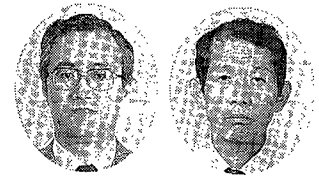


コボール・ミルの粒子微細化特性

Study on Particle Size Reduction by CoBall-Mill



創価大学工学部教授
山本 英夫
Dr. Prof. Hideo Yamamoto
(化)製品開発課
谷口 十一
Toichi Taniguchi

Stirrer ball mill has been focused on ultrafine grinding. CoBall-Mill, a kind of annular type stirrer ball mill, is studied on the grindability in various operation methods. Continuous (both one through and iteration) and batch-wise grinding test give the same result with mean diameter and distribution of particles. It means that the grindability of CoBall-Mill is easily estimated by residence time. The effect of the rotating speed on the grindability can be standardized with a new idea called "grinding length" which shows how long particles and media are rubbed by the rotor. Then a closed-circuit recirculation system is simply modeled and calculated. Comparing this with test result, it shows good coincidence. This model gives a guide to design an actual grinding process.

まえがき

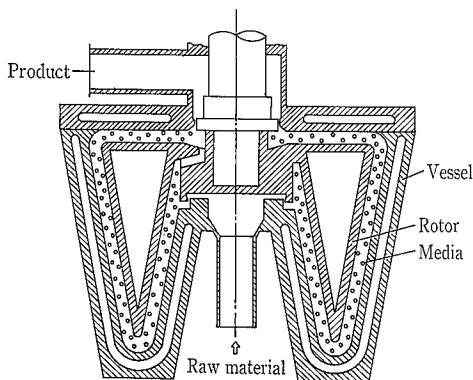
各種産業のファイン化指向の中で、連続微粉砕機として開発されてきた媒体攪拌型ミルは、粉碎室内に充填したメディアを流動化し、その相互間に働く衝撃力および剪断力を利用したものであり、現在最も注目をあびている粉砕機である。

媒体攪拌ミルの一機種であるアニュラータイプのコボール・ミルについては、すでに基本的な粉砕特性について報告するとともに¹⁾、そのスケールアップの考え方についても実験結果に基づき紹介した²⁾。ここでは、主として粉砕処理形態の差異による粉砕性への影響を調べるとともに、粉砕結果の統一的な整理方法を検討し、また、実際の粉砕処理プロセスへの応用として閉回路粉砕を取り上げ、粉砕特性の解析手段の一つとしての簡単なモデル計算を行い、実験との比較を試みたので次に報告する³⁾。

1. 実験装置および方法

1.1 実験装置

実験に使用したコボールミル MS-12 の構造を第1図に示す。ミル本体材質はマルテンサイト系ステンレス鋼であり、断面が逆三角形をした環状の容器内部で、回転軸に取りつけられた同じ断面形状のロータが回転している。容器とロータとの間のギャップを粉砕室とし、ここに粉砕メディアを充填する。



第1図 コボール・ミル概形図
Fig. 1 Schematic CoBall-Mill

メディアを充填する。サスペンション化した碎料はギアポンプ（大東工業製HP-2）により送液され、ミル下部の入口ギャップを経て、W型の粉砕室へ導かれ、そこで粒子が粉砕される。処理された碎料は、ギャップ・セパレータでメディアと分離され、ミルから排出される。メディアはW型の粉砕室を順次移動していき、ロータ・ハブ部のメディア循環用通路からミル内の粉砕室入口に帰還され、再び循環していく。メディアの循環は遠心力とポンプの送液圧力およびメディア循環用通路によるポンプ作用により行われる。

