

新素材開発の切り札 「多目的ロータリーキルン」について

杉山 大介^{*}

1. 新素材開発の現状と課題

地球温暖化対策として、世界規模でCO₂抑制に向けた動きが加速している。

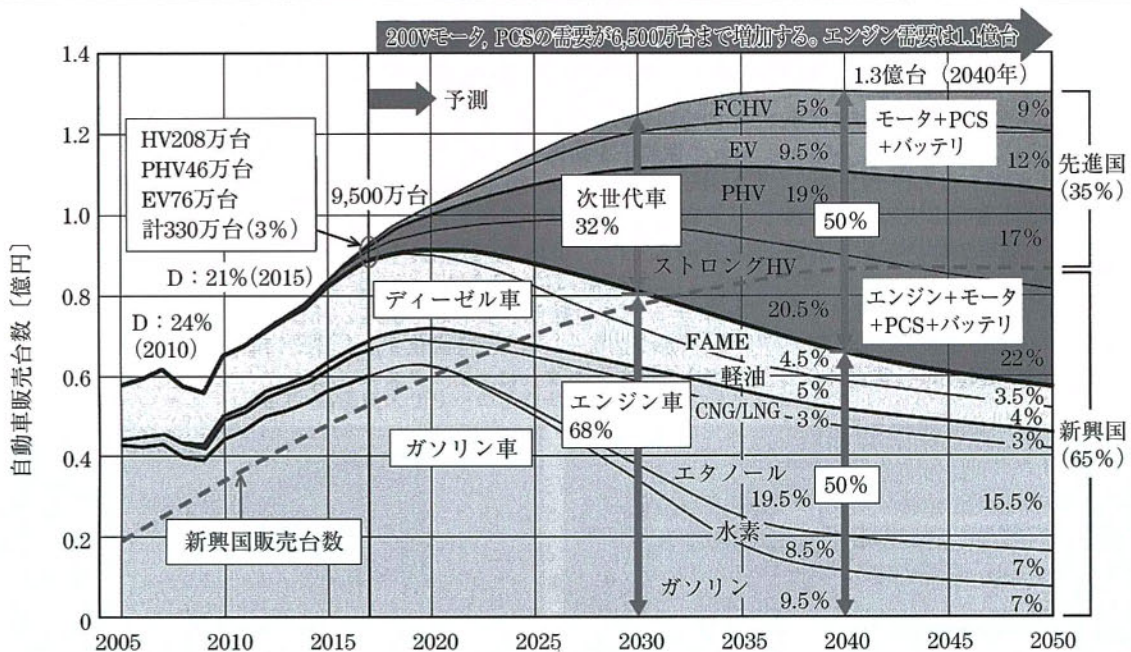
先日就任した菅首相は、温室効果ガスの排出を2050年までにゼロにする目標を掲げ脱炭素社会の実現を目指す宣言を行い、米国のバイデン新大統領も同様の経済政策を掲げている。中国工業情報化省では、2035年には新車販売のすべてを電気自動車やハイブリッド車にする方針を立てるなど、各国が環境対応車の優遇を進めている。2018年度の日本におけるCO₂総排出量は11億3,800万tonであり、その

うち自動車全体が占める割合は15.9%の≒18,100万tonとなっている。この情勢に沿って、自動車産業界では内燃機関から多様な動力形態に移行する「100年に1度と言われる大改革」が始まっており、20年後には、電気エネルギーを主動力とする自動車全体が全体の50%を占めると予想されている(図1)。

この電気系自動車の性能を決定するのが、主機関となる電動モーターとLi系2次電池である。本稿では、車載モーターに採用されている強磁性のネオジム磁石(Nd-Fe-B系)に関して、原料となる粉体の製法処理について提案する。図2に、一般的なネオジム磁石の製造工程を示す。

