

シラスの微粉碎について

窯業部 中重 朗, 神野好孝, 袖山研一, 田畑一郎

Fine Pulverization of Shirasu

Akira NAKASHIGE, Yoshitaka KAMINO, Ken'ichi SODEYAMA, and Ichiro TABATA

火山ガラスを主成分とするシラスは、これまでその特性や利用法について多数の成果が得られているが、シラスの粉碎利用についての系統的な取り組みはなかった。当センターでは、新たな用途開発を目指してシラスを微粉碎してその利用を試みる研究を行っている。

本報では、その粉碎法について粉碎機構の異なるジェットミル粉碎装置と振動ミル粉碎装置を用い、粉碎条件の検討を行った。その結果、ジェットミル粉碎装置では中心粒径が7 μm の正規分布状を示す微粉碎シラスを、振動ミル粉碎装置では中心粒径が3~8 μm の幅広い粒度分布を示す微粉碎シラスの製造条件を得た。

1. 緒 言

南九州に広く分布するシラスは、地質年代の第四紀に錦江湾奥部の始良火山、湾口部の阿多火山などから噴出した火砕流堆積物である。

シラスの化学組成は比較的均質で、鉱物組成は火山ガラスを主成分とし、長石、石英、磁鉄鉱、輝石類等の結晶質を含んでいる。シラスの工業的利用の歴史は古く、各方面・各分野で研究され、軽量骨材やシラスパルーン、シラスパーライト、研削材、園芸用材料など多数商品化されている。

本報では、シラスを微粉碎して超微粒シラスパルーンや機能性樹脂材料等への利用を図るため、粉碎機構の異なるジェットミルと振動ミルを用いて粉碎実験を行い、粉碎物の粒度分布や粒子形状について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 実験に用いた試料

鹿児島郡吉田町桑の丸付近に堆積する二次シラス（以下吉田シラスと称す）を用いた。粒度構成は、75 μm 以下の微細粒分が大半を締め、75 μm 以上の粒分は少ない。

鉱物組成は、ほとんど火山ガラス質からなり、微量の石英、長石、磁鉄鉱を含んでいる。実験に供した試料は、ロータリーキルンで乾燥したものをを用いた。

表1 吉田シラスの化学組成 (wt %)

Ig.loss	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO
6.79	70.04	12.75	0.29	1.73	1.52	0.32
MnO	Na ₂ O	K ₂ O				
0.10	3.04	3.38				

吉田シラスの化学組成を表1に、粒度分布と粒度別鉱物構成を表2に示す。

表2 吉田シラスの粒度分布と粒度別鉱物構成

粒径区分 μm	重量比 wt %	火山ガラス wt %	結晶鉱物 wt %
+600	0.1	0.03	0.07
600~300	0.2	0.07	0.13
300~150	0.3	0.21	0.09
150~75	0.6	0.54	0.06
75~38	17.9	17.60	0.30
38~22	46.8	45.50	1.30
-22	34.1	31.20	2.90
100.0		95.15	4.85

2.2 ジェットミル粉碎

ジェットミル粉碎装置は、日本ニューマチック(株)製IDS-2型を用いた。本装置は、気流を発生させる超音速ノズルに原料粉体を連続的に供給し、超音速ノズル内での気流かく乱による粒子相互間の粉碎を促進させると同時に、ノズル前方に設置した衝突板(アルミナ)に固気混合流を強制的に衝突させて粉碎を行うものである。粉碎された粒子は、DS型気流分級機により微粉、製品、粗粉に分級される。微粉は中央部から排気と共に排出されバッグフィルターに回収され、粗粉は再粉碎され、製品は容器に回収さ

れる構造になっている。

試料供給量と粒度分布の関係を調べるため、中心粒径39 μm の吉田シラスを試料とし、供給量5.6, 12.5, 19.0, 25.9 kg/h の4段階で粉碎を行った。

2.3 振動ミル粉碎

振動ミル粉碎装置は、中央化工機(株)製 BMC-15型を用いた。本装置は、各内容積15 ℓ の上下円筒(上筒アルミナライニング、下筒ゴムライニング)に粉碎媒体のアルミナボール(15 ϕmm)を挿入した容器を不釣合荷重付きスプリングで支持して強制的に振動させることにより、粒子と媒体間の衝突摩擦を利用して粉碎する方式であり、バッチ式粉碎と連続粉碎が可能である。

