

揺動を伴う回転型混合機における 粉体の流動と混合特性*

Flow and Mixing Characteristics
for a Rotary-type Solid Mixer with Rocking Motion*

佐藤 宗武^{*1}
Munetake Satoh
丸楠 昌紀^{*1}
Masanori Marukusu
宮南 啓^{*1}
Kei Miyanami
内木 明男^{*2}
Akio Naiki
近藤 茂之^{*2}
Shigeyuki Kondoh

To investigate the flow and mixing characteristics of the solid mixer, three sets of the optical fiber probes have been installed in the mixer vessel. The mixer employed in this work was a rotary-cylinder type mixer with rocking motion using a swinging bed mechanism. The concentration changes with time and the pattern of the mixing curves have been measured by using the tracer particles coated with dye powder. It has been shown that two different mixing rate coefficients ϕ_1 and ϕ_2 represent the different mechanisms, i.e. convective and shearing or diffusive mixing. The mixing characteristics of the mixer have been evaluated based on these two kinds of rate coefficients measured under various operating conditions.

1 まえがき

粉粒体の混合は多くの製造プロセスで行われている重要な操作の一つであり、単なる材料の均一分散化のみならず、造粒やコーティング、乾燥、その他いくつかの複合目的をも兼ねる場合もあり、混合の目的も多様になっている。混合装置自体にもこれらの目的に適するよう構造的な工夫が加えられたり、操作条件が選ばれたりしている。このような装置の性能や最適操作条件の評価には内部の粉粒体の流動と混合状態を把握しておくことは重

要であり、著者等はこれまで光ファイバプローブを利用した混合度の簡便で迅速な連続測定システムを開発し攪拌型混合機の特性を明らかにしてきた^{(3),(4)}。

ここでは、円筒容器を回転しながら容器全体を揺動させて円筒の軸方向混合及び粉粒体の流動化を促進する複合運動型の混合機を採りあげ、まず組成変動と混合曲線を測定するために、光ファイバプローブを設置して連続計測化した。そして、黒色粒子をトレーサとした二成分粉粒体系を用いて流動状態と混合過程を測定し、各種操作条件と混合速度との関係を検討した。

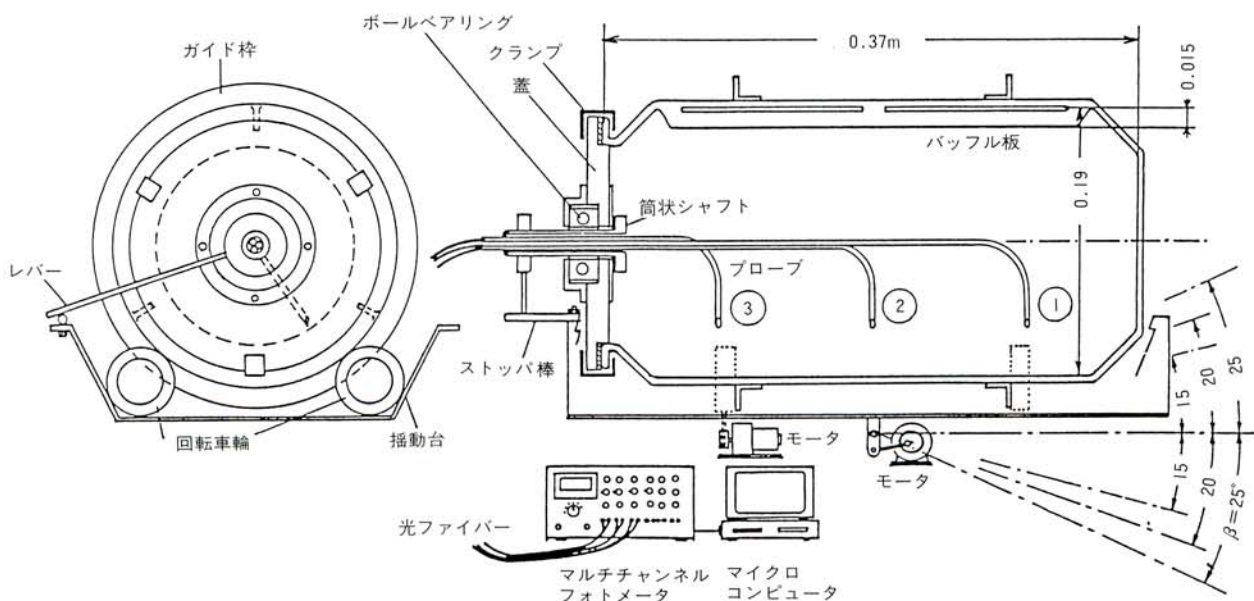


図1 / 混合機と測定装置外観

Fig. 1/Schematic diagram of the mixer and measurement system

* 粉体工学会誌Vol.25 No.3(1988)より転載

表1 / 使用した粉体の物理特性

Tab. 1/Physical properties of solid particles used in this work

白 色 成 分				着 色 成 分			
材 料	要 目	粒 度 [μm]	密 度 [kg/m^3]	材 料	要 目	粒 度 [μm]	密 度 [kg/m^3]
アルミナ (Al_2O_3)	# 80	125~297	3970	炭化硅素 (SiC)	# 80	125~297	3240
	# 120	63~177	3970		# 120	63~177	3240
	# 180	~ 57	3970		# 180	~ 57	3240
ガラス	GL	150~350	2500	ガラス	染 色	150~350	2500
				染 料	—	~0.5	592

