

シラスを原料とする標準粉体の製法

伊地知和也・萩尾道宏*・田中安彦
(受理 昭和57年 5月 31日)

BATCH MANUFACTURING PROCEDURE OF A TEST DUST BY MIXING THE CRUSHED PRODUCT AND FEED OF SHIRASU

Kazuya IJCHI, Hiromichi HAGIO and Yasuhiko TANAKA

Shirasu is a sort of volcanic ashes which is widely distributed and deposited in South Kyushu.

On the basis of experimental results with the ball mill crushing of shirasu, an attempt is made to manufacture a specific lot of fine — grade test dust whose particle size distribution corresponds to that of JIS No. 7 test dust, using shirasu as the test material.

1. 緒 言

各種の試験や実験に標準として用いる粉体を標準粉体と呼ぶが、これはその特性が既知で一定していることと、一般に取扱う粉体の代表的特性を持っていることが望ましい¹⁾。その一例が JIS の試験用粉体で、JIS では第 1 種から第 15 種までの試験用粉体を規定している。第 7 種と第 8 種（それぞれ関東ロームの細粒と微粒）は自動車用エアクリナーと換気用パネル型エアフィルターの透過性能試験および集塵装置の集塵性能試験など、わが国の鉱工業における各種の試験研究に広く用いられている⁴⁾。

標準粉体を得るための原料が具備すべき条件として、自然ダストに近い性質をもち、安定した組成のものが常に大量に得られ、吸湿性が少ないことなどが挙げられる^{2,4)}。JIS 8901 では、化学組成などの規定により、第 7 種、第 8 種の原料として事実上関東ロームを指定している³⁾。しかしながら関東ローム層は九州には分布せず、南九州においては、シラスがより自然ダストに近い特性を有し、しかも常に大量に得ることができ、そこでシラスを原料として、JIS 試験用ダスト 7 種規定の粒度分布をもつ標準粉体の製造を試み、その製造過程でのボールミルによるシラスの粉砕傾向について若干の知見を得たので報告する。

2. 実験装置

2.1 ボールミル

粉砕に用いたボールミルは磁製の市販品で、その仕様を表 1 に示す。3 個のポットがそれぞれ大きさと密

表 1 ボールミル

ポットの種類	No. 1	No. 2	No. 3
内 径 [mm]	159	152	158
内 容 積 [mm]	3,053	2,919	2,986
ボ ー ル の 種 類	A	B	C
平 均 径 [mm]	31.3	30.7	25.2
見 掛 比 重 [—]	3.5	2.4	2.2
個 数 [—]	63	60	102
ボール総重量 [g]	3,500	2,200	1,900
ボール充填率 [—]	0.33	0.33	0.29

度が異なる 3 種のボールと組み合わせられて同時に運転される構造となっている。本実験におけるミル回転数は、次式に示す臨界回転数 N_c ⁵⁾ の 66% である 70 r.p.m. に定めた。

$$N_c = 42.3 / \sqrt{D} \quad (1)$$

ただし、 D はポットの内径 [m] である。

* 凸版印刷 K.K.

ボール充てん率 J は次式により算出し、約 0.3 と一定になるよう、ボール個数を調整した。

$$J = v/V \quad (2)$$

ここで、 v はボールの総体積で、 V はポットの内容積である。

2.2 粒度分布測定

JIS では試験用ダスト 7 種、8 種の粒度分布の測定法として、アンドレアゼンピペット法と沈降天びん法を規定しているが、本実験では、測定の簡便さと迅速性を考えて、シラス原料の粉砕進行の度合を調べる場合には、光透過式粒度分布測定器（セイシン企業、SKN 500 型）を、標準粉体の製造の場合には、 \cos 式アンドレアゼンピペットを用いた。なお、分散媒として、0.22wt% のヘキサメタリン酸ソーダ水溶液を使用した。

3. シラス原料および実験方法

3.1 シラス原料

実験に用いたシラスは鹿児島県吉田町産のもので、以後これをシラス原料と呼ぶ。図 1 にアンドレアゼンピペット法と光透過法によるシラス原料および JIS 試験用ダスト 7 種* の粒度分布の測定結果と JIS に規定された試験用ダスト 7 種の粒度分布の範囲を示す。

