

第2節 粒子径および粒子径分布測定法

(株)堀場製作所 伊申 達夫

はじめに

粒子径は、最終製品の機械強度、密度、電気、熱などの物理特性に大きくかかわっている。そのため、粒子径分布の制御は、物性制御の重要なファクターの1つである。近年、原材料粒子径の微細化にともない測定対象がミリメートルからナノメートルのオーダーにまで広がっている。こうした幅広い粒子径分布を測定するために、さまざまな原理に基づいた測定装置が市販されている。近年、粒子径分布測定におけるばらつきを抑制することが重要になってきている。そのため測定手順の確立だけでなく、装置のベリフィケーションや測定のバリデーシヨンの確立が大切である。一方、同じ原理の装置でも、装置検出系の構成や内部演算アルゴリズムが異なると測定結果が異なる原理もあるため、粒子径分布測定結果は相対値として扱われることがあるのも事実である。

本節では、より正確に粒子径分布を測定するために、粒子径の定義、粒子の状態と前処理、代表的な粒子径分布測定の原理や特徴を概説するとともに、測定における差異の要因と対応例について解説を行う。

1. 粒子の大きさ

1.1 粒子径の定義

球形粒子は一義的に粒子径が決まるが、不定形粒子の粒子径は、定義がいろいろあるので注意が必要である。粒子径は、直接長さを測定したもの(短軸径など)、平均値を用いたもの(二軸平均径など)、統計的なもの(Feret径など)、相当径(体積球相当径など)、有効径(Stokes径)などがある。測定方法により測定できる径が異なるため、測定粒子径の定義を明確にしておく必要がある。

1.2 粒子径分布の表示法¹⁾

粒子群は、粒子の集合体であるため、多くの粒子は粒子径に分布がある。粒子直径 x に分布があり、最大粒子径を x_{\max} 、最小粒子径を x_{\min} 、粒子径 x の粒子径分布の量を $f(x)$ とすると粒子径が x より小さい粒子の総量が粒子全量に対して占める割合 $Q(x)$ は式(1)で表される。

第4節 粉体の帯電測定技術

トレック・ジャパン(株) 東尾 順平

はじめに

急速に進歩する最先端電子技術は、一般には全く問題とされない微細な塵や埃が、或いは極めて微弱な局所的放電現象が製品歩留まりを左右する。爆発、火災といった大規模な静電気障害と、最先端の電子部品製造時に発生する静電気障害(所謂ESD)とは、表記としては“静電気障害”と同一ではあるが、性格が全く異なった障害である。最先端電子技術は、当面超微細加工技術を追求することに傾倒しており、ESDは一層顕著な問題となることは避けられない。

しかしながらESDを回避する為の帯電量や帯電電位の測定は、測定対象物理量が極めて小さい場合が多く、非常に難しい場合が多い。

一方で静電気を最も有効に、且つ工業的に応用しているものに電子写真が挙げられる。電子写真は現像材としてトナーと呼ばれる粉体を用いており、トナーの帯電量測定は電子写真の画像品質に大きな影響を及ぼす。

ここでは特にトナーの帯電量測定技術を中心に議論し、静電気計測の一般的な測定原理更には新しい静電気測定の原理や測定例を紹介する。

1. 帯電量測定(電荷量の測定)

電子写真用現像剤は大きく分けて、2成分現像剤と1成分現像剤とがあるが、2成分現像剤とは直径100 μ m程度の鉄粉等からなるキャリアと、直径5ないし10 μ m程度の粒度分布を持つトナー粒子からなる。

電子写真現像材の帯電量測定としては、一粒子のトナーの粒径に対する帯電量測定である q/d 測定、またキャリアとトナーの混合物である現像剤の適当な重量サンプルから帯電量を測定する Q/m 測定と2種類の測定が広く用いられている。

1.1 q/d 測定

広く知られている測定装置としてはホソカワミクロン(株)製ESPART AnalyzerとEpping GmbH製 q/d meterがある(図1, 図2)。

第5節 超音速湿式ジェットミルの特徴および分散原理とその事例

リックス(株) 星野 高明
福岡県工業技術センター 牧野 晃久 周善寺 清隆
熊本大学 波多 英寛

はじめに

燃料電池用および二次電池用電極材料や電子部品用誘電体材料，微細配線用金属ナノ粒子，インクジェット用有機顔料，触媒，医薬品など様々な分野でナノサイズ/material(ナノ粒子)への要求が高まっており，ナノサイズ化とともにナノ粒子のハンドリング技術，とりわけナノ粒子の分散処理が製造プロセス上重要な工程となっている。ナノサイズの粒子では，媒体攪拌ミル¹⁾や高压湿式ジェットミル²⁾などの湿式粉碎により分散に成功した例が報告されている。