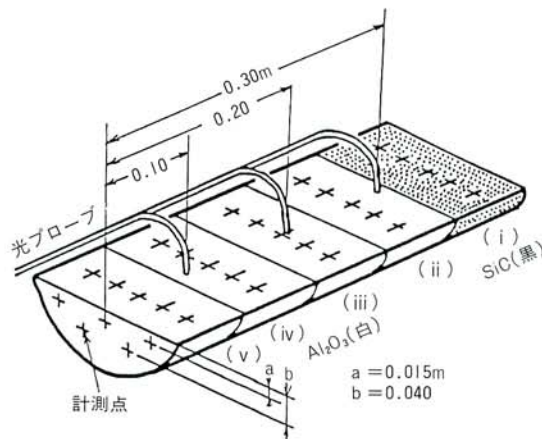


図2 / 3本のプローブの計測位置

Fig. 2/Position of the 3 probes and measuring points

2 実験装置及び方法

実験装置は図1に概略を示したような混合容器を回転させながら全体を角度 $\pm\beta$ 度で揺動させる形式のものである。混合容器本体は内径0.19m、全長0.37m(円筒部長さ0.30m)、内容積0.01 m^3 の円筒で、内壁に高さ0.015m、幅0.010mのバッフルを120°の間隔で3枚設置した形状である。回転は容器外壁をホイールにより駆動し、揺動はクランクの長さにより角度が可変である。

粉体組成の検出には図1に示したように容器蓋部の中心からベアリングを介して楕状に束ねた3本の光ファイバープローブを挿入した。流動中の粉体層に一定の深さ及び角度で接するようにプローブを通した円筒軸をレバーで支持する構造になっている。なお、用いたプローブの構造、光学的手法による混合度の連続計測システム及び本実験における二成分粉体系の混合物の組成と光反射特性の関係はすでに報告しているのでここでは省略した^{(3),(4)}。表1に使用した粉体試料の代表物性を示した。粉体の組合せはアルミナと炭化硅素、白色ガラス粒子とそれを着色した粒子である。

着色ガラス粒子の調整は、有機溶剤に可溶の黒色染料(スピリットブラック)で染色し、溶剤を蒸発させて染料を粒子に固定した後、余剰の染料を水洗によって除去し、50度で乾燥した。なお、着色後に粒子に固定化された染料はほぼ一定で $1.17 \times 10^{-3} \text{ g/g}$ であった。

実験は白色成分と黒色成分を4:1の比率で図2のように黒色成分を容器の一端に仕込み回転速度 N_R 、揺動角度 $\pm\beta$ 、揺動速度 N_V で混合を開始した。同図中には、3本のプローブによる連続計測とは別に、同一条件下で各混合時間毎に粉体層内の組成変化を測定する場合の25の測定個所を+印で示した。光反射法で測定される出力電圧の時間的変化を電圧対組成の検量線により組成と混合時間の関係に変換し、更に、3プローブ間、あるいは25サンプル間の平均値組成 \bar{C} 及び標準偏差 σ を次式から算出して混合度 M を求め混合曲線(M vs. t)とした。

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (C_i - \bar{C})^2} \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 C_i : 各プローブまたはサンプリング点で測られた黒色成分の濃度

N : サンプル数

$$M = \sigma / \sigma_0 \dots \dots \dots (2)$$

σ_0 は黒色成分の仕込み濃度を C_0 としたときの初期の標準偏差値で次式で定義される。

$$\sigma_0 = \sqrt{C_0(1-C_0)} \dots \dots \dots (3)$$

なお、後述する染料が最終混合状態で未着色粒子に色移りして全体として黒ずんで光反射率が低下し、濃度が C_0 より大きい値 C_t として測定される場合には、(3)式の C_0 の代わりに最終到達濃度 C_t を用いて σ_0 を補正した σ_t を次式から求め、混合度 M_t を算出した。

$$\sigma_t = \sqrt{C_t(1-C_t)} \dots \dots \dots (4)$$

$$M_t = \sigma / \sigma_t \dots \dots \dots (5)$$

3 流動と混合過程の測定結果

3.1 アルミナ / 炭化硅素系の場合の混合特性

3.1.1 組成変動曲線

(1) 水平回転の場合

容器内に#120のアルミナ及び炭化硅素を装入率 $f=20\%$ で水平に仕込み回転速度 $N_R=55\text{rpm}$ で混合した場合に、3本のプローブで検出される組成変動に基づく出力電圧の連続記録例を図3(a)に示した。容器の一端に仕

