

凝集体解砕装置

Several Deagglomeration Machines and These Features

笹井 良祐

ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所 技術開発部 研究員

Ryosuke SASAI

Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

抄 録

本稿で扱う解砕とは、一次粒子が凝集した粒子凝集体を一次粒子のサイズを変えず（粉砕することなく）分散したり解きほぐしたりする操作を指す。異種の原料粉体同士を固相反応させて焼成するような場合、目的、用途によっては焼成後の粒子凝集体を一次粒子近くまで解砕する操作が必要となることがある。本稿では、解砕に適用される当社各種粉体処理装置の特徴と、セラミック凝集体の解砕事例としてコンデンサ用粉体、二次電池正極材用粉体の最近の解砕技術の実施例について紹介する。

ABSTRACT

Deagglomeration is here defined as the operation of dispersing or unraveling the agglomerates without changing the primary particle size. In the case that powder is synthesized by the solid-phase reaction, it is necessary to deagglomerate the agglomerates to primary particles in some cases. In this paper, deagglomeration machines are introduced. In addition, the recent deagglomeration technology of ceramic powders for capacitors and cathode materials of secondary battery are also introduced as examples of deagglomeration.

1 はじめに

産業分野におけるコア材料の一つとして使用される粉体は、最終製品になるまでの製造プロセスにおいて、異種の粉体、液体などと固相、液相、気相下で混合あるいは反応し、最終的に機能が付与された製品となることが多く、そのプロセス中において、粉体粒子を所望の粒子径に調整するための粉体処理操作が必要となる。例えば、異種の原料粉体同士を固相反応させて焼成するような場合には、焼成反応を促進（緻密化）させるための粒子微細化を目的とした粉砕操作、焼成後の粒子凝集体を一次粒子近く

まで解きほぐすことを目的とした解砕操作などが必要となることがある^[1,2]。

本稿では、焼成反応などによって生成されるセラミック凝集体に対する粉体処理技術の一つである解砕に着目し、適用される粉体処理装置とともに、実際の解砕結果についても紹介する。

2 解砕とは

解砕とは、一次粒子が凝集した粒子凝集体を一次粒子のサイズを変えず（粉砕することなく）分散したり解きほぐしたりする操作のことで、圧縮、

衝撃、摩擦、せん断などの機械的エネルギーにより、一次粒子のサイズを減少させる粉碎操作とは、目的、現象が大きく異なる。

粉碎、解砕のいずれの場合においても、粉碎（解砕）とともに、分級操作による粒子径分布の調整が必要となり、当社においても、これまで分級機搭載型の粉碎（解砕）装置を数多く販売してきている。解砕は粉碎とは目的が異なるため、装置の選定が異なるだけではなく、装置で使用する部品、セッティング、運転条件なども粉碎のそれとは異なることになる。装置選定に当たっては、粒子径分布の他にも、流動性、付着性、摩耗性などの粉体特性、粉碎力（解砕力）、メンテナンス性などの装置特性を総合的に考慮し、対象としている凝集体粒子の特性、特徴に適した解砕装置の選定が必要となる。

3 解砕に適用される粉体処理装置

図1に凝集体の解砕に適用される当社粉体処理装置とその主な特徴を示す。これらの装置は通常、粉碎や分級用途に使用する装置であるが、運転条件や部品構成、セッティングなどを変更することで、解砕装置としても使用することができる。

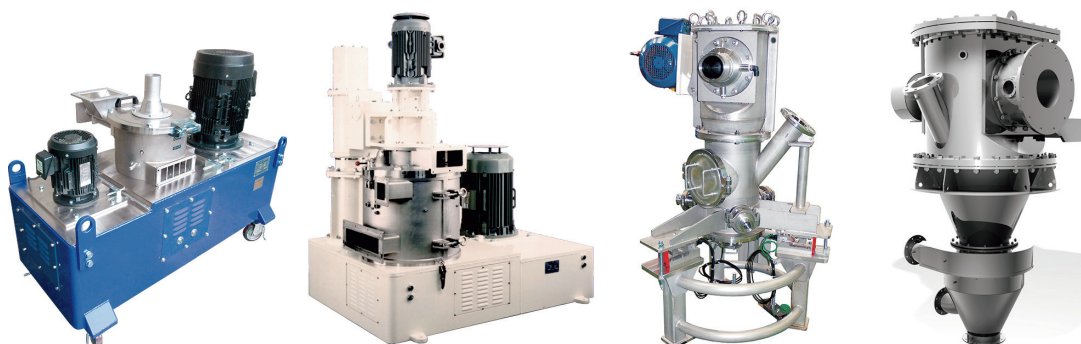
ACMは、分級機を内蔵した機械式の微粉碎機であり、高速回転する解砕ロータと外周に近接するラ

