

## 1. 緒言

湿式媒体攪拌ミルでの再現性やスケールアップは重要で、これらが得られないことで、製品の生産能力等に影響を与える場合がある。

再現性が得られない要因として、被粉碎物である粉体の初期粒径が異なる場合や湿式媒体攪拌ミルの運転条件が異なる場合等が考えられる。湿式媒体攪拌ミルでの循環運転において処理量が異なる場合には、滞留時間を合わせることで対応するが、粉碎媒体であるビーズの摩耗や攪拌部材が摩耗した場合や処理量が少なく許容温度の低いスラリーでスラリー温度の上昇を防ぐために攪拌部材の周速を遅くした場合は、粉碎効率が悪くなり滞留時間を合わせても再現性が得られないので、滞留時間を長くする等の対策を取り、目標粒子径まで粉碎を行なう必要がある。

また、スケールアップにおいて、小型実験機で得られた条件は、大型生産機では大型化による性能低下が発生するためそのまま再現できず、運転条件の再検討や製品の再現性を再度確認する必要がある。

そこで、湿式媒体攪拌ミルの粉碎効率を投入動力で評価し、運転条件の違いやミルの粉碎室容量の違いによる投入動力と粒子径の関係について調べ、再現性を検討した。

ここで、投入動力とは、目標粒子径まで粉碎するのに要した消費電力量と実験前に測定した無負荷消費電力量の差の値をスラリーの固形分重量で除した値で、目標粒子径まで粉碎するのに要した単位固形分重量当たりの消費電力量を意味する。

## 2. 実験

実験装置には、湿式媒体攪拌ミルである湿式微粉碎・分散機「スターミル LMZ」、攪拌機付スラリータンク、スラリー用ポンプを用いた。

評価試料として、重質炭酸カルシウム(NN#200 日東粉化工業(株)社製)を固形分濃度 30wt%に水で調整しスラリー化した。また、粘度変化が評価に影響を与えないように分散剤(アロン T-40 東亜合成(株)社製)で粘度調整を行った。

実験方法は、攪拌機付スラリータンクで攪拌、

混合されたスラリーをポンプによりビーズの充填された LMZ の粉碎室に圧送して、粉碎し、再び攪拌機付スラリータンクに戻す循環方式とした。

再現性の実験は、LMZ2(粉碎室容量:1.65L)で行い、スケールアップの実験は、LMZ06(粉碎室容量:0.60L)、LMZ2、LMZ10(粉碎室容量:10.6L)で行なった。

攪拌部材の周速は攪拌部材の先端速度で 8m/s、10m/s、12m/s に設定した。ビーズの材質はジルコニア(比重≒6.0)、径は  $\phi$ 0.3mm、 $\phi$ 0.5mm、 $\phi$ 1.0mm を用いた。充填率は粉碎室容量に対し 80%、85%、90%とした。

スラリーとビーズを分離するセパレーターには遠心分離セパレーターを用いた。遠心分離セパレーターの中央部にはビーズを粉碎室より流出させないためのスクリーンを

設置している。スクリーンの目開きは使用するビーズ径の 1/3 に設定した。スラリーの供給量は 1 パス当たりの滞留時間が 0.5 分間となるように設定した。サンプリングは滞留時間で 1 分、3 分、5 分、7 分、10 分、15 分、20 分で行い、ミル出口よりサンプルを採取し、粒度測定を行った。粒度測定には、マイクロトラック MT3000 (日機装(株)社製)を用いた。サンプリングと同時にスラリーの温度、粘度、消費電力量を測定した。

### 3. 結果及び考察

LMZ2 を用い、運転条件として、ジルコニアビーズを使用し、周速 10m/s、充填率 85%とし、ビーズ径  $\phi 0.3\text{mm}$ 、 $\phi 0.5\text{mm}$ 、 $\phi 1.0\text{mm}$  を使用した時の粉碎効率を調べた。ビーズ径の違いによる投入動力と平均粒径 D50 の関係を図 1 に示す。初期において  $\phi 0.3\text{mm}$  と  $\phi 0.5\text{mm}$  で逆転するが、粉碎効率は  $\phi 0.3\text{mm} > \phi 0.5\text{mm} > \phi 1.0\text{mm}$  となる。ビーズ径が小さい方が少ない投入動力で D50 が小さくなることがわかる。

