

懸濁液の湿式分級処理

古野 伸夫*

A Wet Classification Process of Suspension

by

Nobuo FURUNO[†]

A wet classification process for a high-grade powder and for the use of low-grade resources has been investigated. The boundary size at which the particles are precipitated or not in a centrifugal separator was analyzed. As a result, classifying of the particles below 325 mesh could be performed. Thus, the separation size $D(\mu\text{m})$ expressed by Stokes diameter could be represented by :

$$D^2 = 338^2 \cdot Q \cdot r^{-3} \cdot n^{-2}$$

using the flow rate $Q(\text{m}^3/\text{h})$, the radius $r(\text{m})$, and the rotation speed $n(\text{rpm})$ of the rotary vessel.

Key Words : Suspension, Classification Process, Stokes Diameter, Centrifugal Separator, Centripetal Settling Tank

1. 緒言

粒子の機能はその粒度とその分布(頻度分布及び積算分布)に大きく支配されるので、その粒度は利用分野毎に評価され、独自の粒度調整操作が当該技術分野の固有技術として行われている。325メッシュ(約50 μm)以上の粒子は、各種の網目を備えたふるい濾過分離により、①粒度とその分布が測定され、②分離操作の繰り返しで、頻度分布に相当する現物が必要なだけ採取(粒度の調整、分級処理)され、さらに③その粒度がふるい目の大きさで表現されて実用的価値が高い。

より微細な領域の粒度分布の測定は、沈降法、回折法共に近年大きく進歩して¹⁾、同一機種における再現性が向上したが、頻度分布相当の分級試料は実在しな

い。この領域の分離分級操作は、微細なふるい、分離膜による濾過分離が進歩しているが、濾材更新が必要で大量処理が困難になり利用範囲が限られる。

濾過分離に相對峙する沈降分離方式を研究し、ミクロン領域の微粒子についても、頻度分布に相当する現物が必要なだけ採取できる分離分級システムの開発と実用化をめざした。

2. 実験と結果

2.1 粒度の定義

懸濁液中の粒子径の物理的意味をストークス径とした。粒子の形状、密度及び媒体の粘度等の差異の影響の議論はストークスの沈降式に基づく常法に従う。

2.2 分級装置³⁾

既存の液体サイクロンで発生する旋回流は液を注入する場合に限られ、求心力の反作用の遠心力を利用するように内部の工夫が凝らされている。これは分離装置であって懸濁液を貯蔵できないので、別途設ける中継貯蔵槽では攪拌機が設けられる。攪拌の死角に堆積が起りやすく、気泡を巻き込みやすく、懸濁液の中

1995年 3月 6日受付
第23回粉体に関する討論会(1994年10月、つくば)にて発表

* (株)ファインクレイ

(〒660 兵庫県尼崎市大庄北 1-3-8)

TEL. 06-417-5845

† Fine Clay Co., Ltd.

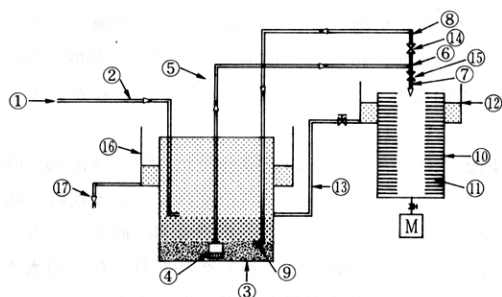
(1-3-8, Ohosho-kita, Amagasaki-shi, Hyogo 660)

継貯蔵は至難である。既存の遠心機の機種選定、運転条件の設定では、分離粒度を事前に設計できないため、試作試料の粒度分布を別途計測し、設計経費が高む。

中継貯蔵槽自体に分離機能を具備させ、遠心機で採取する試料の粒度を事前に設計できる分離分級装置を製作し、そのフローをFig. 1に示す。静置したばぼ円筒形の沈降槽③の底中心にポンプ④を配置し、導管⑤、分岐管⑥、流量調節弁⑭、導管⑧を経て、円周方向に吹き出す口⑨を経て沈降槽③の底に限定した旋回流を形成させる。静置槽内で旋回する粒子は、旋回を中心に向かう求心力が作用して中心に集合する。懸濁液が内在中、旋回状態が維持され、沈降の速い粗粒が底部分に、沈降の遅い微粒が上部分に重力沈降分離して保持貯蔵される。懸濁液の粒間の相互作用は、旋回流による剪断力で小さく(粘度低下)なり、重力沈降で分離独立して沈降し、粗粒と微粒に沈降分離するようになされた。この装置を求心沈降分離槽(Centripetal settling tank)ピタクロン®(PCNと略記)と命名した。新たな懸濁液を一定速度で注入すると、オーバーフロー樋⑫から所定(後述)粒度の精度の精製懸濁液が分離採取できる。

