

## サブミクロン粒子の付着力と分散性の関係

Relationship Between Adhesive Force and Dispersibility of Sub-micron Particles

山本英夫\*  
Hideo YAMAMOTO

## 1. 緒言

粒子径が小さくなると体積または質量に比して表面積の割合が増大するので粒子表面の性質が支配的となり、粉体は付着凝集性を増し、分散性、流動性が極めて悪くなる。そのため微粉体、特にサブミクロン領域の乾式分級、混合、空気輸送などのハンドリングは著しく困難になる。たとえば、乾式分級においては前処理として供給粉体を気相中で1次粒子にまで分散させることが重要な課題である。しかし、従来から用いられているエジェクターやオリフィスなどの機械的分散手段ではサブミクロン粉体に対して良好な分散状態は得難い。これは、粒子径が小さくなると粒子間付着力が、慣性力や気流の剪断力など粒子に作用する分散力に比べて極めて大きくなるからである。粒子間付着力の原因には分子間力、静電気力、液架橋による力などが考えられる。このうち、通常の雰囲気下においては水分などによる液架橋力が支配的である。液架橋力とは、粒子表面の吸着分子が粒子同士の接触点において毛管凝縮などにより形成した架橋液膜内の毛管負圧と液の表面張力によって生ずる力と考えられている<sup>1)</sup>。したがって、もし粒子表面の吸着分子の種類や量を変えれば粒子間付着力が制御でき、サブミクロン粉体の分散性の向上も可能となる。たとえば、分散剤としてアルコールなどの蒸気を吸着させて粒子表面を改質することができれば、乾式粉碎における粉碎剤と似たような効果が期待できる。

本研究では、現在、粉碎剤として有効性が認められているアルコールや各種界面活性剤の蒸気で処理したサブミクロン粉体の付着力を引張り破断試験法で測定するとともに、それらの粉体の凝集粒子を細管内で発生する高速気流で分散させる実験を行い、付着力と分散性の関係を検討した。

## 2. 実験の概要

## 〈試料粉体〉

重質炭酸カルシウムの微粉(50%重量平均径;0.6 $\mu\text{m}$ )を水、エタノール、アセトン、ジエチルエーテルの各種蒸気雰囲気下で熟成して用いた。

## 〈熟成方法〉

試料を面積の広いトレイの上に32メッシュのフルイを通して薄層状に広げ、各種の分散剤の蒸気で調整された密閉箱の中に入れて一週間以上放置した。各分散剤による密閉箱中の雰囲気の設定は、所定の相対蒸気圧の分散剤蒸気を含む窒素ガスを連続通気して行った。窒素ガスは市販のボンベガス( $\text{H}_2\text{O}<10\text{ppm}$ )を用いた。これは目的以外の分散剤の蒸気を混在させないためである(通常のコンプレッサーから得られる空気でも10数%の相対蒸気圧の水分を含んでいる)。

## 〈粉体層引張り破断試験〉

図1に示した構造の吊り下げ式引張破断装置(コヒテスター;ホソカワミクロン(株)を用いた。これを密閉箱(グローブボックス;600 $\times$ 1400 $\times$ 700)内に設置し試料の充填から引張り破断試験まで、試料の熟成条件と同じ蒸気雰囲気で行った。

測定原理は図2に示したような測定用セル(二分割セル)に試料粉体を充填し、可動(half)セルを水平方向に引張り、粉体層が破断する時の応力を測定するものである。分割セルは内径50mm、深さ20mmで破断時の粉体層がすべるのを防止するために低面に平均径約1mmの珪砂が貼りつけてある。可動セルは2mm/minの速度で水平方向に引張られ、その時に生ずる応力をコイルで水平に支持されたストレングージで、セルの変位を差動トランスで観測する。可動セルは3枚の燐青銅帯板で吊り下げられており、摩擦抵抗なく水平方向に移動する。試料粉体はスパティラを用いて、出来るだけ均一に測定用セルに充填して0.7~12kPaの荷重で10分間予圧し、粉体層の空隙率を調整する。荷重を取り除いてから10分

