

最新のビーズミルによる 微粉碎・分散技術

石井 利博^{*)}

1. はじめに

粉体を微細化する装置には、衝撃式粉碎機やジェットミル、媒体ミルなどがある。媒体ミルには、ボールミル、アトライタ、ビーズミルなどがあるが、ビーズミルが処理能力と超微細化が可能なおから媒体ミルの主流になりつつある。とくに、処理能力の向上とエネルギーコストな

^{*)}ISHII Toshihiro: アシザワ・ファインテック(株) 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
TEL: 047-453-8113
FAX: 047-453-8377
E-mail: ishii@ashizawa.com

どを考慮するとビーズミルにメリットがある。ビーズミルを微粉碎・分散工程に用いることで、粉体を効率的に微細化することが可能になる。ここでは、微粉碎・分散を行う装置であるビーズミルについて説明する。

2. ビーズミル

ビーズミルの粉碎・分散原理は、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、ベッセル内の碎料(細かくする粒子)を粉碎・分散する装置である。碎料を粉碎・分散することで得られた碎製物

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する。ビーズミルの原理(イメージ図)を図1に示す。この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に送液する。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。

3. 連続式乾式ビーズミル ドライスター®SDA

乾式ビーズミルの運転方法には、連続式とバッチ式とがある。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。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ている。とくに、大型化や大量処理の場合は連続式にメリットがある。

連続式乾式ビーズミル ドライスター®SDAは、アジテータ形状や運転条件の工夫、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砕に効果的である。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。

ドライスター®SDA1の外観を図2に示す。SDA1は、卓上サイズの研究・開発向け連続式乾式ビーズミルで、生産機へのスケールアップが可能な装置である。ここで、SDA1(ベッセル容量:1.0L)とSDA5(ベッセル容量:3.8L)を用い、珪砂(メデリアン径:139 μm)を粉碎したときの碎製物粒子径分布を比較した結果を図3に示す。SDA1の碎製物粒子径分布(メデリアン径:2.81 μm)とSDA5の碎製物粒子径分布(メデリアン径:2.85 μm)はほぼ同等であることから、SDA1からSDA5へのスケールアップでは、同等の碎製物粒子径分布が得られることがわかる。ここで、メデリアン径は、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。

4. ナノ粒子大量生産用分散機 MAXナノ・ゲッター®HFM

湿式ビーズミルでは、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^{1,2)}。しかし、分散では、アジテータ周速を速くすることで、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1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、1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。この過分散を防止するためには、ビーズの運動エネルギーを制御する必要がある。粒子に与えるエネルギーを低くすることで、粒子表面の活性が抑えられ、粒子が再凝集することなく安定して分散することができ、粒子形状の変化やメカノケミカル効果による結晶構造の変化を防止できる³⁾。

ナノ粒子大量生産用分散機 MAXナノ・ゲッター®HFMは、ビーズをコントロールした流れにより、均一な力の分布に

することで、粒子に適切なせん断力を付加できる技術を確立し、高度なナノ粒子生成を可能にした。さらに、別駆動遠心分離機構を付与することによりビーズ分離と分散力を独立できるため、幅広い運転条件設定ができる。MAXナノ・ゲッター®HFMの外観およびベッセル内部のイメージ図を図4に示す。これにより、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⁴⁾。ここで、従来のビーズミルとMAXナノ・ゲッター®HFMを使用し、二酸化チタンを分散したときのSEM観察の結果を図5に示す。従来のビーズミルでは、過分散となり粒子が粉碎されているが、MAXナノ・ゲッター®HFMでは、粒子形状を維持したまま分散されていることがわかる。このときの碎料のメデリアン径は400nm、BET値は111.8 m^2/g であったが、従来のビーズミルで分散したときのメデリアン径は19.6nm、BET値は144.3 m^2/g となり、MAXナノ・ゲッター®HFMで分散したときのメデリアン径は27.0nm、BET値は114.4 m^2/g となった。

MAXナノ・ゲッター®HFMは、粒子形状を維持したまま、高分散が可能な湿式ビーズミルである。

5. おわりに

粉体を微細化する装置にはさまざまな種類があるため、必要とする微粒子の粒子径などを明確にし、目的に合った装置を選定することが必要となる。ここでは、微粉碎・分散を行う装置であるビーズミルについて説明した。連続式乾式ビーズミル ドライスター®SDAを使用することで、

数百 μm の碎料を数 μm まで粉碎することができる。また、ビーズの流れなどをコントロールする構造のナノ粒子大量生産用分散機 MAXナノ・ゲッター®HFMを使用することで、効率よくナノ粒子を生成することができる。

以上のことから、微粉碎・分散工程にビーズミルを用いることで、粉体の効率的な微細化が可能になる。

(参考文献)

- 1) 石井利博, 橋本和明: *J.Jpn.Soc. Colour Mater.*, 84, 5, p.163 (2011)
- 2) 石井利博, 橋本和明: *J.Jpn.Soc. Colour Mater.*, 85, 4, p.144 (2012)
- 3) 針谷香, 橋本和明: *J.Jpn.Soc. Colour Mater.*, 79, 4, p.136 (2006)
- 4) 田村崇弘: *コンバーテック*, 40, 12, p.90 (2012)