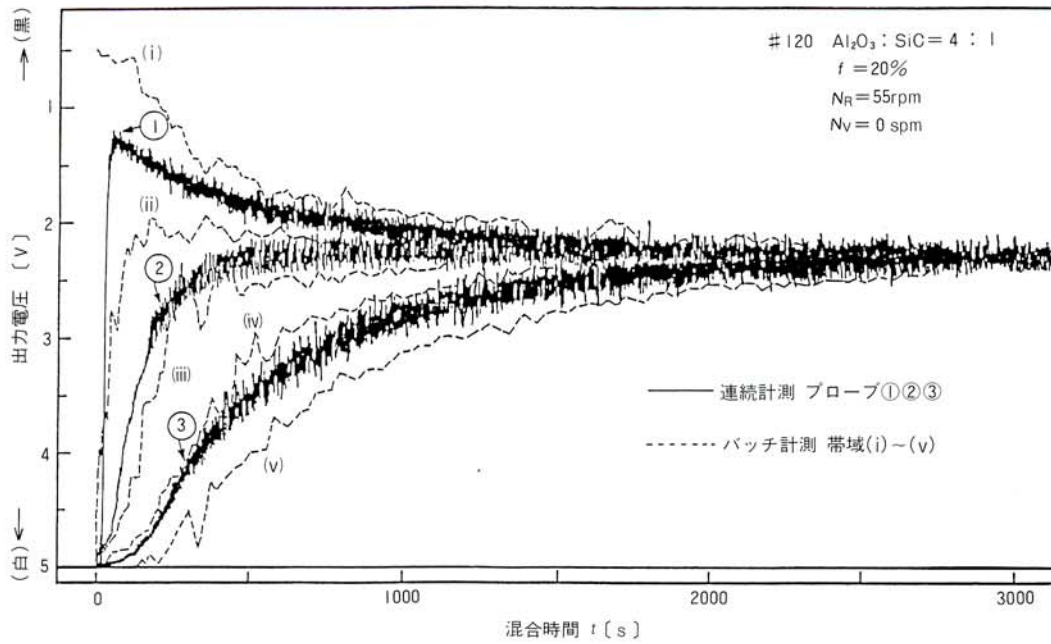


図3(a)/容器回転数 $N_R=55$ における経過時間による出力電圧変化

Fig. 3(a)/Concentration changes with time in the vessel at $N_R=55$

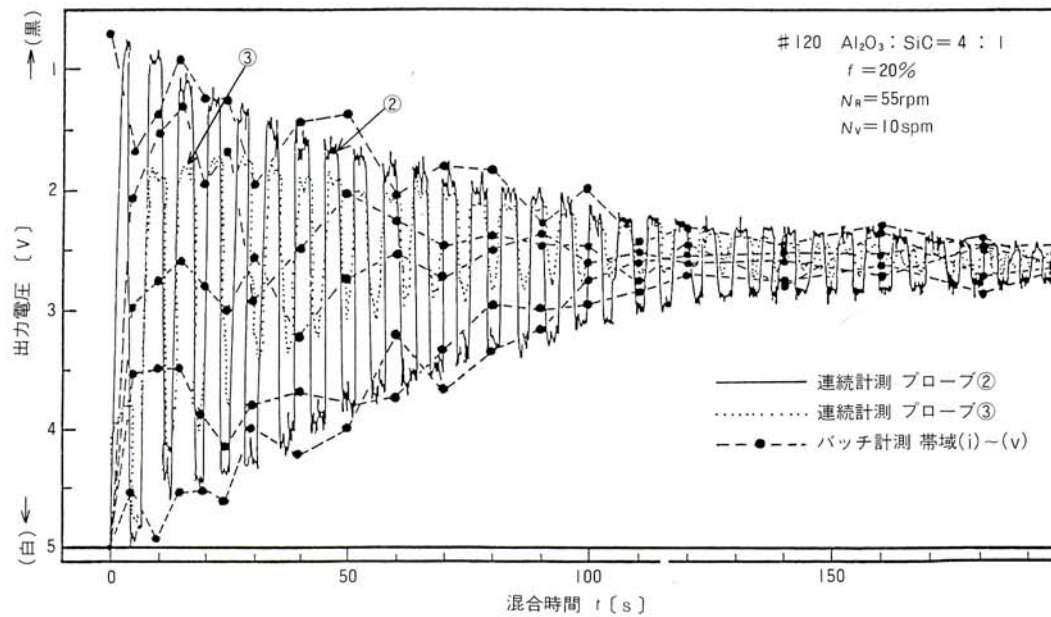


図3(b)/容器回転数 $N_R=55$ 、揺動数 $N_V=10$ における経過時間による出力電圧変化

Fig. 3(b)/Concentration changes with time in the vessel at $N_R=55$ and $N_V=10$

込まれた炭化硅素が混合時間の経過にしたがって、まずプローブ1で検出され、順次2、3に進行して次第に均一化されてゆく過程が表されている。図中の破線は同一条件で混合時間ごとに容器を停止して単一プローブで測定した結果（回分測定）を層別に示した。これら2つの測定結果はプローブの設置位置を考慮すると非常に良い一致を示している。

(2) 揺動を伴う回転の場合

(1)の操作条件に $N_V=10$ spmの揺動を与えた場合の出力電圧の測定例を図3(b)に示した。実線は容器中央

部のプローブ2で検出された値であり、点線はプローブ3の値、そして●印と破線は回分測定による結果である。図から明らかなように連続測定による値は揺動の周期に一致して規則的に変動を繰り返しながら一定値に収束していく。測定値の変動範囲は回分測定による値の範囲と良く一致した。特にプローブ2は粉粒体の軸方向の往復流のちょうど中央部に位置するためトレーサの周期的移動が明確に検出でき、プローブを一本だけで平均的な濃度変動をモニターする目的ならばこの位置に挿入すればよいことが分る。

