

## ラボ用多目的ロータリーキルン

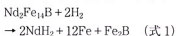
杉山 大介<sup>\*</sup>

### 1. 新素材開発の現状と課題

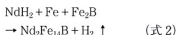
世界規模でCO<sub>2</sub>抑制に向けた動きが加速している。自動車業界では、内燃機関に代わって20年後には、電気エネルギーを主動力とする自動車全体の50%を占めると予想されている。

この電気系自動車の性能を決定するのが、原動機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1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、粉砕重み等がない組織の微細化や微粒子化が望ましく、図1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、600~1,000℃の水素雰囲気下でネオジム合金に水素を吸蔵させて、水素化合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600~1,000℃の温度域で加熱減圧によりH<sub>2</sub>を追い出すことで、再びNd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B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H<sub>2</sub>ガス流量制御やO<sub>2</sub>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、静置された粉体の内層部まで完全にH<sub>2</sub>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H<sub>2</sub>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、2015年に1,000℃温度で1Pa減圧雰囲気を保持できる簡易試験用の「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。冒頭の経済情勢に伴ってMHRKの需要も伸びており、要望の多かった少量多品種のラボ用試験機を開発したので、その構造と特徴を以下に述べる。

### 2. ラボ用MHRKの概要

#### 2-1. 主構造

ラボ用MHRKの外観および構造を、写真1と図2に示す。④可搬ベースの支柱に設置された⑤手動傾動機構を支点として、傾動する①コンベッドに、②電熱ヒーター、③レトルト、④駆動モーター、⑤原料缶が設置されている。レトルトの片端面から原料投入と回収を行うため、コ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。

#### 2-2. レトルト

レトルトの有効容積は1.5L/bであり、側面部に原料缶を装着して原料の供給と回収を行う。標準レトルト材質はSUS310Sであるが、原料特

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

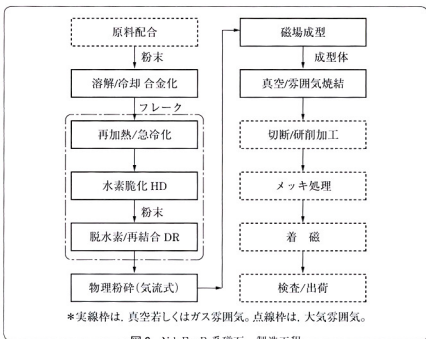


図2 Nd-Fe-B系磁石 製造工程

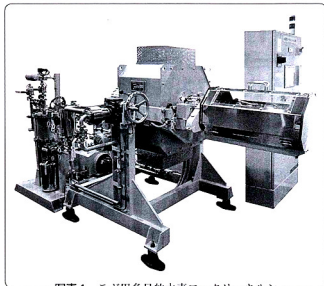


写真1 ラボ用多目的水素ロータリーキルン  
MHRK-I-15

性や使用温度により、インコネル・ハステロイなどへの変更が可能である。レトルトおよび原料缶には、それぞれ真空対応のボールバルブ⑦⑧が配置され、両バルブはフェールクランプで連結される。

原料缶の反対側面には、レトルト内部の真空排気とガス供給を行う2重管⑤が配置されている。真空排気用の外筒はレトルトと共に回転し、ガス供給を行う内筒は固定系となる。原料温度測定用の熱電対は、レトルト外から内筒を通して導入され、直接原料に接触させて測温する。また、固定系の内筒先端部にサンプルトレイを装着し、流動と静置の比較原料サンプルを同時に製作することも可能である。

反応処理は、コモンベッドを水平位置にして行う。事前に、流動する原料層の表面に向けたガス噴出口の位置調整や、反応で発生したガスの排気、レトルト内のガス分圧や減圧制御の条件を設定する。レトルト回転は0.3~3min<sup>-1</sup>可変。レトルト内のリフター形状や本数は、原料特性に応じて設計製作となる。

### 2-3. 真空排気・ガス供給装置

真空排気系とガス供給ユニットは、コモンベースに設置され、装置本体とはサニタリー配管で連結される。真空排気系は、真空ポンプ・真空対応バグフィルター・排気配管類で構成される。反応ガスの用途に応じ

て、真空ポンプおよび真空計の仕様が異なり、水素など可燃性ガスの場合、防爆対応の真空

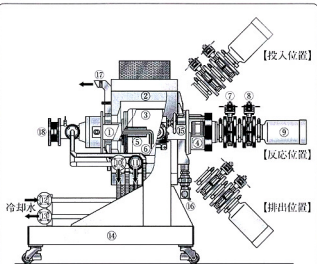
ポンプや隔離式真空計を選定する。

標準仕様はドライポンプであり、用途に応じてメカニカルブースターポンプや油拡散ポンプなどの選択も可能である。採用する真空ポンプによって到達真空は異なるが、無原料で回転するレトルトにおいて1,000℃温度で1Paの真空保持が可能である。真空ポンプを保護するため、真空ポンプ吸引ラインの上流にバグフィルターが設けられている。