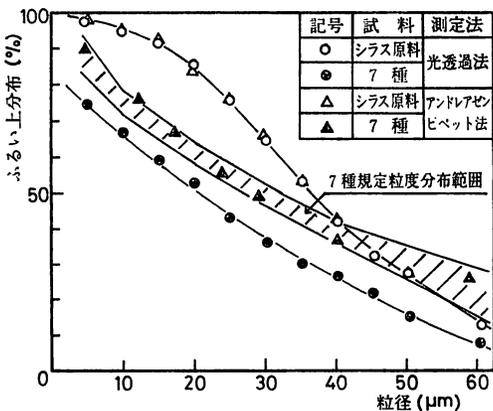


図 1 7 種およびシラス原料の粒度分布

図より光透過法は、シラス原料についてはアンドレア

* 日本粉体工業協会より購入

ゼンピペット法とほぼ同じ粒度分布を与えるが、試験用ダスト 7 種については、アンドレアゼンピペット法よりもかなり細かい粒度分布を与えることがわかる。

3.2 実験条件

粉砕の進行状況を調べるため、表 2 に示すように、ボール種類、粉砕時間および試料装入量を変化させて粉砕実験を行い、各実験ごとの碎製物の粒度分布を測定した。

表 2 実験条件

ボールの種類(個数)	A (63), B (60), C (102)
粉 砕 時 間 [hr]	0.5, 1.0, 1.5, 2.0
試 料 装 入 量 [g]	100, 200, 300, 400

3.3 粉砕試料の調製とサンプリング

ミル装入量の約 4 倍量のシラス原料を二分縮分器にかけて 2 回縮分し、4 個の試料を得る。この内 3 個を所定の装入量に調製して、それぞれを 3 種類のボールとともにミルに装てんし粉砕を行う。一定時間粉砕したのち、ボールとともに碎製物をバット内に移し、ミル内壁とボールの付着分もはけて落して回収し、バット内碎製物に加える。このようにして得られた碎製物を二分縮分器を用いて再分割し、粒度分布測定に供する。

3.4 44 μ ふるい上シラスの調製

JIS 44 μ 標準ふるいに、前述のシラス原料 50g を採取し、Ro-Tap シェーカー（回転数：290 r.p.m., タップ数：156 t.p.m., ふるい面積：314 cm²）を使用して、10 分間ふるい分け、その網上産物を集めて、44 μ ふるい上シラスとし、標準粉体製造時の混合試料に用いた。

4. 実験結果および考察

表 3 に種々の粉砕条件下で得られた碎製物の光透過法による 50% 粒径 $D_{p,50}$ の値を一括して示す。

4.1 粉砕時間の影響

図 2、3 および 4 はそれぞれボールの種類が A, B および C で、試料装入量が 100g の場合において、粉砕時間の経過とともに碎製物の粒度分布が変化する

表3 砕製物の50%粒径(アンドレアゼンピペット法)

ボールの種類	試料装用量 [g]	100	200	300	400
	粉碎時間(hr)				
A	0.5	13.0	18.5	22.5	23.0
	1.0	7.5	13.0	16.5	18.0
	1.5	6.5	10.5	12.0	15.0
	2.0	5.5	8.5	9.5	12.5
B	0.5	18.0	21.5	24.0	26.5
	1.0	11.5	17.0	20.5	22.0
	1.5	9.0	12.5	16.0	18.5
	2.0	8.0	11.5	14.5	16.5
C	0.5	18.5	23.0	25.0	26.5
	1.0	11.0	16.5	20.0	24.0
	1.5	9.0	13.0	16.0	20.5
	2.0	7.5	12.0	15.0	17.0

様子を示したものである。図より明らかなように、ほぼ1時間の粉碎操作によって $20\mu\text{m}$ 近くの粉碎が急速に進行し、砕製物の $D_{p,50}$ は、原料のその $1/5\sim 1/3$ 程度に粉碎される。その後は $D_{p,50}$ の値は著るしく減少することなく、粉碎はゆるやかに進行していく傾向が認められる。試料装用量が 200g 以上の場合には、一例として図5に示したように、0.5時間までの粉碎はここでも急速に進行するが、0.5時間粉碎ごとの各砕製物の $D_{p,50}$ は $4\sim 2.5\mu\text{m}$ 程度の減少を続けることから、1時間後も粉碎がかなり進行し、試料装

