

粉体プロセスの具体的な事例

省エネルギーが可能なビーズミルの 粉碎技術

アシザワ・ファインテック株 Ishii Toshihiro 石井 利博

微粒子技術研究所 主任研究員
〒275-8572 千葉県習志野市茜浜1-4-2
☎047-453-8113

はじめに

粉碎は、固体粒子に機械的エネルギーを投入することによって、粒子の大きさを減少させ、新しい表面を生成する操作である。粉体が示す性質はその大きさによって変化することから、粉碎操作は粉体の利用目的に応じた性質に制御するための基本的な単位操作である¹⁾。

粉碎に用いる粉碎機は、粉碎媒体を通じてエネルギーを碎料に伝達して破碎、粉碎を行う装置である。粉碎の力の作用機構としては、圧縮、せん断、切断、衝撃、摩擦などが用いられ、その種類によって装置の構造は異なる。実際に粉碎機を使用する場合は、碎料の特性や粒子径、目標とする碎製物粒子径などを考慮し、碎料に適した機構や構造の粉碎機を選定する必要がある。また、材料の改質、複合化、メカニカルアロイングなどの研究に見られるように粉碎操作の新しい利用も行わ

れるようになり、それぞれの目的にあった粉碎機が開発されている²⁾。ここで、粉碎する原料を碎料、粉碎された粉体を碎製物という。

粉碎による微粒子の生成は、工業的に最も利用されている方法であるが、最もエネルギー効率の悪い操作といわれている。粉碎操作におけるエネルギー効率を、投入した全エネルギーあたりの粒子表面エネルギー増加量としてとらえると、その値は通常(とくに微粉碎では)1%以下といわれ、非常に小さいものである³⁾。粉碎操作では、機械的・熱的損失が必ず起こり、これらの損失は最終的には熱損失となる⁴⁾。このため、微粉碎機では粉碎エネルギー効率の向上のため、動力原単位を減少させることが必要となる。

ここでは、微粉碎が可能な媒体搅拌型粉碎機であるビーズミルの特徴と動力原単位の低減について説明する。

ビーズミルの特徴

ビーズミルの粉碎原理は、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、搅拌部材であるアジテータを回転させ、ビーズを搅拌し、その衝撃力やせん断力などにより、ベッセル内で碎料を粉碎する装置である。碎製物は、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。

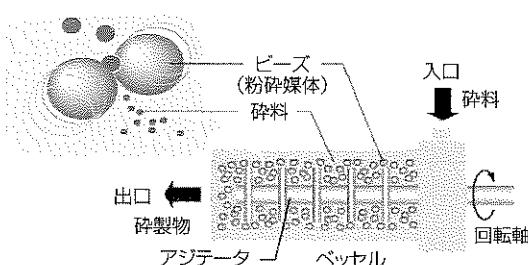
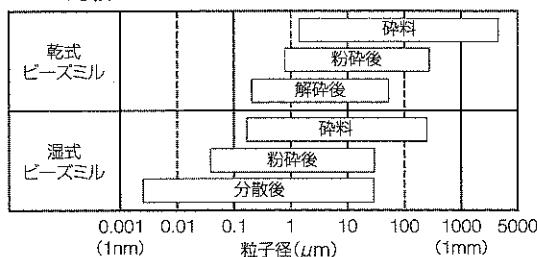


図1 ビーズミルの原理(イメージ図)

表1 乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの粒子径の比較



この粉碎操作を気体中で行う場合を乾式粉碎、液体中で行う場合を湿式粉碎という。乾式ビーズミルでは碎料をフィーダで定量供給し、湿式ビーズミルでは碎料と溶媒を混合したスラリーをポンプにより連続的にベッセルへ送液する。

乾式ビーズミルと湿式ビーズミルでは、使用するビーズ径が異なる。乾式ビーズミルでは比較的大きな径のビーズを使用し、強力に攪拌するため、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小径ビーズを使用し、高速で攪拌するため、せん断力や摩擦力が主体になり、微粉を生成しやすくなる。このそれぞれの特徴を活かし、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。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示す。

一般に、粉碎初期では乾式粉碎の方が粉碎速度は速いが、比較的短時間で粉碎速度は遅くなることが多い。碎製物の到達粒子径は、数 μm である。これは粉碎媒体であるビーズへの微粉のコーティングや碎製物の再凝集が起因していると考えられる。これに対して湿式粉碎では、粉碎の進行が長く継続するため、碎製物の到達粒子径は、サブミクロンから数十nmになる。しかし、ビーズなどの摩耗による碎製物へのコンタミネーションは、乾式の方が少ない。

