、減率乾燥期間は存在せず、乾燥中材料温度はほぼ一定としてよい。

(1) 伝導伝熱による乾燥速度(R_d)

静止加熱面または回転加熱管に共通して総括伝熱係数を h_T (J/m²sK)で示すと、 R_d (kg-水/s)は

$$R_d = h_T(T_w - T_m)A_h/\gamma_m \quad (6-1)$$

T_w : 加熱面温度(K), T_m : 材料温度(K), A_h : 材料に接触する有効加熱面積(m²), γ_m : T_m における蒸発潜熱(J/kg-水)。回分式乾燥器では $R_d = W(-dw/dt)$, 連続式乾燥器では $R_d = W_0(-dw)$ で示される。 W : 無水材料(kg), W_0 : 無水材料供給速度(kg/s), w : 含水率(kg-水/kg-固体), t : 時間(s), $A_h = A_{h0} \times L_d$ (m²)で A_{h0} は乾燥器長さ1m

当たりの有効接触面積, L_d は乾燥器長さである。

(2) 蒸発水蒸気の空気流への移動

蒸発した水分は材料層の上部を流れる空気中へ移動する。

$$R_d = (h_a/C_{pa})(H_m - H_{av})A_a \quad (6-2)$$

材料表面境界膜を通過しての水蒸気の移動係数は、水蒸気-空気系においてはルイスの関係が用いられて (h_a/C_{pa}) で与えられる。 h_a : 空気境界膜の伝熱係数(J/m²sK), C_{pa} : 湿り空気の比熱容量(J/kg-air K), $A_a = A_{a0} \times L_d$ (m²)で A_{a0} は乾燥器長さ1m当たりの材料と空気の接触面積である。 H_m は T_m における飽和湿度(kg-水蒸気/kg-乾き空気)で、

$$H_m = 0.62p_m/(pr - p_m) \quad (6-3)$$

p_m : T_m の飽和水蒸気圧(Pa),

pr : 全圧 1.013×10^5 Pa

H_{av} は乾燥器中を流れる空気の平均湿度(kg-水蒸気/kg-乾き空気)である。 H は式(6-3)と同様に計算される。 h_a は繰り返し攪拌される材料層の表面とその上を流れる空気流間の伝熱係数であるが、現在正確に予知することはできない。桐柴は[10]に静置乾燥面からの定率乾燥における数多くの実験値をまとめて、

$$\left. \begin{aligned} h_a &= 10.58(u\rho_{air})^{0.8} \\ 0.7 &< u < 3.0 \end{aligned} \right\} \quad (6-4)$$

の実験式を提出した。 u : 材料層表面上の空気流速(m/s), ρ_{air} : 空気の密度(kg/m³)。材料面が攪拌される時の h_a の値を猪川の実験値[11]から求めると、式(6-4)の1.2倍程度になる。値としては、 $u = 0.7 \sim 2.0$ で $10 \sim 25$ J/m²sKであった。今後この方面の研究が進むことを望みたい。

(3) 対流による材料表面と空気流間の熱量授受

乾燥の際の伝導伝熱量 $q_d = h_T(T_w - T_m)A_h$

空気による対流伝熱量 $q_a = \pm h_a(T_a - T_m)A_a$

$T_a > T_m$ ならば+, 逆ならば-となる。送入あるいは自然対流で乾燥器に流入する空気は材料(300~360 Kが多い)に接触し、あるいは材料に被覆されない加熱面と接触して温度が上昇する。また排風の一部循環により加温・加湿された温風となる。従って $(T_a - T_m)$ は精々 ± 20 K程度である。

$h_T \div 150 \sim 400$, $(T_w - T_m) \div 25 \sim 50$, $A_h/A_a \div 0.7 \sim 1.3$ 程度であるから $h_a \div 10 \sim 30$ にとって、 q_d/q_a を概算してみると最大で5%までであり、この項の影響は省略することができる。

(4) 乾燥中の材料温度 (T_m)

式(6-1)と(6-2)から

$$h_T(T_w - T_m)A_h/\gamma_m = (h_a/C_{pa})(H_m - H_{av})A_a \quad (6-5)$$

あるいは

$$h_T(T_w - T_m)A_{ho}/\gamma_m = (h_a/C_{pa})(H_m - H_{av})A_{ao} \quad (6-5')$$

において、未知の項は T_m 、その飽和湿度 H_m 、蒸発潜熱 γ_m ならびに H_{av} 、 C_{pa} であるが、前3者は T_m を定めれば決まり、後2者も T_m と風量(吹込流量と循環流量)を定めれば定まる。 T_m を仮定して式(6-5)か(6-5')の両辺が一致するよう答試法で求めることとなる。ただし T_m を変えると、 h_T の値は h_s と λ_e の値により変化することに注意しながら計算を進める必要がある。

(5) 乾燥時間(t_d)、乾燥必要長さ(L_d)

回分式乾燥器の乾燥時間 t_d (s)、連続式乾燥器の必要乾燥長さ L_d (m)はそれぞれ

$$W(w_1 - w_2) = h_T(T_w - T_m)A_{hd}/\gamma_m \quad (6-6)$$

$$W_0(w_1 - w_2) = h_T(T_w - T_m)A_{ho}L_d/\gamma_m \quad (6-7)$$

で計算される。 w_1 、 w_2 は乾燥前後の含水率(kg-水/kg-固体)

(6) 材料予熱時間(t_p)、材料予熱長さ(L_h)

乾燥時の材料温度 T_m は通常(310~360K)と可成高い温度となるため、材料予熱の熱量を必要とする。予熱中にも乾燥が行われるが、この期間は予熱のみとして近似計算する。

回分式乾燥器の予熱時間 t_p (s)、連続式乾燥器の必要予熱長さ L_p (m)はそれぞれ

$$q_p = WC_{pm}(T_m - T_o) = h_T(T_m - T_o)A_{hp}/\ln\{(T_w - T_o)/(T_w - T_m)\} \quad (6-8)$$

$$q_p = W_0C_{pm}(T_m - T_o) = h_T(T_m - T_o)A_{ho}L_p/\ln\{(T_w - T_o)/(T_w - T_m)\} \quad (6-8')$$

で計算される。 T_o は乾燥前の材料温度である。

(7) 必要全時間(t)、必要乾燥器全長(L)

回分式乾燥器では全必要時間 t (s)は、

$$t = t_d + t_p$$

連続式乾燥器の必要長さ L (m)は、

$$L = L_d + L_p$$

で与えられ、連続式乾燥器内の滞留量と滞留時間も同時に計算される。

(8) 乾燥器内の空気流量と排気量

伝導加熱式乾燥器では材料の乾燥温度が高いため、装置内の自然通風による例もあるが、本節(2)で述べたように乾燥器内の通過風量が少ない

と、式(6-2)の材料表面での伝熱係数 h_a が小さくなり、また排気量を少なくすると、循環風量を多くして h_a はある値に維持できても排気湿度が高くなって式(6-2)の $(H_m - H_{av})$ の値が小となるので結果として式(6-5)、(6-5')の熱と水蒸気移動の平衡関係から材料温度 T_m が上昇して乾燥速度が低下することに注意を必要とする。この場合について計算例を7.5に示す。

7. 設計計算例

7.1 静止加熱面型螺旋翼攪拌乾燥器(回分方式)

シュクロース結晶を母液から遠心分離、洗浄後乾燥する。1回の供給量 $W = 600\text{kg}$ 、含水率 $w_1 = 0.025\text{kg-水/kg-固体}$ を0まで乾燥する。必要時間を求めたい。

物性： $d_p = 0.51 \times 10^{-3}\text{m}$ 、 $\varepsilon = 0.45$ 、 $\rho_s = 1590\text{kg/m}^3$ 、従って $\rho_b = 1590(1 - 0.45) = 874.5$ 、 $\lambda_s = 0.58\text{J/msK}$ 、 $C_{pm} = 1256\text{J/kgK}$ 、空隙の水による充填度 Φ_1 は式(4-7)から計算して0.0486、材料層の有効熱伝導度 λ_e は無水の場合、Fig.4-1から計算して0.133となる。また京大岡崎・田門研のプログラムから、任意温度、含水率の λ_e を計算してFig.4-3に示した。また常温における機器測定により λ_e を求め、高温時のエンタルピー輸送を考慮しての計算を4.2(2)に(例)をあけて示した。

600kgの粒子層体積 $V(\text{m}^3)$ は $V = W/\rho_b = 600/874.5 = 0.686$ 、 $L_d/D_d = 3$ にとり、充填率を円筒断面積の30%とすると、 $\pi/4D_d^2(0.3)(3D_d) = V$ から $D_d = 0.99 \approx 1.0$ 、 $L_d = 3.0$ となる。6.1(3)により、30%充填時の中心角は数表[9]より 143° 、6.1(4)より材料の接触する加熱面の長さ1m当たりの面積 A_{ho} 、材料と空気の接触する長さ1m当たりの面積 A_{ao} はそれぞれ 1.25 と 0.95m^2 となり、有効加熱及び空気接觸面積 A_h と A_a は 3.75m^2 と 2.85m^2 となる。水蒸気加熱により加熱面温度 T_w は 373K 。

加熱面と第1層粒子間の伝熱係数(h_s)は4.3より計算される。その(例)としてシュクロース結晶 $d_p = 0.51 \times 10^{-3}\text{m}$ について $T_m = 338\text{K}$ の場合の計算が示されていて、 $h_s = 1128\text{J/msK}$ と与えられる。攪拌螺旋翼については速度 $U = 0.5\text{m/s}$ をとる。式(5-5)から接觸間隔時間 τ (s)は、 $\tau = 6.3$ である。

螺旋翼と加熱面間の空隙 δ を平均 $4 \times 10^{-3}\text{m}$ とすると、有効静止層厚さ $\delta_e(\text{m})$ は4.4(1)で計算する。螺旋翼はFig.4-4に示す二重螺旋翼とし、翼のピッチの1/4を370mmにとる。翼のひねり角 β (度)は、

$\beta = \tan^{-1}(500/370) = 53.5^\circ$ であるが翼のねじれを考慮して 64° とする。以下4.4(1)の(例)に示した計算から

$$\delta_e = 0.249 \times 10^{-3}\text{m}.$$

有効熱伝導度 λ_e については、 $T_m = 338\text{K}$, $\varepsilon = 0.45$ で $\Phi = 0.0486 \sim 0$ にいたる間の λ_e をFig.4-3により、4.2(3)の注意に従って面積々分平均値として求めると、この期間の λ_e の平均値は 0.355J/msK 。

計算の最初に乾燥中の材料温度(一定) T_m を仮定し、6.2(4)で述べた答試法で適切な値を求める。この例では $T_m = 338\text{K}$ で一致したのでこの値を用いて計算を進める。

乾燥の際の総括伝熱係数 h_w は式(5-4)と(5-3)より

$$\begin{aligned} \tau_o &= (1128)^2 (0.355) (6.3) / \{ (0.355 + 0.249 \times 10^{-3} \times 1128)^2 (1256) (874.5) \} = 6.405 \\ h_w &= 2 (1128) (0.355) \{ (\pi \times 6.405)^{1/2} - \ln(1 + (\pi \times 6.405)^{1/2}) \} / \{ (0.355 + 0.249 \times 10^{-3} \times 1128) (\pi \times 6.405) \} = 174.2\text{J/m}^2\text{sK} \end{aligned}$$

式(6-5)の h_a については、式(6-4)の u の値を 2m/s にとり、空気が温度 $338 \sim 343\text{K}$ 近辺で湿度 H が $0.2 \sim 0.4\text{kg-水蒸気/kg-乾き空気}$ では $\rho_{air} \approx 1.0\text{kg/m}^3$ と近似して、式(6-4)から $h_a = 18.41$ 、これを1.2倍して $h_a = 22.1\text{J/m}^2\text{sK}$ とする。

円筒断面の30%を材料が占めるため空気流通断面積 $A = (\pi/4)(1)^2(1-0.3)$ 、空気流量は $Au\rho_{air} = G$ で便宜上 (kg/h) で表すと $G = 3960$ 、送入・排出空気 $G_o = 1500$ 、循環風量 $G_c = 2460$ にとる。式(6-1)より乾燥速度 R_d

$$\begin{aligned} R_d &= (174.2) (373-338) (1.25 \times 3) / (2340 \times 10^3) \\ &= 9.8 \times 10^{-3}\text{kg/s}, (\text{kg/h}) \text{で示すと} 35.17 \text{となる。} \end{aligned}$$

この値をFig.7-1にいて計算すると、 $H_1 = 0.0245$, $H_2 = 0.0334$, $H_{av} = 0.029$ 。

また式(6-2)において、 $T_m = 338\text{K}$ での飽和湿度 $H_m = 0.0202$ であり、

$$\begin{aligned} R_d &= \{ (22.1/1047) \} (0.0202 - 0.029) (0.95 \times 3) = \\ &10.4 \times 10^{-3}\text{kg/s} \end{aligned}$$

従って誤差6%で一致している。より正確には $T_m =$

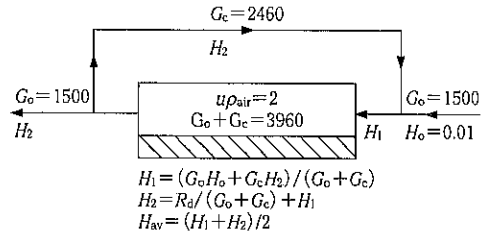


Fig.7-1 送入・排出・循環風量と各湿度

(G : kg/h , R_d : 乾燥速度 kg-水/h ,

u : 空気の材料層表面流速 m/s , ρ_{air} : 空気密度 kg/m^3)

337.6K として再計算を行えばよいがこの例ではここで止める。

乾燥に必要な熱量 $q_d(\text{J})$ と乾燥時間 $t_d(\text{s})$ は式(6-6)から

$$\begin{aligned} q_d &= 600 (0.025 - 0) (2340 \times 10^3) = (174.2) \\ &(373-338) (1.25 \times 3) t_d \\ t_d &= 1535\text{ s} (25.6\text{min}) \end{aligned}$$

予熱に必要な熱量は材料を 293K (20°C) から 338K (65°C) まで加熱する熱量 $q_p(\text{J})$ で、必要時間 $t_p(\text{s})$ と共に式(6-8)から

$$\begin{aligned} q_p &= (600) (1256) (338 - 293) = \\ &(174.2) (338 - 293) (1.25 \times 3) t_p / \\ &\ln \{ (373 - 293) / (373 - 338) \} \\ t_p &= 954\text{ s} (15.9\text{min}) \end{aligned}$$

$$\text{全必要時間 } t = t_d + t_p = 2489\text{ s} (41.5\text{min})$$

なお予熱量の計算には無水時の C_{pm} と乾燥時の h_w をそのまま用いているが近似として許されよう。

7.2 静止加熱面型平板翼攪拌乾燥器 (回分方式)

7.1と同一の材料を同一の条件下で平板翼を用いた場合について述べる。

乾燥期間中の材料温度 $T_m = 332.6\text{K}$ は答試法より求められる。この温度を用いて計算をする。4.3から加熱面と第1粒子層間の伝熱係数 $h_s = 1131\text{J/m}^2\text{sK}$ と計算される。4.4式(4-16)において $U_\beta = 0$ とし、 $U = 0.5\text{m/s}$ について有効静止層厚さ δ_e を求めると、 $\delta_e = 1.034 \times 10^{-3}\text{m}$ 。Fig.4-3から 332.6K における $\Phi = 0.0486 \sim 0$ の間の λ_e を面積々分平均値で求めると、 $\lambda_e = 0.314\text{J/msK}$ 、その他7.1と共通の値を式(5-3), (5-4)にいて計算すると、 $\tau_o = 1.05$,

$h_w = 113.4 \text{ J/m}^2\text{sK}$ となる。乾燥速度 $R_d(\text{kg/s})$ は式(6-1)より

$$R_d = (113.4) (373 - 332.6) (3.75) / (2350 \times 10^3) = 7.31 \times 10^{-3} \text{ kg/s} (26.32 \text{ kg/h})$$

他方式(6-2)中の H_{av} については、Fig.7-1において $R_d = 26.32$ をいれて計算すると、 $H_{av} = (0.021 + 0.0275) / 2 = 0.024$ と求められる。 H_m は332.6Kの飽和湿度が0.147であるから式(6-2)は

$$R_d = \{(22.1) / (1047)\} (2.85) (0.147 - 0.024) = 7.4 \times 10^{-3} \text{ kg/s}$$

となり、式(6-1)との誤差1.4%で一致する。

乾燥に必要な熱量 $q_d(\text{J})$ と乾燥時間 $t_d(\text{s})$ は式(6-6)から

$$q_d = (600) (0.025 - 0) (2350 \times 10^3) = (113.4) (373 - 332.6) (1.25 \times 3) t_d$$

$$t_d = 2043 \text{ s} (34.05 \text{ min})$$

予熱は293Kから乾燥温度332.6K迄加熱するために $q_p(\text{J})$ と予熱必要時間 $t_p(\text{s})$ を必要とする。

$$q_p = (600) (1256) (332.6 - 293) = (113.4) (332.6 - 293) (1.25 \times 3) t_p / \ln \{(373 - 293) / (373 - 332.6)\}$$

$$t_p = 1202 \text{ s} (20.0 \text{ min})$$

全必要時間 $t = t_d + t_p = 3245 \text{ s} (54.05 \text{ min})$

7.1の螺旋翼の場合に較べて全必要時間は1.3倍となる。

7.3 回転加熱管(ロータリーコイル式) 乾燥器(回分方式)

7.1, 7.2と同様に $D_d = 1\text{m}$, $L_d = 3\text{m}$ の円筒に材料充填率を30%とし、その材料層中を回転加熱管(ロータリーコイル)が撹拌しながら伝導伝熱が行われる。材料と加熱管の接触時間 τ の計算については3.3で述べた。材料と加熱管の間の総括伝熱係数 h_c は5.3の式(5-13), (5-14)により計算される。

管径 $d_c: 0.06\text{m}$ の管をコイル中心径 $D_c: 0.94\text{m}$ に巻きコイルのピッチ $P: 0.33\text{m}$ (1m長さに対して3巻)とする。このコイルを回転速度 $U_r: 0.5\text{m/s}$ で回転する。回転数 $N: (\text{r.p.s.})$ は $U_r = \pi D_c N$ から0.17。このコイルは3.3(例)に述べたもので材料とコイルの接触角は 10° で、円管上を斜めに流下する材料の接触時間 τ は0.72sと計算されている。 $P: 0.33\text{m}$ であるから、コイルの円筒長さ1m当たりの表面積は $(0.06)\pi(0.94)\pi(3) =$

$1.67\text{m}^2/\text{m}$, 材料内に埋もれるコイルの面積は30%充填の場合中心角 143° であるから、有効接触面積 $A_{ha}: 1.67 \times (143/360) = 0.663\text{m}^2/\text{m}$, 全有効面積 A_h は $0.663 \times 3 = 2.0\text{m}^2$ である。材料表面で空気流れに接触する面積は7.1, 7.2と同じく $A_{ao}: 0.95$ $A_a: 0.95 \times 3 = 2.85\text{m}^2$ となる。

乾燥中の材料温度 T_m は答試法で求めるが結果として $T_m = 342.5\text{K}$ であった。この値をもととして計算する。加熱面温度 $T_w = 373\text{K}$ をとる。加熱面と粒子第1層間の伝熱係数 h_s は4.3により計算されて、 $h_s = 1126$ 。材料層の有効熱伝導度 λ_e はFig.4-3により $\Phi = 0.0486 \sim 0$ の間の342.5K(69.5℃)における面積々分平均値を計算すると、 $\lambda_e: 0.404 \text{ J/msK}$ をえる。総括伝熱係数 $h_c(\text{J/m}^2\text{sK})$ は式(5-13), (5-14)から計算される。式(5-14)において

$$\tau_o = (1126)^2 (0.72) / (0.404) (1256) (874.5) = 2.057$$

$$h_c = \{(1126) / (2.057)\} / \{2(2.072/\pi)^{1/2} - 1 + \exp(2.072) \operatorname{erfc}(1.4342)\}$$

$\operatorname{erfc}(x)$ 対 x の表は[12]にあり、 $\operatorname{erfc}(1.4342) = 0.0430$ と求められる。よって $h_c = 522.7$ 。

乾燥速度 $R_d(\text{kg/s})$ は式(6-1)より

$$R_d = (522.7) (373 - 342.5) (2.0) / (2325 \times 10^3) = 13.71 \times 10^{-3} \text{ kg/s} (49.37 \text{ kg/h})$$

この値をFig.7-1にいれて計算すると、 $H_1 = 0.0307$, $H_2 = 0.043$ で、 $H_{av} = (H_1 + H_2) / 2 = 0.037$

一方、式(6-2)において、 h_a は7.1, 7.2と同じく乾燥器中の空気の流れ $u: 2\text{m/s}$ にとると、 $22.1 \text{ J/m}^2\text{sK}$ と計算される。式(6-2)において

$$R_d = \{(22.1) / (1047)\} (2.85) (0.258 - 0.037) = 13.3 \times 10^{-3} \text{ kg/s}$$

$H_m = 0.258$ は $T_m = 342.5\text{K}$ における飽和湿度である。式(6-1)と(6-2)による計算の誤差は3.0%で一致している。

乾燥に必要な熱量 $q_d(\text{J})$ と乾燥時間 $t_d(\text{s})$ は式(6-6)から

$$q_d = (600) (0.025 - 0) (2325 \times 10^3) = (522.7) (373 - 342.5) (2.0) t_d$$

$$t_d = 1094 \text{ s} (18.2 \text{ min})$$

材料予熱のために293K(20℃)から乾燥温度342.5K(69.5℃)まで加熱する熱量 $q_p(\text{J})$ と必要時間 $t_p(\text{s})$ は式(6-8)から

$$q_p = (600) (1256) (342.5 - 293)$$

$$= (522.7) (342.5 - 293) (2.0) t_p / \ln \{ (373 - 293) / (373 - 342.5) \}$$

$$t_p = 695 \text{ s} (11.6 \text{ min})$$

$$\text{全必要時間 } t = t_d + t_p = 1789 \text{ s} (29.8 \text{ min})$$

この計算ではコイルの巻数を1m当たり3巻としたが、もっとピッチを小さくして、4～5巻程度迄することは可能である。この時はコイルの間隔が狭くなって、材料の攪拌混合が阻害されて、不完全混合となるおそれがある。Fig.2-3に示すようにコイルの空場所に攪拌翼をいれるなどして混合を促進する手段がとられる。伝熱面積を増加することだけにとらわれて加熱管を密に詰めると却って伝熱を悪くする例のあることに注意が必要である。7.1, 7.2および7.3の結果を比較すると下表のようになる。

	総括伝熱係数 J/m^2sK	乾燥・予熱時間 min
螺旋翼方式	174.2	41.5
平板翼方式	113.4	54.05
加熱コイル式	522.7	29.8

7.4 回転コイル加熱管型乾燥器(連続方式)

1時間にシュクロース結晶 W_0 : 1800kg, 含水率 w : 0.025を連続して含水率0まで乾燥する。回転加熱コイル(管直径 d_c : 0.06m, コイル巻径 D_c : 0.94m, ピッチ P : 0.33mで、壁面温度 T_w : 373Kとする。 $L_d/D_d = 3 \sim 5$ を考えて乾燥器径 D_d : 1mとして長さ L_d を求める。

7.3と同様に材料充填率を30%とすると加熱管の埋もれる材料の中心角は143°, 乾燥器1m長さ当たり加熱管の材料接触面積 A_{ho} : 0.663m²/m, 空気に接する材料表面積 A_{ao} : 0.95m²/mとなる。回分式と同様に式(6-5')が成立するように材料温度 T_m を答試法により求める。式中の H_{av} は回分の場合と異なり、乾燥速度 $R_d = W_0(w_1 - 0) = (1800)(0.025) = 45 \text{ kg/h}$ に基づいて計算する。Fig.7-1の関係を用いて計算すると、 $H_1 = 0.0286$, $H_2 = 0.04$ となり、 $H_{av} = (H_1 + H_2) = 0.0343$ である。式(6-5')が成立するような T_m を答試法で求めるが、7.3の場合の $H_{av} = 0.037$ と極めて近く他の条件も同様であるので、 T_m は回分式の T_m : 342.5K (69.5℃) とし、総括伝熱係数 h_c も同じ 522.7J/m²sKとする。また空気と材料表面間の伝熱係数 h_a も同じ 22.1を

とる。式(6-1)で

$$R_d = (522.7) (373 - 342.5) (0.663L) / (2325 \times 10^3) = 4.546 \times 10^{-3} L \text{ kg/s}$$

式(6-2)で

$$R_d = \{ (22.1) / (1047) \} (0.258 - 0.0343) (0.95L) = 4.49 \times 10^{-3} L \text{ となる。 } H_m: 0.258 \text{ は } T_m: 342.5K \text{ における飽和湿度 (kg-水蒸気/kg-乾き空気) である。上の両式の誤差は1.2\%で成立する。}$$

乾燥に必要な熱量 q_d (J) は式(6-7)より

$$q_d = (1800) (0.025) (2325 \times 10^3) / (3600) = (522.7) (373 - 342.5) (0.663L_d)$$

$$L_d = 2.75 \text{ m}$$

また遠心脱水・洗浄後313K (40℃) にある材料を $T_m = 342.5$ に加熱するに要する熱量 q_p は式(6-8)より

$$q_p = (1800) (1256) (342.5 - 313) / (3600) = (522.7) (342.5 - 313) (0.663L_p) / \ln \{ (373 - 313) / (373 - 342.5) \}$$

$$L_p = 1.22 \text{ m}$$

$$\text{乾燥器全長 } L = L_d + L_p = 3.97 \text{ m}$$

乾燥器内滞留時間 t (s) は

$$t = \{ (\pi/4) (1.0)^2 (3.97) (0.3) \} / \{ (1800) / (3600) (874.5) \} = 1635 \text{ s} (27.3 \text{ min})$$

と求められる。

7.5 吹込・循環風量の乾燥能力への影響

7.4では吹込・循環風量はFig.7-1に示した風量を用いたが、伝導乾燥では風量を減少しあるいは自然通風に任ず例もある。この影響については6.2(8)で定性的に述べたが、ここでは例をあげて示す。Fig.7-2に示すような吹込・排出・循環風量をとる。これは7.4の場合にくらべて吹込・排出風量 G_0 を1500 kg/hから500に1/3とし、乾燥器内で材料表面に接触する風量 $u p_{air} = 1.0$ と、ほぼ1/2とし通過風量は約0.45, そして循環風量は約1/2の場合とした。この条件で7.4と同一供給量

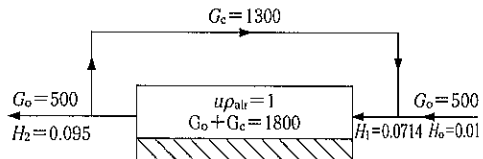


Fig.7-2 7.5の送入・排出・循環風量と各湿度
(記号はFig.7-1と同じ)

$W_0=1800 \text{ kg/h}$ で含水率 $w_1=0.025$ の材料を0まで乾燥するのに必要な乾燥器長さを求めて能力比較をする。乾燥器での乾燥能力は $(1800)(0.025-0)=45 \text{ kg/h}$ あるからFig.7-2に示すように7.4にくらべて湿度が著しく高くなる。 $H_1=0.0714$, $H_2=0.095$ で $H_{av}=0.0832$ 。

空気と接触する材料表面間の伝熱係数 h_a は6.2(2)の式(6-4)により、 $h_a=10.58$ で前述のようにこの値の1.2倍として $h_a=12.7$ をとる。

乾燥材料温度 T_m は答試法により349K(76℃)が求められる。材料温度が7.4の時の342.5K(69.5℃)よりも可成高い。 $T_m=349$ における総括伝熱係数 h_c を求めるために、計算および図から求めた値は加熱面と第1粒子層間の $h_s:1122$, $\lambda_e:0.503$ で、式(5-13)より無次元時間 $\tau_0=(1122)^2(0.72)/\{(0.503)(1256)(874.5)\}=1.643$ 、総括伝熱係数 h_c は式(5-14)より、 $h_c=(1122)/(1.643)\{1.446-1+(5.172)(0.07028)\}=553.3 \text{ J/m}^2\text{sK}$ ただし(0.07028)は $\text{erfc}(\sqrt{1.643})$ を[12]の表より求めた。

式(6-1)から

$$R_d=(553.3)(373-349)(0.663L)/(2315 \times 10^3) \\ =3.77 \times 10^{-3} L \text{ kg/s}$$

式(6-2)に $T_m=349$ での飽和湿度 $H_m=0.410$ をいれて計算すると

$$R_d=(12.7)/(1040)\{(0.41-0.0832)(0.95L)\} \\ =3.79 \times 10^{-3} L \text{ kg/s}$$

両式の誤差は極めて小さい。

乾燥に必要な熱量 q_d (J)は式(6-7)より

$$q_d=(1800)(0.025)(2315 \times 10^3)/(3600) \\ =(553.3)(373-349)(0.663L_d)$$

$$L_d=3.29 \text{ m}$$

材料予熱に要する熱量 q_p (J)は313K(40℃)から349K(76℃)に加熱する熱量で、式(6-8)より

$$q_p=(1800/3600)(1256)(349-313) \\ =(553.3)(349-313)(0.663L_p)/\ln \\ \{(373-313)/(373-349)\}$$

$$L_p=1.57 \text{ m}$$

$$\text{乾燥器全長 } L=L_d+L_p=4.86 \text{ m}$$

7.4にくらべると、22%長い装置を必要とする。風量の選定は乾燥能力に大きな影響を及ぼすことに注意する必要がある。

7.6 吸着性粒子の回分乾燥器 (回転加熱コイル方式)

吸着性材料の乾燥は非親性材料と異なる諸点がある。

(a)材料により含水率 w :(kg-吸着水/kg-固体)対関係湿度 p/p_s (p は材料の示す水蒸気圧(Pa), p_s はその温度に対する水の飽和蒸気圧)について特有の曲線を示す。Fig.7-3に活性アルミナ粒の平衡吸着曲線を示した。この関係は一般に温度に関係なく成立する。

(b)吸着水はすべて材料内の微細孔に吸着されて、非親水性材料のように粒子間空隙には保有されない。材料の飽和以上の水のみが粒子間に存在することがあるが、極めてまれで問題になるのは吸着水のみである。材料層の有効熱伝導 λ_e (J/msK)を予知することは現在不可能で測定による他はない。 λ_e の測定については4.2(2)に示したが、高温における値を求めるには、式(4-8), (4-9)の計算による。

(例)活性アルミナ粒子層含水率 $w=0.3$, 空隙率 $\varepsilon=0.4$ の温度 $T_m=343\text{K}$ における λ_e を求める。 $w=0.3$ に対するこの材料の示す水蒸気圧 p_m はFig.7-3より $p_m/p_s=0.88$, 343Kの $p_s=0.311 \times 10^5 \text{ Pa}$, $p_m=0.274 \times 10^5$, 全圧 $p_T=1.013 \times 10^5$, $\gamma_m=2330 \times 10^3 \text{ J/kg}$, $dp_m/dT_m=0.0133 \times 10^5 \text{ Pa/K}$ である。

式(4-9)において

$$\lambda_e=(0.4 \times 0.277 \times 10^{-4}/1.58)[18/\{(8314)(343)\}] \\ \{(1.013 \times 10^5)/[(1.013 \times 10^5-0.274 \times 10^5)]\}(2330 \times 10^3)(0.0133 \times 10^5)=0.189 \text{ J/msK. } 293\text{K}(20^\circ\text{C}) \text{ に}$$

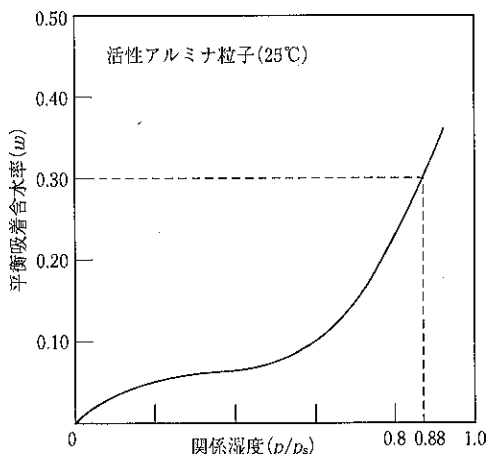


Fig.7-3 活性アルミナ粒子の吸着平衡曲線

における λ_e の測定値は0.1454であるから、式(4-8)から、343Kにおける $\lambda_e = 0.1454 + 0.189 = 0.334$ J/msKとすることができる。

(c)吸着性材料の乾燥速度 吸着性材料の乾燥は必ず減率乾燥期間にあり、乾燥されるに従って速度は減少し、材料の温度は上昇するので非親水性材料乾燥の計算は適用できない。材料が完全混合に近い状態にあると、粒子の1粒1粒が乾燥する場合に近似できる。最初の含水率を同一にした粒子を2~3層程度重ねた試料に適当な温湿度条件の温風を送り、含水率減少を計測する。これから乾燥速度対含水率の曲線をえて、これをFig.7-4のように初期乾燥速度で除した値 R を同図の縦軸とする。伝導乾燥の場合も完全混合であれば同様の状態にあると近似できる。猪川は活性アルミナ粒子でこの実験を行い[11]、よい精度で一致することを認めた。従って乾燥初期含水率における伝導乾燥の乾燥速度 $(-dw/dt)_{w_1}$ の値を計算から求め、それ以降はFig.7-4の図に従って乾燥速度が減少するとして、乾燥速度の比 R が計算される。この逆数を取り含水率 $w_1 = 0.3$ から希望する $w_2 = 0.1$ までの間の面積々分値を求めると、Fig.7-4に示すように

$$\int_{0.3}^{0.1} (-dt/dw) dw = \int_0^t dt = t$$

$$= 1/(-dw/dt)_{0.3} \int_{0.3}^{0.1} (1/R) (-dw) \quad (7-1)$$

となり、乾燥時間 t が計算される。

(例)吸着性材料である活性アルミナ粒子 $W = 520$ kgを含水率 $w_1 = 0.3$ から $w_2 = 0.1$ kg/kg一固体まで

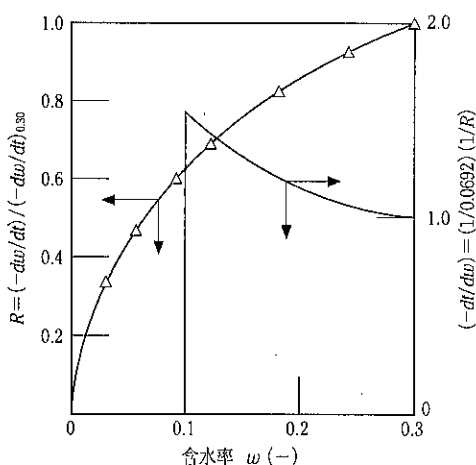


Fig.7-4 減率乾燥速度比対含水率と乾燥時間の計算図

回転加熱管(ロータリーコイル方式)により乾燥する。必要乾燥時間を計算する。

粒子代表径 $d_p = 0.4 \times 10^{-3}$ m, 見掛け密度 $\rho_0 = 920$ kg/m³, 粒子層空隙率 $\epsilon = 0.40$, 粒子密度 $\rho_s = 1533$ (気孔率0.55なので真密度は3410), 比熱容量 $C_{pm} = 921$ J/kgK, 有効熱伝導度 $\lambda_e = 0.1454$ J/msK (293K, 大気中)。

アルミナ粒子を径 $D_d = 1.0$ m, 長さ $L_d = 2.4$ m, 加熱管径 $d_c = 0.06$ m, コイル巻径 $D_c = 0.94$ m, コイルピッチ $P = 0.33$ m (1 m当たり3巻)の乾燥器により乾燥する。充填材料容積 $V = 520/920 = 0.565$ m³, 材料充填率 $= V / (\pi/4) D_c^2 L_d = 0.3$, 7.1にも同一の直径, 充填率の例を示したが, 数表[7]により, 材料充填の中心角は143°, 空気に接する材料の乾燥器1 m長さ当たりの表面積 $A_{ao} = 0.95$ m²/m, 乾燥器全長当たり $A_a = 0.95 \times 2.4 = 2.28$ m², 加熱管の乾燥器1 m当たり材料に接触する面積 $A_{ho} = \pi(0.06) \pi(0.94) (3) \times (143/360) = 0.663$ m²/m, 全長当たり $A_h = 0.663 \times 2.4 = 1.59$ m², 加熱管表面温度 $T_w = 373$ Kである。

含水率 $w_1 = 0.30$ の時の乾燥材料温度 T_m は答試法により求められるが結果として $T_m = 343$ Kとなる。この値をとって計算を進める。

加熱面と第1層粒子間の伝熱係数 h_s は4.3とその(例)に示したところに従い, $h_p = 1500$, $h_s = 1365$ と計算される。ロータリーコイルの回転速度 $U_r = 0.5$ m/sにとると, このコイルと接触して表面を流れる粒子の接触距離 L は3.3(例)と全く同じであるので0.36 m, 接触時間 $\tau = L / U_r (0.36) / (0.5) = 0.72$ sである。式(5-13), (5-14)において

$$\tau_0 = (1365)^2 (0.72) / (0.334) (921) (920) = 4.74$$

$$h_c = (1365) / (4.74) \{ 2\sqrt{4.74/\pi} - 1 + \exp(4.74) \}$$

$$\operatorname{erfc}(\sqrt{4.74}) \}$$

$\operatorname{erfc}(2.177)$ は数表[12]により0.002120, $h_c = 489$ 。

式(6-1)より, $w_1 = 0.3$ における乾燥速度は

$$R_d = W(-dw/dt)_{w_1} = (489) (373-343) (1.59) / (2320 \times 10^3) = 10.02 \times 10^{-3} \text{ kg/s}$$

$$(36.07 \text{ kg/h})$$

送入・循環風量をFig.7-1と同じにとり, $R_d = 36.07$ をいれると $H_1 = 0.02494$, $H_2 = 0.03405$, $H_{av} = (H_1 + H_2) = 0.0295$, 乾燥器内の材料表面を流れる空気流速 $u = 2.0$ m/sととり $\rho_{air} = 1.0$ kg/m³にとると, 6.2(2)の材料表面と空気流間の伝熱係数 h_a は

式(6-4)による計算とその1.2倍とすることから
22.1 J/m²sKとなる。式(6-2)より

$$R_d = (22.1/1040) (0.230 - 0.0295) (2.28) \\ = 9.71 \times 10^{-3} \text{ kg/s } (34.97 \text{ kg/h})$$

$H_m = 0.232$ は前に示したように $p_m = 0.274 \times 10^5 \text{ Pa}$ 、全圧 $p_T = 1.013 \times 10^5$ であるから式(6-3)より
 $H_m = (0.62) (0.274 \times 10^5) / (1.013 \times 10^5 - 0.274 \times 10^5) = 0.230$ と与えられる。

R_d の両式による誤差は3%であり許容されよう。

乾燥速度を便宜上(kg/h)で表すと、 $w_1 = 0.3$ において

$$3.607 = 520 (-dw/dt)_{0.3}, (-dw/dt)_{0.3} = 0.0693$$

材料を含水率 $w_1 = 0.3$ から $w_2 = 0.1$ まで乾燥するので、Fig.7-4の計算図を用いて

w	0.3	0.25	0.2	0.15	0.10
$R = (-dw/dt) / (-dw/dt)_{0.3}$	1.0	0.93	0.86	0.76	0.63
1/R	1.0	1.075	1.163	1.316	1.587

$$(-dw/dt) = (-dw/dt)_{0.3} R$$

$$(-dt/dw) = 1 / \{(-dw/dt)_{0.3} R\} = (1/0.0693) (1/R)$$

式(7-1)より

$$\int_{0.3}^{0.1} (-dt/dw) dw = \int_0^t dt = t \\ = (1/0.0693) \int_{0.3}^{0.1} (1/R) (-dw)$$

Fig.7-4の図積分より、乾燥時間 $t = 3.48 \text{ h}$ となる。

7.7 水蒸気加熱管付回転石炭乾燥器の伝熱係数

森ら[13]は粉末炭($d_p = 1.5 \times 10^{-3} \text{ m}$)の上記乾燥器設計用の総括伝熱係数 h_c をえるため実験を行った。

(a)実験。直径1.5m、長さ1mの円筒内に管径 $d_c = 0.03 \text{ m}$ の加熱用管を3列の円環状に各列36本合計108本を配列し、その第2列(円環径 $D_2 = 1.15 \text{ m}$)に熱流束計測センサーをとりつけ、この円筒を回転数 $N = 0.03 \sim 0.167 \text{ r.p.s.}$ で回転させる。材料充填率は20%とする。石炭粉末の有効熱伝導度 $\lambda_e = 0.12 \text{ J/msK}$ (20℃)、比熱容量 $C_{pm} = 1260 \text{ J/kgK}$ 、見掛け密度 $\rho_b = 700 \text{ kg/m}^3$ であり、加熱面温度 $T_w = 343 \sim 413 \text{ K}$ 、材料温度 $T_m = 293 \sim 343 \text{ K}$ で操作した。供給材料水分は3~9%とする。Fig.7-5に実験結果の一部を示した。横軸の U_r は加熱管の回転速度で測定部に注目して $U_r = \pi D_2 N$ であり、材料と測

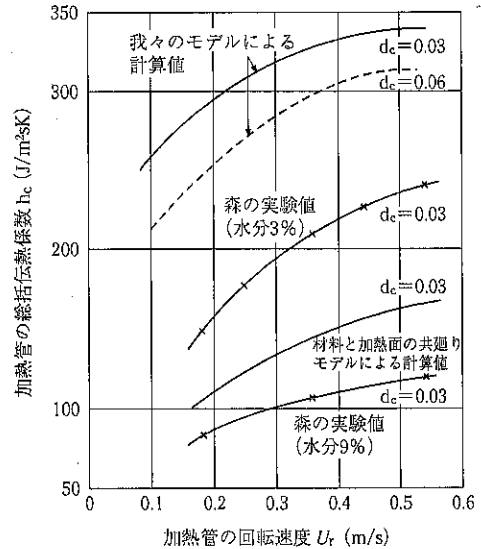


Fig.7-5 加熱管の総括伝熱係数 h_c 対加熱管の回転速度 U_r (材料温度 $T_m = 293 \text{ K}$)

定管との相対速度である。 $U_r = 0.12 \sim 0.60 \text{ m/s}$ 、材料温度 $T_m = 293 \text{ K}$ である。

(b)結果。水分3%では粒子の流動性はよいが、9%になると水分による凝集が大きくなり、粒子混合が不十分で h_c の値はほぼ1/2に低下している。この影響は極めて大きい。現在この状態を定量表示することは不可能である。乾燥の際には T_m が340K近辺に上昇するので λ_e が4.2で述べたように大きくなり、 h_c の上昇に寄与すると考えられる。高温での実験結果はこのことを示しているがここでは省略する。水分3%の材料を5.3に示したモデルと計算法により、管と粒子の接触時間 $\tau = \pi d_c / (2U_r)$ にとって h_c を式(5-13)、(5-14)で計算した結果を同図上に示した。また参考に管径 d_c を0.06mにした計算結果も示してある。実験に較べて h_c の計算値は著しく高く、1.4~1.8倍にも達している。この差は3.1で述べたように材料の不完全混合によるものと考ええる。隣接する加熱管2本の中心間距離は0.1mしかなく、管と管の空隙は0.07mにすぎないので、この間での粒子混合、さらに各列間の粒子混合はかなり不十分であると考えられよう。伝熱を増加させるため管をつめていれることが多く行われるが混合に対しては⊖効果になることを十分考慮しなければならない。

次に h_c が最小になる場合を考える。これは加熱管とまわりの材料が一体化してずれ速度がない場

合で、3.4で述べたように例えば円筒の底部近旁で管が材料に埋まりそのまま円筒の回転につれて上昇し、ある高さで材料が剥離落下すると近似的に考える。3.4と同じく共まわりする距離 l は充填量と D_2 が与えられると[9]から求まる。例えば20%充填率で中心角は 121° 、 $l = (2.112)(1.15/2) = 1.21\text{m}$ で、接触時間 $\tau = 1.21/U_r$ から計算される。この τ を用いて式(5-13)、(5-14)から h_c を求めてFig.7-5に示した。 h_c の実験の値は完全混合の計算値と混合のない場合のそれとの間にあり、不完全混合の度合いにより定まるとされよう。

(c)製作と運転。この結果を用いて1時間に石炭粉末340t/hを含む率 $w_1 = 0.12$ から $w_2 = 0.07$ にするこの種の乾燥器が製作された。仕様は乾燥器外径 $D_d = 3.8\text{m}$ 、長さ $L_d = 27.0\text{m}$ 、加熱管径 $d_c = 0.09 \sim 0.14\text{m}$ 、全本数243、全表面積 2180m^2 であり、加熱水蒸気圧力 $9.8 \times 10^5\text{Pa}$ 、排出材料温度 $T_m = 348\text{K}$ 、総括伝熱係数 $h_c = 71\text{J/m}^2\text{sK}$ とされている。また塩田はこの種乾燥器の運転操作解析を行い、森の実験結果をも用いて乾燥器の長さ方向での石炭含水率とその温度変化と、装置内を流通する空気の温湿度変化の計算を行い、運転成績と20%の範囲内での一致をえたと述べている[14]。

7.8 通気を伴う回転加熱コイル乾燥器

大橋[15]と肥塚[16]らは大森ら[17]による結果、即ち材料層中での回転加熱管からの伝熱係数 h_c の値は材料層底面から最低流動化速度 U_{mf} (終端速度の1/20近辺)の1.0~1.5倍位までの空気を吹きこんでも全く変化のないことと、この空気吹込によりコイルや攪拌翼の回転動力が著減して、空転時動力に近い値になることとに基礎を置いて上記の乾燥器の開発を行った。

伝導加熱型の攪拌乾燥器において、材料の充填率は一般に円筒断面積の30%程度にとられる。これは材料混合の不完全性をなるべく少なくすることと回転動力を過度に大きくしないためである。 U_{mf} 近旁(粒子径1.7mmの粟粒子で U_{mf} は0.2, 粒子径0.6mmの食品結晶で0.1m/s)で粒体の重量は極めて少量の吹込空気に支えられて流動性が著しく良くなるため、材料を円筒断面積の100%程度まで充填することができて、有効伝熱面積も同様に大きくとれる利点を生ずる。動力も空転時に

近く攪拌・加熱コイル・円筒構造の機構が簡易化される。コイルと材料間の h_c は5.3で計算される。乾燥により発生する水蒸気は通気風量に同伴されて系外に排出されて、排風量も少量で処理も簡単である。乾燥器の概略図をFig.7-6に示した。

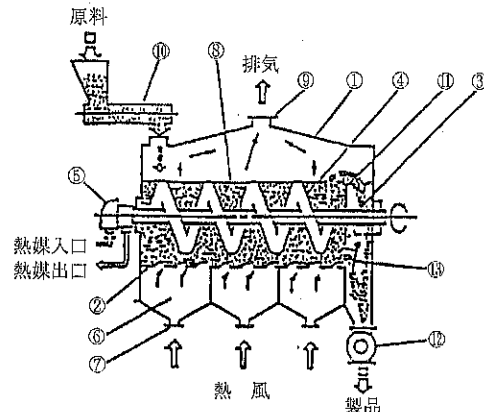


Fig.7-6 通気を伴う回転コイル型乾燥器
(栗本鉄工所カタログ)

符号	名 称	符号	名 称
1	乾燥器本体	8	粉粒体層
2	ガス分散板	9	排気口
3	回転軸	10	フィーダー
4	回転伝熱管	11	オーバーフローセキ
5	ロータリージョイント	12	製品排出ロータリーバルブ
6	風箱	13	排出ダンパー
7	熱風入口		

乾燥器の代表寸法と操作条件の例を下表に示す。

乾燥器呼称	1000φ×3500L	500φ×1200L
コイル直径 (mm)	1000φ/760φ/520φ (3重コイル)	500φ/320φ (2重コイル)
コイル設置長 (mm)	3500	1200
伝熱管径 (mm)	50A, SUS	32A, SUS
伝熱面積 (m ²)	33.8	3.5
乾燥材料	有機酸結晶	農薬原体
処理量 (kg/h) (連続方式)	700	50
材料水分 (%WB)	18	10
乾燥品水分 (%WB)	0.3	0.1
熱源	3.5Kg/cm ² 飽和蒸気	60℃温水
乾燥水分量 (kg/h)	124	5

本稿7.7については森恵次郎氏(三井造船株)の,そして7.8については肥塚和彦氏と水田浩二氏(株栗本鉄工所)のご協力をいただいたことに謝意を表します。

引用文献

- 1) T. Ohmori, M. Miyahara, M. Okazaki and R. Toei : Drying Technology 12 (1と2合併号) pp. 299~328, 1994. 今回の総説の伝熱に関する部分の理論と実験の多くの報文をまとめて述べている.
- 2) 官原 稔 : 京大・工・化学工学科修士論文, 1985
- 3) E.U. Schlünder : Chem. Eng. Process. 18 (1) pp. 31~53, 1984
- 4) 集成万能数表 : 万能数表編集委員会篇, p. 221 完全楕円積分表, 東北出版社
- 5) 平岡・田中 : 新版移動現象論, p. 57, 朝倉書店 1994
- 6) M. Okazaki, I. Ito and R. Toei : A.I.C.h.E. Symposium Series, No. 163, vol. 73, pp. 164~176, 1977
- 7) E.U. Schlünder : Proceedings of 7th Int. Heat Transfer Conf. Munich, vol. 1, pp. 195~211,

1982. 他に同氏らの論文数篇がある.

- 8) H.S. Carslaw and J.C. Jaeger : Conduction of Heat in Solids, 2nd ed., Oxford University Press, 1978
- 9) 機械工学便覧改訂第6版 : 第1章数表, 1-43, 日本機械学会, 1977
- 10) 亀井三郎編 : 化学機械の理論と計算(第2版) p. 352, 昭52 産業図書(株)
- 11) 猪川弘徳 : 京大・工・化学工学科学士論文, 1978
- 12) 8)と同一の本のAppendix II, pp. 482~485, p. 485に x 対 $erfc(x)$ の数表がある.
- 13) 森恵次郎, 鈴木健二, 笠原一実, 藤原勇 : 化学工学会51年会研究発表講演要旨集, p. 51, 1986
- 14) Y. Shiota, Y. Nagashima, Y. Nakase, K. Nakamura : Proceeding of 3rd Internl. Sympo. on Coal Combustion, pp. 568~575, 1995
- 15) K. Ohashi : Proceeding of 3rd Internl. Drying Symposium, pp. 467~473, 1982
- 16) 肥塚和彦 : 食品加工技術, 5 (2), pp. 85~91, 1985
- 17) T. Ohmori, M. Miyahara, M. Okazaki and R. Toei : J. Chemical Engineering Japan, 21 (2), pp. 141~147, 1988

(11頁よりつづく)

引用文献

- 1) Reed, J.S. : "Principles of Ceramics Processing (2nd ed.)", p.492-503, Wiley (1995)
- 2) 窯業協会編集委員会講座小委員会編 : "セラミックスのキャラクターゼーション技術", p.188-214, 窯業協会 (1987)
- 3) 宮下洋一, 藤井加容子, 古家 大, 小坂時弘, 花岡信明 : 1996年度春期研究発表会講演論文集, p.58-61, 粉体工学会 (1996)

- 4) 荒川正文 : 粉体工学会誌, vol.27, 181-185および827-837 (1990)
- 5) 荒川正文 : 材料, vol.39, 1481-1489 (1990)
- 6) 浜野健也編 : "ファインセラミックスハンドブック", p.649-653, 朝倉書店 (1990)
- 7) 日本粉体工業技術協会編 : "凝集工学", p.167-174, 日刊工業新聞社 (1982)
- 8) Y.Tomita, L.C.Guo, Y.Zhang, N.Uchida and K.Uematsu : J. Am Ceram. Soc., vol.78, 2153-2156 (1995)

粉碎の基礎と最近の動向

Basis and Recent Trend in Comminution

神田 良照*
Yoshiteru Kanda

1. はじめに

粉碎は産業技術の中において、最も古い歴史をもっているといっても過言ではない単位操作のひとつである。それは、人が生活の中で道具を使って穀物を挽いて粉にすることによってその価値を高めたことがその始まりとすることができるからである。当然のこととして、粉碎技術(と言えるかどうかは少々疑問ではあるが)も最初は日常生活の中で発達していったことが想像できる。一方、産業技術として粉碎操作を見た場合、以前からよく言われていることではあるが粉碎は単純に固体の破壊であり、簡単に目的が達成できることからその理論的なこととなる後追いつている部分がいまだ残っている。

粉碎を近年の産業技術の発展に伴う単位操作として見ると、新しい材料の出現や超微粒子製造の必要性からくるファイン化、それに加えて粉体材料の改質、複合化、メカニカルアロイング等の研究に見られるように粉碎機の新しい利用も行われるようになってきている。さらにこれらの研究に加えて、国内で扱われる粉粒体は数億トンとも言われており、これらが全て粉碎プロセスを経るわけではないが粉碎操作に消費されるエネルギーは

膨大になることも容易に想像でき、粉碎機の大型化、省エネルギープロセスの開発も継続して行われている。

粉碎の目的を大別すると、以下ようになる。

- 1)有効成分分離のための前処理
- 2)目的に合った大きさの粉体の製造
- 3)粉体の表面積を大きくして活性にする
- これに加えて、ここ10年には
- 4)粒子の表面改質
- 5)粒子の複合化
- 6)粒子の形状調整
- 7)材料合成のための前処理

も粉碎操作の目的としてあげることができる。さらに粉碎操作に伴って引き起こされるその他の現象も研究されるようになり、粉碎に関する研究も他の研究の流れと同じように細分化し続けているのが現状といえる。斎藤は²⁾、最近の国際会議における粉碎に関する研究発表を以下のように分類している。

- (1)破壊、粉碎の基礎
- (2)粒子集合体の破壊
- (3)単体分離
- (4)微粉碎
- (5)摩耗
- (6)微粒子凝集と分散
- (7)微粒子分級
- (8)碎成物特性
- (9)メカニカルアクティベーション・メカノケミストリー

* 山形大学工学部物質工学科
(〒992 米沢市城南4-3-16)
Tel. 0238-26-3161 Fax. 0238-26-3414
E-mail. kanda@dip.yz.yamagata-u.ac.jp

- (10) 粉碎助剤
- (11) モデリング, シミュレーションと最適化
- (12) 粉碎機, 分級機を含む閉回路系の設計と操作
- (13) オンライン計測を含む粉碎制御
- (14) 経済

ここでは, この中から最も基本である

- 1) 粉碎によって得られる砕成物の粒子径分布
- 2) 粉碎の仕事量
- 3) 1), 2) を結びつけた粉碎速度論
 について簡単に振り返ってみたい. そして
- 4) アンケート調査による最近の粉碎機の利用動向
 を紹介する.

2. 粒子径分布

粉碎の一番の目的は固体に力, エネルギーを加えて粉粒体を作ることにある. このようにして生成した粉粒体は単一粒子径の集合体ではなく, 粒子径に分布を持ち, 粒子の生成過程の違いによっていろいろな粒子径分布を示す. 穀物などの生命過程で生成される種子などの場合には, 比較的狭い粒子径分布となることが予想されるがここで述べている粉碎によって作られた粒子群は広い粒子径分布をもつことが多い. ここではその表示法について述べる.