LMZ2 を用い、運転条件として、ジルコニアビーズを使用し、ビーズ径  $\phi 0.3\text{mm}$  とし、充填率 85%、周速を 8m/s、10m/s、12m/s に設定した場合と、周速 10m/s、充填率を 80%、85%、90% に設定した場合の粉碎効率を調べた。運転条件の違いによる投入動力と平均粒径 D50 の関係を図 2 に示す。周速や充填率が異なってもほぼ同一線になるため、投入動力と D50 は相関があることがわかる。

運転条件として、ジルコニアビーズを使用し、ビーズ径  $\phi 0.3\text{mm}$ 、周速 10m/s、充填率 85%とし、LMZ06、LMZ2、LMZ10 を用いて、粉碎室容量の違いによる粉碎効率を調べた。粉碎室容量の違いによる投入動力と平均粒径 D50 の関係を図 3 に示す。粉碎室容量が異なる場合も、ほぼ同一線になるため、ビーズ径が同一であれば、投入動力と D50 は相関があることがわかる。

以上より、投入動力で粉碎性能の評価を行なうと、ビーズ径が異ならない限り、周速、充填率が変化しても、投入動力を合わせることで再現性が得られることがわかる。また、スケールアップにおいても投入動力で評価を行なうことで、ビーズ径が異ならない限り、再現性が得られることがわかった。さらに、投入動力から D50 の推測や目的の D50 の値に必要な投入動力の推測が可能となることがわかる。

### 4. 結言

湿式媒体攪拌ミルの粉碎効率を投入動力で評価し、運転条件の違いや粉碎室容量の違いによる投入動力と粒子径の関係について調べ、再現性を検討した結果、粉碎室の構造とビーズ径が同一であれば、粉碎室容量、周速、充填量が変化しても、投入動力を合わせることで、再現性が得られることがわかった。

従来滞留時間を合わせて、再現性を得る方法では、スラリーの組成および初期粒径、ビーズの種類、径、充填率、攪拌部材の周速等を合わせる必要があり、さらに、スケールアップでは、大型化による性能低下が発生するため、滞留時間の再検討が必要であったが、投入動力で再現性を管理することで、ビーズ径を合わせるのみでよいことになり、スケールアップでの再現性の確認が可能となった。

また、投入動力を用いることで湿式媒体攪拌ミルの性能評価を行なうことも可能であることから、低投入動力で微細化を目的とすることで、環境問題等を配慮した開発

が可能になると考える。

## 5. 参考文献

石井利博、針谷香、飯岡正勝 第 40 回夏期シンポジウム講演論文集 p15-16 (2004)

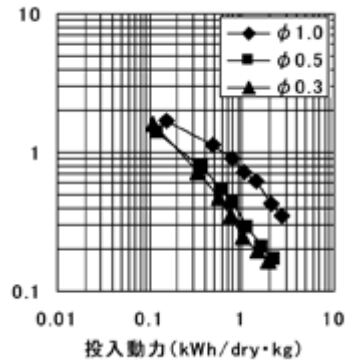


図 1:ビーズ径の違いによる投入動力と D50 の関係

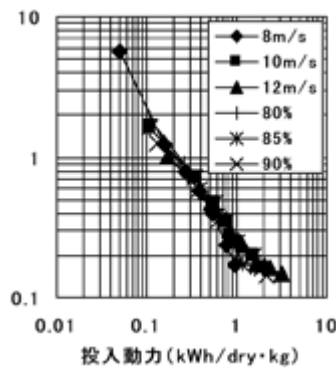


図 2:運転条件の違いによる投入動力と D50 の関係

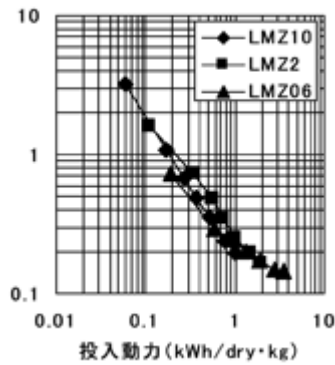


図 3:粉碎室容量の違いによる投入動力と D50 の関係