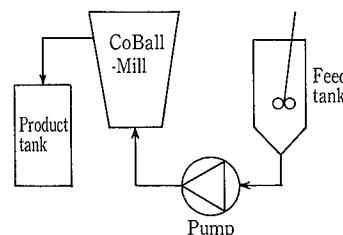
1.2 実験方法および実験条件

粉砕処理として、一パス連続処理、繰り返し連続処理、バッチ処理、および閉回路連続処理の4種類の運転条件により行った。

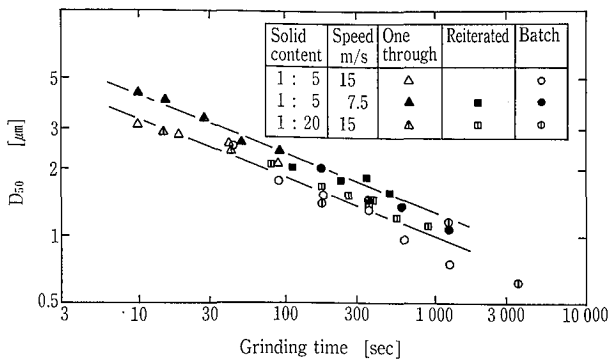
一パス連続処理は、第2図に示すように、フィードタンクより碎料を攪拌しながらギアポンプによりミルに送液し、一回通過の碎製物を製品タンクに受け入れる方法であり、比較的処理のしやすい碎料に対して実用化されている方法である。

繰り返し連続処理は、一パス連続粉砕を行った碎製物をすべて製品タンクに回収し、その回収したサスペンションをフィードタンクに戻し、再び粉砕する操作を繰り返した。これは一パスでは粉砕が難しい場合に、ミルを直列多段に使用される場合を想定している。

バッチ処理は、比較実験のために行ったものであり、碎料を粉砕室に送り込んだ時、ミルの碎料入口と製品出口をふさいでからロータを回転させた。媒体攪拌ミルは一般には連続使用されるものであり、バッチ処理はアトライターなど一部の攪拌媒体ミルにおいてしか実施されておらず、



第2図 実験装置
Fig. 2 Test equipment



第3図 D₅₀の粉砕時間経過
Fig. 3 D₅₀ v.s grinding time

コボール・ミルにおいてはこのような実施例はない。

さらに閉回路連続処理は、砕料を連続的にフィードタンクからミルへ送り、砕製物はそのまゝフィードタンクへ戻す操作を連続で行った。これは、一般的な連続プロセスを想定したものである。

砕料としては重質炭酸カルシウム(丸尾カルシウム(株)製 商品名スーパー S d₅₀=10ミクロン)を、イオン交換水中に分散したものを固液比(真体積)1:5と1:20とで使用した。

実験は、粉砕メディアとして直径1~1.5 mmのジルコンメディア(SEPR社製 充填密度2.4 kg/m³)を用い、充填率を70%一定として行った。またロータ周速については、15 m/sと7.4 m/sの二水準にて行った。

砕製物のサンプリングは、連続処理の場合にはミル出口より直接行い、バッチ処理では砕製物をメディアとともに取り出し、篩によりメディアを分離した物をサンプルとした。

砕料および砕製物の粒度分布は、光透過式遠心沈降法による粒度分布測定機(セイシン企業製 SKA-5000)を用いた。

なお粒度分布測定結果に対するメディア、ミル機壁からの摩耗成分の影響については、使用前後のメディア重量の変化、またI.C.P法による砕製物中の鉄分の定量により検討し、本実験範囲では、粒度分布に対し摩耗成分の影響が無いことを確認した。

2. 実験結果

2.1 粉砕速度

粉砕時間に対する砕製物の重量基準50%径(D₅₀)の変化を第3図に示す。各粉砕条件に対する粉砕時間の定義は次による。

1) 一パス連続処理

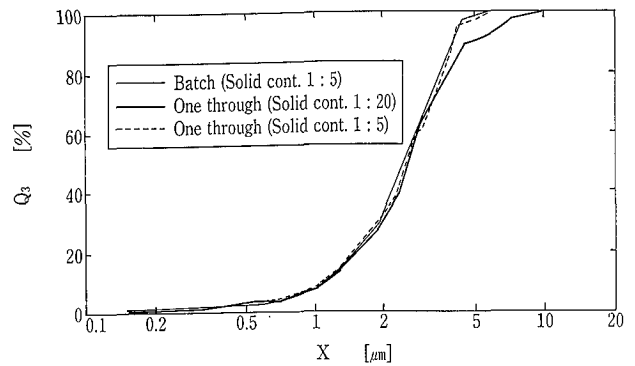
(1) 式により算出されるミル内平均滞留時間(τ)。

$$\tau = (V - V_{med}) / Q \quad (1)$$

ここで、Qは処理するサスペンションの流量を単位時間当たりの体積で表わしたものであり、Vは粉砕室の有効体積、V_{med}はメディアの実体積である。V_{med}はメディアのみかけの体積から、充填メディア間の空間体積を引いた値である。