2.1 粒子径分布の表示

測定した粒子径分布は何らかの方法によって表示する必要がある. 粒子径分布の表示は, これが使われる目的あるいは粒子径の測定原理, 方法によって粒子径に対する粒子個数, 粒子の体積あるいは質量分布が用いられる. また, 分布の表示方法としては, 密度(ひん度)分布, ふるい下積算分布あるいはふるい上積算分布が用いられている. 粉碎によって製造した粉体の個々の粒子は不規則な形をしておりその大きさをひとつの寸法で一義的に表すことには無理があり, その値を使用する目的や測定原理に応じていろいろな表し方が提案され, 使われている. 広く用いられているのは測定原理に応じたなんらかの相当径である. それ故に, 粒子径分布を表示する時は, 測定法あるいは使用した粒子径の定義を明記することが大切である. また測定したデータの整理, 表現方法としては, 数値表で測定値を直接示す方法, グラフ上で

ひん度分布あるいは積算分布で示す方法, ひん度分布あるいは積算分布を数式で表す方法がある. ここでは数式による表示である粒子径分布式について述べる.

a) 対数正規分布

数学上最も基本となる分布則は正規分布である. この分布式を粒子径分布として用いるには粒子径が $-\infty$ まで分布することになり矛盾を生じる. そこで次式のように粒子径 x の対数値を用いて表した分布が対数正規分布である. 対数正規分布は各種の平均径などが解析的に計算できるためしばしば用いられている^{3,4)}. また対数正規分布を直線として表示できる対数確率紙が市販されている.

$$q(\ln x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \ln \sigma_g} \exp \left[-\frac{(\ln x - \ln x_m)^2}{2 \ln^2 \sigma_g} \right] \quad (1)$$

ここで $q(\ln x)$ はひん度(密度)分布, $\ln \sigma_g$ は幾何標準偏差, x_m はメディアン径である.

b) Gaudin-Schuhmann分布

両対数紙上でふるい下積算分率 $Q(x)$ を粒子径に対してプロットすると直線となる分布式で砕成物(粉碎産物)の細かい粒子径の部分で良く適合する. 砕成物の多くはこの直線の傾きが比較的1に近い値を示す.

$$Q(x) = \left(\frac{x}{x_{\max}} \right)^m \quad (2)$$

ここで $x_{\max}$ は最大粒子径, m は定数である.

c) Rosin-Rammler分布

RosinとRammlerは石炭の砕成物の粒子径分布を広く調べ, ふるい上積算分率 $R(x)$ と粒子径の関係式を得た. この分布式は両対数紙上でふるい上積算分率の対数と粒子径をプロットすると直線となる分布式で, その後石炭以外の砕料についても広く用いられている. Gaudin-Schuhmann分布より少し複雑になっているが, やはり適合性は砕成物の細粒部分で良い. この分布を直線化できるRosin-Rammler線図が市販されている.

$$R(x) = \exp(-bx^a) \quad (3)$$

ここで, a, b は定数である.

d) Gilvarryの分布則

b) c)で述べた分布式は粒子径分布の実験帰納的な数式表示で, これらに対する理論的考察は少

ないが、粉碎過程における粒子径分布の推移を表すのに多く用いられてきた。1960年代に入り単一粒子粉碎後の粒子径分布の予測が統計学的、材料学的立場から検討されるようになった。Gilvarryは⁵⁾、固体内にはミクロな大きさの欠陥が潜在し、これが外力によって活性化されることによりマクロな大きさのクラックに成長する。その結果として破壊が開始すると考えたGriffithの仮定に基づき、これらの外部応力によって活性化される欠陥の存在確率がボアソン分率に従うと仮定し、単一粒子破壊後の粒子径分布式Eq.(4)を提案した。そして球形ガラス試料について破壊実験を行い実験的検討を加えた。Gilvarryの提案した粒子径分布式はb), c)に示した従来経験式として用いられてきた分布式をその一部として包括した式であり意義がある。

$$Q(x) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{x}{k} \right) - \left(\frac{x}{j} \right)^2 - \left(\frac{x}{i} \right)^3 \right\} \quad (4)$$

ここで、 k, j, i はそれぞれ長さの次元を持つ定数で、理論的には、活性化された欠陥の間隔を表す。

e) Gaudin-Meloyの分布則⁶⁾

単一粒子が破壊されたとき生じた破壊面は、この粒子の代表粒子径を表す任意の線分上をすべて通ると仮定し、破壊後に生ずる粒子の大きさは隣接する破壊面の間隔によって決まるとし、破壊面の数をパラメーターとして加え粒子径分布を導いたのがこの考えである。

f) Klimpel-Austinの分布則⁷⁾

物理的なモデルはGilvarryと同じであるが破壊を支配する欠陥は、Gilvarryが直線(一次元)的に分布したものであるとしたのに対してKlimpel-Austinは体積(3次元)的に分布した欠陥がより支配的として単一粒子破壊後の粒子径分布式を導いた。

g) Gaudin-Meloy-Harrisの分布則⁸⁾

HarrisはGaudin-Meloyの分布則に実験的補正を加えるために、新しいパラメーターを導入した分布式Eq.(5)を提案した。このパラメーターは物理的な意味は持たないが他の分布式に比べて粗粒部分まで適合性が良い。

$$Q(x) = 1 - \left\{ 1 - \left(\frac{x}{x_0} \right)^p \right\}^7 \quad (5)$$

ここで γ は粒子径 x_0 の粒子が破壊されたとき、線分 x_0 上を通る破面の数、 α は定数である。ただし、 x_0 は砕成物中の最大粒子径とした方が適合性がよい。

砕成物の粒子径分布は後述する物質収支に基づく粉碎速度式中の破碎関数に相当する。

3. 粉碎に要する仕事量

破碎、粉碎に要するエネルギー、仕事量の定義については、破碎、粉碎工程のどこまでを目的粒子を得るための仕事量と見なすかで議論の多いところであるが、粉碎は広い意味で固体の大きさ(粒子径)を減少させる操作であるので、粉碎に要する仕事量は粉碎前後の粒子径の変化、差から計算されることになる^{9,10)}。また、粉碎機内ではいろいろな粒子径の粉粒体の粉碎が同時に起こり、砕成物の大きさも分布をもつため粒子径分布と粉碎エネルギーの関係が前述した粒子径分布式を用いて論じられてきた。さらに粉碎前後の粒子径が同じでも砕料の種類によって粉碎に要するエネルギーは違ってくる。これは粉碎のしやすさ、しにくさを表す一種の物性値である粉碎能とか粉碎抵抗などのように定義されている値から予測している。

ここでは粉碎に要する仕事量を以上の3項目に分けて述べる。

3.1 粉碎前後の粒子径の変化と粉碎エネルギーの関係

Rittingerは粉碎に消費されるエネルギー W は新しい表面を生成するのに使われるとした。いわゆる固体の表面エネルギーに基礎をおく考えで次式となる。砕料単位質量当たりの表面積、すなわち比表面積は粒子径に反比例するので、この関係を粒子径の変化で表現すると、粉碎に要する仕事量は粉碎前後の粒子径の逆数の差に比例することになる。

$$W = C_R (S_p - S_f) = C_R' \left(\frac{1}{x_p} - \frac{1}{x_f} \right) \quad (6)$$

ここで C_R, C_R' は砕料によって決まる定数、 x は粒子径、 S は比表面積で添字 f, p は粉碎前後を示す。

これに対して、Kickは幾何学的に相似な変形を生じさせるために必要なエネルギーはこの砕料の

体積に比例するとした。これは固体内に蓄えられた弾性ひずみエネルギーに基礎をおく考えで次式となる。粉碎に要する仕事量は、粉碎前後の粒子径比、すなわち粉碎比によって決まることを示している。

$$W = C_k \ln \frac{x_f}{x_p} \quad (7)$$

ここで C_k は砕料によって決まる定数である。

以上、2つの考えを比較するとRittingerは破壊後、Kickは破壊直前に重きをおき、理想的な粉碎について述べたものと考えることができる。

以上ふたつの理想的な考えに対して、Bond¹⁰⁾は全ての粉碎は無限に大きい粒子(固体)を粒子径が“ゼロ”の無限個数の粒子に粉碎する途中の現象であるとして、形状が不規則な粒子の粉碎では、粉碎開始段階では、粒子に加えられたひずみエネルギーは粒子体積に比例するが、粒子内にき裂が発生した後は生成した表面積に比例するとし、最終的にはその中間になるとして次式を提案した。

$$W = C_B (x_p^{-1/2} - x_f^{-1/2}) \quad (8)$$

さらにBondはEq. (8)の実用性を高め、次式を提案している。

$$W = W_i \left(\frac{10}{\sqrt{P}} - \frac{10}{\sqrt{F}} \right) \quad (9)$$

ここで、 $F(\mu m)$ 、 $P(\mu m)$ は粉碎前後の砕料の80%通過粒子径である。

これは粉碎に要する仕事量は粉碎前後の粒子径の平方根の逆数の差に比例することを示している。また、BondはEq. (9)の $W_i(kWh/ton)$ は砕料の種類によって決まる値であるとして、これをWork-Index、仕事指数と定義し、多くの砕料について測定している。Work-Indexについては後で述べる。

一方、Holmes¹¹⁾はKickの考えから出発し、粒子の破壊応力を粒子の大きさ(粒子径)のべき関数として、粉碎に要するエネルギーの理論式を提案している。この式はBondの式が粉碎前後の粒子径のべき数が0.5であるのに対してHolmesはこの指数の値は砕料の種類によって異なるとし、多くの砕料についてこの値を測定している。

3.2 粒子径分布の変化と粉碎エネルギーの関係

これまでに述べてきた粉碎エネルギーと粒子径の関係は、粉碎前後の粒子径として均一粒子群を仮定したり、あるいは代表粒子径を定義して用いている。一般の粉粒体の原料も砕成物も粒子径に分布をもつため、粒子径分布の変化と粉碎エネルギーの関係が研究されてきた。

Charles¹²⁾は、粒子径分布としてGaudin-Schuhmann分布式を用いて粉碎エネルギーとの関係を論じている。下飯坂らは¹³⁾ふるい分けで測定した砕成物の粒子径分布が細粒部分ではGaudin-Schuhmann分布則に従うことを使い同様な検討を行なっている。また、宮脇は¹⁴⁾Rosin-Rammler分布式、対数正規分布について、さらに宮脇ら¹⁵⁾はGaudin-Meloyの分布式、Gaudin-Meloy-Harrisの分布式¹⁶⁾と粉碎エネルギーとの関係について検討している。

4. 粒子一個の粉碎に要するエネルギー

粉碎に要するエネルギーの定義については純粋に粉碎に使われたエネルギーの測定が困難であるためあいまいなところがある。ひとつの考えとして一個の粒子を静的荷重下で粉碎し、その時のエネルギーを測定し、粉碎に要するエネルギーの基礎的研究に役立てようとする方向がある。強度は粒子径(粒子体積)の減少とともに増大するため、単位質量当たりの粉碎エネルギーは増大する。粒子一個を粉碎するのに要するエネルギーあるいはこの粒子単位質量を粉碎するのに要するエネルギーと粒子径の関係はいろいろな砕料について測定され^{17,18)}、特に微粉碎域における粉碎エネルギーの増大が示されている。それらの測定値によると砕料の種類によって多少は変化するが粒子径が $500\mu m$ 以下になると単位質量当たりの粉碎エネルギーは急激に増大している。さらに粒子径が減少し $50\mu m$ 以下になると、単位質量当たりの表面積、すなわち比表面積が増大するため破壊様式が異なり¹⁹⁾、変形破壊が支配的になり、さらに粉碎がしにくくなるとともに粉碎エネルギーが増大することが予測されている。

微粉碎域になると単位質量当たりの粒子数が増加するため各々の碎料粒子が外部からエネルギーを受ける確率を上げる必要がある。以上のような考えから微粉碎域ではジェット粉碎機に代表されるように碎料粒子を粒子相互あるいは粒子を他の物性に衝突させて粉碎を行なう粉碎方法がある。その基礎的研究として粒子の衝突あるいは荷重速度が粉碎効率に与える影響についての報告がある。

Rumpf²⁰⁾は2個の粒子が任意の速度で衝突した時の粒子内に生ずる最大応力を求める計算式を提案している。また奥田らは^{21,22)}、静止物体に粒子を衝突速度を変えて粉碎実験を行い、衝突速度と粉碎効率の関係を実験、検討している。それによると脆性材料からプラスチックまでの性質の違う碎料においても粉碎効率が最大となる衝突速度が存在し、さらにこの衝突速度は碎料の粒子径においても変化することを示している。Yashimaら²³⁾は静止粒子に荷重速度を変えて物体を衝突させ、力学的物性値を測定するとともに表面積を基準にした粉碎効率を測定している。これも碎料の種類によって多少異なるが荷重速度が $10^7 \sim 10^8 \text{N/s}$ のとき粉碎効率が著しく高くなることを示している。これらの結果を合わせると、粉碎効率が最大となる荷重、衝突速度の範囲は、碎料の性質、違いには大きく左右されないが非常に狭いので、粉碎操作条件のコントロールが難しくなるが、エネルギーの有効利用として今後研究する必要があると思う。

5. 粉碎原料の粉碎のしやすさ、しにくさの指標

粉碎機の選定、プロセスの設計、運転、生産量のコントロールのために扱う粉碎原料、碎料の粉碎のしやすさ、しにくさをなんらかの指標で示すか、あるいはあらかじめ測定する必要がある。これまでに碎料の粉碎性の定義や測定法が内外で数多く提案されている²⁴⁾。なかでも広く知られ、用いられているのがハードグロブ粉碎能、Bondの提案した仕事指数である。

a) ハードグロブ粉碎性指数(HGI)

ハードグロブ試験機に、粒子径が $1180 \sim 600 \mu\text{m}$ の試料50g入れ、 $284.4 \pm 2.0 \text{N}$ の荷重をか

け試験機を60回転させる。碎成物を目開き $75 \mu\text{m}$ のふるいであるい分け、ふるい上質量を50gから引き、ふるい下質量 w_g を算出し、次式からHGIを求める。

$$HGI = 13 + 6.93w \quad (10)$$

b) Bondの粉碎仕事指数(W_i)

粉碎仕事指数はEq.(9)中の $W_i(\text{kWh/ton})$ で、工業的粉碎仕事量 $W(\text{kWh/ton})$ を求めるのに広く使われている。 W_i は次式から求められる。

$$W_i = \frac{44.5}{P_1^{0.23} G_{b,p}^{0.82} \left(\frac{10}{\sqrt{P'}} - \frac{10}{\sqrt{F}} \right)} \times 1.10 \quad (11)$$

ここで $P_1(\mu\text{m})$ は粉碎試験に用いられたふるいの目開き、 $P'(\mu\text{m})$ は P_1 以下の碎成物の80%通過粒子径、 $G_{b,p}(\text{g} \cdot \text{rev}^{-1})$ はボールミル粉碎能と呼ばれ、ミル一回転あたりの P_1 以下の碎成物質量、 $F(\mu\text{m})$ は試験用試料の80%通過粒子径である。

6. 粉碎速度論

単位時間当たりの製品粉体の生成量を正確に把握したり、管理することは生産現場においては欠かすことのできないことである。また粉碎に要する仕事量を計算するには動力が必要であり、これは電力となり、仕事量は時間に比例することになる。これが粉碎の速度論的考察につながっていく。粉碎速度論は、粉碎エネルギーの研究と同時に始まったと言えるがその形がはっきりしてきたのは田中ら²⁵⁾によると、1964年秋(ニューヨーク)に開催された第7回国際選鉱会議および1966年秋の第2回ヨーロッパ粉碎シンポジウムでの発表論文が粉碎速度論の研究面に大きな流れを作ったが、その重要性はすでにその10年前にさかのぼりとなっている。これにはコンピューターの普及に負うところが大きく膨大な計算が可能になったことにもよると思われる。ここでは粉碎速度論をいくつかの項目に分けて述べる。

6.1 代表粒子径の減少過程

粉碎エネルギーを時間に置き換えると先に述べた、Rittinger, Kick, Bond, などのエネルギーと粉碎前後の粒子径変化を表した式はこの項目に入る。

6.2 比表面積の増加速度

粉碎の進行を砕料全体の平均的細かさの変化過程として表す方法として比表面積の増加速度がある。粉碎初期においては比表面積の増加は粉碎時間に比例して増加し、いわゆる0次の増加速度式が多く研究者によって実験的に確認されてきており、これは先に述べた粉碎に要するエネルギーに関するRittingerの考えに相当する。さらに、粉碎時間を増加させていくと比表面積の増加速度は減少し、粉碎効率が低下していく。この過程のいろいろな表示法とその説明がある²⁶⁻²⁹⁾。

6.3 粒子径分布の変化過程

3.2の項で述べてきた内容を速度論的に考察すると粒子径分布の経時変化となる。中条³⁰⁾は砕成物の粒子径分布式の一つであるRosin-Rammler分布式を粉碎時間による経時変化として表している。またCharles¹²⁾が提案した砕成物中の最大粒子径を代表粒子径として用い、これと粉碎エネルギーとの関係はきわめて簡便なため広く用いられている³¹⁾。粒子径分布の経時変化はその後、後述する物質収支に基づく粉碎速度論へと発展していく。

6.4 任意粒子径以上の粒子の減少速度あるいは任意粒子径以下の粒子の生成速度

実際の粉碎操作では一定の粒子径以下になった粉体を製品あるいは中間体として取り出していくので任意粒子径以下の生成速度が検討の対象になる。この基準粒子径を境とすると増加速度は減少速度と同じことを意味している。この速度式の取り扱い³²⁾、現在までに多くの速度式が提案されている^{25,33)}。

6.5 物質収支に基づく粉碎速度論

GaudinとMeloy³⁴⁾はSedlatshekとBass³⁵⁾によって導入された物質収支式を用いて二つの分離した関数で粉碎過程を表す方法を発表した。この考えは粉碎の進行を選択関数と破碎(分布)関数で表すもので、前者は粒子がエネルギーを受けて破壊する確率を示し、後者はその破壊粒子から生じる粒子の粒子径分布を表す。この二つの関数が定義

できれば物質収支式から任意の粒子径の粒子質量分率の経時変化がわかる³⁶⁾。しかし選択関数³⁷⁾、破碎関数とも粉碎機の種類、粉碎条件などにより変化するため、両関数とも十分に解明されている訳ではない。

6.6 シミュレーションによる粉碎速度表示

近年のコンピュータの発達により計算速度が速くなり、シミュレーションによる粉碎機内のボールの挙動の解析が行なわれるようになった³⁸⁾。ボールミル、振動ミル、遊星ミルのようにボールの運動状態が粉碎性に大きく影響する場合、ボールの衝突頻度や衝突強度をシミュレートすることにより粉碎速度が計算できる。これらの研究は始まったばかりと言っても過言ではなく多くの研究成果が今後期待できる分野と言える。

7. 粉碎機

粉碎の起源は、人類が穀物をひいて粉を作ったときまでさかのぼることは先にも述べてきたが、加藤邦興著の“化学機械の装置と歴史”³⁹⁾によると粉碎機が機械として一応の形態を整えたのは18世紀となっている。近世の産業のうちで、採鉱、冶金と並んで粉碎が大きな比重を占めたのは火薬製造である。硝石と硫黄と木炭との混合物である黒色火薬の製造に用いられた粉碎機はスタンプ・ミルとエッジランナーが主要であったと加藤氏は著書の中で述べている。粉碎機の目的は粉碎と同時に混合も主要な部分を占めていたようである。粉碎機の歴史についてはこの成書に詳しく述べられている。

7.1 粉碎機の分類

選鉱(鉱物処理)、セメント、石炭、骨材、化学工業など各種粉体工業における粉碎操作で取り扱われる塊、粒、粉の大きさはm級の塊からnm級のごく微小粒子まで、 10^9 の広がりがある。近年各種粉体工業のファイン化に伴って、mmから μm 、 μm からnmまでの 10^{-3} の広い粒子径の領域で数多くの粉碎機が開発されている。粉碎操作、粉碎機の分類は粉碎機構、処理量、粉碎の目的などで分類方法はいろいろあると思われるが、八嶋^{1,40)}が行なった分類が参考になる。それを見ると、

微粉砕を3段階に分類し、この領域における粉砕機の種類の多さが示されている。さらに超微粉砕のつぎにナノ微粉砕を加えてあり粉砕のファイン化が伺える。最後には粒子加工型超微粉砕が分類されており、粉砕機が単に粒子径の減少だけに使われなくなってきたことがわかる。

7.2 粉砕機メーカーに対するアンケート調査結果と最近の動向

筆者が行った日本における粉砕機の開発動向の調査⁽⁴⁾結果を見ると、全体として粉砕機の開発はファイン化の傾向にあり、また複合化、改質、形状調整など、ただ粒子径を減少させる以外に粉砕機が使われるようになってきていることがわかる。そこで、調査項目の中から最近の粉砕機の特徴を見るために、a)サブミクロン粒子の製造、b)粒子の形状調整、c)複合化、d)改質、e)混合・分散、f)メカニカルアロイング(アモルファスも含む)を取り上げて、開発された粉砕機の積算数と西暦との関係をFig.1に、a)サブミクロン粒子の製造について示した。Fig.2にはその他の項目をまとめて示した。f)メカニカルアロイングを除き同様な増加傾向を示しているが、中でも、b)粒子の形状調整のための粉砕機の利用が多くなってきている。

8. おわりに

粉砕は、粉砕機に供給された原料がそのまま製品となることは少なく、つぎの工程のために適した粒子径(分布)に整えることが主な目的となることが多い。最近の粉砕のファイン化やメカニカルアロイングなどに見られる新しい利用法はあるが、その中身は固体を壊したり、変形したりすることには変わらない。しかし、粉砕に関する研究分野は周辺を広げ、ますます細分化されてきている。ここでは、産業技術としての粉砕の基本について筆者の考えを述べさせていただいた。そして、最近の粉砕機の開発とその利用動向についてのアンケート調査結果を紹介した。

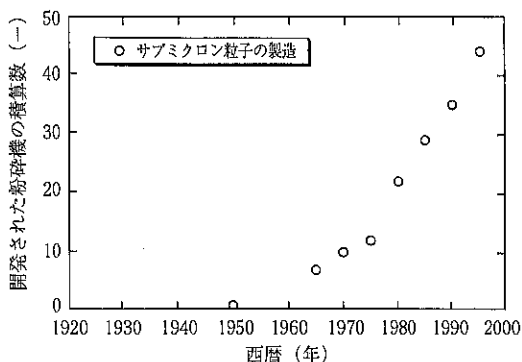


Fig.1 開発された粉砕機の積算数と西暦の関係

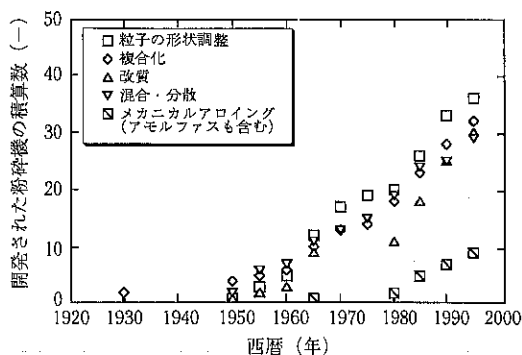


Fig.2 開発された粉砕機の積算数と西暦の関係

参考文献

- 1) 八嶋三郎：粉体と工業, 26, 29(1994)
- 2) 斎藤文良：ibid, 28, 39(1996)
- 3) 藤田重文, 東畑平八郎編：化学工学Ⅱ(第2版), P.33, 東京化学同人, (1987)
- 4) 椿淳一郎, 神保元二：化学工学論文集, 4, 232 (1978)
- 5) J.J.Gilvary：J.Appl.Phys., 32, 391(1961)
- 6) A.M.Gaudin and T.P.Meloy: Trans.A.I.M.E., 223, 40(1962)
- 7) R.R.Klimpel and L.G.Austin: ibid, 232, 88(1965)
- 8) C.C.Harris: ibid, 235, 143(1966)
- 9) W.H.Walker, W.K.Lewis, W.H.MacAdams and E.R.Gilliland: Principles of Chemical Engineering, P.255, McGraw-Hill, (1937)
- 10) F.C.Bond: Trans.A.I.M.E., 193, 484(1952)
- 11) J.A.Holmes: Trans.Inst.Chem.Engrs.(London), 35, 125(1957)

- 12) R.T.Charles: Trans. A.I.M.E., 9, 80(1957)
- 13) 下飯坂潤三, 鴻巣彬, 神田良照, 蔡敏行: 日本鉱業会誌, 82, 920(1966)
- 14) 宮脇猪之介: 秋田地研報告, 19, 50(1958)
- 15) 宮脇猪之介, 藤崎一裕: 日本鉱業会誌, 84, 302(1968)
- 16) 宮脇猪之介, 藤崎一裕: 粉体工学研究会誌, 8, 83(1971)
- 17) B.H.Bergstrom, C.L.Sollenberger and W.Mitchell: Trans.A.I.M.E., 220, 367(1961)
- 18) 神田良照, 佐野茂, 斎藤文良, 八嶋三郎: 化学工学論文集, 10, 108(1984)
- 19) L.Sikong, H.Hashimoto and S.Yashima: Powder. Technol., 61, 51(1990)
- 20) H.Rumpf: Chem.Ing.Tech., 31, 323(1959)
- 21) S.Okuda and W.S.Choi: J.Chem.Eng.Japan, 12, 383(1979), 13, 219(1980), 14, 142(1981)
- 22) 奥田聡, 森田洋二: 粉体工学研究会誌, 4, 801(1967)
- 23) S.Yashima, F.Saito and H.Hashimoto: J.Chem. Eng.Japan, 20, 257(1987)
- 24) 松居国夫: 化学工学, 35, 268(1971)
- 25) 田中達夫, 宮脇猪之介, 藤崎一裕: 化学工学, 35, 276(1971)
- 26) 田中達夫: 化学工学, 18, 160(1954)
- 27) 鈴木末男: 粉体工学研究会誌, 5, 1226(1968)
- 28) 神保元二, 浅川貞雄, 桜井伍朗: 材料, 20, 767(1971)
- 29) 長谷川政裕, 本間寅二郎, 神田良照: 化学工学論文集, 15, 343(1989)
- 30) 中条金兵衛: 化学工学と化学機械, 7, 1(1949)
- 31) 今泉常正, 井上外志雄, 岡野靖彦: 日本鉱業会誌, 82, 294(1966)
- 32) A.W.Fahrenwold: Trans. A.I.M.E., 112, 88(1934)
- 33) 和田正美: 水曜会誌, 10, 73(1938)
- 34) A.M.Gaudin and T.P.Meloy: Trans. A.I.M.E., 223, 43(1962)
- 35) K.Sedlatshek and L.Bass: Powder Metall.Bull., 6, 148(1953)
- 36) M.Furuya, Y.Nakajima and T.Tanaka: Ind.Eng. Chem.Process Des.Develop., 10, 449(1971)
- 37) S.Nomura, K.Hosoya and T.Tanaka: Powder. technol., 68, 1(1991)
- 38) 横山豊和, 田村希志臣, 神保元二: 化学工学論文集, 17, 1026(1991)
- 39) 加藤邦興: 化学機械と装置の歴史, P.208, 産業技術センター, (1978)
- 40) 八嶋三郎, 坂本宏, 桑原好孝, 金子貫太郎: 破碎, 粉碎の新技术に関するシンポジウムテキスト, 資源素材学会, (1993)
- 41) (社)化学工学会編: “産業技術の歴史に関する調査研究報告書” P.30, (1996)

廃棄物等のリサイクル

— 容器包装リサイクル法の施行に向けて —

宮南 啓*

Kei Miyanami

はじめに

平成5(1993)年に制定された環境基本法に基づき、平成6(1994)年12月に我が国の環境基本計画が閣議決定された。それによると、社会経済活動が大量生産・大量消費・大量廃棄型となり高度化するにつれ、廃棄物の量の増大、廃棄物の質の多様化、最終処分場の残余容量の逼迫などが生じてきていることが、まず、指摘されている。ついで、これらに伴い、資源採取から廃棄に至る各段階での環境負荷が高まっていることを踏まえ、社会を持続可能なものにするため、経済社会システムにおける物質の循環を促進し、環境への負荷を低減するよう求めている。

さらに廃棄物・リサイクル対策の考え方としては、まず第一に廃棄物の発生抑制(減量化)、第二に使用済製品の再使用(reuse)、そして第三に回収されたものを原材料として利用するリサイクル(recycle and /or reclamation)を行い、「それらが技術的な困難性、環境への負荷の程度の観点から適切でない場合」、環境保全対策に万全を期して、エネルギーとしての利用(焼却、固形燃料化など)を推進するとともに、最後に発生した廃棄物については適正な処理を行うこととするよう定めている。

環境基本法の制定に先立って平成3(1991)年に廃棄物の処理及び清掃に関する法律(廃棄物処理

法、廃掃法などと略記される)が大改正され(以後、平成5(1993)年に一部改正)、その後、廃棄物の適正な処理及び資源の有効な利用を図るため、平成7(1995)年6月に容器包装に係る分別収集及び再商品化の促進等に関する法律(容器包装リサイクル法)が制定された。同法は平成9(1997)年4月より段階的に施行されることになっており、地方自治体(市町村)においてもリサイクル施設の設置や一般廃棄物収集運搬の有料化などといった手段・施策による廃棄物減量化に向けた取り組みが広がりとつある。

ここでは容器包装リサイクル法の内容とその背景、関連事項及び問題点などについて概観することにする。

廃棄物の区分

廃棄物処理法によれば、廃棄物は「産業廃棄物」と「一般廃棄物」に大別される：

*産業廃棄物

事業活動に伴って発生する廃棄物であって、燃え殻、汚泥、廃油、廃プラスチック類、鉱さいなど法および政令で定められた19種類の廃棄物に限定されており、これらの産業廃棄物の処理責任は事業者にある。なお、爆発性、毒性、感染性、その他の人の健康または生活環境に係る被害を生ずるおそれがある性状を有するものは「特別管理産業廃棄物」に指定され、収集運搬、処理および処分などに際して特別の配慮を払わなければならないことになっている。日本全体で年間約4億

*大阪府立大学工学部化学工学科

(〒593 大阪府堺市学園町1-1)

Tel.(0722)52-1161 Fax.(0722)52-1277

トン発生し、そのリサイクル率は約40%である。

*一般廃棄物

産業廃棄物以外の廃棄物は、すべて一般廃棄物である。処理責任は市町村にある。一般廃棄物は、人の日常生活から排出される「ごみ」やし尿(家庭系一般廃棄物)および事業活動から生ずるもの(事業系一般廃棄物)であって、一般的にみて市町村の処理能力をもって対処することが可能なものと考えられている。また、感染性一般廃棄物、家庭電気製品のPCBを含む部品、ごみ焼却処理などに伴って発生するばいじんが特別管理一般廃棄物に指定されている。わが国における一般廃棄物の発生量は年間約5,500万トン(一人一日当たり約1,100グラム)であり、そのリサイクル率は約3.9%である。

リサイクル法

主要な資源の大部分を輸入に依存している日本において、国民経済の発展に伴う生産および消費の拡大や国民のライフスタイルの変化などを背景に、再生資源にもなり得るような廃棄物等の発生量が増加し、そのかなりの部分が廃棄されていることから、資源の有効な利用を図るとともに、廃棄物の発生の抑制および環境の保全に資するため、容器包装リサイクル法に先駆けて、再生資源の利用の促進に関する法律が平成3(1991)年10月より施行されている。これが俗にいうリサイクル法であり、産業廃棄物等が対象になっている。また、通商産業省、建設省、農林水産省、大蔵省、厚生省、運輸省および環境庁の7官庁の管掌となっている。

同法では、再生資源の利用を総合的かつ計画的に推進するため、主務大臣が基本方針を策定・公表するとともに、再生資源の利用の促進を図るため必要に応じて特定業種、第一種指定製品、第二種指定製品および指定副産物の政令指定を行い、各事業者に対して、各事業所所管大臣が主務省令で定める判断の基準または表示の基準に基づく取り組みを求めることができる旨規定されている。

*特定業種

特定業種では、再生資源の原材料としてのリサイクル率を高めるため、事業者が再生資源利用計画を作成し、再生資源の利用率の向上、必要な設

備の整備、技術の向上などに努めることが要求されている。なお、対象業種は、現在、次のとおりである：

- 紙製造業(古紙の原材料としての利用を促進)
- ガラス容器製造業(カレットの原材料としての利用を促進)
- 建設業(土砂、コンクリートの塊またはアスファルト・コンクリートの塊の原材料としての利用を促進)

*第一種指定製品

第一種指定製品では、製品が使用された後にリサイクルされることを促進するため、製造事業者に対して、製品の設計段階から事前評価を行い、材料の工夫、構造の工夫、分別に係る工夫などを行うことを、また、修理事業者に対しては、部品交換の工夫などを行うことが、それぞれ求められている。現在、次のようなものが指定されている：

- 自動車(製造事業および修理事業)
- ユニット型エアコンディショナ、テレビ受像機、電気冷蔵庫および電気洗濯機(製造事業)
- ニカド電池を使用する機器である電動工具等16品目(製造事業、平成5(1993)年6月に追加指定された)

*第二種指定製品

分別回収を行う際の識別を可能とするような表示を行うことが義務付けられている。以下の製品が対象となっている：

- 飲料用のスチール缶、アルミ缶
- 飲料用、しょうゆ用のPETボトル(平成5(1993)年6月に追加指定された)
- ニカド電池(同)

*指定副産物

工場などで発生する副産物のリサイクルを促進するため、事業者は再生資源利用促進計画を作成し、規格・仕様に応じた加工、必要な設備の整備、技術の向上などに努めることが要求されている。対象副産物は次のとおりである：

- 高炉による製鉄業および鉄鋼・製鋼圧延業から発生するスラグ
- 電気業から発生する石炭灰
- 建設業から発生する土砂、コンクリート塊、アスファルト・コンクリート塊または木材

エネルギー等の使用の合理化及び再生資源の利用に関する事業活動の促進に関する臨時措置法

日本の資源エネルギー事情、環境の保全に係る最近の事情その他日本の経済をめぐる最近の諸事情の変化に鑑み、事業者によるエネルギーおよび特定物質の使用の合理化ならびに再生資源の利用に関する事業活動の促進に関する所要の措置を講ずることにより、新たな経済的環境に即応した資源エネルギーの合理的かつ適切な利用などを促進し、もって国民経済の健全な発展に寄与することを目的として、平成5(1993)年6月に施行された。

内容的には、主務大臣(通商産業大臣、建設大臣、農林水産大臣、大蔵大臣、厚生大臣および運輸大臣)は、事業者が行うエネルギーおよび特定物質の使用の合理化ならびに再生資源の利用の促進に関する自主的な努力指針を定め、これを公表することとしている。省エネルギーやフロンなどの特定物質の使用合理化およびリサイクルの促進に関する事業活動を行う事業者は、事業計画を策定し、努力指針などに基づき主務大臣が承認したものについては、助成措置を受けることができる。措置の内容は

- * 再生資源の分別回収または再生資源利用製品の市場開拓に関する支援(準備金制度)
- * 再生資源の利用に資する設備の措置または改善に対する支援(低利融資、利子補給、債務保証)
- * 再生資源の利用に資する研究開発に対する支援(低利融資、利子補給、債務保証)となっている。

容器包装リサイクル法

リサイクル法が産業廃棄物等を対象としているのに対して、容器包装リサイクル法は一般廃棄物に適用される。本法でいう「容器包装」とは、商品の容器および包装であって、商品が消費されたり商品と分離された場合に不用になるものをいい、びん、缶、紙、プラスチック製のものなど、商品に付されたすべての容器包装のことである。なお、容器包装は「特定容器」(表1参照)とそれ以外の「特定包装」とに区別される。また、次のようなものは本法の容器包装には該当しない。

* 「商品」以外のものに付されたもの(景品を包む紙袋、手紙やダイレクトメールを入れた封筒、家庭で付した容器や包装)

* 役務(サービス)の提供に伴って付された容器包装(宅配業者が配送のために用いた箱、クリーニングのビニールカバー)

* 産業廃棄物である容器包装(事業系一般廃棄物のうち、プラスチック類が相当するはず)

さて、容器包装リサイクル法では、容器包装廃棄物(容器包装が一般廃棄物になったもの)について、消費者、市町村および事業者がそれぞれの責任を分担するシステムになっている：

* 消費者；分別収集に協力(分別排出)する。

* 市町村；容器包装廃棄物の分別収集を行う。

* 事業者；市町村が分別収集した容器包装廃棄物を自らまたは指定法人やリサイクル事業者に委託して「再商品化」する。

分別収集の対象品目は表2に示すように10分類が想定されており、平成9(1997)年度から法が適用されるのは、そのうちの7分類である。さしあたり市町村は平成8(1996)年10月末までに「分別収集計画」を策定して都道府県知事に提出することになっているが、経費の行政負担増が懸念されている。

一方、分別収集された容器包装廃棄物が再商品化の対象になるためには、表3に掲げる基準に適合し、かつ、決められた場所(施設)に保管されなければならない(分別基準適合物)。したがって、消費者と市町村においては、このような基準に合うような排出、収集、必要に応じて洗浄、乾燥、選別、圧縮などの作業が必要となり、さらなる経費負担増を覚悟しなければならないであろう。

他方、特定容器利用事業者、特定容器製造等事業者および特定包装利用事業者(いずれも輸入業者を含む)は、その使用量、製造量に応じて算定された再商品化義務量の再商品化を図らなければならない。その際、それぞれの事業者は次の三つの方法を選択することができる：

- 1) 自主回収
- 2) 指定法人への委託
- 3) 再商品化の認定(一定の基準を満たし、認定された事業者は自らまたはリサイクル事業者に委託して再商品化を行うことができる)

表1 容器包装リサイクル法の適用対象となる特定容器

分 類	形 態
1. 主として鋼製の容器	① 缶(カップ形のものを含む) ② ①に準ずる構造、形状等を有する容器 ③ 容器の栓、ふた、キャップその他これに類するもの
2. 主としてアルミニウム製の容器	① 缶(カップ形のものを含む) ② チューブ状の容器、③ 皿 ④ ①～③に準ずる構造、形状等を有する容器 ⑤ 容器の栓、ふた、キャップその他これらに類するもの
3. 主としてガラス製の容器 (ほうけい酸ガラス製のものおよび 乳白ガラス製のものを除く)	① 瓶、② カップ形の容器及びコップ、③ 皿 ④ ①～③に準ずる構造、形状等を有する容器 ⑤ 容器の栓、ふた、キャップその他これらに類するもの
4. 主として段ボール製の容器	① 箱およびケース ② ①に準ずる構造、形状等を有する容器 ③ 容器の栓、ふた、キャップその他これらに類するもの
5. 主として紙製の容器であって飲料 を充填するためのもの (原材料としてアルミニウムが利用 されているものおよび4に掲げるも のを除く)	① 箱およびケース ② ①に準ずる構造、形状等を有する容器
6. 主として紙製の容器 (4および5に掲げるものを除く)	① 箱およびケース ② カップ形の容器およびコップ、③ 皿、④ 袋 ⑤ ①～④に準ずる構造、形状等を有する容器 ⑥ 容器の栓、ふた、キャップその他これらに類するもの
7. 主としてポリエチレンテレフタレ ート製の容器であって飲料水また は醤油を充填するためのもの	① 瓶 ② ①に準ずる構造、形状等を有する容器
8. 主としてプラスチック製の容器 (7に掲げるものを除く)	① 箱およびケース、② 瓶、③ 樽および桶 ④ カップ形の容器およびコップ、⑤ 皿 ⑥ くぼみを有するシート状の容器 ⑦ チューブ状の容器、⑧ 袋 ⑨ ①～⑧に準ずる構造、形状等を有する容器 ⑩ 容器の栓、ふた、キャップその他これらに類するもの ⑪ 容器に入れられた商品の保護または固定のために、加工、 当該容器への接着等がされ、当該容器の一部として使用さ れる容器
9. 1～8までに掲げるもの以外の容器	① 箱およびケース、② 瓶、③ 壺および甕、 ④ 樽および桶、⑤ カップ形の容器およびコップ ⑥ 皿、⑦ チューブ状の容器、⑧ 袋 ⑨ ①～⑧に準ずる構造、形状等を有する容器 ⑩ 容器の栓、ふた、キャップその他これらに類するもの

表2 分別収集の対象品目

大 分 類	対象品目の分類
金属缶	スチール缶 アルミニウム缶
ガラスびん	白(無色透明)ガラスびん 茶ガラスびん その他のガラスびん
紙製の容器包装	飲料用紙パック { 段ボール { その他の紙製容器包装 }
プラスチック製の容器包装	PETボトル { その他のプラスチック製容器包装 }

{・| 内3品目は平成12(2000)年度から、その他の7品目は平成9(1997)年度から、それぞれ、施行される。

表3 分別収集基準

基 準 容器包装の分類	鋼製 の容器 包装	アル ミ製 の容器 包装	ガラ ス製 の容器	紙製 の容器 包装	PET ボトル
10トン車1台分程度の量であること	*	*	*	*	*
圧縮されていること	*	*			*
他の素材の容器包装が混入していないこと	*	*	*	*	*
容器包装以外の異物が付着・混入していないこと	*	*	*	*	*
高压ガス容器以外にあっては、洗浄されていること	*	*			
高压ガス容器にあっては、内容物、ふたおよび噴射のための押しボタン(取り外しが容易なものに限る)が取り外されていること	*	*			
主としてガラス製以外のふたが取り外されていること			*		
洗浄されていること			*		*
無色、茶、その他の3色に分類されていること			*		
結晶化ガラスが混入していないこと			*		
洗浄され、乾燥されていること				*	
切り開かれ、または圧縮されていること				*	
他のプラスチック製の容器包装が混入していないこと					*
ポリエチレンテレフタレート製以外のふたが取り外されていること					*

1)が選択されれば、市町村は分別収集を行う必要がない。分別基準適合物が再商品化されるのは2)および3)のルートである。

日本経済新聞社が行った最近の調査によると、大都市部でのペットボトルや紙パックなどの回収体制づくりが大幅に遅れていることが明らかになっている。さらに、その結果によると、先述の分別収集の対象7品目すべてについて体制を整えた政令指定都市は皆無であり、東京都が事業者による自主回収を求める方針(東京ルール)を打ち出したことも他市の判断に大きく影響している、と述べている。ペットボトルと紙パックの体制づくりが遅れているのは、回収負担が大きくなるため、ペットボトル1トン当たりの回収経費が約60万円で瓶の5倍、缶の4倍になるという試算がある。

おわりに

容器包装リサイクル法によってごみを削減し、資源の再生利用をすることは、快適な生活環境の保全、国民経済の健全な発展という利益をもたらすであろう。これは国民すべてに及ぶはずであり、その費用は国民一人ひとりによって応分に負担されることが重要である。リサイクルに要する

費用の円滑かつ適正な商品価格への反映が図られるためには、法の趣旨や内容が正しく理解されなければならない。容器包装リサイクル法は厚生省、通商産業省、大蔵省および農林水産省の所管であり、容器包装の中身やその他の関連事項に応じてそれぞれの主務大臣が「基本方針」を示すことになっているが、詳しくは法律、施行令および施行規則²⁾あるいはそれらの解説書³⁾などを参照していただきたい。

また、廃棄物全般に関しては、最近、絶好のハンドブック⁴⁾が刊行されているので、関心のある方々には大いに参考になるであろう。

参考文献

- 1) 日本経済新聞 朝刊1996.9.9(月)
- 2) 厚生省生活衛生局水道環境部環境整備課監修：容器包装リサイクル法のあらましⅡ時代に新しい夢<法令編>ぎょうせい(1996)
- 3) 厚生省生活衛生局水道環境部環境整備課監修：容器包装リサイクル法のあらましⅡ時代に新しい夢<政省令内容対応版>ぎょうせい(1996)
- 4) 廃棄物学会編：廃棄物ハンドブック、オーム社(1996年5月)

特許一言メモ No. 152

コンピュータソフトが特許に

特許庁は、コンピュータソフトを内蔵したCD-ROMやフロッピーディスクなどの記憶媒体を特許として認めることを決定した。現在は、ソフトを組み込んだ機器や装置に限定していたが、今回はソフトを内蔵した媒体が対象となる。具体的にはCD-ROMやフロッピーディスクなど、そのた

め、特許庁はコンピュータソフトの特許審査基準を改定する一方、審査のためのデータベース整備や審査官の研修を行うと共に、産業界などからも意見を聞いた上で審査基準の普及を図り97年春から実施する。

(特許室)

瞬間真空乾燥 — ジェット粉砕システムについて

前川 義裕*
Yoshihiro Maekawa

1. はじめに

去る平成8年8月30日から9月2日まで、ポーランドのクラコウ市で第10回国際乾燥シンポジウム(10th IDS)が開催された。IDSは乾燥に関する唯一の国際会議であるが、この報文は10th IDSで“Development of Instantaneous Vacuum Drying and Jet Milling System”のタイトルで著者が発表した報文^{1,2)}を基本として作成したものである。

瞬間真空乾燥システム(Instantaneous Vacuum Drying System)は著者が名付けた乾燥システムで当社からクラックス・システム(海外名: Vacu Jet Drying System)の名前で販売されているが、特殊な乾燥システムであり、成書には殆ど紹介されていない。このためこのシステムについて御存知でない方が多いので先ずクラックス・システムについて説明し、次にこれを更に発展させた瞬間真空乾燥—ジェット粉砕システムについて説明する。

なおクラックス・システムの発明者である著者は10th IDSにおいてAward Committeeより“Innovation in Drying, Drying Equipment”という名誉ある賞を日本人として初めて授与された。このことはクラックス・システムが画期的な乾燥装置であると世界の乾燥専門家に認められたものと考えられる。

2. 瞬間真空乾燥システム(クラックス・システム)について

Fig.1にクラックス・システム(以下本システム)の代表的なフローシートを示す。本システムは原液や製品の物性により種々のタイプがあるがここには蒸留塔ボトム液やポリマー溶液の乾燥に適したニーダ型と称しているものを示した。

原液は一般的には定量ポンプで原液タンクよりクラックス・ドライヤーと呼ばれる特殊な間接加熱型の熱交換機に送られる。クラックス・ドライヤー中の原液の変化状態は原液の種類によりかなり変化するが、まず代表的なものとして蒸留塔ボトム液またはポリマー溶液の乾燥の場合について記載する。供給された原液はクラックス・ドライヤー中で蒸気や熱媒により間接加熱され、まず顕熱を受けて沸点に達し、蒸発が起こり、さらに蒸気は過熱状態まで加熱される。クラックス・ドライヤーの出口は減圧のニーダ(二軸の特殊ニーダ)に接続されているので、出口直前での蒸気流速は一般的には音速に達し、出口を出たところで急激な膨張が起こり高粘度液に含まれる溶剤の一部がさらに蒸発するので温度が下がり製品(固形物)は急速に固化する。このクラックス・ドライヤー内部及び出口近傍での蒸発の進行状態を模型的に示すとFig.2のようになる。勿論この温度、圧力等の変化状態は原液によって大きく変化することにご注意いただきたい。

*ホソカワミクロン株式会社 常勤顧問
(〒541大阪市中央区瓦町2-5-14)
Tel (06) 233-3960

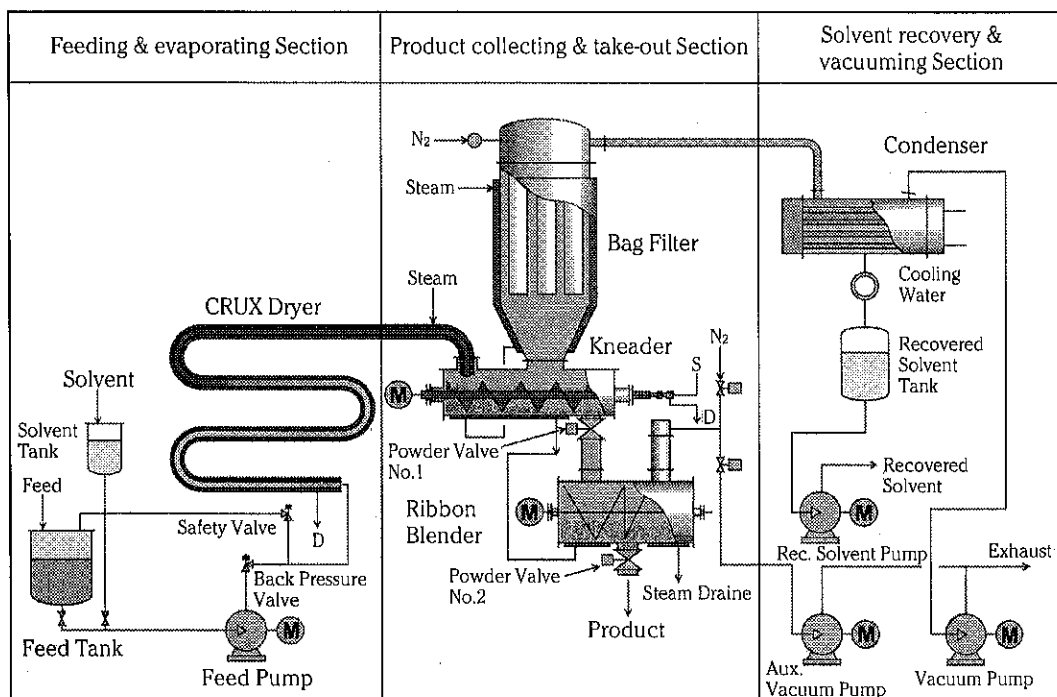


Fig.1 Flow sheet of CRUX Vacuum Drying System (Kneader type)

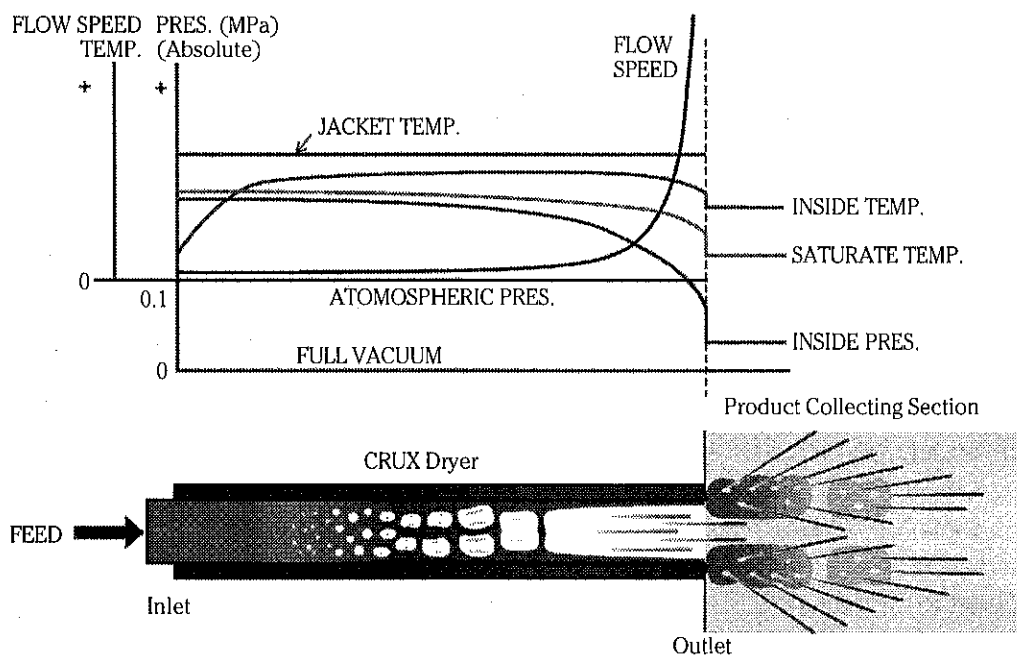


Fig.2 Flow Conditions in CRUX Dryer

冷却固化した製品はニーダ中で粗砕され出口の粉体弁No.1を経てリボンブレンダに送られる。適当な時間ごとにリボンブレンダ中の乾燥製品は粉体弁No.1, No.2と真空破り弁, 真空引き弁を操作して大気圧下に取り出される。すなわち本システムではクラックス・ドライヤ中での間接加熱による蒸発乾燥, その出口での圧力の急激な低下によるフラッシュ蒸発, 及びニーダ及びリボンブレンダ中での間接加熱による真空搅拌乾燥の3つの異なった乾燥機構が連続して起こることになる。当社の経験によれば初めの二つの蒸発機構が難乾燥性の原液の乾燥を可能とさせるのに大きく寄与している場合が多い。

蒸発した溶剤は常法によりコンデンサで間接冷却により凝縮させて回収し再利用する場合が多い。系全体は適当な真空ポンプで減圧に保たれる。またリボンブレンダから製品を取り出すのに補助の真空ポンプを利用する場合が多い。

以上の説明で判っていただけるように、本システムは減圧のクローズドシステムであるので引火性の高い、または毒性の高い溶剤や製品を安全に取り扱えるうえ、蒸発した溶剤蒸気には殆ど空気や窒素のような非凝縮性ガスが含まれないので溶剤は安い回収費用で完全回収できる。さらにスプレードライヤのように高い温度の空気や窒素を排出することがないので熱消費量も少くランニングコストが安い経済的な設備である。

蒸留塔ボトム液やポリマー溶液のような原液は通常の乾燥機ではなかなか一工程、かつ連続で乾燥物(残滓又は製品)が完全な固形物にならないが、これは

- (1) 蒸発乾燥が進むにつれて液は高粘度になり流動性が極端に減少すると共に強い付着性が生じ、機器内部に付着してしまうことが多い。
- (2) 半乾燥物表面は乾燥皮膜で被われ、内部は未乾燥のままとなる事が多く、このようになると非常に長時間乾燥しないと完全固体まで乾燥できない。

等の理由によると思われる。

これに反し本システムでは蒸発乾燥が進んで、高粘度液となっても、クラックス・ドライヤ内は単管状であり入口から連続的に供給される原液及びそれから蒸発する蒸気によって高粘度の液が出

口に押し出されて行き、この間も蒸発乾燥は進行する。高温度、高粘度の半乾燥物がクラックス・ドライヤ出口に到達すると、急激な圧力低下によって半乾燥物はその中に含まれる溶剤が急激に蒸発する。クラックス・ドライヤ出口で急激な膨張により溶剤の蒸発が起こっていることは目視でもよく判るし、臭素含有のポリマーのメチレンクロライド溶液を乾燥して得られた粉末製品の電子顕微鏡による表面状態(Fig.3)及び内部状態(断面図)(Fig.4)によりより良く判る。ポリマー溶液のような難乾燥性原液が本システムにより効率よく乾燥できる理由は先にも述べたように溶剤を一部含んだ高温度、高粘度の半乾燥物がクラックス・ドライヤから噴出し、そこで急激な圧力低下に伴う溶剤の蒸発により半乾燥物中の残存溶剤量が減

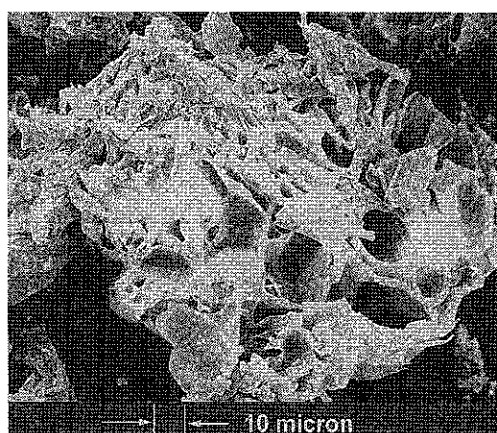


Fig.3 Surface View of Bromine containing flame retardant

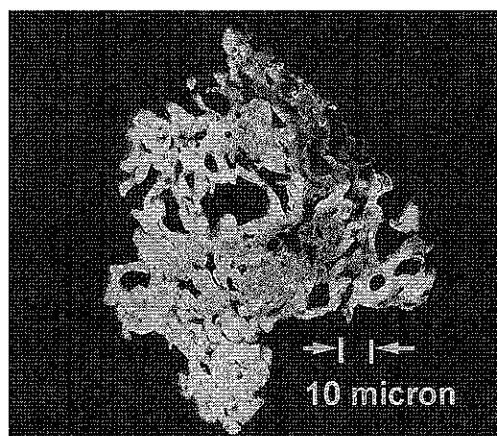


Fig.4 Cross Sectional View of Bromine containing flame retardant

少して軟化点が高くなるとともに蒸発潜熱を奪われて固形物の温度が下がることにより固化し、しかもこの固化物の表面が多数の細かい皺を持つようになり、さらに内部も多数の細かい空隙が出来、結果的に全体として、単位重量当り非常に大きい表面積を持った固体となり、これがフラッシュ乾燥に続いてニーダ及びリボンブレンダ中で攪拌伝熱真空乾燥により効果的に減率乾燥が行われるためと思われる。

このような原理によって、クラックス・システムでは通常の乾燥システムではなかなか一工程、連続で乾燥できないような蒸留塔ボトム液やポリマ溶液等の難乾燥物を容易に乾燥できる事が多く、既に多数の実施例がある。

本システムはまた微粒子製品の製造にも大きな特長を持っている。微粒子製品の製造方法には種々の方法があるがまず希望粒度製品の懸濁液(スラリー状原液)を作り、これを乾燥して製品を製造する方法は良く利用される方法である。この場合いかにして乾燥中の粒子の二次凝集を少なくするかが重要である。例えば折角懸濁液中の粒度を 1μ 以下に調整した原液でも普通に乾燥すれ

ば多くの場合強い二次凝集が生じてしまい、 1μ 以下の粒度の乾燥粉はなかなか得られない。しかし本システムを用いて乾燥すると

- (1) 短時間に強い乱流下で沸騰蒸発乾燥され
- (2) クラックス・ドライヤの出口での急激な膨張が製品の分散を助ける

ため二次凝集の少ない乾燥製品が得られる場合が多い。

このような微粒子製品を製造する場合に良く用いられる本システムのタイプをFig.5に示す。またこの場合のクラックス・ドライヤ内の流動状態の変化はFig.6に示す。

先に述べた蒸留塔ボトム液やポリマー溶液の乾燥の時に証拠を持って示したクラックス・ドライヤ出口での急激な圧力低下はこの場合にも生じている。そしてこの出口で製品は既に殆ど完全な粉体となっており、Fig.1に示したようなニーダは不要で、クラックス・ドライヤ出口は直接粉体捕集部に接続されている。ここで乾燥微粉と溶剤の過熱蒸気とが内蔵された特殊仕様のバッグフィルタで分離され、粉体はリボンブレンダ等を経て間欠的に真空系外に取り出される(連続式の場合)。

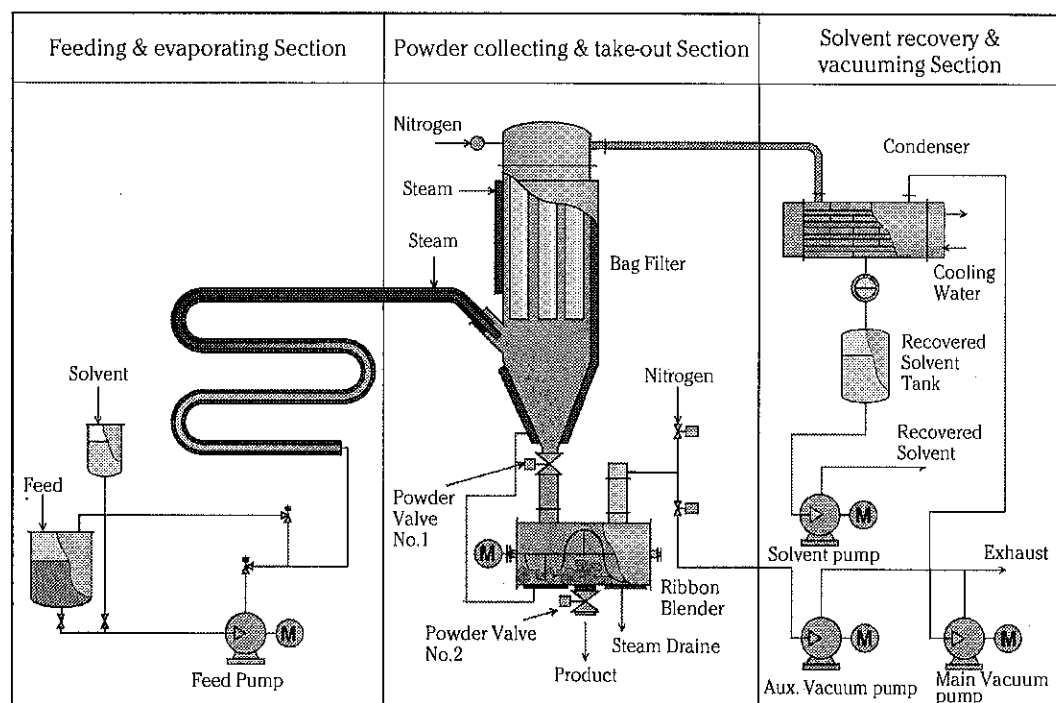


Fig.5 Flow sheet of CRUX Vacuum Drying System (for powder product)

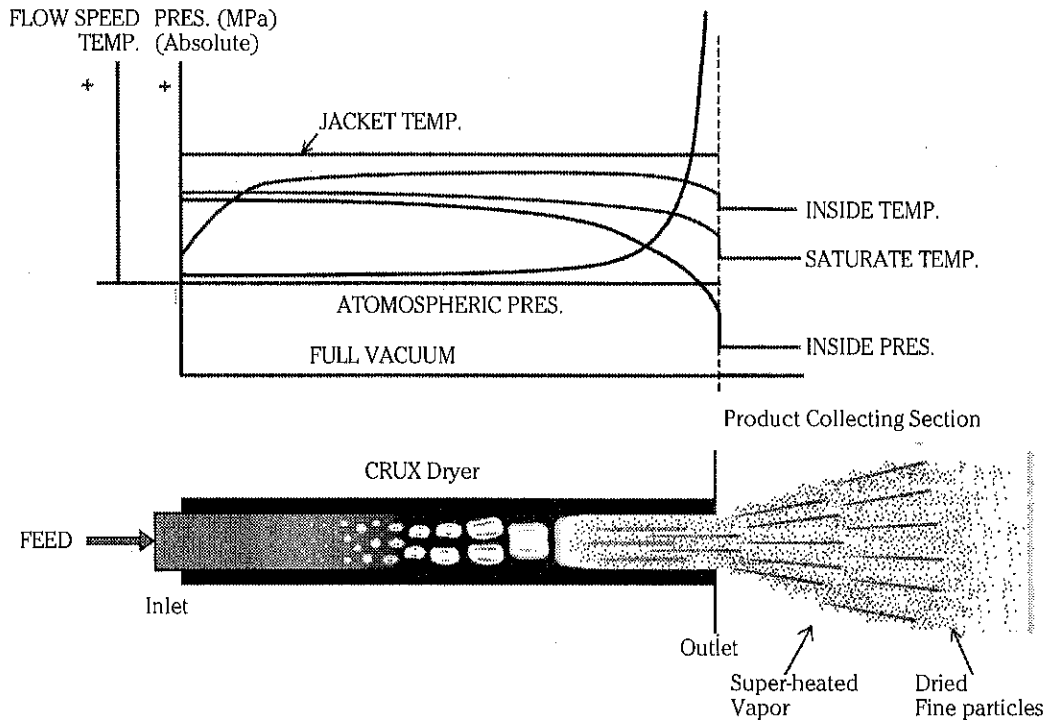


Fig.6 Flow Conditions in CRUX Dryer

二次凝集の少ない乾燥製品を得たい場合は表面張力の少ない有機溶剤系スラリーからの乾燥が有利で、たとえば窒化ホウ素のアセトンスラリーを乾燥した例では乾燥製品の平均粒径は原液のそれと同じ $0.65\mu\text{m}$ であった。

しかし製品によっては水スラリーからでも比較的二次凝集の少ない製品が得られる場合がある。たとえば酸化チタンは水スラリーからでも比較的二次凝集の少ない製品が得られる。しかし酸化チタンは凝集性の強い粒子であるため、一次粒子径は非常に小さいがその水スラリーは簡単な超音波分散程度ではなかなか一次粒子まで分散しない。Fig.7(a)にテストに使用した酸化チタン懸濁液の粒度分布を、またこの原液を本システムで乾燥した製品の粒度分布をFig.7(c)に示すが、原液よりもかなり分散の進んだ乾燥製品が得られている事が判る。このように原液の粒度分布より乾燥製品の粒度分布の方が細くなることは、原液が可成り強く凝集した粒子を含んでおり、これが本システムで乾燥されるときに、先に述べたような2つの原理で乾燥中に凝集粒子が分散されていると考えられる。

このように本システムは微粒子製品の製造に有効であるが、本システムの様に凝集粒子の懸濁液を急速に蒸発させる方法が二次凝集少なく乾燥するのに有効であることは、向坂等³⁾が本システムの原理を利用した設備で凝集粒子の懸濁した液相を急激に蒸発させることによって、気相中に分散したエアロゾル粒子を得る方法(沸騰法)として報告していることから理解できる。この報告によればFig.8のように粒子が懸濁した液滴が液体の沸点以上に加熱されると液滴中で粒子を核とする核沸騰が起き、気泡が液滴中の粒子表面の周りに形成される。Fig.8に示すように、その液滴は相変化による膨張によって分裂し、同時に粒子も分散する。最終的に1次粒子の表面を被う液体は蒸発し、単一の粒子が発生する。この報告では凝集粒子の懸濁した液相を蒸発させた後常圧の空气中に放出していても尚単分散粒子が得られているがこれは原液の濃度も低く、処理量も少ない為と思われる。

これに比してクラックス・システムでははるかに高濃度の原液を大量に処理するが、クラックスドライヤ出口を真空中に保たれた粉体捕集部に接続

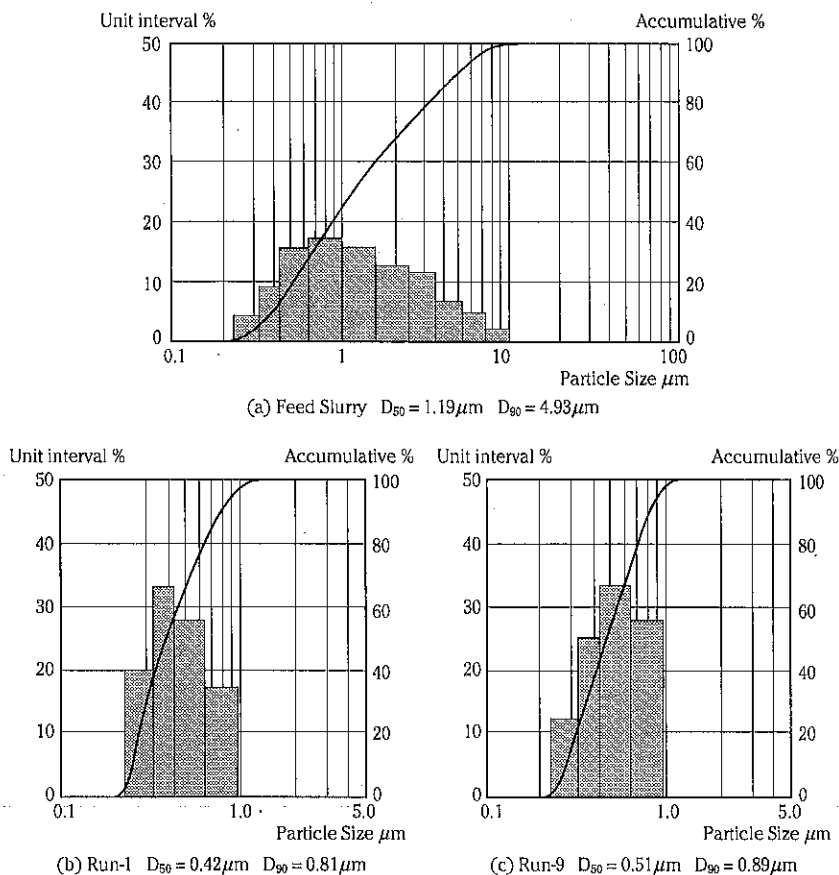


Fig. 7 Particle Size Distribution Curve of Titanium Dioxide (measured by Microtrac Model SPA)

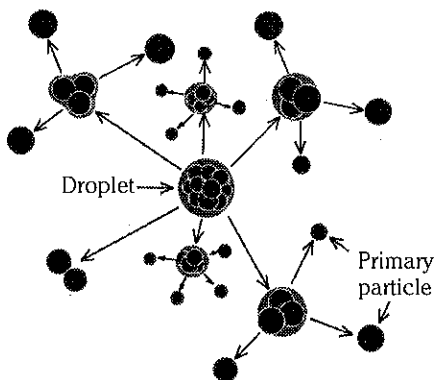


Fig.8 Producing primary particles from droplet (Kousaka et.al)

しているのです、向坂等の方法よりもより分散力は強くなっていると考えられる。

このように本システムは二次凝集の少ない微粉を製造するのに適した方法であるが、凝集性の強

い凝集粒子である酸化チタンの懸濁液を処理すると完全には単分散粒子まで分散させることは出来ない、そして得られた製品は酸化チタン凝集粒子の懸濁した液を濾過し、ベルト乾燥等で乾燥させた後、数回のジェット粉碎によって微粒化して作られる一般的な市販製品と比較すると、本システムで乾燥して得られた製品は残念ながら性能的に不十分であることが確認された。(この性能比較は乾燥製品を用いて白色塗料を作り、その塗膜の性状を測定して行った。)

すなわち酸化チタン水スラリーの乾燥については本システムで乾燥しても出来た製品を更にジェット粉碎等の方法で微粒化しなければ商品とはならないのでこの方法の工業的メリットは少ないことになる。

