

## 媒体攪拌型湿式粉砕の技術動向

石井 利博\*

### 1. はじめに

媒体攪拌型粉砕機であるビーズミルは、数マイクロメートル以下の微粉生成を目的とする超微粉砕機である。このビーズミルには、粉の状態を粉砕する乾式粉砕と粉と溶媒を混合したスラリーの状態を粉砕する湿式粉砕とがあるが、湿式粉砕では、乾式粉砕と比較すると小さいビーズを使用し、それを高速で攪拌するため、微粒子を作りやすくなる。

また、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ため、ナノ粒子として用いるためには1次粒子径近くまで解砕し、溶媒中で均一化した状態を維持する分散が必要になる。この分散工程に湿式ビーズミルを用いることで、高効率な分散処理が可能になる。

ここでは、粉砕・分散工程に用いることで、効率よく微粒子を生成することができる湿式ビーズミルについて説明する。

### 2. ビーズミルの特徴

ビーズミルは、媒体であるビーズ

をベッセルと呼ばれる円筒容器内に充填し、攪拌部材であるアジテータを回転させ、ビーズを攪拌し、そのビーズによる衝撃力やせん断力などで粒子を粉砕・分散する装置である。このベッセル内にスラリーをポンプにより連続的に送液する。そして、ベッセル内で粉砕・分散されたスラリーは、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に示した。

### 3. ビーズミルの運転方法

ビーズミルの運転方法には、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。

パス方式は大量生産向けで、易粉砕・分散性のスラリーで用いられている。パス方式のイメージを図2に示した。

循環方式は作業性が良く、処理時間の長い難粉砕・分散性のスラリーに適する。循環方式のイメージを図3に示した。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、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、粉砕・分散効率が向上し、微細でシャープ

な粒子径分布を得ることができる。

### 3. ビーズミルの粉砕・分散効率に影響を与える因子

粉砕・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。ビーズミルで用いられるビーズ径は0.03mm~2.0mmであるが、ナノメートルサイズへの粉砕や1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。原料粒子の大きさにもよるが、使用するビーズ径は小さい方が粉砕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、粉砕・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<sup>1,2)</sup>。

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れ、1次粒子まで粉砕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

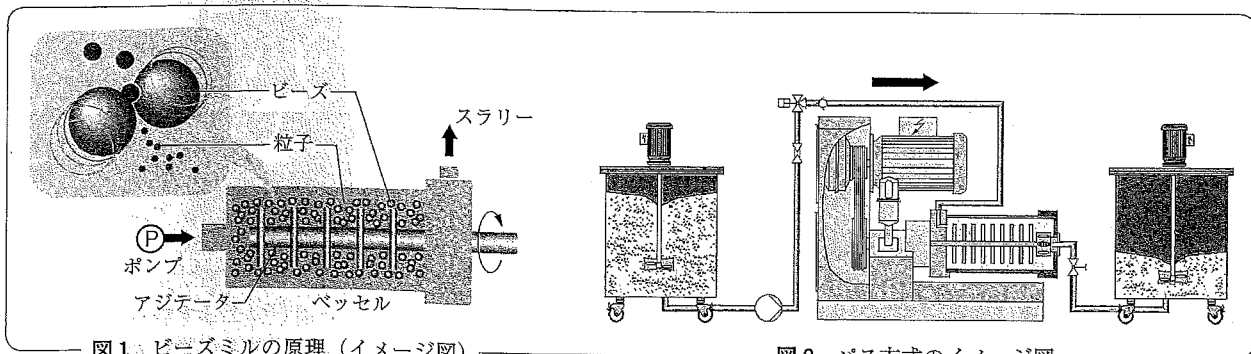


図1 ビーズミルの原理（イメージ図）

図2 パス方式のイメージ図

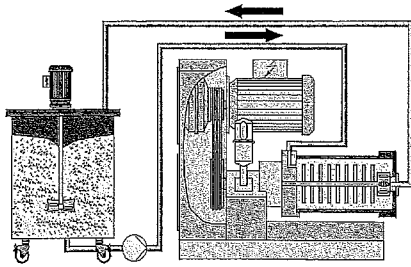


図3 循環方式のイメージ図

ぶ。マイルド分散は、1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<sup>3)</sup>。

#### 4. ナノ粒子大量生産用分散機「MAX ナノ・ゲッター」

「MAX ナノ・ゲッター」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とした。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・ゲッターの外観およびベッセル内部のイメージを図4に示した。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となった<sup>4)</sup>。

#### 5. おわりに

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、原料の1次粒子径や凝集体などの粒子性

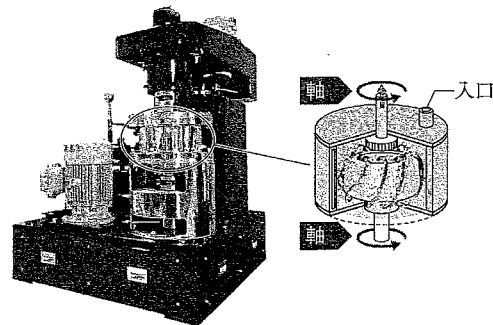


図4 MAX ナノ・ゲッターの外観およびベッセル内部のイメージ図

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。

#### 〈引用文献〉

- 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, 136 (2006)
- 4) 田村崇弘 : *コンバーテック*, 40, 12, 90 (2012)