

## (第14回) 2018年度・研究助成報告

研究題名	クロスフローろ過と遠心場を併用した高精度湿式分級技術の開発
研究期間	2018年4月1日～2020年3月31日
研究機関・所属 研究者名	兵庫県立大学・大学院工学研究科 佐藤根大士

## 1. 2018年度研究成果の概要

粉体プロセスを利用する非常に幅広い分野において、製品の高機能化の要求に伴い、原料粉体の分級による粒子径分布の高精度な制御が求められている。粉体の分級操作は乾式と湿式に大別されるが、微粒子の分級には粒子間の相互作用力の制御が可能な湿式がふさわしい。このような背景のもと、本研究では求心式クロスフローろ過システムを応用した遠心場とクロスフローろ過を組み合わせたシステムを構築し、装置設計および運転条件が分級精度に及ぼす影響について検討を行った。検討の結果、管状セラミックフィルターの外管に螺旋流路を作製し、これを管に挿入した求心式分級ユニットが最も精度の良い分級が可能であった。このユニットを用いて分級を行ったところ、精度の良い分級に成功した。さらに非常に単純な力のバランスのみからなる分級モデルを構築し、実験結果と高い整合性があることも確認できたことから、幅広い分野への展開が期待できる。

## 2. 助成期間内での研究成果の概要

## 1. はじめに

粉体プロセスを利用する非常に幅広い分野において、製品の高機能化の要求に伴い、原料粉体の微粒子化および分級による粒子径分布の高精度な制御が求められている。粉体の分級操作には、乾式分級と湿式分級に大別されるが、製造プロセスで利用されるミクロン～サブミクロンオーダーの微粒子の分級においては、粒子間の相互作用力の制御が可能な湿式分級がふさわしい。既存の湿式分級技術としては、重力および遠心力を利用した水篩、液体サイクロン等が挙げられるが、水篩は、分級精度は比較的高いものの、希薄濃度での運用が必要であることや、微小粒子の処理には時間を要するという問題がある。一方で液体サイクロンは、比較的高濃度に対応可能であるものの、原理的に粗大粒子側への微小粒子の混入が避けられず、分級精度向上には、複数回処理が必要となる。

そこで本研究では、申請者らがこれまでに取り組んできた、管状フィルターの外部に螺旋状の流路を作製し、これを外管で覆った二重管状の求心式システムの応用を考えた。このシステムは、管状フィルター外部の旋回流による遠心力で粒子を外管方向へ移動させ、粒子の存在しない媒液のみのろ過速度を達成でき、さらに、フィルターへの粒子の目詰まりを防止できる。これまでに、開発したシステムは粒子の目詰まりによるろ過速度低下が発生せず、それが長時間継続する事を確認できて

いる。このシステムで使用している、フィルターの孔径を十分に大きくして運転条件を制御すれば、あるサイズ以下の微小粒子はろ液とともに流出するため、高精度な分級技術となるのではないかと考えた。本システムの遠心力は旋回流の速度で決まり、ろ液の粘性力はろ過圧力すなわち、フィルター内外の圧力差で決まるが、適切に装置を設計することで、これらのパラメータは独立して制御が可能となることから、1パスで高精度な分級が期待できる。そこで本システムを用い、サンプルとしてアルミナスラリーの分級試験を行うとともに、分級のモデル化を行った。

## 2. 分級システム

本研究で用いた分級システムを Fig.1 に、分級ユニットの模式図および断面模式図を Fig.2 にそれぞれ示す。タンク内のスラリーは、ポンプによって一定圧力で分級ユニットに供給される。分級ユニットは管状フィルターの外部に螺旋状の流路を作製し、これを外管で覆った二重管状の求心式システムとすることで、粗大粒子のみが濃縮され、微小粒子はろ液とともに回収可能となる。一見すると液体サイクロンと同様であるが、一般的な液体サイクロンとは異なり、本技術では粗大粒子を外管方向へと移動させる遠心力に加え、微小粒子を内管方向へと移動させる媒液（ろ液）流れが遠心力とは逆方向に存在することから、粗大粒子側への微小粒子の混入またはその逆の発生を防ぐことが可能となる。ポンプの出力により螺旋流路内の流速、すなわち遠心力を、経路内のバルブによる圧力調整により粘性力を制御できる。これらのパラメータは独立して制御が可能である。