3. 瞬間真空乾燥—ジェット粉碎システムについて

乾式の微粉碎の技術としてはジェット粉碎は最も優れたものとして高い評価が与えられているが、一つの欠点は圧搾空気や蒸気のような粉碎用のユーティリティの消費量が大きくランニングコストが高いことである。そしてユーティリティの消費量の相当部分が原料を加速するのに使用されていることが知られている。

一方瞬間真空乾燥システム(クラックス・システム)ではクラックス・ドライヤーの出口で乾燥された二次凝集の少ない微粉末が過熱蒸気中に分散された状態となって音速に近い速度で噴出している。この出口を直接ジェット粉碎機に供給すれば、両者の利点を組み合わせた高能率の乾燥微粉碎機が出来るのではないかとこの着想で本システムの開発を計画した。その結果予想どおり一工程で効率よく乾燥と微粉碎を行うことが出来、しかも得られた製品は通常の乾燥粉碎工程を行う方法では得られないような高品位のものであり、この方法の工業的な有用性が立証できた。本研究の方法、瞬間真空乾燥—ジェット粉碎システム、を以下簡単に新システムという。⁴⁾

3.1 テスト設備：

テストに使用した設備はクラックス・システムの小型実験機であるCVX-8B型であって、Fig.5から粉体取り出し装置と溶剤抜き取りポンプを省略したものである。CVX-8Bの外観をFig.9に、またフローシートをFig.10(a)に示す。テストのための原液は定量ポンプでラックス・ドライヤーに定量的に送られる。クラックス・ドライヤーは内径8mm、長さ8mのステンレスパイプをジャケットに組み込んだもので、ジャケットは蒸気で加熱される。ここで乾燥された粉体は減圧に保たれた粉体捕集室に噴射され、粉体はバッグフィルターで捕集される。原液から蒸発により生じた過熱蒸気はバッグフィルターを通過してコンデンサで間接冷却により凝縮回収される。CVX-8Bは小型のテスト機であるので乾燥製品は運転停止後真空をブレークしてから手動で取り出される。

この設備でまず標準のクラックス・システムに

よる乾燥テストを行い、ついでこの設備を改造してクラックス・ドライヤーと粉体捕集室の間にジェット粉碎機を組み込んでFig.10(b)のようにした。

ジェット粉碎機としてはFig.11に断面図と上面図を示したスパイラルジェット粉碎機を用いた。クラックス・ドライヤーの出口は図のAに接続され、スパイラルジェット粉碎機の出口Bは粉体捕集室に接続される。そしてスパイラルジェット粉碎機の外周部Cには6個のノズルが設置されており粉碎用の流体が導入できる。テストでは粉碎用の流体として6Kg/cm²で200℃の過熱蒸気を利用した。粉碎用の過熱蒸気の噴射量はこのノズルの口径及び数と噴射蒸気圧力により調節できる。

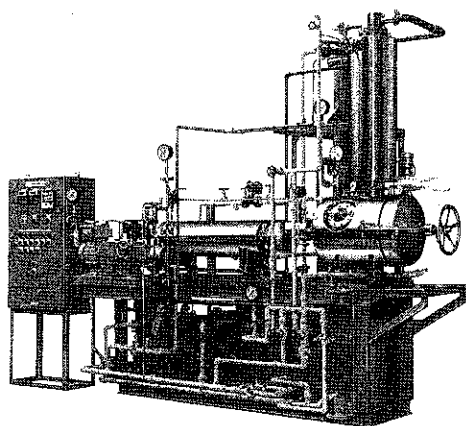


Fig.9 CRUX Vacuum Drying System, Type CVX-8B

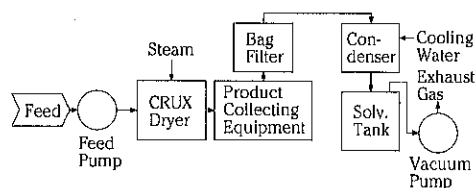


Fig.10(a) Schematic diagram of CRUX Vacuum Drying System

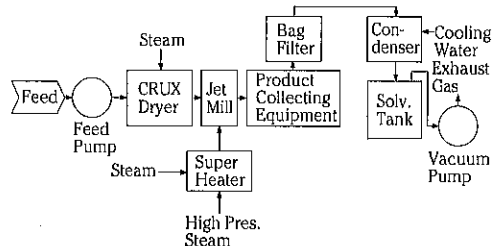


Fig.10(b) Schematic diagram of CRUX Vacuum Drying-Jet Milling System

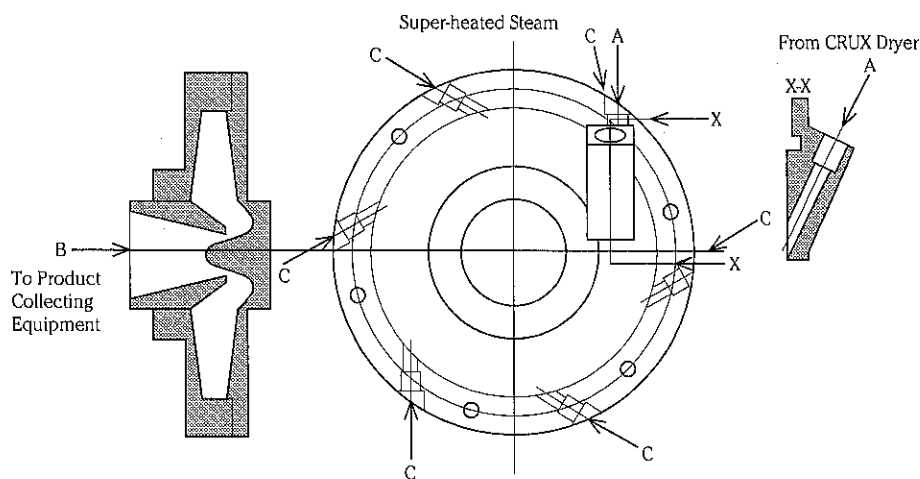


Fig.11 Jet Mill

3.2 テスト結果及び考察：

テスト結果をTable.1に示す。

Table 1. Experimental conditions and results

Exp. No.	Feed Rate Kg/h *1	Milling Steam Kg/h *2	Total Steam Nm ³ /h *3	Operating Pressure kPa	Operating Temp. °C	Gloss of Paint Film % *4	Mean particle size, μm		
							UPA		SPA
							D ₅₀ *5	D ₉₀ *6	D ₅₀ *7
1	24.0	37.4	66.0	8.8	146	107.9	0.361	0.620	0.42
2	23.4	22.4	46.8	13.3	136	106.8	0.363	0.637	0.41
3	24.0	53.6	86.1	34.7	142	106.7	0.358	0.616	0.44
4	24.0	11.1	33.2	34.7	127	102.8	—	—	0.44
5	23.2	16.6	39.4	24.0	121	101.6	—	—	0.47
6	23.2	0.0	18.8	14.7	122	95.5	0.403	0.866	0.48
7	36.1	0.0	29.2	29.3	120	98.9	—	—	0.43
9	20.0	0.0	16.2	34.7	142	88.4	0.424	0.760	0.52

*1 原液組成：TiO₂ 35%，水 65%

*2 200℃ 過熱蒸気を利用

*3 粉砕用の蒸気と原液から発生した蒸気の合計量

*4 TiO₂顔料を用いAlkyd/Melamine樹脂系で白色ペイントを作成し、このペイントを硝子板上に4mil filme applicatorを用いて塗布、ついで180℃で30分間焼き付け、乾燥塗料皮膜の20°-20° specular Glossを測定した。（市販標準品のglossを100%としての比較値）

*5 Microtrac Type UPAで測定された50%重量通過粒子径，D₅₀

*6 Microtrac Type UPAで測定された90%重量通過粒子径，D₉₀

*7 Microtrac Type SPAで測定された50%重量通過粒子径，D₅₀

3.2.1 瞬間真空乾燥システムでのテスト

テストに使用した原液の粒度分布をMicrotrac社のLazer type Particle AnalyzerであるType SPA, による測定を行うとFig.7(a)に示すとおりで D_{50} は $1.19\mu\text{m}$ であった。図より明らかなように原液を粒度測定の前に超音波分散しているにも関わらず可成りの凝集がある。この原液をろ過しバンド乾燥機などの通常の乾燥機で乾燥すれば強固に凝集した塊状製品しか得られない。しかし本システムで乾燥すると容易にFig.7(c)に示すような微粉末製品($D_{50}=0.51\mu\text{m}$)が得られる(Run9)。しかし塗料としての評価試験では先に述べたようにTiO₂顔料を用いAlkyd/Melamine 樹脂系で白色ペイントを作成し、このペイントを硝子板上に4mil filme applicatorを用いて塗布、ついで 180°C で30分間焼き付け、乾燥塗料皮膜の $20^{\circ}-20^{\circ}$ Specular Glossを測定したところ、通常の方法で製造された製品に比較して88.4%のGlossしかなくそのままでは市販製品とはなり得ないことが判明した。

3.2.2 瞬間真空乾燥—ジェット粉碎システムでのテスト

つぎに上記テストに用いたと同一の原液を用いて新しく開発した瞬間真空乾燥—ジェット粉碎システム(以下新システムという)によるテストを行った。粉碎用流体としては過熱水蒸気を使用した。これはテストに使用した原液がTiO₂の水スラリーであり、乾燥粉碎後に使用した溶剤を凝縮回収する時に異種の溶剤が混合する問題がないように考えたためである。新システムでは原液によっては粉碎用流体として、有機溶剤の過熱蒸気も使用可能である。

テストはRun-1からRun-5は原液供給量24 Kg/hr, ラックス・ドライヤーの加熱蒸気温度 200°C , 粉体捕集室の操作真空度 $8\sim 35\text{kPa}$, 粉体捕集室のジャケット温度 120°C を目標として行った。なお粉碎用の過熱蒸気は $3\sim 9\text{Kg/cm}^2$ の飽和蒸気を 20Kg/cm^2 の飽和蒸気を用いた過熱機で過熱させて使用し、この過熱蒸気の量はTable 1に示すような種々の条件で行った。Run-6とRun-7は粉碎に用いた過熱蒸気による粉碎効果を確認するために過熱蒸気の吹き込み無しに行っ

た実験である。なおRun-7は原液供給量を大きくして蒸気流量の影響を確認したものである。出来た乾燥製品は塗料として製品評価をする一方、Microtrac社のType SPA 粒度分析計及び光子相関分光法(Photon Correlation Spectroscopy)を用いたType UPA 超微粒子粒度分析計により粒度分布を測定した。Type SPAによる測定では $1\mu\text{m}$ 以下の粒度分布を余り細かく測定できない(Fig.7(b))。しかしFig.12にType UPAによる測定値(50%重量通過粒子径, D_{50} , 及び90%重量通過粒子径, D_{90})と塗膜のGlossとの関係を示すが、図より判るようにこれらの値には可成りの相関があり、UPAによる測定結果、特に D_{90} の値から塗膜のGloss及び製品の品位をある程度推測できることが判明した。もちろんGlossの値は製品粒度のみでなく粒子の形状や表面状態にも影響を受けると考えられるので慎重な判断が必要である。

Fig.13(a)に標準のクラックス・システムによる乾燥品であるRun-9, Fig.13(b)に新システムによる代表的な乾燥品Run-1の粒度分布を示す。図で判るように両システムによる平均粒度の差はわずかであるが、塗膜としたときのGlossはそれぞれ88.4%と107.9%と大きな差がある。これは新システムでは $1\mu\text{m}$ 以上の粗粒子が殆ど無く、これがGlossの向上に大きく貢献しているものと判断される。

ジェット粉碎による粉碎効果はジェットミル内の蒸気流速、つまり蒸気流量が大きく寄与すると考えられるのでTable 1の結果を原液から発生する蒸気量と粉碎用の過熱蒸気量の合計量を横軸に

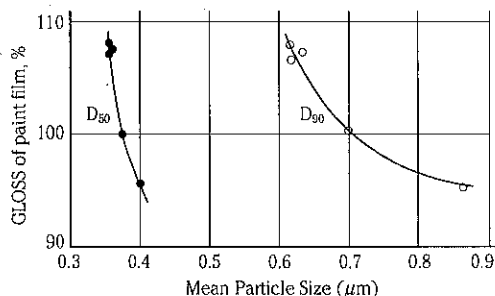


Fig.12 Correlations between Mean Particle Size, D_{50} and D_{90} , and Gloss of Paint Film (Mean particle size were measured by Microtrac Model UPA)

取り、縦軸には D_{50} 、 D_{90} と塗膜のGlossを取ってグラフとした結果をFig.14に示す。この結果によれば予想どおり合計蒸気量が大きくなるにつれて大きな粉碎効果が得られ、製品粒度は小さく、塗膜のGlossは高くなっている。そして $30\text{Nm}^3/\text{hr}$ 以上の条件で乾燥粉碎すると通常の方法では作り得ないような高品位の製品が得られることが判明した。但し $50\text{Nm}^3/\text{hr}$ 以上に蒸気流量を上げても

Glossに殆ど差が無く経済的にメリットがない。結論として新システムにより製造した酸化チタンを用いて塗料を作れば標準的な製法では作り得ないようなGlossの高い塗膜が得られる、すなわち標準的な製法では作り得ないような高品位の酸化チタン製品が得られることが判明した。なお塗膜の色、隠蔽力、着色力などの顔料特性も測定したが、いずれも標準品と差がなかった。

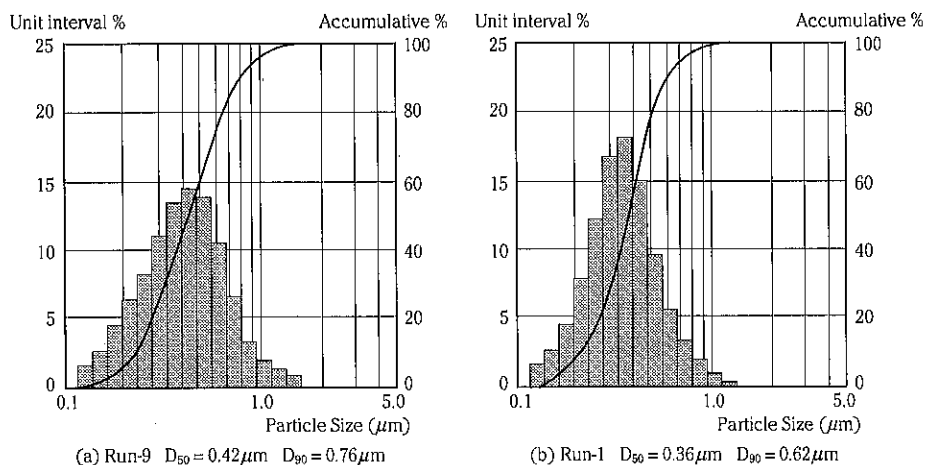


Fig. 13 Particle Size Distribution Curve for Titanium Dioxide (measured by Microtrac Model UPA)

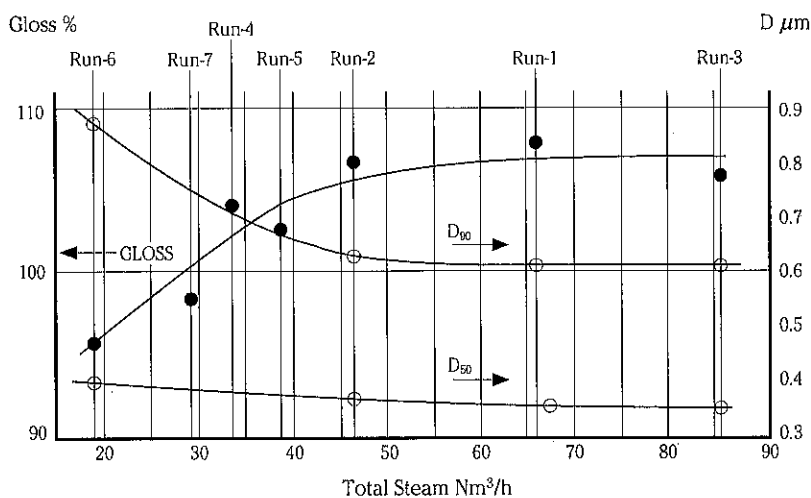


Fig. 14 Relationships between the total steam volume rate and the gloss of paint film and Mean Particle Size (D_{50} and D_{90}) (Mean particle sizes were measured by Microtrac Model UPA)

4. 結 論

以上のデータよりクラックス・システムにジェットミルを組み込んだ瞬間真空乾燥-ジェット粉碎システムが微量の粗粒子の混在を嫌うような高品位の製品の乾燥粉碎に適した製造法であることが証明された。

新システムによりこのように高品位の製品が得られる理由は証明は難しいが、クラックス・ドライヤー内で非常に短時間に高速流中で乾燥されることで二次凝集の少ない粉末が得られる上に、クラックス・ドライヤー出口での急速な膨張が更に二次凝集した粉体の分散を助け、これが更にジェットミル内でジェット粉碎されることにより非常に二次凝集の少ない(粗粒子の少ない)粉体を得られるためと考えられる。一方通常の製法ではバンド乾燥機等で塊状物まで乾燥させてしまうので、ここで強い二次凝集が生じてしまい、この塊状物を数回ジェット粉碎しても十分に二次凝集を取り除けないため本システムで得られたような高品位製品にならないと考えられる。

実験はTiO₂/水スラリーを用い、粉碎用流体も過熱水蒸気のみで行っているが、理論的には原液はファインセラミックス、電子材料、顔料等の有機溶剤スラリー又は水スラリーを使用できるし、粉碎用流体としては過熱溶剤蒸気又は過熱水蒸気を利用できるので広範な工業的応用が可能である。一般にはシステムが減圧下で運転されることと、有機溶剤系の運転が多いので粉碎用流体として圧縮空気又は圧縮窒素のような非凝縮性ガスを用いることは得策ではない。

引用文献

- 1) Maekawa, Y, 1994, Instantaneous Vacuum Drying System, 9th International Drying Symposium
- 2) Maekawa, Y, 1994, Instantaneous Vacuum Drying System, Drying '94, Vol. B, pp.359-366
- 3) 向坂 et. al, 粉体工学会1994年度春期研究発表論文集, p.10
- 4) 特開平8-24702 原液から微粒子を製造する方法及びその設備

特許一言メモ No. 153

実施化率（保有特許に対する実施化の割合）

特許庁は、各社が保有する現存の4,326件の特許権をランダムサンプリングし、これについて国内での実施の状況を調査したところ、「現在商品化などにより実施中」が33%、「過去に実施したことがある」が17%、「将来実施予定」が8%という結果が得られた。

我が国の特許権利数は、平成6年末で652,432件であり、この結果から、現在使われていない特許は約44万件程度存在するものと推定される。

現在の実施化率を業種別にみると、高い順に窯

業(52%)、繊維(44%)、鉄鋼(44%)、ゴム(41%)となっており、逆に実施化率が低い順では石油・石炭(10%)、プラスチック(20%)、輸送用機械(23%)精密機械(29%)となっている。

また、資本金別でみると「200億円以上500億円未満」の企業(62社)で現在の実施化率37%と高く、「10億円未満」の企業(14社)の現在の実施化率は25%と低かった。

(とっきよNo.286より抜粋)

(特許室)

パルスジェット分散機構を搭載した流動層造粒・コーティング装置における造粒・コーティング・乾燥技術

辻本 広行* 横山 豊和*
Hiroyuki Tsujimoto Toyokazu Yokoyama

1. はじめに

流動層の一つの応用技術として、装置内で浮遊懸濁状態にある粒子表面に適当なフィルム基剤や機能性微粒子を被覆するコーティング操作は、粒子の表面改質並びに複合化などの目的に医薬製剤、電池材料、電子・磁気材料、機能性食品等の幅広い工業分野で実施され、近年益々その広がりを見せている。使用される流動層コーティング装置は、その装置形式により流動層型、噴流層型並びに転動攪拌流動層型(多機能型)等に分類されるが、この中でより小さな粒子へのコーティング処理を施すには、流動層底部に内蔵されたロータやアジテータの回転により、粒子により強いせん断力を与えうる多機能型コーティング装置が適していると考えられる。一般に、同装置におけるコーティングの対象となる母粒子の下限粒子径は、被覆物質の性質や、粒子の密度、形状及びその流動化状態により大きく異なるものの、一般に真密度が $1\text{g}/\text{cm}^3$ 程度の粒子であれば約 $50\sim 100\mu\text{m}$ である。この下限粒子径以下の微細粒子の領域になると、粒子群の転動流動や攪拌流動時において粒子間に生じている分離力に対し、付着、凝集力が相対的に強くなって、粒子同士の凝集体が生成され一次粒子をコーティングすることはほぼ不可能となってくる。

ところで、Fig.1は比較的最近に弊社の多機能型流動層造粒・コーティング装置によってコーティングテストを行った原料粒子をゲルダートマップに表したものである。同図からも判る通り、原料の平均粒子径が $50\mu\text{m}$ 以下の微細粒子のニーズが多く、これらは全体の約75%を占めてきている。特にゲルダートマップにおいて難流動性に分類されるC粉体に属する原料粒子は全体の約45%にのぼり、従来のコーティング方法のままでは、良質な製品が得られにくい問題が生じてきていた。この原料の微細化の傾向は今後とも益々強くなるものと考えられ、それに対応した新たなコーティング手法の開発が急務となっていた。

一般に多機能型流動層造粒・コーティング装置類に、積極的に粒子を分散させる機構を付加して下限粒子径を下げ、 $50\mu\text{m}$ 以下の微細粒子の領域についても従来と同様な手法でコーティングがなされれば、益々微細粒子化が進む機能性複合材料の開発においても、流動層コーティング装置の原理と特徴を活かした粒子設計が可能になるものと考えられる。

そこで著者らはこの目的のために、流動層内へ間欠的にせん断混合力の強いエアジェットを供給し、流動化した粒子群の運動を局部的にかつパルス的に激しく活性化して粒子間の分離力を高めうる対向流式パルスジェット(以下、PJと略記)分散・粉碎機構を開発した。本報ではこれを弊社の多機能型流動層造粒・コーティング装置に組み込

*ホソカワミクロン(株)技術本部 粉体工学研究所
(〒573 大阪府枚方市招提田近1-9) Tel(0720)55-2220

み、従来の方法では困難であった微細粒子領域へのコーティング処理の可能性について検討するとともに、流動層造粒操作並びに流動層乾燥操作への応用についても併せて検討を行ったので、これらの結果を報告する。

2. 実験装置

今回開発した対向流式PJ分散・粉碎機構の原理をFig.2に示す。Fig.3は本機構を搭載した多機能型流動層造粒・コーティング装置であるアグロマスタ；AGM-35PJ(ホソカワミクロン社製；コー

ティング運転時の処理量；6～17リットル/バッチ、凝集造粒運転時の処理量；7～20リットル/バッチ)の外観写真である。本装置は熱風供給部、造粒・コーティングチャンバ部、中間チャンバ部、バグフィルタ部より構成されており、処理目的に応じて通気板上にアジテータや回転ロータを任意に装着できる。本分散・粉碎機構は、アジテータないし回転ロータ、またはその両方を装着した造粒・コーティングチャンバ部の側壁に、流動層の中心にある回転体の回り止めを兼ねた衝突ターゲットに向かって、数本の圧縮ガスの噴射ノズ

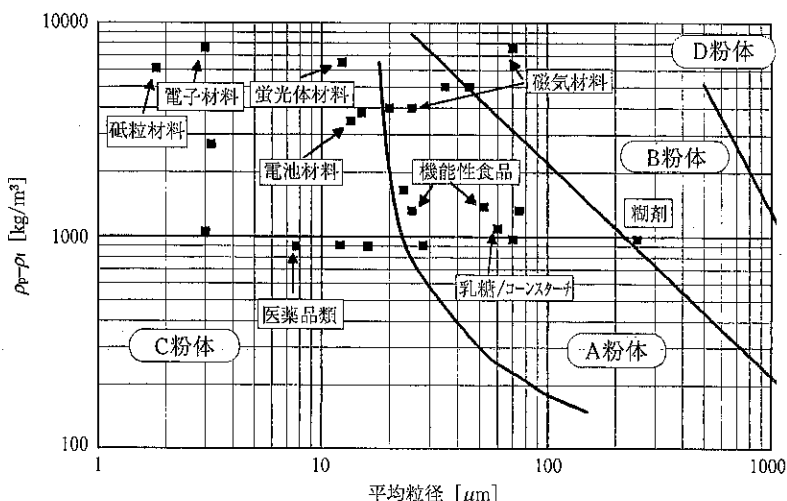


Fig.1 多機能型流動層造粒・コーティング装置アグロマスタによるコーティング実施原料のゲルダートマップ表示例

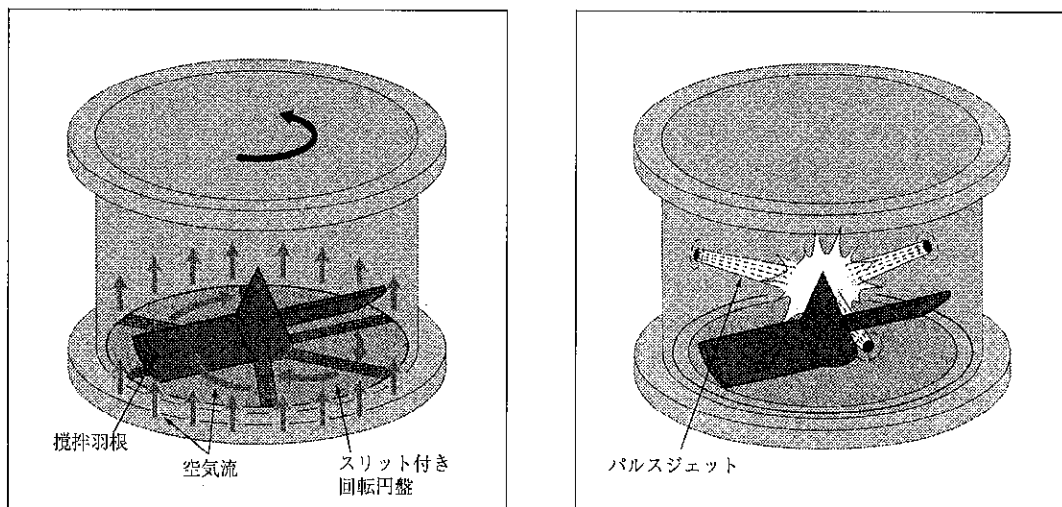


Fig.2 スリット付き回転ロータ(左)と対向流パルスジェット(右)の構造

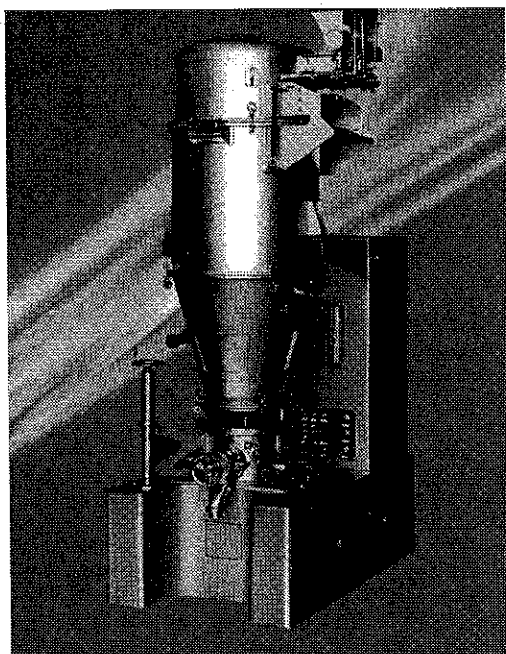


Fig.3 対向流パルスジェット分散機構を
搭載したアグロマスタAGM-35-PJ

ルが配置されている。これらのノズルより流動層内にエアジェットが吹き込まれると、その噴流作用により粒子同士の衝突や摩擦と粒子の衝突ターゲットへの衝突によって凝集性の強い微細粒子であっても一次粒子に良好に分散される。本機構の最も特徴的な点は、エアジェットが連続的に供給されると粒子の望ましい流動パターンの形成が阻害され、コーティングや凝集造粒に適さない場合があるため、間欠的(パルス)にエアジェットの供給を行って流動パターンの不必要な乱れを抑えつつ、比較的少ないエアジェット量で常に高分散の流動層が得られることにある。またスプレーノズルの操作方法やその設置位置なども従来装置と同様に行えるため、フィルムコーティング操作や凝集造粒操作にも適用できる。尚、以下の実験には同型機種種のラボ試験装置；AGM-2PJ(処理量0.7～1.5リットル/バッチ)を使用した。

3. 実験結果

3.1 パルスジェット分散機構の粉碎特性

フィルムコーティング操作は、個々の粒子を完全に分散させ、これにフィルム基材を溶液ないし

分散液にして被覆するものであるから、粒子同士が凝集しては良好なコーティングは期待できない。粒子の凝集性は、例えば粉体工学会・製剤と粒子設計部会の標準処方委員会で選定されている標準処方²⁾で使用される乳糖(70%)とコーンスターチ(30%)の混合粉体であれば、平均径で30～50 μm 程度以下の微粉になると付着、凝集性が非常に強くなり、通常の高機能型流動層造粒・コーティング装置内では二次凝集粒子として挙動するために一次粒子としてのコーティング処理はほぼ不可能となってくる。

ここではまず本機構の分散・粉碎能力を見るために、原料粒子として標準処方粉体(平均径69 μm)をPJ分散・粉碎機構を備えたアグロマスタ(コーティング用のアジテータを使用、回転ロータは使用せず)に仕込み、適当な攪拌流動化状態に維持したうえで本機構による圧縮空気(以下、圧空と略す)の間欠噴射を行い、仕込み原料の平均粒子径の経時変化を調べてみた。Fig.4に示す通り、運転時間が10分で45 μm 、20分で25 μm 程度にまで粉碎が進行していることが判る。この粉碎の進行度は、ジェットガスノズル径を大きくしたり圧空圧を高めることで、あるいは圧空噴射時間とその間隔を調節することで、20分での平均径は10 μm 以下程度にまで到達する。さらに運転時間を長くすれば、この種のジェット粉碎機で到達できる最小粒子径である、いわゆる限界粒子径(数 μm のオーダ以下)相当に到達すると思われる。従って流動層内の粒子径がこの限界粒子径以上であれば、PJ分散・粉碎機構から投入されたエネルギーは粒子群の分散に有効に寄与し、流動層はほぼ完全に分散された流動化状態になるため、これらの一次粒子群へのコーティング処理が可能になってくるものと考えられる。

3.2 フィルムコーティング造粒特性

アグロマスタ(コーティング用のアジテータを使用、回転ロータは使用せず)に上記の標準処方粉体を500g仕込み、先の標準処方に基きコーティング液としてヒドロキシプロピルセルロース(信越化学製：HPC EF-P)の7%水溶液242gを一定速度(14.5g/min)で連続噴霧した。アジテータの周速度や流動風速とその温度など、運転条件は転

動流動層造粒の標準操作³⁾に準拠した。この運転条件はアジテータを回転ロータに変えることで、通常は凝集造粒がなされて200~300 μm の打錠用球形状顆粒体が作製される凝集傾向の強い流動層が形成される。

製品の粒度分布をFig.5に、電顕写真をFig.6にそれぞれ示す。Fig.5を見るとPJ分散・粉碎機構を使用しない場合の製品の粒度分布は原料のそれに近いものであったが、Fig.6のPJ分散・粉碎機構を使用していない例を見てみると、より微細なコーンスターチ粒子が乳糖粒子の回りに付着して

おり、一次粒子へのコーティングが不完全であったことが認められる。他方、先に示したFig.4の粉碎品が得られた場合と同一のPJ分散・粉碎条件のもとで圧空の間欠噴射を併用した場合であるが、その粒度分布はPJ分散・粉碎機構による粉碎・分散とコーティング処理が同時になされたため、平均粒子径で25 μm 程度の微細粒子の製品が得られている。このときの電顕写真を観察すると付着、凝集粒子群は認められず、良好なコーティング皮膜をもった微細一次粒子群の製品が得られていることが判った。

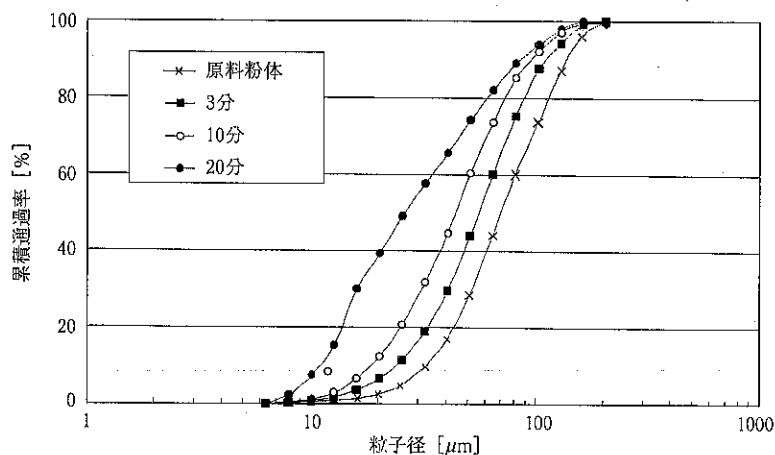


Fig.4 パルスジェット分散・粉碎機構による標準処方粉体の粉碎
パルスジェットエア圧：5kgf/cm²
パルスジェット噴出時間：0.3sec，インターバル時間：1sec
ロータ回転数：350rpm，流動風速：0.35m/sec

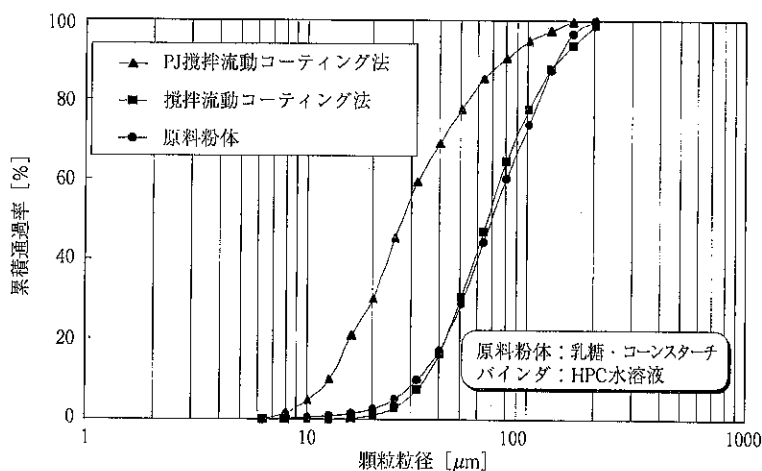
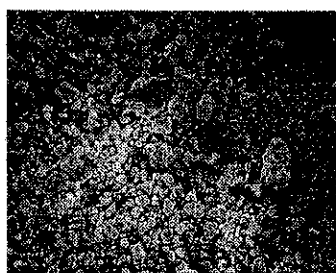
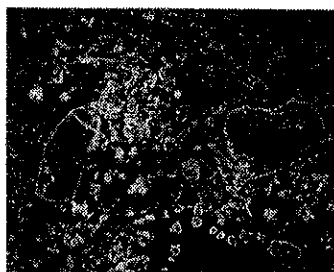
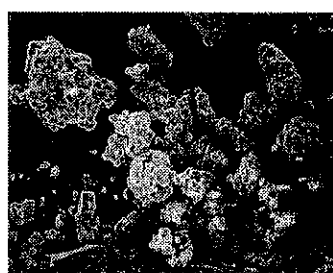


Fig.5 攪拌流動層コーティング法(従来法)とPJ攪拌流動層コーティング法による製品粒度分布

原料粉体
(乳糖/コーンスターチ標準処方粉体)
コーティング剤にHPC水溶液



●パルスジェットを使用した
攪拌コーティング
付着・凝集した粒子群は認められず良好なコーティング皮膜を持った一次粒子に分散した製品が得られている。



●パルスジェットを使用しない
攪拌コーティング
微細なコーンスターチ粒子が、乳糖まわりに付着・凝集しており、一次粒子レベルのコーティングが不完全。

Fig.6 コーティング処理例

3.3 凝集造粒特性

つぎに凝集造粒特性に及ぼす本機構の影響を見るために、アグロマスタに凝集造粒用のアジテータと回転ロータを装着し、先と同様(標準処方粉体500g, HPC7%水溶液242g, バインダ供給速度14.5g/min, サイドスプレー法)に標準操作に基づく転動流動層造粒を行ってみた。特にここでは、PJ分散・粉碎エアによる粗大粒の生成の抑制効果について検討するために、バインダ噴霧用の二流体スプレーガンの圧縮空気量を通常の設定値よりも下げること、液滴径を大きくするとともにその分布をブロードにして、製品中に粗大粒が生成され易いように設定した。Fig.7には原料粒子と製品の粒度分布を示すが、PJ分散・粉碎エアを供給しない場合は、平均粒子径は $240\mu\text{m}$ 、均一度(D_{75}/D_{25} 比)は4.4と予想した通り大きくなっている。また $710\mu\text{m}$ 以上の粗大粒及び $75\mu\text{m}$ 以下の微粉の生成率は、それぞれ16.5%と8.8%であっ

た。他方この条件のもとでPJ分散・粉碎エアを間欠噴射した運転結果は同図中に示すように、平均径は $138\mu\text{m}$ 、均一度は2.1となり、粗大粒及び微粉の生成率については、それぞれ0.04%と16.6%になった。

転動流動層造粒操作において圧空の間欠噴射を使用することにより、製品粒度分布は全体として細粒側へ移行するが、粗大粒の生成が極度に抑えられるためにシャープな粒度分布を呈する傾向が認められている。より最適な条件を設定することで、粗大粒と微粉の生成率を更に抑えつつ、よりシャープな粒度分布を有した製品が得られるものと考えられる。

3.4 粉碎・乾燥操作から造粒・乾燥操作への連続処理

通常の流動層造粒・乾燥操作では、原料の粒子径や真密度などの諸物性により製造できる造粒体の粒径や形状がある程度決まってくるものであ

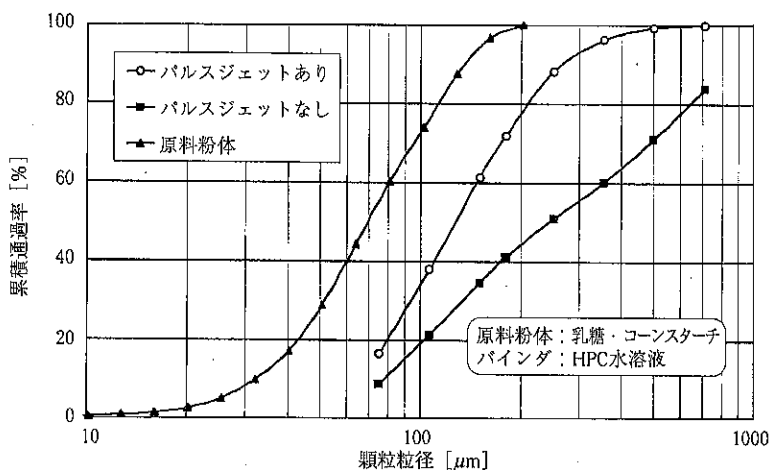


Fig.7 転動流動層造粒に及ぼすパルスジェット分散・粉碎エアの影響

る。例えば転動流動層造粒法により球形状の打錠用顆粒を作製する場合には、原料が標準処方粉体のように50~100 μm 程度の平均粒子径で、ある程度の微粉を含む時に転動圧密造粒が行われやすい。しかし原料の平均径が例えば200 μm 以上になれば、一旦粉碎機で処理して原料粒子を細かくしない限りこの種の造粒は不可能である。

ここではアグロマスター一台で粗大な二次凝集体を形成している原料を、一旦転動流動層造粒に適する粒度までPJ分散・粉碎機構を使用して粉碎し、その後続けて転動流動層造粒操作を行って球形状顆粒体を作製した例を紹介する。

Fig.8の右下に示す原料粒子は晶析により作製された糖類であり、その一次粒子径は凡そ100 μm ×20 μm の針状結晶体であった。しかし本原料は晶析後の脱水行程を経た状態のものであり、原料水分値は約40%WBと高く、そのため原料状態はバサバサした湿潤状態で超音波分散を行っても壊れない程度の強固な二次凝集体を形成している。またその粒度範囲は約400~2000 μm であって通常の流動層造粒法による球形状顆粒体の作製は不可能なものである。この原料を凝集造粒用のアジテータと回転ロータを装着したアグロマスタに仕込み、まずPJ分散・粉碎機構を使用しつつ流動層乾燥して原料を平均粒径で50 μm にまで粉碎・乾燥したものが図中の左下に示すものである。そして図中の中上に示すものは、この粉碎乾燥品を引き続き転動流動層造粒を行って平均径300 μm の球形状顆粒体の最終製品に仕上げたものである。

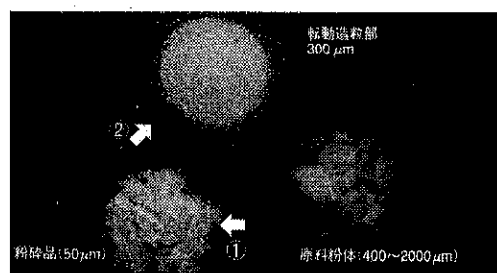


Fig.8 晶析された糖類の
①粉碎乾燥と②転動造粒の連続処理

本例では流動層造粒装置にPJ分散・粉碎機構を組み入れることで造粒前に粉碎と流動層の特徴である高風量での乾燥操作が1台で行えたため、通常の流動層造粒装置において必要であった前工程での粉碎や解砕操作を不要にしたり、さらにその前工程での脱水、乾燥工程での水分をより高く設定することが可能となった。このように従来の製造プロセスへ本装置を組み入れることにより、単位操作の連続化「解砕・粉碎・(前乾燥)→造粒(球形化処理)あるいはコーティング(複合化、高機能化処理)→後乾燥」が可能となって、クロスコンタミレス化や製造コストダウン(省力)化、あるいは自動化が図られつつある。

3.5 流動層乾燥特性

バッチ式流動層乾燥装置は固・気接触が良好で製品水分の制御が行い易いために、製剤行程をはじめ、既に様々な製造工程で使用されているが、前記のような二次凝集性や吸湿性の強い原料等で

は、一般に乾燥初期の材料予熱区間での流動性が悪くなり、粒子群の部分的な固結により比較的強固な二次凝集粒子が形成され易い。これらの多くは平衡水分に到達しても解砕されることなくそのまま製品に混入されることになる。このような原料の場合には、多機能型流動層造粒・コーティング装置であるアグロマスタにおいて二次凝集粒子の形成を抑制し、また一旦形成された二次凝集粒子を解砕するとともに限界水分値の低減を狙って、解砕用のアジテータを通気板上で比較的高速で回転させつつ攪拌流動層乾燥してかなりの効果を上げている。

ここで流動層乾燥操作においてもこのPJ分散・粉碎機構を組み入れることで、高分散による固・気接触の更なる向上と二次凝集体の生成の抑制が期待される。そこで以下に従来の流動層乾燥法との比較を行ってみた。

使用した原料粒子(フッ素樹脂)は一次粒子径がサブミクロンオーダーの乳化重合体を後処理し速心脱水処理したもので、水分値が46%WBのパサパサした極めて強固な二次凝集体(400 μ m～数mm)を形成しているものであった。ここで比較の対象にした装置形式は、(ケース1)熱風の通気のみによる流動層乾燥、(ケース2)ケース1に加え解砕用のアジテータを通気板上で回転させた攪拌流動層乾燥、(ケース3)ケース2に加えてPJ分散・粉碎機構を併用したPJ攪拌流動層乾燥である。Fig.9にそれぞれの方法で得られた乾燥特性

曲線を示す。ケース1の通気のみによる通常の流動層乾燥では材料予熱区間での流動性が極端に悪いために熱風との熱交換率が低く、恒率乾燥区間に移行するのに時間が掛かっている。これに対してアジテータの回転を付加的に加えて攪拌させながら乾燥を行ったケース2では、固・気接触がケース1に比べ良好に改善されて予熱区間が短くなるとともに限界水分値が低下の傾向を示している。さらに圧空の間欠噴射を併用したケース3では予想した通り、この作用によって粒子群がより解砕・分散され、固・気接触が一段と良好になって限界水分値がさらに低下している。これによって恒率乾燥区間での水分蒸発量を多くとることができたため乾燥速度が増大している。さらに本機構を使用した製品特性は、他の方法のものに比べて二次凝集体が解砕されて嵩密度の増大と流動性の向上が認められ、後工程でのハンドリングが改善されている。

4. おわりに

多機能型造粒コーティング装置内に間欠的にジェットガスを供給することで、表1³⁾に示すように、この種の流動層造粒コーティング装置としては最も細かい粒子へのコーティング処理が可能になったと考えている。本法はパッチ式流動層造粒乾燥法を利用しているので、流動層コーティング造粒におけるフィルム膜厚のコントロールや、流動層造粒法で作製される凝集造粒体の粒径、形

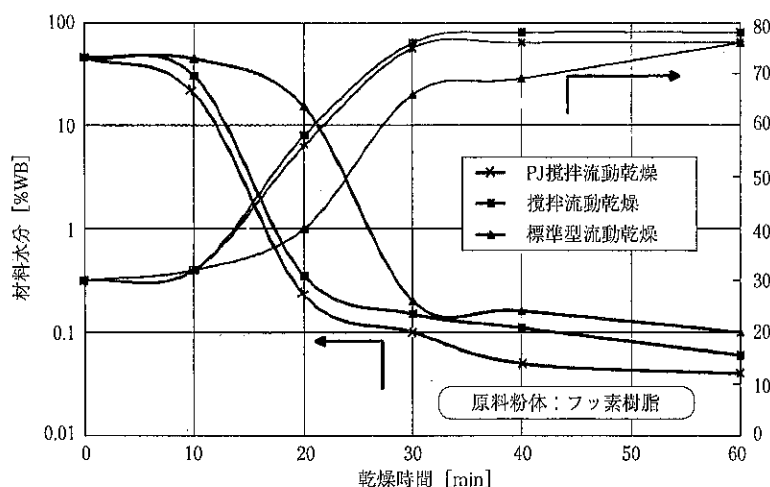


Fig.9 PJ攪拌流動層乾燥法と攪拌流動層乾燥法及び標準型流動層乾燥法の乾燥特性曲線の比較

表1 各種コーティング(気中懸濁法)装置の比較³⁾

装置	対象粒子(製剤)	粒子運動	衝撃力	微粒子化の限界	コーティング法	運転方式
バンコーティング	錠剤	弱	—	3000 μ m	湿式	バッチ
トップスプレー流動層	顆粒剤・細粒	↓	—	200 μ m	湿式	バッチ
アグロマスタ(標準流動層)	顆粒剤・細粒	↓	—	200 μ m	湿式	バッチ
接線スプレー噴流層	顆粒剤・細粒	↓	—	150 μ m	湿式	バッチ
速心・転動流動層	顆粒剤・細粒	↓	—	100 μ m	湿式	バッチ
アグロマスタ(転動流動層)	顆粒剤・細粒	↓	—	100 μ m	湿式	バッチ
ドラフトチューブ付噴流層	顆粒剤・細粒・散剤	↓	小	50 μ m	湿式	バッチ
アグロマスタ(攪拌流動層)	顆粒剤・細粒・散剤	↓	↓	35 μ m	湿式	バッチ
アグロマスタ(PJ型攪拌流動層)	顆粒剤・サブシープ粒子	↓	↓	10 μ m	湿式	バッチ
高速楕円ロータ型複合化装置(乾式)	顆粒剤・サブシープ粒子	↓	↓	数 μ m	乾式	バッチ
ジェットコーティング	サブシープ粒子	↓	↓	数 μ m	湿式	連続
高速気中衝撃法(乾式)	サブシープ粒子	↓	↓	数 μ m	乾式	バッチ
メカノフュージョン(乾式)	サブシープ粒子	強	極大	数 μ m	乾式	バッチ

顆粒剤：1400-355 μ m，細粒：500-75 μ m，散剤：500 μ m以下，サブシープ粒子：50-10 μ m

微粒子化の限界粒径：原料粒子の真比重は1相当

参考資料：3) に加筆

状，嵩密度などのコントロールについても従来の方法とほぼ同様に行える。

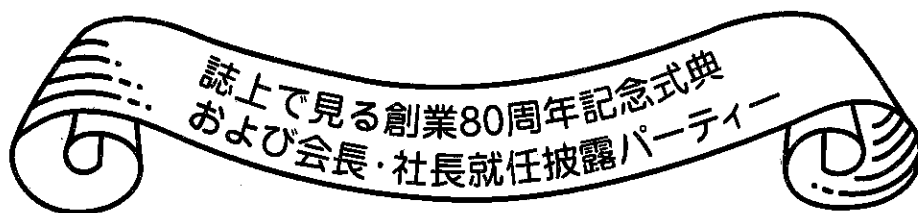
また，湿潤した凝集性の強い粉体などのように従来の流動層乾燥法の原料として適さない場合であっても，二次凝集体の少ない乾燥製品を得たり，さらにそれを粉碎して微粒子にすることが可能となった。またさらにその微粒子に引き続き凝集造粒処理やコーティング処理を施し，原料粉体からは想像のできないようなユニークな製品を作製することもPJ分散・粉碎機構を搭載した流動層造粒装置1台で実現できる可能性があるなど，流動層造粒・コーティング装置で扱える原料とそ

の製品特性が著しく拡大された。

今後はそれぞれのニーズに応じてさらに改良を進めより使い易い多機能な流動層造粒・コーティング装置にしていきたい。

引用文献

- 1) 造粒ハンドブック：日本粉体工業技術協会編，p.414，オーム社(1991)
- 2) 粒子設計と製剤技術：粉体工学会製剤と粒子設計部会編，p.214，薬業時報社(1993)
- 3) 福森義信：化学工学，第59巻(第3号)，p.174(1995)



ホソカワミクロン株式会社は、1916年（大正5年）先代会長の故細川永一が大阪市西区本田町に小さな鉄工所を創業して以来、平成8年4月で80周年を迎えた。また、平成7年12月、細川益男が代表取締役会長に、細川悦男が代表取締役社長に就任した。これらを記念して、「創業80周年記念式典」および「会長・社長就任披露パーティー」が大阪と東京とで開催された。ここにそれぞれの記念の1コマ1コマを誌上で再録し、優れた21世紀企業を目指して進むホソカワミクロングループの一步としたい。

編集部

創業80周年記念式典

関西地区

4月17日、8:30より枚方事業所永宝社において、役員、国内関係会社社長出席の中、例祭が執り行われた。

また、同日11:00より大阪商工会議所、国際会議ホールにて記念式典が行われ、関西地区従業員および海外の来訪者の総勢496名が出席し、引き続いて隣の大阪国際ホテル「銀杏の間」で立食パーティーが開かれた。



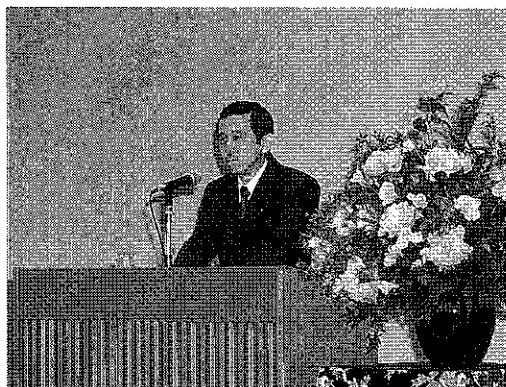
挨拶をされる細川悦男社長



社員表彰スナップ



海外グループ会社より出席した受影者



挨拶をされる細川社長



式典スナップ

関東地区

4月22日、11:30より三省堂文化会館1Fホールにて、関東地区の従業員、および海外表彰者の総勢181名の出席のもと、記念式典が行なわれた。また、引き続き、同会館8F会議室において立食パーティーが開かれた。



会場となった三省堂文化会館



式典スナップ

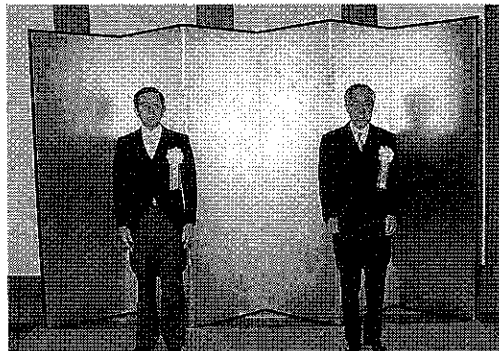


立食パーティスナップ

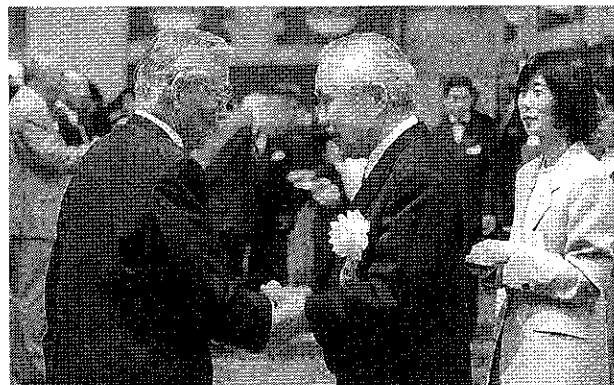
会長・社長就任披露パーティー

関西地区

4月18日 11:00～13:00 帝国ホテル大阪「孔雀の間」にて（来訪者758名）会長・社長就任披露パーティーが開催された。



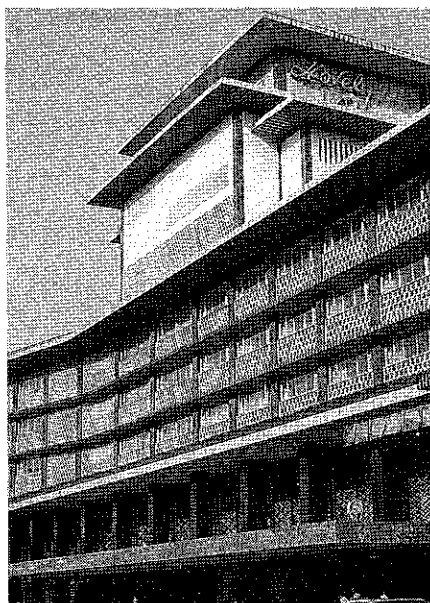
パーティー会場風景



歓談される細川益男会長



歓談される細川悦男社長



会場となったホテルオークラ



楽士の奏でるバイオリンの音で、雰囲気は一層もり上った。

関東地区

4月23日 17:30～19:30 ホテルオークラ
「平安の間」にて（来訪者410名）会長・社長
就任披露パーティーが開催された。



パーティー会場風景



歓談される細川益男会長



挨拶される社長御夫妻

粉体の健康影響

田中 勇武*
Isamu Tanaka

1. はじめに

現在わが国の産業界で使われている化学物質は、主なものだけでも約5万種類、新たに数千種類の化学物質が毎年産み出されている。とくに最近、新素材ということで機能性をもった付加価値の高い粉体の開発が急激に増加しようとしている。これらの粉体は、機能性を持たせるために高純度、超微粒、極細となる傾向にあり、工学的、技術的に有用であることはもちろん重要であるが、それと同時にこれら粉体に接する人々への健康影響(中毒、アレルギー、がん等)も考慮して開発する必要がある。特に、慢性影響について不明であれば、曝露時にはその影響が無いからといって、アスベストのように優れた断熱材と重宝して利用していても、曝露後、10-20年の潜伏期間をおいて肺がんや悪性中皮腫が発症したように、これらの新素材も健康障害を発生させる可能性があるわけである。

新しく開発され広く利用されようとしている粉体の有用性ととも有害性をあらかじめ予測しておく必要があると考えられる。また、既存の粉体についてもその有害性が十分に解明されているとはいえない状況にあり、引き続き検討する必要がある。ここでは粉体の健康へ及ぼす影響について概説する。

2. 粉体の身体への侵入と沈着

粉体が生体に影響を及ぼすためには、何らかの方法で生体内へ侵入することが必要条件である。生体へ侵入する経路は大きくわけて経呼吸器、経口、経皮と3ルートある。このうち粉体については、経気道的に侵入し、健康へ影響を及ぼすのが大部分である。

人間は、通常毎分4-8リットル(一日約10m³)の空気を呼吸して、細胞が活動するのに必要な酸素を血液に与え、生じた二酸化炭素を外気に放出するガス交換を行っている。激しい運動時には呼吸量は毎分50リットルに達することもある。この吸気中に粉体が存在すると生体中に取り込まれるが、その取り込みの程度は粉体の大きさに大きく依存する。一般的に、粉体の大きさを空気力学的直径(粒子の沈降径において、粒子の密度を1g/cm³として算出された球相当径)で示すと、200ミクロン程度以下のものは呼吸器官(鼻腔も含む)に取り込まれる可能性があり、そのうち約10ミクロン以下のものが肺の深部すなわちガス交換部の肺胞部に侵入するとされている。しかし、侵入した粉体がすべて呼吸器官内に留まるわけではなく、Fig.1¹⁾に示すように呼吸器官内沈着率も空気力学的直径に依存して変化することが知られている。

*産業医科大学 産業生態科学研究所
(〒807 北九州市八幡西区医生ヶ丘1-1)
Tel.(093)691-7406

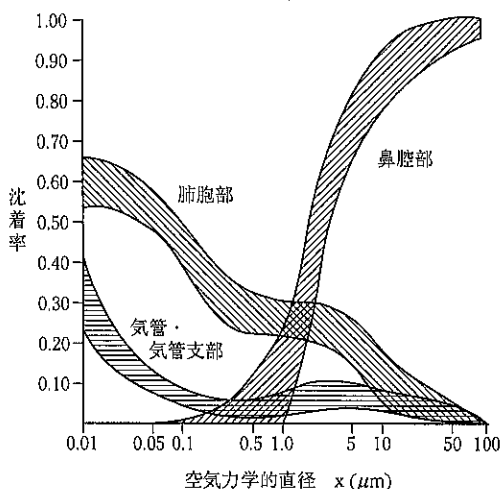


Fig.1 呼吸器官内沈着率

3. 呼吸器官に沈着した粉体の排泄

粉体が呼吸器官に沈着したからといって、ただちに何か障害が生じるわけではない。生体が保持している防御機構が異物である粉体に対して排除しないし解毒しようと働き始める。防御機構の観点から呼吸器官は、空気の通り道である気道部(鼻—気管—気管支)とガス交換を行っている肺胞部とに大別できる。

気管は気管の分岐を15, 6回繰り返して肺胞に連なる終末気管支に至る。この気管・気管支部分は、表面を繊毛と粘液で覆われ、この部分に沈着した溶けにくい物質は、この粘液繊毛運動作用によって数時間ないし1日で口元まで運ばれ排出される。しかし、気管分岐部に沈着した粒子は排泄しにくいことが知られており、肺がん等の発症が見られる部位になっている。気道部に取り込まれた粒子は滞留時間が短いことから比較的速く生体内で溶解する可溶性の物質が問題となる。血液中に溶け込んだ大多数の物質は、体内を循環し腎臓を通して尿中に排泄されるが、鉛は骨に、水銀は脳に、カドミウムは、腎臓等に蓄積され、健康障害の原因となる。

一方、肺胞部分は、大きさが約200ミクロン程度の数億個の風船様の肺胞から構成され、その表面積は、約100m²に及ぶ。この肺胞部の空気は、薄膜を通して毛細血管と接し、ガス交換を容易にしている。この部分には繊毛上皮細胞がないため

異物が侵入すると、これらを貪食して消化するために肺胞マクロファージが産生される。これらマクロファージに貪食された異物は、繊毛上皮細胞がある細気管支部に運ばれたり、リンパ機構に入って排泄されることになる。しかしマクロファージは直径が10—15ミクロンであり、数ミクロン程度の粉体であれば貪食して排泄されるが、細長い形状をもつ繊維状粒子やマクロファージを破壊する化学物質(たとえば遊離珪酸等)を含有する粒子は、長期間肺内にとどまり、肺の線維化(じん肺、石綿肺等)や肺がんを発症させる原因となる。

4. 粉体の曝露限界

すべての化学物質は、基本的に毒作用を有し、その影響は化学物質の量と人間の感受性とに依存することが知られている。有害物質の曝露量の増加に従って、生体への影響は無影響(単なる負荷)から可逆的な疾病、不可逆的な疾病、死亡へと重篤な影響へと進む。各物質について、過去の臨床、疫学データあるいは動物実験結果から曝露限界が示されており、日本産業衛生学会²⁾では毎年曝露限界として許容濃度の勧告を行っている。許容濃度とは、労働者が有害物質に曝露される場合に、当該物質の空気中の濃度がこの数値以下であればほとんどすべての労働者に健康上の悪い影響が見られないと判断される濃度である。現在許容濃度が示されている化学物質は約200種類である。粉体についても粉じんとしてTable 1のように示されている。Tableに示すように、遊離珪酸の含有率が増加するにつれてその許容濃度値は厳しくなっている。これは含有率が増加するにつれて珪肺罹患率の増加が認められているからである。

5. 粉体の有害性の予測

粉体による生体影響を事前に予測する必要性は、新規化学物質の開発が活発に行われている我国において最も重要な課題の一つと考えられる。粉体の事前健康影響評価を行うために必要な流れをFig.2に示す。主な流れは、3ルートに分類される。

- 1) 人での粉体曝露による健康影響知見：特に、作業環境における吸入性粉体に関する曝露量と健康影響との関連が最も重要な課題である。
- 2) 粉体の理化学的性状知見：特に、空気力学的

Table 1 粉塵の許容濃度

I. 遊離珪酸含有10%以上の粉塵(次式により計算)

$$\text{吸入性粉塵}^* \quad M = \frac{2.9}{0.22Q+1} \text{ mg/m}^3 \quad \text{総粉塵}^{**} \quad M = \frac{12}{0.23Q+1} \text{ mg/m}^3$$

M: 許容濃度, Q: 粉塵中遊離珪酸含有率(%)

II. 各種粉塵

	粉塵の各種	許容濃度mg/m ³	
		吸入性粉塵*	総粉塵**
第1種粉塵	滑石, ろう石, アルミニウム, アルミナ, 珪藻土, 硫化鉍, 硫化焼鉍, ベントナイト, カオリナイト, 活性炭, 黒鉛	0.5	2
第2種粉塵	遊離珪酸10%未満の鉍物性粉塵, 酸化鉄, カーボンブラック, 石炭, 酸化亜鉛, 二酸化チタン, ポートランドセメント, 石灰石, 大理石, 線香材料粉塵, 穀粉, 木粉, 草粉, コルク粉, 綿塵, ペークライト	1	4
第3種粉塵	その他の無機および有機粉塵	2	8
石棉粉塵	クリソタイル, アモサイト, トレモライト, アンソフィライト, アクチノライト, クロシドライト	2繊維/cm ³ 0.2繊維/cm ³	