ガス供給ユニットは、ガス供給の流量制御用マスフローメーター、流量調整弁、炉内圧力計などで構成される。反応ガスは、別スタンドに設置された7m<sup>3</sup>ガスボンベから供給される。ガスラインは、雰囲気置換用のN<sub>2</sub>やAr、応用のH<sub>2</sub>やO<sub>2</sub>など3~4種類の種別配管で構成される。

マスフローメーター仕様では、各ガスラインの流量調整弁を手動で設定し、積算流量計若しくは炉内圧力計の信号にてガス供給弁の開閉を行う。体積流量制御となる。マスフローコントローラー仕様では、各ガスの質量流量制御となる。

原料反応で発生したガスにより、レトルト内圧が上限設定値を超える



- ①コモンベッド ⑦レトルトバルブ ⑬冷却水ドレン  
②電熱ヒーター ⑧原料缶バルブ ⑭可搬ベース  
③レトルト ⑨原料缶 ⑮手動傾動機構  
④駆動モーター ⑩真空排気ポート ⑯冷風打込みポート  
⑤真空排気/ガス導入管 ⑪ガス導入ポート  
⑰熱風排気ポート ⑥熱電対  
⑫冷却水供給ポート ⑱ラプチャーディスク

図2 ラボ用多目的水素ロータリーキルン  
(1.5L/b) 構造

と、圧力開放弁が開いて系外へガスを放出する制御を行う。レトルト内圧上限を大気圧よりも低く設定すると、大気中のN<sub>2</sub>やO<sub>2</sub>が系内に逆流する恐れがある。ガス放出圧が1kPa程度であれば、真空対応の逆止弁を設け系内への大気流入を阻止することが可能である。より低圧での圧力制御については、防爆対応の真空ポンプによる排気や、真空チャンバーを別途設置し圧力開放を行う。

### 2-4. ヒーター

標準仕様の電熱ヒーター発熱量は10kWであり、加熱帯は300mmと短いため1ゾーンでPID温度制御を行う。ヒーターの昇温速度は300℃/h、max. 1,050℃となる。原料の降温工程では、ヒーター停止後にヒーターユニット底部からブローで外気をヒーター内部へ送風し、レトルト外面を空冷しつつヒーター内部の蓄熱を放散させて素早い降温が可能となる。

### 2-5. 制御

制御盤は、タッチパネルインターフェースで手動/自動の機器操作や運転時の諸条件設定と各データの運転モニターを一貫して行う。温度勾

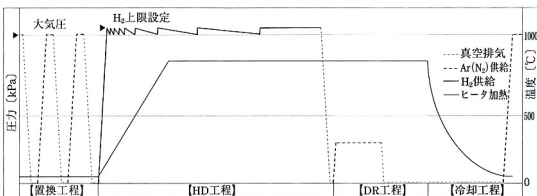


図3 水素脱性処理フロー

配（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。各計測データは内部メモリへ保存され、メモリ媒体を介してPCへの取り込みも可能である。

図3に水素脱性処理フロー運転設定の一例を示す。ラボ用MHRKでは、図のように温度、減圧、ガス供給、レトルト回転の条件を任意に設定し原料反応操作に自動で対応することができる。

### 2-6. 運転操作

レトルト内への原料供給は、レトルト側面に設けられたフェールポートから行う。コモンベッドを排出位置に傾動させ、レトルトバルブと原料缶バルブを閉じた状態で、フェールクランプにてレトルトと原料缶を接続する。接続後、手動傾動機構のハンドルを回し、コモンベッドを投入位置まで移動する。装置の傾動範囲は、 $-50^{\circ}$ ～ $50^{\circ}$ となる。

レトルトバルブと原料缶バルブの連結短管部の残留大気を置換するため、レトルトバルブのみ開いてレトルト系を真空ポンプで排気し、ガスユニットからガスを導入する。連結短管部の置換終了後、原料缶バルブを開きレトルトを回転させて、原料を投入する。

原料の投入完了後、コモンベッド

を水平の反応位置へ戻し、自動運転で反応処理を行う。反応完了後、コモンベッドを排出位置まで傾動しレトルトを回転させて、レトルト内の原料を原料缶へ排出する。排出完了後、レトルトバルブと原料缶バルブを閉じ連結短管部のフェールクランプを外して両者を分離するので、レトルト内および原料缶内の原料が大気暴露されることはない。

### 3. ラボ用MHRKの特徴

水素脱性化処理における、水素と金属は式3の反応となる。



M：金属

MH<sub>x</sub>：水素化合物 (式3)

式3において、水素化合物を生成する時は発熱反応であり、水素化合物がH<sub>2</sub>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パツキがあり、反応開始まで長時間を要する。反応過程においては、粉体外層面から急激に水素化合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、H<sub>2</sub>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、これらの問題を解消することが可能となった。粉体の流動で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放熱が効率的となり、また冷却ブローによるレトルトの強制冷却によって、短時間で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時間を要していたものが、回転による流動処理では2時間に短縮されている。

このように、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持続し粉体を流動させる環境は、さまざまな新素材の開発の可能性に繋がるものと思われる。

弊社の本社工場には、本稿で紹介したラボ用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）。