

有機溶剤対応湿式ふるい分け装置 Vibレット® VBL-FS について

Solvent Correspondence Wet Sieve Analyzer VIBLETTE® (Model VBL-FS)

松下 孝夫¹, 笹辺 修司²¹ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所 測定分析室²同 ICT デジタル事業部 事業部長Takao MATSUSHITA¹, Shuji SASABE²¹Powder Technology Research Measurement Analysis Center, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN²Division Director, ICT Digital Promotion Division, Hosokawa Micron Corporation, JAPAN

抄 録

湿式ふるい分け装置 Vibレット® (VBL-F) は世界で唯一の水を用いた湿式ふるい分け専用の装置として開発された。品質保証面で確実性の高いふるい分け操作は、ふるいが破損しない限り、粒子径の製品保証が可能な唯一の手法として古くから根強い需要がある。そのような中、水溶性、撥水性により水では十分なふるい分けが行えない粉体や、有機溶剤中に分散して使用する粉体の評価が求められてきた。こうしたニーズに応えるため、新たに開発した有機溶剤対応湿式ふるい分け装置 Vibレット VBL-FS を紹介する。

ABSTRACT

Wet sieve analyzer VIBLETTE® (model VBL-F) was developed as a dedicated wet sieve analyzer using water. Sieving is still used for quality control because unless the sieve breaks, sieving has been the only way to guarantee the quality of products. However, powders that cannot be sufficiently sieved with water due to water solubility or water repellency requires the use of organic solvent dispersion for evaluation. To meet these needs, we introduce the newly developed solvent correspondence wet sieve analyzer VIBLETTE (model VBL-FS).

1 はじめに

粉体は、ほとんどの工業製品にかかわりを持っているため、昨今の目覚ましい技術革新による高機能製品には高度な粉体技術が不可欠とされており、機能性向上を目的とした原料の超微粉化や粒子設計等の高度な加工技術の高まりとともに、更に一層進化した高度なステージでの評価方法が求められている。

湿式ふるい分け装置 Vibレット® (VBL-F) は、

約 40 年前に当社が開発した水を用いた湿式ふるい分け装置ミクロンウオシーブ (WST) の後継機種である。WST は、当社の粉碎・分級装置等を購入検討される顧客が加工テスト用に持ち込まれた原料について、それらのテストを実施して作製された粉体サンプルの粒子径分布を評価する一手法として、手作業で行っていた湿式ふるい分け作業を自動化した装置である。ふるい分け評価を安定的かつ簡便に実施し、その際の個人差を解消することを目的に開

発された。粉体サンプルの特性評価技術は日々進歩し、現在の粉体の粒子径計測は、主にレーザ回折散乱法を用いた評価が一般的となっている。本方法ではふるい分け法で実施されている微量の粗大粒子の検出は困難とされているが、ごくわずかに存在する粗大粒子の除去等の技術は、ますます需要が高まる傾向が強い。

そのような中、水溶性、撥水性により水では十分なふるい分けが行えない粉体や、有機溶剤中に分散して使用する粉体の評価が求められてきた。例えば、水を含むと膨潤する食品材料、有機溶剤を含む顔料、インキ、電池材料、各種化学品等が挙げられる。こうしたニーズに応える分析機器として、新たに開発した有機溶剤対応湿式ふるい分け装置ヴィブレット® VBL-FSを紹介する。

2 構造上の主な特徴

2.1 VBL-F の構造

VBL-F は、上下約 1 mm の強振動とムラのない散水によって、効率よくふるい分けが行える JIS 対応 (φ200 mm, φ75 mm) のポータブルな試験室用湿式ふるい分け装置であり、良好な再現性、高い操作性、ふるい分け技術の伝承、微細な粗大粒子の検出等、多方面から高い評価を得ている。湿式ふるい分けでは、細かい目開きのふるいを使う場合、ふるい目に液膜が生じて液体やサンプルが通過しにくくなり、ふるいからサンプルが溢れ出るなどにより、ふるい分け時間が長くなるといった問題を抱えている。VBL-F は、散水部、ふるい分け部、振動発生部で構成されるため、ふるい面を直接、強力に振動させ、液膜の形成を防止するとともにサンプルの凝集塊を解砕し、サンプルと水が網面をスムーズに通過する効率的な湿式ふるい分けを実現した。散水ノズルは、ふるい内壁垂直部からふるい面にかけて一様に噴霧できる円錐タイプを開発し、電気駆動により回転させることで、場所によるバラツキなしにふるい分けを行うことができる^[1,2]。

