

特集 高機能化するセラミックスと粉体技術

第2部 セラミックスと粉体技術

セラミックスと微粉碎・分散技術

アシザワ・ファインテック(株) Ishii Toshihiro
石井 利博

微粒子研究所
〒275-8572 千葉県習志野市茜浜1-4-2
☎047-453-8113 e-mail ishii@ashizawa.com

はじめに

セラミックスのほとんどは粉体を原料とするため、出発原料粉体の性質が最終製品の機能を大きく支配する。セラミックス用の粉体は、緻密化の促進や焼結体特性向上の必要性から高純度かつ微粒子化する傾向にある。電子部品用セラミックスにおいては、微粒子化、粒子径および粒子径分布の制御、不純物の混入防止、化学組成の均一性、粒形の制御が求められている。これらの微粒子は、いかに均一な粒子が作れるかという粒子径分布の制御や微粒子化することでいかに粉体の特性、機能を創出するかということが重要になっている。

微粒子の生成方法は、粉碎する原料に機械的(物理的)エネルギーを加えて微細化して砕製物(製品)を得るブレイクダウンと、原子、イオンあるいは分子を化学反応により、その組立て、成長を制御することにより微粒子とするビルトアップとに大別できる。

現在、工業的に最も利用されている方法はブレイクダウンに属する粉碎法である。粉碎法でナノ粒子を生成するためには湿式粉碎が行われる。この湿式粉碎には、超微粉碎機であるビーズミルが有効である。また、ナノ粒子を生成するためにはビルドアップが有利であるが、ビルドアップで生成されたナノ粒子は凝集体を形成しやすい。ナノ粒子として利用するためには、この凝集体は解き

ほぐす必要がある。このナノ粒子の液相中での物理的および機械的手法による分散技術は著しく進歩している。その代表的な手法にビーズミルがある¹⁾。

ここでは、粉体を微粒子化するための装置として使用される湿式ビーズミルの微粉碎・分散方法について説明する。

ビーズミルの原理

ビーズミルは、粉碎媒体であるビーズが充填されたベッセルと呼ばれる円筒容器内で攪拌部材であるアジテータを回転させビーズを攪拌し、その衝突力やせん断力などの複合作用により砕料を粉碎する装置である。砕料を粉碎することで得られた砕製物は、ベッセルの出口でセパレータによりビーズと分離され吐出される。ビーズミルの原理(イメージ図)を図1に示す。

この粉碎操作を気中で行う場合を乾式粉碎、液中进行する場合を湿式粉碎という。乾式ビーズミルでは砕料をフィーダでベッセルに定量供給し、湿式ビーズミルでは砕料と溶媒とを混合したスラリーをポンプにより連続的にベッセルに送液する。

乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの比較

乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの特徴の比較を表1に、乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの粒子径の比較を表2に示す。乾式ビーズミルと

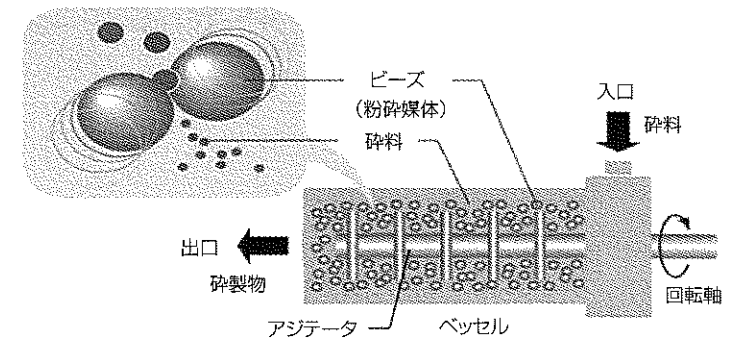


図1 ビーズミルの原理(イメージ図)

表1 乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの特徴の比較

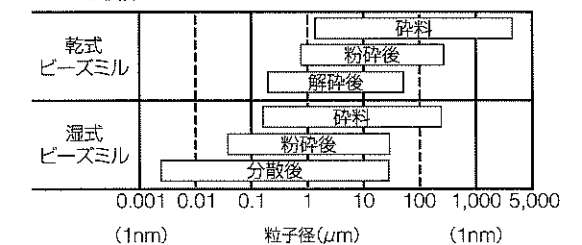
	乾式ビーズミル	湿式ビーズミル
ビーズ径	3.0~8.0mm	0.03~2.0mm
軸シール	容易 (オイルシール)	困難 (メカニカルシール)
部材摩耗	小(1/10)	大
粒子の凝集	強い	弱い
粒子の複合化	良	可
メカノケミカル	大	極小

湿式ビーズミルでは、使用するビーズ径およびビーズの攪拌速度の違いからビーズに作用する力が異なる。乾式ビーズミルでは比較的大きな径のビーズを使用し、これを攪拌するため、粗大粒子を容易に粉碎することができる。一方、湿式ビーズミルでは微小ビーズを使用し、これを高速で攪拌するため、せん断力と摩擦力が主体になるので微粉を作りやすくなる。この各々の特徴を活かし、乾式ビーズミルと湿式ビーズミルを使い分けることで高効率な粉碎処理が可能になるが、乾式粉碎と湿式粉碎を組み合わせることで、さらに効率の良い粉碎が可能になる場合がある²⁾。