沈降濃縮した粗粒が槽③に蓄積過剰にならないように、分岐管⑥から流量調節弁⑮、注入口⑦を経て、電動機Mで回転する沈降槽⑩(遠心機)に注ぐ。沈降の遅い微粒子は、オーバーフロー樋⑫から導管⑬を経て元の求心沈降槽③に戻る。沈降の速い粗粒は、回転沈降槽の側壁に沈降堆積物⑪を形成する。沈降堆積物⑪の取り出しは、在来の遠心機の操作と同様の自動排出機構に準じる。

PCNの旋回流により粘度を低下せしめ、大小各粒



①: Particle suspension, ②, ⑦, ⑨: Inlet, ③: Centripetal settling tank (PCN)®, ④: Pump, ⑤, ⑬, ⑰: Pipe, ⑥: Forked device, ⑧: Cicuration circuit, ⑩: Centrifugal machine (PCR)®, ⑪: Precipitated particles, ⑫, ⑮: Overflow, ⑭, ⑯: Needle valve, M: Motor

Fig. 1 Apparatus of wet classification

子が分離した懸濁粒子については、遠心機に沈降する/しないの境界の粒度が物理的に決定されるものとして、この粒度をストークス径で表示する分級システム装置を開発し、これを求心沈降分級機(Centripetal Classifier)ピタクラッサー®(PCRと略記)と命名した。

2.3 沈降分級式の規格化

沈降粒子の大きさとその速度は粒子の形状の影響を受け、真球と仮定した粒子の直径 D とその沈降速度 v 、媒体の粘度 ρ 、懸濁粒子と媒体との密度差 d 、重力の加速度 g とは次のストークスの式に従う。

$$v = (1/18) \rho^{-1} d g D^2 \quad (1)$$

個々の粒子の様々な沈降挙動は別途議論するものとして、ここでは沈降速度の差異に基づく分級を議論する。

[数値例]: 粒子比重が2.60の水懸濁液におけるストークス径 D が $2\mu\text{m}$ (半径 $1\mu\text{m}$)の粒子の、沈降速度 v が 0.01m/h となる(カオリン粘土に実在する)ものとして、これらの数値を式Eq. (1)に代入した。

$$0.01 = (1/18) \rho^{-1} d g D^2 \\ (1/18) \rho^{-1} d g = 0.0025$$

したがってストークスの式Eq. (1)は次のようになる。

$$v_{ST} = 0.0025 D^2 \quad (2)$$

以降にの式を用いて粒度表示する。

2.4 分級点の解析 I (自然沈降の場合)

沈降する/しないの境界の粒度を分級点と称し、まず自然沈降の場合の分級点の解析を行った。

面積 $S(\text{m}^2)$ の静置沈降槽に懸濁液を処理流量 $Q(\text{m}^3/\text{h})$ で注入した場合、液面上昇速度 $v'(\text{m}/\text{h})$ は

$$v' = \frac{Q}{S} \quad (3)$$

ここで報告した新しい求心沈降分離槽PCNでは、独自の工夫により槽内上下に乱れが少ない自然沈降が維持されるので、 $v_{ST} = v'$ とおくことができる。

$$0.0025 D^2 = Q/S \\ D^2 = 400QS^{-1} \quad (4)$$

従来各種の重力型分級機の設計で採用している[起沈速度]をストークス径に換算表示したにすぎないが、実用単位は速度より粒度の方が扱い易い。

2.5 分級点の解析 II (加速沈降の場合)

沈降槽を回転させて沈降を促進するPCRにおいて、

回転半径 r (m), 回転数 n (rpm)の沈降槽に働く遠心力の大きさは、従来の遠心分離機と同様に重力加速度との比 G で表される。

$$G=0.00112rn^2 \quad (5)$$

PCNを用いて注入懸濁液の粘度を機械的剪断力で低下せしめ、各々の粒度の懸濁粒子の沈降速度がPCR沈降槽内で乱れないように工夫し、注入液、排出液が循環することを特徴とするPCN/PCRシステムとしてのPCR沈降槽を、越流するか否かの境界の沈降速度 v^* は次式であらわされる。

$$\begin{aligned} v^* &= Q / (SG) \\ &= Q / (\pi r^2 0.00112 r n^2) \\ v^* &= \frac{Q}{0.00351 r^3 n^2} \end{aligned} \quad (6)$$