バッチ式では、粉碎時間と粒度の関係調べるため、アルミナライニングの上筒に、粉碎媒体のアルミナボール10kgと吉田シラス3kgを投入し、粉碎時間30分、60分、90分、120分、150分、180分の6段階で粉碎し、各粉碎物の粒度分布を測定した。

連続粉碎では、供給量の変化及び繰り返し粉碎と粒度の関係調べるため、上下両筒に粉碎媒体のアルミナボールを各々10kgを入れ、供給量を1.0, 1.8, 2.6, 3.7kg/hと変えた場合と供給量1.8kg/hで繰り返し粉碎した場合について実験を行った。

粉碎物の粒度測定は Sympatec 社製のレーザー回折式粒度分析装置 HELOS & RODOS を用いた。

3. 実験結果と考察

ジェットミル粉碎による試料供給量と粉碎物の粒度分布との関係を図1に示す。

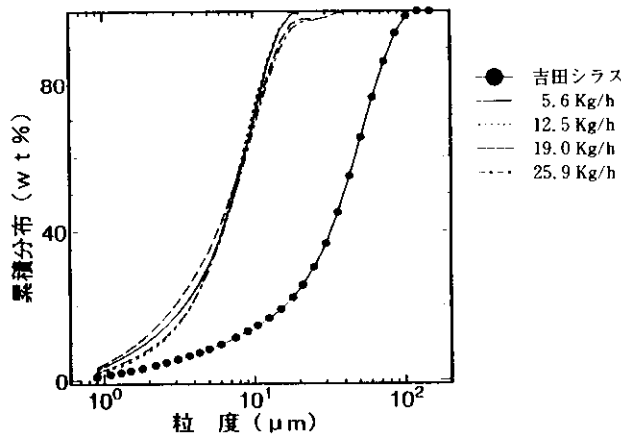


図1 ジェットミルの試料供給量と粒度分布

ジェットミル粉碎では、微粉は排気と共にバッグフィルターに回収され、粗粉は再度粉碎されるため、試料の供給

量を変えても中心粒径が7 μm 前後で大差はないが、19kg/h以上になると30 μm 程度の粗粒が僅かに混入してくる傾向にある。

振動ミルのバッチ式粉碎における粉碎時間と粒度分布の関係を図2に、粉碎時間による中心粒径の推移を図3に示す。

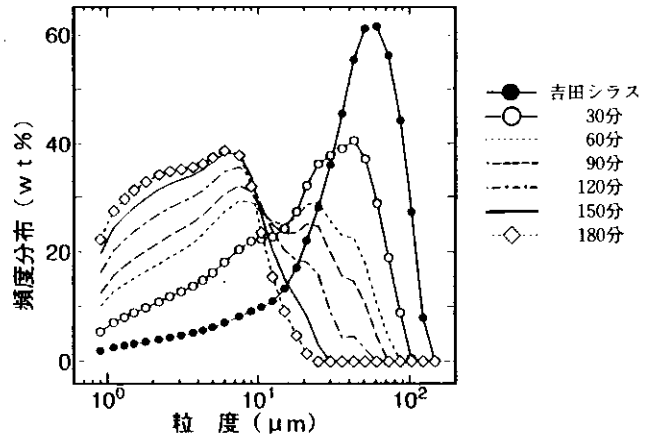


図2 振動ミルの粉碎時間と粒度分布 (バッチ式)

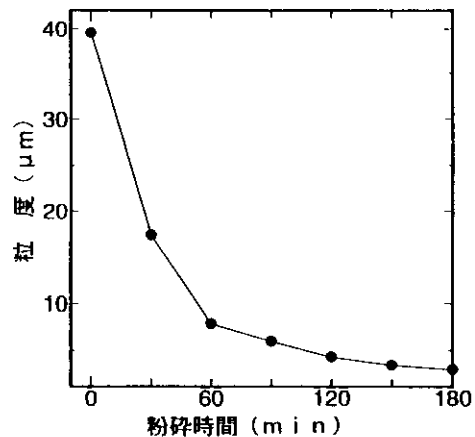


図3 振動ミルの粉碎時間と中心粒径の推移 (バッチ式)