イナとの間の衝撃作用により解砕を行うが、同時に高速回転する内部分級機によって、分級された微粉を解砕品として機外に取り出し、粗粉は再び解砕ゾーンに戻しながら解砕させる内部循環型の装置である^[3]。ACM-F型はその最新機種となる。

一方、衝撃型超微粉碎機イノマイザ[®]INMは、ACMよりも更に微細な解砕品が求められる場合に用いられる。INMはACMに比べて強力な解砕ロータ、高性能な分級機を有しているため、ACMでは解砕が難しい原料や微粉が求められる場合に適している。

流動層式カウンタジェットミル[®]AFG-CRSは、圧縮ガスを解砕源とし、ガス流と粉体、あるいは粉体同士の衝突作用により解砕を行いながら、内蔵した分級機により所定の解砕品を得る装置である。解砕ロータなどの駆動部がないため、耐摩耗が容易であり、付着が激しい材料などに適している。また、解砕に用いる圧縮ガスの圧力を変更することで、要望に応じた粒子径調整が可能である。

ATPは、遠心力型気流式分級機であり、気流と高速回転する分級機により構成される。通常は分級機として使用される装置であるが、解砕装置として用いる場合には、大量の一次ガス（原料粉体と同伴される空気）と、二次ガス（解砕を促進するガス）により、解砕を行う。AFGに比べるとガス圧力が低



機種	ACM-F	INM	AFG-CRS	ATP
機構	解砕ロータ + 分級機	解砕ロータ + 分級機	圧縮ガス + 分級機	気流 + 分級機
解砕力	大～小	大～小	大～小	小
分級点	大	小	小	小
耐付着性	普通	普通	良	良

図1 凝集体の解砕に適した各種粉体処理装置

Fig. 1 Several powder processing machines suitable for deagglomeration of agglomerates.

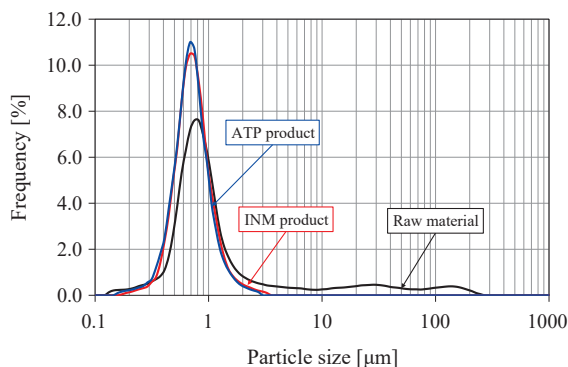


図2 誘電体セラミック粉の解砕結果

Fig. 2 Deagglomeration result of dielectric ceramic powder.

表1 誘電体セラミック粉の代表粒子径

Table 1 Each particle size of dielectric ceramic powder.

	Raw Material	Target	INM product	ATP product
D_{50} (μm)	0.93	0.65~0.75	0.71	0.69
D_{99} (μm)	228	3.2	3.0	2.8

いため、硬い凝集体の解砕には適さないが、この装置も解砕ロータがないことで、耐摩耗が容易な装置となっている。よって、柔らかい凝集体の解砕ではあるが、付着性が強く、耐摩耗が必要な場合に適している。

ここで紹介した4つの装置は、いずれも分級機を内蔵した装置であり、この分級機の回転速度を変更することで、粒子径調整を可能としている。4つの装置では搭載している分級機の性能は若干異なるが、最も大きな違いは解砕の方式である。解砕ロータの有無や形状、その回転速度、あるいはガスの圧力やガス量がそれぞれの装置で異なるため、目的に合わせたテストや装置を選定する必要がある。