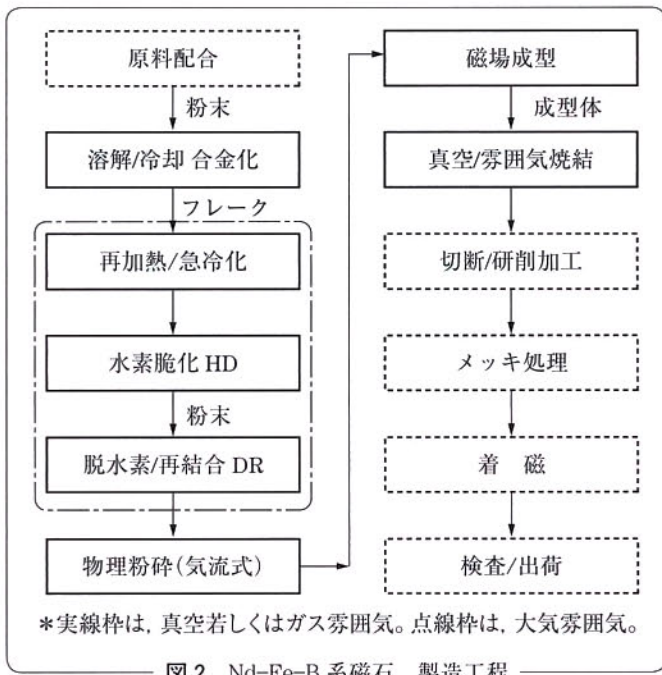
ネオジム磁石の高保磁力を発現させるには、粉碎歪み等が無い組織の微細化や微粒子化が望ましく、図2の一点線枠の工程における粉体操作が重要となる。ここでは、873~1,273Kの水素雰囲気下でネオ

^{*}SUGIYAMA Daisuke : 杉山重工(株) 代表取締役
〒489-0003 愛知県瀬戸市穴田町970-2 本社・工場
TEL : 0561-48-1811 (代表)
FAX : 0561-43-0477
<http://www.e-sugiyama.co.jp>

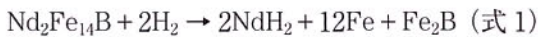


出典元：PwC Japan自動車セクター 藤村俊夫執筆「自動車の将来動向：EVが今後の主流になりうるのか」
URL : <https://www.pwc.com/jp/ja/knowledge/thoughtleadership/automotive-insight/vol10.html>

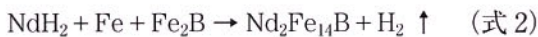
図1 販売台数1.3億台(上振れ)でのセールスマックス【CO₂削減目標に向けたセールスマックスと燃料多様化対応】



ジウム合金に水素を吸蔵させて、水素化物の生成に伴う合金の相分解で粉化を行う。この水素化 (Hydrogenation) による相分解 (Decomposition) を HD 処理と呼び、反応式(1)で表す。



HD 処理後、相分解した 3 相を 873~1,273K の温度域で加熱減圧により H₂ を追い出すことで、再び Nd₂Fe₁₄B に再結合する反応が起こる。この脱水素 (Desorption) による再結合 (Recombination) を DR 処理と呼び、反応式(2)で表す。



HD-DR 工程では、粉体処理に伴い、高温下での H₂ ガス流量制御や O₂ 濃度管理、温度と圧力の連動制御や装置の気密性などさまざまな技術的条件が要求される。

現時点では、市販装置の機械的な制約面から、ベルジャー型の水素炉を用いて、粉体を炉内に静置し HD-DR 処理を行うのが主流である。しかしながら、炉内で粉体を静置し反応処理を行うため、さまざまなデメリットが生じている。HD 処理においては、静置された粉体の外層より H₂ ガス反応が促進してゆくが、粉体内層部まで完全に H₂ ガスが浸透せず、粉体の内外層における相分解が不均一となる。温度制御においては、熱伝導遅延によって粉体の内外層で温度差が発生したり、局所的なガス反応に伴う高温域が発生するなどの事象がある。

DR 処理においても同様の理由から、粉体内層部の H₂ 脱ガスが不完全となる。これらの要因で、粉体の内外層部で品質ムラの発生や、反応を完了させるために長時間を要して電気・ガスエネルギーの浪費が発生している。