乾式ビーズミル

乾式ビーズミルの運転方法には、バッチ式と連続式がある。

バッチ式は、連続式では不可能な粒子径まで粉碎しなければならないときに用いられることが多い⁵⁾。

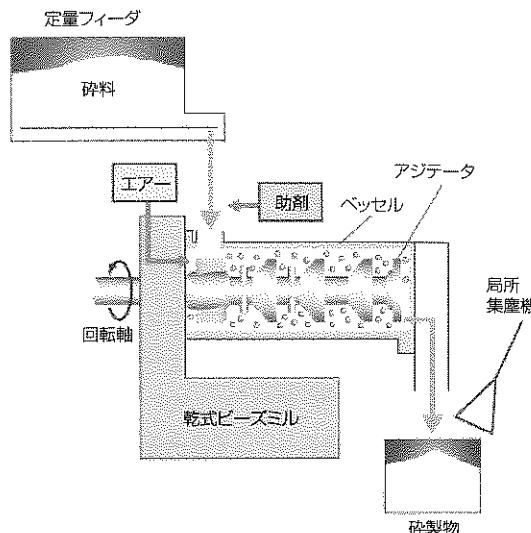


図2 連続式乾式ビーズミル(開回路粉碎)のフロー図

連続式は、碎料を連続かつ大量に粉碎する場合に用いられる。粉碎機を出た碎製物をすべて製品とするシステムを開回路粉碎という。しかし、開回路粉碎では、碎製物の到達粒子径と碎料のベッセル内での滞留時間の長さには相関関係にあるため、碎料の滞留時間の限界により碎製物粒子径にも限界が生じる。これを防止するために、分級機を組み込み、閉回路粉碎が行われる。閉回路粉碎は、粉碎された碎製物を分級機に供給し、分級された微粉のみを製品として取り出し、粗粒子は粉碎機に戻して新たに供給される碎料と一緒に粉碎する。

運転方法の選択は、碎製物粒子径のほかに処理量やコストなども考慮する必要がある。とくに、大型化や大量処理の場合は連続式粉碎にメリットがある。

連続式乾式ビーズミルは、アジテータ形状や運転条件、粉碎助剤の活用などにより、数百 μm の碎料を数 μm に効率よく粉碎することができ、さらに、微粉の付着を利用した耐摩耗効果も加わるため、高硬度の無機物の粉碎や解碎に効果的である。しかし、基本的に水分や油分の含有率が高いものは粉碎が難しく、弾力性や熱可塑性、延展性、熱に過敏で変性してしまう碎料などには不向きである。連続式乾式ビーズミル(開回路粉碎)のフロー図を図2に示す。

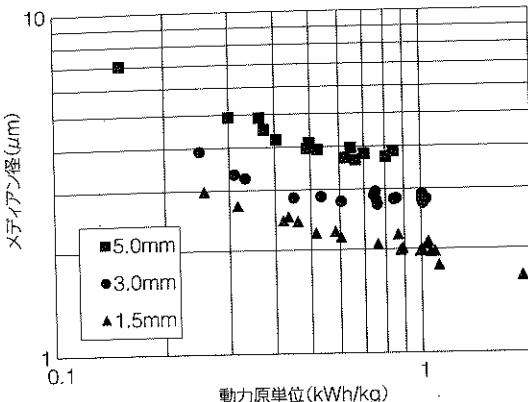


図3 乾式ビーズミルでのビーズ径の違いによる動力原単位とメディアン径の関係

ここで、連続式乾式ビーズミルを用い、アジテータ周速3～6m/s、ビーズ充填率60～80 vol%の範囲で、碎料の供給量を変更し、ビーズ径1.5 mm、3.0 mm、5.0 mmを使用して、珪砂(メディアン径130 μm、最大粒子径600 μm)を粉碎したときの粉碎効率を調べた。乾式ビーズミルでのビーズ径の違いによる動力原単位とメディアン径の関係を図3に示す。ここで、メディアン径は、積算分布の50%を与える粒子径で、50%粒子径や中位径ともいわれる。

図3から、ビーズ径が小さい方がメディアン径は低動力原単位で微細化したことから、径の小さいビーズを使用することで、動力原単位が低減できることがわかる。碎料粒子径や粒子の硬さなどによりビーズ径や材質などを選択する必要があるが、より小さなビーズ径を選択することで粉碎エネルギー効率が向上する。

● 湿式ビーズミル

湿式ビーズミルの運転方法には、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。パス方式は、おもに大量生産向けで、易粉碎性のスラリーで多く用いられる。循環方式は、作業性がよく、処理時間の長い難粉碎性のスラリーで用いられる。

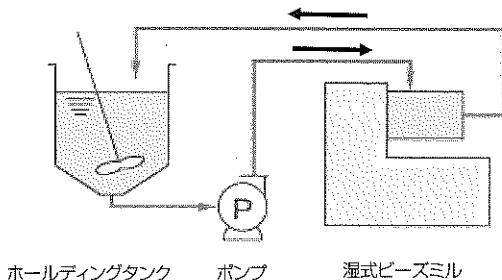
湿式ビーズミルの粉碎効率に影響を与える因子として、ベッセルやアジテータ形状、運転条件、スラリーの固体分濃度や粘度などがある。この運転条件の因子には、ビーズ充填率やアジテータ周速、ビーズなどがある。