\*東京大学生産技術研究所 第4部

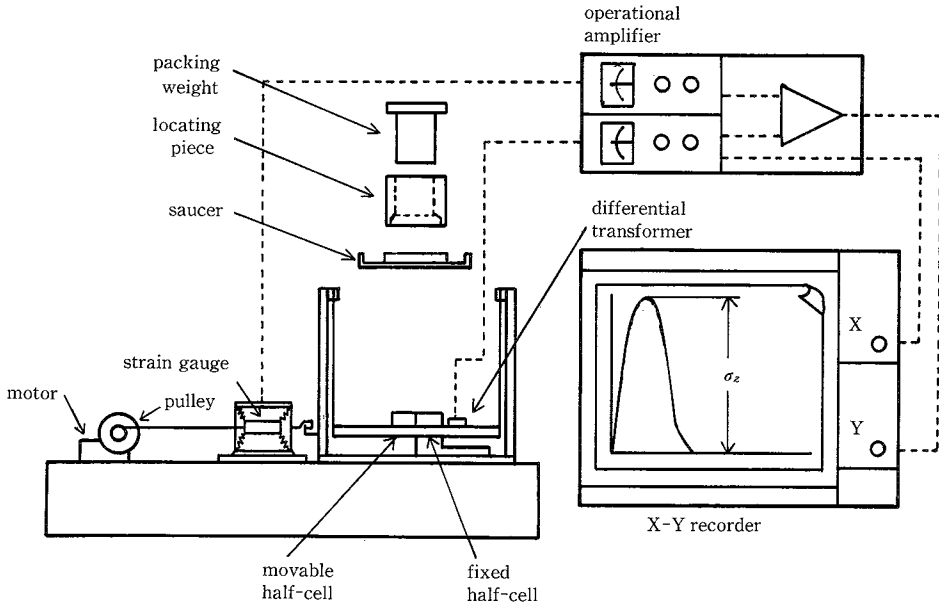


図 1 付着力測定装置の概略

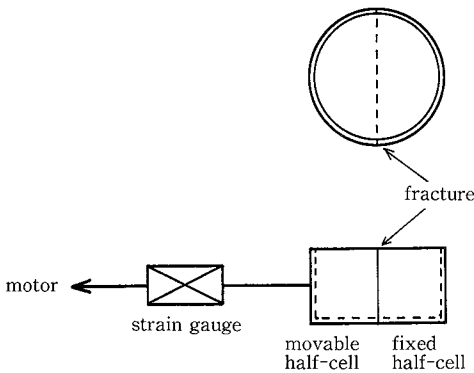


図 2 付着力測定用セルの概略

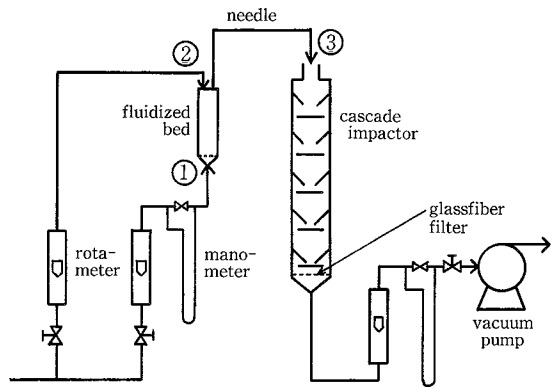


図 3 凝集粒子分散試験装置の概要

間放置した後、セル上面の粉体層をすり切って粉体層の体積を一定してから可動セルを引っ張り、破断試験を行った。なお、破断面が極端に複雑になったものはデータから除外した。

〈分散試験〉

図 3 に分散試験装置の概略を示した。振動流動層①(内径20mm、高さ200mm、分散板は細孔径100 $\mu$ mの多孔質ガラス焼結板)は凝集粒子発生装置である。これに分散助剤で熟成した試料粉体を静止層高40mmに充填し、試料の熟成条件と同じ雰囲気窒素ガスで流動させ凝集粒子を発生させた。①から送り込む流動化ガスの流量が同じ(流動条件が同じ)であれば、常に同じ凝集状態の粉塵(凝集粒度分布が同じ)が発生する<sup>2)</sup>。発生した凝集粒

子は気流とともに高速で細管(Needle)内を通過し分散される。細管の径を変えるか、②から窒素ガスを追加して気流速度を変えることにより、気流の分散作用の大きさを変えることができ、③からそれに応じて、種々の分散状態の粉塵が出てくる。その粒度分布をスリット型カスケード・インパクト(CI-50;島津)で測定し、粉塵の分散状態を観測した\*。用いた細管の種類・分散条件等を表 1 に示した。表中、 $\Delta P$ は細管で生じる気流の圧力損失である。