2.2 VBL-FS の構造

VBL-FS (図 1) は、電気駆動パーツを装置内から排除し、有機溶剤対応型としている。よって、散液ノズルは固定式とし、少量噴霧機構へ変更、かつ



図 1 有機溶剤対応湿式ふるい分け装置ヴィブレット® VBL-FS の外観

Fig. 1 Solvent correspondence wet sieve analyzer VIBLETTE® (model VBL-FS).

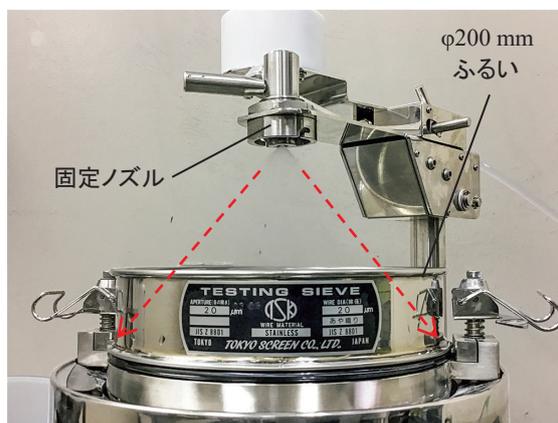


図 2 VBL-FS によるメタノール噴霧の様子

Fig. 2 Methanol spraying with VIBLETTE® VBL-FS.

有機溶剤使用量、すなわち廃液量を少なくするため、噴霧液量を最大 3 L/min 以下のものを開発した。有機溶剤はポンプでの供給とし、噴霧圧力を制御することで図 2 のようにふるいへの全面噴霧が可能になった。また、電気駆動パーツを無くすためポンプは圧縮空気駆動型のダイヤフラムタイプを選定し、液圧レギュレータを取り付けることで脈動を最小限に抑えた噴霧が可能となった。

また、VBL-FS は有機溶剤対応型とするために圧縮空気駆動型の振動機構 (振幅約 0.7 mm) を採用した。ふるいは各メーカーによってふるい枠の形状、高さが異なることから、装着する Oリングとふるい抑え部のアジャスタの変更によって、外径 φ200 mm 程度であれば、JIS, ISO, BS, DIN, Tyler, ASTM

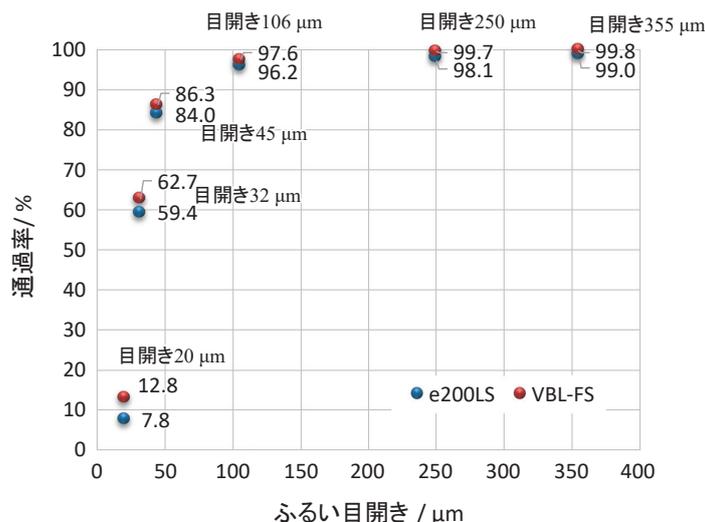


図3 VBL-FS と e200LS における各目開きの通過率の比較 (純ココア粉)

Fig. 3 Comparison of sieve passing rate of VBL-FS and e200LS (Pure cocoa powder).