湿式ビーズミルの運転方法

湿式ビーズミルの運転方法には、砕料と溶媒を混合したスラリーを連続的にベッセルに送液し、目的の粒子径にするためにパスを繰り返すパス方式とホールディングタンクを設けてポンプ、ビーズミルおよびホールディングタンクで循環系を形成させる循環方式がある。

表2 乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの粒子径の比較



パス方式は大量生産向けで、易粉碎・分散のスラリーで用いられている。パス方式のイメージ図を図2に示す。供給量を少なくし、1パスあたりの処理時間(滞留時間)を長くしても到達粒子径には限界があるので、1パスで目標粒子径に到達しないスラリーには、パス回数を重ねる多重パス処理を行う。

循環方式は作業性が良く、処理時間の長い難粉碎・分散性のスラリーに適する。循環方式のイメージ図を図3に示す。循環方式では、大流量での運転を行うことで、同じ運転時間であればパス回数を増やすことができ、スラリー中のすべての粒子がミル内を多重パスするので、微細でシャープな粒子径分布を得ることができる。また、ビーズミル内での1パスあたりの滞留時間が短いので、スラリーの温度上昇が少ない。ホールディングタンクやクーラーなどで外部冷却を行うことでスラリーの温度制御や低温処理が可能となる。

湿式ビーズミルの粉碎・分散効率に影響を与える因子

粉碎・分散効率に影響を与える因子として、ビーズ径の影響は大きい。湿式ビーズミルで用いら

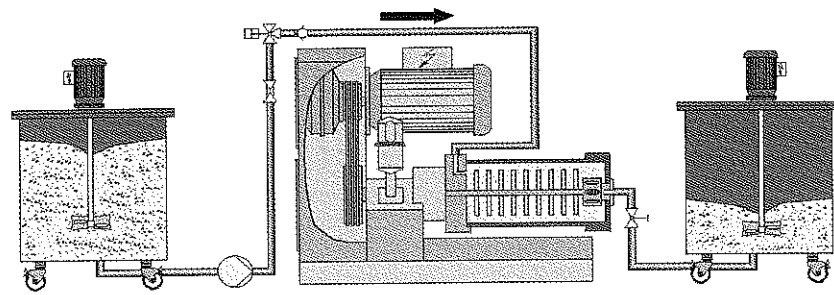


図2 パス方式のイメージ図

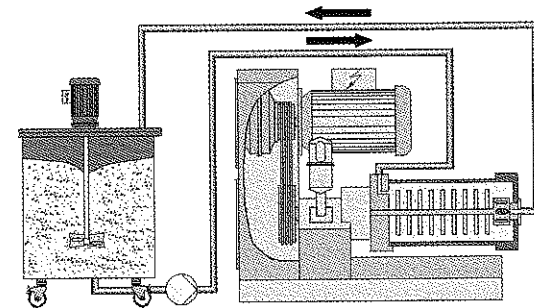


図3 循環方式のイメージ図

れるビーズ径は0.03mm~2.0mmであるが、ナノメートルサイズへの粉碎や一次粒子近くまでの分散を目的とする場合には、0.1mm以下のマイクロビーズを選択する必要がある。砕料の大きさにもよるが、使用するビーズ径は小さい方が砕製物や分散体粒子径は小さくなり、エネルギー効率も向上する。

また、一般的に、ベッセルへのビーズ充填率は70~90%、アジテータ周速は6~15m/sに設定される。ビーズ充填率やアジテータ周速は、ベッセルやアジテータ形状、運転方法に適した値があるが、ビーズ充填率が高くアジテータ周速が速いほうが粉碎・分散速度は速くなる。しかし、ビーズ充填率を高くしアジテータ周速を速くすることで、スラリーの発熱やビーズやミル内部の部材の摩耗が大きくなることが予想されるため、発熱や摩耗を考慮した運転条件を決定する必要がある^{3), 4)}。

さらに分散において、アジテータ周速を速くすることで逆に分散結果が悪くなる場合がある。これは、アジテータ周速が速いことでビーズが一次粒子に過度のエネルギーを与え、粒子の表面が活性となることで再凝集が起こり、一次粒子まで粉碎する過分散が発生したことが原因と考えてい

る。この過分散を防止し、分散により粒子の特性を向上させるための分散方法をマイルド分散[®]と呼ぶ。マイルド分散[®]は、一次粒子にダメージを与えず、粒子の特性、機能を向上させる分散方法である。また、ビーズミルには、装置からのコンタミネーションの生成という課題もあるが、マイルド分散[®]を行うことで、無駄なエネルギーを抑えて高いエネルギー効率で分散ができるので、摩耗やコンタミネーションの防止や低減になる⁵⁾。

● ナノ粒子分散大量生産用湿式ビーズミル

ナノ粒子分散大量生産用湿式ビーズミルは、セパレータに別駆動遠心分離機構を付与することでビーズ分離と粉碎・分散力を独立できるため、幅広い運転条件設定ができる装置である⁶⁾。