4 セラミック粉の解砕例

4.1 コンデンサ用セラミック粉体の解砕例

誘電体セラミック粉体をイノマイザ[®]INM-30、ターボプレックス[®]200 ATPのそれぞれを用いて解砕した結果を図2に、原料粒子径、要求粒子径、解砕品の粒子径を表1に示す。このセラミック粉は、図2に示すように、約0.8 μm、約30 μm、約150 μmにそれぞれピークを持つ三山の原料であり、

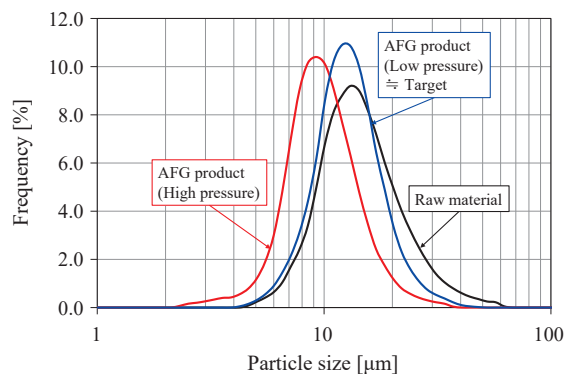


図3 二次電池正極材セラミック粉(その1)の解砕結果

Fig. 3 Deagglomeration result of ceramic powder (Type1) for cathode material of secondary battery.

表2 二次電池正極材セラミック粉(その1)の代表粒子径

Table 2 Each particle size of ceramic powder (Type1) for cathode material of secondary battery.

	Raw Material	Target	AFG product (High pressure)	AFG product (Low pressure)
D_{50} (μm)	14.5	12.0 ± 0.5	9.2	12.4
D_{100} (μm)	65.2	50.0	39.6	48.1

約30 μmと約150 μmの二つのピークが凝集体である。また、一次粒子径はサブミクロンと微細であり、且つ付着性、摩耗性が激しい材料である。図2、表1より、INM-30、200 ATPのいずれの装置においても、目標粒子径を達成する結果が得られているが、解砕ロータがあるINM-30では装置への付着が極めて激しく、長時間運転には適さない結果となった。なお、解砕部がないATPを用いることで、摩耗対策、付着対策が容易となり、長時間運転においても問題は見られなかった。

このように、凝集性が強くはないが、付着性が激しい粒子凝集体の解砕に対しては、ATPのようなシンプルな遠心型気流式分級機は有効であると考えられる。

4.2 二次電池正極材用セラミック粉体の解砕例

次に、二次電池正極材用セラミック粉体をカウンタジェットミル[®]200AFG-CRSを用いて解砕した結果を図3に、原料粒子径、要求粒子径、解砕品の粒子径を表2に示す。図3のAFG product (Low pressure)と記載がある粒子径分布は低圧のガスで解砕した結果であるが、この条件で要求の粒子径分

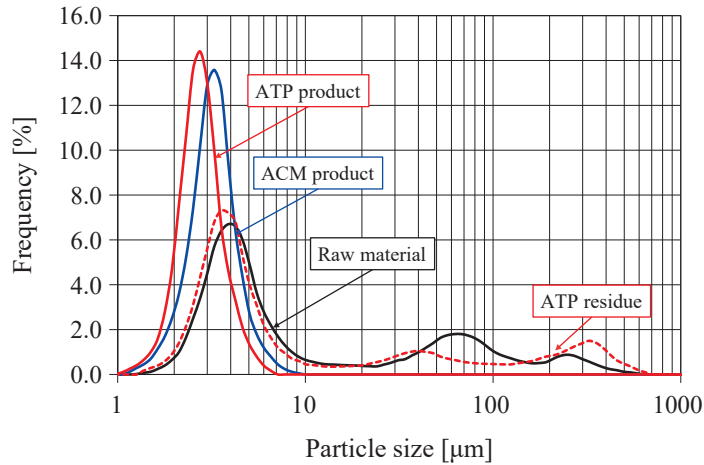


図4 二次電池正極材セラミック粉(その2)の解砕結果
 Fig. 4 Deagglomeration result of ceramic powder (Type2) for cathode material of secondary battery.

表3 二次電池正極材セラミック粉(その2)の代表粒子径
 Table 3 Each particle size of ceramic powder (Type2) for cathode material of secondary battery.

