

優れたビーズ分離能力を有する 湿式ビーズミル「ムゲンフロー-MGF」

アシザワ・ファインテック(株)
開発課 主任
中島 翼

1. はじめに

近年、微粒子技術が急激に発達している。スマートフォンや電池などの電子部品の小型化、自動車用塗料やインクジェットプリンターインクなどでの鮮やかな色彩の表現、CNTなど新素材の実用化、食品や医薬品など、様々な業界の製品に欠かせない技術となっている。私たちの生活を日々変化させ、支えているのがまさに微粒子技術である。

微粒子の生成方法としては、ビルドアップとブレイクダウンの2つに大別される。ビルドアップは原子や分子などを化学反応によりサブミクロン以下へ粒子を成長させる方法で、ブレイクダウンは材料に機械的なエネルギーを加えてマイクロメートルからナノメートルまで微細化する方法である。プロセスや処理量を考慮すると、サブミクロン以下への微細化にはブレイクダウンである粉碎法が有利と考えられる。粉碎法とは、エネルギーが剪断、圧縮、衝撃、摩擦などの力となって材料に加えられ、応力を生じさせて変形、破壊することによって微細化を行うのである。中でも、湿式法、乾式法に分別され、乾式法では粉碎限界粒子径が大きいことから、湿式法が有効であると考えられている。湿式法においてビーズミルは、数十nmまで微細化し、効率良く微粒子を生産できる代表的な装置である。ここでは、当社の新製品湿式ビーズミルである「ムゲンフロー-MGF」(以下

MGF)について説明する。

2. ビーズミルについて

ビーズミルとは、媒体であるビーズが充填された容器(以下、粉碎室)内で、アジテータと呼ばれる部材が回転することでビーズが運動し、衝撃や剪断などの力により材料を微細化する装置である。湿式法では、プレミキシングタンク内で材料と溶媒を混合したスラリーは、ポンプで粉碎室内へ供給され、ビーズにより微細化される。そして、微細化されたスラリーは、粉碎室内で遠心分離によりビーズと分離され、スラリーのみ排出される。ビーズミルのイメージ図を図1に示す。

3. ビーズミルの運転方法

ビーズミルの運転方法は、バッチ方式、パス方式、循環方式に分別される。

バッチ方式は、粉碎室内にビーズと

スラリーを投入し、処理する方式である。主に少量処理に向いており、研究用で使われている。生産能力は粉碎室容量に依存するため、大量生産には不向きで、研究等に使われている。

パス方式は、プレミキシングタンクからポンプで粉碎室内へ供給され微細化し、回収タンクへ排出される方式である。大量生産が可能で易分散スラリーに向いている。目標の粒子径へ到達するには、ポンプ供給量を少なくし、粉碎室内の滞留時間を長くすることが挙げられる。しかし、それだけでは到達粒子径に限界があるので、2つのタンクを交互に入れ替えて処理を行う多重パス方式も存在する。この場合、タンクの入替えが必須になるため、作業性が悪い。これの解決案として、ビーズミルを直列に設置する方法が挙げられるが、複数台のビーズミルとその他付帯設備が必要となるため、設備費用が大きくなってしまふ。

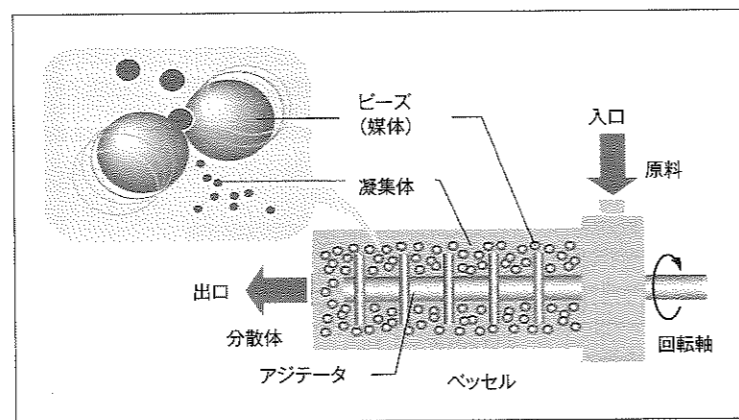


図1 ビーズミルの原理(イメージ図)