一般的に、ベッセルへのビーズ充填率は70～90 vol%、アジテータ周速は6～15 m/sに設定される。ビーズ充填率やアジテータ周速は、湿式ビーズミルの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、粉碎速度は速くなる。これは、ビーズ充填率が高くなることで、ビーズの個数が増え、ビーズどうしの接触頻度が高くなることとアジテータ周速を速くすることで、ビーズに伝達される運動エネルギーが大きくなり、さらには、アジテータの回転数が多くなることから、ビーズどうしの接触頻度が増えるためである。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および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⁶⁾。

粉碎効率に影響を与える運転条件の因子として、ビーズ径の影響は大きい^{7), 8)}。ビーズの因子には、ビーズ径、ビーズの密度および材質などがあり、碎料粒子径、碎製物粒子径、粒子の硬さ、スラリーの粘度や密度などにより使用するビーズを選択しなくてはならない。

湿式ビーズミルで用いられるビーズ径は0.03～2.0 mmであるが、粒子をより微細化するためには、ビーズ径は小さいほうがよい。碎料粒子径や粒子の硬さにもよるが、使用するビーズ径は小さい方が碎製物は小さくなり、エネルギー効率も向上する。これは、粒子が小さくなると、それを粉碎するエネルギーは減少するため(ただし、単位質量あたりの破碎エネルギーは増大する)、粒子とビーズの単位時間あたりの衝突回数を増加させることが重要になるからである。

ビーズ径の選択の目安としては、碎料最大粒子径の10～20倍のビーズ径を使う必要がある。また、ビーズ径の約1/1000が碎製物のメディアン径の目安となる。



ここで、大流量循環運転が可能なビーズミルを用い、アジテータ周速とビーズ充填率を一定とし、ビーズ径0.3 mm、0.5 mm、1.0 mmのビーズを使用して、重質炭酸カルシウム(メディアン径24.2 μm、最大粒子径104.7 μm)を粉碎したときの粉碎効率を調べた⁶⁾。湿式ビーズミルのフロー図を図4に示す。

湿式ビーズミルでのビーズ径の違いによる動力原単位とメディアン径の関係を図5に示す。図5から、ビーズ径の小さい方がメディアン径は低動力原単位で微細化したことから、径の小さいビーズを使用することで、動力原単位が低減できることがわかる。碎料粒子径や粒子の硬さなどによりビーズ径や材質などを選択する必要があるが、湿式粉碎においても、より小さなビーズ径を使用することで粉碎エネルギー効率が向上する。

工コ粉碎

乾式ビーズミルと湿式ビーズミルを目的に応じ

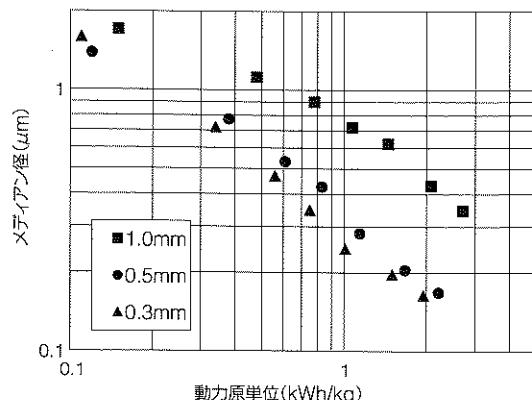


図 5 湿式ビーズミルでのビーズ径の違いによる動力原単位とメディアン径の関係

て使い分けることで高効率な粉碎が行えるが、乾式粉碎と湿式粉碎を組み合わせることで、さらに効率のよい粉碎が可能になる場合がある⁹⁾。この乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの組み合せをエコ粉碎と呼んでいる。エコ粉碎のフロー図を図6に示す。

エコ粉碎の実験例の動力原単位とメディアン径の関係を図7に示す。図7より、乾式ビーズミルと湿式ビーズミルの二段階処理と湿式ビーズミルでの一段階処理では、動力原単位の改善率が85%となり、大幅に動力原単位の削減ができる、省エネルギーに貢献することがわかる。また、粉碎に要した時間も約1/3になった。