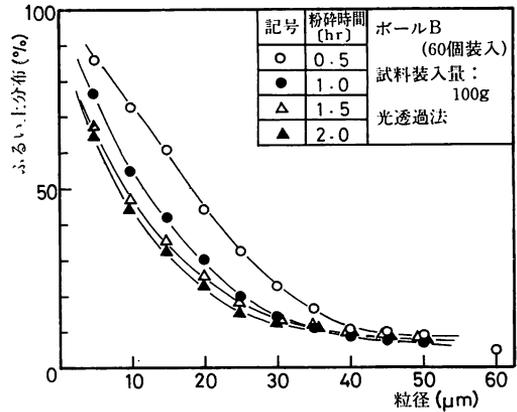


図3 粒度分布の時間的变化 (ボール B, 試料装用量; 100g)

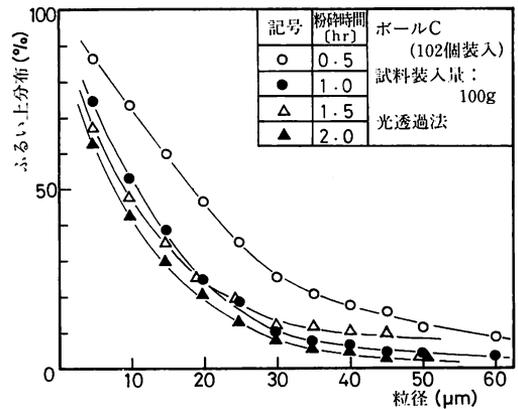


図4 粒度分布の時間的变化 (ボール C, 試料装用量; 100g)

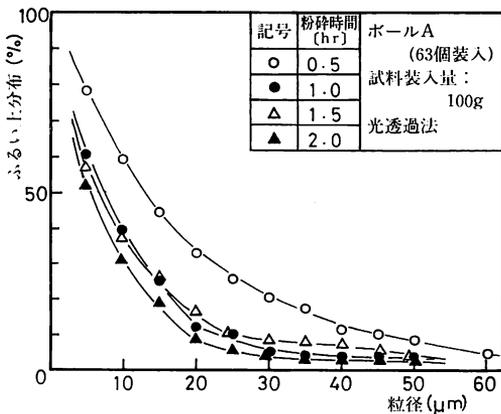


図2 粒度分布の時間的变化 (ボール A, 試料装用量; 100g)

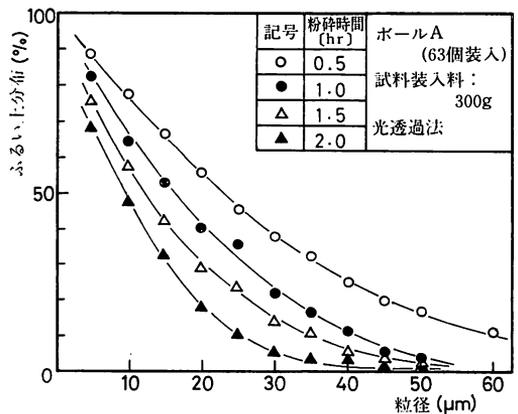


図5 粒度分布の時間的变化 (ボール A, 試料装用量; 300g)

量が 100g の場合と粉碎の傾向が異なることがわかる。いずれの場合も 0.5 時間粉碎後の碎製物のふるい上分布とシラスのそれとを比べると、分布曲線の変曲点が小粒径の方に大きく移動しており、頻度の大きい粒子と大粒径の粒子の粉碎が急激に進行することもわかる。

4.2 試料装入量の影響

試料装入量の影響を示す一例として、ボール A を用いて 0.5 時間粉碎した場合の碎製物の粒度分布を図 6 に示す。図から明らかなように試料装入量を増すに従って粒度分布曲線は図の上方に移行する。また、 $D_{p,50}$ の値も大きくなり、粉碎の進行も当然遅くなる。