筆者らは，後述する超音速2流体ノズルにスラリーを供給し，圧縮空気の断熱膨張によりスラリーを微小な液滴にすると同時に超音速まで加速し，硬質な基板(衝突板)へ衝突させることにより分散させる新規なナノ粒子湿式分散装置(以下，超音速湿式ジェットミル)を開発した³⁾。この方法は，従来の微粒子分散法が抱える課題を解決し，かつコンタミレス，無発熱，易メンテナンス性を有しつつナノ粒子の分散処理を可能とする新規なナノ粒子分散方法である。本稿では超音速湿式ジェットミルの分散原理と装置の特徴について概説し，幾つかの分散事例について紹介する。

1. 超音速湿式ジェットミルの分散原理

1.1 液滴の加速

超音速湿式ジェットミルは主にスラリー供給部，ノズル部，排気回収部により構成されている。装置の系統図を図1に示す。本装置では，超音速エアジェットの発生に超音速ラバルノズルを用いており，コンプレッサにより圧縮された空気をノズルへ供給することで，断熱膨張により超音速の空気流れが作り出される。スラリーはノズル内部へポンプにより供給され，超音速エアジェットとの速度差に起因する外力によりノズル内において微小な液滴となり超音速まで加速されて硬質な板へ衝突する。本装置に用いるノズルはエア(ガス)とスラリー(液体)を超音速にまで加速するため，超音速2流体ノズルと呼んでいる。

第6節 乾式ジェットミルの原理とその最新技術

日本ニューマチック工業(株) 杉山 浩之

はじめに

ジェットミルは、流体エネルギーを利用した全く可動部分のない微粉碎機であり、1940年ころから実用化され始めたといわれ、医薬品等の微粉碎機として特殊な産業分野で使用されていた。最近では、各産業分野での超微粉碎の要求が高まるにつれ、ジェットミルは広く用いられるように至った。事務印刷機用乾式インクのトナー、急速に普及する携帯電話、ノート型パソコンに搭載されモバイル機器を発展ならび普及に欠かせないリチウム二次電池、電気自動車やデジタル家電等の先端製品に搭載される各種電子部品また原子力発電の代替エネルギーとして注目される燃料電池または太陽電池に代表される新エネルギー等の素材となる微粉体に厳しい要求が課せられ、それらの要求に応えるべく新製品の開発および改良が重ねられてきた。

粉碎の原理としては、流体(通常は圧縮性空気)とそれに随伴されて碎料同士が噴射、衝突することによって粉碎が促進されるものであり、強力な衝撃による材料の破壊が主であるが、高速で回転することで微粉碎を行うハンマーミルタイプ的高速回転式衝撃粉碎機とは異なる種々の特長を有するものである。特に粉碎時の発熱が全くみられぬことから、従来の粉碎機では困難とされていた弱熱性物質、低融点物質の粉碎、または凝集状材料の解砕はジェットミルの最も得意とするところである。また衝突板式ジェットミルが開発され、気流式分級機と組み合わせることで、従来粉碎困難であった難粉碎性物質も微粉碎を可能にした。さらに特殊なガスを利用した雰囲気下で微粉碎を行うことで、従来の空気雰囲気下では達成できない微粉域まで粉碎することを可能にした最新の技術を紹介する。

1. ジェットミルの原理

ジェットミルに使用されるノズルは縮小部とゆるやかな拡大管との組み合わせ(これをラバールノズルという)た超音速ノズルを用いている。ラバールノズルでは、最小断面(これをスロートという)で音速に達するまで絞り、音速 $M=1$ となるスロート径およびスムーズに膨張できる先拡がり角度を持ったノズルを設計することで、容易に超音速流を発生させることが可能である。本ノズル拡大部の上方途中に粒子供給口を設けることで、原料を連続的に吸引供給することで効果的な粉碎を行うことができることを発見している¹⁾。

第10節 粉砕工程の新たなニーズへの対応

ホソカワミクロン(株) 細川 晃平

はじめに

粉砕は、衝撃・圧縮・せん断・摩砕といった外力を固体物質に加えることにより細分化を行う機械的単位操作のひとつであり、比表面積の増加、分散性・流動性の向上、焼結品の均一性・成形性の改善など様々な目的に用いられる。

近年では、より細かく、より大量の処理という目的だけでなく、新素材の機能性の追求、省エネルギーでの粉砕など、従来の粉砕機構に何らかの付加価値を要求されるケースが増えてきている。

ここでは近年のニーズをもとに開発されたオールセラミック機械式微粉砕機“ACM-HC”、高冷却型機械式粉砕機“グラスス”、分級機内蔵型乾式媒体攪拌機“プルビス”等について、処成品(製品)に求められる性能を取り上げて、実験データを交えながら、その構造、粉砕性能、特長などについて紹介する。