自然沈降の場合と同様に、 $v_{ST} = v^*$ とおくと、

$$\begin{aligned} 0.0025 D^2 &= Q / (0.00351 r^3 n^2) \\ D^2 &= 338^2 Q r^{-3} n^{-2} \end{aligned} \quad (7)$$

かくして分級点の粒子径 D と沈降槽の回転半径 r と処理量 Q の関係を示す実用式が誘導できた。

2.6 粒度の頻度分布の直接測定

在来の沈降粒度の測定は、積算分布のデータから計算によって頻度分布の値を求めるので、当該頻度分布に相当する試料は実在しない。

PCRの回転沈降槽に、プラスチックの袋をかぶせてカートリッジとすると、分級処理された沈降物の取り出しが容易にかつ正確にできて、定量分析ができる。したがってPCN/PCRシステムを採用すると、懸濁液から所定の粒度以上の粒子が直接採取出来るので、これを順次繰り返すことは、頻度分布の計測に相当する。この装置は頻度分布の計測を兼ねる分級の実用装置である。

3. 考 察

3.1 分級粒度の計算式の吟味

粒度分布の測定においては試料濃度を低くし、強力な分散剤を添加し、強力な超音波等を当てて分散することを常識とする。この場合観察した試料状態は、現実に提供される資材に程遠いことを忘れがちである。

また工業的湿式分級操作としては、レーキ分級機、湿式サイクロン、スパイラル分級機、遠心機²⁾が用いられている。その運転条件の設定は各種の粒度分析試験結果に基づいて決めるものとされて予め設計できない。測定原理の異なる機器の測定結果の食い違いが明

白になったのはごく近年のことである¹⁾。機種の一対一で対応できるのは商取引上の問題解消にすぎない。

遠心機の方級点の解析は古今多くの試みがあるが、無限に拡大作用する遠心力の解析における、初期条件の設定で多様な仮定と制限が必要になり、特定の条件の操作にしか適用しがたい。本報告の式誘導は遠心力の反作用で大きさの等しい求心力を解釋したので、加速度が作用する場の面積が的確(πr^2)に把握でき、分級点を簡略な式にまとめることができた。

3.2 粒子の沈降特性の解析

元のストークスの式Eq.(1)を用いて $v = v^*$ とおくと次式が得られる。

$$\frac{1}{18} p^{-1} d g D^2 = \frac{Q}{0.00351 r n^2} \quad (8)$$

この式を整理する為に次の定数 k^2 を定義する。

$$285 \times 18 \times p d^{-1} g^{-1} = k^2 \quad (9)$$

この結果Eq.(8)は次式にまとめられる。

$$D^2 = k^2 Q r^{-3} n^{-2} \quad (10)$$

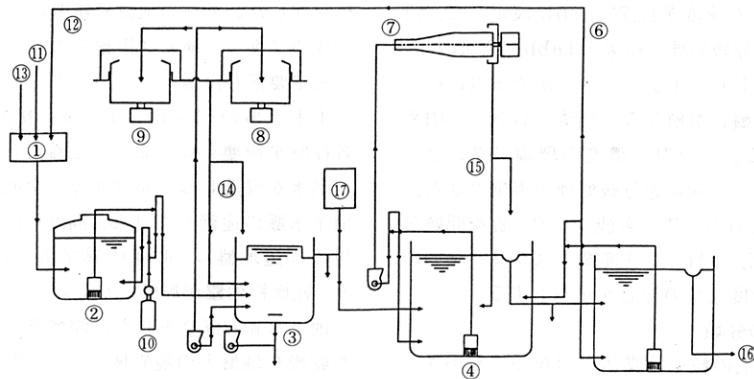
本装置で分級して得られた分級試料を、別の物理的意義の粒度測定(沈降法、回折法等々の粒度、界面電位、比表面積、電子顕微鏡観察)を行うと、 k^2 すなわちこれに係わる懸濁液の粘度、粒子の形状、密度等の検討と議論が行える。コロイド及び界面化学は勿論、粘土、粉体、土壌土質、土木工学へも応用したい。