*吸入性粉塵: 次に示す分粒特性を有する分粒装置を通過した粒子を吸入性粉塵とする。

$$P = 1 - \frac{D^2}{D_0^2} \quad (D \leq D_0) \quad \dots \quad P = 0 \quad (D > D_0)$$

ここに, P: 透過率, D: 粉塵の相対沈降径(μm), D₀: 7.07μm

**総粉塵: 捕集器の入口における流速を50~80cm/secとして捕集した粉塵を総粉塵とする。

直径, 繊維状粒子の場合にはサイズ, 繊維の寸法比, 化学組成, 表面特性, 生体内耐久性が問題になると考えられている。

3) 動物実験での生体影響知見: 種々のレベルでの動物実験からの確に人への健康影響が予測できる指標を見いだすことが主要な問題である。Fig.2に示すようにより安価で簡単にしかも的確に人への健康影響を事前に評価できる動物実験システムを確立しなければならない。

この3ルートでの知見が集約されてはじめて粉体の健康へ及ぼす影響を評価できるようになる。まず, 粉体の理化学的特性を明確にした後に, これら粉体を用いて各種の動物実験による生体影響調査を試みる必要があろう。

動物実験による粉体の事前生体影響評価システムの流れをFig.3に示す。

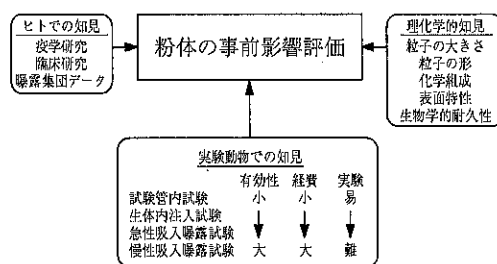


Fig.2 粉体の事前影響評価

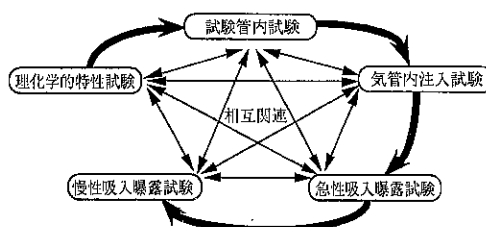


Fig.3 実験動物による粉体の事前評価システム

図の外側の循環が研究の方向を示し、内側の矢印が各動物実験のレベルで得られた実験結果の相互評価を示している。この相互評価により、より安価で、簡単な動物実験によって人における粉体曝露による健康影響を予測するための簡便なスクリーニングテストを見いだすことが重要である。例えば、液状および気体の化学物質の発がん性の評価では、エームス試験および培養細胞によるアッセイが癌腫瘍性予測のスクリーニングに用いられているが、粉体のような固体試料では適当な方法がない状況にある。このため、新規に開発・実用化される粉体では、その毒性を予知しうる検査システムの開発が必要となるが、これら簡便なスクリーニングテストが有用か否かは、吸入曝露実験との整合性が重要な事項となっている。ここでは、人への健康影響を評価する上で最も重要視されている粉体の吸入曝露実験について概説する。

6. 粉体の吸入曝露毒性試験

粉体の吸入毒性試験は一定濃度で一定期間実験動物に粉体を吸入させ、その影響を調べ、人に対する安全性を評価する一助とするものである。試験には、急性及び亜慢性、慢性とあり、まず急性試験を行い毒性の強さとその生体影響部位を検討し、ついで、亜慢性、慢性吸入曝露実験を実施する。実験動物の結果を人に適用する場合には種々の問題があり、特に吸入の場合呼吸器官の解剖学的、生理学的差異が重要となるが、吸入実験ではラットが最も多く用いられている。

筆者らは二成分系連続式流動層によって吸入性粉体を発生させ³⁾、吸入曝露による毒性試験を試みているのでその概要を紹介する。

すでに吸入毒性をテストした粉体は、石炭燃焼により発生するフライアッシュ⁴⁻¹¹⁾、ニッケル精錬で発生すると予測されるニッケル金属、酸化ニッケル、硫化ニッケルなどの化学形態の異なるニッケル化合物¹²⁻³⁰⁾、農薬製造や散布時に吸入される粉剤農薬³¹⁻³⁶⁾、およびアスベストの代替品として広く利用されてきたガラス繊維³⁷⁻⁴⁵⁾、セラミックファイバー⁴⁶⁻⁵¹⁾、人造鉱物繊維⁵²⁻⁶⁰⁾、タバコ副流煙^{61,62)}、感作性物質^{63,64)}等である。

それぞれの粉体の物理化学的特性によって生体内での挙動は異なるが、吸入曝露チャンバー内で

均一な濃度で所定の期間吸入させることは、いずれの粒子の吸入曝露実験についても同様の手順である。このため以下では石炭フライアッシュの吸入曝露実験を中心に紹介する。

7. 吸入曝露実験の一例

7.1 吸入曝露装置

ダスト発生装置、曝露チャンバーおよびチャンバー内部の写真をFig.4, 5, 6に示す。吸入曝露システムの概略をFig.7に示す。

7.2 フライアッシュの性状

使用した試料はJIS試験用ダスト10種のフライアッシュ粒子(日本粉体工業協会製)であり、Fig.8に示すように球形である。写真でみるように表面はうろこ状の薄片で覆われていた。

フライアッシュの中の含有重金属を測定するため濃塩酸で溶出処理した。この溶出液について高周波プラズマ分析装置(島津 ICPV-1000)を用いて測定した結果をTable.2に示す。フライアッシュ中にはAl, Fe, Mg等の金属が多く含有され、さ

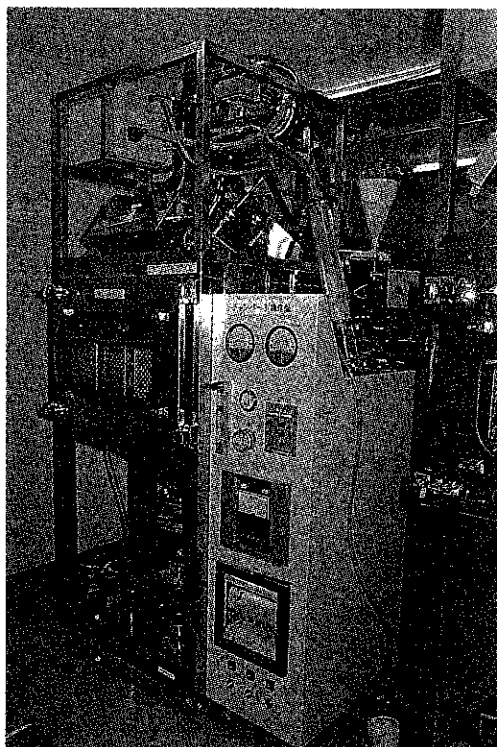


Fig.4 曝露チャンバー

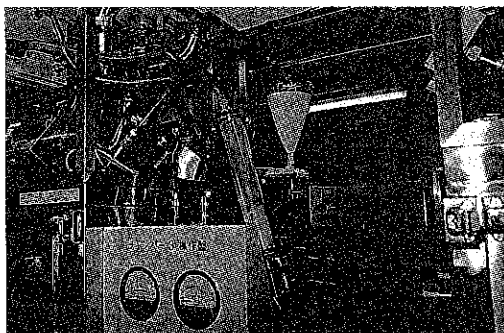


Fig.5 ダスト発生装置

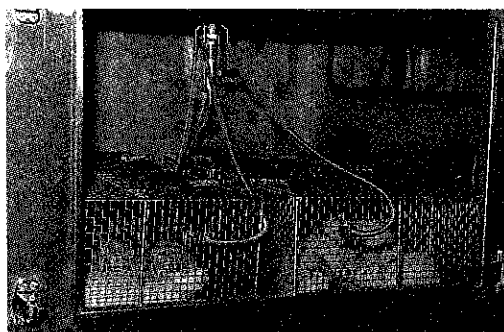


Fig.6 曝露チャンバー内部

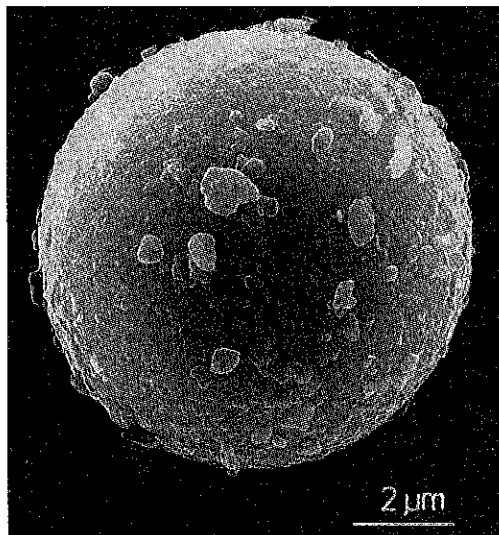


Fig.8 走査電子顕微鏡によるフライアッシュ粒子の形状

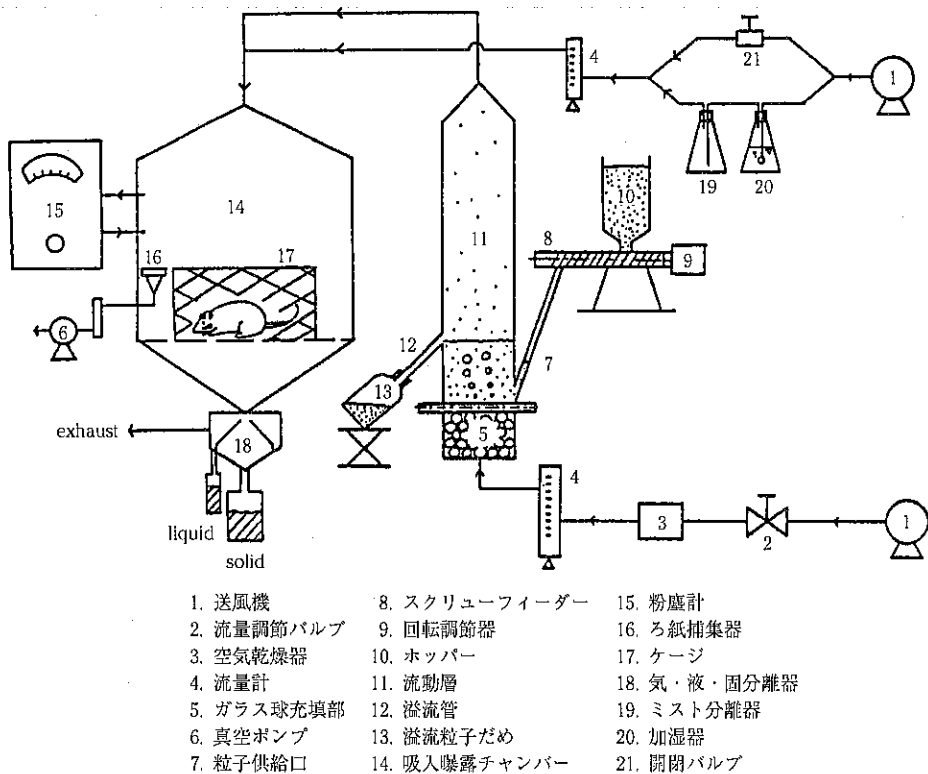


Fig.7 吸入曝露装置

Table 2 フライアッシュ中に含有されている
元素の含有量

元素	含有量 [mg/g]	元素	含有量 [μg/g]	元素	含有量 [μg/g]
Al	97	As	86	Mo	36
Ca	79	Au	15	Ni	57
Fe	60	Cd	3.1	Pb	92
K	94	Co	31	Se	50
Mg	14	Cr	97	Si	456
Na	13	Cu	103	Sn	40
		Hg	<4.0	Sr	1750
		Mn	84	Zn	254

注) HCl中に抽出したもの

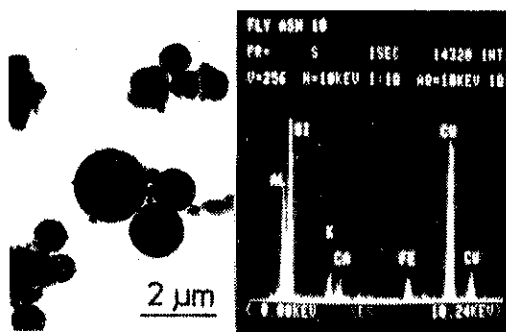


Fig.9 分析電顕によるフライアッシュ分析の結果

らにAs, Cd, Cr, Ni等の有害重金属も含有されていることが認められた。なおフライアッシュ中に多量に含有されているはずのSiは、濃塩酸で溶出されないため検出されていない。

一方、エネルギー分散型元素分析装置(KeveX 7000)と透過型電子顕微鏡(Hitachi H-500H)とを組み合わせた分析電顕で測定した結果をFig.9に示す。図からAl, Si, K, Feなど金属元素が検出され、半定量的ではあるがフライアッシュの同定には応用できることがわかった。なおFig.中のCuの値が高いのは透過型電顕の試料保持材料に銅メッシュを用いたためである。

7.3 吸入曝露条件

粉体の吸入曝露条件で最も大切なことは、曝露期間中の曝露濃度および曝露粒子の粒度分布を一定に維持することである。もちろん実験動物の生育条件(温湿度, CO₂, CO濃度, NH₃濃度等)を満足するのは当然である。

通常労働環境における生体影響を調べる場合、1日の労働時間(6~8時間)にあわせて1日6~8時間、1週5日の条件に設定されることが多い。大気環境を調べる場合には24時間曝露が選ばれることもある。農薬などはその散布時間を考えて2~4時間曝露実験が行われる。

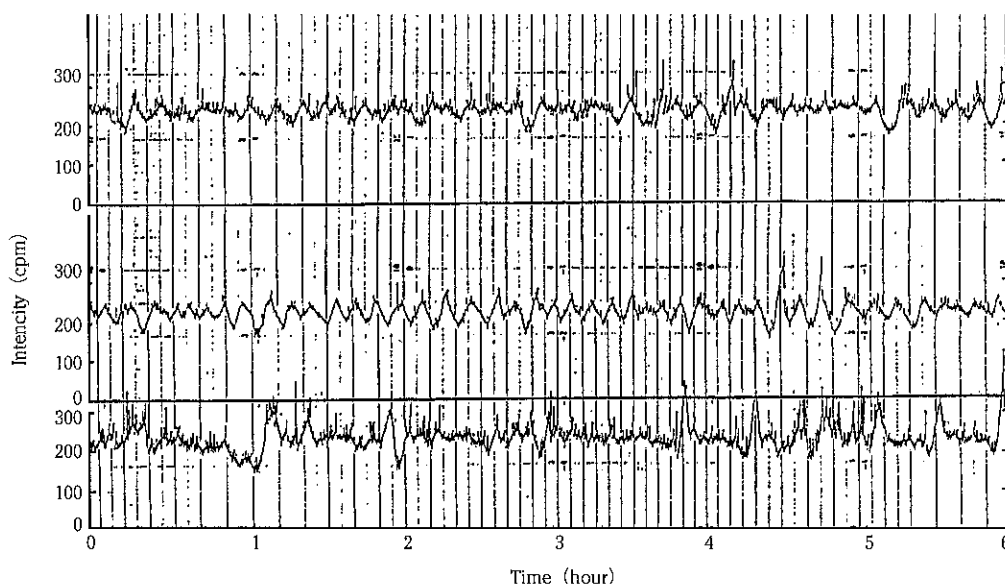


Fig.10 光散乱モニターによる濃度変化

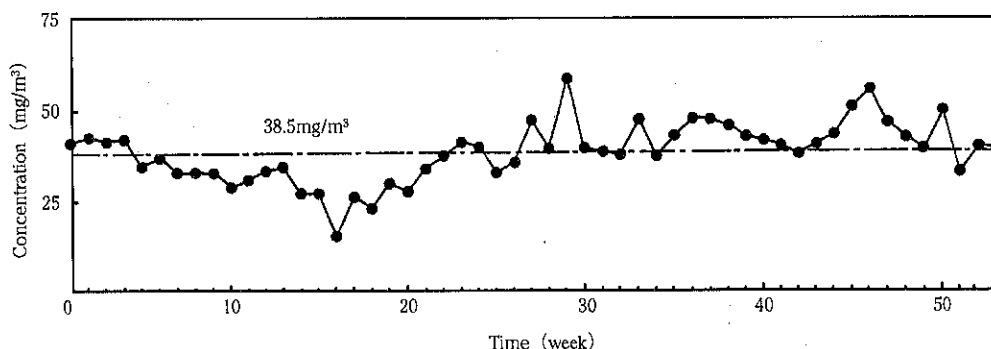


Fig.11 高濃度曝露チャンバー内における1年間の週平均濃度変化

Table 3 吸入曝露条件

曝露濃度レベル	コントロール	低 濃 度	高 濃 度
曝露期間	1年間	1年間	1年間
フライアッシュ濃度 (mg/m³)	—	5.0±2.3	38.5±11.0
総曝露時間 (時間)	—	5313	5313
フライアッシュの空気力学的メディアン径 (μm)	—	2.7	2.7
フライアッシュの幾何標準偏差	—	1.9	1.9

Table 4 ラット肺内フライアッシュの吸入量および沈着量

曝露濃度レベル	個体数	肺重量 (g±S.D.)	AI 濃度 (μg/±S.D.)	AI 含有量 (μg/±S.D.)	肺中フライアッシュ量 (mg±S.D.)	吸入フライアッシュ量 (mg±S.D.)	肺内沈着率 (%±S.D.)
コントロール	5	2.0±0.3	3.0±1.3	5.8±2.0	—	—	—
低濃度曝露群	6	2.0±0.1	523±48	1100±100	11.0±1.2	289.3±16.1	3.8±0.4
高濃度曝露群	6	5.0±0.3	1623±532	8000±2300	82.1±25.0	2376.9±153.4	3.5±1.1

まず曝露期間中の濃度が一定であるか否かの監視が必要となる。通常このモニターは、光散乱計 (Fig.7の中の⑤)を用いてなされる。

その一例をFig.10に示す。一方フィルター捕集して測定された1年間、1日23時間曝露した週平均曝露濃度をFig.11に示す。また実施した曝露条件の一例をTable 3に示す。なお曝露チャンバー内の粒度分布は、曝露開始前および1年間の曝露終了後、アンダーセンサンプラーで測定し、この両者に差異が認められないことから曝露期間中の粒度分布はほぼ一定であるとみなした。

7.4 吸入曝露結果の一例

曝露終了後解剖され、生化学的、病理組織学的に生体影響が調べられた。ここでは肺内沈着の結果についてTable 4に示す。肺内に沈着したフライアッシュ粒子量はフライアッシュ中に9.7%含

有されているAI量をフレームレス原子吸光光度計 (Hitachi 170-70)で定量し、フライアッシュ肺内沈着量を算出した。

Table 中の第7欄に示したフライアッシュの吸入推定量は次式で求めた⁶⁵⁾。

吸入推定量 (mg) = 曝露濃度 (mg/m³) × 曝露時間 (min) × 呼吸量 (cm³/min) × 10⁻⁶

呼吸量は次式で算出した⁶⁵⁾。

呼吸量 (cm³/min) = 2.1 [(曝露開始時体重 (g) + 曝露終了時体重 (g)) / 2]^{3/4}

このようにして求められた見かけの沈着率 (第6欄値/第7欄値) は3.5~3.8%という結果が得られた。

肺内に沈着した粒子の状態をFig.12に示す。貪食細胞 (肺胞マクロファージ) に貪食されたフライアッシュ粒子が多数存在することが認められた。また、長い繊維状粒子を吸入した場合の貪食

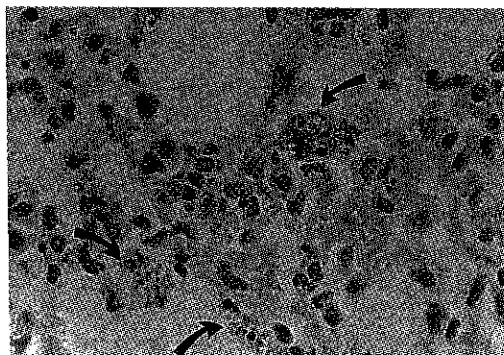


Fig.12 喰細胞に貪食されたフライアッシュ粒子

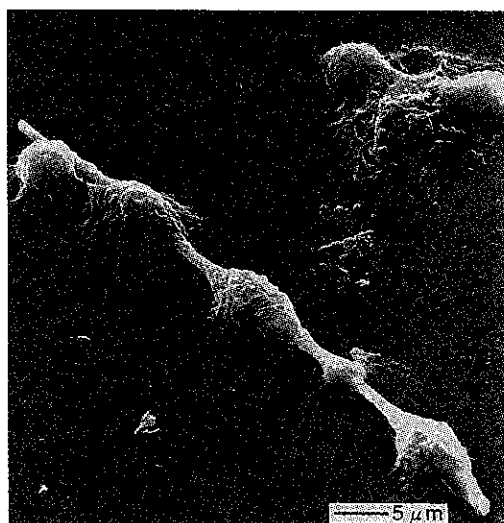


Fig.13 肺胞マクロファージに貪食されたセラミックファイバー

状況をFig.13に示す。多数個の肺胞マクロファージによって繊維が貪食されている。

次に、肺内からの排泄機序を詳しく調べるために肺中及び肺門リンパ節に滞留しているフライアッシュの粒径分布を調べた。フライアッシュ粒子を含んだ試料を低温灰化法で滞留したフライアッシュの粒径に影響を与えないように処理した後、走査型電顕(Hitachi S-700)を用いて調べた。結果の一例をFig.14, 15に示す。ほぼ球状を保持したまま滞留していることがわかる。さらに肺中に滞留しているものと肺門リンパ節に滞留しているフライアッシュの個数基準の粒径分布については、肺門リンパ節へ排出されている粒子の方が肺内のもより小さな粒子であることがわかった。

さらに、曝露終了後一定時間清浄空气中で飼育

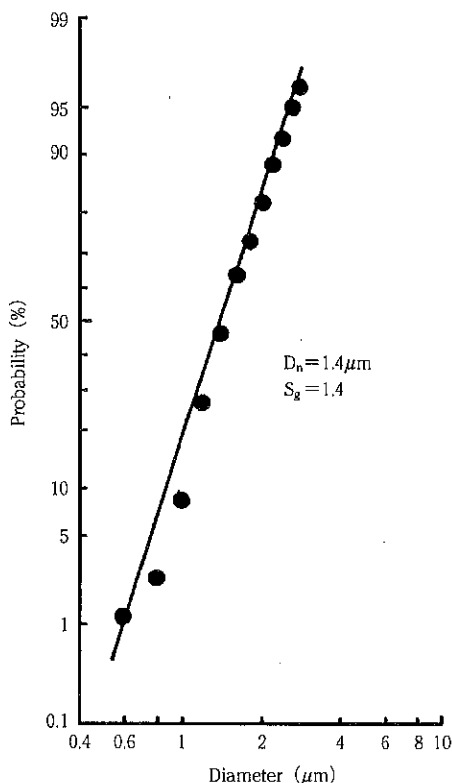
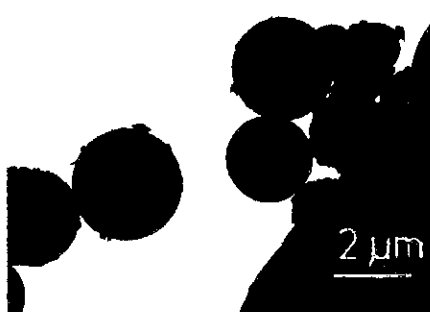


Fig.14 ラット肺内のフライアッシュ粒子

して、その間にどれだけ肺から排泄されるのかを調べた。その結果をFig.16に示す。曝露後6ヶ月、10ヶ月経過後も肺内滞留量に顕著な低減はみられず、フライアッシュ粒子は非常に肺から排泄されにくい粒子であることが認められた。また病理組織学的変化としては、肺間質の硝子様化がみられ粉塵結節への移行が示唆された。このように長時間肺内に滞留することから健康影響には充分注意が必要であろうことが示唆された。

ここでは吸入曝露の一部を紹介したが、同様の手法を用いて他の粉体の吸入曝露実験も遂行されている。

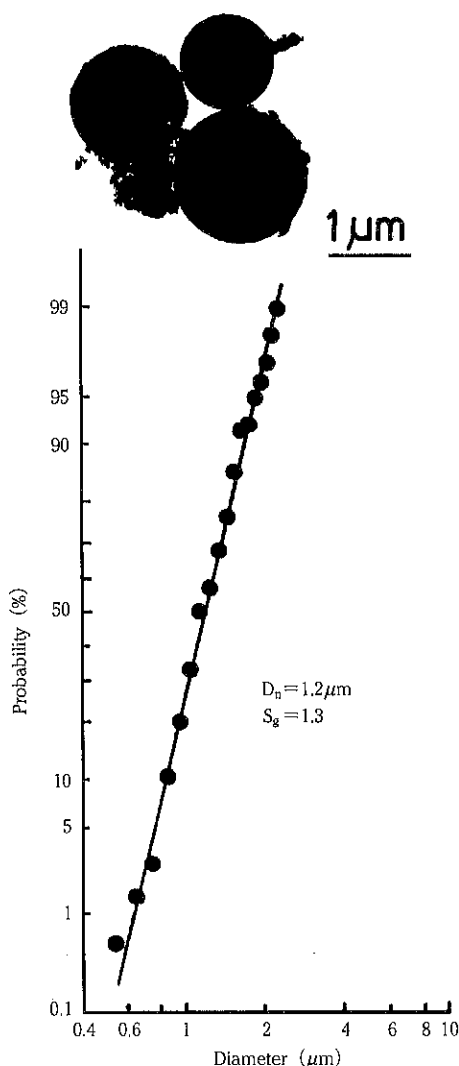


Fig.15 ラット肺門のリンパ節内のフライアッシュ粒子

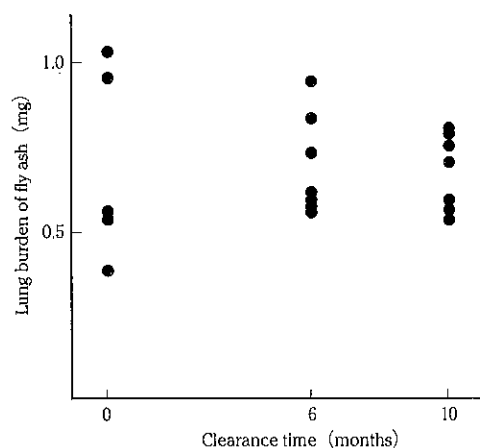


Fig.16 肺内に沈着したフライアッシュ量に対するクリアランス期間の効果

8. おわりに

生体影響について調査が必要な粉体の数に比して、吸入曝露実験はその設備や実験期間の長さなどの制約から調べられている数は非常に少ない状況である。今後は新素材として種々の粒子の開発、生産の増大が見込まれるが、それらの生体影響については不明であるものが多く、開発と併行してこれらについて明確にしておくことは重要であると思われる。

引用文献

- 1) International Commission on Radiological Protection (ICRP): Health Physics 12, 173 Pergamon Press (1966)
- 2) 日本産業衛生学会: 産業医学 36: 236 (1994)
- 3) Tanaka, I. and Akiyama, T.: Ann. Occup. Hyg., 28: 159 (1984)
- 4) Tanaka, I., et.al.: J. UOEH, 5, 423 (1983)
- 5) Matsuno, K., et.al.: Environ. Res., 41: 195 (1986)
- 6) Tanaka, I., et.al.: "Aerosols" (Ed. Israel) 216, Pergamon Press (1986)
- 7) Tanaka, I.: J. UOEH, 9: 361 (1987)
- 8) Kodama, Y., et.al.: Proceedings of XI Asian Conf. on Occup. Health (1986)
- 9) 田中勇武: 粉体工学会誌, 24: 101 (1987)
- 10) Kodama, Y., et.al.: Int. Symp. on Pneumoconioses (ed. Li, Y.) 131 (1990)
- 11) Kodama, Y., et.al.: Toxi. and Ind. Health, 7 (5/6): 433 (1991)
- 12) Tanaka, I., et.al.: J. UOEH, 4: 441 (1982)
- 13) Kodama, Y., et.al.: Biological Trace Element Res., 7: 1 (1985)
- 14) Horie, A., et. al.: Biological Trace Element Res., 7: 223 (1985)
- 15) Horie, A., et.al.: "Prog. in Nickel Toxi." (Ed. Brown) 41, Blackwell Sci. (1985)
- 16) Kodama, Y., et.al.: ibid., 81 Blackwell Sci. (1985)
- 17) Tanaka, I., et.al.: Biological Trace Element Res., 8: 223 (1985)
- 18) Tanaka, I., et.al.: Biological Trace Element Res., 9: 187 (1986)

- 19) Tanaka, I., et.al. : "Medichem '86" 451 (1986)
- 20) Tanaka, I., et.al. : "Toxi. of Metals" (Ed. Brown) Ellis Horwood (1987)
- 21) Tanaka, I., et.al. : Biological Trace Element Res., 16 : 19 (1988)
- 22) Tanaka, I., et.al. : "Inhaled Particles VI" (Ed. Dodgson) Perga. Pre. (1988)
- 23) Tanaka, I., et.al. : Biological Trace Element Res. 17 : 237 (1988)
- 24) 長修司 他 : ビタミンE研究の進歩(ビタミンE研究会編) 190 (1990)
- 25) 田中勇武 : 放医研シンボシリーズ No. 21, 59 (1991)
- 26) Haratake, J., et.al. : Inhalation Toxicology, 4 : 67 (1992)
- 27) Tanaka, I., et.al. : Nikel and Human Health : Current Perspective (Ed. E. Niebour & J. Nriagu), John Wiley & Sons, New York, 481 (1992)
- 28) Horie, A., et.al. : *ibid.*, 517 (1992)
- 29) Cho, S., et.al. : *ibid.*, 537 (1992)
- 30) Kodama, Y., et.al. : Biological Trace Element Res., 36 : 257 (1993)
- 31) Tanaka, I., et.al. : "Proc. of XI Asian Conf. on Occup. Health", (1986)
- 32) Igisu, H., et.al. : "Proc. of XI Asian Conf. on Occup. Health", (1986)
- 33) Tanaka, I., et.al. : Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 48 : 330 (1987)
- 34) 石松維世他 : 産業医科大学雑誌, 9, 379 (1987)
- 35) 石松維世他 : 産業医科大学雑誌, 10: 71 (1988)
- 36) Igisu, H., et.al. : Arch. Toxicol., 65 : 348 (1991)
- 37) Tanaka, I. and Akiyama, T. : Ann. Occup. Hyg., 31 : 401 (1987)
- 38) Kayama, F., et.al. : J. UOEH, 11 : 658 (1989)
- 39) Tanaka, I., et.al. : Int. Sympo. on Pneumoconioses (ed. Li) 166 (1990)
- 40) Tanaka, I., et.al. : Aerosol (Ed. Masuda) 1242-1245 (1990)
- 41) Tanaka, I. : Toxicology and Industrial Health, 7 (5/6) : 449 (1991)
- 42) Nambu, Z., et.al. : Jpn. J. Ind. Health, 34 : 140 (1992)
- 43) Tanaka, I., et.al. : Environ. Health Perspectives, 102 (Supp) : 215 (1994)
- 44) Tanaka, I., et.al. : Ann. Occup. Hyg. 38 (Supp) : 553 (1994)
- 45) Haratake, J., et.al. : Inhalation Toxicology 7 : 343 (1995)
- 46) Yokozaki, Y., et.al. : Toxicology and Industrial Health, 7 : 479 (1991)
- 47) Yamato, H., et.al. : Br. J. Ind. Med., 49 : 182 (1992)
- 48) Yamato, H., et.al. : "Health Risks from Exposure to Mineral Fibres" (Ed. Gibbs) Captus Univ. Pub., Canada, 264 (1993)
- 49) Morimoto, Y., et.al. : Occup. & Environ. Med. 51 : 62 (1994)
- 50) Yamato, H., et.al. : Occup. & Environ. Med. 51 : 275 (1994)
- 51) Yamato, H., et.al. : Environ. Health Perspectives, 102 (Supp) : 169 (1994)
- 52) 田中勇武 : エアロゾル研究, 6 (1) : 34 (1991)
- 53) 東敏昭, 田中勇武 : 粉体と工業, 23(9) : 54 (1991)
- 54) Tanaka, I., Higashi, T. : Health Risks from Exposure to Mineral Fibres (Ed. Gibbs) Captus Univ. Pub., Canada, 84 (1993)
- 55) Morimoto, Y., et.al. : *ibid.*, 264 (1993)
- 56) 森本泰夫 他 : 日本災害医学会会誌 41 : 386 (1993)
- 57) Morimoto, Y., et.al. : Br. J. Ind. Med. 50, 955 (1993)
- 58) Hori, H., et.al. : Occup. & Environ. Med. 51, 492 (1994)
- 59) Higashi, T., et.al. : Ann. Occup. Hyg. 38 : 489 (1994)
- 60) Fujino, A., et.al. : Int. J. Occup. & Environ. Health 1 : 21 (1995)
- 61) Tanaka, I., et.al. : J. UOEH, 12 : 37 (1990)
- 62) Tanaka, I., et.al. : Inhalation Toxicology, 13 : 101 (1991)
- 63) Tao, Y., et.al. : Int. Arch. of Allergy and App. Immun. 96 : 119 (1991)
- 64) Obata, H., et.al. : Am. Rev. Respir. Dis., 146 : 1553 (1992)
- 65) 田中勇武 : 粉体の健康影響, 粉体と工業, 22 : 42 (1990)

粉じん爆発の防止

榎本 兵治*
Heiji Enomoto

1. はじめに

わが国における粉じん爆発災害は、ここ十年來、特に少なくなってきたように見受けられる。IUPAC(国際純正・応用化学連合)第2回化学安全国際会議に提出された労働省産業安全研究所の松田東栄氏の論文から統計資料を引用し、1961年から1990年までの30年間に10年区切りで発生件数をみると、81,72,35件となっており、このことを裏付けている。これは、日欧米先進諸国のうちではずば抜けた成績であろう。関係各位の並々ならぬ努力の賜と敬意を表する次第である。

しかし、最近10年間について細かくみると、年別発生件数は1～8件と年によって大きく変動しており、また2～3年単位の小区切りの平均でもても明瞭な減少傾向が認められないなど、ここにきて行き止まった感がある。

同資料によると、着火源として溶接・溶断、電機設備の不良、裸火などのいわば防爆安全の初歩的原因が少なくなり、相対的に衝撃・摩擦火花や静電気が増加している。また工程別でみると、集塵、乾燥、輸送、貯蔵などのいわば確立された技術工程での災害が減少し、その他の工程と紛砕が増加している。すなわち、上記の成果は不注意による事故の防止や経験から生まれた安全対策の徹底などの成果であり、これは、爆発の恐ろしさの

理解や爆発防止対策の周知徹底などの安全教育によるものといえよう。換言すれば、一般労働者の意識・知識の向上によるものということになる。これに対し、安全教育の実施以外で、技術者自らの意識・知識の向上によるところは、残念ながら少ないように思われる。

そこで、災害ゼロを目指してさらに一步飛躍するためになにが必要かを抽出すると、技術者自らの意識の改革と知識の向上ということになる。すなわち、技術者の意識を対処療法から予防療法へと改革することが特に必要と考えられる。

いわゆる石油危機直後に燃料を重油から微粉炭に切り替えた一時期における急激な事故発生率の上昇や、ファイン化による技術革新が趨勢となった最近の一時期における事故の増加などは、技術者の意識が対処療法に終始してきたことを示している。対処療法は事故が発生して初めて機能するのであって、事故を未然に防止し、災害をゼロにすることに直接は役立たない。

重厚長大の技術社会ではひとたび完成された技術は長期にわたって利用できるため、対処療法によって安全性を高める方法も有効であった。しかし、多品種少量生産で、技術革新が日進月歩の今日においては、遭遇する場面は多種多様であり、経験だけでは対応しきれない。そこで、断片的即応技術の知識ではなく、現象の基本的理解に立脚した対応能力が、今後益々重要になると考えられる。このためには、粉じん爆発の支配機構や要因をまずもって理解し、その上で爆発危険性の評価

* 東北大学工学部 大学院工学研究科地球工学専攻
(〒980-77 仙台市青葉区荒巻字青葉)
Tel.(022)217-7384

並びに評価結果と防爆対策について理解を深めることが必要と考えられる。基本的理解が十分であれば、断片的な知識を有機的に整理し、生きた知識として何倍にも活用することができるし、また現場で遭遇する種々の問題についても正しい対応がとれることと考える。本稿は必ずしもこのような観点からまとめられていないが、本講はそのような観点からお聞きいただければ幸いである。

2. 粉じん爆発の概要

2.1 爆発発生条件

粉じん爆発とは、空間に分散・浮遊する粉じんの粒子群(これを粉じん雲という)中を伝播する燃焼反応によって、被害が想定される程度の圧力の上昇(0.1気圧程度)が認められる場合をいう。したがって、固体燃料を微粉にし、空間に分散させて燃焼させる場合(例えば微粉炭燃焼)の燃焼開始条件と粉じん爆発の発生条件とは実際上一つとみなしてよい。

燃焼の3要素(可燃剤、支燃剤、着火源)に対応させて爆発発生条件をまとめると以下のようである^{1,2)}。

(a) 可燃剤

微粉(一般には500 μ m以下)の可燃物であるが、低揮発分(VM10%以下)の石炭(無煙炭)やコークスは爆発しない。これは、粒子が熱分解や蒸発によって可燃性気体を発生し気相で燃焼反応が進行する物質に比べて、固体表面反応で燃焼する物質の反応速度が低いからである。金属粉じんのうち酸化物の沸点が金属の沸点より低いものは表面反応であるが、FeやTiなどは燃焼熱が大であり爆発する。金属の沸点が酸化物の沸点より低いもの(Al, Mgなど)は気相反応であり、爆発危険性は高い。また、爆発が発生するためには単位空間当たり存在する粉じん量(これを粉じん雲濃度という)がある範囲になければならず、低い方の限界値を爆発下限濃度、高い方を爆発上限濃度という。

(b) 支燃剤

殆どの場合酸素が対象となる。雰囲気中の酸素濃度が減少すると爆発の発生は次第に困難になり、爆発が発生するのに必要な酸素濃度の限界値が

存在する。これを爆発限界酸素濃度という。着火源がマッチや蠟燭の炎程度の大きさのものであれば、自然界に存在する多くの有機物質の爆発限界酸素濃度は14~16%である。

(c) 着火源

着火源には(1)火災や爆発等の火災、(2)溶接のトーチやマッチ等の裸火、(3)電気回路の短絡や回路切断等による電気火花、(4)高温固体表面、(5)静電気放電火花、(6)高温固体粒子、等があり、およそこの順で着火能力が大きい。爆発を発生させるためには着火源の温度あるいはエネルギーに限界値が存在する。これらをそれぞれ(最低)発火温度、最小着火エネルギーという。

2.2 ガス爆発との比較でみた粉じん爆発の特徴

ガス爆発との比較でみた粉じん爆発の特徴は可燃物が固体であることに起因する。すなわち、燃焼速度が遅いため、圧力の上昇速度は低いが高圧力が持続する時間は長く、爆轟への遷移は困難である。しかし、燃焼帯の幅は広くなり、実規模の炭鉱坑道での爆発実験によると、燃焼帯の幅は坑道の直径と同程度の大きさである。このため、高温にさらされる時間が長く、また、未燃焼の高温固体粒子が残るため、爆発後に火災が発生することが多い。さらに、気相反応形式をとる粉じんの場合、燃焼帯が通過後に残留する高温固体粒子から発生する可燃性気体の量が多いと爆発後の跡ガス中に多量の可燃性ガスが存在し、これが空気と混合して爆発性混合気を形成することがある。有機粉じんの場合、CH₄やH₂のほかにCO等の有毒ガスが発生するので、毒性にも注意がいる。

3. 爆発危険性評価^{1,2)}

爆発危険性には粉じんの性質としての危険性と装置あるいはシステムに内在する危険性とがある。後者については爆発が発生するための3条件(粉じん雲、酸素濃度、着火源)が同時に成り立つ時間確率で評価する方法が提唱されている。これは、個々の装置の安全性を危険確率で数値として評価することで危険性を認識するとともに、安全操業を行うためにはどのようなことに注意すべきか、どのような改良が効果的かの指針を与える。

粉じんの性質としての危険性には、爆発の発生
の容易さの危険性と、発生した爆発の激しさの危
険性とがある。前者に関する性質を着火特性、後
者に関する性質を強度特性という。これらはしば
しば同一のものと誤解されるが、前者は爆発が発
生し難い条件下での性質に関係し、爆発がより発
生し難い条件下で爆発するものほど危険性が高い
と評価するのに対し、後者は爆発反応の進行に最
適の条件下での性質を評価するので、基本的には
異なる性質を評価するものである。

Table 1に、着火特性と強度特性を評価するの
に、粉じんのどのような性質をもってするかを示
す。爆発下限濃度と上限濃度はこれ以下の濃度あ
るいはこれ以上の濃度の粉じん雲は爆発しないと
いう限界濃度である。後述のように、爆発下限濃
度は粉じんの着火・爆発危険性の相対評価の指標
に用いられる。着火温度はある程度の大きさの粉
じん雲が存在する空間の温度を上昇させていった
とき粉じん雲が発火する最低の温度であり、乾燥
器や粉体を空間に分散させて溶剤を分離する工程
等で必要とされる。最低着火エネルギーは、粉じ
ん雲のごく一部にエネルギーを与え、粉じん雲を
着火・爆発させるに要するエネルギーの最低量で
あるが、着火源の種類やエネルギーの与え方によ
って値は大きく異なる。一般には放電エネルギー
として測定されており、静電気の発生が懸念され
る場合に必要特性値である。爆発限界酸素濃度
は粉じん雲が存在する空間の酸素濃度がこれ未満
になるともはや爆発が発生しないという限界の酸
素濃度のことで、極めて爆発性が高い物質を取り
扱う工程ではしばしば窒素ガス等によって酸素濃
度を減じる方法が取られ、この場合に必要特性
値である。

強度特性のうち、爆発圧力は密閉容器中で爆発

した場合に発生する圧力であるが、爆発圧力は粉
じん雲濃度によって変化するので、その最大値を
最大爆発圧力といい、これを特性値とする。これ
は、耐圧防爆容器の設計等に必要な値である。圧
力上昇速度とは単位時間当たりの圧力の増加率の
ことで、平均値と最大値がある。またこれらの値
は粉じん雲濃度によって変化するので、それらの
最大値を特性値とする。最大圧力上昇速度の最大
値は、後述のように、爆発放散口の設計に必要な
値であり、また爆発の激しさの相対評価の指標に
用いられる。最適濃度とは爆発圧力が最大(最大
爆発圧力)となるときの粉じん雲濃度のことで、
爆発反応の観点から最適条件にある濃度であっ
て、防爆・安全の観点からは最も危険な濃度であ
る。火炎伝播速度は爆発の発生あるいは火炎の存
在を検知し、伝播する火炎に対して消火剤等を放
出することで爆発の伝播を抑制する装置の設計等
に利用される。小規模装置内での伝播速度は
10m/s程度以下であるが、助走区間が長いと爆轟
にまで発達することがあり、実規模坑道での炭じ
ん爆発実験では2000m/sの伝播速度が記録されて
いる³⁾。

その他の特性として堆積粉体の電気抵抗率と爆
発跡ガスを掲げた。これらを爆発特性に含めない
こともあるが、前者は静電気による爆発危険性を
評価する場合に有用である。また後者は、有機粉
じん爆発跡ガス中に可燃性ガスが多量含まれるこ
とがあり、これが空気と混合して爆発性混合気を
形成し、粉じん爆発に続いてガス爆発を起こす危
険性の評価と、跡ガスの毒性による危険性につい
て教えてくれる。

Table 2に、これらの諸特性に及ぼす影響因子
を示す。実作業時の安全性を評価するには、作業
条件からこれらの因子についての条件を明らかに

Table 1 粉じん雲の爆発特性パラメータ

着火特性	強度特性	その他
(1) 爆発下限濃度	(1) 爆発圧力	(1) 電気抵抗率
(2) 爆発上限濃度	(2) 圧力上昇速度	(2) 爆発跡ガス
(3) 発火温度	(3) 火炎伝播速度	
(4) 最小着火エネルギー		
(5) 爆発限界酸素濃度		

Table 2 爆発特性に影響を及ぼす諸因子

粉じんの性質	環境条件	空間条件
(1)種類	(1)粉じん雲濃度	(1)着火源の位置
(2)粒度	(2)酸素濃度	(2)着火源の強さ
(3)形状	(3)不燃性物質	(3)容器・空間の形状
(4)含有水分	(4)可燃性ガス	(4)容器・空間の密閉度
(5)含有不燃性固体	(5)初期圧力	
	(6)温度	
	(7)粉じん雲の均一性	
	(8)粉じん雲の流動状況	

し、その条件下での爆発特性値を求めることが必要である。しかし、これは容易でない場合が多く、したがって、次に述べる危険性の相対評価法が有用となる。

4. 爆発危険性の相対評価法¹⁾

着火特性の相対評価法に関する国際規格はない。わが国では、日本粉体工業技術協会規格⁴⁾があり、爆発下限濃度によって粉じんの爆発発生危険性の程度を相対的に評価する方法が規定されている。この方法では爆発性粉じんを3段階で評価し、爆発下限濃度が 35g/m^3 以下の粉じんの爆発危険性は最も高いランクに評価される。

爆発強度特性の相対評価法については国際標準化機構(ISO)による国際規格⁵⁾が制定されており、基準化した最大爆発圧力上昇速度で評価する方法が採用されている。この方法でも爆発性粉じんを3段階で評価する。国内でもISO規格に沿った規格の制定が検討されている⁶⁾。

5. 爆発特性パラメータ^{1,6,7)}

(a) 爆発限界濃度

Fig.1に爆発下限濃度と粉じん粒径との関係の例を示す。爆発下限濃度は粒径の減少とともに低下するが、粒径がある程度小さくなるとその影響も小さくなる。逆に、粒径が大きくなるとある粒度を境にして爆発下限濃度が急激に増加するようになり、ついには爆発しなくなる。すべての粉じんにこのような限界の粒径が存在する。図の例では $100\mu\text{m}$ より粗粒になると次第に爆発発生の危険性は低下し、 $250\mu\text{m}$ より粗粒のものは爆発しない。

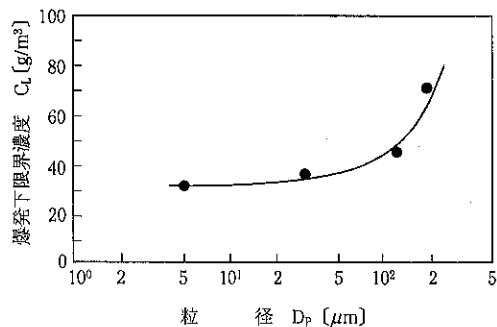


Fig.1 ポリエチレン粉じんの爆発下限濃度と粉じん粒径との関係

爆発上限濃度が知られているものは少ない。上限濃度は着火源の強さの影響を大きく受ける。着火源としてマッチやろうそくの炎程度の大きさのものをを用いた場合、炭じんのなかでは危険性が最大の幌内炭で 2800g/m^3 、Al粉やMg粉およびポテトスターチでは 8000g/m^3 以上である。

可燃性ガスが共存する場合(異相系混合気)の爆発下限濃度の変化の例をFig.2に示す。可燃性ガスが存在すると粉じんの爆発下限濃度は低下することがわかる。Fig.3に雰囲気中の酸素濃度の影響を示す。下限濃度に比べて上限濃度の変化が大きく、酸素濃度が上限濃度の決定要因であることがわかる。

(b) 発火温度

発火温度はその温度場に粉じん雲が存在する時間の影響を受け、また加熱方法の影響も受けるので、各種方法による測定値間に相関がないことが多い。従って、文献値の引用には特に注意が必要である。周囲に高温の熱源があり熱放射が大の場合

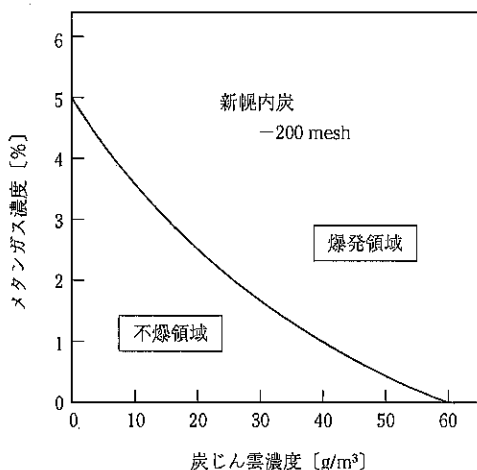


Fig.2 異相系混合気の爆発下限界
(炭じん-メタン-空気混合気の場合)⁸⁾

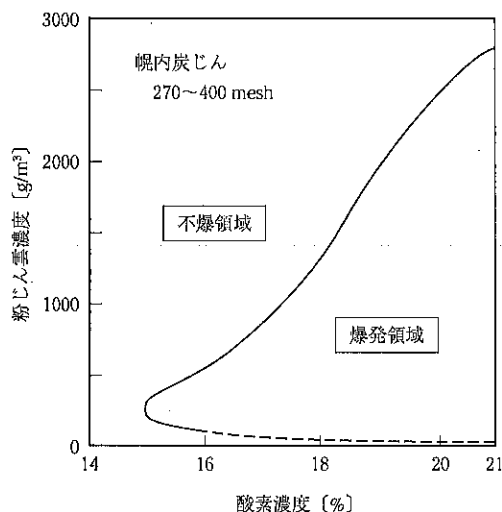


Fig.3 爆発限界に及ぼす酸素濃度の影響
(不活性ガスとして窒素を用いた場合)

合は雰囲気温度が低くても着火する。

(c) 最低着火エネルギー

Fig.4に着火エネルギーに及ぼす粉じん雲濃度の影響を示す。着火エネルギーは粉じん雲濃度が150~300g/m³で最小になる。Fig.5に、最小着火エネルギーに及ぼす粒径の影響を示す。Fig.1と酷似していることがわかる。着火エネルギーは着火のために与えたエネルギーとして測定されており、着火のために有効に利用されたエネルギーとして求められていないので、エネルギーの与え方によって測定値は大きく異なることがある。した

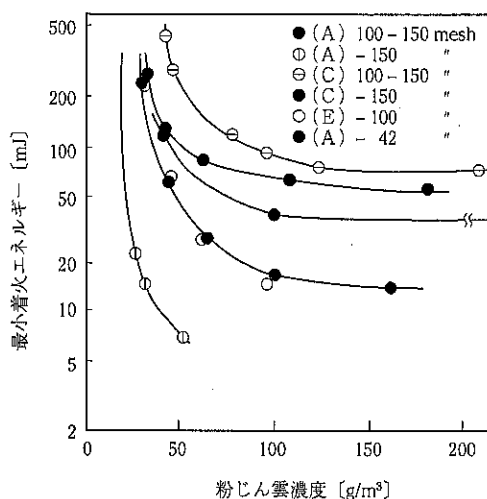


Fig.4 各種ポリプロピレン粉じんの着火エネルギーに及ぼす粉じん雲濃度の影響

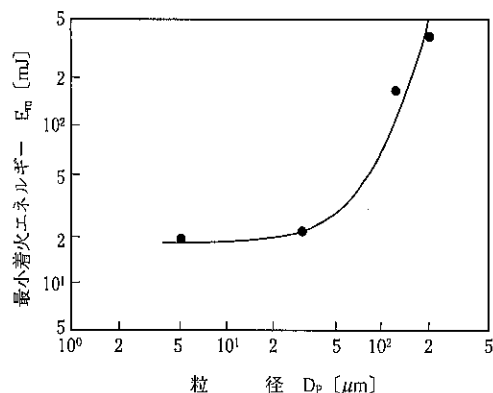


Fig.5 ポリエチレン粉じんの最小着火エネルギーに及ぼす粒径の影響

がって、絶対値の過信は禁物である。種々の点に配慮し、有効に利用される割合が現在最も高いと考えられる装置で測定された最小着火エネルギーが10mJ以下の粉じんは危険性が極めて高く、その取り扱い工程では何らかの積極的な対策が必要である。

(d) 爆発限界酸素濃度

Fig.3において、酸素濃度を減少させていくと粉じんの爆発濃度範囲は次第に狭くなり、ついには爆発下限濃度と上限濃度が合致する。このときの酸素濃度が爆発限界酸素濃度である。爆発限界酸素濃度は酸素濃度を低下させるために用いた不活性ガスの種類と着火源の強さの影響を受ける。不活性ガスとして窒素ガス、着火源としてマッチ

の炎程度の強さのものをを用いた場合、自然界に存在する多くの有機物質の爆発限界酸素濃度は14～16%，Al粉は10%である。

(e) 爆発圧力

粉じん爆発の最大爆発圧力は、一般にはガス爆発の場合より低く、多くの有機粉じんで数気圧以下であるが、装置内に気流の乱れがあると爆発は激しくなり、ガス爆発の場合と大差がなくなる。Fig.6に、乱れがほとんどない場合の爆発圧力の粉じん雲濃度による変化の例を示した。

(f) 圧力上昇速度

Fig.6に、内容積が10dm³の爆発試験容器での最大および平均圧力上昇速度の粉じん雲濃度による変化も示した。これらはほぼ同濃度(最適濃度)で最大となる。前述のように、最大圧力上昇速度は爆発の激しさの相対評価に用いられるが、圧力上昇速度も乱れの影響を強く受けるので、指定された装置・方法で測定しなければならない。また、圧力上昇速度は爆発試験装置の内容積の影響を受けるので、cubic lawと呼ばれる次式

$$(dp/dt) \cdot V^{1/3} = K(\text{一定})$$

により1m³の容積の場合に基準化したK値を用いる。K値はまた、爆発放散口の設計に用いられる。

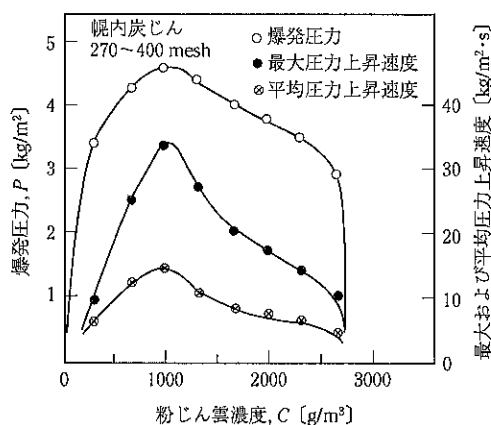


Fig.6 爆発圧力、平均および最大圧力上昇速度に及ぼす粉じん雲濃度の影響
(270～400mesh幌内炭じんの場合)

6. 爆発事故防止対策

爆発事故の防止対策としては、(1)爆発の発生を未然に防止する、(2)発生した爆発を初期の段階で抑制する、(3)被害の軽減化を図る、などがあげられる。

(1)についてはTable 1に掲げた当該粉じんの着火特性を知ることがなによりも大切である。そして危険性があると判断された粉じんについては、その程度と装置や作業条件等から、適切な対策を実施する。粉じんについては取り扱い粉体を粗粒にする、気相中に分散させない、水分を含ませたり不燃性粉じんを混合する、浮遊濃度が爆発限界外で作業する、集塵をする、清掃を慣行する、などが一般的な対策である。着火源については機器の保守点検の慣行、火器の使用制限、静電気発生の抑制と除電、異物の混入防止と除去、堆積粉体の自然発火防止対策、低い雰囲気温度下での作業、過熱防止、などがあげられる。また、酸素については雰囲気中の酸素濃度を爆発限界酸素濃度未満に減少させる方法があり、これは最も確実な防止方法であるため極めて危険性の高い粉じんの場合はこれ以外に有効な方法がないこともある。

(2)の初期段階での抑制については、火災あるいは爆発の発生を検知して消火剤に火災に向かって放出するなどにより、火災の発生あるいは伝播の途中で抑制する方法がある。

(3)は不幸にして爆発が発生した場合に被害を軽減させるための対策で、装置全体が破壊されるのを防ぐための爆発放散口の設置から、建屋内作業員の安全確保対策まで、多種多様な方法がある。

その他、工程の途中にスクリーコンベアやロータリーバルブを設けて、爆発の拡大を防止する方法も採用されている。

参考文献

- 1) 榎本兵治：粉じん爆発—危険性評価と防止対策—、オーム社(1991)
- 2) Enomoto, H. : Dust Explosions — Fundamental Concept, Proc. of the 2nd IUPAC-Workshop on Safety in Chemical Production (1993)
- 3) Cybulski, W. : Coal Dust Explosions and Their Suppressions, English Translation, U.S. Bureau

- of Mines, No. TF-73-54001 (1975)
- 4) 日本粉体工業技術協会規格 ASP 002-1991：粉じん爆発性試験方法 (1991)
 - 5) ISO 6184/1-1985 (E): Explosion Protection Systems-Part 1 : Determination of Explosion Indices of Combustible Dust in Air (1985)
 - 6) 産業安全研究所技術指針：可燃性粉じんの爆発圧力及び圧力上昇速度の測定方法，労働省産業安全研究所 (1994)
 - 7) Enomoto, H. and Matsuda, T. : Dust Explosibility in Pneumatic Systems, Chapter 19 , the Encyclopedia of Fluid Mechanics, vol. 4, Cheremisinoff ed., Gulf Publishing Co. (1986)
 - 8) Ishihama, W. : Studies on the Lower Critical Explosive Concentration of Coal Dust Cloud, presented at 11th International Conference of Directors of Safety in Mines Research, Poland (1961)

特許一言メモ No. 154

短くなった特許権の平均寿命(権利化特許の維持率)

特許庁は、特許権の利用と関連の深い「特許権の維持期間」について調査し、全特許権及び各技術分野別に解析した。

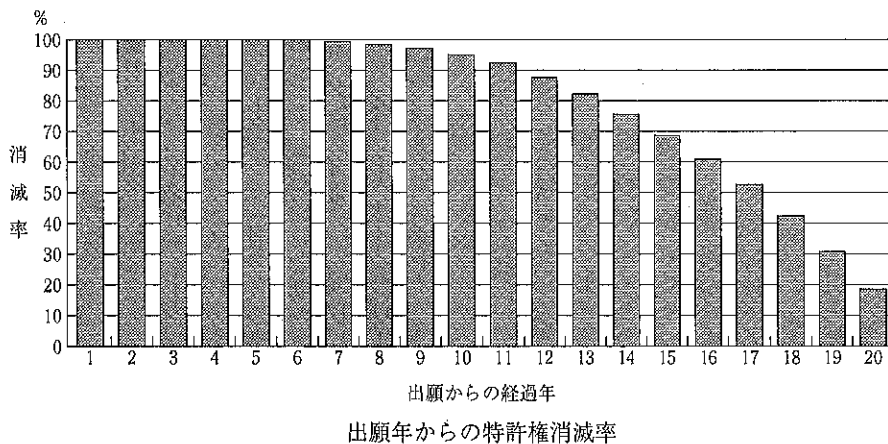
下図は、全特許権について特許権の存続期間である出願から20年間における権利消滅の割合を、昭和40年から60年(1965～1985年)の間に特許となったものについて調査し、出願からの経過年と

権利維持の関係を図示したものである。

この図から分かるように、出願から10年を過ぎた段階から一次関数的に権利が放棄され、存続期間限度まで維持される権利は、全体の19%であった。

(とっきょNo.286より抜粋)

(特許室)



クリーン化技術をめぐる微粒子の諸問題

江見 準*
Hitoshi Emi

1. はじめに

近年の生産活動が、高付加価値の多品種少量生産の時代に移行する中であって、従来より一層純度が高く、精密度の高い製品を製造する工程が増加している。特に、ギガビットメモリー時代を模索する半導体業界では、Fig.1¹⁾に示すような物質や要因が製品の歩留まりに影響を与えと考えられている。基板となるウェハ表面には、従来からの汚染物質である粒子、可動イオン、重金属に加えて、近年では有機物、水分、自然酸化膜、マイクロラフネスも汚染物質に含めるようになってきている。そして、汚染源としては、ウェハと接触する人間、大気、水、ガス、薬品、装置等が挙げられるが、従来ウェイトを占めてきた大気、人間に変わって、ガスや水、薬品、装置へと重点が移り、特に装置内の汚染制御が現在最大の問題となっている。

一方で、このような微細化・高性能化により製造技術の高度化、複雑化が、設備投資額を増大させており、このままでは半導体産業が、産業として成立しえなくなると危惧されている。このため、従来の技術レベルを維持・発展させながら、低コスト・省エネルギー化を行っていく必要がある。Fig.2は、清浄度クラス別の試算例である²⁾。垂直整流方式では、清浄度が上がるにつれて建設

コストと運転コストが大幅に増大していることがわかる。この流れを受けて、米国ではミニエンバイロメントと称される局所清浄化システムが、盛んに導入されている。

現在においても、歩留まり低下の70%以上は粒子であり、微細化が進行するにつれてその割合が増加している。このような状況において、クリ

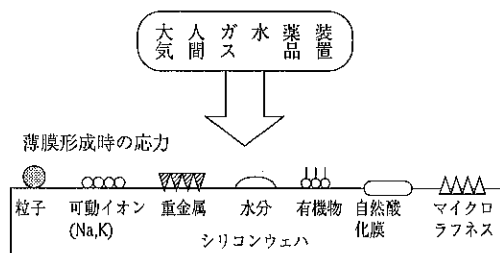


Fig.1 半導体素子に影響を与える要因とウェハ上の様々な汚染や状態

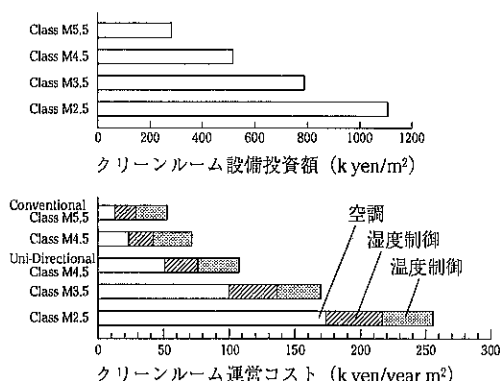


Fig.2 クリーンルームのクラス別建設コスト、運転コスト

* 金沢大学工学部 物質化学工学科
(〒920 石川県金沢市小立野2-40-20)
Tel. (0762) 34-4812

ーン化技術の動向を微粒子の諸問題、つまりここではナノサイズ粒子の捕集とエアフィルタの高性能化、付着粒子の乾式洗浄、クリーンルームの局所清浄化の動向等を取り上げ、微粒子制御の現状とクリーン化技術全体を含めた課題を以下に述べていく。