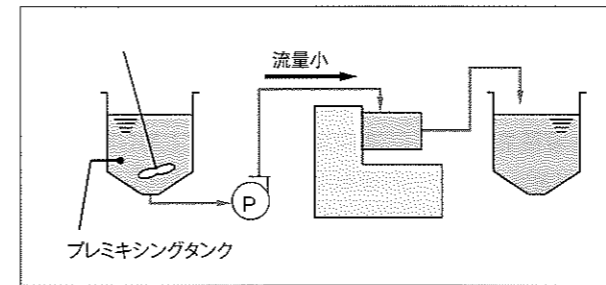


図2 パス方式

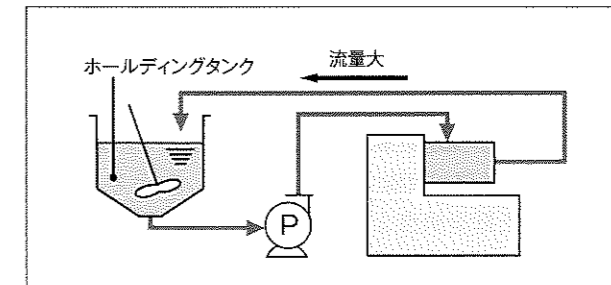


図3 循環方式

循環方式は、ホールディングタンクを設け、ポンプ、粉碎室の経路を微細化スラリーが循環する方式である。処理時間の長い難分散スラリーに向いており、作業性が良く、粒子径の制御がしやすいことがメリットとして挙げられる。ビーズミルにおいて、粒子径分布をよりシャープにするためには、同じ滞留時間であれば1パス運転よりパス回数を多くした循環運転のほうが最適である。パス方式、循環方式のイメージ図を図2、3に示す。

4. ビーズミルの運転条件

ビーズミルでの運転条件にはいくつかの項目が存在する。ビーズミルの粉碎室やアジテータ形状、スラリー流量、ビーズ径、また使用するスラリーの粘度などが挙げられる。ここでは、ビーズミルの粉碎室やアジテータ形状を同一としたとき、その他項目を変化させるとどのような影響を示すかを説

明する。

(1)ビーズ径

粉碎・分散効率に影響を与える因子として、ビーズ径の影響は非常に大きい。ビーズ径は、スラリー粘度、原料の粒子径、目標の粒子径などにより、使用するビーズ径を選択しなければならない。

ビーズミルで使用されるビーズ径は、一般的にφ 0.03 ~ 2.0 mmであり、数十nmまでの微細化を目的とする場合、微小ビーズを選択することが有効である。原料の粒子径、凝集体の凝集状態によっても異なるが、使用するビーズ径を小さくするほうが粒子径は小さくなり、エネルギー効率(単位質量当たりの消費電力量)も向上し、より少ないエネルギーでの微細化が可能である。

(2)スラリー粘度

前述したように、より小さな粒子径を得るためには、微小ビーズの使用は

必須である。しかし、微小ビーズと高粘度スラリーの組み合わせの場合、運転条件に注意が必要である。ビーズミル内部のイメージ図を図4に示す。高粘度スラリーを取り扱うことで、出口側にビーズが流され、出口側に偏析する現象が発生する。これにより、過度な動力上昇、内部の圧力上昇、部材の偏摩耗などが発生し、運転不可になる可能性も考えられる。

(3)スラリー流量

循環方式において、スラリー流量を上げるほどパス回数が増え、よりシャープな粒子径分布が得られ、製品の品質としては非常に良い影響を与える。図5にパス運転との比較を示す。図5より、同じ滞留時間でもパス回数を多くしたほうがよりシャープな粒子径分布が得られることが分かる。