にも対応可能である。また、JISφ75 mm ふるいを利用することで、高価な粉体向けの測定、乾燥時間の短縮による工数の軽減が図れる。さらに乾粉のみではなく、塗料やインキのようなペースト材料にも対応している。また、スラリーの連続供給を行うことで、スラリー中の微量な粗大粒子の除去・検出が可能である。本体は、耐化学薬品性に優れているプッシュ類を、筐体にはステンレスを採用している。さらに、CE マーク適合に向けた安全性機能として、有機溶剤を噴霧している際に、飛散防止カバーが開かないようにするロック構造を新たに設計した^[3]。

3 評価測定事例

3.1 水溶性が高い材料の評価

水溶性が高く水でのふるい分けが困難な材料として、純ココア粉 (市販品) に着目し、VBL-FS にてふるい分けを行った。また、ふるい分け後の乾燥工程が不要な乾式ふるい分け装置 e200LS (ホソカワアルピネ社製) との比較を行った。

VBL-FS では φ200 mm の目開きの異なる JIS ふるいを順に取り付け、サンプル 10 g を投入し、ふるい分けを行った。噴霧有機溶剤は、当社の過去の実績よりメタノールを選定した。サンプル投入後に飛散防止カバーを閉め、噴霧液量 0.2 L/min、振幅約 0.7 mm にて 10 min 運転後、洗瓶にてメタノールを供給しながらふるい面から残分をアルミ皿に回収

し、80°C 恒温槽で 5 時間乾燥し、デシケータで常温冷却した後、電子天秤で秤量した。この秤量値から、アルミ皿の風袋を減算し、投入重量と、運転時間ごとのふるい上残分重量から通過率を求めた。

一方、e200LS では目開きの異なる専用ふるいを順に取り付け、サンプル 10 g を投入し、装置の推奨吸引圧力にて運転を行い、投入重量と運転時間ごとのふるい上残分重量から通過率を求めた。

結果として、図3のように各目開きにおいて VBL-FS の方が高い通過率を示した。また、VBL-FS と e200LS の通過率の差は、目開き 355 μm 処理品では 0.8% であったのに対し、目開き 20 μm 処理品では 5.0% となり、目開きが細かいほど通過率の差が増加傾向にあることがわかった。以上により、水での評価が難しいサンプルにおいて、特に乾式ふるい分けが困難とされる細かい目開きの場合、VBL-FS を用いた有機溶剤によるふるい分けが効果的であると推察される。

3.2 レーザ回折散乱法を用いた粒子径評価と、ふるい分けを用いた粒子径評価の違い

小麦粉の粒子径評価はレーザ回折散乱法とふるい分けの両者での測定実績がある。しかしながら、ふるい分けは乾式に限定され、細かい目開きでは対応が難しいとされてきた。そこで、VBL-FS を用い、JIS 最小目開き 20 μm でのふるい分けを試み、乾式ふるい分けとの比較を行った。また、粒子径評価に

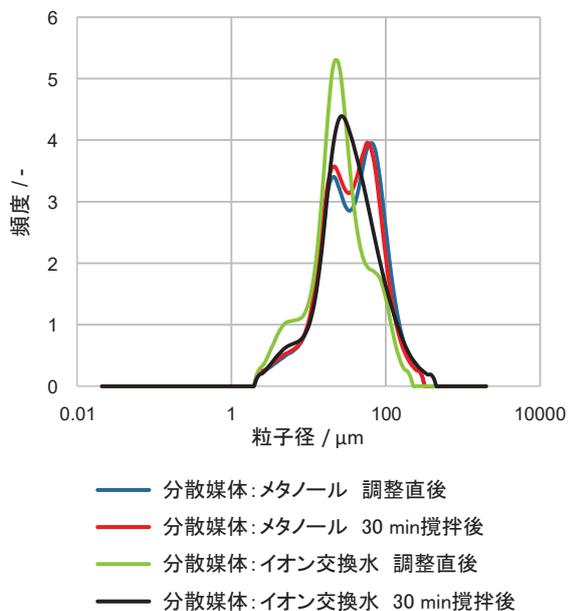


図4 各測定条件における粒子径分布の比較 (小麦粉)
Fig. 4 Comparison of particle size distribution under each measurement condition (flour).