2. ナノサイズ粒子・イオンの捕集とエアフィルタの高性能化

2.1 ナノサイズ粒子とイオンの発生と捕集

Fig.3に示すように、およそ1nm以下が原子・分子領域であり、それ以上の物質を微粒子とおおまかに区別できる。両者の境界領域である1~10nmの範囲の物質をクラスタと呼ぶが、ここではナノサイズ粒子と称することにする。クラスタ(ナノサイズ粒子)は、構成原子のうち表面に存在する原子の割合が大きく、バルクの物質と大きく異なる性質を有しているため、フィルタで捕集する場合、どのくらいの大きさの物質が粒子として振舞い捕集されるかが焦点となる。

クリーンルームで使用されているHEPA,ULPAフィルタは、通常繊維径が1 μ m以下のガラス繊維からなっており、空間率は95%以上である。フィルタユニットは、この微細ガラス繊維からなる濾材をその間にセパレートして入れて折り込み枠にはめ込んだものである。空気は5cm/s以下の低風速で濾材面を通過するため、小さい粒子はブラウン拡散、大きい粒子は、さえぎり効果で捕集され、0.2 μ m前後に最大透過粒径が存在する。気中粒子の捕集機構は、液中粒子と異なり付着力が大きいので、いったん繊維表面に接触すると容易に飛散しないという前提に立っている。このため、

粒子の捕集は、慣性、重力、ブラウン拡散、さえぎりなど、気流から粒子が繊維表面に到達するか(衝突確率)に注目すればよいことになる。しかしながら、ナノサイズ粒子が、ガス分子と粒子の遷移領域にあることを考えると、繊維表面に衝突しても跳ね返る確率を考慮する必要がある。

ナノサイズ粒子の捕集機構を明らかにする上で、まず最初に単分散のナノサイズ粒子を発生、測定することが必要となる。そこで、蒸発凝縮法によりナノサイズ粒子を含む粒子を発生させて荷電した後、Fig.4に示すDMA(differential mobility analyzer)²⁾で分級する。このDMAは、シースエアを大流量にして滞留時間を短くすることにより、内部での拡散沈着による損失を極力抑える工夫がなされている。Fig.5は、銀粒子をこのナノメータサイズ用DMAにより分級した結果である。1nm以下まで分級できており、炉内温度の上昇とともに粒径分布が大粒径側にシフトしている。しかし、Fig.6に示すようにキャリアガスである窒素ガスのみを荷電装置に通過させても、粒子と思われる物質が検出されている。これは、窒素中に含まれる不純物ガス分子のイオンが検出されているためと考えられる。

さらに、このナノサイズ粒子・イオンを含む混合物を円管に通して透過率を測定した結果が、Fig.7である。粒子がブラウン拡散で捕集される場合には、沈着パラメータ β のみの関数で表され、図中では実線で示してあり、3nmでは、ほぼ理論線に沿っているが、2nm、1nmと小さくなるにつれて理論線から徐々に外れており、表面での跳ね返りを考慮する必要がある。このように、2nm前後が従来の粒子として取り扱える下限の大きさとして1つの目安になる。

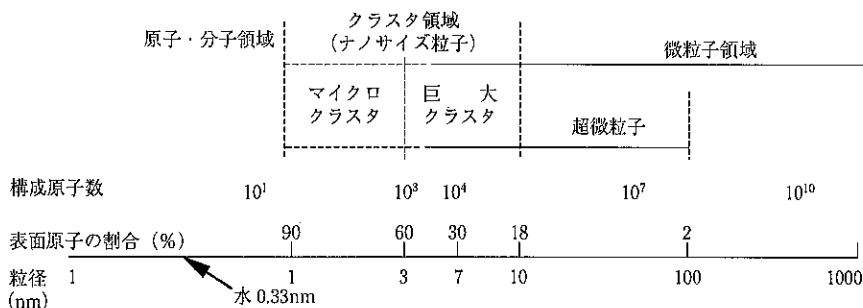


Fig.3 クラスタ(ナノサイズ粒子)・微粒子のスケール

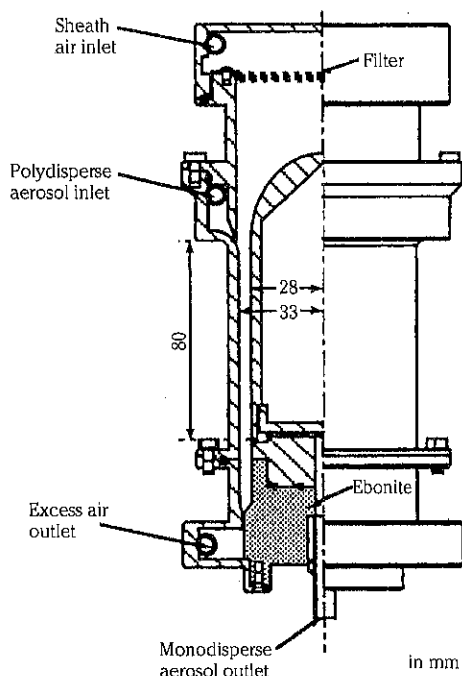


Fig.4 ナノメートルサイズ粒子用DMA

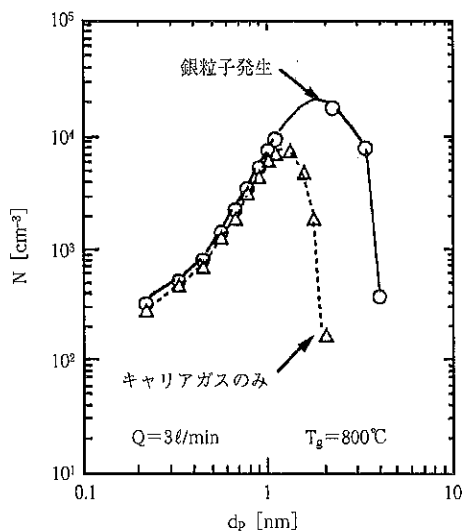


Fig.6 分級された粒子とイオンの濃度の関係

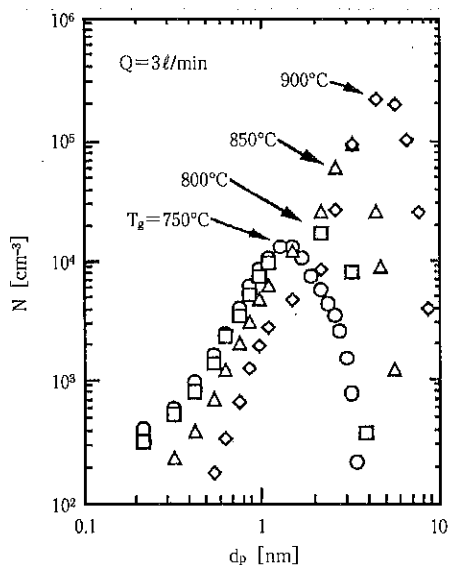


Fig.5 ナノメートルサイズ粒子用DMAで分級された銀粒子の個数濃度

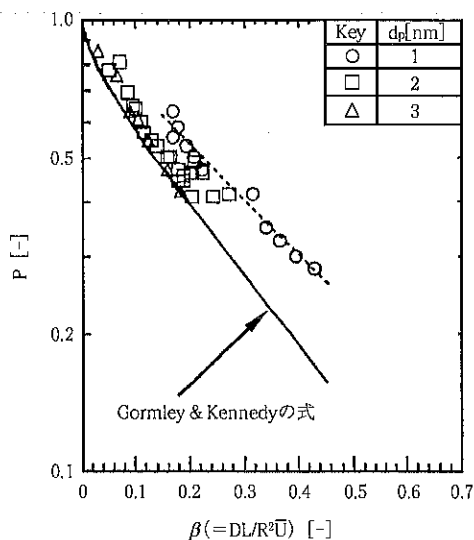


Fig.7 円管内のナノサイズ粒子の透過率

2.2 ナノサイズ粒子の繊維層フィルタによる捕集⁵⁾

単分散のナノサイズ粒子が発生できるようになったことから、従来測定できなかったPeclet数(Pe)が1より小さい領域での繊維層フィルタの単一繊維捕集効率 η を得ることができる。そこで、3nm以上のナノサイズ粒子を用いて、フィルタの透過率を測定した結果をFig.8に示す。使用したフィルタは、繊維径、繊維間隔が一定の金属ワイヤーからなるモデルフィルタである。Peが大きいところで、実線の数値計算の値が実測値の2倍ほど大きくなっているが、Peが0.3以下で計算値、実測値ともに繊維間隔 h_f と繊維径 d_f の比(h_f/d_f)に収束していることがわかる。このことは、低Pe領域では従来の拡散による捕集の推定式($\eta = 2.7Pe^{-2/3}$)⁶⁾が適用できないことを意味している。次に、実際のフィルタろ材について透過率を測定し、同様に対数透過式から求めた単一繊維捕集効率とPeの関係を示している。Pe<10において、実測値は数値計算および推定式の結果とのずれが大きくなるが、Peが小さくなると計算線に漸近する傾向が見られる。今後、繊維径の分散、繊維充填の不均一性等を考慮した実フィルタの捕集効率の推定式を構築する必要がある。

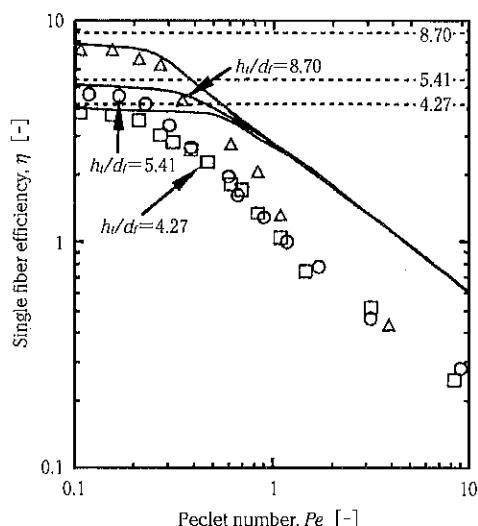


Fig.8 繊維間隔 h_f と繊維径 d_f の単一繊維捕集効率に対する影響(ワイヤスクリーン)

2.3 フィルタの高性能化

フィルタの基本性能の高性能化は、高捕集効率・低圧損を達成することである。このため、静電気力を利用したエレクトレットによるHEPA, ULPAフィルタ等の開発が試みられている⁷⁾。また、静電気力を利用せずに高性能化を達成するためには、繊維径をできるだけ細くすることが重要である。近年では繊維径が $0.1\mu\text{m}$ を下回るフィルタが市販されている⁸⁾。このフィルタのろ材は、平均繊維径は $0.094\mu\text{m}$ のPTFEメンブレンを両側から不織布で挟み込んだ構造となっている。

また、ろ材をPTFEとした背景には、基本性能の向上のみならず、フィルタ濾材からのボロン汚染に代表される構成材由来の汚染の問題がある。HEPA, ULPAフィルタに使用されているガラス繊維は、ホウケイ酸ガラスからなっており、常温で気体としてボロンを生成することが知られ⁹⁾、HFガスが触れるとさらに大量のボロンが BF_3 として、発生する¹⁰⁾。また、フィルタの接着剤からも様々な脱ガス物質が検出されている^{11), 12)}。このように、エアフィルタは、クリーンルーム中で大量に使用されているため、基本性能の向上だけでなく、脱ガス量の少ない材料への要求が高まっている。また、従来捕集効率の試験粒子に用いられてきたDOPは、微量ながらフィルタから揮発し

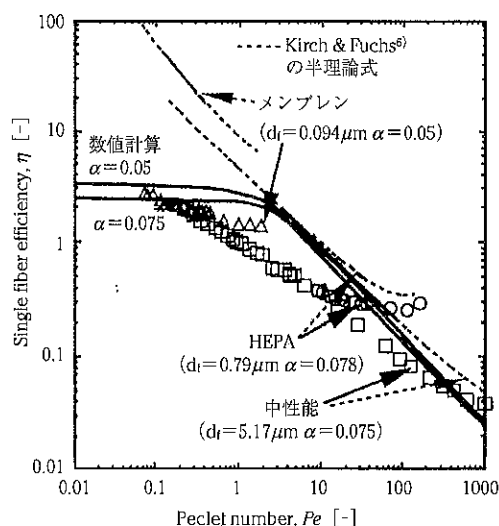


Fig.9 実際のフィルタろ材の単一繊維捕集効率の比較(中性能, HEPA, メンブレンフィルタ)

ウェハを汚染する恐れがあるため、DOPに代わる試験粒子が検討されている¹³⁾

3. パルスエアジェットを用いた乾式洗浄法¹⁶⁾

ウェハやLCDガラス基板の表面に付着した粒子の除去には、各種薬液に浸漬するあるいは薬液を表面にスプレーするといった湿式洗浄が行われている。しかしながら、湿式洗浄には薬液による重金属、有機物の二次汚染や、リンス・乾燥工程が加わることによる工程の複雑化等の問題がある。将来的には、薬液、純水を極力用いない乾式への移行が望まれる。そこで、高速気流を間欠的に被洗浄表面にあてるパルスエアジェットの有効性を検討した。

Fig.10に示すような実験装置で、矩形ノズルから電磁弁を開き100～500kPaの圧力でジェットを

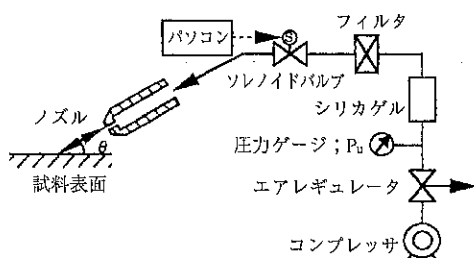


Fig.10 パルスエアジェットによる粒子除去装置

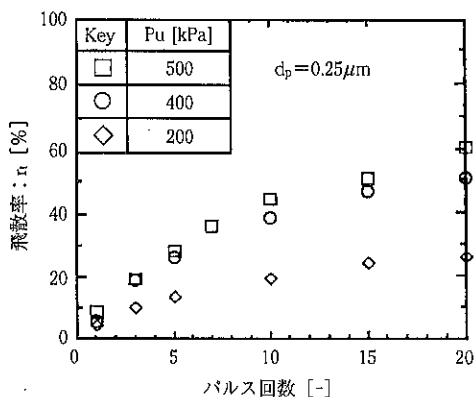


Fig.12 粒径 $0.25 \mu m$ のPSL粒子の飛散率

試料表面に噴射して粒子を除去する。Fig.11はPSL粒子を重力沈降と慣性衝突で付着させた場合の飛散率を比較している。いずれの場合も、粒径 $1 \mu m$ の粒子が噴射回数10回で80%程度除去されていることがわかる。付着直後では、慣性衝突の方が明らかに除去しにくいだが、19時間経過後は両者の飛散率はほぼ等しくなっている。これは、粒子の付着が19時間程度で準安定状態に移行するためと考えられる。また、粒径 $0.25 \mu m$ でも20回の噴射回数で最大60%程度飛散しており(Fig.12)、サブミクロン粒子の除去に有効に働くことがわかる。さらに、付着力と流体抗力の比からなる無次元飛散パラメータ F^* を導入し、Fig.13に示すように F^* がほぼ等しい条件では、飛散率の変化がほぼ一致する。このことから、平滑表面からの球形粒子の飛散率を F^* により推定することができる。

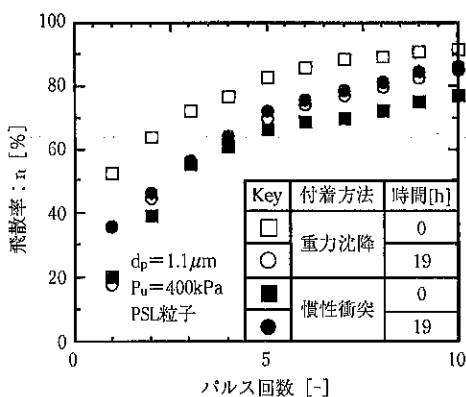


Fig.11 飛散率に対する付着方法の影響

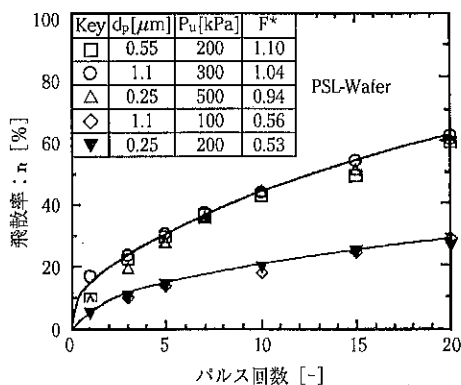


Fig.13 F^* の等しい条件での粒子の飛散率

4. クリーンルームシステムの最近の動向

清浄環境を作り出す設備としてのこれまでのクリーンルームは、ある意味では空気清浄化の技術として成熟化したと言える。しかしながら、ギガビット時代に入り更に微小な粒子を低濃度に抑えようとする、従来の全面垂直整流方式では、巨額なイニシャル及びランニングコストがかかる。そのため、Through-the-wall方式を採用したクリーントンネル方式がかなり普及している (Fig.14)。この方式は、搬送ラインとメンテナンス領域を壁で仕切り、清浄空気は、ファンフィルタユニットで供給している。装置間のウェハの搬送はロボットによって行う、従来方式より、清浄度の維持は容易で低コストである。

一方米国では、1993年あたりからミニエンバ

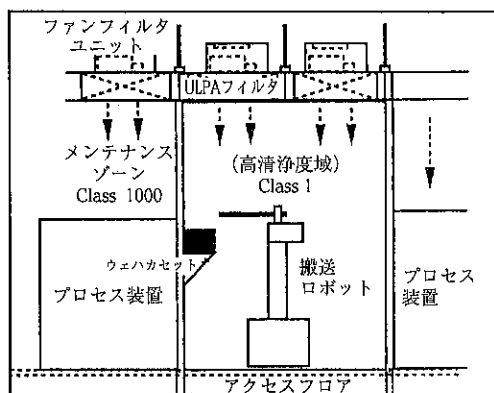


Fig.14 Through-the-wall方式

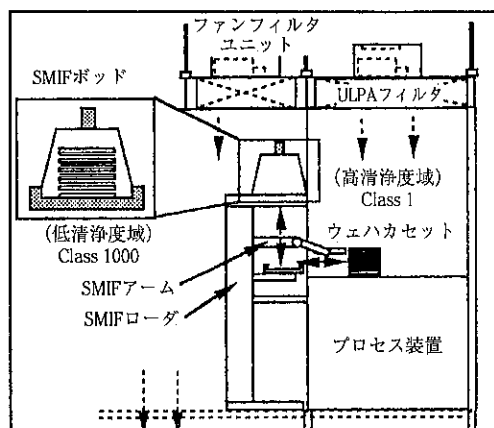


Fig.15 ミニエンバイロメントシステム (SMIF方式) の1例

イロメント (Mini-environment; ME)¹⁷⁾と称されるシステムがにわかに脚光を浴びている。MEは、製品を汚染と人から隔離するために囲んで取り囲まれた局所環境と定義される。Fig.15は、その1例を示す。Through-the-wall方式と局所清浄化という点では似通っているが、装置全体を作業、搬送領域と完全に隔離しており、さらに高清浄度を狭くできる。ウェハの充填されたキャリアカセットは、SMIFボット¹⁸⁾と呼ばれる容器に密封されて装置間を搬送され、高清浄度の装置領域でボットから出される。Fig.16の実測例¹⁸⁾が示すように、MEの外ではクラス100程度であるが、内部では常にクラス1以下を保持できている。

このように、人、環境からの粒子汚染を防止する上では絶大なる効果を発揮し、低コストを実現できるように見えるが、前述のような利点の一方で以下のような技術的課題が残る。(1). 装置のレイアウト変更及びメンテナンス時に柔軟性がない。(2). 内部から突発的に発塵が起きた場合に、従来の希釈効果が期待できないため、かえって粒子汚染が深刻になる。(3). 制御空間の容積に対する内部表面積が大きくなるため、閉鎖空間内の構成材からの脱ガス物質による汚染対策が必要となる。(4). ボットを洗浄する工程が増える。局所清浄化システムを考案し導入するには、従来のクリーン化技術の意識からの大胆な転換が必要であり、今後より高度で低コスト省エネルギーの局所

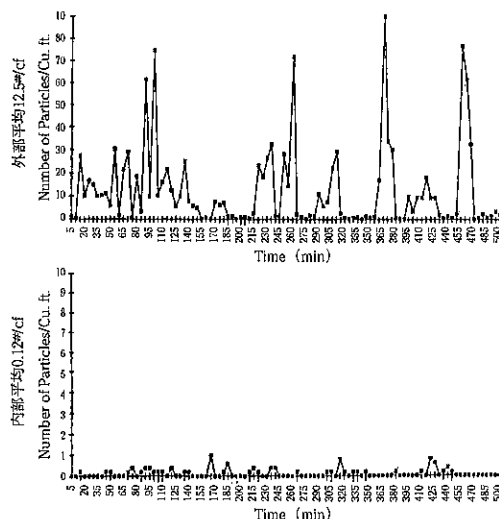


Fig.16 MEの外部と内部の粒子濃度 (>0.1 μ m) の比較

清浄化システムを構築して行くことが至上課題である。

5. おわりに

以上、気中の微粒子に限定して、クリーン化技術に関わる現在の技術動向、問題点、課題について概説した。微粒子の問題は、液中やプロセス装置内の減圧状態での粒子の発生・挙動など数多くある。これらについては、機会を改めたいと思う。

参考文献

- 1) 薮本周邦：エアロゾルテクノロジーシンポジウム—先端産業における表面汚染とその周辺の問題—テキスト，日本エアロゾル学会（1992）
- 2) 諏訪好英：Break Through, 5号（1993）
- 3) Winklemayr, W. et al. : J. Aerosol Sci., 22, 289（1991）
- 4) Gormley, P. G. and Kennedy, M. : Proc. Roy. Irish Acad., 52-A, 163（1949）
- 5) 趙相俊：エアフィルタユニット構造の最適化

- と超微粒子用高性能ろ材構造の検討，金沢大学大学院自然科学研究科博士論文，170（1995）
- 6) Kirch, A. A. and Fuchs, N. A. : Ann. Occup. Hyg., 11, 299（1968）
 - 7) 安藤勝敏ほか：第9回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集，209（1990）
 - 8) 田中修ほか：第13回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集，199（1995）
 - 9) Stevie, F. A. et al. : J. Vac. Sci. Technol., A9（1991）
 - 10) Konishi, et al. : Int. Symp. Phys. & Failure Analysis of IC,（1989）
 - 11) Mori, E. J. et al. : Proc. of IES, 355（1994）
 - 12) Mori, E. J. : Microcontamination, 10, 35（1992）
 - 13) 大塚一彦ほか：第13回空気清浄とコンタミネーションコントロール研究大会予稿集，211（1995）
 - 14) Otani, Y. et al. : Aerosol Sci. Technol., 23, 665（1995）
 - 15) Schicht, H. H. : Proc. of IES, 373（1994）
 - 16) 池田光信：第23回超LSIウルトラクリーンテクノロジーシンポジウム予稿集，78（1994）

特許一言メモ No. 155

参考文献のデータベースに取り組む特許庁

特許庁はコンピューターソフトに関係する学術論文やマニュアルなどの参考文献を電子化したデータベースの構築に来年度から取り組む。来春に予定しているソフト特許の審査基準の改定を機に出願の急増が予想されており、様々な分野にまたがるソフト特許の審査を迅速に進めるのが狙い。

参考文献のデータベースは出願されたソフトの内容には新規性があるかどうかを審査官が判断するのに使う。ソフトは通常の機器などと比べ開発のペースが速いうえ、対象が金融、保険、科学技術など広範囲にわたるため、個別の文献に頼ったこれまでの方法では膨大な出願をさばききれないと判断した。

新基準の運用をすでに始めた米国のようにソフトの文献情報を広範に扱う民間企業のデータベースが日本にないことから自前でデータベースを作ることにした。特許庁が特許文献以外のデータベースを用意するのは初めて。

ソフトの特許は現在はソフトを組み込んだ機器や装置に限定しているが、来春発効の新基準ではソフトを記録したフロッピーディスクやメモリー（記憶素子）などの記憶媒体も対象に加わる。新基準のもとで出願件数が急増するとみられ、特許庁は対応を迫られている。

（日経8.8.19より抜粋）

（特許室）

高温ガスの集塵技術

牧野 尚夫*

Hisao Makino

1. はじめに

高温ガスは、化石燃料の燃焼や各種工業プロセスで発生するが、それ自体大きな顕熱を持つので、エネルギー的に利用価値が高い。しかし、通常はガス中に大量の粒子状物質を含んでいるため、集じん器の操作可能温度まで冷却し除塵した後に利用され、十分なエネルギーの回収が図れない場合が多かった。

電気事業を例にとれば、石炭を利用した次世代の高効率発電技術である加圧流動床燃焼複合発電や石炭ガス化複合発電においては、燃焼ガスで直接ガスタービン駆動して発電するため、高温集塵は、その操作可能温度によって、システム全体の発電効率を左右するキーテクノロジーであると考えられている。Table.1には高温集塵技術の開発および研究対象を調査した結果を示す¹⁾。石炭利用発電技術を中心に、鉄鋼、焼却炉など多くの分野で高温集塵技術の開発が望まれている。

本論では、高温集塵技術の必要性和研究開発の現状および今後の研究展開について、火力発電技術を中心に概説する。

2. 火力発電分野における高温集塵の必要性

1950年代に火力発電所の集塵対策として電気

集塵器が採用されて以来、重油火力、石炭火力を問わず、ほとんどの火力に電気集塵器が利用されてきた。電気集塵器のタイプとしては、1970年代に至るまでは、重油火力、石炭火力のいずれにおいても140～160℃の温度範囲で操作される低温電気集塵器が使用されてきた。しかし、電気集じん器の集塵効率が、Fig.1に示すように、捕集される粒子の電気抵抗によって大きく異なる上、石炭灰の電気抵抗は、Fig.2に示すように従来の電気集塵器の操作温度である150℃よりも高温条件で低下し、300℃付近で最適集塵域に入るため、この特性を利用した高温電気集塵器が開発されるようになった。現在では、我が国の石炭火力のいくつかのユニットにおいて、350℃程度で操作される高温電気集塵器が稼動している。

一方、新たに高温集塵技術を開発する必要性が生じているのが、高発電効率を持つ方式として現在開発中の加圧流動床燃焼複合発電(PFBC)および、石炭ガス化複合発電(IGCC)用の集塵技術である。高効率発電技術は、燃料使用量を少なくできるため、排出CO₂量の低減も可能であり、最近の化石燃料の枯渇化や、大気中CO₂濃度上昇に伴う温暖化が懸念されるにつけ、鋭意開発が進められている。

Fig.3に加圧流動床燃焼複合発電システムの概要を示す。石炭は加圧流動床燃焼器にて燃焼されるが、低温(約850℃)燃焼のためNO_x生成量は低く、また炉内に石灰石やドロマイトなどの脱硫剤を注入することにより炉内脱硫も可能となり、脱

* (財)電力中央研究所 横須賀研究所 エネルギー化学部
(〒240-01 横須賀市長坂2-6-1)
Tel.(0468)56-2121

Table.1 高温集塵技術の研究・開発対象

対象設備, 粉塵, ガス組成等	温度(℃)	圧力(ata)	備 考
CO ₂ , H ₂	500	20	電 力
C, S, N 他	500-800	10-20	電 力
フライアッシュを含む排ガス	850	14	重 工
還元性ガス(H ₂ , CO)	400-850	10-30	重 工
石炭ガス	450	25	重 工
石炭燃焼ガス	860	11	重 工
石炭ガス(生成ガス, 燃焼ガス)	800-1000	10-25	重 工
燃焼排ガス(重油, 石炭等)	800-1200	1	重 工
ボイラー火炉出口での高温集塵	—	—	重 工
加圧流動層, ガス化, アルカリ金属酸化物等	1000-2000	1-10	研究機関
N ₂ , CO ₂ , CO, O ₂ , SO ₂ , N ₂ , H ₂ , H ₂ S	700-1000	1-20	研究機関
CO 20%, H ₂ 10%, CO ₂ 10%, H ₂ 5%	800	1-3	製 鉄
—	500-1500	1-3	製 鉄
コークス炉 ほか	700-900	—	製 鉄
炉頂ガス, 高炉原料用ダスト	200-400	—	製 鉄
ペレット製造設備, 廃棄物焼却排ガス製品回収	180-380	1	化学会社
SO ₂ , HCl, NO ₂ , CO ₂	200-1000	1	集塵機メーカー
—	400-500	1	集塵機メーカー
石炭燃焼ガス	800	16	集塵機メーカー
—	100-300	1	集塵機メーカー
CO等を含む可燃ガス	> 600	2-3	集塵機メーカー
CO ₂ , SO ₂ , ゴミ焼却ガス	350	1	集塵機メーカー
CO ₂ , CO, H ₂ O等	800-1000	1	集塵機メーカー
ゴミ焼却排ガス	> 300	1	集塵機メーカー

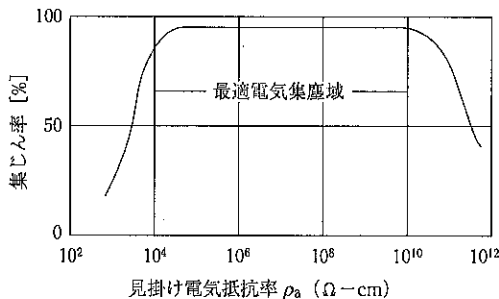


Fig.1 粒子の電気抵抗と集塵性能の関係

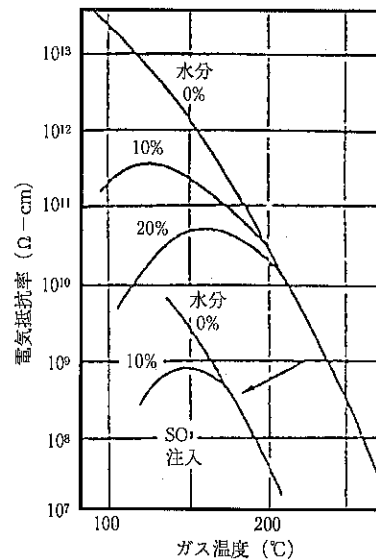


Fig.2 温度と粒子の電気抵抗の関係

硫・脱硝装置が省略できる非常にコンパクトな方式である。本方式では、この燃焼排ガスで膨張タービンを駆動させ、さらに廃熱を利用して蒸気タービンをも用いるため、発電効率を約41.5%（従来の微粉炭火力は約38.5%）にまで高められると予想される。この効率向上により、発電のために使用される石炭量は7%程度節約され、それに伴い排出されるCO₂量も、同様に低減させることができる。しかし、流動床燃焼ガスを直接ガスタービンに流入させて高効率化を図るためガスタービン保護の観点から、10気圧、850℃の状態で集塵をし、排出ばいじん濃度を10mg/m³N以下まで低下させる必要がある。

Fig.4には、石炭ガス化複合発電システムの概要を示す。本システムでは、まずガス化炉におい

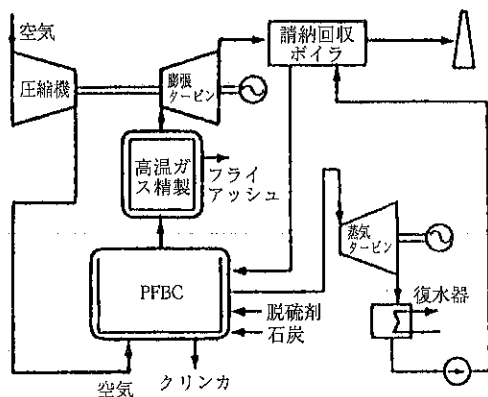


Fig.3 加圧流動床複合発電システム

て加圧(20気圧)下で石炭をガス化し、そのガスを燃焼させ高温・高圧のガスを発生しガスタービンを駆動するとともに、廃熱を蒸気タービンで利用し高効率化を図る方式である。ガスタービンの摩耗・腐食防止のため、ガスタービン入口までに、石炭ガス中の硫黄化合物と粒子状物質を除去する必要がある。システムの高効率維持のためには高温(500℃)、高圧(20気圧)の状態で集塵・脱硫を行う必要がある。本方式でも高温集塵は非常に重要となる。この場合も、集塵器出口ばいじん濃度は10mg/m³N以下程度が目標とされている。石炭ガス化複合発電においては、ガスタービン入口温度を加圧流動床燃焼複合発電以上に高くできるため、発電効率は43.5%とさらに高い値が見込まれている。そのため石炭使用量も従来の微粉炭火力に比べ約12%節約でき、CO₂排出量も同様の低減となる。

3. 高温集塵技術の性能

現在、高温場に適用を検討されている集塵方式としては、サイクロン、電気集塵器、粒子充填層集塵器、セラミックフィルタの4方式がある。但し、サイクロンは前置の粗集塵器としての利用がほとんどであり、通常は、他の方式と組み合わせて使用される。本節では、精密集塵器として利用される、サイクロン以外の3方式について技術開発の現状を述べる。

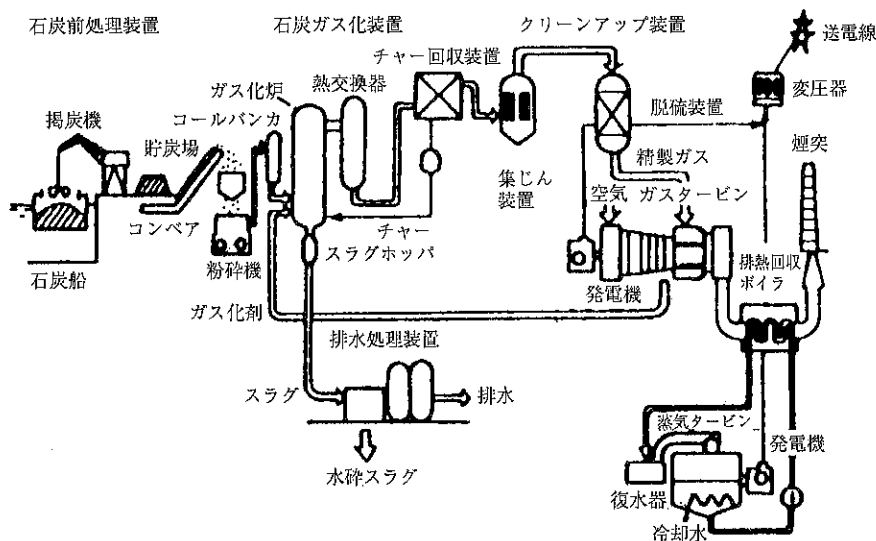


Fig.4 石炭ガス化複合発電システム

3.1 電気集塵器

電気集塵器では、捕集対象ばいじんの電気抵抗が高すぎた場合 ($10^{11} \Omega\text{-cm}$ 以上) は、火花頻発から逆電離を生じ、集塵効率の極端な低下を起こす。一方、電気抵抗が低すぎた場合 ($10^4 \Omega\text{-cm}$ 以下) は、一度、捕集されたばいじんが再び気流に巻き込まれるジャンピング現象を生じ、やはり集塵効率が低下する。

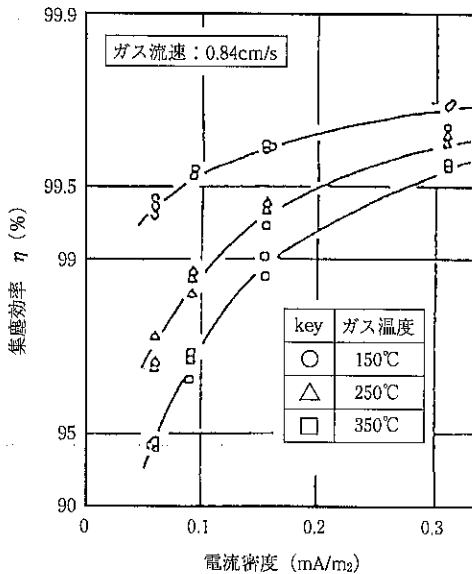


Fig.5 電流密度と集塵効率

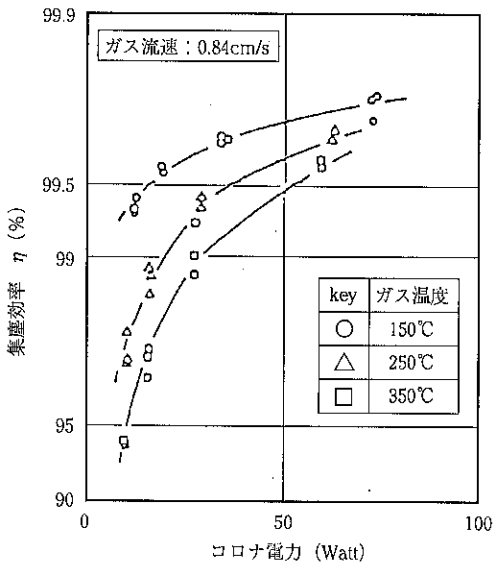


Fig.6 コロナ電力と集塵効率

Fig.5は、微粉炭燃焼灰集塵時の電流密度と集塵効率の関係を、温度をパラメータにして示したものであり、同一の電流密度条件では、温度が低いほど集塵効率が高くなった。ガス温度の上昇により放電電流が流れ易くなり、同一の電流密度条件では、電界強度が高温場ほど低下するためである。そこで、電気集塵器での消費電力であるコロナ電力と集塵効率の関係を検討すると、Fig.6のようになる。電流密度ほどの差異はないが、やはり高温集塵器の方が同じ消費コロナ電力では集塵効率が低くなるという結果を示した。本検討により、荷電が順調に行えた場合には、同一のコロナ電力に対して、低温電気集塵器の方が効率が良くなることが明らかになった。

一方、電気抵抗が高く、火花放電を頻発しやすい石炭灰においては、Fig.7に示すように低温電気集塵器は低いコロナ電力で火花放電を開始し、集塵効率も急激に低下する。これに対して、高温電気集塵器はコロナ電力の少ない領域における集じん効率は低いが、コロナ電力の大きな条件まで電界印加が可能であり、集塵効率も高くなること5)が示されており、高電気抵抗ばいじんに対する高温電気集塵器の適性が実証されている。高効率火力のダスト性状に対する適性を考慮すると、石炭ガス化チャーは主成分が導電性の炭素であり、電気抵抗が $10^3 \Omega\text{-cm}$ 程度と低いため電気集塵には

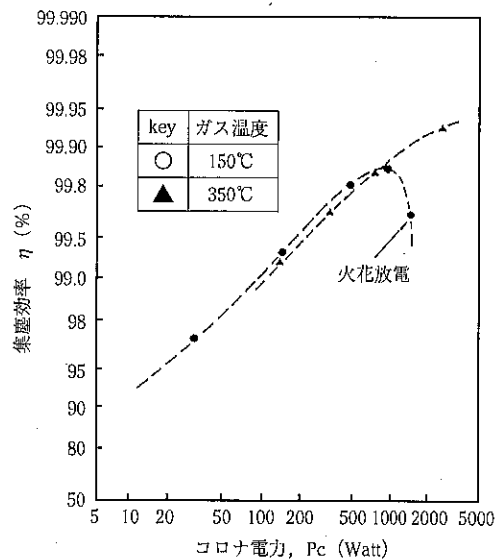


Fig.7 集塵機温度の集塵効率への影響

困難が伴う。また、精密集塵器入口においては、チャーの平均粒径は $1\mu\text{m}$ と細かいため、電気集塵器では、集塵性能の点から考えても、出口濃度条件を満たすことが難しいと考えられる。これに対し、加圧流動床燃焼器で発生するばいじんは石炭灰が主であり、低温(150°C)では電気抵抗が $10^{11}\sim 10^{12}\Omega\cdot\text{cm}$ と高くなるが、高温状態では電気抵抗を低くできるため、高い集塵性能が期待できる。さらに流動床燃焼ばいじんは、平均粒径も $10\mu\text{m}$ 程度と大きいため、加圧流動床燃焼器の精密集塵としては、適用の可能性があると思われる。既に、Cottrell Emironmental SystemやEssen大学などで検討が行われており、特にEssen大学では、一層の高温化を目指した 1200°C 条件での検討もなされている。

3.2 粒子充填層集塵器

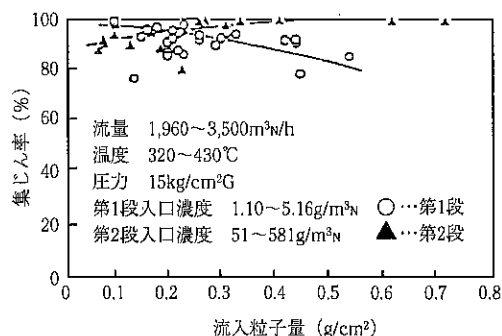
粒子充填層集塵器は、直径 1mm 程度以上の砂などの粒子を装置内に充填させ捕集体にするため適用温度範囲が広く、また腐食性ガスにも強い特徴を持つ。しかし、充填材の粒径を極端に小さくできないため、集じん性能があまり高くない。また、粒子充填率が非常に高く、捕集ばいじんがフィルタ入口近傍に集中的に堆積し、圧力損失の急激な上昇や捕集粒子の再飛散も問題となるので、多段式にするなどの配慮が必要である。

Fig.8にクロスフロー型の3段式充填層フィルタによりフライアッシュを捕集したときの集塵率の時間変化を示す²⁾。図において第1段集塵器では集塵の進行とともに再飛散のため集塵効率が減少しているが、第2、第3段目では逆に集塵効率が上昇し、多段式にすることが集塵性能向上に効果的であることがわかる。この形式では、十分な集塵性能を得るには大量の捕集体粒子を必要とするので、装置は大型となることが予想され、さらに充填粒子の再生法の確立も重要な課題である。本方式は、既に石炭ガス化複合発電組合が実施した石炭ガス化複合発電用パイロットプラントに採用され、所定の目標性能を達成している。

粒子充填層集塵器の集塵効率を一層向上させるため、充填層に電界を加える試みもなされている。

Fig.9は、粒子充填層集塵器と荷電粒子充填層集じん器の各粒径毎のばいじんに対する集塵効率

の差異を示したものである。いずれの条件でも粒径 $1\mu\text{m}$ 付近の粒子に対する集塵性能は低くなるが、電圧を印加し、処理ガス流速と充填材の移動速度を低下させるとともに集塵効率は上昇する。これらの結果から考え、粒子充填層集塵器は、加圧流動床燃焼複合発電方式に適用した場合、ばいじんの電気抵抗が高く、充填層への高電圧印加が容易なため、集塵性能の低さを荷電効果の併用で解決できる可能性があると思われる。本方式については、Delft 工科大学などで既に基礎検討が行われている。一方、電気抵抗が低い石炭ガス化チャーに対しては、集塵時に充填層を電流が流れ易くなるため、集塵性能に効果を及ぼすほどの十分な電圧印加が困難であり、適用し難いと考えられる。



(注)1段目充てん層は厚さ200mmであり、2段目は100mmと250mmの厚さの充てん層を、2層直列に配置したものである。また充てん粒子はシリカサンド(1,200, 920, 850 μm)である。

Fig.8 3段式粒子充填層フィルタの集塵率

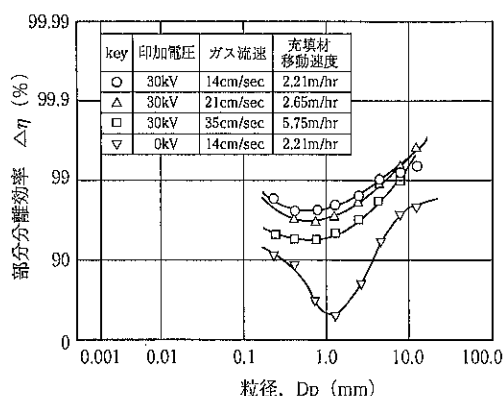


Fig.9 粒子充填層集塵機の効率に及ぼす電界効果

3.3 セラミックフィルタ

集塵用濾材として温度・腐食に強いセラミックを用いたものであり、バグフィルタと同様に織布あるいはフェルト状にしたものと、Fig.10に示す多孔質焼結体とがある。何れも、ばいじんの捕集性能は非常に高くでき集塵効率上の問題はない。しかし、織布では機械的特性や寿命などがFig.11に示すように常温に較べ格段に低下することが課題である。織布フィルタは、後述する多孔質とは比べものにならないほど圧力損失が低いという大きな利点を持つので、これらの改善が特に重要となる。フェルトも同様に、耐熱性や強度の改善が課題になっている。

多孔質焼結体はセラミックの超微粒子を焼結させて作ったフィルタであり、ポーラスフィルタ等と呼ばれ、強度も強く、現在、石炭利用複合発電システム用として最も積極的に開発が進められている方式である。集塵性能は、材料であるセラミ

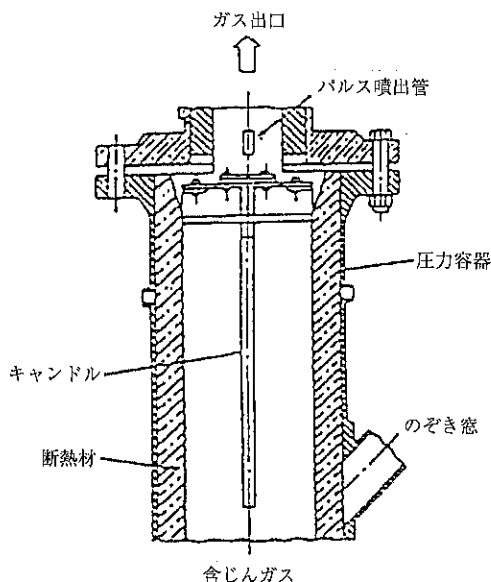


Fig.10 多孔質焼結体質セラミックフィルタ

ックス粒子を微細にすることにより非常に高くでき、Fig.12に示すように入口濃度に関わらず、集塵器出口では、ばいじんが計測されないほどの低濃度にもできる。しかし、逆に、焼結粒子を微細にするほど圧力損失が上昇するため、実際に集塵がなされるフィルタ表面だけを微細粒子で製作する、などの工夫が施されている。

ポーラスフィルタを連続使用する場合、集塵の進行とともにフィルタ表面に付着したばいじんの堆積層が厚くなり、圧力損失が上昇する。そこで、逆洗を行いフィルタ表面に付着したばいじんを払い落とす必要がある。Fig.13にはポーラスフィルタを逆洗しながら連続使用した場合の圧力損失の経時変化を示す。逆洗直後にも若干のばいじんがフィルタに残留するため、逆洗直後の圧力損

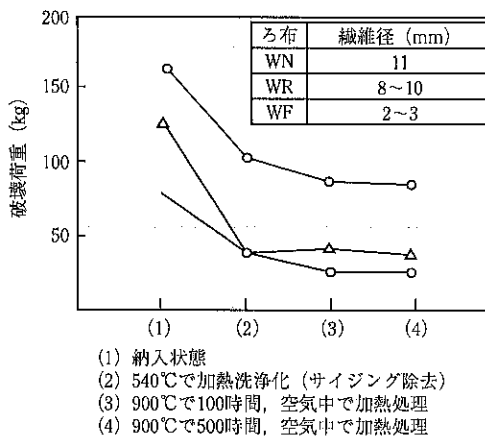


Fig.11 セラミック性織布の引っ張り強度

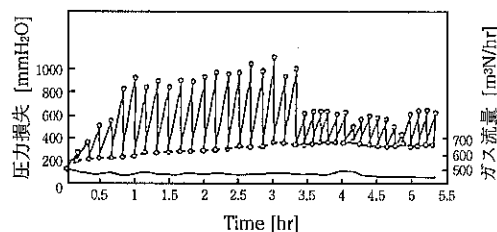


Fig.13 セラミックポーラスフィルタの圧力損失

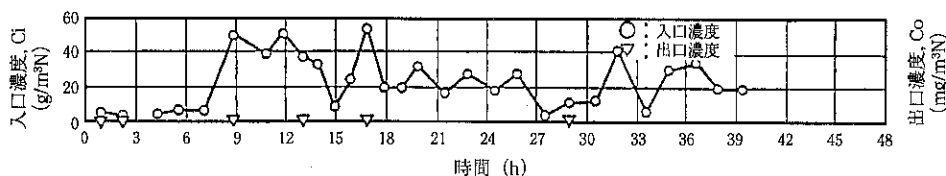


Fig.12 セラミックポーラスフィルタ集塵性能の経時変化

失も少しずつではあるが、逆洗の繰り返しにより上昇し、その傾向は特に集塵初期において顕著である。この圧力損失の上昇は長期間の使用により安定し、一定値に漸近するようにFig.13では見える。しかし、実際にはFig.14に示されるように完全に一定になることはなく、わずかながら上昇を続けると考えられる。本図は、逆洗直後のフィルタの圧力損失の変化を、付加圧力損失上昇係数として表したものであるが、逆洗回数の増加に応じて、上昇することが示されている。今後はこの残留ばいじんによるフィルタの目詰まりを抑制する技術、すなわちFig.14の傾きを小さくする技術などが非常に重要となり、それによってフィルタの連続使用可能期間も決定される。

また、加圧流動床燃焼複合発電においては850℃と非常に高い温度で集塵がなされるため、

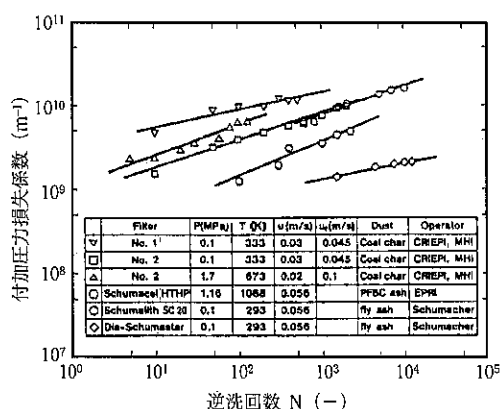


Fig.14 付加圧力損失係数に及ぼす逆洗回数の影響

Table.2 セラミックフィルタの問題点と対策

問 題 点	原 因	対 策	今 後 の 課 題
フィルタ割れ/ 強度低下	・ フィルタ表面堆積未燃分燃焼による熱衝撃	・ 未燃分の発生をO ₂ , COの変化で察知し逆洗を頻繁に実施	
	・ フィルタ下部での滞留未燃分燃焼による熱衝撃	・ 一部ガスを下流から上流へ循環させ未燃分の滞留を回避	
	・ 起動・停止によるガス温度変動で生じる熱衝撃	・ 昇温レートの制限	
	・ 逆洗によるガス温度変動で生じる熱衝撃	・ 熱衝撃を緩和できる最適システムの採用	・ 逆洗ガス導入部への蓄熱体の設置、逆洗用エジェクタ改善による同伴ガス量の増加などの逆洗ガスの昇温技術を用いた逆洗手法の開発
		・ 材質の変更	・ 熱衝撃に強い材質の開発
圧損上昇	・ ガス中不純物による化学的劣化	・ 材質の変更	・ 化学的に安定な材質の開発
	・ 集塵装置温度分布による熱応力	・ 保温の強化	
	・ ダストのフィルタ内侵入とフィルタ表面への付着堆積	・ 圧損上昇を抑制できる最適システムの採用	・ 逆洗ガス元圧、逆洗時間、逆洗サイクル、逆洗開始圧損などの逆洗条件の最適化
		・ ダスト性状の圧損上昇に与える影響の解明	

フィルタ本体だけでなくフィルタの装着部やシール部の耐熱性ならびにフィルタ逆洗時の熱衝撃なども考慮しなければならないし、アルカリ金属によるエロージョンの問題等も残されている。Table.2にはこれらの問題と現在実施されている対策および今後の課題⁷⁾を示す。まだ課題は十分に解決されていないものの、その集塵効率の高さ、システム操作の容易さなどを考えると、セラミックポーラスフィルタは、現在の所、高温用の精密集塵装置として最も有望な方式と言える。既に、石炭ガス化複合発電用には、前記パイロットプラントのバイパス系に設置され、加圧流動層床複合発電については、電源開発㈱若松総合事業所内でパイロットプラント試験がなされるなど、数多くの研究開発が実施されている。

4. おわりに

高温集塵技術は、現在の火力発電分野における最重要なテーマである高効率発電技術の開発に不可欠な課題として、鋭意検討が進められている。また、石油精製プロセスにおける流動接触分解の際の集塵、鉄鋼における転炉ガスの集塵などにも高温集塵技術の適用が望まれている。

近年の研究の流れからは、集塵性能が高く、操作の容易なセラミックポーラスフィルタが最も有望とされているが、目詰まりによるフィルタ寿命の問題など、まだ改善すべき課題も多く残されており、特に加圧流動層床燃焼複合発電への適用においては操作温度が非常に高いため、フィルタ本体

の割れ・劣化やシール部の損傷など重要な課題が残されている。加圧流動層燃焼器での生成ばいじんは、石炭ガス化炉に比べ粒径も大きく、電気抵抗も高いため、セラミックフィルタ以外の電気集塵器や粒子充填層集塵器あるいはその改良型の荷電粒子充填層集塵器なども適用の可能性があり、多くの方面からの研究開発が待たれている。

最後に、今後さらに高い温度での集塵が可能となれば、一層発電効率の高い発電システムを考案することも可能になるため、高温集塵技術の研究は、ますます重要になってくるものと思われる。

参考文献

- 1) 岡岡千嘉男；粉体と工業 27(7), 27(1995)
- 2) 岡岡千嘉男, 牧野尚夫；粉体工学会秋期研究発表会講演論文集(1991)
- 3) 牧野尚夫, 伊藤茂男, 渡辺正敏, 田中隆；公害と対策, 24(2), 117(1988)
- 4) 伊藤茂男, 牧野尚夫, 田中隆, 河村敏；エアロゾル研究, 5(2), 136(1990)
- 5) 出口義博, 八島政史；電力中央研究所報告 No.183048(1984)
- 6) 牧野尚夫, 永山伝, 渡辺正敏, 伊藤茂男, 田中隆；電力中央研究所報告 No.W87032(1988)
- 7) 南園貴広；粉体工学会平成6年度第1回高温集塵グループ会講演用資料(1994)
- 8) 静電気学会編；静電気ハンドブック, オーム社(1981)

バイオロジカルクリーン技術の実際

大熊 芳郎*

Yoshirou Okuma

1. はじめに

バイオロジカルクリーンルームは、昭和40年代に入って(1960年代の中頃)、米国の宇宙開発のアポロ計画に伴って開発された技術である。NASA(米国航空宇宙局)規格の要旨では「製品に対してある特定の規準値を満足するように、室内の温湿度および圧力制御を保つと共に、生物粒子および非生物粒子を制御する密閉室をいう」と定義されている。

この開発に端を発して、安全かつ快適環境の確保と共に、病院では院内感染の防止に、製薬工場では汚染防止による品質の安定と向上を目的に導入され、その対象は急速に各分野に広がり、これらの分野では現在欠かすことの出来ない設備となっている。

2. バイオロジカルクリーン化技術の適用範囲と推移

適用範囲

- (1) 病院等の医療施設
- (2) 医療用機器生産工場
- (3) 製薬、化粧品工場
- (4) 食品、醸造工業
- (5) 実験動物施設
- (6) 農畜産工業

*前ホソカワミクロン(株)取締役

(〒562 大阪府箕面市白鳥3-7-3-207)

Tel.(0727)28-0883

ここで、空調設備からバイオロジカルクリーンルームの、日本に於ける現在までの推移を振り返ってみたい。

暖房の歴史は古いが、冷房に関しては大正末期になって、井水冷房が徐々に取り入れられ始め、昭和6年に朝日ビルに始めてターボ冷凍機による冷房が実施された。翌昭和7年に南海高島屋デパートを始め、一般に限られた建物に姿を現し始めた。病院では昭和12年、東京通信病院の手術室の冷房が始めとされている。これ以後、戦前の病院は手術室、分娩室等部分的に冷房が行われた程度で、本格的な病院空調は戦後昭和30年代に入ってからスタートである。それも当初は、外来診療部と手術部だけで、病室、管理部門は暖房のみであった。国公立病院の全館空調は昭和45年以後である。この頃から院内感染の問題が唱えられ、無菌手術室の重要性がクローズアップされ始めた。昭和47年に大阪南病院の整形外科手術室に股関節置換手術のための、バイオクリーン手術室の第1号が誕生した。それ以後急激に増加し、現在では手術室は勿論、急性白血病、重症熱傷、免疫欠損患者を対象にした無菌病室の必要性が取り上げられ需要は増加の一途を辿っている。

一方医薬品工場の本格的な空調設備の採用は、昭和30年代後半から40年代前半にかけて始まっている。その後注射薬充填室には、クリーンルーム技術が採用されるようになり、昭和45年に山之内製薬焼津工場で、クラス2,000のバイオロジカルクリーンルームが完成している。1960年(昭

和35年)にWHO(世界保健機構)がGMP(医薬品の製造および品質管理に関する規範)を作成し、WHO加盟国に対してその実施を勧告した。日本では昭和48年5月に日本製薬業協会がJGMP(医薬品の製造および品質管理に関する実施規範)を作成、昭和49年9月には厚生省薬務局長名で「医薬品の製造および品質管理に関する基準」が出され、昭和51年4月にその実施細則を決めて各都道府県知事に通知された。更に昭和55年9月に薬事法が改正され、その中にGMPが組み込まれて、医薬品の製造承認と許可に当たっては、GMPの構造設備と管理面が審査されることになった。この実施に伴って医薬品工場は大幅な改造や新設が増加し、全面的に空調設備を伴うバイオリジカルクリーンルームへの転換が始まった。これによって、注射剤や点眼剤の充填はクラス100のバイオリンクリーンルーム、注射剤・点眼剤・無菌性軟膏・抗生物質・ホルモン剤等の製造環境はクラス10,000、一般錠剤などもクラス10,000から100,000程度の環境下で生産することとなった。

そして平成6年4月、GMPの改定によりバリデーションの実施が義務づけられ、更に品質の確保と向上に万全の体制が望まれている。

3. バイオリジカルクリーンルームに関する法規、指針、規格

日本における法規、指針、規範等を以下に列記する。

(1) 医療施設：

病院空調設備の設計、管理指針
(日本病院設備協会)

バイオリン手術室使用指針
(日本医科器械学会)

バイオリン病室使用指針
(日本医科器械学会)

(2) 医療用機器工業：

医療用具GMP (厚生省)

(3) 製薬・化粧品工業：

医薬品GMP (厚生省)

化粧品GMP (厚生省)

JGMP (日本製薬業協会)

(4) 食品工業：

罐詰製造流通基準 (農水省食品流通局)

弁当およびそうざいの衛生規範

(厚生省環境衛生局)

漬物の衛生規範 (厚生省環境衛生局)

洋生菓子の衛生規範 (厚生省環境衛生局)

罐、瓶詰、レトルト食品流通基準

(GMP)マニュアル (日本罐詰協会)

食品工場建設ガイドライン

(食品産業センター)

食品工場の衛生管理

(日本ハムソーセージ工業協同組合)

(5) 実験動物施設：

医薬品GLP (厚生省)

農業GLP (厚生省)

実験動物施設の建築及び設備のガイドライン
(実験動物施設基準研究会)

(6) 農畜産工業：

日本では見当たらない

上記以外に、バイオハザードに関して「病原体等安全管理規定」(国立予防衛生研究所)、「組み換えDNA実験指針」が政府、文部省、科学技術庁等より公布されている。

他に、クリーンルームに関する規格としては、米国連邦規格(Fed)、日本工業規格(JIS)等があり、また日本空気清浄協会(JACA)で、空気清浄装置の選定、施工基準、性能試験・管理基準、性能評価指針を定めている。

バイオリンクリーンルームの規格は、米国航空宇宙局(NASA)で1967年に定めたもののみである。これはアポロ計画に伴って、地球から微生物を持ち出さないよう、また宇宙から持ち帰ったサンプルが未知の病原体に汚染している可能性を考慮して制定したもので、感染面で免疫反応が全くない人間を感染から防御する必要性から定めた値となっている。米国連邦規格209a(1966年)の級別に合わせて、微生物粒子の浮遊量と沈降量を定めている。(Table 1)

この規定の生物粒子とは、原生動物、真菌、糸状菌様細菌、細菌(バクテリア)、スピロヘータ、リケッチャ、ウイルスに限定されている。ここで補足すると、細菌は増殖性豊かな分裂菌で、発育条件さえ整えば5～6時間の培養で 10^8 個に容易に増殖するという事が上げられる。発育増殖温度は、低温菌で $0^{\circ}\sim 30^{\circ}$ 、中温菌 $10^{\circ}\sim 45^{\circ}$ 、高温菌

が40°～75°であり、汚染菌の測定は通常中温菌と高温菌が取り上げられている。

医薬品製造施設(GMP)に関するものとして、WHOによる最新GMP(1992年)では無菌製剤製造のための清浄区域について、4つのグレードに分類し、微粒子及び生菌数を規定している。Table 2にこれを示す。Table 3にFDA(米国食品薬品管理局)ガイドラインのFDAによる大容量注射剤(LVP)についてのGMP提案要旨(1976年)を、Table 4は無菌操作法により製造される無菌製剤に関するガイドライン(1987年)である。

病院における清浄度区分について、日本病院設備協会規格(病院空調設備の設計・管理指針、HEAS-02, 1989)では以下のように区域を分割することが望ましいとして6つの区域、7段階の清浄度に定めている。

(1) 高度清潔区域(清浄度Ⅰ)

高度清潔区域は一般に超清潔区域(Ultra Clean Area)または無菌区域(Aseptic Area)と呼ばれるもので、空気中の微生物数は10c.f.u./m³(0.3c.f.u./ft³)以下を標準とする。この区域では垂直層流または水平層流のバイオクリーンシステムが使用される。

(2) 清潔区域(清浄度ⅡおよびⅢ)

上記の(1)に次いで清浄度を必要とする諸室で、空気中の微生物は200c.f.u./m³(6c.f.u./ft³)以下を標準とする。Table 9における無菌製剤室は点滴用薬液、注射液などの製造のための部屋で、これは清浄度Ⅳの製剤室内にクリーンベンチを用いて、この内部で作業を行えばⅡと同等な清浄度の空間にすることができる。清潔区域Bは同Aより

もやや清浄度を下げてもよい室である。この中の特殊病室はある種の易感染患者などの患者を収容する。

(3) 準清潔区域(清浄度Ⅳ)

上記の清潔区域に比して、その清浄度を緩めてもよい諸室で、空気中微生物は200～500c.f.u./m³(6～15c.f.u./ft³)を目標とする。

(4) 一般区域(清浄度Ⅴ)