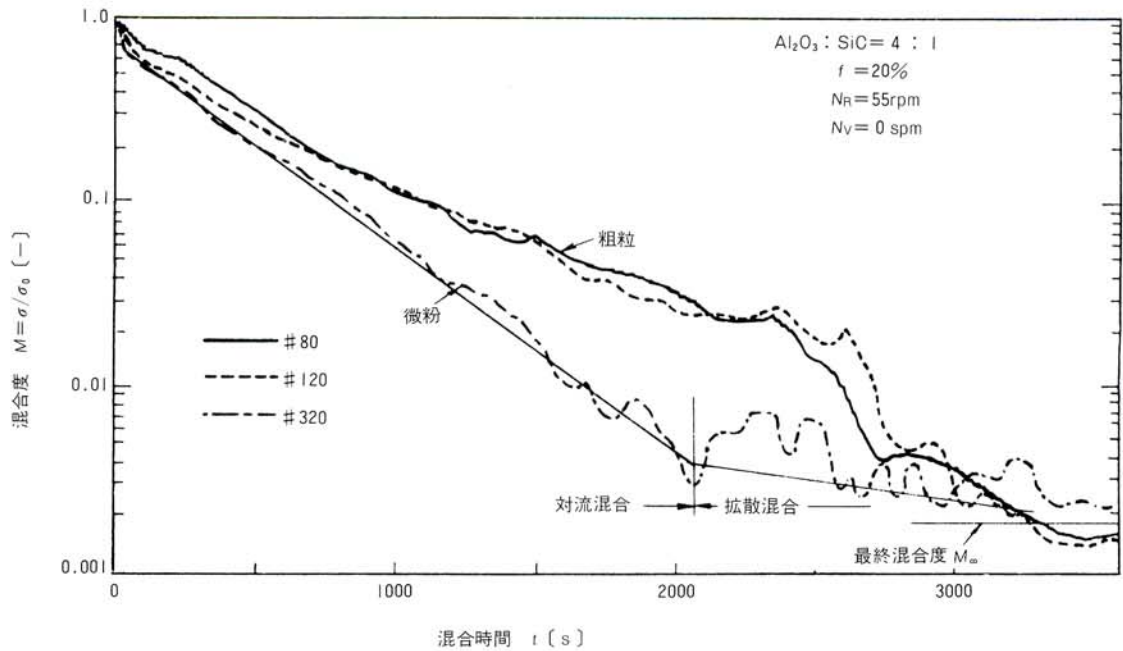


図4(a)/アルミナと炭化硅素の $N_R=55$, $N_V=0$ における混合曲線
 Fig. 4(a)/Mixing curves of alumina and silicon carbide system at $N_R=55$ and $N_V=0$ using different particle size

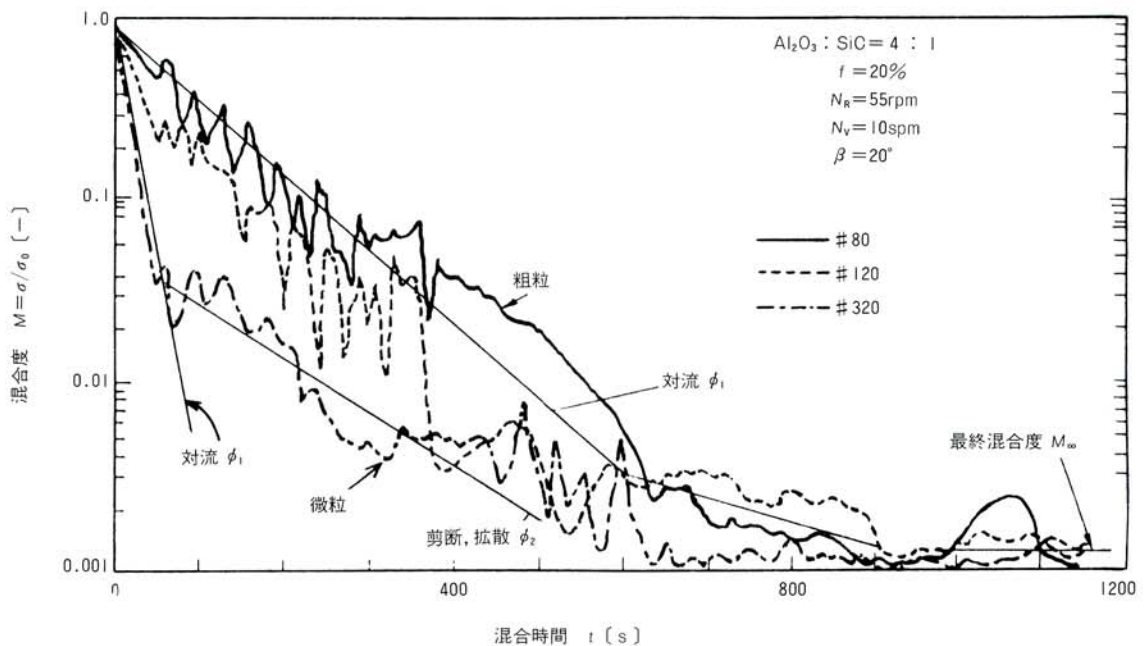


図4(b)/アルミナと炭化硅素の $N_V=10$ における混合曲線
 Fig. 4(b)/Mixing curves of alumina and silicon carbide system with rocking at $N_V=10$

3.1.2 混合曲線の特徴

組成変動曲線を基にして得られる混合曲線の特徴を調べるために、アルミナ/炭化硅素の組合せで3種の粒子径(#80, #120, #320)を例に装入率 $f=20\%$ 、回転速度 $N_R=55\text{rpm}$ の場合の混合度 $M(\sigma/\sigma_0)$ と混合時間 t の関係を求めた。

(1) 水平回転の場合

$N_V=0\text{spm}$ の揺動無しの条件で混合したときの結果を図4(a)に示した。混合度 M の対数は混合開始から

ほぼ直線的に減少していき最終混合度 M_∞ に到達している。このことから、容器の一端に仕込まれた炭化硅素は回転とともに容器半径方向では循環と剪断混合が進行しているが、軸方向では拡散的なゆっくりした混合が進行していることが分る。粒子径が大きく流動性の良い#80, #120(実線と点線)の系では、両者の混合過程に差異がほとんどみられない。これに対して、微粒子系の#320(一点鎖線)では、容器の回転に伴って粉体層がバッフルで掻き上げられて部分的に浮遊状態になり軸方向への混合が促進されて初期の混合速度