当社では、1,273K 温度で 1Pa 減圧雰囲気を保持できる回転焼成炉を多々製作・納入しており、2015 年には簡易試験用の「多目的水素ロータリーキルン (Multiple Hydrogen Rotary Kiln : MHRK)」を発表している。MHRK は、前述の HD-DR 処理における各種問題を解決できる機構を有するので、2. 項でその構造と特徴を述べる。

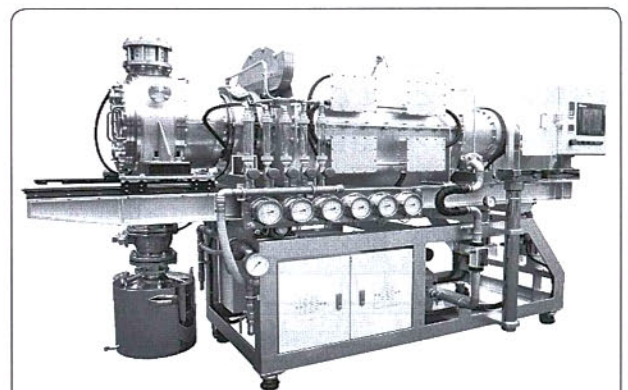
2. 多目的水素ロータリーキルンについて

多目的水素ロータリーキルン MHRK は、静置式反応炉の問題点を解消するため開発された、回転式反応炉である。構造および原料投入から回収までの主要な操作を以下に述べる。

2-1. 主構造

MHRK の外観および構造を、写真 1 と図 3 に示す。電動傾動シリンダーで傾動するコモンベッドケーシングに、電熱ヒーター、レトルト、駆動モーター、排出フード類が設置されている。

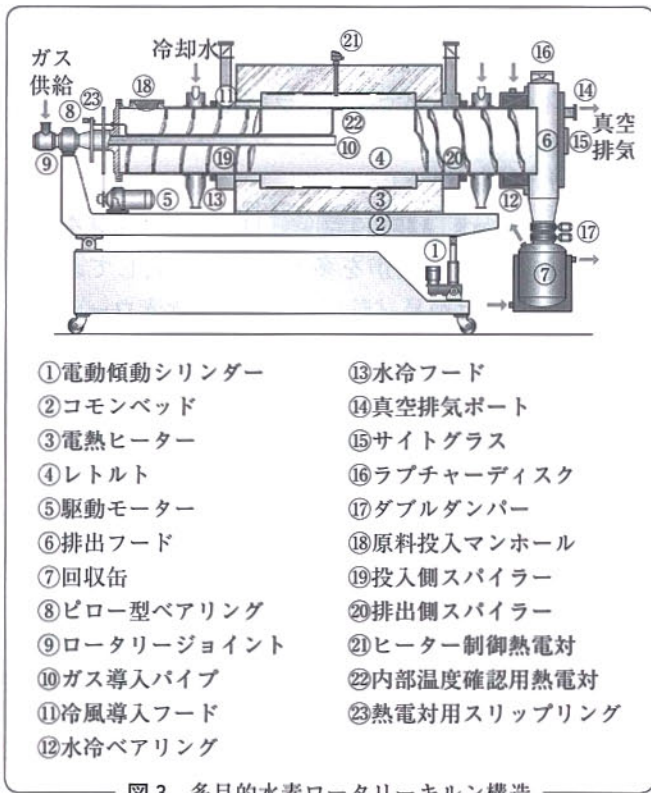
レトルトは、空冷ローラー型ベアリングと水冷ベアリングで支持されている。空冷ローラー型ベアリングの端面には、ロータリージョイントが取り付けられている。ロータリージョイントを介してレトルト内にはガス導入パイプが装着され系内へガスを供給する。水冷ベアリングは、熱収縮を緩衝するスライドレールの上に配置された排出フードに固定されている。水冷ジャケット式の回収缶は、ダブルダン