3.3 沈降分離の形態分類

懸濁液を静止して沈降する分離を静置沈降、流動させながら沈降する分離を流動沈降とする分類を提案する。試験管を懸垂する遠心機を用いる粒度分布の測定は静止沈降に相当する。ここでは粒子が絡まって沈降して粒度毎に分離しがたい。粒度分析で常識とされる分散剤の添加、超音波を照射した試料は化学的、物理的性質の変形が起こっていることが忘れがちである。

Fig. 2に示す本報告の沈降分級システムは流動沈降に相当し、これは自然の河川の流れにおける沈降分離と同じである。泥が除かれた清浄な砂、砂を含まない良質の粘土とに分離し、しかもそれぞれの粒子の大きさがストークス径で表現されて採取できる。

懸濁液を流動させながら沈降分離できるのはPCNの効用によるものである。この効用は沈降上水を満たしたままこの分離を乱さずに底部の所望の沈降濃縮液を連続的に採取出来ることによるものである。



① Mixed tank, ② Reaction tank, ③ Classification tank, ④ Concentration tank,
 ⑤ Stock tank, ⑥, ⑫ Recirculation circuit, ⑦, ⑧, ⑨ Centrifugal machine
 ⑩ Gas tank, ⑪ Water, ⑬ Particle suspension

Fig. 2 Flow in wet classification system

3.4 砕石粉の分級処理

最も普遍的な粉体として、年間生産高約5億トン規模の採石産業で副生する粉体について例示する。粘土を含む約5%の副生粉体の埋め戻し地盤は、軟弱で価値が低い。従来技術で分離出来ずに破棄されるこの粉体は珪石微粒と微粒粘土の混合物で、前者はコンクリート強度を高める資材で後者はセメント、陶磁器等に必要な資材であるが、天然産資源としては枯渇気味であり、副生粉体の分級処理による資源化が望まれる。

半径 $r=0.05\text{m}$ の回転円筒槽を持つ縦型の求心分級機PCRの場合の分級粒度は、次のごとく表される。

$$D=338Q^{1/2} \cdot 0.05^{-3/2} n^{-1}$$

$$Dn=30200 \times Q^{1/2} \quad (11)$$

分級粒度 D と回転数 n が反比例の関係で、処理流量 Q (m^3/h)の値と共に最適条件を適宜設計できる。

採石場で副生した石粉 1kg を、水 19kg と混合して $50\text{kg}/\text{m}^3$ の懸濁液、約 20l を調整した。 $\phi 100\text{mm}$ の(回転槽に沈降試料を採取しやすいポリ袋をかぶせたもの)沈降槽に、この5%懸濁液を約 $0.180\text{m}^3/\text{h}$ の一定速

度で給液して分級処理する。この場合 $20\mu\text{m}$ の分級に必要な回転数は 640rpm である。この条件で分離処理した堆積物を光学顕微鏡で観察した結果、約 $20\mu\text{m}$ 以上の粒子を確認でき、 $20\mu\text{m}$ 以下の微粒子はほとんどなかった。堆積物は脱泥されて水きりの良いサラサラ感のある砂質(輸送しやすい土木園芸資材)になった。

遠心機の回転数を 3000rpm で運転する場合、

$$D^2=100Q \quad (12)$$

となり流量を設定すると分級粒度が決まる。定量ポンプ(図に開示せず)の流量目盛り、相当の粒度目盛りを表示して任意の粒度の分級を行い、それぞれの累積比率から各粒度の頻度分布が把握できた。

3.5 石灰石粉スラリーの精製

石灰石の粉碎粉は塗料⁵⁾、製紙用に大量に使用される。乾式粉碎品もいずれスラリーとして使用されスラリーの精製が必要になる。Fig. 1に示す装置で $\phi 300$ の遠心機を 3000rpm で運転した場合、Eq.(6)は

$$D^2=338^2 Q \times 0.150^{-3} \times 3000^{-2} \\ =3.76Q \quad (13)$$

Table 1 Wet classification of CaCO_3 suspension

Test condition	Content (w/w%)	Whiteness (%)	Distribution of particle size (μm)				aq. HCl Residue (%)
			+10	10-5	5-2	-2	
Untreated	75.37	94.8	0.32	0.74	7.77	91.17	0.23
Treated	74.10	95.3	0.00	0.10	7.03	92.87	0.01

定量ポンプの送り速度を17.7l/minに設定して、粒度2 μm に設計した分級処理の結果をTable 1に示す。

粒度測定はアンドレアゼンピペット法で慎重に行ったものである。塩酸に溶解しない残渣は石英分に由来する粗粒と考える。スラリー濃度の理論限界に近い75%濃度でもミクロン領域の分級処理が実施できた。