粉碎時間が長くなるに従い中心粒径及び最大粒径は共に小さくなり、60分では、中心粒径が7.9 μm 、90%粒径が35.6 μm 、180分では、それぞれ2.9 μm 、8.7 μm になった。しかし120分以内の粉碎物には、粒度分布曲線の20 μm 付近に未粉碎物と見られる粗い粒子のピークが確認された。

連続粉碎における試料供給量と粉碎物の粒度分布との関係を図4に示す。

連続粉碎では、試料供給量が1.0, 1.8, 2.6, 3.7kg/hと増加するに従い、20 μm 以上の粒子が5.6, 12.9, 16.6, 22.1%と多くなることがわかった。

次に、繰り返し粉碎と未粉碎物の関係を調べるため試料供給量1.8kg/hの条件で1~3回の繰り返し粉碎を行った。

図5に示されるように、粉碎を繰り返すごとに全体的に粒径が細かくなり、3回繰り返して $20\mu\text{m}$ 以上が1%以下になることがわかった。しかし、未粉碎物と見られるピークは、3回繰り返しても $15\mu\text{m}$ 付近に認められる。

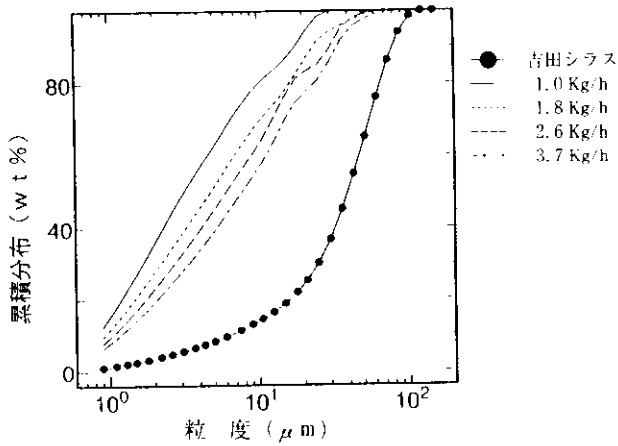


図4 振動ミルの試料供給量と粒度分布 (連続式)

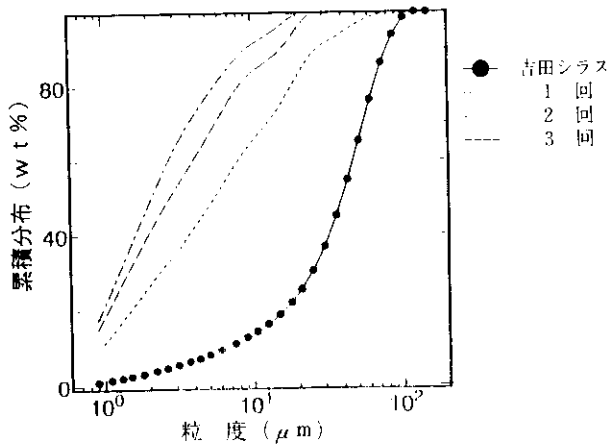


図5 繰り返し粉碎の累積分布曲線

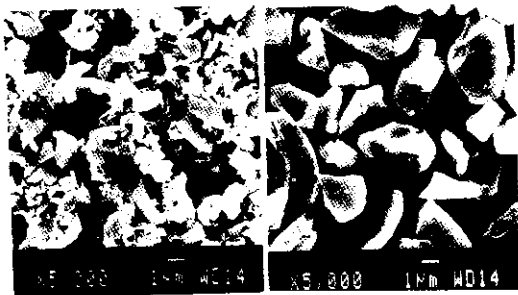


図6 粉碎物の電子顕微鏡写真

(左:振動ミル, 右:ジェットミル)