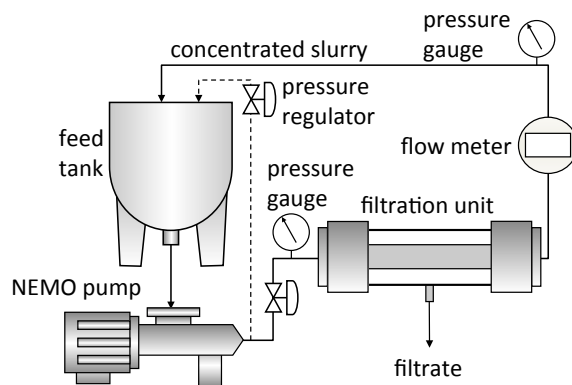


Fig.1 Schematic illustration of classification system

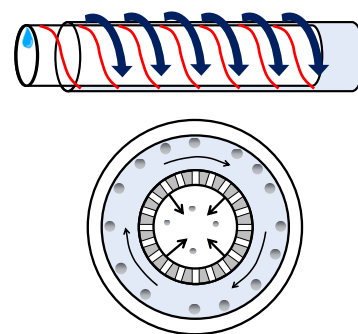


Fig.2 Schematic illustration of classification unit

## 3. 分級モデル

分級ユニット内の螺旋流路を流れている1つの粒子に作用する力を考えると、粒子には旋回流からの粘性力に加え、外管方向への遠心力とろ液の流れによるフィルター方向への粘性力が働く。システムのカット径は、フィルター表面近傍に存在している粒子について、遠心力と粘性力が釣り合う条件で与えられる。粒子に作用する遠心力は旋回流速度から、ろ液の流れによる粘性力はろ過流束から算出できるた

め、外管方向を正とした粒子の運動方程式は次式となる。

$$\begin{aligned} & \frac{\pi}{6}x^3\left(\rho_p + \frac{\rho_f}{2}\right)\left(\frac{du}{dt}\right) \\ & = \frac{\pi}{6}x^3(\rho_p - \rho_f)\frac{v_r^2}{r} - 3\pi\mu x(v_f + u) \end{aligned}$$

ここで、 $x$  [m]は粒子径、 $\rho_p$  [kg・m<sup>-3</sup>]は粒子密度、 $u$  [m・s<sup>-1</sup>]は粒子速度、 $t$  [s]は時間、 $v_r$  [m・s<sup>-1</sup>]は旋回流速度、 $r$  [m]は管中心からの距離、 $\mu$  は媒液の粘度[Pa・s]、 $v_f$  [m<sup>3</sup>・m<sup>-2</sup>・s<sup>-1</sup>]はろ過流束である。上式右辺第1項は遠心力で、第2項はろ液の流れによる粘性力であり、理論的には第1項と第2項がつり合い、粒子の加速度が0となる条件でカット系が得られる。ここで、粒子に作用する遠心力が最も小さく、粘性力が最も大きくなるのはフィルター表面であることから、フィルター表面近傍で半径方向に静止した粒子に加わる力がつり合う条件が、カット系を得られる条件となる。このような非常に単純なモデルと、前述の分級システムを用いて行った分級試験結果を比較し、モデルの妥当性について検討した。

#### 4. 実験方法

試料粉体にはアルミナ粉体（住友化学製，AES-12）を、媒液にはイオン交換水を用いた。高精度な分級のためには初期状態で粒子が1次粒子単位まで完全に分散している必要があるため、試料粉体の分散剤として実績のあるポリカルボン酸アンモニウムを使用した。粒子濃度0.1vol%となるように試料粉体、媒液、分散剤を混合した後、ポンプで十分に攪拌したものをサンプルスラリーとした。