とくに清浄度に関する規定を設けなくてもよい室である。

(5) 汚染拡散防止区域(清浄度Ⅵ)

これらの室は室内圧を負圧として、室内空気の室外への漏出を防止しなければならない室である。清浄度に関しては準清潔区域(Ⅳ)なみに考えるべきである。

(6) 汚染区域(清浄度Ⅶ)

室内に粉じん、微生物、臭気などを多量に発生する室で、これらを室外に出さぬために室内空気は負圧にする必要がある。室内の清浄度は一般区域(Ⅴ)より低く考えてよい。

(Table 9参照)

Table 1 バイオリジカルクリーンルームのNASA規格要旨 (NHB-5340-2)

級 別	塵 埃 粒 子			微 生 物 粒 子			
	粒 径 μm	累積粒子数		浮 遊 量		沈 降 量	
		個/ft ³	個/m ³	個/ft ³	個/m ³	個/ft ³ 週	個/m ³ 週
100	≥0.5	100	3,500	0	3.5	1,200	12,900
10,000	≥0.5	10,000	350,000	0.5	17.6	6,000	64,600
	≥5.0	65	2,300				
100,000	≥0.5	100,000	3,500,000	2.5	88.4	30,000	323,000
	≥5.0	700	25,000				

圧力・粒子・湿度・気流(但し、乱流方式は28回/時以上)
照度は米国連邦基準209Bに同じ。温度は指定値とする。

Table 2 WHO GMP (1992)

グレード	相 当 クラス	0.5～5 μ mの最大 許容粒子数 個/m ³	5 μ m以上の最大許 容粒子数 個/m ³	最大許容生 菌数 個/m ³	備 考
グレードA ラミネーターフロー	100	3,500	NONE	1以下	垂直層流 0.3m/sec 水平層流 0.45m/sec
グレードB	100	3,500	NONE	5	換気回数 20回/h以上
グレードC	10,000	350,000	2,000	100	
グレードD	100,000	3,500,000	20,000	500	

Table 3 FDAの大容量注射剤(LVP)についてのGMP提案要旨 (FDAガイドライン 1976)

種類	項目	粒子系 μ m	粒子数 個/ℓ	温度 ℃	湿度 %	隣室低清浄室との 差圧 mmAq	換気回数 回/時
1. 環境管理区域内の空気		≥ 0.5	$\leq 3,500$	22 $\pm$ 3	30～50	1.25 全ドアを閉鎖した時	20
		≥ 5.0	≤ 25				
2. 充填部の上, 又は微生物 テストをする所の空気		≥ 0.5	≤ 3.5	—	—	—	—
3. 製造工程で使う 圧空	①	≥ 0.5	≤ 3.5	—	—	—	—
	②	≥ 0.5	$\leq 3,500$				

① 滅菌後に滅菌機に入れる圧空, 充填に使用する圧空, 微生物試験区域で使用する圧空

② 環境管理区域内で使用する圧空

Table 4 FDAガイドライン(1987) (無菌操作法により製造される無菌製剤に関するガイドライン)

区 域 名 称	0.5 μ m以上の粒子数	生 菌 数	備 考
重 要 区 域	100個/ft ³ 以下	1/10個/ft ³ 以下	流速 90ft/min $\pm$ 20%
管 理 区 域	100,000個/ft ³ 以下	25/10個/ft ³ 以下	換気回数 20回/h以上

重要区域: 滅菌済の容器/栓, 調整液が暴露される区域

管理区域: 未滅菌の中間製品, 容器/栓を準備する区域

4. バイオロジカルクリーン化技術

クリーン化には, 塵埃粒子や微生物を「持ち込まない」「発生させない」「堆積させない」「速やかに排除する」これが原則となっていて, クリーンルーム, バイオロジカルクリーンルームの四原則と言われている。

(1) 持ち込まない……供給源のHEPAフィルターのリークがなく, 室内は正圧であること, エアロック, エアーシャワー, エアカーテン, パスボックス等の設置と, 防虫防鼠対策の配慮が必要。

(2) 発生させない……防塵衣, 材料, 備品等の厳選と, 不用品の持ち込み禁止, 室内での無駄な動きを無くする。

(3) 堆積させない……内装仕上面への塵埃微粒子の付着防止, 清掃の容易な構造(特にコーナーや機器回り), ダクトや配管等の室内露出部を少なくする。清掃の基準を作成し, これを励行する。

(4) 速やかに排除する……塵埃を製品に付着させない気流形状で換気回数を増やす(大量の清浄空気の供給と排出)。発塵箇所近くの排気等があげられる。

合理性, 経済性の上に立って以上を実現するためには, 施設基準(建築対策, 設備対策), 管理基準(人・物の管理, 建物の清掃, 設備の測定評価)を計画の時点で充分検討し, 定めることが必要である。これは後述のバリデーションの実施に当たっても, 必要なことである。

以下これについて詳述する。

4.1 施設

バイオロジカルクリーンルームの建築対策、設備対策の留意点をTable.5に示す。

4.1.1 建築対策

- (1)ゾーニングを明確化して汚染を防止する。

清浄度、作業機能、製造工程、室内の発生汚染物質などを考慮して区分けをする。

- (2)動線を明確化してクロスコンタミを防止する。

製薬、食品分野では人・原料・資材、医療分野では医師団・患者・器材などを交差しないように配置する。

- (3)適切なレイアウトを行う。

更衣室(脱衣・着衣)、便所、手洗、エアーロック、エアーシャワー等を適切な配置で設置する。

- (4)汚染源の侵入しない気密性の高い構造とする。

窓、出入口の数は必要最小限度にする。

- (5)清掃、消毒に対する処置を行う。

仕上材の選定、コーナー部分の施工に留意。

- (6)メンテナンススペースを確保する。

次に重要な要素を占める内装仕上材(床・壁・天井)の選定上の要点を記すと、

- 1) 衝撃に強く、温度・湿度の変化や振動によって、クラックや隙間が生じ難い。
 - 2) 平滑で塵埃が付着せず、発塵が少なく留まり難い構造。
 - 3) 吸湿性がなく、菌やカビの成長がしにくい。
 - 4) 断熱性を有する。
- 等が上げられる。

選定する参考として、Table.6に床材、Table.7に壁、天井材の各種類の比較を記している。Table.8は各種消毒、滅菌剤の仕上材料に与える影響を記したものである。

Table 5 BCRの対象別留意点

項目 対称分野	空気清浄度	温湿度条件	排気のウエイト	ユーティリティ配管	滅菌洗浄対策	建材の選定	エアータイト性	空気圧バランス	臭気対策	腐蝕性	防振処置	騒音対策	運転保守性
B C R 手術室	◎	○	△	△	○	○	△	○	△	△	○	◎	◎
B C R 病室	◎	○	△	△	○	○	△	○	△	△	△	◎	◎
製薬工場	○	○	○	○	◎	○	○	○	◎	○	△	△	○
動物実験施設	○	○	○	△	◎	◎	◎	◎	◎	○	△	○	○
バイオハザード	○	○	◎	△	◎	◎	◎	◎	○	○	△	○	○
食品・醸造工場	○	○	△	△	○	○	△	○	○	△	△	△	○

注) ◎：重要性大、充分検討を要す

○：検討を要す。

△：特に重要では無い。

Table 6 床仕上材の種類

種 類	性 質	用 途
エポキシ樹脂系	接着力，耐薬品性，耐磨耗性などに優れている。 施工性でやや劣る。	化学工場 医薬品工場
ポリウレタン系	耐磨耗性，耐衝撃性，伸びに優れている。 硬化時に水分があると発砲する。	一般用の床 防水性を要求される床
ポリエステル系	耐酸性には極めて優れているが，アルカリには 比較的弱い。 硬化時の収縮が大きいので骨材で調整する。	耐酸工場の床
メタクリル樹脂系	耐薬品性，耐磨耗性に優れ，低温下での施工も 可能である。	化学工業，医薬品工業 食品工業，冷蔵倉庫などの床
フラン樹脂系	耐薬品性に優れているが，非常に高価である	実験室の床
酢酸ビニール樹脂系	耐薬品性に乏しく，強度が小さい。	一般用の床
アクリル樹脂系	防塵性に優れる。	一般用の床
塩化ビニール 長尺シート貼 (溶接工法)	歩行性に優れる， 熱と油に弱い。	病院，医薬品工場(乾き床) 実験室，一般用の床

Table 7 壁・天井材の種類

種 類	特 長
セラミック仕上 石綿セメント珪カル板	石綿セメント珪カル板に無機質塗料とガラス質の薄膜を焼成処理したボードで，表面がセラミックの為，耐薬品性・耐磨耗性・耐熱性に特に優れていて，長期間安定した性能がある。
化粧珪酸カルシウム板	石綿セメント珪カル板に樹脂処理した化粧紙を貼り合わせたボードで，印刷も可能で幅広く使用されている。
塗装仕上(モルタル下地) 塗装仕上 (プラスチックボード又は 珪カル板下地)	塩ビ塗料かエポキシ塗料で仕上げる。将来クラックが発生するので，クラック防止の目地割を入れる必要がある。安価な間仕切りとして一般に広く使用されている。 吸湿性があり，床洗浄を行う場所には適している。
スチールパーティーション	銅板に樹脂塗料焼付をした工場加工のパネルで，仕上がり精度が良い。 可動，移設が可能。
サンドイッチパネル	発泡ウレタンやフェノール樹脂板を芯材として，両面にアルミ・銅板・ステンレス板等を貼り合わせた複合化粧板。軽量で強度があり，自立構造のプレハブ型クリーンルーム等に使われる。芯材が充填加工の為，気密性を要する部屋に最適。 可動，移設が可能。

Table 8 消毒・滅菌材の材料に与える影響

薬品名		影 響	備 考
消毒剤	アルコール (エタノール・プロピルアルコール)	塩化ビニールに影響あり。 ゴムを溶かす。	噴霧時引火性に注意を要す。
	フェノール化合物	合成樹脂、染料、有機化合物と反応し易い。 温度上昇で金属腐蝕性を発揮する。	
	次亜塩素酸塩	全ての金属を腐蝕する。(ステンレスも長時間で腐蝕) ポリプロピレンゴム・ポリエチレン等もやや腐蝕する。	界面活性剤の存在で腐蝕性が増大する。 塩化ビニール・エポキシ樹脂は耐性がある。
	界面活性剤	油性ペイントが硬化する。 塩化ビニール樹脂に影響あり。	
滅菌剤	過酢酸	ゴム・金属類を侵す。	
	ホルムアルデヒド	蒸気状態では金属に対する腐蝕性は無いとされるが、水溶液は鉄・銅・アルミ・塩化ビニール・エポキシ樹脂・ポリエチレンに対してはやや腐蝕性がある。	水分の存在でパラホルムアルデヒドとなる。
	エチレンオキシド	一般的な材料に対し、腐蝕性はない。	ゴム類への吸収が良く徐々に放散する。 有毒性である。 電子機器・光学機器に使用の実例がある。
	オゾン	塩化ビニール樹脂・ブタジエン合成ゴムに対し、やや腐蝕性あり。 アルミニウム合金は注意する必要がある。	

4.1.2 設備対策

設備計画の要点として、下記項目があげられる。

- (1) 要求される清浄度、温湿度の維持
- (2) ゾーニングに応じた空調系統の分割
- (3) 室内圧力差による汚染空気の流れ防止
- (4) 機能維持に対する信頼性の保持
- (5) 安全、快適な作業環境の確保
- (6) 衛生的な清掃、消毒が容易に出来るシステム
- (7) ランニングコストの低減、メンテナンスの容易性
- (8) 公害防止、フレキシビリティ

更に室内の器具取付部や貫通部の留意点として、下記事項に留意する必要がある。

- (1) 器具類を必要以上に配置しないこと
- (2) 室内の気密性が充分保たれること
ダクトのシール、壁面、天井面と設備機器回

りのシール、HEPAフィルターと取付枠回りのシールなど

- (3) 清掃が容易で埃だまりが出来ないこと
BCR内に配管、ダクトを極力露出させない
- (4) 耐薬品性があり、腐蝕しにくい構造であること
参考までに、バイオロジカルクリーンルームにおける空調換気方式の諸例を以下に示す。
- (1) 典型的なクリーンルームの空調換気方式 (Fig.1)
- (2) 病院のバイオクリーン手術室、垂直層流方式 (Fig.2)
- (3) 病院のバイオクリーン手術室、乱流方式 (Fig.3)
- (4) 作業室(クラス10,000)、局所作業域クラス100のシステム構成例 (Fig.4)
- (5) 実験動物飼育室、全外気方式 (Fig.5)

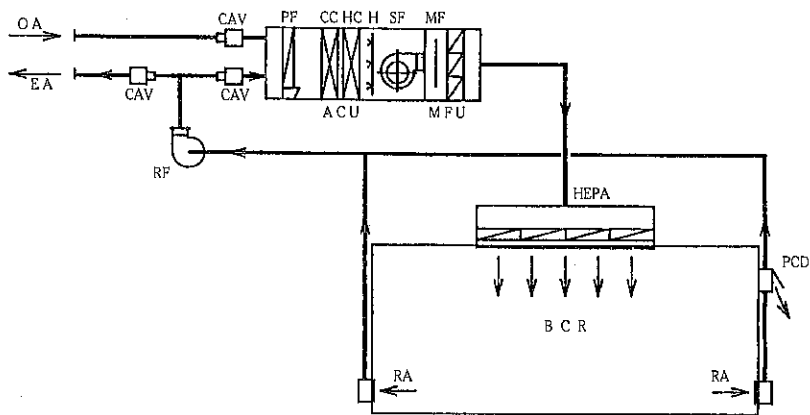


Fig.1 典型的なクリーンルームの空調・換気方式

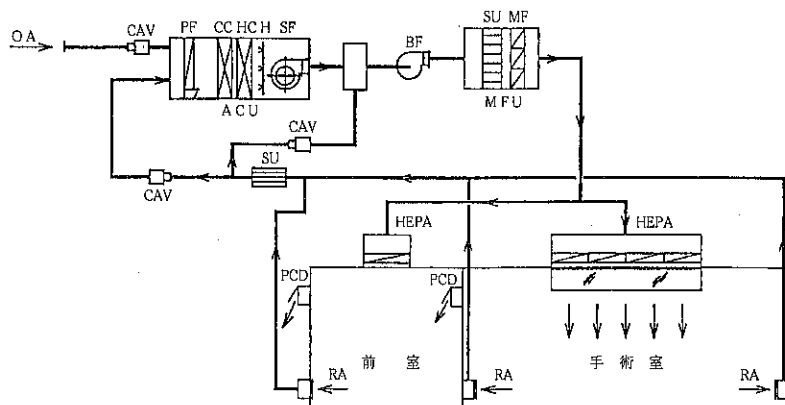


Fig.2 病院BC手術室—垂直層流方式—

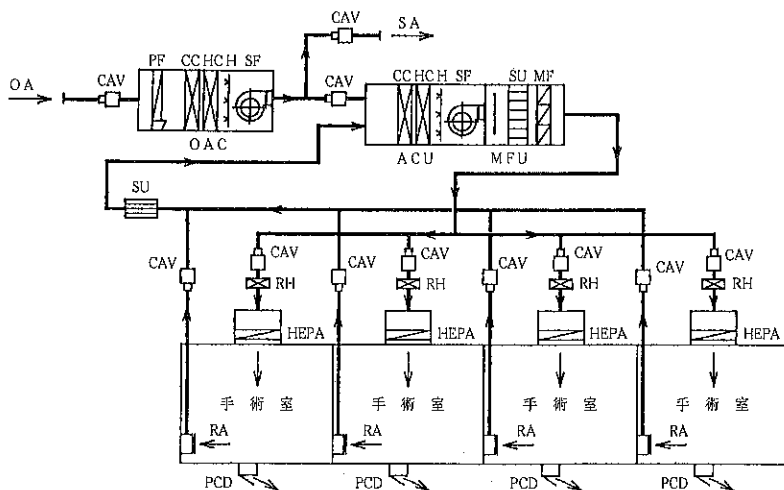


Fig.3 病院BC手術室—乱流方式—

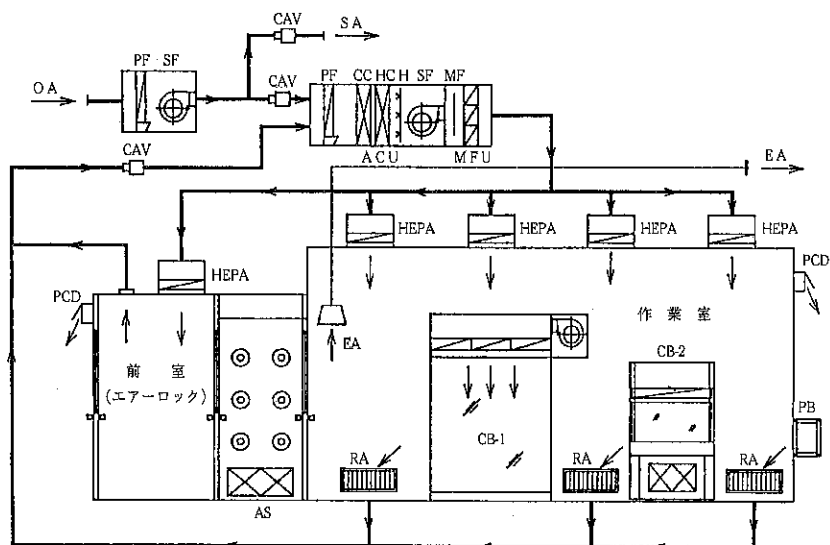


Fig.4 作業室(クラス10,000)局所作業域クラス100のシステム構成例

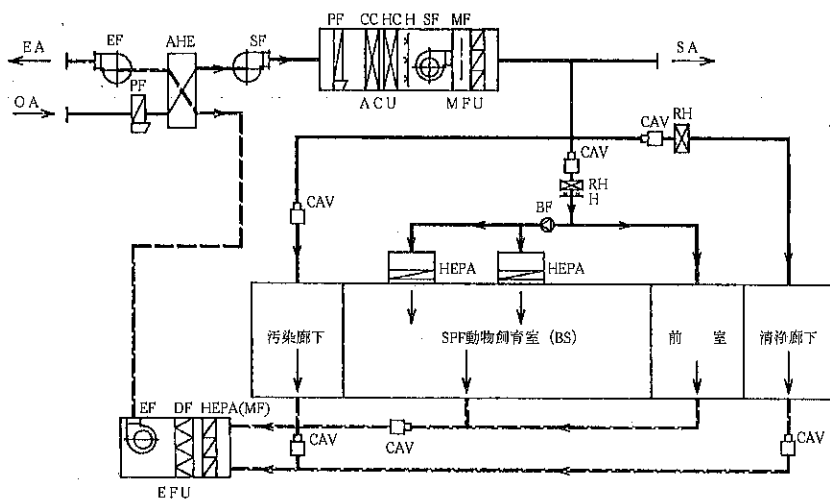


Fig.5 動物実験施設—全外気方式—

PF	プレフィルター	EFU	排気処理ユニット	BF	ブラスターファン
MF	中間フィルター	SU	消音器	CAV	定風量ユニット
HEPA	HEPAフィルター	OAC	外気処理ユニット	PCD	差圧ダンパー
DF	脱臭フィルター	SA	給気	AHE	全熱交換器
CC	冷却コイル	OA	外気	AS	エアシャワー
HC	加熱コイル	EA	排気	PB	パスボックス
H	加湿装置	RA	還気	CB1	クリーンブース
RH	再熱コイル	SF	給気ファン	CB2	クリーンベンチ
ACU	空調機	EF	排気ファン		
MFU	中間フィルターユニット	RF	再循環ファン		

導入外気量について

有毒ガス・臭気・塵埃・微生物・蒸気や製造機器からの発生熱等を希釈するために、外気量や換気回数(全送風量)を決定する必要がある。

病院手術室の場合、日本の病院換気規格では、余剰麻酔ガス排除装置がある手術室では、外気量5回/h以上で全送風量は20回/h以上、電気メスやレーザーメスを使用する場合には外気量10回/h以上で全送風量は20回/h以上、バイオロジカルクリーン手術室では全送風量の内の外気量は15

回/hとしている。これは空気中の微生物数が200個/m³(6個/ft³)以下では、一般の手術に対する感染の危険性は少ないとされているところから15回/hの外気量としている。この外気量は実際に室内で突発的に汚染が発生した場合、その濃度を1%にまで下げるのに23分程度かかり、この位の希釈速度が妥当として定められたものである。

Table 9に病院における清浄度によるゾーニングと換気の条件(日本病院設備協会規格)を示す。

Table 9 病院に於ける清浄度によるゾーニングと換気の条件

1	2	3	4	5	6	7	8
洗浄度	ゾーン 名 称	室 名	最小外気量 回/h	最小全風量 回/h	室内圧 の正負	室内循環 機器の可否	最終フィル ターの効率
I	高度清 潔区域	層流式バイオクリーン手術室 層流式バイオクリーン病室	15 15		P P	× ×	計数法 99.97%
II	清 潔 区 域 A	手術室、配室室 緊急手術室 清潔廊下、手洗い場、準備室 開創照射室 NICU 無菌製剤室 中央材料部の既滅菌部	5 5 5 5 5 5 5	20 20 15 20 10 15 15	P P P P P P P	× × × × × × ×	比色法 90%以上
III	清 潔 区 域 B	未熟児室 特殊病室 手術部一般区域(回復室、更衣室、など) ICU 外来手術室 分娩室 特殊検査室 中央材料室の一般区域 透析室	3 2 3 3 3 4 3 3 3	10 10 10 10 10 10 10 10 10	P P P P P P P P P	× × × × × × × × ×	比色法 80%以上
IV	準清潔 区 域	病室 診察室 処置室 調剤室 検査部の一般区域 CCU 通常新生児室 物療室(水治室) 物療室(水治室以外) 放射線部の一般区域 待合室	2 2 2 2 3 2 3 2 2 2 3	4 6 6 6 10 6 10 6 6 10 6	E E E P E E P E E E E	○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○ ○	比色法 60%以上
V	一 般 区 域	事務室 会議室 厨房 一般食堂 医局 研究室(実験設備なし) 洗濯室 ディスプレイ倉庫	2 2 2 2 2 1.5 2 2	6 6 排気20 6 6 4 排気20 4	E E N P E E E E	○ ○ ○ ○ ○ ○ — —	比色法 60%以上
VI	汚染拡 散防止 区 域	微生物検査室 RI検査室 感染症病室 中央材料部の汚染区域 解剖室 汚物処理室	10 15 10 10 4 —		N N N N N N	× × × × × ×	比色法 60%以上
VII	汚 染 区 域	一般便所 洗濯仕分け室 じん芥処理室	— — —	排気10 ◇ 10 ◇ 10	N N N	× × ×	

6欄のPは正圧、Nは負圧、は等圧

7欄の○印は可、×印は否

4.2 管 理

バイオロジカルクリーンルームの達成維持のためには、前述の設備面と本項で述べる管理基準を満足させることが条件となる。これは人為的な誤りを最小限とし、製品に対して汚染及び品質の変化を防止し、保証するためには欠かす事は出来ない。その対象として以下の項目があげられる。

4.2.1 使用基準(手順書, 実施, 記録が必要)

(1) 入場制限

立入り規制を設ける。

(2) 出入口

可能な限り少くして、専用化、閉鎖化に努める。

(3) 服装基準

無菌衣、キャップ、マスク、履物、必要に応じては手袋を着用し、クリーニング基準を定める必要がある。

(4) 手洗い

手・指の洗浄、消毒の励行。(作業前、用便後、微生物に汚染されていると思われる器具に接触した場合、汚染区域から清浄区域に移動の場合、作業中は2時間以内に洗浄する)

(5) 作業者の衛生管理

管理組織の体制化、衛生管理責任者を定め、

教育訓練の実施が肝要。

(6) 作業管理

工程ごとの品質の確保。クロスコンタミの防止。不必要な物品のない適性配置。計画に基づく合理的な検査。定期点検、記録の整備。クレームの確認と以後への活用等。

(7) 教育、訓練

4.2.2 清掃基準

清掃、消毒、洗浄を対象の手順書の作成とその実施、記録。

一例をTable 10に示す

4.2.3 測定基準(測定評価項目)

高度な品質の保証が目的で、適性配置による測定検査システムを完備する必要がある。配慮する項目を以下に記す。

(1) 判断基準値

(2) 測定場所と測定箇所、そして測定位置

(3) 測定器

(4) 測定方法と測定手順

(5) 測定値の処理

(6) 測定時間と測定回数

(7) 測定値が判断基準を超えた場合の処置

Table 10 清掃基準の一例

場 所	清 掃 基 準
施設とその周辺	1回/日以上
作業場	(1) 床・壁(床から1m以内): 2回/日以上 下り壁(床から1m以上): 1回/日以上 (2) 照明器具: 1回/週以上
保管場所・便所等	(1) 保管場所(器材), 付属する保冷室等: 1回/週以上 (2) 便所: 1回/日以上
排水溝・貯水槽	(1) 排水溝: 特に作業場内の排水溝の洗浄・消毒 1回/日以上 (2) 貯水槽: 1回/年以上
清掃用器材 廃棄物用保管容器	(1) 清掃用器材: 使用の度に洗浄・乾燥させて作業場外の専用の場所に保管 (2) 廃棄物用保管容器の清掃: 1回/日以上
ネズミ・昆虫の駆除	1回/6ヶ月以上とし、発生状況の巡回点検は1回/日以上

5. バリデーション

平成6年4月、GMP(医薬品の製造管理及び品質管理規則)の改定により、2年間の猶予つきでバリデーションの実施が取り上げられている。

バリデーションとは、「システムが(手順、工程、機械設備、原材料等の行動)が意図した通り働いていることを示す証拠文書の確立」であり、FDAによると、「プロセスバリデーションとは、ある製造工程が、あらかじめ設定された規格および品質特性に合致する製品を、恒常的に生産していることを、高度な保証を与えるための文書化されたプログラムである」と定義している。

このバリデーションの実施をスムーズに実現するには、製造設備や工場のご概念設計、特にバリデーションのマスタプランを構築しておくことが、極めて重要なことといえる。

バリデーションのマスタプランで取り上げる項目の一例を次に記す。

- (1)バリデーションの各項目についての責任体制の明確化
- (2)バリデーションの対象となる機器、設備、システム、ユーティリティの範囲の設定
- (3)各機器、設備、システム、ユーティリティの許容基準とその根拠の明確化
- (4)記録用ファイルの構成
- (5)書類の保管計画
- (6)暫定的なバリデーション実施予定
- (7)プロセスの変更管理プログラムの明確化
- (8)バリデーション実施時に参考となる資料

バリデーションの対象と考えられる事項

A 製造管理事項

- (1)製造設備
各種製造設備、包装設備、空気清浄設備(HEPAフィルター)、ユーティリティ設備、建築、空調設備など
- (2)作業工程
秤量、パーツ洗浄、パーツの組立、その他
- (3)検査工程
検査

B 衛生管理事項

- (1)服装
- (2)入退室基準

(3)清掃基準

(4)教育

C 品質管理事項

- (1)分析機器、分析用検査薬および試薬
- (2)原料、資材、容器の規格設定、受入れ検査
- (3)水質検査
- (4)環境モニタリング
- (5)中間品及び製品の品質検査

バイオバーデンについて

バイオバーデンとは、製造環境領域などでは「微生物の数と種類ならびにその測定」、滅菌・除菌の分野では「微生物負荷」の意味で使われていて、生産工場で製造する過程では、以下の内容が科学的にバリデーションされ、このバイオバーデンがあげられている。

- (1)各製造用ステップごとの処理前と処理後
- (2)製造、試験エリアの環境空気的清浄前と清浄後
- (3)原材料、容器、包装、器具装置
- (4)試薬、試液の純度の性能
- (5)消毒、殺菌剤液の使用前と使用後の変化
- (6)人及び物などの動線経路
- (7)(1)～(6)の季節的変動値
- (8)ハードの変更、改造に伴うバイオバーデンの変動

6. 空調、空気清浄設備に関するバリデーション

バリデーションは新設工場、新設設備等による生産開始時から定常生産稼働以降のすべての工程において、各段階ごとに実施されねばならない。

- (1)イニシャル・バリデーション
……計画時からの初期段階に実施
- (2)オン・ゴーイング・バリデーション
……日常実施
- (3)ピディオリカリー・バリデーション
……定期的に実施

本項で述べるバリデーションは、イニシャル・バリデーションである。

6.1 空調設備のバリデーション対象項目

6.1.1 空調・空気清浄設備が設計仕様通りに製作され、設計機能、能力を十分発揮できるよう

に適切に設置されているかを確認検証する。実施要領書を作成し、これによる確認(Installation Qualification)。

- (1) 空気清浄システム構成機器の構造検査
- (2) 空気清浄システム構成機器の作動回転チェック
- (3) 自動制御機器キャリブレーション
- (4) 空気清浄システム系のダクト洗浄検査
- (5) 空気清浄システム関連機器のメーカー検査

6.1.2 実施要領書により空調・空気清浄設備が試運転調整等の模擬作動状態で、設計機能・能力を確実に発揮しているか否かを検証する。(Operation Qualification)

- (1) クリーンルーム系統の風量、静圧、機器電流値の測定
- (2) 温度、湿度測定
- (3) 室内差圧測定
- (4) 清浄度測定
- (5) 落下菌測定
- (6) HEPAフィルター及びHEPAフィルター取付箇所の、DOPによるリーク測定
- (7) クリーンルーム系統の中央監視盤による発停およびインターロックの確認
- (8) 中央監視盤CRT画面表示の確認

6.2 キャリブレーション

バリデーションでは、正確な測定データが要求される。これを保証するためには、キャリブレーションを欠かすことはできない。キャリブレーションとは、「計測機器を基準器と比較して、その誤差が基準値以内にあることを確認し、基準値以内でない場合にはこれを調整、修復すること」である。検証するための全ての測定は、キャリブレーションを受けた計測機器、システムによって実施することが、バリデーションの前提条件である。

6.3 バリデーションの実施

空調、空気清浄設備のバリデーション実施時期は、生産設備の試運転調整時期と重複するのが通常である。このため綿密な工程の調整が必要で、これにもとづいた実施工程表を作成し、要領書によってバリデーションを実施する必要がある。一例として、実施要領書に記入される「送風機の試

運転時の確認チェック項目」と、「ダクト洗浄検査」「DOPによるリークテスト」の2件の検査目的、検査方法、判定基準の例を示す。

送風機の試運転時の確認チェック項目 整備

- (1) 据付状態はよい
- (2) 機内に異物はない
- (3) 芯出しに狂いはない
- (4) ベルトの状態
- (5) 注油の確認
- (6) モーターの耐電圧のチェック
- (7) 電源、結線に誤りはない
- (8) 回転方向はよい

運転中

- (1) 異常音、振動はない
- (2) キャンバスは正常
- (3) ボルト、ナットはよい
- (4) 駆体への振動はない

運転中 測定事項他

- (1) モーター電流値
- (2) モーター電圧値
- (3) モーター温度異常
- (4) ベアリング異常
- (5) 送風機回転数
- (6) 吐出風量
- (7) 遠隔操作は正常
- (8) インターロックは正しい

ダクト洗浄検査

(クラス1000のクリーンルーム系統)

(1) 目的

クリーンルーム系統のダクトが、HEPAフィルターの取付けが可能な状態か否かの確認のために実施するものである。

(2) 洗浄検査(手順)

- ① クリーンルーム内の清掃が完了していることを確認する。
- ② 空調機およびダクトを接続したユニット、チャンバー内の清掃が完了していることを確認する。
- ③ 各ダンパーが全開しているか、CAVが開の状態になっているかを確認する。

④以上の確認の後、中性能フィルターを取り付ける。

⑤空調機を起動させ、空吹き運転を開始する。

⑥空吹き運転を行っている間、クリーンルーム内の吹出口および吸込口で、パーティクルカウンターによる測定を行う。

(3)判定基準

上記の測定により、 $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒子が $1\text{ft}^3/\text{min}$ の換算吸引量において、吹出口からの送風空気の塵埃量が、吸込口の塵埃量の20%以下で安定すること、すなわち、

$$\text{吹出口の塵埃量} \leq \text{吸込口の塵埃量} \times (20/100)$$

DOPによるリークテスト（FDAは定期的に年2回のチャレンジテストを要求している）

(1)目的

この検査は現場での管理、維持のために使われるもので、HEPAフィルター走査試験と同様の手法で、走査試験を実施する。これによって、HEPAフィルター本体の損傷による漏出の有無と、HEPAフィルター取り付け界面からのリークを確認するためのものである。

(2)検査方法

平均風速を設計値の $\pm 20\%$ 以内に調整後、DOP粒子発生機をセットし、DOPエアロゾルをHEPAフィルター上流側に導入し、相対濃度計を所定の方法で調整する。

HEPAフィルター上流側の濃度を測定し、 1×10^6 個/ ft^3 になるように調整する。

HEPAフィルター下流側のフィルター枠、ガasket部、フィルター全面について、 25mm 以内を $5\text{cm}/\text{sec}$ 以下の速さでプローブを走査させる。走査試験で検出された漏出箇所は、シリコンコーキング剤で補修が可能だが、補修面積がフィルター枠面積の5%以下、若しくは1箇所の補修の最大幅が 38mm 以下でなければならない。

(3)判定基準粒径 $0.3\mu\text{m}$ 以上

(4)判定基準

粒径 $0.3\mu\text{m}$ において、HEPAフィルター下流側濃度が上流側濃度の0.03%以下とする。

(粒径 $0.3\mu\text{m}$ におけるHEPAフィルター集塵効率99.97%以上)

例 上流側濃度 $1,000,000$ 個/ ft^3

下流側判定濃度 $1,000,000 \times 0.0003 = 300$ 個/ ft^3

判定濃度 300 個/ ft^3 以下

参考として、Table.11に空調空気清浄設備のバリデーション実施工程の一例を記す。

また、Table.12にエアーシャワーのメーカーの検査表の例と、Table.13にエアーシャワーの試運転、確認チェック表、Table.14にクリーンブースの試運転、確認チェック表の一例を示す。

6.4 モニタリング設備

日常バリデーションに対応するため、よく取り入れられているモニタリング設備を下記に記す。これは日常バリデーションの中の環境モニタリング設備として必要と思われる。

(1)温湿度モニタリングシステム(打点記録計による)

(2)清浄度モニタリングシステム(パーティクルカウンターによる)

(3)差圧モニタリングシステム(差圧ゲージ集合板)

これらのデータの一部は、生産管理コンピュータを介して、製造工程記録として保存される。

Table 11 バリデーション実施工程(例)

工 事 種 別		工 程						日 数
クリーンアップ 関連作業	1 空調機フィルター取付							④
	2 クリーンルーム内フィルター取付							⑤
	3 風量、差圧測定							⑥
	4 クリープ -ス、ビニールシート取付							⑨
	5 クリーン清掃							⑩
	6 AS、PBフィルター取付							
	7 クリープ -ス照明器具取付							①
バリデーション 関連作業	1 空調、CR機器類構造検査							②
	2 ダクト洗浄検査							⑤
	3 自動制御機器単体キャリブレーション							③
	4 自動制御機器総合キャリブレーション							⑦
	5 差圧調整、測定							⑧
	6 清浄度測定							⑪
	7 DOPリークテスト（室内HEPA）							⑫
	8 クリープ -ス各種検査 （DOP、清浄度、風量、気流、照度、騒音）							⑬
	9 ホルマリン換気設備動作試験							⑭
	10 パーティクルカウンター確認試験							⑮
	11 温湿度測定							⑯
	12 バリデーション報告書作成							

注) ※ の期間中は入室制限の事

Table 12 メーカー検査 エアーシャワー検査表(例)

エアーシャワー検査表															検査日 年 月 日								
納入先: 殿															<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td colspan="2" style="text-align: center;">検査係</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">課長</td> <td style="text-align: center;">係長</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">係</td> <td style="text-align: center;">係</td> </tr> </table>			検査係		課長	係長	係	係
検査係																							
課長	係長																						
係	係																						
型式:																							
製造番号:																							
製造年月日:																							
NO	検査・確認・項目					基準					結果		判定										
1	外 観					図面及び指定通りに仕上がっていること 塗装色: 外板(), 内面(), 制御盤()																	
2	構 造 寸 法					図面及び仕様書等、指定通りのこと H±× W±× D±																	
3	使用フィルター					グリッドフィルター: HEPAフィルター:																	
4	電 流					R	S	T	A±	%	総合 77%	R	S	T									
5	入 力					W ± %					総合 77%	W											
6	絶 縁 抵 抗										MΩ												
7	耐 電 圧					入力 100V/1,000V 200V/1,500V					400V/1,800V 1分間に耐える事												
8	入 力 電 圧					AC 200V-3φ -50HZ -60HZ					AC 100V-1φ -50HZ -60HZ												
9	ジェット気流風速検査																						
	左 側					右 側					上 側					平均風速 (m/s)							
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	風量 (m3/min) 吹出量 № 個 ジェット気流測定位置 吹出面 ~25mm以内										
a																							
b																							
c																							
d																							
e																							
10	清 浄 度 検 査																						
	1	2	3	4	5	6	備 考																
a																							
b																							
c																							
d																							
11	リミットスイッチの作動は正常か																						
12	インターロックは正常か																						
13	シーケンス通りに作動するか																						
14	照明は正常か																						
15	タイマーは正常か																						
測定計器		風 速										電 流 ・ 電 圧											
		清 浄 度										絶 縁 抵 抗											

Table 13 エアーシャワー 運転確認チェック表(例)

機器名称	エアーシャワー	型 式		運 転 月 日	
メーカ		製 造 番 号		製 造 年 月 日	
仕 様	ファソ	モーター	制御盤		
	プレフィルター	HEPAフィルター			
担 当 者		印		印	
項 目	確 認 内 容	判定	項 目	確 認 内 容	判定
整備状態	1. 据付状態		運 転	7. 作動スケジュールは正常か	
	2. 機内に異物はないか				
	3. 絶縁抵抗試験				
	4. モーターの耐電圧チェック				
	5. 電流・結線に誤りはないか				
	6. 出入口扉の開閉は正常か				
運 転	1. 異常音、振動はないか		運転測定	1. HEPAフィルター 「DOPテストによるリークテスト」 要領書により実施する。	
	2. ボルトナットはよいのか			2. 風速 すべてのバルブの吹出面で熱線 風速計により測定 判定基準 20m/s以上	
	3. 自動/手動の切替えは問題ないか				
	4. タイマーの作動は正常か 設定を10秒・20秒と変化して 確認する。				
	5. 差圧計に異常はないか				
	6. モーターの電流値。電圧値				
測定計器	風 速		電 流 ・ 電 圧		
	清 浄 度		絶 縁 抵 抗		

Table 14 グリーンブース試運転チェック表 (例)

機器名称	クリーンブース	型 式		運転月日	
メーカー		製造番号		製造年月日	
設計条件	重要区域対象 清浄度 クラス100 風速 0.45m/s±20%				
仕 様	777	m3/min	KW	台	モーター KW 台 φ V
	HEPAフィルター				
	制御盤				
担当者		印		印	印
項 目	確 認 内 容		判定	項 目	確 認 内 容
整 備	1. 据付状態			試験測定	1. 風速
	2. 機内に異物はないか				1-1 平均風速は設計風速を満足しているか
	3. 絶縁抵抗試験				1-2 各測定点共平均風速の±20%以内となっているか
	4. モーターの耐電圧チェック				
	5. 電源結線に誤りがないか				
	6. 仕切カーテンの取付状態				
運転中検査	1. 異常音、振動はないか				2. HEPAフィルター
	2. ボルトナットはよいのか				DOPテストによるリークテストは問題ないか
	3. HEPAフィルター前後の差圧は正常か (差圧計の確認)				3. 誘引漏洩試験
	4. モーターの電流値・電圧値				4. 照明のレベルと均一性に対する試験
	5. モーターの温度は異常ではないか				5. 騒音は問題ないか

注)

1. 風速 (気流の均一性に対する試験)

1-1 目 的

ブース内における平均気流速度及び気流の均一性の確認を目的とする。

1-2 手 順

- 1) ブース内の平面を600mm×600mmの大きさの等区間の格子に分割する。
- 2) スタンド上に取付けた熱線風速計を用いて、吹出面の位置で各格子の中心点での速度を測定する。この時ブース内には何も置かないこと。測定は15秒間の平均値とし室内格子区域の記号と共にすべての測定値を記録する。その平均測定風速を計算し、各測定点共、平均風速値の±20%以内を判定基準とする。

2. HEPAフィルター

別に定める「DOPによるリークテスト」に準拠して実施する。

3. 誘引漏洩試験

3-1 目 的

HEPAフィルターで濾過された空気が構造上の隙間に対して隙間からの誘引を防止する事である。構造上の隙間とは、天井部と仕切カーテンの隙間、仕切カーテンの開閉部や接ぎ目、カーテンの下部と床との間の排出部等である。

3-2 手 順

各隙間と接ぎ目に対して煙発生器の噴出口を2.5cm以上離さず1.0m/s以内の速さで走査し、誘引のない事を確認する。
カーテン下部については煙発生器で確認の後、熱線風速計を用いて開口部の中心高さで60cm間隔で風速を測定し、吹出風量と照合する。

4. 騒音測定

手 順

JIS.C1502 (普通騒音計) 又は JIS.C1505 (精密騒音計) に規定する騒音計の聴感補正回路A特性を用い、下記の測定点でクリーンブース運転停止時の騒音を測定した後、正常稼働時の騒音測定を実施する。

測定点 (1) ブース内床上と1m位置での中心点

(2) ブース外部の吸込口からの50cm離れた床上1mの位置

各2点共、測定値は65dB (A) 以下を判定基準とする。

7. おわりに

以上、医療施設と薬品工場を中心にした、バイオロジカルクリーン技術と、GMPで義務づけられたバリデーションの概要を述べたが、このバリデーションの実施には、相当の労力と時間が費やされる。

しかし、空調・空気清浄設備のバリデーション個々の検証技術は、特に新しいものではない、更に信頼できる安全性と品質の確保を充実させるためには、環境条件の品質保証が重要性を帯び、検証の必要性は高まると思われる。私達、これに関与する者は、積み重ねた経験や実績の上に立って、利用者に安心を与える無駄のない充実した技術体系を作り出して行かねばならない。

参考文献

- 1) 空気調和・衛生設備技術史 1991年版 空気調和・衛生工学会
- 2) 第12版 空気調和衛生工学便覧(6) 応用編 1995年 空気調和・衛生工学会
- 3) 日本病院設備協会規格：病院空調設備の設計・管理指針 1989年 日本病院設備協会
- 4) 日本空気清浄協会編：クリーンルームハンドブック 1989年 日本空気清浄協会
- 5) 日本空気清浄協会シンポジウム：医薬品の製造施設と環境浄化対策 1993年 日本空気清浄協会
- 6) 日本空気清浄協会シンポジウム：医薬品の製造施設とコンタミネーションコントロール 1994年 日本空気清浄協会
- 7) 空気清浄 コンタミネーションコントロール 1994年第31巻5号 日本空気清浄協会
- 8) 空気清浄 コンタミネーションコントロール 1994年第32巻2号 日本空気清浄協会

特許一言メモ No. 156

潜水艦 未だ浮上せず？

我が国と米国との「日米特許合意」の実施法案が事実上廃案になった。正に“潜水艦(サブマリン)特許 未だ浮上せず”に。サブマリン特許とは、特許を出願した事実が特許成立の時点まで公開されない米国の特許制度のこと。ある日に突如浮上し、特許侵害という武器を持って多額の侵害料の支払いを要求される。神出鬼没にして、公海を航行中の船にとっては十分な警戒体制を取れないまま不安な航行(状態)が今後とも続きそうである。

特許の早期公開については、昨年の日米二国間

の交渉で日本側の強い要求を受け入れる形で米国も今年1月から出願後1年半で出願の事実を公開することを約束していた。しかし、早期公開については下院の司法委員会で制度改正のための法案を通過させたものの、本会議では反対意見が根強く、そのため審議が遅れていた(事実上ストップ状態が続いていた)が、同法案を可決しないまま米国議会が閉会したため、同法案は事実上廃案扱いとなった。

(日経8.8.17より抜粋)

(特許室)

1. 概 要

多くの産業分野において製品の品質アップや新素材の開発が活発化するにつれ、粉体材料に対しても微粒化と粒度分布のシャープ化の要求が年々強く厳しくなっている。

イノマイザは、当社が長年にわたる粉砕機メーカーとしての経験を活かして開発した全く新しいタイプの衝撃式微粉砕機である。そのユニークな粉砕ロータと高性能な分級機との組み合わせにより粉砕能力が飛躍的に向上し、従来の機械式粉砕機では達成困難であったジェットミルの微粉領域まで低消費エネルギーで粉砕することが可能となった。

さらに、トナー等の弱熱性物質に対して粒子の表面形状を制御することもでき、多様化する粉体特性のニーズに充分応えられる性能を兼ね備えている。

2. 構造およびシステムフロー

イノマイザは、多数のブレードをもつ特殊な形状をしたマルチブレードロータ、ライナーおよび強制渦流型分級ロータから成り、これらの有機的な組み合わせにより微粉砕が行われる。その外形写真および概略構造図をPhoto.1とFig.1に示す。

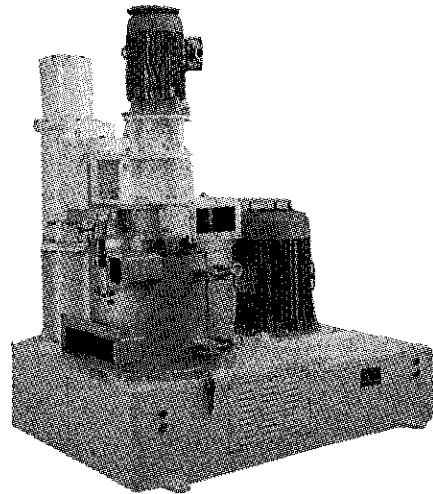


Photo.1 イノマイザ INM-60

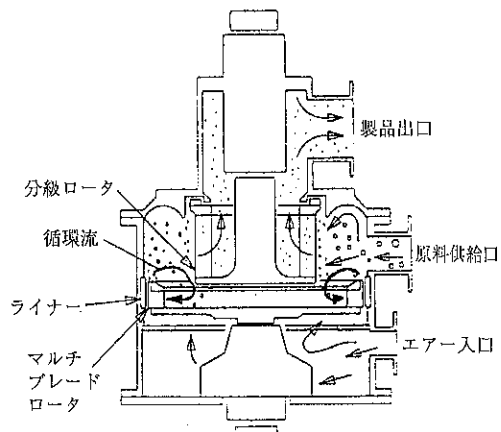


Fig.1 イノマイザの概略構造図

* ホソカワミクロン株式会社
(〒573 大阪府枚方市招提田近1-9)
Tel (0720)55-2231

供給口より投入された原料は、機内循環流に乗りマルチブレード先端とライナー間の粉碎ゾーンに導かれる。この粉碎ゾーン内には、100m/s以上の高速で回転するマルチブレードにより激しい気流が発生しており、粒子同志の衝突ならびにブレードとライナーへの衝突によって粉碎が進行する。

粉碎ゾーンを通過した碎料は処理エアに乗って分級ゾーンに導かれ、高速回転する分級ロータの遠心力と吸引される気流の向心力のバランスによって分級作用を受け、微粉は機外へ取り出される。

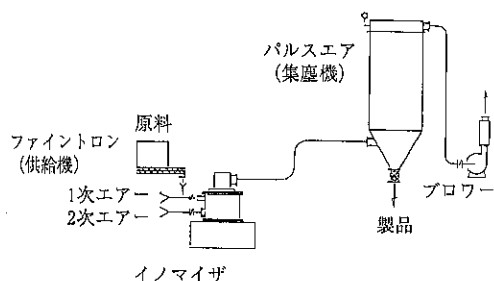


Fig.2 イノマイザの標準システムフロー

集塵機などに捕集され製品となる。一方の粗粉は再び機内循環流に乗り、所定の粒子径になるまで繰り返して粉碎される。

Fig.2は本機の標準的なシステムフローであるが、原料が低融点・弱熱性物質の場合にはエアー冷却装置(チラーユニット、熱交換器など)が付属され、さらにイノマイザ本体をジャケット構造にして水冷することもある。

3. 性能

イノマイザは、プラスチック・無機物・食品など多くの材料に対して適用可能であり、その中から代表的な粉碎例をTable.1に示す。以下、具体的な粉碎結果を挙げながら本機の特徴を解説することにする。

(1) 省エネルギー微粉碎

イノマイザの最大の特徴は、単位粉碎動力当りの処理能力が従来の衝撃式微粉碎機と比較して格段に大きい点である。

Table.1 イノマイザ粉碎例 (機種: INM-30)

原料名	原料粒度	製品粒度	処理能力
ステアリン酸	max. 3mm	D ₅₀ =6.8μm	220 kg/hr
発泡剤	D ₅₀ = 18μm	D ₅₀ =6.5μm	210 kg/hr
リン酸カルシウム	D ₅₀ =16μm	D ₅₀ =3.8μm	13 kg/hr
トナー(一成分)	max. 2mm	D ₅₀ =7.8μm	35 kg/hr
トナー(二成分)	max. 2mm	D ₅₀ =8.3μm	70 kg/hr
カラートナー	max. 1mm	D ₅₀ =7.1μm	25 kg/hr
マイクロトナー	max. 2mm	D ₅₀ =5.8μm	20 kg/hr
テフロン	D ₅₀ = 30μm	D ₅₀ =3.5μm	24 kg/hr
アクリル樹脂	φ1×2mm(ペレット)	D ₅₀ =9.7μm	10 kg/hr
PFA	max. 5mm	D ₅₀ =20.7μm	25 kg/hr
吸水ポリマー	数百μm	D ₅₀ =7.0μm	10 kg/hr
粉体塗料	max. 2mm	D ₅₀ =8.5μm	85 kg/hr
CMC	D ₅₀ =58μm	D ₅₀ =18.4μm	20 kg/hr
砂糖	D ₅₀ =250μm	D ₅₀ =10.4μm	167 kg/hr
顔料	D ₅₀ =80μm	D ₅₀ =12.5μm	5 kg/hr
木粉	max. 355μm	D ₅₀ =18μm	25 kg/hr
炭酸リチウム	D ₅₀ =78μm	D ₅₀ =2μm	72 kg/hr
ジルコニア	D ₅₀ =900μm	D ₅₀ =1.4μm	128 kg/hr
シリカ	max. 5mm	D ₅₀ =2.6μm	114 kg/hr
カーボン	max. 100μm	D ₅₀ =6.5μm	100 kg/hr

Fig.3はイノマイザを用いて重質炭酸カルシウムを粉砕したときの単位粉砕動力当りの処理能力を表わしており、比較のため同一原料を当社のジェットミル(ACM)および内部分級型高速回転式ミル(ACM)で処理した結果も含めてプロットした。この図より、従来の高速回転ミルでは到達できなかった微粉砕がイノマイザでは可能であり、また消費動力が非常に大きいエアークンプレッサーを必要とするジェットミルと比べてエネルギー的にも高効率であることがわかる。すなわち、数ミクロンから数十ミクロンまでの微粉砕が、低ランニングコストで生産できるようになったという事である。

なお、Fig.3に示した各粉砕機の能力は原料によって大きく変化するが、全体的な能力比の関係は同じような傾向を示している。

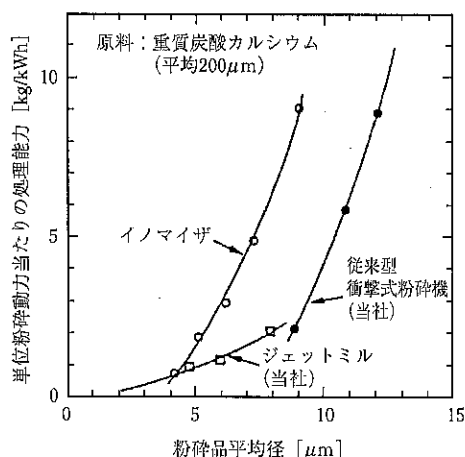


Fig.3 粉砕品平均径と処理能力の関係

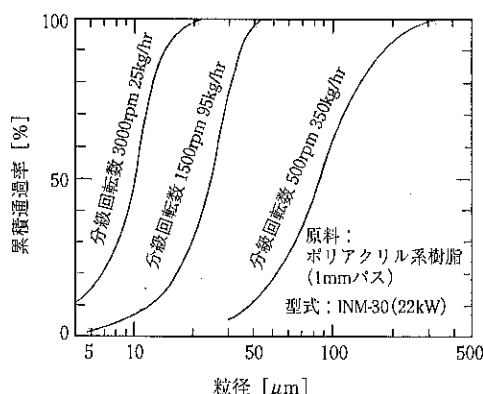


Fig.4 分級回転数による粒度調整結果

(2) 粉砕品の粒度調整が容易

粉砕品粒度は内蔵された分級ロータの回転数を変更するだけ容易に調整できる。ポリアクリル系樹脂を原料に使用したときの分級回転数が製品粒度に及ぼす影響をFig.4に示したが、平均径で10 μ mから100 μ mまで広範囲にコントロールされているのがわかる。最大の分級回転数で運転すれば、ほとんどの原料は平均5 μ m以下にまで微粉砕することが可能である。

(3) シャープな粒度分布

トビと呼ばれる異常な粗大粒子の混入がなく、微粉の発生量が少ないシャープな粉砕品粒度分布をもつことは、最終製品の品質アップにつながる事が多く、処理能力と合わせて粉砕性能を把握するため大きなポイントとなっている。

Fig.5はスチレン系樹脂をイノマイザおよびジェットミルでそれぞれ処理したときの粉砕品平均径対5 μ m以下の微粉量の関係を示している。この図よりイノマイザの微粉発生量が数%少ないことがわかるが、他の原料についても同様な結果が得られており、本機の大きな特長となっている。

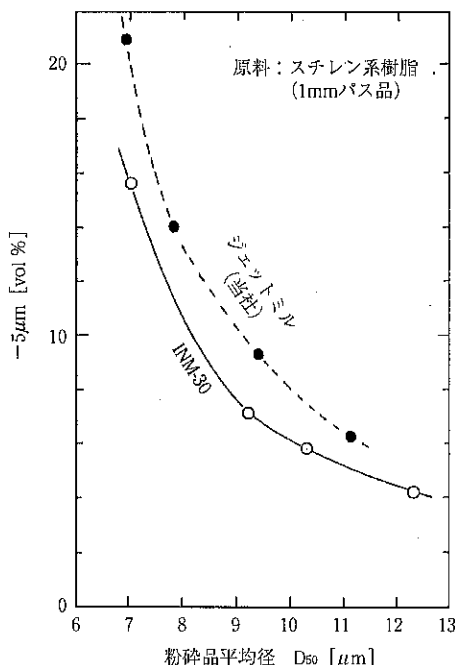


Fig.5 粉砕品平均径対-5 μ mの関係

(4) 球形化

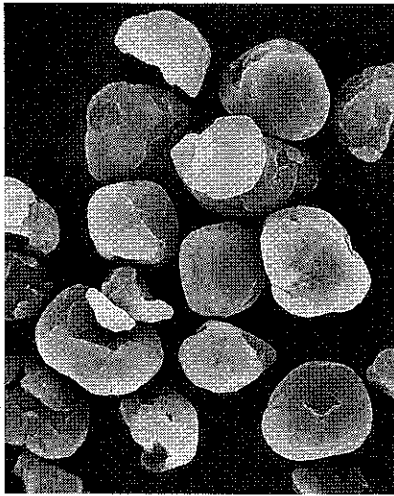
粒径および粒度分布を調整するだけでなく、粒子の形状そのものをコントロールする要求が最近高まりつつある。

その代表的な例はコピーなどの乾式現像剤として用いられているトナーであり、その粒子形状を丸くしてやると画像特性が向上するということがわかっている。従来のジェットミルで粉碎された粒子はどうしても角ばった形状になってしまうの

に対し、イノマイザの場合には機内滞留時間および温度条件を容易にコントロールすることができ、粉碎と同時に粒子形状制御の操作が可能となる。Photo.2に、同一トナー原料を $8\mu\text{m}$ 付近に粉碎したときの形状制御の一例を示す。

4. 標準仕様

イノマイザの各型式の標準仕様を、Table.2に示す。



(A) 球形化 ($D_{50} 8.2\mu\text{m}$)



(B) 不定形化 ($D_{50} 8.4\mu\text{m}$)

Photo.2 粒子形状コントロール SEM写真 (原料: 2成分黒トナー)

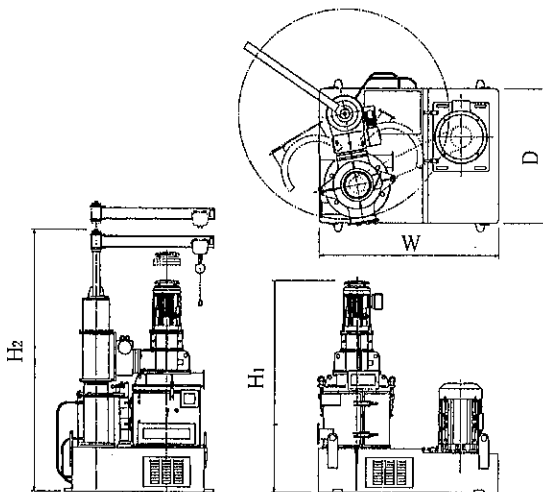


Table.2 標準仕様

型 式	INM-15	INM-30	INM-60
所要動力(kw)			
粉碎	7.5~11	15~22	30~45
分級	2.2	3.7	7.5
回転数(rpm)			
粉碎	10000	7000	5000
分級	9500	8000	6000
風量(m^3/min)	10	20	40
概略寸法(mm)			
W	1200	1320	1900
D	900	1000	1700
H ₁	1200	1450	2200
H ₂	1600	1800	3000

5. 特徴のまとめ

以上で紹介した粉碎性能の内容に、本機の機械的な特徴も加えてまとめると次の通りとなる。

- (1) 独特な粉碎機構により、数十 μm 以下の微粉末を低消費動力で得られる。
- (2) 高性能な分級機を内蔵しているため、広範囲の粒度調整が容易に行なえ、しかも粒度分布がシャープである。

(3) トナーのような弱熱性原料に対して、粉碎品の粒子形状をある程度コントロールすることができる。

(4) システム全体がコンパクトな上に、ロータ、ライナーなどの部品が個々に分解できるため、点検・清掃が簡単である。

(5) 騒音が従来的高速回転型の粉碎機に比較して小さい。

特許一言メモ No. 157

求む未利用特許の実施先

特許庁が、現在保有している特許の不実施理由（自社実施しない理由）を調査したところ、不実施理由として多いのが、「他の代替案と比較して効果が少ない」34%、「商品化による利益が少ない」32%、「防衛出願のため」22%である。

「防衛出願」と答えた企業を業種別にみると、運輸・通信・公益業の61%、金属製品工業の61%、食品工業の50%、パルプ・紙工業の42%、ゴム製品工業の41%が多く、これに対し電気機械工業では29%と低い。

また、自社で保有する未利用（不実施）の特許権について、これを他社に実施許諾してもよいと回答した企業は全体の82%に達し、その実施許諾してもよい特許は、未利用特許権全体の64%となっている。

他社への実施許諾対象としてもよい権利の割合が高い業種は、食品工業の90%、電気機械器具

工業の88%、精密機械工業の65%であり、逆に低いのは金属製品工業の10%、医薬品工業の18%となっており、業種によって実施許諾に対するスタンスが大きく異なることが分かる。

一方、現在保有している未利用特許を他社に実施許諾していない理由については、「相手が見つからない」が56%と圧倒的に高く、次いで「独占権を得たい」11%、「新技術が後から開発された」11%。「業績、経営方針、市場等が変化した」7%などである。

これを業種別にみても、全ての業種で「相手が見つからない」を理由に挙げている率が圧倒的に高く、繊維工業80%、プラスチック工業75%、食品工業72%、電気機械器具工業の71%の順となっている。

（とっきよNo.286より抜粋）

（特許室）

ホソカワ/マイクロ ACM-パルベライザSB型

営業本部*

1. 概要

世界の粉体技術をリードしてきた、エアー・クラシファイングミルACMパルベライザが粉体塗料をはじめ、多品種用途、つまり清掃性を最優先して開発した粉砕機であります。また分解組立が短時間、清掃容易で、現代のニーズに応える世界最新鋭の粉砕機であります。

2. 構造と特長

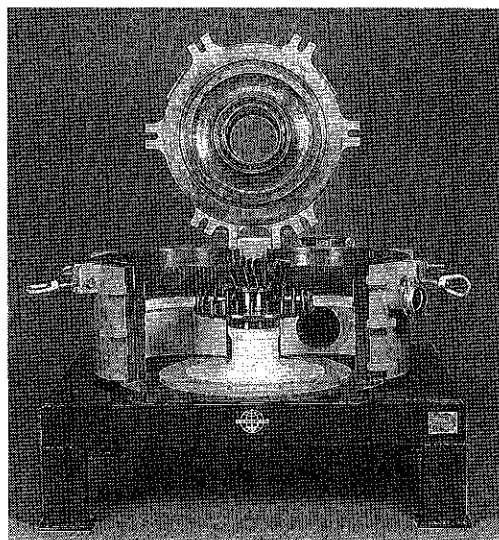
最新設計の分級機とエアシール方式の採用により、ACMパルベライザSB型は最大の処理能力を維持したまま、トップサイズをきれいにカットした粒度分布幅の狭い製品を得ることができます。

エアシール式分級機

エアシール方式を採用した高性能分級機により、ACMパルベライザSB型は通常の $10\mu\text{m}$ スペック製品のみならず、薄膜・超薄膜コーティング用にとんどの素材で $D_{92}=10\mu\text{m}$ という超微粉製品コントロールが可能です。

エアシールベアリング

運転で酷使される粉砕ロータ及び分級ロータ用のベアリング部にもエアシール方式を採用することで、メンテナンス回数を削減、信頼性の向上を図りました。特に清掃が頻繁に行われる場合には、その効果が際立ちます。



分解組立が簡単、清掃が容易

ミルカバーを開けば粉砕室は観音開きでき、完全分解・組立が簡単、細部にわたり清掃することができます。

低騒音

特殊設計により、運転時の騒音値が85dB（機側1m）を超えることはありません。

耐爆仕様

ACMパルベライザSB型は11bar耐爆発圧構造が標準設計となっています。粉体塗料のように潜在的に粉塵爆発の危険性があるとされる粉体を取り扱う場合でも安心です。

*ホソカワミクロン株式会社

大阪(〒541 大阪市中央区瓦町2-5-14)