\* カスケード・インパクトは凝集粒子の粒度を測定できる<sup>2)3)</sup>。

研 究 速 報

表 1 分散条件 (細管の種類, ガス流量等)

No.	Needle [mmφ]	Q <sub>r</sub> [Nl/min]	Q [Nl/min]	ΔP [mmHg]
1	1.1	4.0	0	355
2	1.5	4.0	0	160
3	1.8	4.0	1.0	112
4	1.8	4.0	0	86
5	2.5	4.0	1.0	56
6	2.5	4.0	0	28

Needle length: 200mm

Q<sub>r</sub>: gas flow rate to fluidized bed

Q: gas flow rate to ② of Fig. 2

表 2 分散助剤の物性 (20°C)

分 散 助 剤	表面張力 [dyn/cm]	蒸 気 圧 [mmHg]
水	72.8	17.5
エタノール	22.6	44.0
アセトン	22.5	179.6
ジエチルエーテル	16.9	439.8

3. 結果および考察

図 4 は各種の相対湿度の水蒸気雰囲気下で熟成した粉体の引っ張り破断試験結果である。横軸は粉体層の空隙率、縦軸は粉体層の単位面積当たりの付着力である。相対湿度の違いにより付着力に差が認められる。特に相対湿度80%の時の付着力は他の場合に比べてかなり大きい。これは相対湿度が高いほど水分の吸着量が増大し、80%付近では完全に液膜架橋を形成するのに十分な水分子が吸着されているためと考えられる<sup>4)</sup>。

図 5 各種分散助剤の蒸気雰囲気下で熟成した粉体の付着力である。各助剤の相対蒸気圧はほぼ80%以上としたので、いずれの場合も液架橋膜が形成されているものと考えられる。助剤の種類によって付着力に大きな差がみられ、吸着分子の種類により付着力は大きく変わることがわかる。参考として表 2 に各分散助剤の20°Cにおける表面張力の値を示したが、水の表面張力は他の物質のそれよりかなり大きい。図 5 の結果は水蒸気で熟成した粉

体が他に比べてかなり大きな付着力を持つことを示しており、吸着物質の表面張力が粒子間付着力の発生機構に大きく関与していることを示唆している。しかし、粒子の接触点における毛管凝縮量も表面張力や相対蒸気圧によって変化し、これがまた付着力の発生に大きく関与するものと考えられるが、今回は吸着された各助剤分子の定量をしていないので、今後詳しい検討が必要である。

図 6 はエタノールで熟成した粉体から発塵した凝集粉塵を種々の条件で分散したときに観測された粒度分布である。図中の ΔP は細管 (分散管) で生ずる気流の圧力損失であり、分散作用の大きさに対応するパラメータである。これが大きいほど気流の分散作用は大きい。ΔP が大きくなるに従って粒度分布は小さくなっており、凝集粒子が分散されてより小さな粒子になっていくことがわかる。ΔP が112mmHg以上になると粒度分布にまったく変化がなく、それ以上細かくならない。すなわち、この程度の分散作用が加わると凝集粒子は、ほぼ完全に1次粒子にまで分散されることを示している。図 7 は水蒸気 (80%RH) とエタノールで熟成した粉体の分散結果を比較したものである。縦軸は分散粒子の50%粒子径 (図 6 の粒度分布) で、これが小さいほどよく分散していることを示す。付着力の小さいエタノール熟成粒子は水蒸気

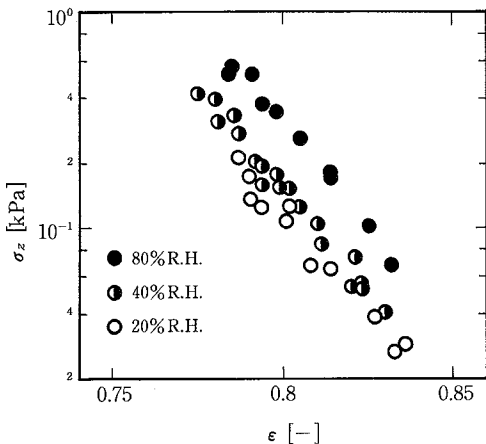


図 4 付着力測定結果 (水蒸気で熟成)