しかし、微小ビーズや高粘度スラリーの組み合わせの場合、(2)で述べたようにビーズの偏析が発生する可能性

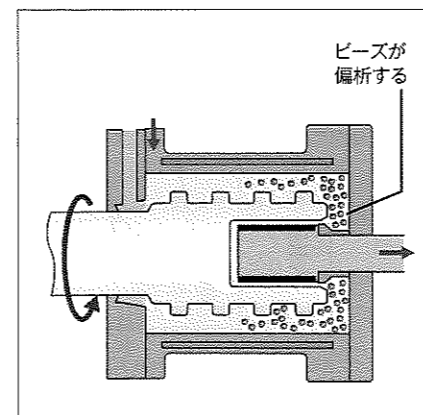


図4 ビーズ偏析時のイメージ図

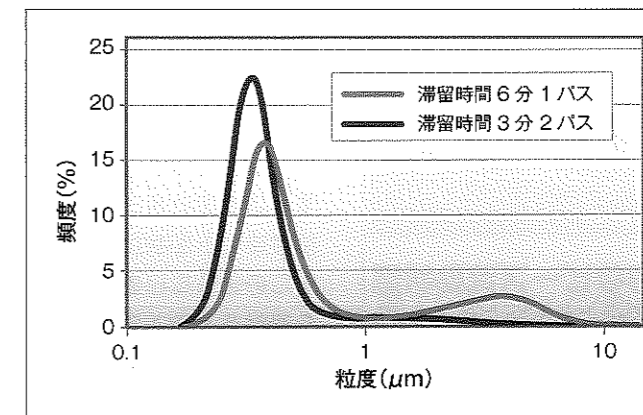


図5 パス運転と多重パス運転の粒子径比較

が考えられる。また、粉碎室内の温度上昇にも影響を与え、スラリー流量が少ないと粉碎室内の滞留時間が長くなることで温度上昇が大きくなる。逆にスラリー流量を多くすると温度上昇を抑制でき、低温処理が可能である。

ビーズミルを取り扱う上でこれらの項目のバランスが非常に重要である。高粘度スラリーを、微小ビーズで、大流量循環運転が可能であること、すなわちビーズ分離性能が非常に高いことが、顧客要望を幅広く叶えるためのビーズミル性能として必要不可欠であり、これに加えて高い粉碎・分散性能を有することが理想的なビーズミルである。

5. ムゲンフローMGFの開発

当社のビーズミルである「スターミルLMZ」（以下LMZ）は、約20年間、主力製品として当社を支えてきた。しかし近年、微粒子技術が発達したことにより、サブミクロン、ナノサイズまでの微細化のために微小ビーズの使用頻度が増えたことや、生産効率を向上させるために高濃度・高粘度スラリーを用いた粉碎・分散の要望が多くなったことから、高いビーズ分離性能を有したビーズミルの需要が高まった。それに対して、LMZでは対応できない高粘度スラリーが多々存在し、ビーズ分離性能に関して苦戦を強いられてきた。

そこで、従来のLMZと同等以上の粉碎・分散性能を有し、ビーズ分離性能を格段に向上させた、LMZの完全上位型のビーズミルを製作することをコンセプトとし、MGFの開発を行った。

6. 理想的なビーズ流動状態

開発の鍵となったのは、粉碎室内のビーズ流動状態の追求である。低～高粘度スラリーや微小ビーズを取り扱ったときの理想的なビーズの流動状態を

追求し、それを実現することが最大のポイントである。

理想的な内部のビーズ流動状態は、粉碎室内のビーズ存在濃度が均一であること。例えば、スラリー流量を多くしたときや微小ビーズを使用したとき、高粘度スラリーを使用したときなど、運転条件を変更しても内部のビーズ流動状態が変化せず、均一なビーズ濃度を維持できていることである。これを確認する方法として、2つ挙げられる。

1つ目は、目視で確認することである。通常、粉碎室はステンレスやセラミックスで形成されており、粉碎室内のビーズ流動状態を目視で把握することはできないが、これを透明アクリルなどで製作し、可視化することで把握することができる。