Tel (06)233-3960 Fax (06)229-9250

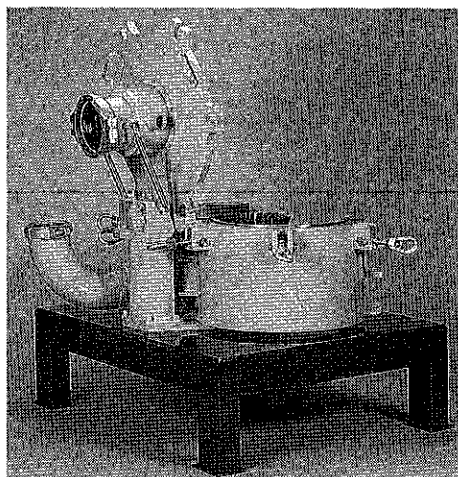
東京(〒173 東京都板橋区板橋3-9-7 板橋センタービル)

Tel (06)5248-5700 Fax (03)5248-5709

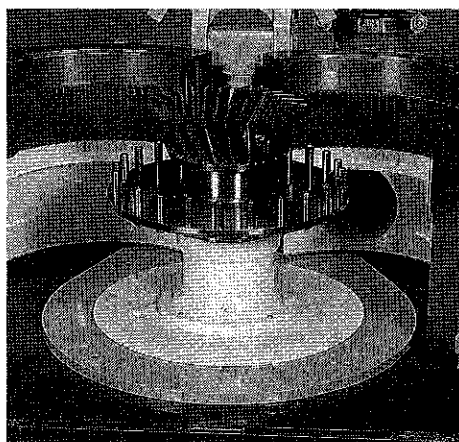
空気輸送による供給

空気輸送による供給のため、ACMバルベライザSB型の供給系は、ロータリバルブで外気と分けられます。このロータリバルブはエアロックの機能を担うとともに、粉塵爆発時には供給口での爆発圧の遮断を行います。供給口を増やせば、複数原料を混合供給することも可能です。

写真ACM-40SBをご覧になれば分かる通り、製品出口、エアインレット双方とも脱着が簡単なフェルールを使用しています。ミルカバーを開けば、数分で粉碎室を清掃可能な状態にできます。2分割されたバッフルリングとライナーは簡単に外れるので、清掃にかかるまでの時間は極限まで短くなります。乾式洗浄、湿式洗浄いずれでも、エアシールがベアリングへの異物進入を防いでい



ACM-40SB



粉碎室開放時

ます。

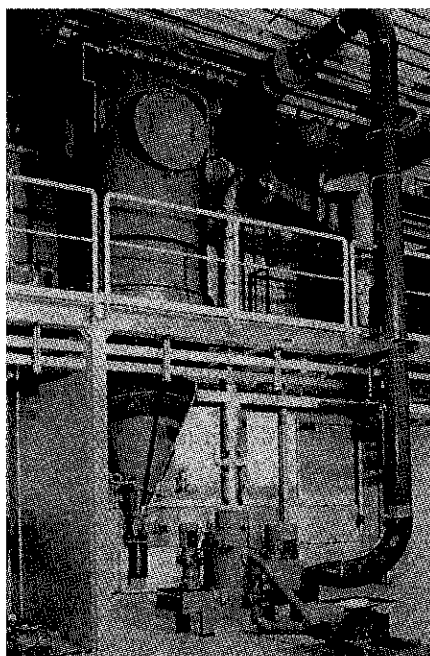
ライナーは工具なしで簡単に取り外せるので、清掃が非常に楽になりました。特殊鋳造合金製のライナーは耐磨耗性に富み、部品寿命を延長します。

このように分解組立が容易で、清掃性が高く、運転騒音の低いACMバルベライザSB型は、極めて作業者に優しい設備といえます。

当社はACMバルベライザを通じて、世界で粉体塗料の製造が始まった70年代初頭からそのプロセスに関わって参りました。長年のためまざる調査研究を重ねた結果、いまや粉体塗料業界のスタンダードと認められるまでになった最新の粉体技術がACM-SBシステムに結実しました。ACMバルベライザSB型と共に、フィルタの交換が極めて簡単なバグカセット式集塵機ホソカワ/マイクロパルスエア-AK型、ホソカワ/マイクロサイクロンコレクタ、高性能空気分級機ホソカワ/アルピネターボブレックスなどで製品品質と清掃性を限りなく追求したシステムを構築します。

ACMシステム

製品品質、最大限の製品収率、清掃性、信頼性を全て満足して頂くべく、周辺設備と共に、ACMをトータルシステムとしてお届けします。



ACM-25システム

3. 型式

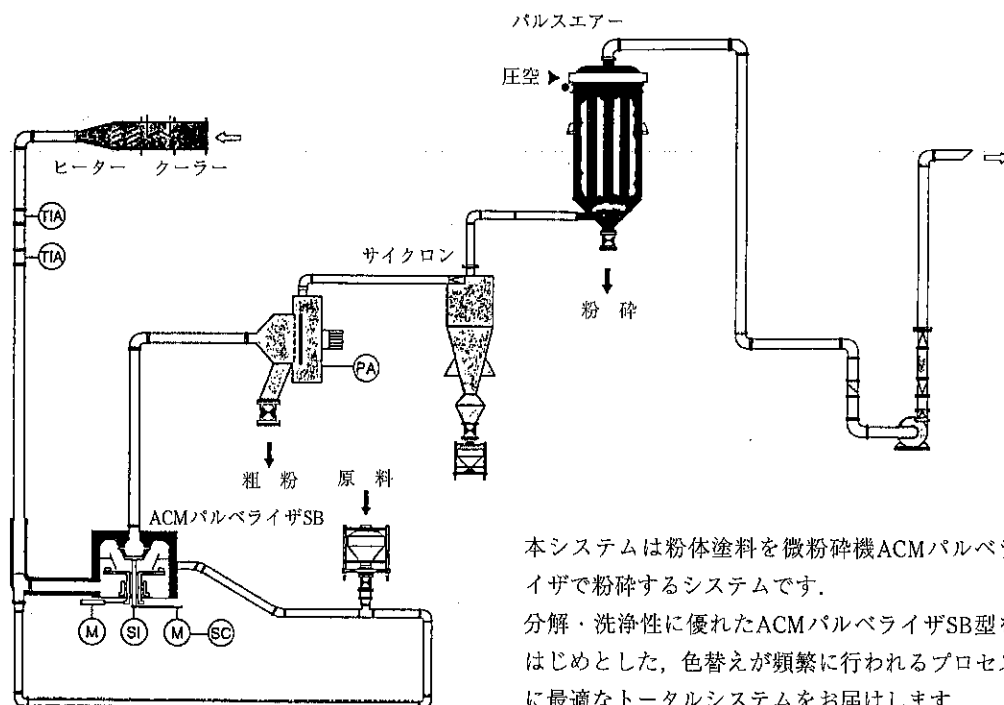
ACMパルペライザーSB型は要求能力に応じ下表の各表モデルをそろえております。

型 式	粉碎動力 (KW)	分級動力 (KW)	概略処理能力 (kg/hr)
ACM-10SB	7.5	1.1~2.2	200~250
ACM-15SB	11	1.1~2.2	250~350
ACM-20SB	15	2.2~5	350~450
ACM-25SB	18.5	2.2~5	450~560
ACM-30SB	22	4 ~7.5	550~700
ACM-40SB	30	4 ~7.5	700~900

注) 概略処理能力は室温25℃でエポキシ、ポリエステルを粉砕した場合のデータです。

4. フローシート

粉体塗料粉碎システム
POWDER COATING GRINDING SYSTEM



本システムは粉体塗料を微粉碎機ACMパルベライザで粉碎するシステムです。

分解・洗浄性に優れたACMパルベライザSB型をはじめとした、色替えが頻繁に行われるプロセスに最適なトータルシステムをお届けします。

ホソカワ／ミクロン ミクロンジェットT型

技術本部・技術開発部*

1. 概 要

近年、OA機器の普及にともない、複写機やプリンタなどに用いられるトナー粒子は、高画質化のための微細化や製造コストの低減のため、効率の高い製造方法が求められている。また、カラートナーをはじめとする、多品種少量生産への対応も重要な課題となっている。この様な状況の中で、高い粉砕効率と製品収率を可能とする、機械式粉砕が年々増加してきており、当社では機械式超微粉砕機「イノマイザ」によりこれらの要望を満たしてきている。これとともに、従来から行われてきたジェット粉砕によるトナーの製造も、製造効率の改善が必要となってきた。すなわち、粉砕効率の向上や簡便な操作因子の変更、多品種生産に対応可能なシステムの構築などがあげられる。これらの要望に応え、この度「ミクロンジェットT型」の開発をおこなった。

2. 機 構

本システムをFig.1に示す。本システムは高压ジェット気流を利用した衝突式の粉砕部と、粒度範囲を調整する2基の分級部で構成されている。粉砕部に供給された原料は、高速ジェット気流により、加速され衝突部で粉砕される。粉砕された

粒子は、1段目の分級部で目標径以下のものが分離され、分散された状態で2段目の分級部へ気流と共に送り込まれる。目標径以上のものは、粉砕部へ戻され目標径以下になるまで繰り返し粉砕される。2段目の分級部では、粒子に含まれている不要な微粉が除去され、一定の幅の最適な粒度分布をもった製品となる。Fig.2に示される通常のトナー製造設備は、粉砕と微粉分級のプロセスに分かれているが、本システムはこれらが一つにまとめられており、省スペースで多品種少量生産への対応を容易にするものとなっている。

3. 特 長

- 効率を最大限に発揮する衝突部構造により、使用圧縮空気量当たりの粉砕能力が大幅に増加した。
- 従来、個別に必要であった粉砕と微粉分級のプロセスが一つにまとめられたことにより、設置面積がよりコンパクトになった。また、構成機器点数が少なく、品替えなどの対応が容易となる。
- 分級ロータの回転数を変えることによって、容易に分級点を変更することが可能である。また、新開発のロータ駆動部は清掃性と発熱対策が考慮された構造となっている。
- 粉砕された粒子が非常に良く分散された状態で微粉分級部へ導かれるため、精度の高い分級が可能となっている。

*ホソカワミクロン株式会社
(〒573 大阪府枚方市招提田近1-9)
Tel (0720)55-2231

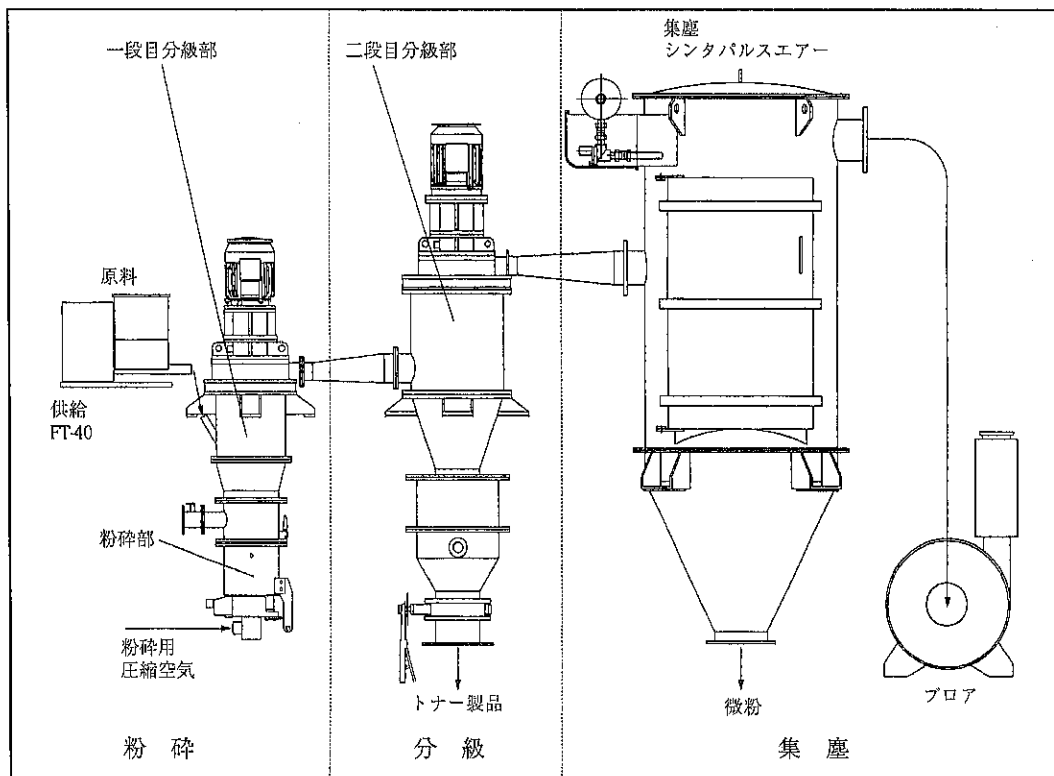


Fig.1 ミクロンジェットT型の構成

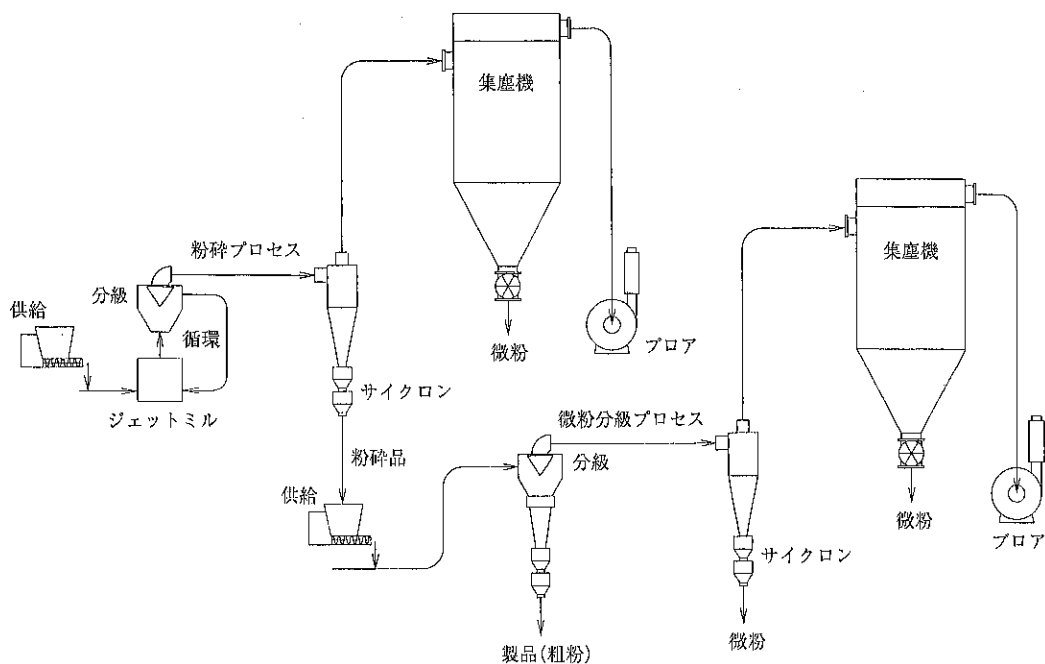


Fig.2 通常のジェット粉碎によるトナー製造プロセス

4. 標準仕様

①製品名称	ホソカワ/ミクロン ミクロンジェットT型
②形 式	MJT-1
③処理能力	30～80kg/H
④圧空量	3～8Nm ³ /min at 6kgf/cm ² G
⑤機略寸法	2000W×1600L×3500H (集塵機を除く装置本体)
⑥機略重量	約1200kg
⑦粉接部材質	SUS304

⑧分級装置

第1分級部	ロータ回転数 max. 7000r.p.m. モータ 2P 3.7kW インバータ制御
第2分級部	ロータ回転数 max. 7000r.p.m. モータ 2P 5.5kW インバータ制御

⑨付帯設備

集塵装置	ホソカワミクロン シンタパルスエアー PSLC-900/8-8
ブローア	ー2000mmAq 17Nm ³ /min.
供給機	ホソカワミクロン ファイントロン FT-40
その他	粉碎用圧縮空気源

特許一言メモ No. 158

JAPIO 特許・商標の全文検索サービス開始

日本特許情報機構(理事長朴木正氏)は、ウィンドウズ95のソフトを組み込んだパソコンなどから特許や商標情報の全文検索ができる特許・実用新案と商標の2つのクライアント・サーバ・システムの業務を開始した。同システムは特許庁発行のCD-ROM公報(電子公報)や商標データをサーバと呼ぶ小型のコンピュータで分散検索し、総合デジタル通信網(ISDN)を介して研究者やデザイナーが手元のパソコンで技術情報を引き出すことができるもの。公報全文検索と図面を含む公報を検索するシステムとしては世界で初めて。

同機構は「分散処理型のコンパクトなシステムにしたことはユーザーニーズに柔軟に対応するこ

とになり、特許情報を利用価値の高い知的資源として簡単に提供することになる」としている。同機構はさらに機能を向上し、海外の特許情報もデータとして加えて、より利用価値の高いシステムに改善していく。

特許・実用新案検索システムは約130万件のデータの中から必要なデータをマウスで画面操作、会話形式で検索することができ、検索結果はダウンロードはもちろんファックス出力などさまざまな方法で取得することも可能。また、データは電子公報の発行日に蓄積するので、発行日の翌日からオンラインサービスが受けられる。

(日刊工8.9.2より抜粋)

(特許室)

ホソカワ/ミクロン シンタパルスエアー

技術本部・技術開発部*

はじめに

近年OA化の一翼を担っているレーザープリンタや乾式複写機の高性能化は原料となるトナーの超微粉化が貢献しています。その外にも、製品の高度な品質を実現するために、原料の超微粉化が要求されるものが増えております。それにより、粉体プロセスにおけるもっとも確実な機械的分離装置として従来から使用されてきたろ過式集塵機も、粉体の超微粉化という新しい分野への対応を要求されるようになってきました。

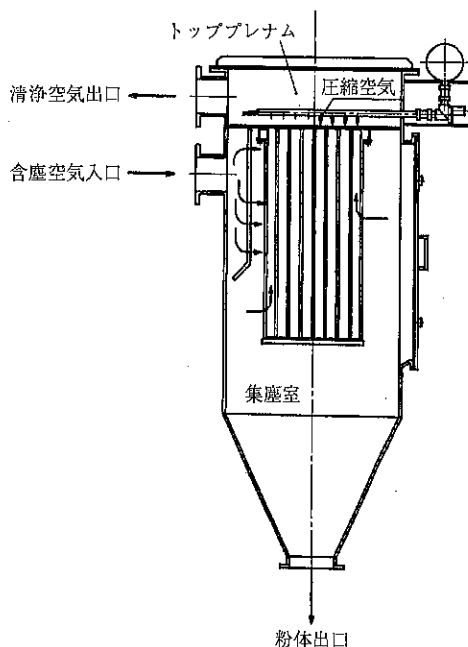
今回開発されたシンタパルスエアーは、従来の集塵機と異なり、固形の特殊樹脂焼結体エレメントをろ材として使用しており、サブミクロン領域まで効率良く捕集できます。また、エレメントは大きな表面積がとれるように成形されているため、フェルトや織布をフィルタとして使用した集塵機と比べ、設置スペースが非常に少なくて済みます。

構造

含塵空気は集塵室上部に設けられたインレットより機内に入ります。エレメントの表面で粉塵がろ過され、清浄空気がエレメント内を通過して、ト

ッププレナムに入り、出口から排気されます。

洗浄装置は、エレメント上部に設けられたブローチューブから高圧空気を瞬間的に噴射させ、エレメント表面に付着した粉塵を払い落とします。払い落としの際の洗浄に費やす時間は非常に短いので、ろ過面積に影響なく処理風量、圧力にはほとんど影響を与えず、連続して運転することができます。



*ホソカワミクロン株式会社
(〒573 大阪府枚方市招提田近1-9)
Tel (0720)55-2231

特 長

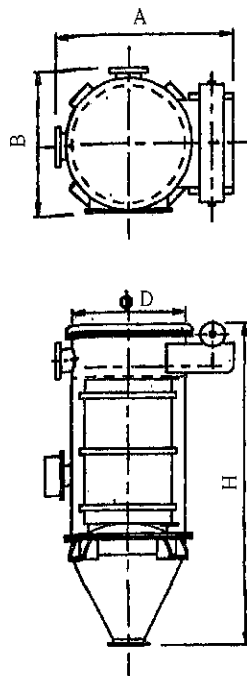
捕集効率が99.999%と非常に高い。

通過性があり、従来のフェルト素材では使用できなかったような粉体でも効率良く捕集することができる。

剥離性が良いので、付着性の強い粉体にも使用できる。

エレメントの交換が簡単なので、洗浄が必要な場合に便利である。

劣化しにくいのでエレメントの寿命が長い。



シンタパルスエアー(丸型)の機種構成

型 式			PSLC-450/8-4	PSLC-450/8-6	PSLC-450/8-8	PSLC-900/8-6	PSLC-900/8-8
ろ過面積	m ²		4.8	7.2	9.6	15	20
エレメントの種類			SL-70-450/8			SL-70-900/8	
エレメント枚数	枚		4	6	8	6	8
標準耐圧度	mmAq		3500	3500	3500	3500	3500
概略寸法	A	mm	1180	1280	1280	1280	1280
	B	mm	980	1080	1080	1080	1080
	D	mm	700	800	800	800	800
	H	mm	1700	1800	1800	2250	2250

型 式			PSLC-900/18-6	PSLC-900/18-8	PSLC-1500/18-6	PSLC-1500/18-8
ろ過面積	m ²		33	44	54	72
エレメントの種類			SL-70-900/18		SL-70-1500/18	
エレメント枚数	枚		6	8	6	8
標準耐圧度	mmAq		3500	3500	3500	3500
概略寸法	A	mm	1930	1930	1930	1930
	B	mm	1630	1630	1630	1630
	D	mm	1400	1400	1400	1400
	H	mm	3150	3150	3800	3800

ホソカワ／ミクロン バルクタッパナ

技術本部・技術開発部*

1. 概 要

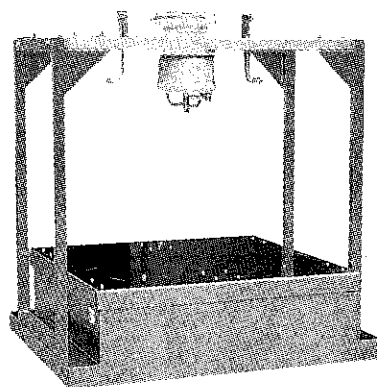
粉体の嵩密度を高めて袋の中に出るだけ多く充填させたいとの要望は数多くある。これは、包装コストの削減や、粉体の充填作業において袋の粉充填率を上げ、トラック等輸送手段への積載容積を減少させ輸送コストを低減させる為である。

一般的に充填される粉体は、充填場所まで搬送される間に空気を含んで流動化しており、嵩高い状態になっている場合が多く、袋より溢れたり、袋の綴じ代分の余裕が取れない等の問題が多く発生している。特にフレコンバグの場合、上記問題が顕著に現れる。

このような問題に対し、バルクタッパナは独特なタッピング動作により粉体に落下衝撃を与え、強力かつ効率的に減容させることができる装置で、従来より劣悪とされてきた充填作業の効率化、輸送コストの削減、労働作業の軽減、等の効果がある。輸送コストの低減はトラック等の便数が減る事であり、環境汚染問題にも貢献することができる。

2. 特 長

- 1) フリーラン機構により自由落下に近い速度でタッピングさせているので減容効果が高い。



クランク機構によりタッピング動作を行うので消費電力が小さい。(特許出願中)

- 2) タッピング中も連続的に充填計量できる。装置内に計量器を内蔵し、タッピングしながら充填量をチェックでき、充填時間の短縮と過充填等のトラブルがない。
- 3) 粉の偏析が起らない。振動式減容台のように、粉が流動し偏析が起きる事がない。

3. 構 造

Fig.1に当装置の応用例を示す。本体上部で所定の高さ(通常30mm前後)でタッピングするタッピングベースにフレコンバグを乗せてタッピングし、粉の山を崩し効果的に減容させることができる。計量器は本機の最下部に設置されている。この場合タッピング時の落下衝撃が計量部には全く伝わらない構造になっている。(特許出願中)

*ホソカワミクロン株式会社
(〒573 大阪府枚方市招提田近1-9)
Tel (0720)55-2231

実際の運転ではフレコンバグ充填量の約95%までは、計量しながらタッピング減容して充填を行い、定量までの残り5%はタッピングを停止させて精度良く充填を行う。

なおオプションでフレコンバグ等を保持する吊りフックのついたフレームやストット充填計量装置と組み合わせることができ、作業性の向上、発塵の防止、高い充填精度等、優れた機能を付加できる。

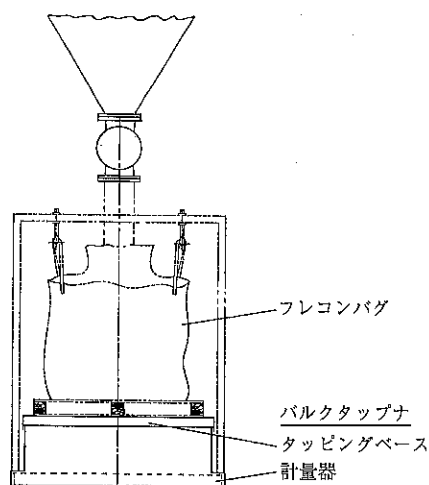
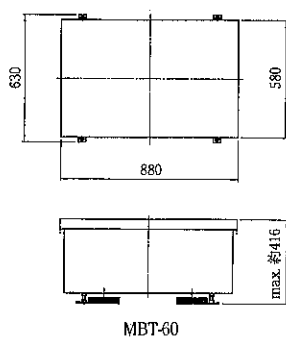


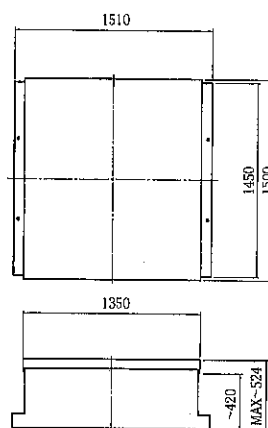
Fig.1 バルクタッパナ応用例

4. 型式および仕様

型 式	MBT-60	MBT-500	MBT-1000
定格荷重(粉重量) [kg]	60	500	1000
モータ容量 減速比 [kW -]	0.2 1/120	2.2 1/120	2.2 1/120
タッピング速度 [回/min]	約15	約15	約15
計量器定格 [kg]	300	1000	2000
外形寸法 W×D×H[mm]	880×630×416	1510×1500×524	1510×1500×524
タッピング台部寸法 W×D[mm]	880×580	1350×1500	1350×1500



MBT-60



MBT-500/1000

5. 減容事例

	テストサンプル	炭酸カルシウム		水利剤		パーライト		増粘剤	
サンプル	平均粒径[μm]	5.0		8.4		0.075~0.3		36.5	
	嵩密度ユルミ/カタメ[g/cc]	0.52/0.99		0.22/0.42		0.1/0.2		0.12/0.16	
運転条件	容器サイズ	ドラム缶φ560×880H		ファイバドラムφ390×390H		フレコンバグφ1080×1390H		ケース350×750×500H	
	タッピング楊程[mm]	30		30		30		30	
	タッピング回数(累積)	30	130	30	120	180	280	30	90
結 果	嵩密度[g/cc]	0.96	1.06	0.36	0.42	0.18	0.19	0.15	0.165

新製品紹介

ホソカワ／アルピネ スパイラルジェットミル100AS

—医薬向けに生まれ変わった新世代ジェットミル—

営業本部*

1. 医薬専用システム

新世代100AS医薬品粉碎システムはホソカワの製造技術、システム設計技術における画期的な一歩を示すものです。操作性に優れ、コンパクトにまとめたシステムは、工業的に最適なものを作るという思想のもとに生み出されたものであり、魅力的なコストパフォーマンスとあいまってお客様に満足頂けるシステムです。

本機はモノブロック構造（削り出し製作法）を採用しているため、部品点数が少なく、デッドスペースもなく、いかなる表面仕上げも可能です。（標準Ra=0.8 μ m）また各部単体の重量は10kg以下にしております。

本文では説明しきれない点多々あるかと思われまふ。ご不明点につきましては、どうぞお気軽に弊社までお問い合わせ下さい。

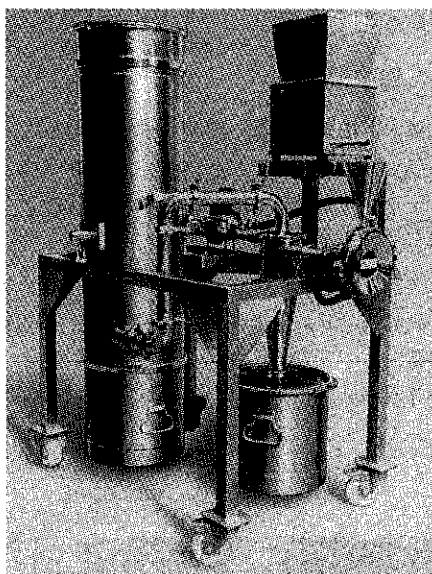
2. 適 用

モース硬度3までの結晶構造物の乾式超微粉碎に最適です。

原料粒径は最大1mmまで供給可能です。

高品位の医薬品、ファインケミカル等用仕様を標準に設計しており、注射薬、軟膏、錠剤、粉薬等に使われる、0.5～30 μ mへの超微粉碎に最も利用されています。

活性度の高い毒性のある原料を粉碎する際は、安全面を重視した特殊仕様もご用意致します。



部品点数の少ない100ASシステムの設計思想はひとえに洗浄を簡易にし、軽量の設備にすることであり、このためいわゆる「グローブボックス」設備でも理想的な運転が可能です。

3. 能 力

標準の100ASシステムは数百g～数kgバッチ処理を想定しています。数g～約250g処理のご希望があれば、少量処理用の特殊仕様機もご用意致します。

4. 洗 浄

100ASシステムの主要な開発コンセプトの1つは、洗浄が簡単にかつ完全にできることです。乾式清掃だけでも品種替えに充分な完全な清掃がで

* ホソカワミクロン株式会社
(〒541 大阪市中央区瓦町2-5-14)
Tel (06)233-3960 Fax (06)229-9250

きますが、必要ならば他の方法による洗浄も可能です。

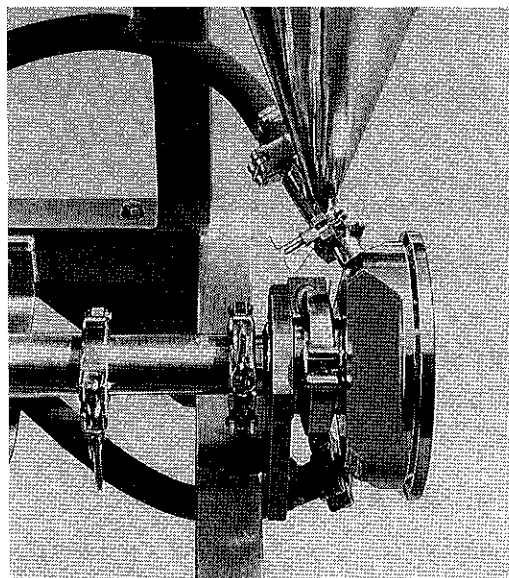
粉碎室、供給機、サイクロン等の個別部分に分解した後、各部を超音波槽、オートクレーブ等に入れ洗浄、殺菌することも可能です。

5. 特 長

- 部品点数を限界まで削減
- デッドスペースがない
- ばい菌の繁殖がないリング溝
- 表面仕上 $Ra=0.8\mu m$ 以下
- ねじこみ部のない粉接面
- 部品重量は10kg以下

6. 構 造

- 粉碎室を垂直に設置。接続部は全て粉碎室背面でフェルール止め。粉碎室及び粉碎室カバーもフェルール接続のため、検査や洗浄の際は工具なしで全て開放が可能。
- モノブロック構造の粉碎室、粉碎室カバー。
- 新設計により、従来型に比べ製品粒径の調節が容易。
- 粉碎室のノズルリングは交換可能。
- オールステンレス製架台。



粉碎室接続部

各部の材質、シール材、表面処理等機器及びシステム設計の詳細についてはお気軽に弊社までお問い合わせ下さい。

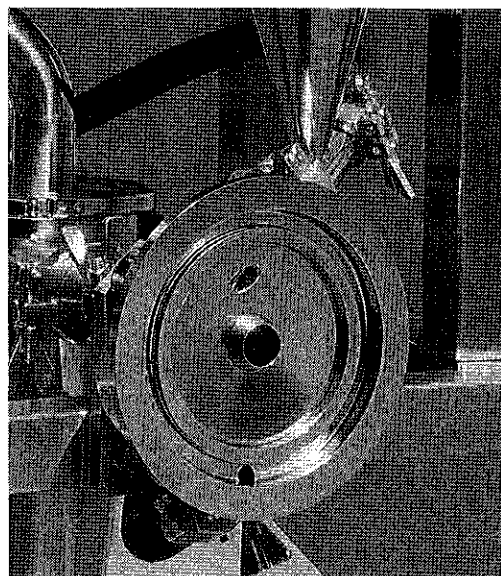
7. 完成したシステムとして納入

100AS粉碎システムは可搬式架台に必要な機器を全て取りつけておりますので、納入後特別な据付作業は必要ありません。粉碎室、サイクロン、フィルタ間の配管、また必要なエアバルブも取り付けております。現場で、圧空の供給と供給機用の電源を接続して頂ければすぐにでも運転が可能です。別途、操作盤を取付ける必要もありません。

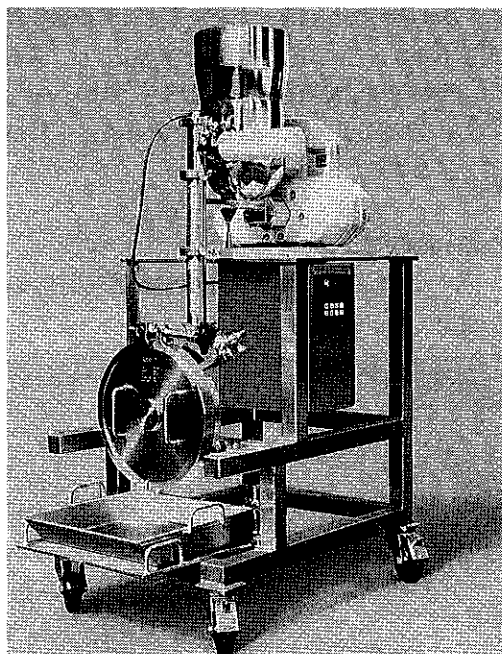
8. 医薬向けスパイラルジェットミル

医薬業界におけるプロセス技術の考え方は、個別に機器を供給するという考え方からコンパクトで完成したシステムを供給するという考え方に変わってきております。

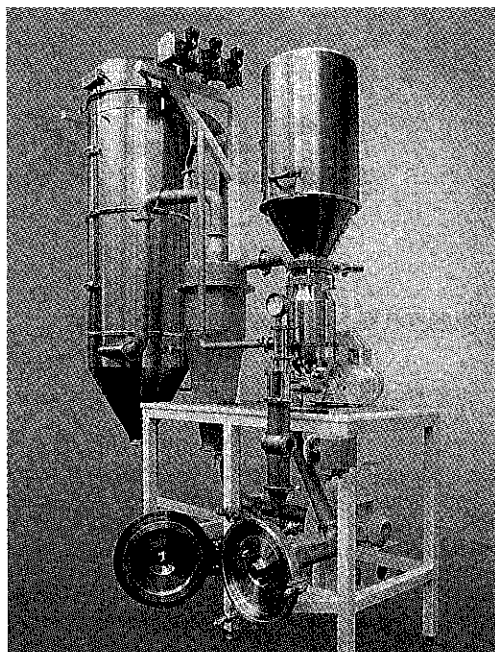
ホソカワのスパイラルジェットミルシステムは、粉碎室径を100～500mmまで取り揃えております。100ASのみならず200AS、315AS、500ASといった機種により、お客様にご満足頂けるコンパクトで完成したシステムを提供して参ります。



粉碎室開放時



200ASシステム



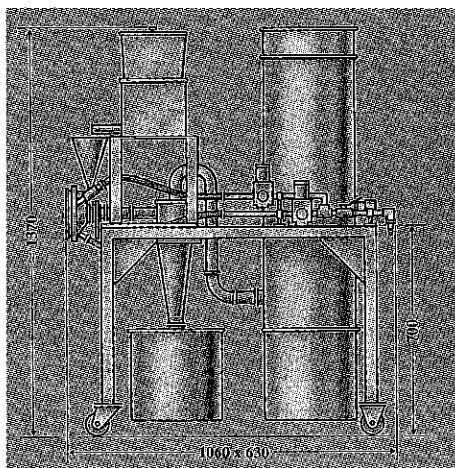
315ASシステム

AS医薬仕様		100AS	200AS	315AS	500AS
製品粒度 ¹⁾	【 $d_{97} = \mu\text{m}$ 】	4~70	5~100	6~110	9~120
処理能力 (10 μm) ²⁾	【kg/hr】	2.5~4	10~15	20~35	35~60
	(20 μm) 【kg/hr】	4~8	20~30	45~70	70~120
スケールアップファクタ ²⁾		0.25	1	2~2.3	3.7~4
圧空使用量 ³⁾	【 m^3/h 】	50	190	460	1150
粉碎ノズル数		4	6	18	45

¹⁾ 製品粒度：粉碎圧6Kg/cm²G, 原料真比重2.7g/cm³の場合。

²⁾ 処理能力：製品粒度, 原料, 粉碎条件等により変動します。(上記データはペニシリンの場合)

³⁾ 圧空使用量：粉碎とインジェクタ作動に必要な総圧空量。(20℃, 1Kg/cm²G)



100ASシステム外寸

ホソカワ ニュース

◎第29回秋季ニューテックセッション出展

(平成8年9月)

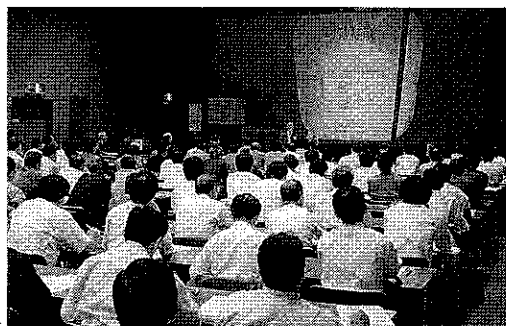
化学工学会秋季大会は同志社大学・田辺キャンパスにおいて9月17日～19日まで3日間開催されました。本学会では、産学交流の意義を込めて、ニューテックセッション「新時代を築く我が社自慢の新技术・新製品」の展示ならびにその講演会が設けられました。ホソカワを含め17の企業ならびに大学の研究室などが出展しました。

当社からは新製品として、粉粒体層圧縮・引張特性自動評価装置「アグロボットシステム」と粒度測定器「エアージェットシーブ」の展示を行いました。来場者の半数は医薬製剤業界に関係しており、その中でアグロボットシステムを用いた打錠成形用顆粒の圧縮強度評価例について特に関心が高いように感じられました。

◎第30回粉体工学に関する講演討論会

(平成8年9月)

平成8年9月5日13時より、東京三省堂文化会館において(財)ホソカワ粉体工学振興財団主催、ホソカワミクロン(株)後援で「第30回粉体工学に関する講演討論会」が開催されました。

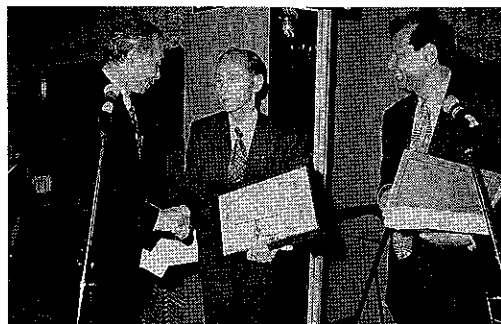


今回は資源・環境・エネルギー問題に対処する機能性複合材料にポイントをあて、テーマとして「先端機能性材料の製造とプロセス」を取り上げ、

4件の講演がなされました。定員150名の席一杯の熱心な参加者のもと、盛会となりました。講演討論会終了後、場所を変え懇親会が開かれ、あちこちに話の華が咲き、和気あいあいの内に19時に終了しました。

◎第10回国際乾燥シンポジウムにおける

「ホソカワ賞」の新設と「革新的乾燥設備開発賞」受賞(平成8年7月)



7月30日～8月2日、ポーランドにおいて、乾燥技術分野の世界最大国際会議である「第10回国際乾燥シンポジウム」が開催されました(2年毎)。

今回から、当社がスポンサーとなって乾燥に関する革新的な基礎研究を行った研究者を対象に「ホソカワ賞」を新設し、第1回目としてユッカ・レイチネン教授(フィンランド)が表彰されました。また、同シンポジウムにおいて当社の前川顧問(営業企画)が、これまでの瞬間真空乾燥装置、クラックシステムの発明・研究に対し、日本人としては初めての「革新的乾燥装置開発者賞」を受賞されました。

◎韓国現地法人、及びタイ駐在員事務所 設立 〔韓国現地法人〕

社名: HOSOKAWA MICRON (KOREA) Ltd.
住所: HANSHIN CHAMSHIL CORE OFFICETEL
707, 11-9 SHINCHON-DONG,
SONGPA-KU SEOUL, KOREA
(TEL) 82-2-420-5691, 92 (FAX) 82-2-420-5693
営業開始: 96年7月1日

〔タイ駐在員事務所〕

社名: HOSOKAWA MICRON THAILAND
REPRESENTATIVE OFFICE

住所：c/o SIAM INDUSTRIAL
CORPORATION 5/15
MO06, k.M. 15 BANGNA-TRAD HIGHWAY,
BANGPLEE, SAMUTPRAKAM 10540,
THAILAND(バンコクより約15km)
(TEL)66-2-3125300 (FAX)66-2-5125301
営業開始：96年6月末

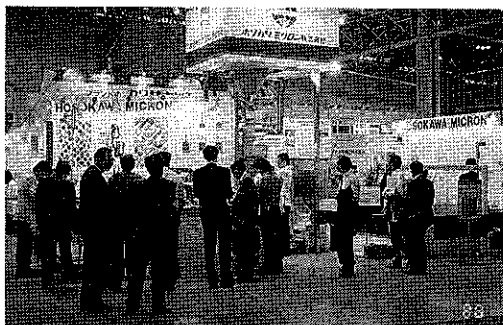
◎チャイナコート'96出展（平成8年5月）

チャイナコートは、中国における唯一の塗料関係の国際展示会です。毎年開催されますが、本年初めてホソカワミクロンとして参加し、広州において5月28日～31日まで4日間開催されました。当社は粉体塗料製造用としてマイクロドイツ社製のACM-15EC型を展示、好評を得ました。



中国の粉体塗料メーカーは数百社ありますが、大半は現地製の粉碎機を使用しています。最新のACMの一つの展示により、ホソカワへの関心を喚起することができたと思います。

◎'96国際食品工業展 出展（平成8年5月）



千葉幕張メッセにおいて、5月28～31日の4日間開催された本展示会は、予想外の盛況で当社の過去4回（2年毎開催）参加の内最多数の小間来場者約700名（前回の50%up）を数えました。

当展示会は、食品産業に関わる幅広い分野の来場者があることで定評ですが、当社出展機、多機能型流動乾燥装置ならびにストット充填計量装置が注目を集め、特に今回パネル展示となったHutt、クイロイター、タープラー各社の菓子類成形・コーティング機器の紹介は、本食品展にフィットしたものとして注目を集めていました。

◎新会長および新社長就任披露パーティー

（平成8年4月）

平成7年12月、細川益男社長が代表権のある会長に就任するとともに、細川悦男副社長が社長に昇格いたしました。

その就任披露パーティーが、平成8年4月18日、帝国ホテル大阪において（来場者758名）、及び関東地区では4月23日、ホテルオークラにおいて（来場者410名）開催されました。

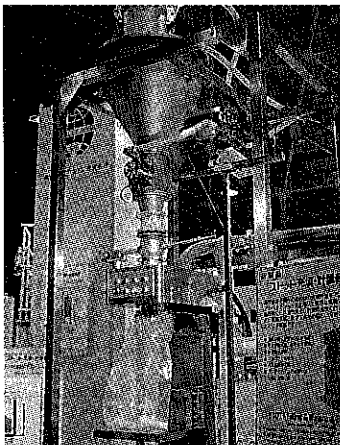


◎創業80周年記念式典（平成8年4月）



平成8年4月18日をもって、当社は創業80周年を迎え、国内従業員および海外表彰者の出席のもと、関西地区（17日、大阪商工会議所）および関東地区（22日、三省堂文化会館）のそれぞれにおいて記念式典が執り行われました。また、式典に引き続き、立食パーティーが開かれました。

◎インターフェックスジャパン'96（平成8年1月）



本展示会は、東京晴海で1月23～26日まで4日間開催された。製薬、化粧品、洗剤業界をターゲットとした展示会で、前回を上回る来場者(7,815名)があり、当社小間にも450名が受付けられ、盛会となりました。当社は医療向機種「カウンター・ジェットミル100AFG」を始めとし、他9機種をそろえ出展いたしました。中でもストット充填計量装置は実演したこともあって、来場者の関心を集めました。

◎福岡パックス'95出展（平成7年11月）

福岡パックス'95がマリンメッセ福岡において、平成7年11月11日～13日の3日間、開催され(出展社数120社)、当社は以下の3機種を展示して、実演やナレーション放送などPRを行いました。

〈展示機器〉 ①ストット充填・計量装置

②自動サンブラ

③ミクロンコンパクタ

“粉碎”誌 総索引 No.1~No.40

<種類別索引>

(ゴチック数字は頁 () 内は掲載号数)

[巻頭言]

- 紫綬褒章受章の栄光に浴して……細川 永一…… 1 (1)
 細川粉体工学研究所の開設にあたって
 ……細川 永一…… 1 (2)
 細川粉体工学研究所の創設を祝して
 ……亀井 三郎…… 2 (2)
 細川粉体工学研究所の開設を祝う……亀井 三郎…… 3 (2)
 3号発行に当っての御挨拶……細川 永一…… 1 (3)
 粉碎機の特性と粉体の粒度分布……中川 有三…… 1 (4)
 技術と世界市場……細川 益男…… 1 (5)
 細川鉄工所と私(挨拶にかえて)……G. S. Sale…… 1 (6)
 創立46周年を迎えて……細川 永一…… 1 (7)
 技術尊重の良心……細川 益男…… 2 (8)
 粉碎雑感……矢野 武夫…… 1 (9)
 故細川永一会長の死を悼む…… 1 (10)
 暗中の粉体工学……吉田 哲夫…… 1 (11)
 粉体とその応用……岡田 辰三…… 1 (12)
 細川粉体工学研究所の使命……細川 益男…… 1 (13)
 粉体工学の進むべき道……井伊谷鋼一…… 2 (13)
 何でも粉碎……吉岡 直哉…… 1 (14)
 粉碎機こぼれ話……細川 明彦…… 1 (15)
 ヨーロッパの粉体工学の新しい動き
 ……神保 元二…… 1 (16)
 「粉碎」編集委員会発足……矢野 武夫…… 1 (17)
 編集委員会の発足に当って…… 2 (17)
 みち……沢畠 恭…… 1 (18)
 リサイクリング技術について思うこと
 ……吉田 哲夫…… 1 (19)
 粉碎を見直す……中川 有三…… 2 (20)
 “粉碎”20号によせて“粉碎”誌と時のきざみ
 ……田中 達夫…… 3 (20)
 粉体技術への回帰……狩野 武…… 2 (21)
 見る……荒川 正文…… 2 (22)
 ある思い出……田中 達夫…… 2 (23)
 テクノロジ・トランスファーについて
 ……矢野 武夫…… 3 (24)
 本誌25号に寄せて……中川 有三…… 2 (25)
 粉体工学揺籃の時代は終わった……細川 益男…… 2 (26)
 温故知新、以為師……矢野 武夫…… 3 (26)
 “粉と泥”一粉碎誌への希望……吉岡 直哉…… 4 (26)
 中川会長のあとを受けて……吉田 哲夫…… 2 (27)
 粉体工学の歩みと国際交流について
 ……井伊谷鋼一…… 2 (28)

- 雑感一粉体技術の教育と研究……青木 隆一…… 2 (29)
 粉体技術と国際水平展開……細川 益男…… 2 (30)
 粉体工学から粉体学へ……宮南 啓…… 2 (31)
 粉体と粒子……向阪 保雄…… 2 (32)
 粉碎33号によせて……吉岡 直哉…… 2 (33)
 ある蹉跎の話……荒川 正文…… 2 (34)
 粉体技術と粉体工学……大島 敏男…… 2 (35)
 粉子系工学……増田 弘昭…… 2 (36)
 ローリングストーン……辻 裕…… 2 (37)
 公益財団周辺の話……吉岡 直哉…… 2 (38)
 「粉碎」誌を前にして粉碎を想う……桑原 好孝…… 2 (39)
 粉体と入国審査……細川 悦男…… 2 (40)

<研究報告, 研究速報>

- ジェット粉碎機の粉碎機構について
 ……森 芳郎, 神保 元二…… 4 (2)
 MICRO SIZERの試作について(第1報)
 ……細川 益男, 松山 卓蔵…… 8 (3)
 ……森本 益弘
 ルーバー式分離機の分級特性
 ……井伊谷鋼一, 木村 典夫……18 (3)
 微粉砕乾燥機に関する研究(第1報)
 ……松山 卓蔵, 森本 益弘……11 (4)
 粉碎粒度分布に関する若干の考察
 ……森 芳郎, 神保 元二……17 (4)
 ねじコンベアーの動力と設計方法
 ……植松 時雄, 中村 貞男……28 (4)
 ベビーサイクロンの集塵性能……新津 靖……32 (4)
 衝撃粉碎における材料の破壊抵抗について
 ……奥田 聡…… 2 (5)
 新しい自動粒度測定器について……荒川 正文……14 (5)
 粉体の円錐状堆積層内の応力分布について
 ……青木 隆一……18 (5)
 微粉砕乾燥機に関する研究(第2報)
 ……細川 益男, 森本 益弘……22 (5)
 ……松山 卓蔵
 振動ミルに関する研究……森本 益弘, 松山 卓蔵…… 3 (6)
 ……細川 益男
 スクリューコンベアーの混合作用
 ……佐納 良樹, 中野 敏…… 8 (6)
 ……矢野 武夫
 粉体の空気輸送における直管部及び曲管部の圧力降下
 ……植松 時雄, 森川 敬信……11 (6)

円筒槽における粉粒体の流速分布について

……大竹 伝雄, 東稔 節治……9 (7)
黒田 博之

Y型連続混合機……細川 永一, 細川 益男……13 (7)
横山 藤平, 中本 正弘
福本 史朗

空気透過法による新しい直式平均粒度測定装置

……荒川 正文……17 (7)

粉粒体の力学……上滝 具貞, 早野 延男……3 (8)

酸化ウラン黒鉛系核燃料における両者の混合条件と

核分裂生成物の挙動との関係

……矢島 聖使, 渋谷 敏夫……15 (8)

オリフィスおよびノズルによる粉体の

流出量の測定……森川 敏信……3 (9)

垂直面をもつ非対称型ホッパーの長方形流出口の

形状が流出速度に及ぼす影響……川合 清一……7 (9)

円環状オリフィスからの粉体の流出

……大竹 伝雄, 東稔 節治……3 (10)

粉砕用各種媒体の摩耗比較……山内 史朗……6 (10)

振動スクリーフイーダーの試作と性能

……松山 卓蔵, 中本 正弘……16 (10)

アラジンバッグのテスト

……松山 卓蔵, 鈴木 昭明……20 (10)

高速衝撃粉砕における粉砕能

……奥田 聡, 森田 洋二……2 (11)

空気流中への粒体の分散法とその大きさの測定

……森島 直正……6 (11)

試作回転充填層型スクラパーの装置特性

……吉岡 直哉, 江見 準……10 (11)

ミクロンウルトラシフター

……中本 正弘, 松山 卓蔵……16 (11)

造粒の研究(第1報)……松山 卓蔵, 鈴木 昭明……20 (11)

ミクロンセパレータによるフライアシュの

分級試験について……谷口 一昭……4 (12)

バーコ型分級機によるセメントクリンカー分級粒子群の

SO₃の挙動……山内 史朗, 柳 正光……7 (12)

微粉炭燃焼灰超微粒子群のMicrotopography

に関する研究……中村 喜義……11 (12)

非等速吸引によるパイジン量の誤差について

……上滝 具貞, 金原 清……25 (12)

造粒に関する研究(第2報)

—グラニューライザーによる造粒機構の解析

……向阪 保雄, 豊立 勝二……29 (12)

充填流動層における粒子混合

……青木 隆一, 山崎 量平……3 (13)

バルスエアーコレクターにおける

汙布試験装置の試作と二, 三のテスト

……横山 藤平, 浦山 清……8 (13)

試作ヘリカル型ミクロンセパレータの分級特性

……中川 文雄……20 (13)

粉砕条件から粉砕量を予測する

(衝撃圧縮粉砕と定常運転ボールミル粉砕)

……松居 国夫……2 (14)

粉砕効率の基礎的考察……神保 元二……10 (14)

小型閉回路粉砕の一実験(ミクロンセパレータの

分級性能について)……川合 誠一……18 (14)

異粒径球状粒子のタッピングによる分離

……佐納 良樹, 清水 明夫……26 (14)

各種サイクロン分離器の比較実験

……上滝 具貞, 金原 清……30 (14)

若菜 宏啓, 紫原 昌宏

顕微鏡法による粒子径測定値の偏りについて

……山内 史朗……40 (14)

ボールミルによるフライアシュの粉砕実験および

その品質について……谷口 一昭……44 (14)

固体分散エーロゾルの発生に関する二, 三の実験

……木村 典夫, 野村 英司……50 (14)

桑名 三雅

粒体層内における液状水移動

……若林嘉一郎, 山口 信吉……62 (14)

ミクロンセパレータ新型ロータの特性

……横山 藤平, 中川 文雄……68 (14)

甲盛 直博

湿式汙布集塵機について

……南 孝和, 鈴木 昭明……74 (14)

サイクロン分離器の最小分離粒径について

……上滝 具貞, 金原 清……2 (15)

北村 敦

粉体の動的流動性指数の測定法

……三輪 茂雄, 竹内 和……8 (15)

公害と粉砕……中村 喜義……12 (15)

風力分級器のシミュレーション

……中島 耀二, 田中 達夫……2 (16)

ZrOCl₂・8H₂O, ZrOH₄の熱処理による

ZrO₂粒成長と相転移……山内 史朗……8 (16)

回分式堅型リボン混合機の混合特性

……矢野 武夫, 佐藤 宗武……18 (16)

立石 享司

エジェクターフィーダによる粉体の分散

……渡辺 始, 中田 好洋……24 (16)

高橋 和士

閉回路粉砕プロセスの解析

……宮南 啓, 矢野 武夫……26 (16)

流動層からの小粒子の飛び出し

……篠原 久, 田中 勇武……33 (16)

中原 俊輔, 鶴 泰

貯槽内の粉粒体の流下現象

……上滝 具貞, 早野 延男……50 (16)

山中 久人, 河内山 茂

粉体および粉体混合物の流動性指数の測定と
それらの粉体混合への応用

……矢野 武夫, 寺下敬次郎……96 (16)
山崎 利夫

粉体の動的流動性指数の測定法(続)

……三輪 茂雄, 清水 慎一……103 (16)

スクリーコンベアの輸送量について

……佐納 良樹……112 (16)

低融点物質の粉碎機, ビクトリーミルの

開発とその性能……鈴木 昭明……117 (16)

逆噴射圧からみたバルスエアコレクターの特性

……谷口 浩, 鈴木 昭明……124 (16)
豊立 勝二

誘電特性を利用した粉体の水分測定

……中島 裕夫, 倉前 正志……2 (17)
田中 達夫

攪拌型粉体混合機内の粉体の流動と混合に関する

実験的研究……矢野 武夫, 佐藤 宗武……10 (17)

二次元水平円筒型混合機を用いた粒体混合における

密度による分離偏析の研究

……矢野 武夫, 寺下敬次郎……22 (17)
武者 孝敏

色素吸着法による表面積測定

……諸橋 昭一, 川口 初男……34 (17)

空気圧による粒子充填層の体積変動

……佐納 良樹, 矢ヶ崎孝彦……40 (17)

粉末と包装材質—包装材質面における粉末の

滑り易さの検討……篠崎 勲……46 (17)

水ガラス系硬化体における白華の検討

……長谷川 勝, 山内 史朗……50 (17)

モデルビン壁面における粉体圧の測定

……中川 文雄, 島谷 敏久……57 (17)
鈴木 昭明, 横山 藤平

単粒子破碎に及ぼすふんい気中の水分の影響

……八嶋 三郎, 神田 良照……2 (18)
斎藤 文良

粉粒体のかくはん—フローパターンについて

……三輪 茂雄, 阪上 雅保……10 (18)

ナウタミキサー内の粉体の運動と混合過程

……矢野 武夫, 寺下敬次郎……14 (18)

不均一流動化における粒子の挙動……佐納 良樹……23 (18)

流動層組み込み風力分級機の研究

……中川 文雄, 島谷 敏久……28 (18)
鈴木 昭明

遠心排出型バケットエレベーターの特性について

(実験結果の解釈)……上滝 具貞, 早野 延男……37 (18)
山内 久人, 藤木 俊介
藤井 康博

振動ミルのボールの運動の電算機による

シミュレーションの試み……井上外志雄……50 (18)

ロータリフィーダの閉塞特性

……上滝 具貞, 富田 侑嗣……61 (18)
伊達木新三, 森島 正文

粉体用連続混合システムの開発

……横山 藤平, 浦山 清……66 (18)

水ガラスの白華の検討—温度の影響に関して

……長谷川 勝, 山内 史朗……71 (18)

Carの流動性指数に関する考察

……鈴木 昭明, 丸子 修……80 (18)

粉碎方程式の解析解について

……中島 耀二, 田中 達夫……2 (19)

ボールミル粉碎による石英砂の粒度分布変化に対する

試料挿入量およびボール挿入量の影響

……金庭 延慶, 池川 昭子……12 (19)
新田 伸子, 飯島 寿子

実験用連続ボールミルにおける粒子の滞留時間

分布について……富田 美穂, 太田 元……28 (19)
井上外志雄, 今泉 常正

着色粒子を用いた薬剤粒体の混合研究—色差論的考察—

……松田 芳久, 林 信一……35 (19)
岡田寿太郎

密度差による偏析を伴う粉粒体混合過程の

モンテ・カルロ・シミュレーション

……矢野 武夫, 荒谷 敏朗……42 (19)
寺下敬次郎, 知福 博行

リング式剪断試験器による測定値とCarrの流動性指数

との関連……横山 藤平, 中川 文雄……51 (19)
彼谷 憲美

エアスライドにおける粉粒体の流動特性について

……篠原 邦夫, 斎藤 和男……64 (19)
田中 達夫

流動層における粉体の混合および分離—気泡の効果—

……佐納 良樹, 猪爪 孝一……49 (20)
秋葉 育朗

流動層における粒子—流体間の伝熱係数について

……田中 勇武, 篠原 久……56 (20)
吉原 紀幸

粉体の壁面付着強度について

……篠原 邦夫, 花崎 芳朗……62 (20)

単粒子破碎に及ぼす媒液の双極子モーメントならびに

金属蒸着膜の影響について

……八嶋 三郎, 斎藤 文良……70 (20)

カスケードインパクトの捕集性能

—付着量と再飛散量の効果について—

……上滝 具貞, 早野 延男……82 (20)
原田 教男

電磁式振動円盤型粉粒体供給機(フロートロン)を用いた
連続定量供給装置の試作およびその性能
……矢野 武夫, 佐藤 宗武……92 (20)

エジェクター・フィーダによる凝集粉体の分散
……渡辺 始, 松野 孝好… 106 (20)
中田 好洋

攪拌流動層における所要動力と混合効果
……佐納 良樹, 本山 安訓…… 4 (21)

2次元ホッパー内の粉体応力の測定
……橋本 啓治, 福井 雄二……10 (21)
……綱川 浩, 青木 隆一

皿型造粒機による最小ペレット生成の操作条件について
……上滝 具貞, 早野 延男……17 (21)
山中 久人, 坂口 玉雄

粉体の低濃度垂直空気輸送の加速領域の流れ
……富田 佑嗣, 上滝 具貞……39 (22)
湯谷 正司

流動層における分散板用多孔板に関する研究
一分散板上粒子の不動部分の体積について
……田中 勇武, 腹村 雄二……44 (22)
藤原 久

連続粉碎のシミュレーションの基礎に関する
概念的考察と若干の実験
……岡野 靖彦, 太田 元……52 (22)

水平空気輸送における圧力損失, 輸送動力, および
流動様式との関係……上滝 具貞, 富田 佑嗣…… 3 (23)
湯原 英元

サスペンションからの球形造粒に及ぼす
界面活性剤の影響……竹中 英雄, 川島 嘉明……10 (23)
中島 昌弘, 大岸 祐子

粉粒体の投入速度と粉体圧の影響
……高木 史人, 杉田 稔……15 (23)

粉体のタッピング圧密について
……和田 憲造, 福永 温子……24 (23)
早野 延男, 上滝 具貞

温度勾配下における湿った粒子層内の
水分移動現象に関する一考察……倉前 正志……32 (23)

高速型衝撃粉碎機による粉碎混合
……寺下敬次郎, 矢野 武夫…… 4 (24)
森 一徳, 橋本 正雄

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……綱川 浩……17 (24)

サイロ内の懸垂棒に働く粉粒体のまさつ力
……綱川 浩, 荒川 誠司……33 (24)

移動層塔壁での粉粒体の剪断応力特性
……油谷 暢悦, 上松 一則……38 (24)

粉体のタッピング圧密について
……和田 憲造, 中富 美鈴……46 (24)
早野 延男, 上滝 具貞

振動ホッパーからの粉体の流出
……川合 誠一, 池原 和樹……52 (24)
道井 啓右

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 —
……田中 勇武, 杉 正浩……60 (24)
石蔵 利文, 篠原 久

湿式球形造粒法によるワックス製剤の調製
……竹中 英雄, 川島 嘉明……88 (24)
森 晴美

セメントクリンカ粉碎用閉回路チューブミル系の
空気冷却に関する検討
……小沼 栄一, 橋 時哉…… 4 (25)