1. 金属コンタミネーションゼロへの挑戦

リチウムイオン電池に代表される二次電池業界の市場規模は、2020年には3000億～1兆円といわれ、今後、年10%の成長が見込まれている。こういった環境の中、近年の粉体業界の研究発表を見ても電池関連技術に関するものが多く見られ、電池材料に関する特許も毎月のように出願されている。

そのリチウムイオン電池の製造工程で「粉砕」に限れば、粒子径の制御や処理能力の向上はもちろんのことながら、それ以上に厳しく要求されるのが、金属コンタミネーションをなくしたいということである。

ところが従来の機械式の粉砕機は、通常、鉄やステンレス製が基本となっており、摩耗による金属コンタミネーションの問題を常に抱えていた。これまでは、これらの対策として、超硬度金属やゴム材、セラミック板の貼り付けなどが試みられてきたが、剥離や割れ、製作構造の問題等、安定してコンタミネーションゼロを保てるものではなかった。

第3節 乾式分級装置の特性および操作法

トリプルエーマシン(株) 石戸 克典

はじめに

電子、航空・宇宙、エネルギー、医療などの各先端技術分野に新しいシステムとして実現している新素材は、ファインセラミックス、新金属材料、高分子材料、電池・電子材料、複合材料などで、いずれも原料素材や中間素材の調合合成により誕生した材料である。この新素材の多くは、その原料素材や中間素材は粉体であり、その製造プロセスの中に粉づくりのプロセスが存在し、高いレベルの粉体処理技術が求められている。これらの原料粉体の処理プロセスにおける粉碎、分級、造粒、乾燥や、成形プロセスにおける配合、混合、分散、混練、成形などの操作は、材料開発を進めて行く上で必要な粉体技術である。現在、粉体処理技術の重要性が世界的に認識され、着々とその地位を固めつつあるのはそのためと思われる。

これら原料素材(粉体)の粒度を調整する手法として代表的なものに粉碎・分級がある。特にサブミクロン粒子製造という場合には、粉碎機に対しては $1\mu\text{m}$ 以下の粒子を可能な限り多く、短時間に、なおかつエネルギーコストがかからぬよう製造するという技術が要求される。また、分級機に対しては、粉碎後でも残留する数 μm 以上の粗大粒子を正確に収率よく除去するという厳しい条件が要求される。石臼に始まり、今まで、各種粉碎機・分級機に多くの技術が提案され、硬い物質をいかに、効率よく、できるだけ細かく粒度調整するという技術が進んできた。今回、特に分級にスポットを当て、この節では、乾式分級装置の特性や操作法を中心に説明する。

1. 分級についての概論

微粉体の粒径を調整するためには、粉碎工程とともに分級工程が重要である。高性能の粉碎機と高性能の分級機を組合せる閉回路粉碎分級システムにより粗粉をクリーンにカットした高効率なシステムを作り上げるために、分級機の選定は大変重要となる。放射性物質が粉碎時微粉領域に比較的多く集まるケースでは、粉碎時に微粉をできるだけ発生しないように粉碎する、もしくは、微粉を発生しにくい粉碎機を選ぶ対策を行った上で、分級機を使い目標粒度の製品をとりだす(微粉を除去する)ことが必要になる。このとき、高効率の分級機を使えば、除去する微粉を最低レベルに抑えることができ収率増・能力アップにつながる。1997年8月8

第5節 分級操作におけるトラブル事例とその対策

日清エンジニアリング(株) 秋山 聡

はじめに

分級機を利用した実際の製造現場で発生するトラブルは、装置の不具合から製品品質の問題まで多岐にわたっている。ここでは、乾式分級におけるトラブルの対策や対応を進める上で理解すべき分級機の特長および分級操作で発生しやすいトラブルの事例と対策について述べる。

1. トラブル時のチェックポイント

強制渦形遠心式分級機ターボクラシファイア(日清エンジニアリング製)を例に分級に影響を及ぼす因子を概説する。

1.1 ローター回転数と流体流量

分級の基本システムのフローを図1に、ターボクラシファイアの構造を図2に示す。分級機は、微粉を捕集するためのサイクロン、フィルターを介してブロワーにつなぐれ、空気を吸引しながら運転される。分級する原料粉体は、スクリーフフィーダーなどの供給機で投入する。投入口より供給された原料は、分散羽根、分散円板で分散されて分級室に送られる。遠心力の方が気流の抗力よりも大きい粗粉は、回転流とともにケーシング外周部に沿って運ばれ、回収される。一方、遠心力よりも気流の抗力の方が大きな微粉は、分級ローター、バランスローター、渦巻ケーシングを経由して分級機の微粉出口に導かれサイクロンまたはフィルターで回