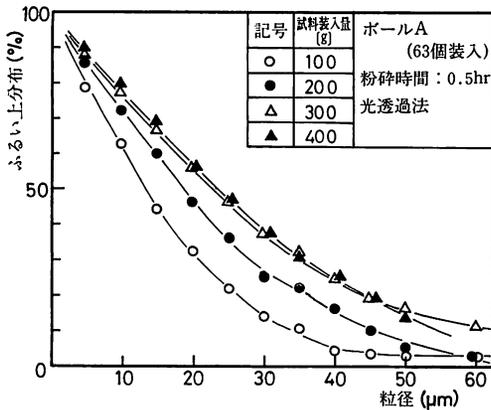


図 6 試料装入量の影響

4.3 ボールの種類の影響

前出の図 2～6 を相互に比較すれば明らかなように、ボール A は B、C に比べ一個当たりの重量が大きいため、粉碎時間と試料装入量が同じ粉碎操作においては、ボール A の碎製物の粒度分布は最も小さく、 $D_{p,50}$ も小さい値を示しており、また、粉碎の進行も早い。また、ボールの種類の影響を示す一例として、試料装入量が 300g で、2.0 時間粉碎した場合の碎物の粒度分布を図 7 に示す。図から明らかなように、B と C のボールによる碎製物の粒度分布曲線の間にはあまり差がなく、 $D_{p,50}$ も同程度の値を示しており、ボールの大きさおよびボール総重量が異なるが、両者は類似の粉碎傾向を示すことがわかる。

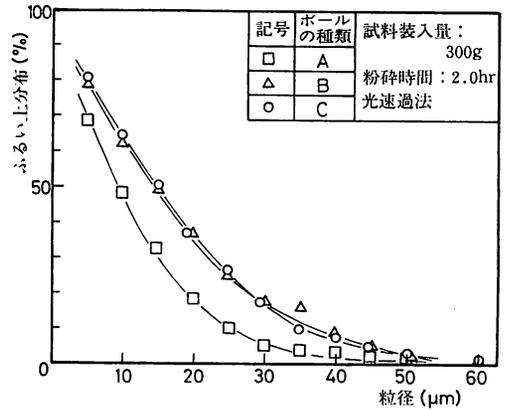


図 7 ボールの種類の影響

5. 7 種規定の粒度分布をもつシラス粉体の製造

標準粉体を製造する場合、原料の歩留りが良く、操作が簡単で、しかも短時間に大量に製造できることが望ましい。しかし本実験範囲内での碎製物の粒度分布をみると (図 2～4 参照)、いずれのボールを使用しても、試料装入量が 100g、200g の場合には、すでに 0.5 時間粉碎で大粒径の部分で 7 種規定にはずれた粒度分布を示す。300g、400g 装入の場合には、大粒径の部分では、大体 JIS 7 種類規定の分布に合致しているが、小粒径の部分ではかなり大きく偏倚しており、単純な粉碎操作によって、7 種規定相当の粒度分布をもつシラス粉体を製造することはきわめて難しい。そこで、粉碎シラスとシラス原料の 44μ ふるい上試料を混合後粉碎して、7 種規定粒度分布相当のシラス粉体を得ることを試みた。まず、簡単のため、粉碎シラスと 44μ ふるい上試料とを 1:1 の割合で調合する方法を選び、JIS 7 種とシラス原料の 44μ ふるい上試料の粒度分布とから、 44μ ふるい上試料に混合すべき粉碎シラスの粒度分布曲線を求めた。つぎに、各条件下での碎製物の中から上述の粒度分布曲線に近い分布曲線をもつ試料として、ボール A を用い、試料装入量が 300g で、2.0 時間粉碎した試料を採用した。図 8 に 44μ ふるい上試料、粉碎シラスおよび両粉体の混合試料の粒度分布を示す。この図より混合試料は 25μ 付近で変曲点をもつような粒度分布を示すことがわかる。この混合試料の 25μ 付近の JIS 7 種からの粒度分布の偏倚を少なくするため、 44μ ふるい上