ナノ粒子分散大量生産用湿式ビーズミルの外観およびベッセル内部のイメージ図を図4に示す。ビーズ分離と粉碎・分散力を独立させたことで、粉碎と分散の繊細なコントロールと微小ビーズの安定した使用と分離が可能になった。さらには、ビーズの流れをコントロールすることで均一な力の分布となり、粒子に適切なせん断力を付加できる技術が確立した。この技術により、高分散が可能になるビーズの流れが実現し、高度なナノ粒子生成が可能になった。

● おわりに

原材料などに用いる微粒子を生成する場合、粉碎・分散は重要な工程である。

ここでは、原材料などを微粒子化することが可能な装置である湿式ビーズミルについて説明した。

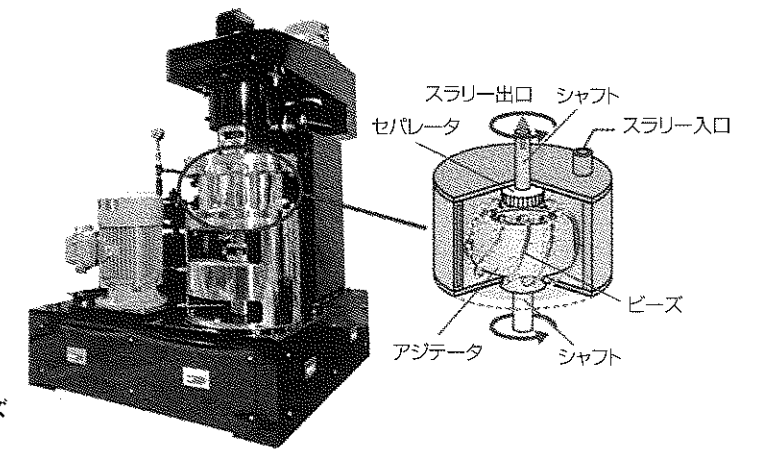


図4 ナノ粒子分散大量生産用湿式ビーズミル

湿式ビーズミルは、サブミクロンから数十nmまでの微粉碎・分散が可能な装置である。湿式ビーズミルの粉碎・分散効率は機械的条件(運転条件、形状条件)で変化し、とくに微小ビーズを使用することで向上する。しかし、砕料の一次粒子径や凝集体などの粒子性状によっても影響されるので、運転条件の設定には注意が必要である。

最適な粉碎・分散処理を行うためには製造プロセスや対象物の特性に合わせた装置の選定が重要になるが、ビーズミルを用いることで微粒子を効率よく生成することが可能になる。

参考文献

- 1) 神谷秀博、飯島志行: ナノ粒子の分散挙動制御とその応用、粉碎、55、12、(2011)、p.12、ホソカワミクロン(株)。
- 2) 山際愛: 「微粒子」製造とハンドリング 乾式および湿式ビーズミルによる最新微細化技術、化学装置、52、5、(2010年)、p.17、工業調査会。
- 3) 石井利博、橋本和明: ビーズミルにおける粉碎粒子の粒子径に及ぼす粉碎条件の影響、J.Jpn.Soc.Colour Mater.、84、5、(2011)、p.163、色材協会。
- 4) 石井利博、橋本和明: ビーズミルによる二酸化チタンの分散粒子径に及ぼす分散条件の影響、J.Jpn.Soc.Colour Mater.、85、4、p.144、(2012)、色材協会。
- 5) 針谷 香、橋本和明: ビーズミルを用いた過分散させない分散技術、J.Jpn.Soc.Colour Mater.、79、4、(2006)、p.136、色材協会。
- 6) 田村崇弘: 新概念のビーズミルによるナノ粒子分散技術の革新、コンバーテック、40、12、(2012)、p.90、加工技術研究会。

新製品ニュース

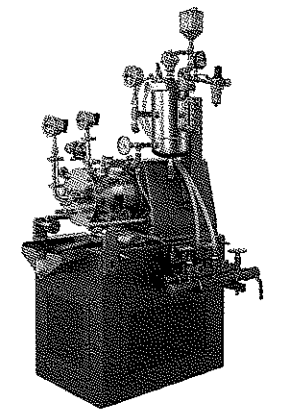
生産効率が2倍に向上 湿式ビーズミル「ムゲンフロー[®]」を開発

アシザワ・ファインテック(株)(本社:千葉県習志野市、TEL:047-453-8111)は、従来機よりもビーズ分離能力を大幅にアップさせた新型の湿式ビーズミル「ムゲンフロー[®]」(写真)を開発し、発売を開始した。

従来機と比較してビーズの分離能力を5倍に向上させる新構造を採用。今まで困難であった微細化を実現した。

大流量で運転時に発生しやすいビーズの偏りを抑え、理想的なビーズの動きを実現。塗料や電池材料などの高濃度・高粘度スラリーに対応し、原料をより細かくする時に用いる微小ビーズ(径:φ0.1~φ1.0mm)も使用でき、生産効率が2倍(同社比)に向上した。

用途は、塗料、印刷インキ、電極スラリー、導電助材、導



電ペースト、セパレータ、製紙、セラミックス、化粧品など幅広い。