2) 繰り返し連続処理

繰り返し操作における各通過ごとの平均滞留時間を積算



第4図 砕製物の粒度分布
Fig. 4 Particle size distribution of CaCO₃

したものを。

3) バッチ処理

バッチ運転時の運転時間の累計。

第3図において、D₅₀は両対数グラフ上で、粉砕時間に対し直線的に減少するとともに、粉砕時間がほぼ20分で1ミクロン以下となっている。このとき1ミクロン以下の微粒子は重量基準で約70%であった。また粉砕操作の如何によらず、D₅₀はロータ周速が一定であればほぼ一本の直線上に乗っていることがわかる。

さらに、粉砕操作および固液比の異なる結果について、同程度の粉砕時間での粒度分布を比較したものを第4図に示す。図はロータ周速15 m/sで、粉砕時間約45秒における、固液比1:5の連続処理とバッチ処理、および固液比1:20の連続粉砕の結果を示した。これらの粒度分布はいずれも良好な一致を見せている。

第3、4図からコボールミルは、本実験範囲において、処理するサスペンションの固体濃度が変化しても、粉砕時間に対する平均径の減少の傾向が同様であるばかりでなく、その場合に得られる砕製物の粒度についても、同様な粒度分布を有していることがわかった。

2.2 ロータ周速の影響

第3図によればロータ周速の速い方が粉砕速度も速いことが示されている。ロータ周速の影響について調べるため(2)式で定義される“粉砕距離L”という概念を導入する。

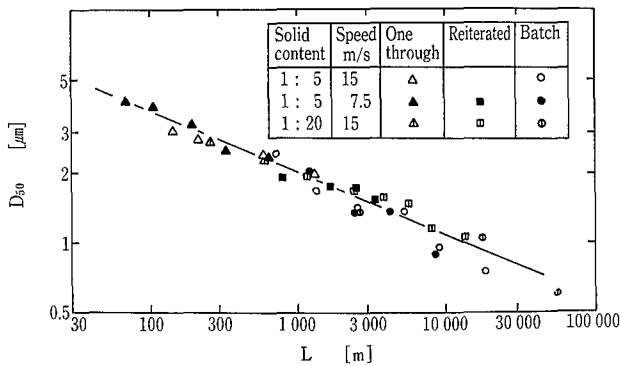
$$L = U \cdot T \quad (2)$$

ここに、Uはロータ周速(m/s)、Tは粉砕時間(s)である。このLは、ロータが砕料を摩擦した距離に対応していると考えられる。第5図に、種々の実験条件のもとでの粉砕距離とD₅₀との関係を示した。媒体攪拌ミルの粉砕機構としては、剪断力によって粉体を摩砕していく作用が支配的であるため、粉砕の進行はこの粉砕距離によって整理されると考えられる。図よりD₅₀は実験範囲では粉砕距離Lのみの関数になっており、次式で表わされる粉砕速度の実験式を得た。

$$D_{50} = 10.8L^{-0.238} \quad (3)$$

2.3 閉回路連続処理

閉回路粉砕プロセスにコボールミルを適用する場合の粉砕特性について、簡単なモデルにより考察し、実験結果と比較する。



第5図 粉碎距離によるD₅₀の変化
Fig. 5 D₅₀ v.s grinding length

まず簡便化した閉回路粉碎のモデル計算を試みる。閉回路粉碎の概念を第6図に示す。

実際の粉碎原料には粒径分布が存在するが、これをすべてD₅₀の粒子からなる単分散粒子群と考え、粉碎は第5図に示されるような粉碎曲線に従って進行すると仮定する。このとき閉回路粉碎中のフィードタンク内に存在する粒子の粒径はミルを通過した回数で決まるため、n回ミルを通過した粒子の粒径をD_n、その粒子の全体に対する重量割合をA_n(t)と表わす。またタンク内の体積をV、フィード流量をQとする。ミル内ホールドアップと砕料がミルを通過するのに時間を無視し、タンク内を完全混合槽と仮定すると、マスバランスより次の式が成立する。