が他の粒子径のものよりも大きくなった。これは、微粒子になるほど粉体層に空気を内抱して流動化が維持されてフラッシングを起こし易いことに対応している。しかし、約2000秒以上では、 M の減少割合が緩慢になり最終的な混合状態に到達するにはミクロな拡散的混合が発現する必要がある、そこに到達する時間は他の系とほぼ等しい値をとった。

(2) 揺動を伴う回転の場合

(1)の条件に $N_V=10$ spm の揺動を加えると図4 (b) に示したように、いずれの系についても混合速度が大きくなるが、特に微粉体の場合には混合初期において著しい。 $t=100$ 秒以後、混合速度は小さくなった。これは、最初、半径及び軸方向にある程度の大きさを持った粒子塊のマクロな対流混合が急激に起こり、ついで

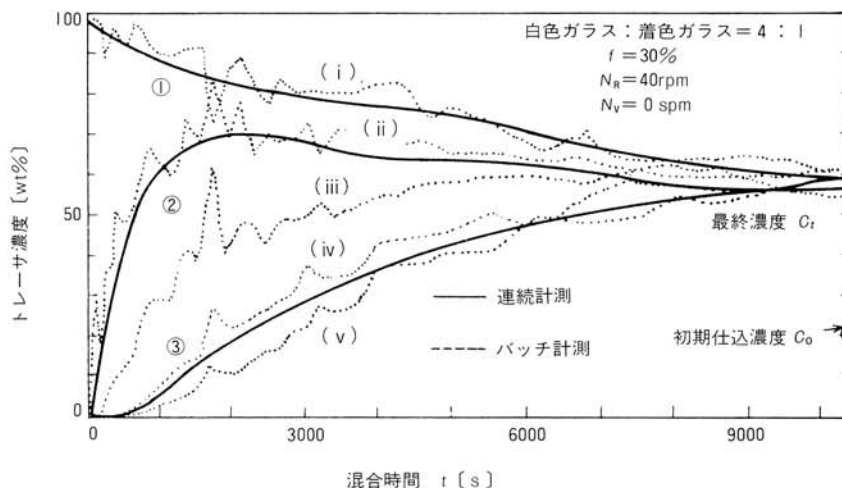


図5(a)/着色ガラス粒子を用いた場合の $N_R=40$, $N_V=0$ における組成変動曲線

Fig. 5(a)/Concentration changes with mixing time at $N_R=40$ and $N_V=0$ in case of using dyed glass particles

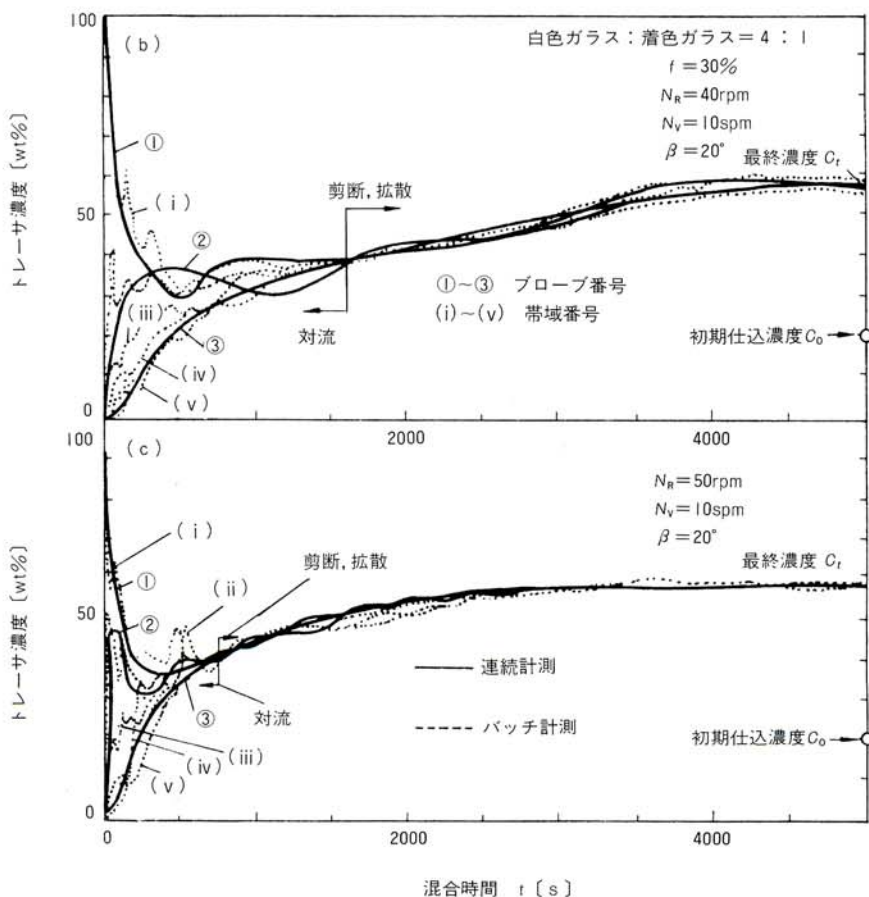


図5(b)(c)/ $N_R=40$ 及び 50 , $N_V=10$ における濃度変動曲線

Fig. 5(b)(c)/Concentration changes with mixing time at $N_R=40$ and 50 , $N_V=10$ in case of using dyed glass particles