多目的水素ロータリーキルン 諸元

型式: MHRK-03065	到達真空: 1Pa*MBP 使用時
処理容量: 10L/b	回転数: 10min ⁻¹ at 60Hz
温度制御: max 1,050°C	ガス制御: 圧力制御
発熱量: 28,800kJ/h	マスフロー流量管理

写真 1 多目的水素ロータリーキルン 概要



パーとフェールフランジで連結されている。

電熱ヒーターは、複数のブロックに分割されブロック毎にPID温度制御が可能で、任意のヒートカーブ設定に対応する。電熱ヒーターケースの両側面には冷風導入フードが設けられ、コモンベッド下の冷風ブLOWERと配管接続されている。降温工程では、冷風ブLOWERによりヒーター内部へ外気を導入して、素早くヒーター内の蓄熱の放散が可能である。打ち込み風量は、流量計で管理される。冷風導入フードには、水冷フードが隣接して配置され、レトルトの両端を水冷することで、原料投入マンホールのパッキンや回転シール類を熱から保護する。水冷フードは冷風ブLOWERと併せて、素早い製品の降温が可能

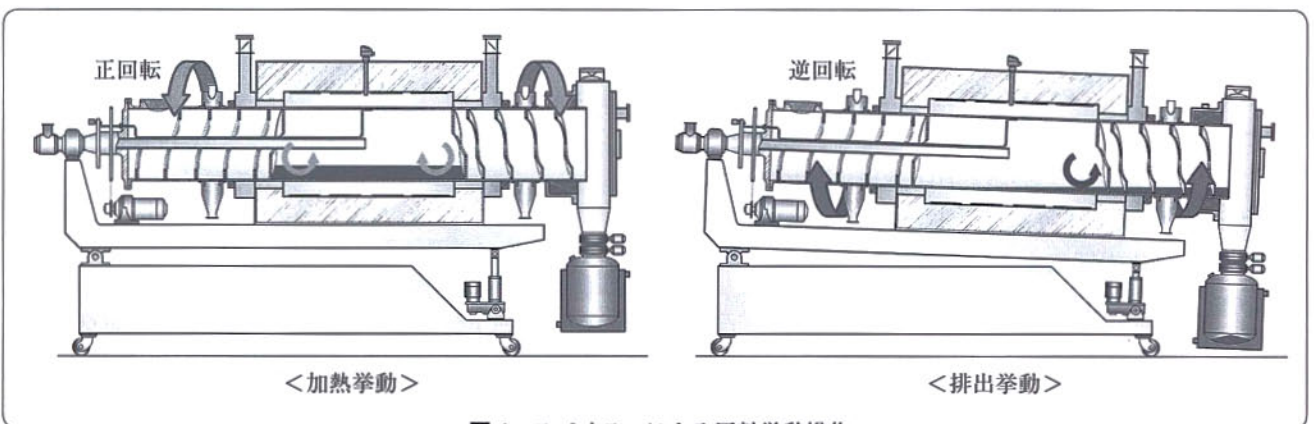
である。

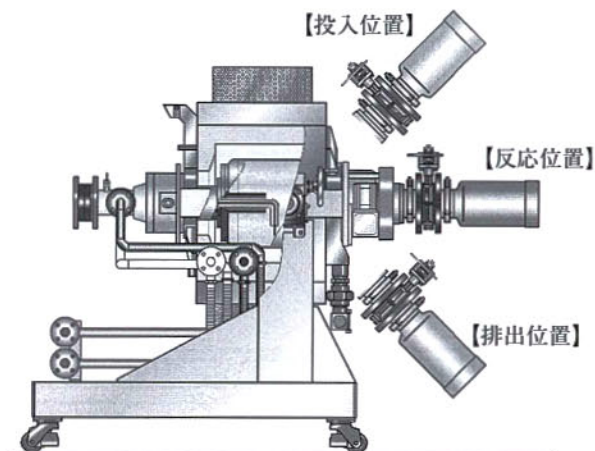
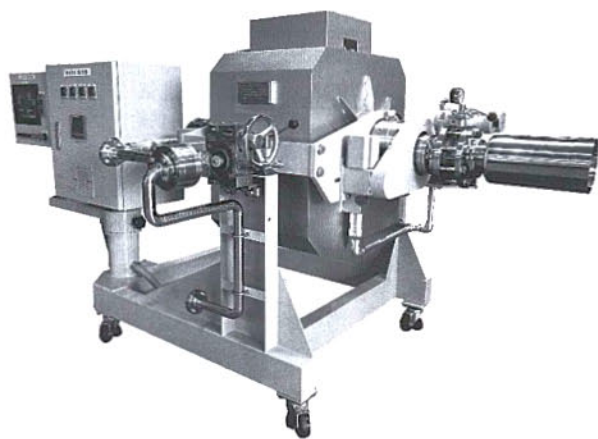
レトルト内への原料供給は、レトルト側面のマンホールから行う。インロー形状のマンホールは、レトルト側フランジとボルト連結され、接合面のOリングにより気密が保持される。レトルト内部の両端には、投入側スパイラー、排出側スパイラーが設置されている。両スパイラーは、逆リードとなっている。原料供給後、原料投入マンホールを閉め、レトルトを正回転させると、原料は投入側スパイラーに沿って電熱ヒーター側へと送り出される。一方、逆リードの排出側スパイラーは、原料が排出フード側へ流出するのを押し戻す挙動を与える。両スパイラーによる流動制御で電熱ヒーターエリアに原料が滞留し、伝熱焼成が促進される。