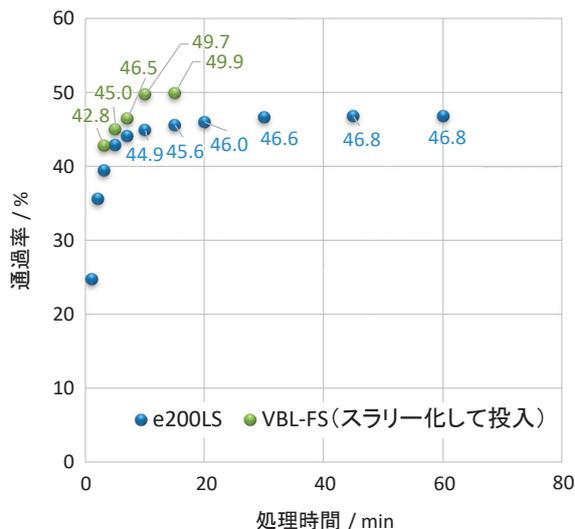


図5 VBL-FS と e200LS における各処理時間での通過率の比較 (小麦粉)
Fig. 5 Comparison of sieve passing rate at each processing time of VBL-FS and e200LS (flour).

表1 各測定条件による10%径, 30%径, 50%径, 90%径, 100%径の比較

Table 1 Comparison of D_{10} , D_{30} , D_{50} , D_{90} , D_{100} under each measurement condition (flour).

	10%径 [μm]	30%径 [μm]	50%径 [μm]	90%径 [μm]	100%径 [μm]
分散媒体: メタノール調整直後	10.60	20.91	36.98	102.0	294.5
分散媒体: メタノール 30 min 攪拌後	10.25	20.27	34.16	94.36	294.5
分散媒体: イオン交換水調整直後	6.580	16.35	23.15	75.34	208.2
分散媒体: イオン交換水 30 min 攪拌後	9.820	20.55	30.75	99.89	415.9

際しては、レーザ回折散乱法とふるい分けの両者の違いを確認した。測定サンプルとしては日清フラワー薄力小麦粉を用いた。

まず、レーザ回折散乱法により粒子径分布の測定を行った。分散液としてイオン交換水とメタノールを用いた。小麦粉を各分散液に投入し、超音波分散処理(100 W/2 min)により測定サンプルを準備した。分散液による小麦粉の状態変化を確認するため、調整直後と30 min 攪拌後の粒子径分布を測定した。その結果を図4に示す。イオン交換水では調整直後と30 min 攪拌後に粒子径分布に違いが見られたが、メタノールでは粒子径分布の変化がほぼ見られなかった。イオン交換水中では、時間経過とともに一部の成分の溶け出しや、粒子の膨潤が起きていると想定されるため、分散液としてメタノールを採用

した。

VBL-FSではφ200 mm目開き20 μmのJISふるいを用いた。測定の際、純ココア粉と同様に装置への乾粉での投入を試みたが、噴霧したメタノールとダマを形成し、ふるい分け効果が著しく低下した。そこで、あらかじめ200 gのメタノール中に小麦粉10 gを投入し超音波分散処理(100 W/4 min)を行い、スラリー化した状態で装置に全量投入した。VBL-FSにて噴霧液量0.2 L/min、振幅約0.7 mmにて一定時間運転を行い、各ふるい上残分は洗瓶にてメタノールを供給しながらアルミ皿に回収した。その後、50°C/30 minでメタノールを一部揮発させた後、アルミ皿を赤外線水分計にのせ、加熱温度105°C、重量変動率0.05%/min以下になるまで加熱し、デシケータで冷却後、重量測定し通過率を求めた。

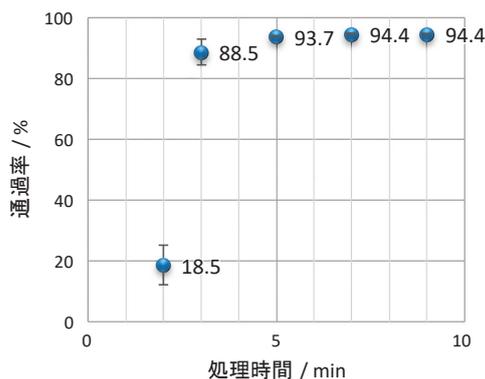


図6 VBL-FSにおける各処理時間での通過率 (NCM)

Fig. 6 Comparison of sieve passing rate at each processing time of VBL-FS (NCM).