粒子塊が次第に微細化する剪断と拡散混合によるミクロな混合が進行する典型的な過程を示している。このように異なった混合機構が同時に進行し、それが混合曲線の形に反映されることを利用して以下に混合機の性能評価を試みた。

3.2 着色粒子を用いた場合の混合特性

3.2.1 組成変動曲線

(1) 水平回転の場合

白色ガラス粒子と染色した粒子を4:1の割合で図2のように仕込み(装入率 $f=30\%$), 回転速度 $N_R=40$ rpm で混合した場合の組成変動曲線の一例を図5(a)に示した。着色粒子は混合時間とともに均一化していくが、アルミナ/炭化硅素系と同じく白黒の仕込み率が $C_0=20\%$ であったにもかかわらず、最終的には60%近くの値 (C_t) に収束していく。これは、混合によって染料が剥離して白色粒子上に転移して粒子層全体がより暗色になったものである。ガラス粒子は#80のアルミナ粒子に比べて密度はやや小さいものの、粒径範囲は近く流動性も良好で、粒子自体の混合時間はアルミナのそれに類似であるにもかかわらず、染料を付着させた粒子との混合時間は極端に大きく、約9000秒であった。これは、染料の微粒子が粗粒子のマクロな混合による衝突や剪断摩擦で徐々に移動していくミクロな過程が伴っており、もしこの両者を混合曲線として区別できれば混合性能評価の指標となると考えられる。

(2) 揺動を伴う回転の場合

図5(b)には $N_v=10$ spm で揺動を加えた場合についての濃度変動曲線を示した。図から明らかなように、着色された粒子がいったん混合した後に徐々に粒子全

体が暗色になっていき最終濃度 C_t に到達している。また、同図(c)には回転速度を50 rpmに増加させたときの変動曲線を示したが、粒子の混合時間及び定常状態への到達時間は更に早くなるが収束する値 C_t はいずれも同じであった。

比較のために、染料粉体のみを白色ガラス粒子の(i)層中央上部(図2)に添加して混合したところマクロ及びミクロの二段階混合は観察されず、全体が単調に C_t に収束していった。

3.2.2 混合曲線の特徴

混合終了時に光反射率が最初に仕込んだ濃度 C_0 よりも大きく検出される場合の混合度としては、(5)式に示したような色移りがした状態での光反射率から求めた C_t を基準とした M_t を用いた。

図6には $N_v=0$ 及び $N_v=10$ の場合の混合曲線を比較して示した。揺動がない場合には図5(a)の濃度変動曲線からも予想されるように M_t は混合時間全体にわたって直線的に減少していき9000秒以上で最終混合度 $M_\infty (=0.012)$ に到達した。一方、揺動を伴う場合には、混合曲線は、二本のそれぞれ異なった傾きを持つ直線で近似できた。すなわち、ガラス粒子の循環流による初期の対流混合が顕著に現れる期間、及び、粒子同士の剪断摩擦により染料が未着色粒子に移動する剪断及び拡散混合が現れる期間である。そこで、これらの二つの直線部の勾配を求め、一次及び二次混合速度係数 ϕ_1 , ϕ_2 とし、これらの二つの係数を用いて混合機の特性を以下に検討した。

なお、混合時間が十分に経過し混合が平衡状態に到達したときの最終混合度 M_∞ の値は、ここで用いた粉粒体系では操作条件によらずほぼ一定(0.012)で、これは検量線を作成する場合の標準試料のばらつきの程度と同じであった。

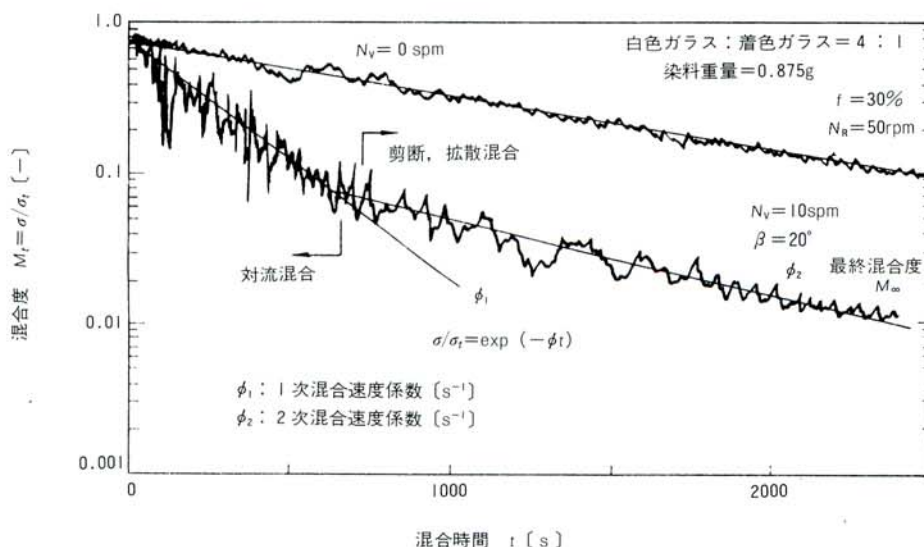


図6/揺動の有無による混合曲線の相違

Fig. 6/Typical mixing curves for the operations with and without rocking motion

4 混合速度係数による混合性能の評価

4.1 回転速度 N_R

装入率を $f=30\%$ 一定とした場合の混合速度係数 ϕ_1 , ϕ_2 と回転速度との関係を、混合容器の内径を基準とした臨界回転速度 N_{CR} (94.8rpm) を用いた回転速度比 N_R/N_{CR} との関係として図7に示した。揺動の有無にかかわらず ϕ_1 は回転速度比が0.58付近で最大値を示しており、既往⁽²⁾の容器回転型混合機について得られている最適操作条件の範囲 (0.5~0.8) に入っているが、やや小さい側になっているのは、3枚のパッフルによる効果とみられる。 ϕ_2 は回転速度に対して少し複雑な変動をしている。回転速度が遅い範囲では粒子全体が層状で比較的空隙率が小さい状態で流動するために自重による剪断及び摩擦力が大きく働き回転速度の増加につれて染料の移動速度も大きくなるものと推察される。しかし、この状態から回転