実験では、旋回流速およびろ過速度を調整することで、カット径の異なる条件で分級試験を行い、得られたろ液、すなわち分級後の微小粒子側の評価を行った。

#### 5. 実験結果

今回は分級結果の評価方法として、ろ液の粒子径分布測定を行い、ろ液中に含まれる最大粒子径とカット径の比較を行った。粒子径分布測定はレーザー回折式粒子径分布測定装置を使用した。実験結果の一例として、分級前後のスラリーの粒子径分布を Fig.3 に示す。図中のキーボックス内の数値は、先に提案した分級モデルから算出した理論カット径である。理論カット径が1.13 $\mu$ m および0.28 $\mu$ m の条件に対して、実験で得られた分級スラリー中に含まれる最大粒子径は、それぞれ0.96 $\mu$ m および0.22 $\mu$ m と、理論値に非常に近い値を得られた。また、今回測定したサンプルは微小粒子側のサンプルであることから、原液の粗大粒子側をカットしており、測定したスラリーの粒子径分布は分級前のものから曾田移流のみが除去された非常にシャープなものとなっている。これは、粗大粒子側に微小粒子が混在していないことを示しており、提案した技術により高精度に粒子の湿式分級が可能といえる。

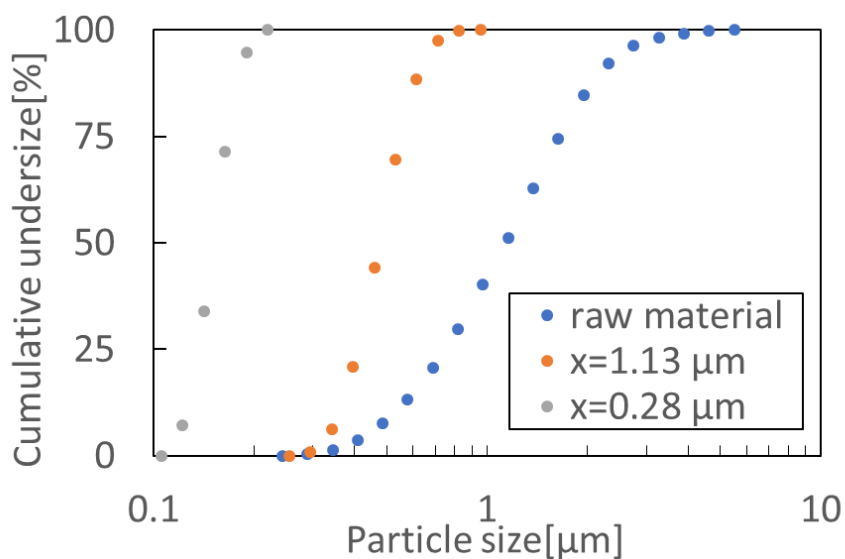


Fig.3 Particle size distribution of before and after classification.

### 6. おわりに

本研究では求心式クロスフローろ過システムを応用した遠心場とクロスフローろ過を組み合わせたシステムを構築し、装置設計および運転条件が分級精度に及ぼす影響について検討を行った。

その結果、管状セラミックフィルターの外管に螺旋流路を作製し、これを管に挿入した求心式分級ユニットが最も精度の良い分級が可能であった。また、分級ユニット内の粒子の運動から、理論カット径を算出するモデルを提案した。作製したユニットを用いて分級を行ったところ、精度の良い分級に成功した。さらに非常に単純な力のバランスのみからなる分級モデルを構築し、実験結果と高い整合性があることも確認できたことから、幅広い分野への展開が期待できる。

最後に、本研究に対し助成を頂きました、粉体工学情報センターの関係各位に心より感謝申し上げます。

### 3. 研究発表

#### 学会発表

佐藤根大士, 飯村健次, 鈴木道隆: 求心式クロスフローろ過を応用した粒子分級技術の開発, 化学工学会金沢大会, 2018/12/7-8, 金沢

#### 論文発表

Hiroshi Satone, Kenji Iimura: Wet Classification with Centripetal Filtration System, To be submitted.