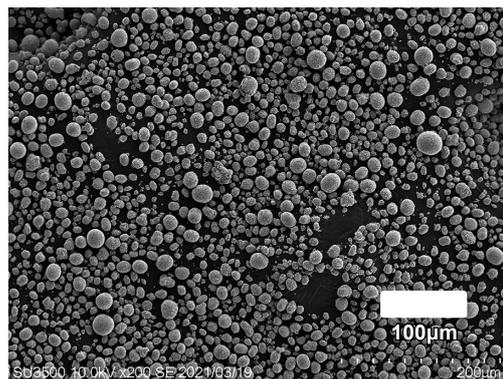
一方、e200LSは純ココア粉と同様に通過率を求めた。

通過率の経時変化を図5に示す。e200LSでは運転時間45 minにおいて通過率46.8%で横ばいになっているのに対し、VBL-FSでは運転間15 minで通過率49.7%となり、短時間で高いふるい分け効果があることが確認された。

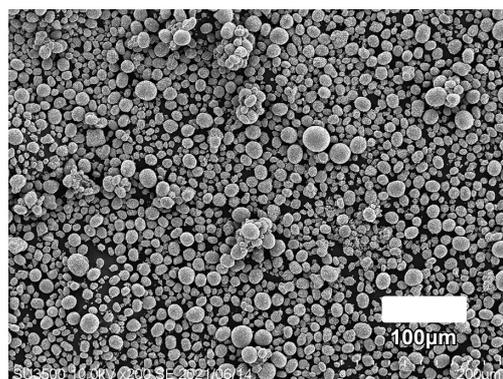
また、表1より、目開き20 μmふるいの通過率は30%程度と推察されるが、VBL-FSやe200LSのふるい分けでは50%近い値となった。レーザ回折散乱測定では体積分布を採用しているため、測定原理上、粒子径分布幅が広い場合に微粉が検出されにくいことがある。そのため、VBL-FSやe200LSのふるい分けの測定結果とこのような違いが確認されたと推察される。

3.3 リチウムイオン電池用正極材料 NCM の評価

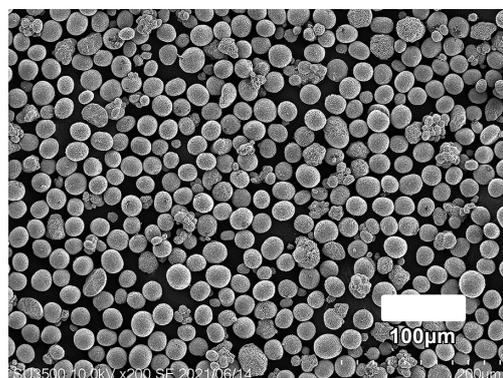
水分との反応を懸念されることがあるリチウムイオン電池用正極材 NCM (市販品) を用いて VBL-FS によるふるい分けを行った。サンプル 50 g を電子天秤で秤量し、VBL-FS に φ200 mm 目開き 20 μm の JIS ふるいを取り付け、サンプルを投入した。噴霧有機溶剤は、当社の過去の実績より、メタノールを選定した。サンプル投入後に飛散防止カバーを閉め、噴霧液量 0.2 L/min、振幅約 0.7 mm にて一定時間運転を行った。乾燥工程は純ココア粉と同様に行った。各運転時間において、2回ずつ処理を行い平均値、標準偏差を算出した。また、未処理品及び各運転時間の残分を回収し SEM 観察を行った。



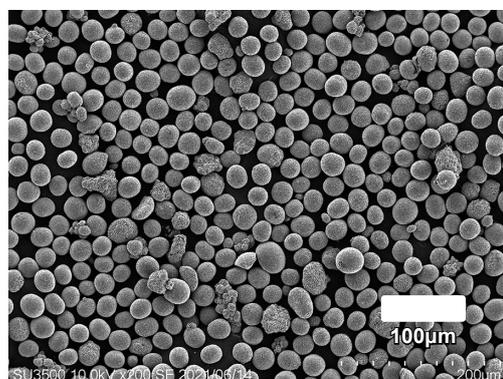
未処理品



2 min



3 min



9 min

図7 ふるい分け後の SEM 画像

Fig. 7 SEM images after sieving (NCM).