レトルト内には、ガス導入パイプおよび内部温度確認用の熱電対が設置されている。熱電対は、レトルト内壁や原料に直接接触するので、正確な温度測定が可能である。回転するレトルトに設置された熱電対の信号は、熱電対用スリップリングを介して制御盤へ伝達される。

反応が完了した原料は、コモンベッドを傾斜させレトルトを逆回転することで排出される。傾動シリンダーによって、コモンベッドを1~2度傾斜させた後、レトルトを逆回転させると電熱ヒーターエリアの原料は、排出側スパイラーに導かれ排出フード側へと移動し回収缶へ落下・回収される。レトルトが傾斜しているため、投入側スパイラーには原料が接触せず、原料投入マンホール側へ移動することはない(図4参照、本機構は全て弊社特許登録済み)。

排出フードには、水冷ベアリングおよび真空シールが設置され、回転運動を行うレトルトが貫通連結されている。回転するレトルト外周面で、ベアリング支持と系内気密を行い真空減圧やガス導入に伴う正圧操作を可能としている。同機構を熱および粉塵





多目的水素ロータリーキルン 諸元	温度制御：max 1,050℃	回転数：3min ⁻¹ at 60Hz
型式：MHRK-L-15	発熱量：36,000kJ/h	ガス制御：圧力制御
処理容量：1.5L/b	到達真空：1 (Pa) *MBP 使用時	マスフロー流量管理

写真2 多目的水素ロータリーキルン (1.5L/b)

から保護するために、水冷とダストシール装着がされている（特許取得済み）。回転真空シールは、油拡散ポンプまでの到達真空域（ $\sim 10^{-3}$ Pa）に対応する。また、排出フード側面には真空排気ポートやサイトグラス、安全対策として正負圧に対応したラプチャーディスクが配置されている。万一、系内でガス爆発などが発生した場合、フード上方へ爆風を逃がす構造となっている。サイトグラス前面には、ガラス飛散防止としてメッシュスクリーンが設けられている。