	Raw Material	Target	ACM product	ATP product	ATP residue
D_{50} (μm)	4.2	3.5	3.3	2.8	3.7
D_{100} (μm)	592	9.2	9.3	7.0	674

布が得られている。原料と AFG 解砕品 (Low pressure) の粒子径分布を比較すると、原料と AFG 解砕品 (Low pressure) の微粉側の頻度はほぼ同じである。つまり、微粉を発生させることなく、粗粉側の粒子径分布を微粉側にシフトさせることが求められている。AFG 解砕品 (High pressure) は、解砕ガス圧力を高圧にした条件であるが、この場合、微粉が多く発生しており過粉碎の結果となっている。このようにガス圧力を調整することで、微粉の発生を抑えながら要求の粒子径分布に解砕することができる。電池用正極材では、性能や安全性の面から、金属粉などの異物混入は厳しく制限されることが多いが、AFG は、対向するノズルからの噴出ガス流により解砕する構造であるため、解砕ロータなどの解砕部がなく、装置からのコンタミネーション量も少ないというメリットがある。大気ガスを嫌う場合や、低露点ガスが要求される場合には、閉回路システムを組むことも可能である。

次に、別の二次電池正極材用セラミック粉体を、ACM パルペライザ® ACM-15F、ターボブレックス®

200 ATP を用いて解砕した結果を図4に、原料粒子径、要求粒子径、解砕品の粒子径、ATP 機内残留物の粒子径を表3に示す。図3と図4の原料粒子径分布を比較すればよく分かるが、二次電池正極材用セラミック粉体と一言で言っても、粒子径分布は大きく異なる。図4の原料粒子径分布のうち、約40 μm 付近以降に見られる長いテールは極めて硬い凝集体である。この原料中に含まれる数百 μm にまで及ぶ粗大粒子の存在により、200 ATP では解砕力が不足し、運転時間とともに装置内に未解砕品が残留していく現象が確認されており、装置としては適していない。なお、この現象は、表3に記載の ATP 機内未解砕品を表す ATP residue の粒子径が原料粒子径と同程度に大きいことから明らかである。一方、ACM-15F は、解砕ロータを搭載しており、原料中に含まれる粗大粒子も解砕ロータの回転速度の調整により問題なく解砕されるため、未解砕品の発生(機内への残留)もなく良好な結果が得られている。

ACM や INM のような分級機内蔵型の機械式微粉砕機は、その構造上、付着性の強い凝集体の解砕には適さないことがあるが、ここで紹介したような比較的付着性が小さく、粗大粒子を含む凝集性が強い粉体の解砕には、好適な解砕機の一つと考えられる。また、これらの装置においても、閉回路システムでの対応は何ら問題ない。

5 おわりに

凝集体粒子の解砕と一括りに言っても、前工程や、原料あるいは焼成温度などの違いにより、その材料の付着性や摩耗性、凝集体の硬さ、粗大粒子の有無といった粉体特性が異なるため、それに応じた最適な解砕装置も必然的に異なることになる。

本稿では、コンデンサ用セラミック粉 1 種類と二次電池正極材用セラミック粉 2 種類を例に、解砕装置、解砕結果について紹介したが、今回紹介した材料に限らず、目標とする粒子径分布や粗大粒子の有無、その材料の付着性や摩耗性の違いにより、様々な解砕装置が提案できる。対象となるような原料粉

体があれば、ぜひ一度当社までご相談いただければ幸いである。

References

- [1] 守吉 佑介, セラミックスの焼結メカニズム, エレクトロニクス実装学会誌, 6 (2003) 266–273.
<https://doi.org/10.5104/jiep.6.266>
- [2] ホソカワミクロン(株) 編: ホソカワ製品ハンドブック, 積層セラミックコンデンサ (MLCC) チタン酸バリウムおよび類似化合物, pp. 48–49, 凸版印刷(株), 大阪 (2013).
- [3] 猪ノ木 雅裕, 電池分野に貢献する最新粉体機器の動向, 粉砕, 56 (2013) 24–30.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2013006>

著者紹介



笹井 良祐 Ryosuke SASAI

〔経歴〕 2008 年 金沢大学大学院自然科学研究科物質工学専攻博士前期課程修了。同年ホソカワミクロン株式会社入社。粉体システム事業本部を経て、2011 年から現職。

〔専門〕 粉体装置の開発。

〔連絡先〕 rsasai@hmc.hosokawa.com