図6のように運転時間が2 min では通過率が18.5%と低く、また標準偏差は6.5となった。運転時間を7 min まで延ばしたところ、通過率が横ばいとなり、9 min では標準偏差が0.2まで向上した。

原料、および各ふるい上残分のSEM画像を図7に示す。運転時間が長くなるにつれ20 μm以下の粒子が減少していることが確認でき、ふるい分けが正常に行われていると考えられる。

4 仕様

表2にVBL-FSの標準仕様を示す。

5 おわりに

VBL-FSは世界で唯一の有機溶剤対応湿式ふるい分け装置であり、本稿で述べたように水でふるい分けできないサンプルへの適用が可能である。

装置本体、制御部、ポンプ全てにおいて電気駆動のパーツを排除し、有機溶剤対応型とした。また、有機溶剤を噴霧している際に、飛散防止カバーが開かないようにするロック構造を搭載した。

VBL-FSは少量の有機溶剤を噴霧すると同時に、ふるいに上下振動を加えることで、ふるい分けを行うことができる。そのため、測定者の安全を確保しつつ、測定精度の向上、測定時間の短縮を行うことができ、業務の効率化に繋がると考える。

表2 VBL-FSの仕様

Table 2 Specifications of VBL-FS.

型式	VBL-FS
外寸寸法 W×D×H	
・本体	280 mm×390 mm×470 mm
・制御部	260 mm×180 mm×180 mm
・ポンプ (固定台付き)	400 mm×400 mm×800 mm
重量	
・本体	46 kg
・制御部	2 kg
・ポンプ (固定台付き)	13 kg
適用ふるいサイズ (直径)	約 200 mm または 75 mm
圧縮空気	250 L/min 以上 0.5 MPa 以上 (ゲージ圧)
噴霧量	0.1 L/min～3 L/min

References

- [1] 笹辺 修司, 辻 圭師, 猪ノ木 雅裕, “最新の粉体評価装置の紹介”, 第26回日本セラミックス協会秋季シンポジウム (Sept. 4-6, 2013) 2L17.
- [2] 松下 孝夫, 笹辺 修司, “ホソカワミクロン(株)発行, 改良型湿式ふるい分け装置ヴィブレット (VBL-Fについて)”, 粉砕, 62 (2019) 71-78.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2019014>
- [3] 笹辺 修司, “有機溶剤対応湿式ふるい分け評価装置ヴィブレットの紹介”, 産業機械, 10 (2020) 43-44.
<https://www.jsim.or.jp/pdf/publication/journal/a-1-55-01-00-00-20201020.pdf>

著者紹介



松下 孝夫 Takao MATSUSHITA

〔経歴〕 2015年兵庫県立大学大学院物質系工学専攻修士課程修了。同年、ホソカワミクロン(株)入社。大阪技術部を経て、2018年から現職。

〔専門〕 粉体工学。最近、主に測定機の開発に取り組んでいる。

〔連絡先〕 tmatsushita@hmc.hosokawa.com



笹辺 修司 Shuji SASABE

〔経歴〕 1991年日本工業大学大学院工学研究科修士課程修了。同年、ホソカワミクロン(株)入社。粉体工学研究所、技術本部、新規事業開発プロジェクトリーダー、ナノパーティクルテクノロジーセンター長、研究室室長、測定分析センター長などを経て、2021年10月から現職。

〔専門〕 粉体工学と静電気。
最近、IoT関連技術の開発に取り組んでいる。

〔連絡先〕 ssasabe@hmc.hosokawa.com

正誤表

下記の記事中の3カ所に記載の誤りがあり、以下の通り修正させていただきます。

対象記事:粉砕 2022 年 65 巻 p.63-68「有機溶剤対応湿式ふるい分け装置 Vibret®VBL-FS について」

DOI: <https://doi.org/10.24611/micromeritics.2022013>

訂正箇所: ①64 頁左欄: 下から 2 行目, ②64 頁右欄: 下から 6 行目, ③68 頁左欄: 下から 8 行目

訂正内容: 誤: 防爆仕様; 正: 有機溶剤対応型