速度が大きくなると粒子層が流動化状態になり、空隙率が増加して粒子相互の摩擦力が減少していったん ϕ_2 の値が小さくなる。そして、更に速度を増すと流動が活発になり粒子同士の衝突及び容器両端面での反転流などが効果的に染料の移動を促進し ϕ_2 は再び増加し、回転速度比が0.6を越えると、粒子層は飛散状態に近づいて ϕ_2 は減少する傾向を示した。

4.2 揺動角度 β

揺動速度 $N_V=10$ spm, 装入率 $f=30\%$ 一定の条件で揺動角度 β を 15, 20, 25度に変化させたときの速度係数 ϕ_1 , ϕ_2 を図8に回転速度比をパラメータとして示した。回転速度が小さい範囲では β が大きい方が ϕ_1 は大きい値をとり、容器の傾斜による重力流動が支配的であることが分る。速度比が0.58の最適操作条件範囲付近では β が20度のときに ϕ_1 , ϕ_2 ともに最大値を示し、回転と傾斜によ

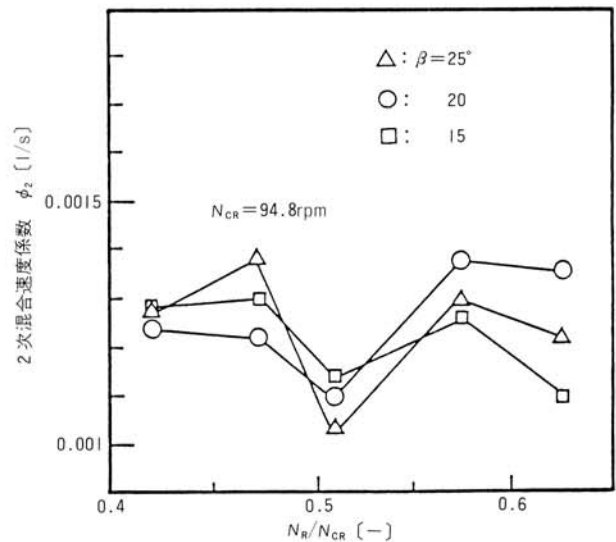
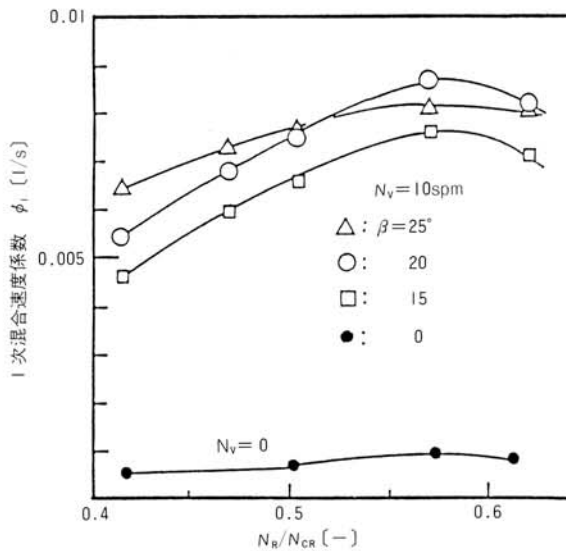


図7/混合速度係数 ϕ_1 , ϕ_2 と回転速度 N_R の関係

Fig. 7/Relation between the rate coefficient of mixing ϕ_1 , ϕ_2 and rotational speed N_R

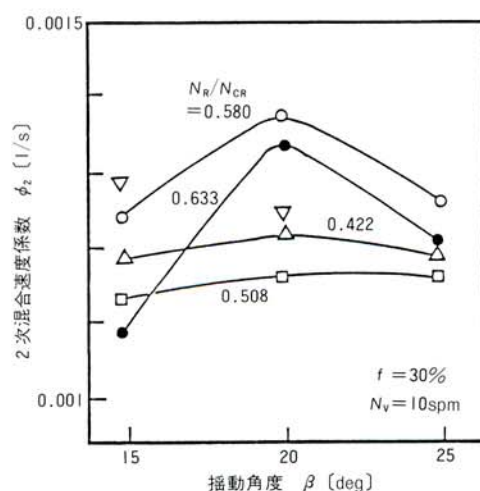
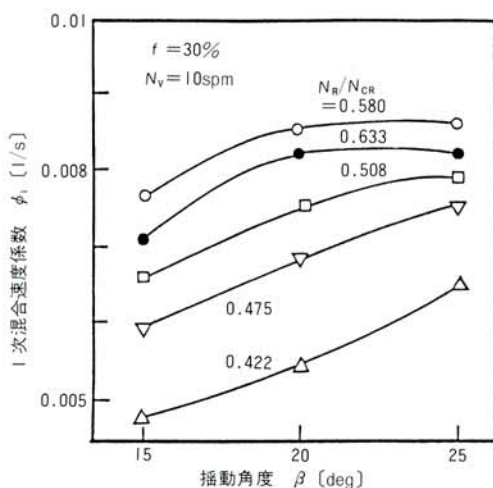