エコ粉碎での硬質材料の粉碎においては、部材の摩耗寿命も延ばすことができ、摩耗対策にも有

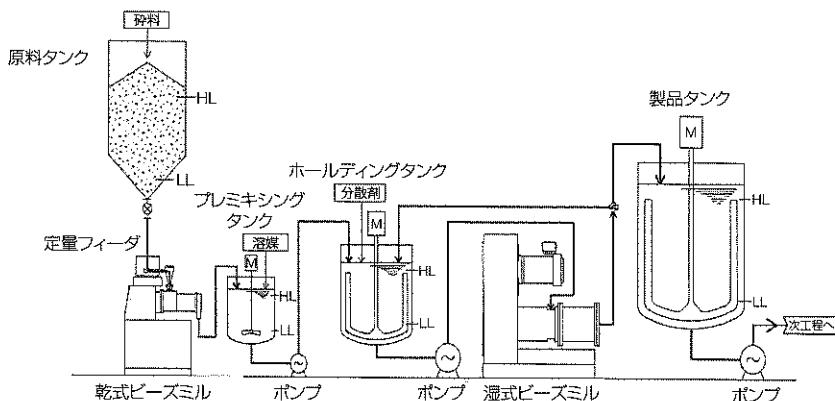


図 6 エコ粉碎のフロー図

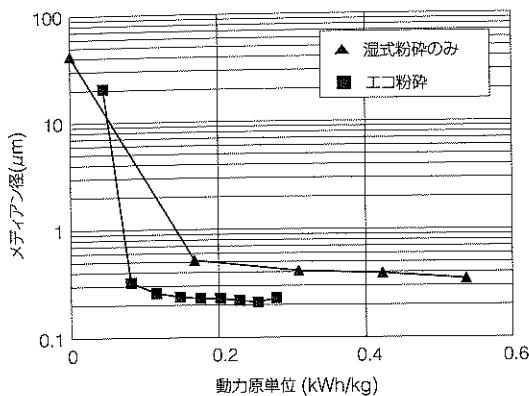


図7 エコ粉碎の実験例の動力原単位とメディアン径の関係

効である。エコ粉碎を行うことで、湿式ビーズミルのみの粉碎と比較し、処理量の向上とエネルギー効率の向上が可能になる。

おわりに

微粒子を生成する場合、微粉碎は重要な工程である。微粉碎に使用する粉碎機にはさまざまな種類があるため、必要とする粒子径などを明確にし、目的に合った粉碎機を選定することが必要になる。ここでは、微粉碎が可能なビーズミルの特徴と動力原単位の低減について説明した。

乾式ビーズミルは、アジテータ形状や運転条件、粉碎助剤の活用などにより、数百 μm の碎料を1パス処理で、数 μm に効率よく粉碎することができる装置である。より径の小さいビーズを使用することで、動力原単位の低減ができ、粉碎エネルギー効率が向上する。さらには、微粉の付着を利用した耐摩耗効果も加わるため、高硬度の無機物の粉碎に効果的である。乾式ビーズミルを用いた微粉碎を効率的に行うためには、碎料の特性を理解し、適切な運転条件を選定することが重要である。

湿式ビーズミルは、サブミクロンから数十nmに効率よく微粉碎することができる装置である。より径の小さいビーズを使用することで、動力原単位の低減ができ、粉碎エネルギー効率が向上する。湿式ビーズミルを用いた微粉碎を効率的に行うためにも、碎料の特性を理解し、適切な運転条件を選定することが重要である。

件を選定することが重要である。

また、乾式粉碎と湿式粉碎を組合せたエコ粉碎により、大幅な動力原単位の低減ができ、粉碎エネルギー効率の向上が可能になる。さらには、部材の摩耗寿命も延ばすことができる。

以上のことから、乾式ビーズミルや湿式ビーズミルに、より径の小さいビーズを使用することで、動力原単位の低減が可能になり、粉碎エネルギー効率が向上する。

参考文献

- 日本粉体工業技術協会編：微粒子工学－分散の基礎と応用－、(1994年)、p.139、朝倉書店。
- 粉体工学会編：粉体工学用語辞典 第2版、(1981年)、p.308、日刊工業新聞社。
- 化学工学会編：改訂七版 化学工学便覧、(2011年)、p.731、丸善出版。
- 日本粉体工業技術協会 粉碎分科会：省エネルギー型粉碎機～企業の取り組み、経験的アプローチから～、「粉体技術」、Vol.5 No.11、(2013年)、pp.993～1001、日本粉体工業技術協会。
- 伊藤光弘、粉体工学会編：粉碎・分級と表面改質、(2001年)、p.65、NGT。
- 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.Colloid Mater.*、84/5、(2011年)、p.163、色材協会。
- 石井利博、飯岡正勝：微小メディアの分離機構を持つビーズミルの分散性能、2003年度色材研究発表会講演要旨集、(2003年)、pp.148～149、色材協会。
- 石井利博、飯岡正勝：微小メディアによる媒体攪拌ミルの効率化、2003年度秋期研究発表会講演論文集、(2003)、pp.40～41、粉体工学会。
- 山際愛：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」、第52巻 第5号、(2010年)、pp.17～20、工業調査会。