2つ目は、各種取得データから把握する方法である。ビーズミル運転時には、内部の圧力、電力、温度など、様々なデータを取得する。例えば、運転時間経過に伴い、内部の圧力が徐々に上昇する現象が現れたとする。これは、粉碎・分散によりスラリー粘度が上昇し、粉碎室内のビーズが出口側に偏析し、出口のスクリーン（ビーズとスラリーを物理的に分離するもので、ビーズ径よりも約1/2小さい目開きで設計されている）の開口面積を小さくすることで圧力上昇が発生していることと推測できるのである。そのほかにも、運転時間経過に伴い、ビーズの偏析によって電力が大きくなっていることや、電力上昇に伴いスラリー温度が上昇することなど、データを取得し確認することで、ビーズミルの異常を素早く察知できるのである。

このように、あるデータの数値変動を観察することで、ビーズの偏析やスクリーン目詰まりなどの現象を推測することができる。この2つの方法を活用して、MGFの開発にあたった。こ

では、各種データより分析した性能評価結果について説明する。

7. 分離性能評価

本開発では、LMZとMGFを各々同等の運転条件で比較を行い、①スラリー流量に対する圧力の上昇傾向、②スラリー流量に対する電力の増加率傾向の2種類を主な評価基準とした。なお、高粘度スラリーとして、擬塑性流体である炭酸カルシウム75 wt%スラリーを使用した。

(1)スラリー流量に対する内部圧力の上昇傾向

主に、スラリー流量を上げるときや高粘度スラリーを使用するときは、内部圧力が大きくなる。図6にLMZとMGFのスラリー流量に対する内部圧力のグラフを示す。

図6より、スラリー流量が多いほど、内部圧力が高いことが分かる。見方として、スラリー流量に対する内部圧力の上昇率が大きいほど、内部のビーズが出口側に偏析している可能性があることを意味する。内部圧力値が0.2～0.3 MPaがビーズミルとしての使用範囲であり、それ以上を超えて運転を行うと、機械不具合につながってしまう。そのため、傾きが緩やかなほど

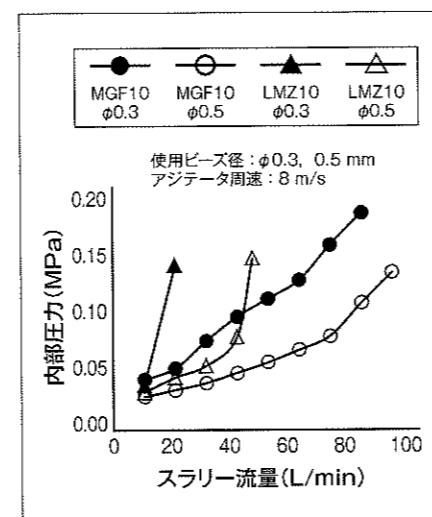


図6 内部圧力比較

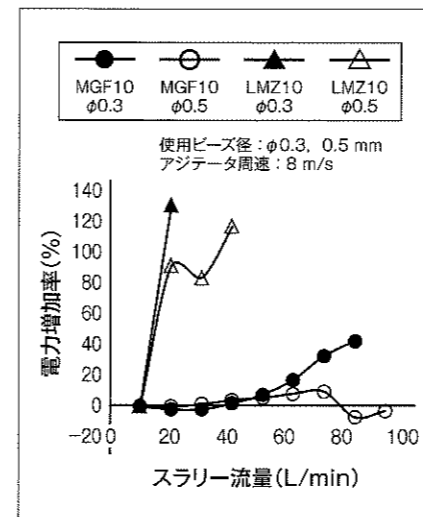


図7 電力増加率比較

良好な結果である。

LMZとMGFの差は歴然であり、MGFはスラリー流量に対する内部圧力の上昇傾向は小さく、LMZでは到達できない範囲までスラリー流量を多く出すことが可能である。これにより、分離の性能が格段に向上したと判断できるのである。

(2)スラリー流量に対する電力の増加率傾向

電力増加率について、(1)式に示す。 $P = ((P2 - P1) / P1) \times 100 \dots (1)$

P : 電力増加率[%]
P1 : 初期流量時の電力[kW]
P2 : 流量増加時の電力[kW]