表4 特性の比較

特 徴	7種(関東ローム)	シラス粉体
外 観	赤 褐 色	白 色
形 状	不規則形状	ガラス破片状
吸 湿 性*	0.6%	0.15%
流 動 性	悪 い	悪 い
中 位 径	30 μ m	30 μ m
n**	0.76~1.26	0.94
b***	0.0097~0.0576	0.0306
安 息 角	50 度	57 度
真 比 重	2.9~3.1	2.35

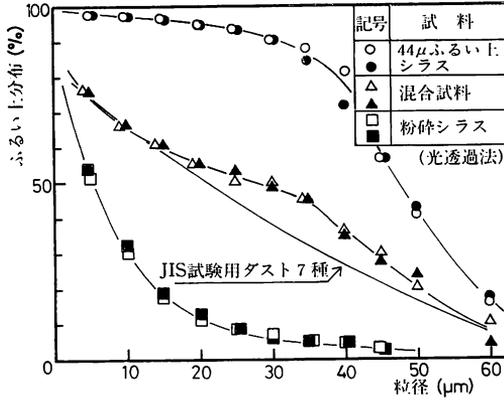


図8 44 μ ふるい上シラス, 粉碎シラスおよび混合試料の粒度分布

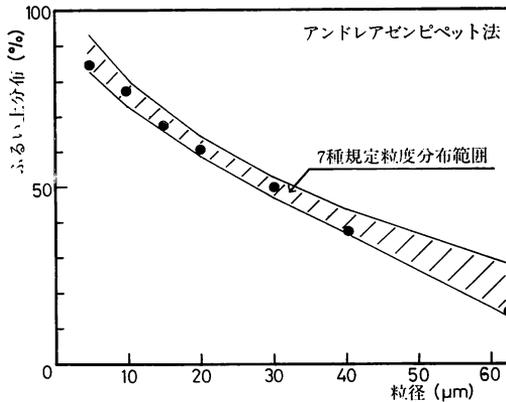


図9 混合試料の粉碎後の粒度分布

試料と粉碎シラスを二分割器にかけ、それぞれ 150g ずつ採取し、試料装入量を 300g にして、No. 1 のボールミルで 3 分間再粉碎した後の粒度分布曲線を図 9 に示す。これは JIS 試験用ダスト 7 種の規定粒度分布にかなりよく適合している。

なお、表 4 に試験用ダスト 7 種と 7 種規定相当の粒度分布をもつシラス粉体の特性の比較を示す。表よりシラス粉体は 7 種に比べ、吸湿性および真比重は小さく、安息角は大きいことがわかる。

結 論

シラスを原料とする標準粉体の製法に関する実験よ

* 湿度65%空気中における平衡吸湿率(乾量基準)
 ** ロジン-ラムラー分布の定数
 $R = 100 \times 10^{-b'x^n}$
 ここで R はふるい土分布, x は粒径である。

り次の結果を得た。

- 1) 本実験範囲では、初期粉碎において頻度の大きい粒子と大粒径の粒子の粉碎が急激に進行する。
- 2) ボール充てん率が同じならば、一つのボールの重量が大きい程、粉碎が進行する。また、ボールの大きさおよびボールの総重量の異なる B, C のボールによる粉碎は類似の粉碎傾向を示す。
- 3) シラス原料 300g をボール A 63個で 2.0時間粉碎した試料 150g と、シラス原料の 44 μ ふるい上試料 150g を混合し、ボール A で 3分間粉碎することにより、7種規定粒度分布相当のシラス粉体が得られる。

使用記号

- D : ミル内径 [m]
- J : ボール充てん率 [-]
- N_c : 臨界回転数 [r.p.m.]
- V : ミル内容積 [cm³]
- v : ボール総体積 [cm³]

引用文献

- 1) 化学工学協会編：化学工学辞典，375 (1980)
- 2) 山下：粉体工学会誌，17，547 (1980)
- 3) 試験用ダスト JIS Z8901 (1974)
- 4) 山下：粉体工学会誌，17，235 (1980)
- 5) 神保ら：粉体理論と応用，543 (1979)