$$V \cdot dA_0 = -QA_0 \cdot dt \quad (4)$$

$$V \cdot dA_n = +QA_{n-1} \cdot dt - QA_n \cdot dt (n \geq 1) \quad (5)$$

また

$$\sum A_i = 1 \quad \text{for all } t \quad (6)$$

$$t=0 \text{ のとき } A_0=1, \quad A_n=0 (n \neq 0) \quad (7)$$

上記の微分方程式は解けて、粒径 D_n のミル n 回通過粒子の重量割合A_n は、k=Q/V とおくと

$$A_0 = \exp(-kt) \quad (8)$$

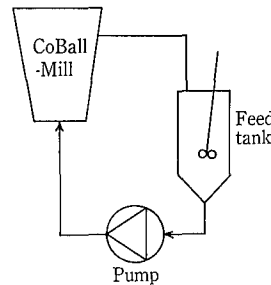
$$A_n = (1/n!) k^n t^n \exp(-kt) \quad (n \geq 1) \quad (9)$$

で与えられる。

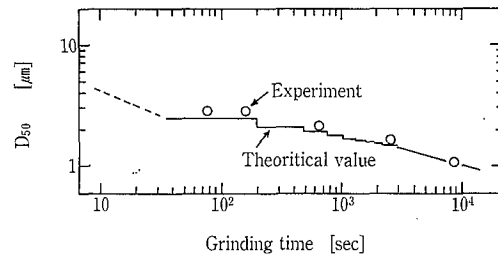
ここで、サンプリングをミル出口側で行っていることを考慮すると、砕製物の50%粒径がD_nになる時刻 t_n は、次の解として得られる。

$$\sum_{i=0}^{n-2} A_i(t_n) = 0.5 \quad (10)$$

閉回路粉碎実験は V=3000(cc), Q=10.3(cc/s) の条件で行い、この時のミル内滞留時間は34秒程度、ロータ周速15(m/s)で、粉碎距離にしてL=540 mにあたる。実験結果と計算結果を第7図に示す。実験結果とモデル計算の結果は良好な一致を示しているため、この方法により本ミルを閉回路粉碎プロセスに適用する場合の粉碎特性が推算できると考える。



第6図 閉回路処理
Fig. 6 Closed circuit system



第7図 閉回路粉碎におけるD₅₀と粉碎時間
Fig. 7 D₅₀ v.s grinding time on closed circuit system

む す び

コボール・ミルの粒子微細化特性に関し、炭酸カルシウムを砕料とした実験を行い、その結果次のことが明らかになった。

- 1) 同一ロータ周速での粉碎において、運転操作が一パス連続、繰り返し連続、バッチのいずれの形態であっても、ミル内滞留時間が同じであれば、砕製物の粒度分布を含め、同一の粉碎結果が得られた。
- 2) ロータ周速を変化させた場合の粉碎結果を、粉碎距離という概念を導入することにより統一的に整理できるとともに、粉碎速度の実験式を得た。
- 3) この粉碎速度式を用いて、閉回路粉碎についての簡単なモデル計算を行い、実験結果との良好な一致をみた。これにより、実際の粉碎プロセスにコボール・ミルを適用する場合に粉碎特性の推算ができることが示された。

コボール・ミルは、パス回数でなく滞留時間を制御することにより、砕製物の平均粒径を制御できることを報告してきた²⁾が、今回平均粒径だけでなく粒径分布についても同様なことが実証できた。

コボール・ミルの持つ諸特性、すなわち、粉碎室容積に対する冷却面積の比が大きいため製品の温度コントロールが容易にできる、メディアが粉碎室内を循環するために高粘度域のサスペンションを処理できる、洗浄性に優れるなどの特長とあわせ、広く応用性のあるミルとしてユーザ各位の期待に沿っていきたいと考えている。

なお本研究は、法政大学修士課程森田優氏の卒業研究として東京大学生産技術研究所山本研究室にて行われたものである。

〔参考文献〕

- 1) 谷口, 平尾, 田中: 粉体工学会誌, 22, 6, 376 (1985)
- 2) 谷口, 田中: 粉体工学会平成2年春期研究発表会講演要旨集 1 (1990)
- 3) 谷口, 山本, 森田: 粉体工学会平成3年春期研究発表会講演要旨集 121 (1991)