電力増加率とは、初期流量時の電力を基準とし、そこから流量増加に伴いどの程度の割合の電力が増加しているか把握するものである。この値が大きいほど、ビーズの偏析が大きく、小さいほどビーズの偏析が小さいと判断した。

図7に、LMZとMGFのスラリー流量と電力の増加率を比較したグラフを示す。図7より、LMZよりもMGFのほうが電力の増加率を抑制できていることにより、ビーズの偏析が少ないと判断した。これらの結果より、MGFはLMZよりも分離性能が非常に優れてい

ることが分かった。

8. ムゲンフローMGFの特徴

高分離性能を有することで、下記のようなメリットが挙げられる。

(1)大流量運転

従来よりも大流量運転を可能にしたことで、よりシャープな粒子径分布を得ることができる。また、ホールディングタンクや熱交換器などの外部冷却設備の利用により、粉碎室内の温度上昇を抑制することで、低温処理が可能である。これは(2)式で示す。

$$Q = \Delta T \cdot \rho \cdot w \cdot c \dots (2)$$

Q : 交換熱量[J/h]

ΔT : 温度差[K]

ρ : 密度[kg/m³]

w : 流量[m³/h]

c : 比熱[J/kg・K]

(2)式より、スラリー密度、比熱、交換熱量が一定であるとき、流量を大きくすることにより、温度差が小さくなる。仮に、流量が多いときと少ないときのスラリー入口温度を一定とした場合、流量が多いほうが温度差を小さく抑制できる。外部冷却設備でスラリー入口温度まで除熱することができ、低温処理が可能である。これは、有機溶剤系のスラリーで、揮発の観点から温度上限を制限されているものや高温で材料の劣化を起こしてしまうものなどに非常に有効である。

(2)高粘度スラリーの取り扱い

MGFは、高分離性能を得たことにより、LMZよりも容易に高濃度・高粘度スラリーを取り扱うことができ、生産性向上にもつなげることができる。また、粉碎・分散後の乾燥工程がある場合、溶媒の濃度が少ないことから、少量のエネルギーで乾燥工程を終えることができる。

(3)微小ビーズの使用

使用ビーズ径の範囲が広くなり、微

小ビーズの使用が可能である。高効率で、より細かい粒子径領域までの粉碎・分散が可能である。

9. ムゲンフローMGFの用途

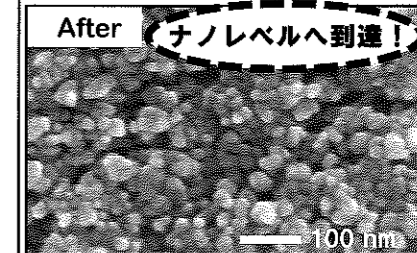
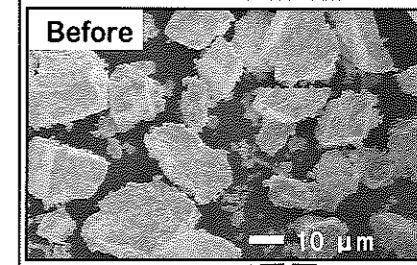
炭酸カルシウム75 wt%スラリーなどの高濃度、高粘度スラリーが主な用途として挙げられる。その他にも、電池用途向けの電極ペーストや印刷インキ用の顔料ペーストなどが該当する。

10. おわりに

新製品ムゲンフローMGFの登場で、ビーズミルでは今までできなかったような高粘度スラリーの取り扱い、大流量循環運転、微小ビーズの使用を可能にし、ビーズミルの運転条件幅が格段に広がった。

湿式も、乾式も。
微粉碎・分散なら、
アシザワ・ファインテック

粉碎例：炭酸カルシウム



微粒子技術で“新しい可能性の共創”
アシザワ・ファインテック株式会社
本社・実験室
〒274-8572 千葉県習志野市茜浜1-4-2
TEL 047-453-8111
http://www.ashizawa.com