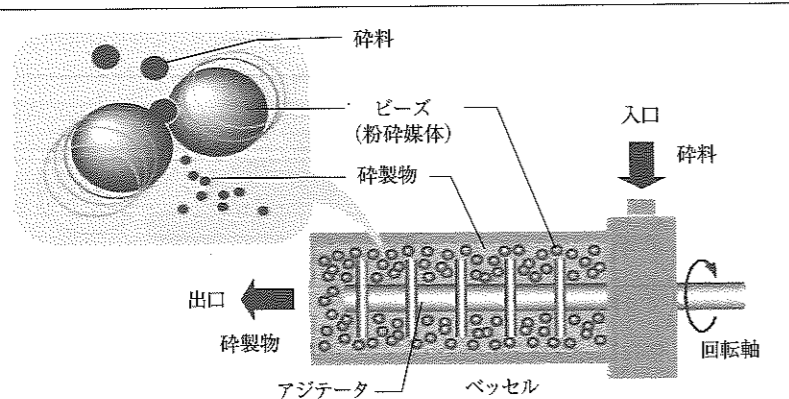


図1 ビーズミルの原理(イメージ図)

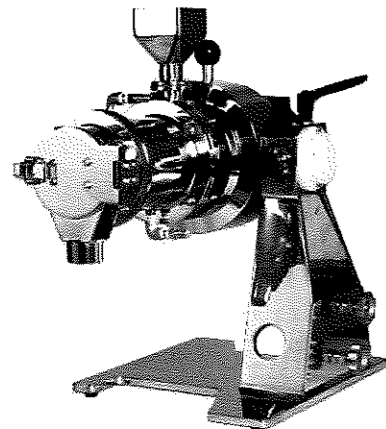


図2 ドライスター®SDA1の外観

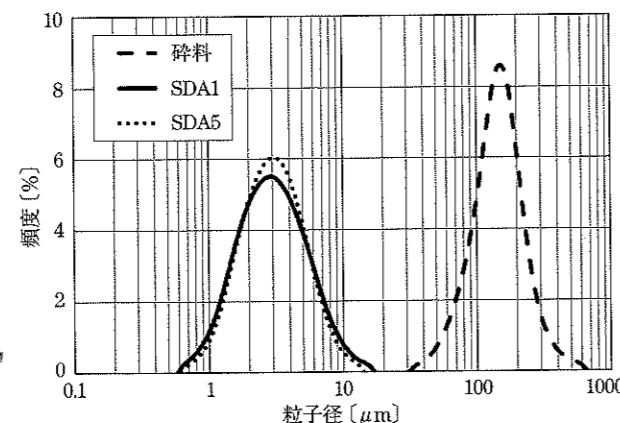


図3 SDA1とSDA5の碎製物粒子径分布の比較

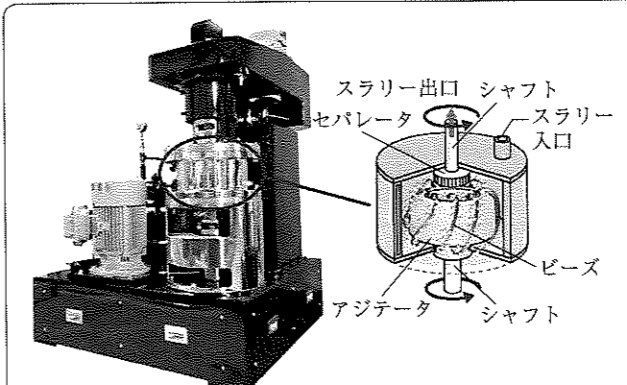
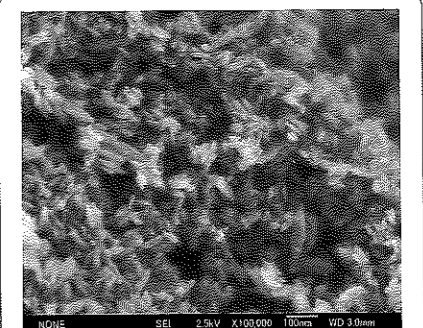
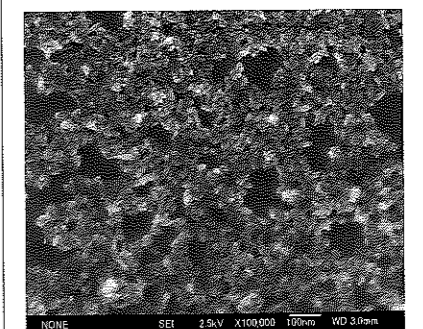


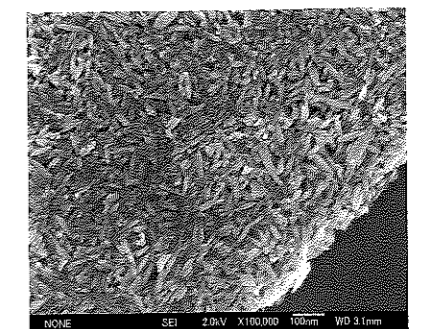
図4 MAXナノ・ゲッター®HFMの外観およびベッセル内部のイメージ図



二酸化チタン(碎料)



従来のビーズミルでの分散後



MAXナノ・ゲッター®HFMでの分散後

図5 碎料と分散後の二酸化チタンのSEM観察の結果