粉碎物の粒子形状については、図6に示されるように、振動ミル粉碎物は全体的に扁平状であり、ジェットミル粉碎物は角が取れて丸みを帯びた形状をしている。

図2において、長時間粉碎しても存在する粗い粒子は、粉碎され難い結晶鉱物であると考えられたので、粉碎物をふるいで粒度ごとに分級し、それぞれX線回折測定した。

図7に示されるように、 $22\mu\text{m}$ 以上では火山ガラス以外に結晶質のピークが多く検出され、 $22\mu\text{m}$ 以下では結晶質のピークが非常に小さく、火山ガラス特有の回折パターンを示した。また、その $22\mu\text{m}$ 以下について、比重2.4の重液を用いて3,000回転、10分間の遠心分離を行った結果、比重2.4以上の結晶質は認められなかった。

以上のことから、粉碎物の適当な粒度で分級すれば結晶質とガラス質とにある程度分離できることがわかった。

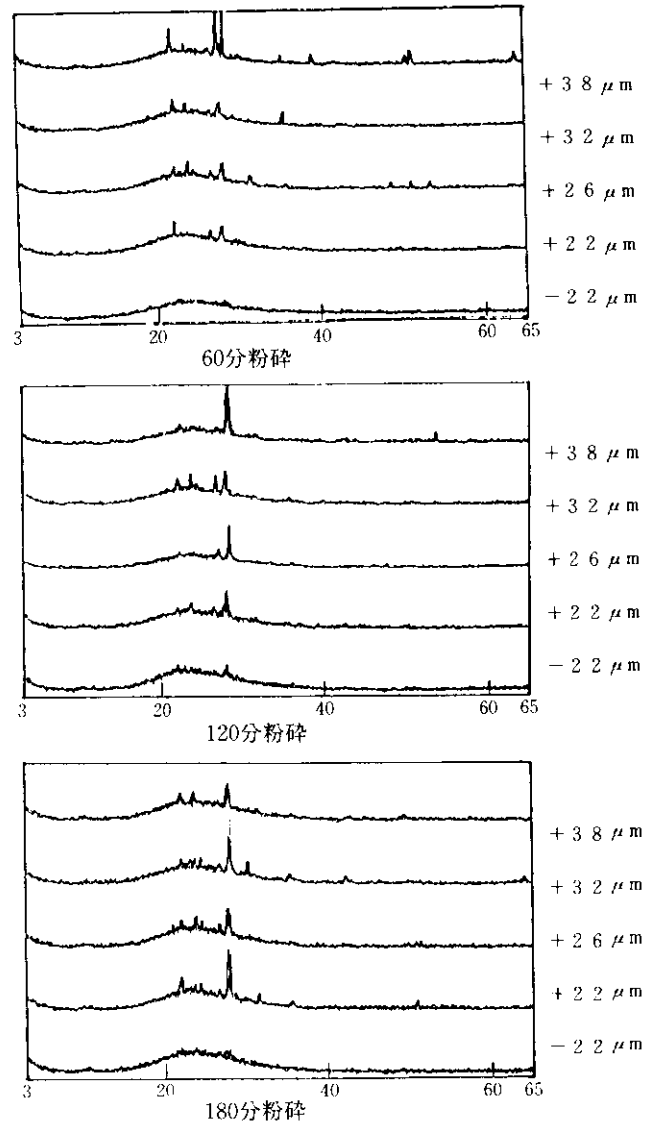


図7 分級粒度とX線回折パターン

4. 結 言

シラスの微粉碎に、機構の異なるジェットミル粉碎装置と振動ミル粉碎装置を用いて粉碎を行った結果、どちらも中心粒径 $10\mu\text{m}$ 以下に粉碎可能であり、粉碎物の粒度分布や粒子形状の相違点が明らかになった。

ジェットミル粉碎においては、原料供給量 19.0kg/h 以下であれば $10\mu\text{m}$ 以下の中心粒径を持つ正規分布状の粉碎

物が得られ、粒子は角のとれた丸みのある形状をしている。

振動ミル粉砕では、中心粒子径 $10\mu\text{m}$ 以下で幅広い粒度分布の粉砕物が得られ、粒子形状は全体として偏平状である。

また、シラスの振動ミル粉砕の結果、粗粒分に結晶鉱物

が多く含まれる傾向が認められ、粉砕物を適当な粒度で分級すれば結晶質とガラス質とにある程度分離できることがわかった。(中小企業庁、地域技術おこし事業)