一面剪断試験による内部摩擦係数と剪断付着力
……寺下敬次郎, 宮南 啓……14 (25)
岡嶋 雅資

圧縮粉体成形物の剪断試験法の提案
— 剪断力に及ぼす圧縮時の2, 3の因子及び滑沢剤の
添加濃度の影響……松田 芳久, 中川 桂子……21 (25)
谷 咲子

連続式流動層による石膏粒子のか焼に関する
実験的研究……田中 勇武, 内田 正義……28 (25)
篠原 久

リボン羽根型粉粒体混合機の起動トルクについて
……佐藤 宗武…… 6 (26)

窒化ケイ素の粉碎処理と結晶構造の乱れ
……桑原 好孝, 鈴木 和夫…… 4 (27)

粉体の空間率および安息角におよぼす湿度の影響
……藤原 英二, 鈴木 道隆……11 (27)
広田 満昭, 大島 敏男

部分分級効率の新しい測定法……菅沼 彰……16 (27)

摩擦帯電によるプラスチック類の種別選別装置の試作
……中島 耀二, 田中 達夫…… 4 (27)

湿潤粉体の混合操作における混練状態の評価
……寺下敬次郎, 塚口 英世……14 (27)
木村 照雄, 神家 規寿
宮南 啓

ブロータンク内の粒子運動に及ぼすノズル,
挿入物および空隙率の影響
……富田 佑嗣, 槇本 茂……22 (27)

摩擦帯電によるプラスチック類の種別選別装置の条件
……中島 耀二, 田中 達夫…… 4 (28)

湿潤粉体の混合操作における混練状態の評価
……寺下敬次郎, 塚口 英世……14 (28)
木村 照男, 神家 規寿
宮南 啓

ブロータンク内の粒子運動に及ぼすノズル,
挿入物および空隙率の影響
……富田 佑嗣, 槇本 茂……22 (28)

窒化ケイ素粉体の微粉砕とメカノケミストリ

……菅野 善則……4 (29)

空気により排出される貯槽装置における粉体の残留

……内海 良治……9 (29)

流動層燃焼装置の流動・燃焼特性

——一律速段階の簡易判別——……田中 勇武……15 (29)

遠心バランス法による粒度分布測定

……荒川 正文, 下村 玄……21 (29)

今村 晃, 矢沢 尚彦

彼谷 憲美, 北井 宏美

微粉砕された種々の Si_3N_4 粉体の特性

……菅野 善則……4 (30)

ガス圧勾配を利用した粉体かさ密度の制御

……A.G.McLean, 菅沼 彰……10 (30)

松本 幹治, 青木 隆一

ケイ化カルシウム粉じん雲の爆発圧力について

……鄧 照帆, 関 金城……4 (31)

ガラス粒子の摩砕に関する形態学的研究

……柴田 俊春, 森久保道生……4 (32)

山口 賢治

転動ボールミルによる石灰石粉末の微粉砕

——長時間密閉粉砕における初期含水率の影響——

……菅沼 彰, 中村 重行……12 (32)

浜田 俊孝

粉塵の凝集状態がサイクロン集塵効率へおよぼす影響

……山本 英夫, 菅沼 彰……19 (32)

楕円形粒子の画像分割による粒子計算誤差

……篠原 邦夫, 鈴木 啓之……25 (32)

サブミクロン粒子の減圧分級

……山本 英夫, 町田 雅志……4 (33)

菅沼 彰

粒径と粒形

——フーリエ係数を採用した粒子特徴の考察

……柴田 俊春, 仲山 伸二……9 (33)

山口 賢治

数種の医薬品結晶性粉体の多形調製法

……金庭 延慶, 大塚 誠……30 (33)

山口 哲夫, 林 哲男

林 健児, 松本 崇弘

涉 信敏, 梅沢 修

転動ボールミルによる石灰石粉末の微粉砕

——粉砕途上における空気中の水分収着の影響——

……菅沼 彰, 藤井 泰久……4 (34)

濱田 俊孝

分離した複数球形粒子のビデオ計測による

粒度分布測定……篠原 邦夫, 石原 透……10 (34)

粉体間固相反応モデルにおける接触

“点”の有効厚み……郝 玉軍, 田中 達夫……19 (34)

清水 晃

凹凸輪郭粒子の形状解析

……柴田 俊春, 相田 敏春……25 (34)

明 一郎, 山口 賢治

ホッパーの重量制御

——セルフチューニングコントローラの適用——

……和田 憲造, 戎井 昌英……33 (34)

早野 延男

メカノケミカル反応を利用した $\text{SnO}_2\text{Sb}_2\text{O}_3$ 系半導性

微粒子の調製……塩見 治久, 中村 雅彦……4 (35)

木村 隆俊

LDVによる粒子の微小振動の検出法

——微粒子の粒径と帯電量の測定を目的にして——

……中島 耀二, 佐藤 孝……11 (35)

高重力および低重力下における転動ボールミルの

ボール運動のモデルシミュレーション

……橋本 等, 渡辺 龍三……4 (36)

難溶性医薬品の乾式粉砕による微粒子生成

……池川 昭子, 吉野 鋭治……12 (36)

噴霧熱分解法によるビスマス系酸化物

超伝導微粒子の焼結特性

……奥山喜久夫, 島田 学……20 (36)

……峠 登, 足立 元明

各種酸化物粒子の無機イオンによる表面改質

……向井田健一, 佐藤 守之……30 (36)

飯島 晶子, 安藤 秀夫

安保 信之

マイクロデキストリン包接体化合物の生成に及ぼす粉体

ロール混合効果……野澤 靖夫, 岸本 英之……37 (36)

武田 倫世

二次元逆円錐型移動層における粒子速度分布の測定

……篠原 邦夫, 村瀬 利英……4 (37)

噴流層エアーフイルターの性能とメカニズム

……宇敷 健一, 佐藤 輝幸……12 (37)

三木 裕貴, 太田 洋

江口 彌

粉体の無電解メッキ……廣田 満昭, 鈴木 道隆……22 (37)

大島 敏男, 栗山 靖隆

粒子充填体における構成粒子の粒子径と細孔径との関係

……向井田健一, 勝又 弘治……4 (39)

平野 博人

<技術報告>

ミクロンセパレータの理論と実際……森本 益弘……13 (1)

スーパーミクロンミルM502 NC型について

……井上 貞敏, 田中 昭夫……15 (2)

バーチカルコーンミル解砕(中砕)機

……細川 永一……17 (2)

粉砕機の無人操作運転について

……細川 益男, 松山 卓蔵……6 (4)

横山 藤平

砂を造るの記	早坂 幹夫	38 (5)
ガス吸収および集塵用スクラパーの選択	吉田 哲夫	41 (5)
ホソカワ/マイクロ パルスエアーの実験	鈴木 昭明	12 (9)
ビクトリーミルの汎用化		
—スリットライナーの適用について—	鈴木 昭明, 安芸 良明	68 (17)
低温粉碎について	中西 英治, 豊立 勝二	94 (18)
大型貯槽における貯槽形状と粉体圧	杉田 稔	58 (19)
高濃度空気輸送装置の試作	浦山 清, 北村 隆	73 (19)
試作流動乾燥機「エスカレート・ドライヤー」の特性	横山 藤平, 中川 文雄	100 (20)
	彼谷 憲美	
閉回路粉碎システムにおける実質的処理量推算法	佐藤 光彦, 横山 豊和	42 (23)
吊り下げ式付着力測定機による粉体層の破断試験	藤井 謙治, 彼谷 憲美	46 (23)
	浦山 清, 横山 藤平	
閉回路ボールミルにおける粉碎媒体最適充てん率	小沼 栄一	13 (24)
エキスパンドメタルの分級性能	大島 敏男, 廣田 満昭	67 (24)
	田中 正男	
板谷産ゼオライトおよび合成ゼオライトの窒素選択吸着による富酸素空気の製造	高坂 彬夫, 松田 良弘	12 (26)
熔融硫黄の固化形態と機械的強度の関係	関口 勲, 中田 宏志	28 (29)
ホソカワミクロンミニテーパーフィーダ(MTF-I)の特性	水井 克也	15 (30)
新しく開発した浸透速度測定装置について	小石 真純, 北井 宏美	11 (31)
	彼谷 憲美, 横山 藤平	
空気輸送における急転損失	富田 侑嗣, 田代 博之	24 (33)
高速回転攪拌翼による寒水石の微粉碎		
—攪拌翼形状と粉碎助剤の効果—	齋藤 文良, 上和野満雄	21 (35)
ろ過機構および細孔内拡散機構を利用した傾斜組成体の作製	森 英利, 桜井 幸夫	4 (38)
	中村 正秋, 外山 茂樹	
フロー式粒子像分析装置による凝集粒子構造の直接観察	森 英利, 吉田 宣史	4 (40)
	椿 淳一郎, 内藤 牧男	
	早川 修	

<技術情報>

ホソカワミクロンの分級機シリーズ化を推進

粉体システム事業本部 150 (34)

<技術資料, 参考資料, 技術紹介, 技術ノート, 寄書>

ミクロンミルの歴史	細川 益男	2 (1)
ミクロンミル改造の過程	井上 貞敏	3 (1)
粉碎機の型式選定	松山 卓蔵	9 (2)
最近の興味ある粉碎・分級試験例		20 (2)
ヨーロッパでみた粉体粒度測定法	水渡 英二	2 (3)
ハイスイングボールミルについて	山内 史朗	33 (3)
Micromeritist in U.S.A.	田中 達夫	2 (4)
整粒粉碎について	中川 有三, 松居 国夫	4 (4)
微量粉末のX線分析	斎藤 喜彦	16 (4)
粉体混合に関する一, 二の知見	蟹瀬 巖	23 (4)
粒体空気輸送に関する二, 三の知見		
—水平管路について—	北浦 嘉之, 長瀬 洋一	25 (4)
ミクロンセパレータの操作因子が分級に及ぼす影響について	技術 部	43 (4)
高圧静電気による粉碎と分級	納 五平	25 (5)
ヨーロッパの粉体技術管見	松山 卓蔵	26 (5)
化学工業と粉碎機	営業 部	55 (5)
オートバルバーの特性とその応用	技術 部	58 (5)
異物質分離装置としてのスーパーミクロンミル		
	細川 益男, 森本 益弘	34 (7)
ミクロンドライヤーの実践について		
	丹羽 久雄	47 (7)
有機化学への振動ミルの応用	松山 卓蔵	22 (7)
欧州粉体機器のいろいろ	吉田 哲夫	29 (9)
ナウタミキサーについて		
	松山 卓蔵, 鈴木 昭明	12 (10)
粉碎の選択性と粒度分布の先天性	中川 有三	31 (11)
ホッパ中における粉体の架橋現象とその対策		
	横山 藤平	34 (11)
石炭乾燥粉碎分級プラント		
	田中 昭夫, 鈴木 泰弘	57 (12)
ナウタミキサーよりの連続排出法についての実例		
	田中 昭夫, 大坪 勲	59 (12)
パルスエアーコレクター性能試験	鈴木 昭明	61 (12)
微粉末の少量定量供給装置		
	奥田 聡, 伊藤 勇吾	32 (13)
	井口 高行	
高速度写真 — 主として照明用光源について —		
	森島 直正	48 (13)
化工機メーカーにおける専門化およびエンジニアリング化の諸問題	間島淳一郎	57 (13)
ナウタミキサーによる「重油煤嵩減し」について		
	築 尚	97 (14)
粉体特性総合測定装置の試作	横山 藤平	102 (14)

見掛け密度について……………津々見雄文…………46 (15)	
攪拌型乾燥機ソリッドエアについて……………鈴木 昭明…………54 (15)	
パウダーテスターについて……………P. T 係…………58 (15)	
パウダーテスターの測定における計算の ノモグラフィ化……………神保 元二, 羽多野重信…………61 (15)	
浅川 貞雄	
圧縮におけるBockstiegel式と川北式について……………川北 公夫, 池田 正明…………66 (17)	
混合偏析しやすい粉しにくい粉……………田中 達夫…………93 (19)	
タッピング圧密に関する二, 三の考察……………川北 公夫, 池田 正明…………100 (19)	
水銀圧入法ポロシメータによる多孔性物質の 細孔分布について……………諸橋 昭一, 長谷川哲夫…………106 (19)	
兜山 康広	
低温粉碎—リンレックスミルについて……………阪本 有右, 豊立 勝二…………116 (20)	
容器内粉粒体層の底圧について……………森山 龍一, 上滝 具貞…………122 (20)	
板谷産ゼオライトの特性と利用……………高坂 彬夫…………128 (20)	
標準粉体の紹介……………山下 憲一…………144 (20)	
カプセル輸送用インセクションフィーダー……………上滝 洋一, 富田 侑嗣…………34 (21)	
上滝 具貞	
湿式電気集塵機ホソカワ/マイクロエレクトロフィルの 特性とその応用……………第1環境システム(事)…………84 (21)	
ニューマ・エスカレーターによる粉粒体の 連続加熱操作について……………篠原 邦夫…………82 (22)	
試験用ダストの発生方法……………山下 憲一…………91 (22)	
フローメトロン供給精度について……………浦山 清, 藤井 謙治…………105 (22)	
ロータリフィーダーの洩れ空気……………兄玉 典夫…………52 (23)	
微粉体を対象とした試作連続凍結乾燥機……………横山 藤平, 豊立 勝二…………95 (23)	
溝口 健二, 中井 利明	
栗田 秀則, 原田 雅恒	
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…………72 (24)	
低温粉碎による抹茶製造……………豊立 勝二…………139 (24)	
標準粉体の紹介(再録)……………山下 憲一…………142 (24)	
分級性能の検討と粉体層の引張り試験……………藤井 謙二, 横山 藤平…………48 (25)	
一その応用の試み……………藤井 謙二, 横山 藤平…………48 (25)	
セファレキシン結晶の吸湿性……………金庭 延慶, 大塚 誠…………26 (27)	
貯槽容器からの粉体の流出を促進する空気圧および 妨害する付着力に関する最近の研究例……………湯浅 泰伸, 山城 光雄…………34 (27)	
クリーンルーム・バイオクリーンルームの 計画について……………環境事業部…………81 (27)	

マイクロトラックによる粒度分布測定……………南 孝和…………98 (27)	
PET連続式固相重合システムについて……………大阪事業本部…………102 (27)	
空気輸送における固体粒子の平均速度の計算式……………森川 敬信…………29 (28)	
異方性粉体の粉碎特性と碎製物の評価に関する 基礎的検討……………横山 藤平, 山口 期行…………36 (28)	
荒川 正文, 井本 三郎	
林 克巳	
秋田大学鉱山学部物性工学講座の開設について……………牧野 和孝…………41 (28)	
空気輸送における分散密度……………森川 敬信…………38 (29)	
有機体粉の付着力におよぼす温度の影響……………檀上 和美, 飯田耕太郎…………41 (29)	
砂田 久一, 大塚 昭信	
傾斜回転円板による異形粒子の分離実験……………篠原 邦夫, 松岡 英司…………21 (30)	
二次元ホッパーにおける流動時の空気圧および かさ密度の分布……………竹下 武成, 渡辺 始…………27 (30)	
渥美 邦夫	
粉体の表面改質……………小石 真純…………15 (31)	
西ドイツにおける空気輸送の講習会……………森川 敬信…………20 (31)	
粉体破壊包絡線推算法のバグフィルタへの適用例から —粉体層崩壊モデルのセラミックス, 電子産業 への展開—……………牧野 和孝, 倉光鋼太郎…………33 (32)	
松本 英樹, 大滝 敏弘	
真壁 晃	
固体粒子のプラグ輸送について……………森川 敬信…………38 (32)	
固一気系連続式噴流層からの小粒子の飛び出し 速度の一試算 —フリーボード領域の粒子輸送 機構に基づく……………石蔵 利文, 篠原 久…………42 (32)	
単条スリットからの粉粒体の流出……………八尋 隆道…………49 (32)	
焼結製品の均質性におよぼす粉体成形体の影響……………原田 寧, 倉光鋼太郎…………17 (33)	
村上 恭子, 牧野 和孝	
空気輸送の効率……………森川 敬信, 杉田 尚弘…………42 (33)	
固体有機化合物の自動酸化のアレニウス・パラメータ について……………梁 華, 田中 達夫…………42 (34)	
粉体の表面改質による粒子設計と粒子界面制御……………木田 宏隆, 小石 真純…………49 (34)	
ガルバマゼビン結晶多形の溶解挙動(2) —溶解度, 溶解速度測定と溶解熱, 溶出熱 転移熱, 転移温度, 溶解の活性化エネルギー……………金庭 延慶, 渉 信敏…………56 (34)	
大塚 誠, 市川 順一	
山口 哲夫, 林 健児	
梅沢 修, 川上かつみ	
浅海 博子, 鷺見 正宏	

低速高濃度空気輸送……………森川 敬信…………66 (34)	
“クラックス・システム”超微粉製造及び粒子	
表面処理への応用について……………前川 義裕…………32 (35)	
減圧下での遠心力分級	
……………青木 功, 松山 卓蔵…………39 (35)	
発表論文数から見た, 各国の空気輸送の	
研究活動の比較……………森川 敬信…………45 (35)	
ESPARTアナライザによる帯電量測定に及ぼす	
空気吸引量と印加電圧の影響	
……………彼谷 憲美, 辻本 広行…………48 (35)	
バブルを応用した微粉末製造法	
……………落合 鐘一, 上野 學…………45 (36)	
カーボンブラックの高濃度空気輸送	
……………森川 敬信…………77 (36)	
カスケードインパクターのデータ処理	
……………吉田 英人…………90 (36)	
管径をステップ状に拡大させる空気輸送管	
……………森川 敬信…………28 (37)	
粒体の供給方法と空隙率特性	
……………森山 龍一, 大隅 淳二…………15 (38)	
多機能型流動造粒機アグロマスタの計測制御技術	
……………辻本 広行, 横山 豊和…………30 (38)	
粉体層圧縮・引張強度自動計測システムアグロボット	
(AGGROBOT) ……辻本 広行, 井上 義之…………74 (38)	
横山 豊和	
廃木材チップの異物分離除去システム	
……………技術本部, 技術開発部…………154 (39)	
粉碎の基礎と最近の動向……………神田 良照…………32 (40)	
瞬間真空乾燥—ジェット粉碎システムについて	
……………前川 義裕…………46 (40)	
パルスジェット分散機構を搭載した流動層造粒・コーティ	
ング・乾燥技術……………辻本 広行, 横山 豊和…………57 (40)	
<総 説>	
超微粉碎について……………松山 卓蔵…………7 (1)	
工業用篩機, 特に微粉域篩機について	
……………細川 永一, 横山 藤平…………10 (1)	
粉碎物の粒度測定法……………荒川 正文…………4 (3)	
乾式分級機……………上田 康…………14 (3)	
乳化装置について……………美間 博之, 大貫 延雄…………22 (3)	
最近の注目すべき粉碎機……………松山 卓蔵…………36 (3)	
医薬品工業と粉体……………神沢得之助…………39 (3)	
平均質核燃料の再処理	
……………矢島 聖使, 岩本 多美…………36 (4)	
沈降法による最近の粒度測定装置について	
……………井伊谷銅一, 木村 典夫…………6 (5)	
標準フルイについて……………三輪 茂雄…………30 (5)	
粉碎の基礎法則に関する2, 3の提案	
……………神保 元二…………3 (7)	
粉体急速混合機について……………松山 卓蔵…………21 (7)	

最近の食品工業における粉碎と粉碎機	
……………美間 博之…………23 (7)	
粉体オリフィスの設計……………三輪 茂雄…………25 (8)	
医薬品と粉体工学……………林 信一…………88 (14)	
微粒子の性質に関する二, 三の問題	
……………金庭 延慶…………48 (15)	
有機粉末の機械化学的变化	
……………金庭 延慶, 池川 昭子…………40 (16)	
粉粒体の密度測定……………川北 公夫, 池田 正明…………81 (17)	
粉碎の話題Ⅲ—粉碎理論は役に立つか—	
……………田中 達夫…………87 (18)	
流動層からの小粒子の飛び出し	
—飛び出し速度係数について—	
……………篠原 久, 田中 武勇…………100 (18)	
沈降速度補正係数について	
……………沢島 恭, 彼谷 憲美…………106 (18)	
粉体の充填とかさ密度……………川北 公夫…………112 (18)	
サスペンションのレオロジー	
……………梅屋 薫…………80 (19)	
川北粉体圧縮式の特性定数……………川北 公夫…………112 (19)	
粒子層内における熱と水分の同時移動現象に	
関する諸問題……………倉前 正志…………136 (20)	
菌体の破壊……………中村 厚三…………36 (21)	
微粉体の粒度測定技術……………高坂 彬夫…………40 (21)	
ホッパーからの粉粒体の自然流出速度	
……………五十嵐平太郎…………58 (22)	
カオリン鉱物の精製, 特性とその利用	
……………高坂 彬夫…………70 (22)	
凝集沈殿式廃水処理システムとスラリー処理	
……………矢野 武夫, 荒谷 敏朗…………55 (23)	
粉体と環境汚染……………東畑平一郎…………72 (23)	
副生石膏の特性と利用……………高坂 彬夫…………78 (23)	
粉粒体層の一面剪断試験	
……………宮南 啓, 寺下敬次郎…………22 (24)	
製薬工業における造粒	
……………杉原 正泰, 大倉 輝明…………78 (24)	
薬学における圧縮関連研究	
……………金庭 延慶, 今川 欽二…………94 (24)	
粒子の帯電……………増田 弘昭…………104 (24)	
天然ゼオライトの特性と利用……………高坂 彬夫…………120 (24)	
バグフィルターの払落し……………椿 淳一郎…………130 (24)	
粉体粒子の幾何学形状のフーリエ解析	
……………後藤 圭司…………65 (25)	
マイクロコンピュータと粉体の粒度測定	
……………高坂 彬夫…………74 (25)	
噴霧造粒法によるマイクロカプセル法	
—噴霧乾燥法をめぐる最近の話題	
……………川嶋 嘉明, 林 山陽…………89 (25)	
竹中 英雄	

振動中における粉体の充てんおよび流動特性並びに添加剤を利用した流動性の改善に関する最近の研究動向	……湯浅 泰伸, 山城 光雄……19 (26)
光透過法による微粉体の粒度分布測定	……高坂 彬夫……42 (27)
粒子のランダム充填と配位数	……吉本 啓, 後藤 圭司……32 (28)
セメント用ボールミルにおける粉碎媒体径の影響	……小沼 栄一, 梅木 健二……44 (28)
粉粒体の比表面積測定技術	……高坂 彬夫……58 (28)
電気集じん装置設計へのコヒテスタの応用	……牧野 和孝, 山田 昌治……48 (29)
回転容器内粉粒体の偏折挙動とその対処について	河原 正佳, 倉光鋼太郎
一連続式回転円筒及び円錐型容器の場合一	……杉本 益規……53 (29)
副生芒硝の特性と利用	……高坂 彬夫……76 (29)
粒状物質の形状分離	……古内 正美, 後藤 圭司……84 (29)
J.K.Beddow	
無機物とポリマーの粉碎におけるメカノケミカル	
現象の相似と対応	……久保輝一郎……127 (30)
微細体材料の活性と反応性の指標	……仙名 保……76 (31)
天然ゼオライトに関する研究開発および	
応用の現状	……高坂 彬夫……90 (31)
微粉体の粒度分布および比表面積測定技術	……高坂 彬夫……54 (32)
粉体の高機能化と表面改質	……本田 宏隆, 小石 真純……98 (32)
微生物細胞の破碎	……松本 幹治……109 (32)
粒子分散系の導電率と形状測定	……古内 正美, 後藤 圭司……116 (32)
JISZ8901試験用ダストの特性	……山下 憲……123 (32)
空気輸送の数値シミュレーション	……辻 裕……52 (33)
板谷粘土の精製および特性とその利用	……高坂 彬夫……96 (33)
磁性流体中の粒子配列構造について	……増馬 慶孝, 古内 正美……72 (34)
後藤 圭司	
クロマトグラフィー技術の粒度分布測定への応用	
一FFF法とHDC法一	……森 康雄……80 (34)
多孔性媒体内の有効物質移動係数推定	
一格子モデルによるアプローチ一	……今駒 博信, 岡崎 守男……55 (35)
N.A.Vrettos	
媒体ミルによる液中粉碎とそれに伴う諸現象	……横山 豊和, 神保 元二……72 (35)
グルコマンナンの特性とその利用	……高坂 彬夫……140 (35)
粉碎による微粒子, 超微粒子製造の考え方	……神田 良照……49 (36)

鉄鉱石焼結プロセスにおける砕成物粒度制御の	
現状と関連する最近の研究	……葛西 榮輝, 齋藤 文良……64 (36)
最近の空気輸送研究の理論的動向	……富田 侑嗣, 李 輝……81 (36)
乾燥操作の基礎理論(I)	……桐栄 良三……95 (36)
生活性物質の制御放出	……東條 角治……120 (36)
液相凝集微粒子の分散手法	……東谷 公……124 (36)
電子写真用トナーにおける粉体工学(II)	
一最近の電子写真用トナーの帯電性一	……豊田 昇……133 (36)
1次元および2次元粒子ランダム分散系の空間構造	……後藤 圭司……31 (37)
乾燥操作の基礎理論(II)	……桐栄 良三……46 (37)
線爆発法による金属およびセラミック微粒子の作製	……伊藤 晋, 馬越 幹男……124 (37)
機能性複合材料設計における混合・混練・分散状態の	
評価と機能	……寺下敬次郎, 宮南 啓……12 (39)
メカノケミストリーと素材工学	……齋藤 文良……24 (39)
粉体粒子と平面間の付着力に関する研究	……飯田耕太郎……51 (39)
伝導加熱式攪拌乾燥器の基本設計	……桐栄 良三, 大森 隆夫……12 (40)
<解説, 講義, 講座>	
分級装置概論	……吉岡 直哉……17 (6)
湿式集塵装置(スクラバー)	……吉田 哲夫……24 (6)
フィルター集塵	……松山 卓蔵……36 (6)
流動浸漬塗装法について	……堀内 光, 松山 卓蔵……31 (8)
化学者のためのMicromeritics入門(第1回)	……美間 博之, 北森 信之……35 (8)
化学者のためのMicromeritics入門(第2回)	……美間 博之, 北森 信之……18 (9)
化学者のためのMicromeritics入門(第3回)	……美間 博之, 北森 信之……35 (10)
化学者のためのMicromeritics入門(第4回)	……美間 博之, 北森 信之……46 (11)
粉粒体のふるい分け機	……鈴木 昭明……46 (12)
化学者のためのMicromeritics入門(第5回)	……美間 博之, 北森 信之……28 (13)
化学者のためのMicromeritics入門(第6回)	……美間 博之, 北森 信之……90 (14)
粉碎理論	……松居 国夫……68 (16)
粒度に関する試論(1)	……菅沼 彰……76 (17)
粒度に関する試論(2)一平均粒度の意義と	
名前について	……菅沼 彰……126 (18)
統計的推定(第1回)	……菅沼 彰……96 (19)
統計的推定(第2回)	……菅沼 彰……111 (20)
湿式球形造粒	……川島 嘉明……26 (21)

粉砕技術の考古学	三輪 茂雄	50 (21)
微細粉末の気体管路輸送	岩淵 可浩	34 (25)
環境アセスメントの実例 — 火力発電所の建設に 関するアセスメント —	若林嘉一郎	56 (25)
多成分粒度系粉体層の空間率予測	大内山紀男, 田中 達夫	94 (29)
粉体流量の計測	増田 弘昭	31 (30)
粉粒体設計における熱物理学	牧野 孝和, 北島 正裕	92 (34)
	野中 元	
混合粉砕の効果と工学的利用法	齋藤 文良, 柳 錦鎮	37 (37)
電解・振動凝集実験に関連した微粒子の計測技術	中島 耀二	39 (39)
セラミック粉末成形における凝集粒子の役割と その評価	高橋 実	62 (39)
粒子の衝突帯電機構—電荷緩和を考慮する新しい帯電 モデルについて—	松山 達, 山本 英夫	73 (39)
廃棄物等のリサイクル—容器包装リサイクル法の 施行に向けて—	宮南 啓	40 (40)
<文献紹介, 紹介, 特許紹介>		
乾燥粉砕装置に関する熱精算		39 (4)
最近の粉砕と粉砕機	美間 博之	45 (5)
粉体の空気輸送に関する最近の特許発明について	安達 功	43 (6)
東大物性研究所について	齋藤 喜彦	12 (7)
粉砕法則と粒度計算	三輪 茂雄	30 (7)
流路内壁における微粉末の附着について	田中 達夫	37 (7)
粉砕機械に関する最近の特許発明について	安達 功	43 (7)
衝撃粉砕の応力理論	田中 達夫	53 (8)
粉砕機械に関する最近の特許発明について	安達 功	59 (8)
ソ連における粉砕研究	三輪 茂雄	24 (9)
集塵用布フィルター使用の最近の傾向	向阪 保雄	23 (10)
ソ連における粉砕研究	三輪 茂雄	30 (10)
粉砕に関する最近の特許発明について	安達 功	41 (10)
原料性質の変化する場合の粉砕過程の制御について	中島 耀二	27 (11)
食品エアロゾルについて	光岡 幸恵, 井伊谷鋼一	35 (12)
固体混合機における解混合の原因と対策	講崎 元清	39 (12)
固体混合に関する最近の研究	佐藤 宗武	80 (14)
貯槽内粉体圧	鈴木 雅之	21 (15)
石炭粉砕過程	上滝 具貞, 富田 佑嗣	86 (17)

セメント粉砕プロセスにおけるエネルギー 省力化の問題	浅井 信義	64 (21)
オーストラリアの粉体工学	神保 元二	88 (23)
幅広い粉体測定ニーズにこたえる測定室	細川粉体工学研究所	53 (25)
パルスジェット払い落とし式バッグフィルタに よる集塵および洗浄効果についての研究	横山 豊和	66 (29)
粉体の力学的挙動に及ぼす助剤, 添加剤の効果と 機械的操作への応用	内藤 牧男, 神保 元二	104 (29)
強力な音場によるエアロゾル分散相	小室 弥栄, 中島 耀二	21 (38)
メカノフュージョンの溶射用複合材料作製への応用	近藤 光, 横山 豊和	130 (39)
医薬・食品専用テストルームの紹介	技術本部つくば粉体技術開発センター	160 (39)

<特 集>

◎粉体の単位操作と粉体物性

粉体物性測定上の諸問題—粉体の物性は本当に測定できる
ようになったのだろうか—

	神保 元二	4 (20)
固気混相流装置計画上の諸問題	狩野 武	11 (20)
貯槽と粉体物性	青木 隆一	21 (20)
粉体物性と集塵技術	吉田 哲夫	33 (20)
粉粒体混合機の混合性能	矢野 武夫, 寺下敬次郎	39 (20)

◎粉粒体の物性とその測定

粉体物性の測定とその意義	荒川 正文	4 (22)
粉体の固結強度の計算	田中 達夫	9 (22)
付着性粉体に対するCarrの流動性指数及び 噴流性指数の意味について	田中 達夫	16 (22)
微粒子の性質に関する二, 三の問題(続)	金庭 延慶, 今川 敬二	18 (22)
凝集性粉体の流出 —試作した回転ホッパーについて—	川合 誠一	23 (22)

吊り下げ式付着力測定器の試作と測定	彼谷 憲美, 藤井 謙治	32 (22)
	横山 藤平	

◎粉粒体プロセス技術の現状

(総 論)粉砕・分級プロセス	神保 元二	33 (26)
(総 論)乾燥プロセス	吉田 哲夫	39 (26)
(総 論)粉粒体混合プロセス	矢野 武夫	45 (26)
(総 論)集じんプロセス技術の現状と将来	井伊谷鋼一	50 (26)
(総 論)粉粒体ハンドリングの現状と課題	狩野 武	54 (26)

(製品紹介)

粉 碎 機	61 (26)
ホソカワ/ミクロン アイスクラッシャ	63 (63)
ホソカワ/ミクロン ハンマミル, ハンマブレイカ	65 (65)
ホソカワ/フィッツ フィッツミル	68 (68)
ホソカワ/ミクロン フェザミル	71 (71)
リーツ ラバーチョップ	74 (74)
ホソカワ/ミクロン ビクトリミル	77 (77)
ホソカワ/ミクロン ファインビクトリミル	80 (80)
ホソカワ/マイクロ パルペライザ	84 (84)
ホソカワ/マイクロ サンプルミル	86 (86)
ホソカワ/マイクロ バンタムミル	87 (87)
ホソカワ/マイクロ ファインパ ルペライザ	88 (88)
ホソカワ/マイクロ ACMパルペ ライザ	91 (91)
ホソカワ/マイクロ アトマイザ	95 (95)
ホソカワ/ミクロン スーパーミクロンミル	97 (97)
ホソカワ/ミクロン ファインミクロンミル	104 (104)
ホソカワ/ミクロン ミクロンジェット	106 (106)
ダイ ガス/ホソカワ リンレックスミル	108 (108)
ホソカ ワ/ミクロン ディスバミル	111 (111)
リーツディス インテグレート	113 (113)
分 級 機	117 (26)
ホソカワ/ミクロン ミクロンセパレータ	118 (118)
ホソカワ/ミクロン スーパーセパレータ	125 (125)
乾 燥 機	130 (26)
ホソカワ/ミクロン ミクロンドライヤ	131 (131)
ホソカワ/フィッツ フライドベッドドライヤ	137 (137)
ホソカワ/ミクロン エスカレートドライヤ	140 (140)
ホソカワ/ビーベックス ソリッドエア	142 (142)
ホソカワ/ビーベックス トーラスディスク	146 (146)
ホソカワ/ミクロン ミクロンミキサ(リアクタ) NXV 型	149 (149)
リーツ サーマスクリュエ	152 (152)
混 合 機	154 (26)
ホソカワ/ミクロン ミクロンミキサ(リアクタ)	155 (155)
ホソカワ/ビーベックス タービュライザ	163 (163)
ホソカワ/ビーベックス リボンブレンダー	165 (165)
ホソカワ/ミクロン ランミックスシステム	167 (167)
造 粒 機	169 (26)
ホソカワ/ミクロン グラニューライザ	169 (169)
ホソカ ワ/フィッツ チルソネータ	172 (172)
集 塵 装 置	175 (26)
ホソカワ/マイクロ パルスエアー	176 (176)
ホソカ ワ/トリット 小型集塵機	183 (183)
ホソカワ/マイク ロ エレクトロフィル	188 (188)
湿式集塵機	192 (192)
ホソカワ/タケダ 活性炭脱臭塔	199 (199)
クリーンルーム, バイオクリーンルーム精密空調 システムとその関連機器	200 (26)
ハンドリング装置	224 (26)
ホソカワ/ミクロン エアーコンベヤ	225 (225)
ホソカ ワ/ミクロン 高濃度空気輸送装置	229 (229)
ホソカ ワ/クインケンベルグ ディスクエレベータ	231 (231)
ホソカワ/バイブラ ライブビンスクリュエフィーダ	

(233)ホソカワ/バイブラ ヘビィデューティフィーダ	
(236) ホソカワ/マイクロ ロータリーバルブ	240 (240)
ホソカワ/ミクロン フロートロン	242 (242)
ホソカ ワ/ミクロン フローメトロン	245 (245)
ホソカワ/ バイブラ ビンアクチベータ	247 (247)
測 定 機	252 (26)
ホソカワ/ミクロン パウダテスタ	253 (253)
ホソカ ワ/ミクロン コヒテスタ	255 (255)
ホソカワ/ミクロ ン カラコーダ	257 (257)
ホソカワ/ミクロン ミクロ ン ウォシンプ	258 (258)
その他の装置および機械	259 (26)
(システム)粉体処理プラントのシステム例	261 (26)
◎新しい粉体材料と粉体物性	
新材料と粉体特性	荒川 正文 54 (27)
ニューセラミックスについて	作花 済夫 65 (27)
高分子複合材料の現状	井本 三郎 74 (27)
◎超微粉体の物性と技術	
粉の細かさとの化学的性質	荒川 正文 70 (28)
粉砕操作による超微粉の生成と応用へのアプローチ	
	横山 藤平 76 (28)
超微粉の凝集と分級効率	菅沼 彰 82 (28)
超微粉の分級	奥田 聡 85 (28)
サブミクロン粒子の分離	江見 準 93 (28)
クリーンルームの実際	大熊 芳郎 104 (28)
◎粉体を扱う現場と理論の接点	
テーマ1:粉はどこまで細かくできるか	
粉砕で粉はどこまで細かくできるか	
	桑原 好孝, 菅野 善則 115 (29)
	鈴木 和夫
湿式遠心法による微細粒子の分級	
	田中善之助 119 (29)
閉回路粉砕の現場での実際	小沼 栄一 121 (29)
テーマ2:サブミクロン粒子の物性をいかに測定するか	
サブミクロン粒子粒度測定の問題と展望	
	荒川 正文 126 (29)
粒度測定はどこまで可能か	向阪 保雄 132 (29)
サブミクロン粒子の粒度測定について	
	神保 元二 137 (29)
◎世界の粉体工学(工業)の現状	
アメリカにおける固体混合の最近の動向	
	L. T. Fan 36 (30)
	Yi-ming Chen
	F. S. Lai
粒子のキャラクターゼーション	
— 丸い世界の不規則粒子 —	B. Scarleff 41 (30)
サイクロン, 湿式スクラバ, 汙濁集塵機の現状	
	F. Löffler 49 (30)
	J. Sievert
東ドイツにおける粉体工学	H. Schubert 62 (30)

タイにおける粉体工学の役割

……W. Tanthanichakoon……70 (30)

韓国粉体工業技術の現況

……姜錫 浩, 崔 堉植……73 (30)

最近の粉砕技術……井上外志雄……81 (30)

空気輸送におけるわが国の現状……森川 敬信……93 (30)

気固系流動層の流動特性と粉体物性

……山崎 量平……99 (30)

貯槽のOverpressureについて……森山 龍一……109 (30)

国内における粉体力学物性測定に関する最近の研究

……大島 敏男……116 (30)

◎粉体技術の最近の動向

粉粒体の帯電量測定法……山本 英夫……28 (31)

微粒子の帯電量分布測定装置

(E-SPART ANALYZER)の開発について

……横山 豊和……36 (31)

回転円板型連続粒子形状分離装置の試作と分離特性

……杉本 益規……40 (31)

傾斜回転円筒による粒状物質の形状分離

……古内 正美, 後藤 圭司……50 (31)

微粉砕の可能性とその限界

—最近の微粉砕研究の動向—……神保 元二……56 (31)

オンギルによる粉砕と粒子設計への応用

……浦山 清, 吉村 陸雄……66 (31)

横山 藤平

◎超微粉の製造と調整

液相法による超微粉の製造……平野 真一……64 (32)

気相法による超微粉の製造……堀内 千尋……69 (32)

メカノフュージョンシステムとその応用

……横山 藤平, 浦山 清……78 (32)

内藤 牧男, 加藤 正史

EST-1による複写機用トナーの帯電量分布測定

……北畠 保男……86 (32)

微粉体の混練とその応用

……宮南 啓, 寺下敬次郎……93 (32)

◎粒子の複合化技術とその特性評価

複合粒子とその応用例(作成技術)……荒川 正文……60 (33)

複合粒子の特性評価……内藤 牧男, 彼谷 憲美……66 (33)

複合化技術におけるメカノケミカル現象

……仙名 保……72 (33)

傾斜組成制御による焼結材料の複合機能化

……渡辺 龍三……76 (33)

金属粉のメカノフュージョン処理による効果

……丹野 浩一……81 (33)

メカノフュージョンの応用……横山 藤平……88 (33)

◎新素材製造プロセスにおける粉体工学

メカノフュージョンの新素材開発への応用

—超電導材料, 金属, セラミックス複合

素材など—……内藤 牧男, 吉川 雅浩……107 (34)

アモルファス固相からの結晶性微粒子の

生成とその応用……小久保 正……117 (34)

メカニカルアロイングによるアモルファス粉の

形成過程……水谷宇一郎……123 (34)

流動層による複合粒子の製造

……堀尾 正毅, 塚田まゆみ……134 (34)

◎新素材製造プロセスにおける粉体工学

微粒子の機械的複合化プロセスにおける

メカノケミカル現象……仙名 保……83 (35)

メカノフュージョンの新素材開発への応用

—その機能と適用—……横山 藤平……91 (35)

超電導材料製造における粉体工学……淡野 正信……97 (35)

電子写真トナーにおける粉体工学……巒田 昇……109 (35)

粉体複合化におけるマイクロカプセル化技術

……中原 佳子……134 (35)

◎微粉砕における高性能化

粉砕におけるエネルギー効率の考え方

……神保 元二……150 (36)

粉砕限界に関する一考察……桑原 好孝……159 (36)

湿式粉砕操作にともなう諸現象……横山 豊和……165 (36)

ナノパウダープロセスにおける超微粉砕

……釘宮 公一……177 (36)

◎シミュレーションの粉体技術への応用

ここまできた粉粒体シミュレーション

—アニメーションで見る粉粒体流動現象—

……辻 裕……70 (37)

集塵における計算機シミュレーションの応用

……吉田 英人……79 (37)

粉体成形への計算機シミュレーションの応用

……島 進……88 (37)

粉砕におけるシミュレーションの応用

……横山 豊和……95 (37)

粉体層の吸音特性と分布定数回路を用いた

シミュレーション……奥平 有三……105 (37)

◎造粒と粒子設計

造粒のシミュレーションとモデル実験

……砂田 久一……41 (38)

造粒技術の体系化に伴う装置・操作上の諸問題

……関口 勲……45 (38)

湿式(液中)造粒による粒子問題……川島 嘉明……56 (38)

粉体技術連峰の一つとしての造粒技術

……横山 豊和, 辻本 広行……67 (38)

◎粉体プロセスのオンライン計測

粉体プロセスにおけるリアルタイム

計測技術の進歩……宮南 啓……83 (39)

静電気を利用した新しい粉体流量計測法

……松坂 修二, 増田 弘昭……92 (39)

粉体プロセス計測へのトモグラフィの応用

……永野 光国……100 (39)

微粒子間付着と分散操作

……向坂 保雄, 遠藤 慎行… 113 (39)

流動乾燥造粒における計測と制御の実際

……横山 豊和, 辻本 広行… 122 (39)

◎粉体プロセスにおける安全, 健康問題とその対策

粉体の健康影響……………田中 勇武…69 (40)

粉じん爆発の防止……………榎本 兵治…79 (40)

クリーン化技術をめぐる微粒子の諸問題

……江見 準…86 (40)

高温ガスの集塵技術……………牧野 尚夫…93 (40)

バイオロジカルクリーン技術の実際

……大熊 芳郎… 101 (40)

<随筆, 紀行>

粉体は魔物?……………吉岡 直哉…11 (2)

マニラのハイアライ……………細川 益男…31 (3)

もくひろい……………北浦 嘉之…32 (3)

会話雑感……………上田 敏之…21 (4)

ヨーロッパの乞食と泥棒……………細川 益男…22 (4)

無題……………細川 明彦…47 (4)

粉の賢き……………池森 亀鶴…45 (6)

シカゴと東部の見学旅行から……………井伊谷 鋼一…46 (6)

ヨーロッパのMicromeritists ……田中 達夫…48 (6)

The Spirit of Christmas ……J. Robinson ……7 (6)

英国で私が出会った珍談……………佐藤 功…50 (6)

H. E. Rose教授の思い出……………田中 達夫…63 (8)

P. M. C. の一日……………谷口 浩…64 (8)

「粉体化学」に対する熱烈な一ファンの声援

……矢野 武夫…40 (9)

ヨーロッパの粉砕・粉体工学研究……………神保 元二…42 (9)

オーストラリアの粉砕工場……………横山 藤平…46 (9)

水車は廻る……………大貫 延雄…51 (9)

NAUTAMIX, N. V. を訪れて……………丹羽 久雄…47 (10)

粉砕法則に対するある期待……………田中 達夫…45 (11)

セイロン印象記 “エカイ, デカイ, トウナイ”

……森本 益弘…54 (11)

粉砕の話(1)……………田中 達夫…40 (13)

ずいひつ……………岡田 辰三…79 (14)

粉砕の話(2)……………田中 達夫…40 (15)

働くよろこび……………岡田 辰三…44 (15)

公害問題の一面……………岡田 辰三…67 (16)

倉敷にて—新湊園の石臼群—……………沢島 恭…67 (17)

椿の花と寅彦先生と……………沢島 恭…89 (19)

粒度, 粒径, 粒子径……………沢島 恭…74 (21)

粉砕機の承諾……………沢島 恭…89 (22)

ウスの話……………沢島 恭…70 (23)

こなやの集合体……………田中 達夫…94 (23)

アヘマを見て……………彼谷 憲美… 115 (24)

お粗末な和製英語……………篠原 邦夫…88 (25)

欧州粉体工学シンポジウム1980に参加して

……横山 豊和…98 (25)

POWDER & SOLIDS'81に参加して……………藤井 謙治…31 (26)

中国での二週間……………寺下敬次郎…21 (27)

アヘマ'82に参加して……………横山 豊和…89 (27)

米国微粒子学会太平洋地域会議に出席して

……横山 豊和…54 (28)

ガイジンのいない国に暮らして……………椿 淳一郎…23 (31)

ラトガース大学薬学部と第1回国製剤学会

……寺下敬次郎…70 (31)

技術社会世紀末考—黄金の日々は久しからずや—

……外山 茂樹…85 (31)

デルフト滞在記……………森 康雄…47 (33)

超微粉砕の評価と規格化……………神田 良照…39 (34)

コストリカ出張記……………花市 敬正…77 (34)

粉砕と地球環境……………外山 茂樹…73 (36)

欧米見聞録・見たまま・感じたまま

……丹野 浩一… 146 (36)

江戸期鉾山で使われた粉砕道具

—砕女石について—……………鶴田 栄一… 115 (37)

<座談会, お説拝聴>

新日本化精工工業株式会社をたずねて……………43 (3)

備北粉化工業株式会社を尋ねて……………45 (4)

赤穂海水工業株式会社を尋ねて……………52 (5)

粉砕あれやこれや……………61 (6)

粉とびある記……………51 (7)

海外出張よもやまばなし……………49 (10)

P. M. D. 社 E. L. Timm 技術本部長を囲む

……松山 卓蔵…57 (11)

<グラビア>

P. M. D. 社, ナウタ社のセールスカンファレンスと

ロンドンにおけるホソカワフィルムショー

……横山 藤平…66 (12)

写真で見る細川粉体工学研究所……………34 (13)

細川鉄工所枚方工場竣工記念アルバム……………56 (14)

ルーマニア向タルクおよびベントナイト

粉砕プラント……………34 (15)

枚方建設計画完工記念アルバム……………34 (18)

80周年記念式典および会長・社長就任披露パーティ

……編集 部…65 (40)

<製品紹介, 新製品紹介, 技術ニュース>

粉砕機案内……………17 (1)

微粉域用篩機二種……………細川 永一, 横山 藤平…13 (2)

ミクロンミルMoG型について

……井上 貞敏, 柴田 恒静…18 (2)

粉砕機案内(2)……………営業 部…29 (3)

製品案内(3)……………49 (4)

新製品紹介(1)オート・バルブ	51 (4)	ホソカワ/マイクロ パルスエアLPシリーズ	
(2)密閉型パイプ・フィーダ	52 (4)	第二環境システム事業本部	114 (22)
製品案内(4)	61 (5)	ダクト中における火粉検知装置	
Y型連続混合機	55 (7)	—ホソカワ/ミクロン ルミ・アラーム—	
微粉碎乾燥機ミクロンドライヤー	56 (7)	第二環境システム事業部	116 (22)
マイクロ製品の展望	細川 益男, 森本 益弘	大型ホソカワ/トリット キャビネット	
ホソカワ/マイクロ バルベライザーS型	39 (9)	コレクター	トリット事業部 118 (22)
ホソカワ/マイクロ モニターについて	44 (10)	超微粉域のための高速ミクロンセパレータ	
ライブビンスクリューフィーダー, ビンアクチベータ,		第二事業本部	101 (23)
ヘビーデューティ フィーダー	鈴木 昭明	ホソカワ層流BCユニットについて	
ホソカワ/ストロングスロット・ソリッドエア,		環境事業部	103 (23)
コンティニューエータ, タービュライザー		ホソカワ/ミクロン スーパーセパレータMSS型	
.....営業本部	101 (14)	細川粉体工学研究所	150 (24)
ミクロンビクトリーミル, ミクロンフィーダーD型		ホソカワ/ミクロン コヒテスタ	
.....	62 (15)	細川粉体工学研究所	154 (24)
ホソカワ/マイクロ エアトロン	谷口 浩	ホソカワ/フィッツ, チルソネータ,	
ジャンボパルスエアー, ホソカワ/マイクロ		フルイドベッドドライヤ, マラクセータ	
エレクトロフィル, マリタイム		(株)細川鉄工所	156 (24)
.....集塵機(事)	100 (17)	リーツサーマスキュレー, リーツラバーチェッパ,	
湿潤粉体の供給機	化学機器(事) 109 (17)	リーツデイスインテグレータ	
試験室用湿式篩分機	108 (17)	(株)細川鉄工所	160 (24)
ホソカワ/ミクロン ファインミクロンミル, ホソカ		ホソカワ/ミクロン ミクロンチェッカ(BC-100)	
ワ/カータ ノンブリッジングホッパー, ホソカワ/		細川粉体工学研究所	102 (25)
カータ デンシファイヤー, ホソカワ/カータ バッグ		ホソカワ/フィッツ, フィッツミル	
フィルター, ホソカワ/カータ ドラムフィルター		ホソカワミクロン(株)	104 (25)
.....粉体機器(事)	132 (18)	拡がりゆくホソカワ/ミクロンNXミキサの用途	
バックフィルターによる高温ダスト集塵		ホソカワミクロン(株)	107 (25)
.....集塵機(事)	136 (18)	ホソカワミクロン ミクロンジェット	
乾燥装置	化学機器(事) 122 (19)	東京事業本部	93 (27)
ホソカワ/マイクロ ACMバルベライザー		ホソカワミクロン ミクロン パーテックミル	
.....粉体機器(事)	124 (19)	について	東京事業本部 127 (28)
ホソカワ/ダイガス リンレックスミル	27 (19)	クリーンルーム塵埃集中連続監視管理システム,	
ホソカワ/トリット ダウンドラフトベンチ	50 (19)	ポータブル塵埃計, 発信機内蔵微差圧計	
カラコーダ(Colorcorder)	63 (19)	環境事業部	130 (28)
トーラスディスク ドライヤ	95 (19)	微粉末用真空圧縮充填システムについて	
ジャンボパルスエアー(大型ホソカワ/		細川粉器サービス(株)	134 (28)
マイクロ パルスエアーJTPシリーズ)		ホソカワ東京機器サービス(株)	
.....第二環境システム(事)	152 (20)	沈降式自動粒度分布測定装置 ホソカワミクロン	
混合機	化学システム(事) 156 (20)	セジメンピュータ	細川粉体工学研究所 136 (28)
ラミマックスシステムについて	環境(事) 57 (21)	ホソカワミクロン ミクロンチェッカ	
粉体流量制御における“フローマスタ”の性能		細川粉体工学研究所	139 (28)
.....横山 藤平	75 (21)	ホソカワミクロン 金属微粒子発生装置	
トーラスディスク	化学システム(事) 88 (21)	細川粉体工学研究所	140 (29)
中圧空型パルスエアーおよびユニフィルタ		ホソカワミクロン ミクロンサーモプロセス	
.....第二環境システム(事)	90 (21)	東京事業本部	144 (29)
産業分野における製造環境の清浄化		ホソカワ/ナウタ フルイドベッドプロセス	
—ハイクリーンユニット, ハイクリーン		東京事業本部	148 (29)
コレクターの有用性	環境事業部 107 (22)	ホソカワミクロン ロータリバルブ	
ランミックス・システム		ホソカワ東京機器サービス(株)	152 (29)
.....化学システム事業本部	112 (22)		

ホソカワミクロン ファインシャーブセパレータ	……東京事業本部… 142 (30)
ホソカワ/ソノダイン パルスコンパクション ドライイングシステム	……大阪事業本部… 146 (30)
圧力(室力、ダクト圧)制御装置	……環境事業部… 149 (30)
ホソカワミクロン ラボミキサ (LV-0)	……細川粉体工学研究所… 152 (30)
ホソカワミクロン アクアマイザ	……研究開発本部… 101 (31)
ホソカワ/ゲリカ ニブラ	……研究開発本部… 104 (31)
ホソカワ/ゲリカ マイクロフィーダ	……研究開発本部… 107 (31)
ホソカワ/マイクロ マイクロPSA	……研究開発本部… 110 (31)
ホソカワミクロン オングミルメカノフュージョンシステム	……研究開発本部… 133 (32)
ホソカワミクロン ミクロンセパレータエクセレント	……東京事業本部… 138 (32)
ACMバルベライザセラミックス型	……研究開発本部… 141 (32)
ホソカワミクロン イースパートアナライザ	……生産本部… 144 (32)
クリーンルーム用塵埃(発塵量)測定装置	
クリーンルーム用気流可視化装置	……環境事業部… 148 (32)
自動サンプル採取装置 —オートマチックサンブラー—	……インターナショナル事業部… 107 (33)
ACMバルベライザ	……東京事業本部… 107 (33)
浸透速度測定装置	
ベネトアナライザ	……研究開発本部… 113 (33)
ホソカワミクロンの分級機シリーズ化を推進	……粉体システム事業本部… 150 (34)
メカノフュージョン技術による高温 超電導体用超微粒子加工システム	……粉体工学研究所… 152 (34)
不可能を可能にする新しい瞬間真空乾燥システム “クラックス・システム”について	……前川 義裕… 154 (34)
ALPINEインフレーションフィルム	
テスト装置について	……プラスチック事業部… 160 (34)
高圧縮ローラーミル・エコプレックスによる微粉砕	……豊立 勝二… 146 (35)
クリーンラックユニット	……環境システム事業本部… 152 (35)

新しくホソカワミクロングループに加わった ビーベックス社の製品について	……粉体システム事業部… 181 (36)
粉体特性測定装置	
パウダテスタPT-N型	……粉体工学研究所… 193 (36)
ホソカワ防虫、防塵システム	……環境システム事業部… 198 (36)
半湿式造粒機「ギアベレタイザー」	……ビーベックスプロジェクト… 136 (37)
連続式混合、混練造粒機 「エクストルド・オー・ミックス」	
乾式造粒機「ファーマパクター」	
乾式造粒機「コンパクター」	
流動乾燥造粒機ラボタイプ	……粉体工学研究所… 141 (37)
粒子帯電量分布測定装置の改良について 粉体工学研究所	…… 147 (37)
高洗浄脱臭装置	
ホソカワハイクリーンユニット	……空調システム部… 151 (37)
高性能ミスト捕集機	
ミストロコレクター	……技術開発部… 157 (37)
ホソカワミクロン 低騒音型実験室用バンタムミル (AP-BL)	……技術開発部… 159 (37)
粉体塗装用定量供給機の開発	……粉体工学研究所… 81 (38)
ファイントロンFT型	……技術開発グループ… 84 (38)
サイクロネータCYN型	……技術開発グループ… 88 (38)
コンテナアクチベータ	……技術開発グループ… 90 (38)
モデルチェンジしたACM バルベライザA型について	……技術本部… 145 (39)
ホソカワ/ストット 充填計量装置	……営業本部… 149 (39)
ホソカワ/ミクロン ミクロンコンパクタ	……営業本部… 165 (39)
ホソカワ/ミクロンイノマイザ	……技術開発部… 120 (40)
ホソカワ/マイクロ ACMバルベライザSB型	……営業企画… 125 (40)
ホソカワ/ミクロンミクロンジェットT型	……技術開発部… 128 (40)
ホソカワ/ミクロンシンタパルスエアー	……技術開発部… 134 (40)
ホソカワ/ミクロンバルクタップナ	……技術開発部… 136 (40)
ホソカワ/アルビネ スパイラルジェットミル100AS	……営業企画… 139 (40)

<ニュース>

東京支店開設に際して	……細川 明彦… 16 (1)
年間行事	…… 17 (1)
年間行事	…… 22 (2)
東京支店便り	…… 24 (2)

最近の興味ある試験例	45 (3)
年間行事	46 (3)
東京支店便り	47 (3)
最近の興味ある試験例	48 (4)
年間行事	53 (4)
Chemical Age に紹介された	
スーパーミクロンミルについて	51 (5)
粉体工学に関する巡回講演会について	62 (5)
最近の興味あるテスト例	62 (5)
年間行事	63 (5)
年間行事	58 (6)
最近の興味あるテスト例	60 (6)
最近の興味あるテスト例	57 (7)
年間行事	58 (7)
年間行事	67 (8)
ホソカワの海外活動	間島淳一郎 52 (9)
年間行事	56 (9)
アメリカP.M.D社より	佐藤 功 53 (10)
最近の興味あるテスト成功例	営業部 55 (10)
ホソカワニュース	57 (10)
ホソカワ50年略史	62 (11)
最近の興味あるテスト例	65 (11)
ホソカワニュース	67 (11)
最近の興味あるテスト例	65 (12)
ホソカワニュース	70 (12)
ホソカワニュース	67 (13)
ホソカワニュース	111 (14)
ホソカワニュース	66 (15)
ホソカワニュース	137 (16)
ホソカワニュース	112 (17)
ホソカワ・ヨーロッパ・リミテッド	
およびホソカワトリット株式会社の設立	
海外事業本部	139 (18)
粉体工業懇話会の活動	編集部 142 (18)
ホソカワニュース	144 (18)
“粉砕”誌投稿規定	146 (18)
海外活動の紹介	海外事業部 127 (18)
改正された試験用ダスト規格(JIS Z 8901)	1 (19)
ホソカワニュース	129 (19)
環境問題シンポジウム開かる	
— 第9回粉体工学に関する講演討論会より —	98 (20)
(株)細川鉄工所社長 細川 益男氏	
紫綬褒章を受賞する	126 (20)
海外ニュース	海外事業本部 158 (20)
ホソカワニュース	160 (20)
第10回粉体工学に関する講演討論会開かる	
— 連続自動化へのアプローチ —	56 (21)
ホソカワニュース	94 (21)
粉砕 総索引No.1～No.21	編集部 97 (21)

第11回粉体工学に関する講演討論会開催	
— 工学に応用できる粉体物性のつかまえ方と実演 —	
111 (22)	
ホソカワニュース	120 (22)
第12回粉体工学に関する講演討論会開催さる	
— 固液粉体処理プロセスシンポジウム —	14 (23)
ホソカワニュース	109 (23)
ホソカワニュース	164 (24)
粉体工学に関する講演討論会開催さる	3 (25)
ホソカワニュース	111 (25)
ホソカワニュース	271 (26)
第16回粉体工学に関する講演討論会の開催	3 (27)
ホソカワニュース	105 (27)
第17回粉体工学に関する講演討論会開催される	3 (28)
ホソカワニュース	142 (28)
第18回粉体工学に関する講演討論会開く	3 (29)
ホソカワニュース	154 (29)
第19回粉体工学に関する講演討論会から	153 (30)
ホソカワニュース	154 (30)
“粉砕”誌総索引	157 (30)
第20回粉体工学に関する講演討論会	
編集部	27 (31)
ホソカワニュース	111 (31)
第21回粉体工学に関する講演討論会	
編集部	68 (32)
ホソカワニュース	151 (32)
ホソカワニュース	116 (33)
第23回粉体工学に関する講演討論会	
編集部	48 (34)
ホソカワニュース	163 (34)
ホソカワニュース	153 (35)
第25回粉体工学に関する講演討論会	
編集部	191 (36)
環境集應用新製品, 新技術紹介	
環境システム事業部	192 (36)
ホソカワニュース	199 (36)
つくば粉体技術開発センター	
東京粉体システム事業部	111 (37)
第26回粉体工学に関する講演討論会	94 (37)
ホソカワニュース	161 (37)
IFPRIの近況報告	横山 豊和 96 (38)
ホソカワニュース	99 (38)
ホソカワニュース	169 (39)
ホソカワニュース	141 (40)
粉砕誌総索引(No.1～No.40)	145 (40)

“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のりませたもの。

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。実費にてお頒けいたします。

4) 掲載済み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50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

ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所

“粉碎”編集事務局宛 (Tel 0720-55-2220)

原稿募集

“粉碎”誌の原稿を募集いたします。粉体工学に係る研究報告、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します。ご一報いただきましたら、原稿用紙をお送りいたします。

次号発行予定 平成9年10月末日

原稿締切 平成9年7月末日

編集後記

*平成8年は、ホソカワミクロン株式会社創立80周年に当たり、本号を記念号とし、「創立80周年記念式典および会長・社長就任披露パーティー」のグラビア記事、および“粉碎”誌総索引記事を企画した。また、特集として、例年どおり「粉体工学に関する講演討論会」の内容を掲載した。今回は平成7年8月開催の、メインテーマ：粉碎プロセスにおける安全・健康問題とその対策の5講演を載せた。

*ホソカワミクロン株式会社は、大正5年4月創業以来今日まで80年間、時代の大きなうねりの中で、数多くの試練と変革を辿りながら、粉体技術の分野における世界のリーディングカンパニーとして、概ね順調な発展を遂げることができたことは、お客様、諸先輩および従業員各位の協力の賜物と感謝の意を強くするものである。一方、現状の日本経済は、バブル経済崩壊以降の平成不況からまだ脱出していない。目前に迫った21世紀に向け、新しいニーズに積極的にチャレンジしていきたいものである。

(F.N)

“粉 碎” No.40 1996年

平成8年12月27日

平成9年1月10日

編集発行責任者

発行所

印刷所

印刷

発行

横山 豊和

ホソカワミクロン株式会社

粉体工学研究所

大阪府枚方市招提田近1丁目9

ナニワ印刷株式会社

大阪市北区天満1丁目9-19

最高峰を形成する製品群 山麓に広がる周辺技術 粉体技術の**ホソカワ**

医薬品機器

カウンタージェットミル
ファインバクトミル
ファーマバクタ+フレーククラッシャー



分級機

ミクロンセパレータ



造粒機

アグロマスタ



粉碎機

イノマイザ
ACM/パルペライザ
ミクロンジェットT型



直接成形焼結装置

真空型メカノフュージョン



粉体測定機

イースパートアナライザ
アグロボット



供給排出機

ファイトロンFT型
ストット充填計量装置



その他、当社は各種粉体機器を豊富にとり揃えています。

パウダーテクノロジーのパイオニア



ホソカワミクロン 株式会社

〒541 大阪市中央区瓦町2丁目5-14 TEL.(06)233-3960 FAX.(06)229-9250

〒173 東京都板橋区板橋3丁目9-7 TEL.(03)5248-5700 FAX.(03)5248-5709