排出フード下部には、ダブルダンパーと水冷ジャケット構造の回収缶がフェルールフランジで連結されている。原料処理中は、ダブルダンパーを開き、回収缶とレトルト内を同雰囲気として使用する。一連の原料処理が完了後、レトルトの逆回転操作によって原料を回収缶へ排出する。原料の排出後、ダブルダンパーを全て閉じ、ダブルダンパー間のフェルールクランプを外して本体から回収缶を切り離す。大気暴露することなく原料の回収が可能である。この時、レトルト系内も大気暴露されることはない。再度、回収缶を本体に連結する場合は、ダブルダンパー連結後、回収缶側のダンパーを開き、回収缶側の排気ポートから管内を真空もしくはガス置換し、レトルト側と同条件となったところで、本体側のダブルダンパーを開く。

運転制御は、コモンベッド下部に設置された制御盤で対応する。操作用の手元盤は、本体前面の可動ポールに取り付けられ、盤面にはインターフェース用タッチパネルが配置されている。温度カーブ（昇

温/保持/降温）、雰囲気（減圧/保持/復圧）、ガス（供給/停止/流量）、レトルト回転（正転/逆転/間欠）およびこれら時間管理について複合パラメータを任意に設定し自動運転に反映させることが可能である。運転状況はトレンドグラフで表示されると同時にメモリへ記録される。

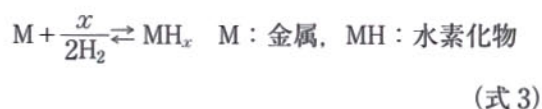
また2019年には、少量の実証試験用として1.5L/bのテスト機を開発している。（写真2）こちらは、原料投入と回収を1ポートで兼用するため、コモンベッド上のレトルトとヒーターが傾動する構造となっている。反応制御系は10 (L/B) と同機能を有する。

3. 用途事例

MHRKを用いて、さまざまな原料-ガス反応処理が可能である。代表的な水素脆性処理のフローを図5に示す。合金の添加元素配合によっては、HD工程で加熱を行わない操作もある。

基本的に、HD-DR処理過程はベルジャー型水素炉でも同様であるが、MHRKでは表1のような時間短縮化や品質均一化の特徴がある。

水素と金属は式(3)の反応となる。



式(3)において、水素化物を生成する時は発熱反応であり、水素化物が H_2 を放出する時は吸熱反応である。Nd合金のHD処理では発熱、DR処理では吸熱反応となる。