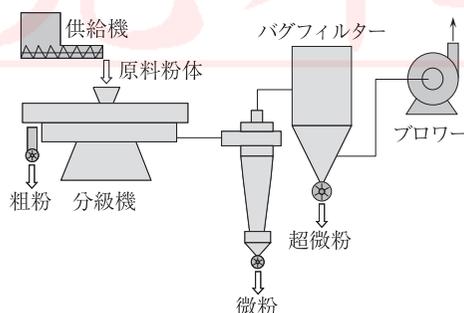


図1 分級システムの基本フロー

第2節 噴霧乾燥装置の特徴と微粒化機構

大川原化工機(株) 飯島 富士夫

はじめに

噴霧乾燥法(スプレードライ)は溶液やスラリーなどの液状原料(原液)を微細液滴化し、熱風と接触させることにより急速乾燥して直接粉末製品を得る乾燥方法である。乳製品の粉体製造技術として100年程前に開発された「噴霧乾燥装置」も、現代では食品のみならず、医薬品、化成品、電子材料、二次電池材料など多岐の分野で利用されている。噴霧乾燥装置(スプレードライヤ)の用途が広がるにつれて、単なる製品の乾燥減量化や腐敗防止目的から粒子自体の高機能化や最終製品の性能向上へと目的が変化してきている。

本稿では、スプレードライヤの特徴と製造する粒子に多大な影響を与える微粒化機構について実施例を含めて解説する。

1. スプレードライヤの特徴

他の乾燥機と比較してスプレードライヤには以下の大きな特徴がある。

- (1) 液状原料から直接粉末が得られるので、連続生産性に優れる
- (2) 乾燥時間が数十秒と短いため、製品の熱変性が少ない
- (3) 乾燥製品が球状になるため、粒子の流動性がよい
- (4) 運転条件や微粒化装置の選定により、粒子径の変更が容易

このような特徴が得られる理由を順次説明する。

1.1 スプレードライヤの構成

スプレードライヤの構成について、フローを使って説明する(図1)。スプレードライヤは大きく分けて四つの工程で構成されている。乾燥媒体であるガス(外気)を吸引して加熱する熱風発生工程、原液を微粒化する微粒化工程、熱風と原料液滴が接触し、液滴が瞬時に乾燥する乾燥工程、そして粉末製品と乾燥排ガスを分離し粉末製品を回収する製品回収工程の4工程から成り立っている。

フローからもわかるように装置構成としては非常に単純な構造である。微粒化装置で微粒化された液滴は乾燥室内に分散され、熱風によって乾燥室内を滞留している間に乾燥し粉末化さ

第2節 粉体の供給および計量におけるトラブルと対策

フルード工業(株) 小波 盛佳

1. 供給装置の基本構成と機能

1.1 基本機能の構成

供給装置は粉体を取り扱う操作，すなわち粉碎，混合，造粒，乾燥，反応，包装などを行う工程・装置へ粉体を供給する装置である。

供給装置は，基本的に，図1の受入部，移送部，排出部の3つの部分により成り立っている。

スクリーフィーダでは，スクリーによって上流のホッパ部から粉体を取り込む部分が受入部に相当する。スクリーが水平に移動させる部分が移送部である。スクリーから離れて落下する部分が排出部である。

簡単な構造のチェーンフィーダでも，同様に，チェーンが掛かり始める部分が受入部，チェーンで落下を抑制または促進させる部分が移送部，チェーンから離れる部分が排出部である。

これらのうち，どの部分，すなわちどの機能を重視するかによって次のように呼称が異なるが，全部を合わせて供給機と総称する。

受け入れ部	: 上流側の排出機能	→	排出機(ディスチャージャ)
移送部	: 移送機能	→	輸送機(コンベヤ)
排出部	: 下流側への供給機能	→	供給機(フィーダ)

1.2 排出機能

その前段が粉体の貯槽(または装置内の粉体貯蔵部)である場合は，排出機としての役割を与えられることが多い。この場合，前段の貯槽の形状，使い方などの詳細を把握して排出機の仕様を決定する必要がある。また反対に，排出機能を十分に発揮できるように，上流側貯槽の構造・寸法に対して要求すべきときもある。

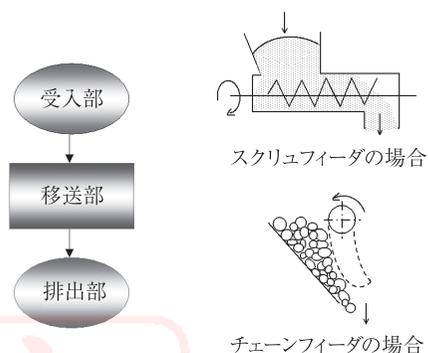


図1 供給装置の基本構成