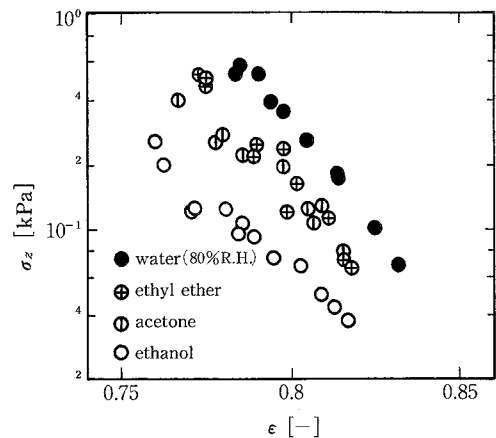


図 5 付着力測定結果 (分散助剤蒸気で熟成)

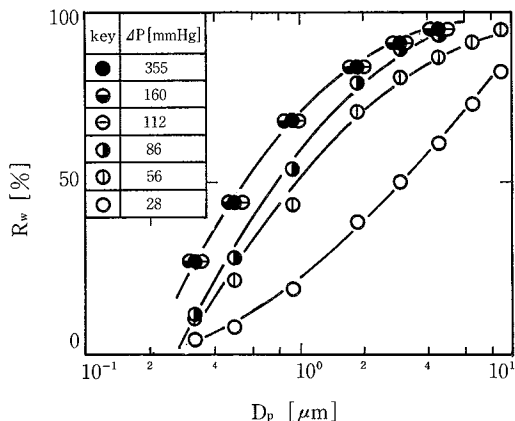


図 6 分散粉塵の粒度分布 (エタノール熟成粒子の場合)

熟成粒子に比べて、かなり小さな分散作用で容易に分散することがわかる。水蒸気熟成粒子の場合は、 $\Delta P=200$  mmHg以上の大きな分散力を作用させないと完全に分散しないが、エタノール熟成粒子の場合は100mmHg程度で完全に分散している。これは付着凝集性の強い粉体でも、適当な分散助剤で粒子表面を処理することにより、気相中での分散性を向上させることが可能であることを示している。

#### 4. 結 言

各種分散助剤の蒸気で熟成した重質炭酸カルシウムの微粉体の付着力を実測するとともに、それぞれの熟成試料の凝集粒子を高速気流で分散させて、付着力と分散性の関係を検討した結果以下の知見を得た。

- ・粉体層の付着力は粒子表面の吸着分子の種類、吸着量などにより大きく変わる。
- ・観測される付着力が小さいほど粉体の分散性は良くなり、凝集粒子はより小さな分散作用で容易に分散する。
- ・適当な分散助剤で粒子表面を改質してやることにより、

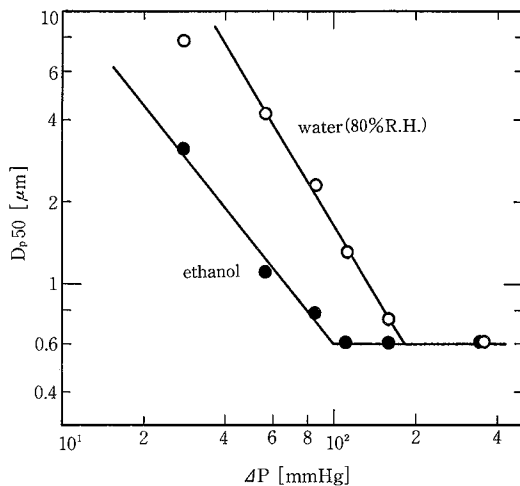


図 7 分散試験結果の比較

サブミクロン粒子のような付着凝集性の強い粉体でも気相中で1次粒子にまでうまく分散させることが可能である。

#### 謝 辞

本研究の実施に当たり(株)日清製粉生産技術研究所から種々の御援助を頂いた。紙面を借りて深く謝意を表します。  
(1988年5月13日受理)

#### 参 考 文 献

- 1) 粉体工学会編：“粉体工学便覧”，日刊工業新聞社(1986) P. 124.
- 2) 山本英夫，菅沼彰，森芳郎：化学工学論文集，1，638 (1975).
- 3) 山本英夫，菅沼彰，国井大蔵：化学工学論文集，3，12 (1977).
- 4) 近沢正敏，中島涉，金沢孝文：粉体工学研究会誌，14，18 (1977).