品位の低い石灰石の活用が可能になり、資源問題を解消する。化粧品、塗料インキ産業のスラリー状態の製品の信頼性と粒度品質の普遍性が向上する。

3.6 砂と泥の分類

2ないし5 μm 以上の粒子は媒体との親和性が小さく粘性を示さない。これ以下の微粒子の場合親和性を持つ場合が多く粘性を示す。前者がシルト、砂で後者が粘土に相当し、それぞれが単独に存在すれば資源となり、純度が高いほど機能が豊かで価値が大きい。両者が混合したものは利用価値が低く、廃棄物とされる。2ないし5 μm 領域の分級の実現は、産業の振興とともに環境保全に寄与するものと確信する。

3.7 地震災害軽減のための地盤管理

阪神大震災を身近に経験して思うところ、地下数10kmの地殻変動に人知が関与できないのはやむを得ないが、人知が関与した都市の地下数mの人工地盤の災害防止において、人知が責任を果すべきでなからうか。

新潟地震で観察された液状化で、建物の被害は傾斜したり埋没したが破壊しなかった。阪神大震災で見られた被害は破壊が凄まじい。砂混じりで数 μm より細かいサブミクロン系の泥液の噴出が多く見受けられた。マンホールの蓋を押し上げて乾燥した石砂の噴出も観察されたように、新潟地震の被害様相と全く異なる。凄まじい上下破壊と軽微な被害が狭い地域内で隣

接混在した。神戸の地盤は新潟に比較して人工的要素が極めて多く、地形は複雑である。したがって地盤の不安定要素も複雑で大きいと考えられる。

土木工事のベントナイト系の排泥、浄水場の排泥、各種廃棄粉塵を埋め立てた地盤、下水道が急速に普及し雨水が浸透しない被覆地盤、交通路、大型建造物で地下水脈の途絶した地盤、高度に改修、凌駕された河川の周辺地盤は、今年の異常渇水において乾燥が進み、乾燥粉地盤が形成されていたのではなからうか。

地下水脈の保全された湿潤地盤と地下水脈が途絶した乾燥粉地盤との境界域では、地震の波動エネルギーが定常的に伝播しきれず、乾燥粉地盤が爆発的に流動化して地盤と建物を上下破壊せしめたのではなからうか。

連続相が液体の懸濁液の流動性[液状化]の研究結果の蓄積が多い。連続相が気体の乾燥粉の流動性[気状化?、粉流化]は粉体工学において研究蓄積が多い。ところが幅広い粒度の岩石粒と水、空気が介在し、固/液/気の界面の諸現象が複雑に關与する地盤の流動特性は議論されていない。激甚災害とその地盤の標高、造成経歴、周辺河川管理状況との関連が体系的に調査され、地盤構成要素の粒度を把握し、積極的に調整して保全することが必要でなからうか。土壤の粒度調整に本報告の分級処理が役立つことを期待する。

[謝辞] 本研究の1部は平成3年度通産省資源エネルギー庁の研究補助金によるもので、[乾燥碎石粉及び脱水ケーキの用途開発のための研究]として報告した。本研究の実施に当たって株式会社ファイマテック、中央碎石株式会社と協同組合関西土質研究センターの各位にご支援ご指導を賜り、関係各位に厚くお礼申し上げます。

Nomenclature

D	: Stokes diameter of particles	(μm)	k	: constant	(-)
Q	: flow rate	(m^3/h)	G	: specific gravity in centrifugal separator	(-)
r	: radius of rotary vessel	(m)	S	: area of horizontal plane in vessel	(m^2)
n	: rotation speed of rotary vessel	(rpm)	v', v''	: movement speed of horizontal plane in vessel	(m/h)
p	: viscosity of suspension	(-)	v_{ST}	: precipitation speed of Stokes equation	(m/h)
d	: difference of density between particle and suspension	(kg/l)			

References

- 1) Tomura, S. : *J. Clay Science Soc. Japan*, 32, 239 (1993)
- 2) Hayashi, T., et al. : *ibid.*, 33, 19(1993)
- 3) Furuno, N. : Preprint of Meeting of the Clay Science Soc. Japan, p.28, Morioka(1994)
- 4) Furuno, N. : Preprint of Meeting of the Division of Colloid and Surface Chemistry [The Chemical Soc. of Japan], p.128, Okayama(1994)
- 5) Furuno, N. : Preprint of Meeting of the Japan Soc. of Colour Material, 10A-9, Osaka(1994)