粉体静置式のベルジャー型水素炉では、ガス接触

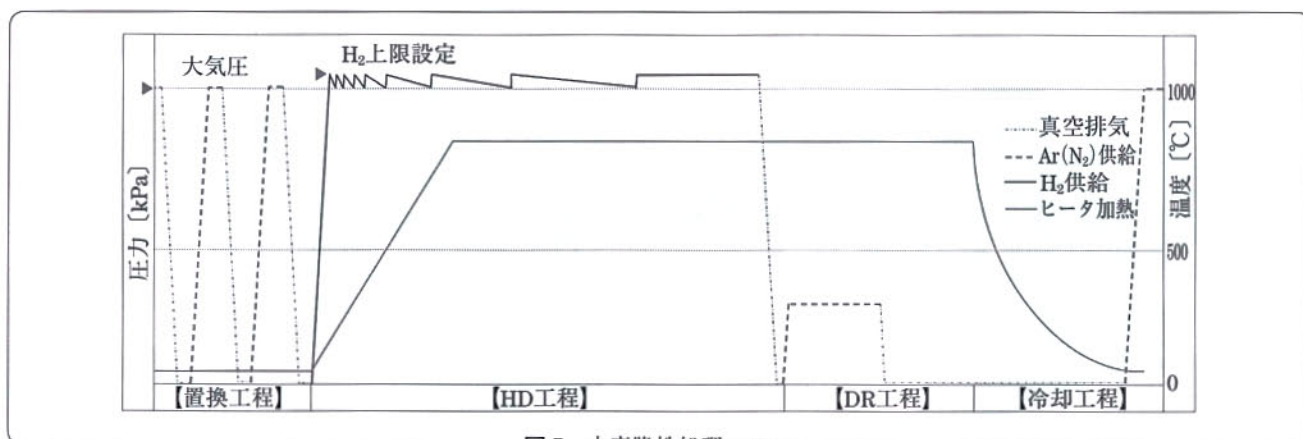


図5 水素脆性処理フロー

表1 水素脆性化におけるMHRKの特徴

工程	ベルジャー型	MHRK
HD	静置された粉体の外層面から伝熱とH ₂ 吸蔵が伝播し反応に長時間を要し、品質も不均一化しやすい。	レトルト回転により、絶えず粉体が流動するため均一に伝熱とH ₂ ガス接触が行われ、短時間で反応が完了。品質も均一化する。
DR	静置された粉体の外層面から伝熱とH ₂ 放出が行われ、粉体内層部の脱H ₂ 完了までに長時間を要し、品質も不均一化し易い。静置反応のため、Tiなどの原料によっては焼結が発生し後工程で粉砕が必要となる。	レトルト回転により、絶えず粉体が流動するため均一に伝熱とH ₂ 脱ガスが行われ、短時間で反応が完了。品質も均一化する。回転流動によって粉体の焼結が発生しない。
冷却	静置された粉体の外層面から放熱するため、粉体内層部の冷却までに長時間を要す。	レトルト回転により、絶えず粉体が流動するため粉体内層部の蓄熱が発生せず、均一に放熱し短時間で冷却が完了。冷風ブLOWERを用いレトルト外壁を強制冷却することで降温の短縮が可能。

部である粉体の外層面で局所的に水素化反応が始まるためバラツキがあり、反応開始までに長時間を要する。反応過程においては、粉体外層面から急激に水素化物が生成され発熱し、反応熱が粉体層内で蓄熱して粉体層内部の反応を阻害してしまう。このため、粉体の温度監視を行い発熱状況に応じて、H₂ガスの流量を絞り過度の温度上昇を抑制する必要がある。反応終了後の冷却工程においても、粉体層表面の放熱が主体のため内層部までの降温に時間が掛かっている。一連のプロセスで、反応開始において特に長時間を要していた。

MHRKでは、粉体が流動するため局所的なガス反応が無く、粉体全域において俊敏に水素化反応が開始する。水素化過程では粉体内での蓄熱は発生せず、簡便なガス制御によって短時間で均一に反応を促進できる。冷却過程では、粉体の流動により粉体層の蓄熱は発生せず、また冷却ブLOWERによるレトルトの強制冷却によって、短時間での降温が可能となった。実例として、Nd合金5kgを静置処理した場合、反応開始から冷却完了まで20時間要していたものが、回転による流動処理では2時間に短縮されている。

3. 新素材開発への適応

多目的水素ロータリーキルンMHRKは、Nd合金やTi金属など水素吸蔵の性質を持つ金属以外にも、

さまざまな粉体のガス反応処理に有効である。

冒頭に述べた、脱CO₂化の加速に伴い電気自動車台頭することで、必然的にそれらに使用されるさまざまなレアメタルの資源枯渇が懸念される。これらのリサイクル工程においても、既にMHRKが用いられている。コバルトのリサイクルにおいては、シュウ酸コバルトをH₂還元して金属コバルトの生成を行ったり、タングステンのリサイクルでは、APT(パラタングステン酸アンモニウム)をN₂雰囲気中で焙焼しWO₃を生成する工程で採用されている。

触媒業界では、貴金属を担持させたアルミナ担体を脱塩素処理するため、本装置を用いて複雑なH₂還元反応により新機能触媒を開発した事例や、航空機業界では、N₂雰囲気中で粉末を回転流動させ熱処理を行い、金属Ti表面に均一な窒化膜を生成させて製品強度を改善するなど、さまざまな分野で活用されている。MHRKが形成する、高温のレトルトを回転させながら真空およびガス雰囲気を保持し粉体を流動させる環境は、従来の機械的制約を解消するのみならず、新素材の開発においても重要な礎になると確信している。

なお、弊社の本社工場には、本稿で紹介した多目的水素ロータリーキルンのテスト機が常設されており、希望の方は同装置を利用することが可能である。(お問い合わせは、弊社営業まで)