図8/混合速度係数 ϕ_1 , ϕ_2 と揺動角度 β の関係

Fig. 8/Relation between the rate coefficient of mixing ϕ_1 , ϕ_2 and angle of rocking motion β

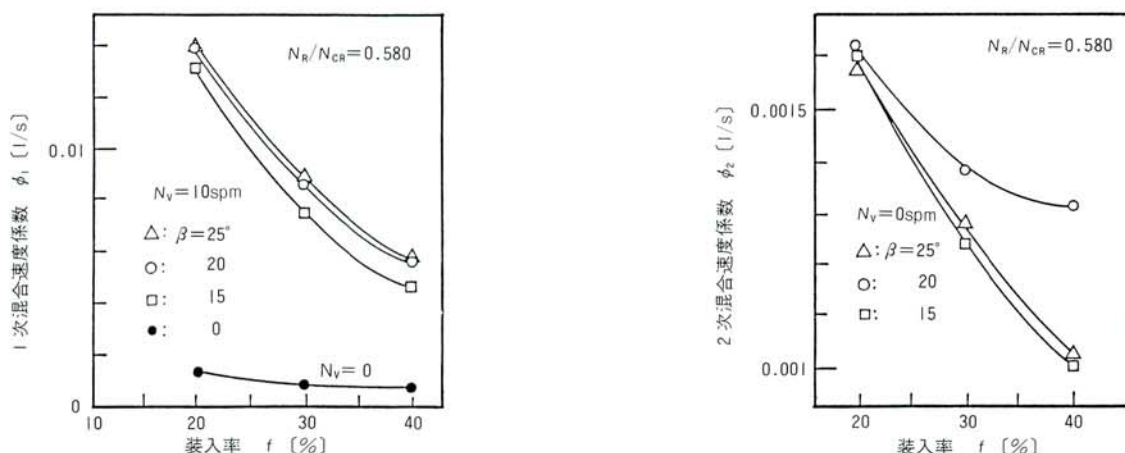


図9/混合速度係数 ϕ_1 , ϕ_2 と装入率 f の関係
Fig. 9/Relation between the rate coefficient of mixing ϕ_1 , ϕ_2 and charge ratio of particles f

てマクロな粒子の混合及びマイクロな染料の移動が効果的に進行していることが分る。また、 β を大きく取り過ぎると粉体層全体が飛散状態になり ϕ_2 が小さくなる場合があった。

4.3 装入率 f

図9に、回転速度比を0.58一定に保って装入率を変化させたときの ϕ_1 及び ϕ_2 の値を角度 β をパラメータにして示した。揺動のない $N_v=0$ spmの場合には、 ϕ_1 の値は小さく、装入率の影響をほとんど受けないのに対して、揺動がある場合には f の増加とともに減少している。水平円筒型混合機では、通常、最適装入率が存在し、その値の範囲は20~40%と言われている⁽¹⁾。V型や立方体、二重円錐など、粉体の流れが折りたたみや分割、反転などの作用を受ける場合には単純な流れの場合に比べて混合速度の最大値は装入率の低いほうに偏奇することが知られている。揺動を伴う円筒もこの場合に相当しており、装入率が低くなり過ぎると粉体の容器壁面に対する圧力が小さいため滑りを生じて有効な流動域を形成し難くなる。

ϕ_2 は ϕ_1 と同様に装入率 f の増加によって減少しているが、揺動角度 β の値により差が出ている。すなわち、 β が20度の場合には他の角度よりも ϕ_2 の値は大きく、装入率変化による影響が少なくなっている。これは回転速度の影響のところでも述べたが、粒子層の自重による摩擦力と流動化による粒子同士の接触頻度と衝突力の増加の間の適当なバランスが染料の移動過程に重要な因子になっていることが推察される。

5 あとがき

揺動を伴う容器回転型混合機にオプティカルファイバーを利用した粉体濃度検出用プローブを取付け、種々の操作条件下で粉体組成変動を連続測定し、より精密な混合曲線のパターン変化を追跡することによって、次のようなことが明らかになった。

粉体の混合過程は粉体の物性、操作条件などによって影響され、混合曲線に微妙に反映される。

染色したモデル粒子を用いることによって粒子の対流混合と、染料自体が移動していく剪断と拡散混合の二種の機構を混合曲線の変化としてとらえることを示した。

このときの、一次及び二次の混合速度係数を用いて使用した円筒型混合機の性能の評価を試みて次のような結果を得た。

粒子の混合速度 ϕ_1 は回転速度比の値が0.58付近のときに最大となった。

微粉体の移動速度を示す ϕ_2 は粒子層の流動状態によって変わり、本実験範囲では回転速度比が0.58及び0.48付近に最大値があった。これらの値は揺動角度によっても影響を受けた。

最適回転速度付近では揺動角度が20度のときに ϕ_1 , ϕ_2 ともに最大値を示した。

装入率と ϕ_2 の関係から、処理量を多くしても揺動角度が20度の場合には比較的大きな移動速度を保てる可能性が示された。

参考文献

- (1) Y.Oyama : *Bull. Inst. Phys. Chem, Research Rep.*, 2, 14, 570(1935)
- (2) Y.Oyama and K.Ayaki : *Kagaku Kikai*, 20, 148(1956)
- (3) M.Satoh, Y.Deguchi, S.Komura and K. Miyanami : *J.Soc. of Powder Technology, Japan*, 22, 79 (1985)
- (4) M.Satoh, Y.Deguchi, and K.Miyanami : *ibid.* 24, 647(1987)