

## 微粒子の高機能化に対応した最新の粉体技術 The Latest Powder Technology for Enhancing the Functional Capability of Fine Particles

猪ノ木 雅裕  
Masahiro INOKI

ホソカワミクロン(株) 粉体工学研究所  
Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation

### Abstract

In recent years, the fine particle procession technology has been utilized widely in various fields such as vehicle, electronic, food, pharmaceutical and biotechnology. On the other hand, the appearance of innovative equipment is expected significantly, in order to obtain the high added value and improve the quality of the final products.

In this paper, we introduce principle, structure, feature and experimental data on the latest powder processing machines for grinding, classification, sphericalization, compositing and drying which we developed in the past few years.

### 1. はじめに

粉作りの歴史を紐解くと、旧石器時代から叩き石 (crusher) や磨石 (grinder) など粉砕機の原型となるものが使われており、粉体技術は人類の誕生と同時に存在していたといっても過言ではない。時代の流れとともに、その本質的な価値は益々高まり、現代社会における粉体技術は、自動車、エレクトロニクス、化学、医薬、食品など殆どあらゆる分野において、縁の下を支える基盤技術として広く利用されている。特に近年は、粉体処理プロセスの生産性や経済性の向上は

もちろんのこと、最終製品の品質向上と高付加価値化が強く求められており、それらを実現することのできる新たな粉体処理装置の出現に、大きな期待が寄せられている。

ここでは、弊社が最近開発した粉体処理装置の中から、乾式微粉砕装置、球形化処理装置、粒子複合化処理装置、気流乾燥装置に絞って、それぞれの原理、構造、特長、実験データ、適用例などを述べる。

表1 乾式粉砕と湿式粉砕の比較

	乾式粉砕	湿式粉砕
プロセス	連続式が主流 基本的に分級工程との組合せが必要	バッチ式が主流
主な粉砕機	高速回転型衝撃式ミル、ジェットミル、ロールミル、ボールミル (回転式、振動式など)、媒体攪拌ミル	ボールミル (回転式、振動式、遊星式ミルなど) 媒体攪拌ミル、コロイドミル
使用原料	特に制限なし	液に溶ける物質は不可
粉砕限界粒子径	平均径でサブミクロンオーダーが限界	平均径でサブミクロン以下の粒域が可能
エネルギー効率	粉砕部が10 $\mu\text{m}$ 以上の領域で圧倒的に優位	粉砕物が1 $\mu\text{m}$ 以下の領域で圧倒的に優位 乾燥プロセスを用いると、消費エネルギーが増大し、凝集も発生
操作上の留意点	粉塵爆発、除塵、防音などの安全・環境対策	媒液が溶剤である場合の防爆構造や安全・環境対策

## 2. 乾式微粉碎装置

粉碎は、粒子に衝撃・圧縮・せん断・摩砕といった力を加えることにより、粒子サイズを減少させる機械的単位操作であり、粒子の機能を高める上での最も基本的な処理方法である。比表面積の増加、分散性・溶解性の向上、焼結品の均一性・成形性の改善などの目的に用いられるが、最近は微細で均一な微粒子を要求されるだけでなく、金属コンタミネーションの防止構造（オールセラミックス構造）や、二酸化炭素の排出量を大幅に削減できる省エネルギー型の粉碎プロセスといったニーズが強まってきている。

粉碎の方式は、乾式粉碎と湿式粉碎に大別でき、両者の違いを表1に示す<sup>1)</sup>。工業的な微粉碎処理の大半は乾式により行われており、その中でも代表的な高速回転型衝撃式ミル、ジェットミル、媒体攪拌ミルの3機種を紹介する。

### 2.1 高速回転型衝撃式ミル “ACMパルベライザ”

ACMパルベライザは、国内だけで2500台におよぶ納入実績を持ち、世界的に見ても最もスタンダードな

分級機内蔵型の衝撃式粉碎機といえる。装置内部は、図1のように粉碎ハンマ、ライナ、分級ロータからなり、粉碎と分級を機能的かつ効率的に作用させる構造となっている。原料は、周速100m/s以上で回転する粉碎ハンマと周囲のライナとの間で衝撃作用を受けて粉碎され、さらに高速回転する分級ロータによる遠心力と吸引される粒子の作用力とのバランスによって分級作用を受け、所望する微粒子だけが分級ロータを通過し、粉碎品としてバッグフィルタから連続的に回収される。なお、本装置は、過去40年以上の間にニーズに応じて、粉碎ハンマを中心に幾度となく改良されており、その変遷について重質炭酸カルシウムを原料にしたときの粉碎品平均粒子径と粉碎効率の関係で表すと、図2のようになる。

その中でも、最近リニューアルしたACM-HCは、オリジナル（ピンハンマ）に比べて微細化が可能で、約3倍の粉碎効率の向上がみられる。さらに、粉接部の部品が全てモノブロックのオールセラミックス製（ロータ：ジルコニア製、固定壁：アルミナ製）という特長を有し、リチウムイオン電池の原料である炭酸リチウムをACM-30HC（粉碎モータ22kW）で粉碎

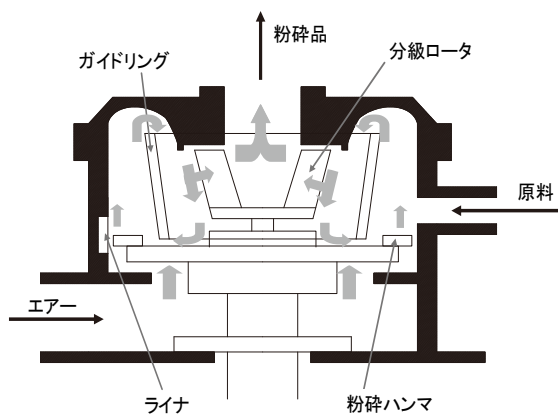


図1 ACMの基本構造

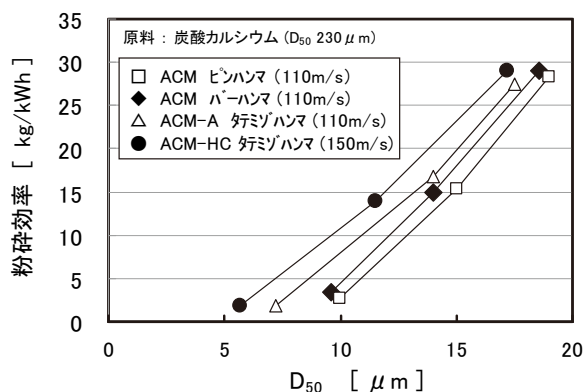


図2 ACMの性能の変遷

表2 ACMパルベライザの粉碎例

原料名	原料粒子径	粉碎品平均径	粉碎機型式	処理能力
粉体塗料	数 mm	20 μm	ACM-15H	130 kg/h
小麦粉	D <sub>50</sub> 80 μm	15 μm	ACM-15H	40 kg/h
炭酸リチウム	数 mm	17 μm	ACM-15HC	230 kg/h
カラートナー	数 mm	20 μm	ACM-30H	105 kg/h
カーボン	D <sub>50</sub> 300 μm	9 μm	ACM-30HC	120 kg/h

した結果、粉碎品中に鉄分のコンタミネーションがゼロであることを実証している<sup>2)</sup>。

このように省エネルギーや耐磨耗の面で優れた ACM パルベライザは、さまざまな分野で活躍しており、粉碎結果の一例を表 2 に示す。

## 2.2 ターゲット型ジェットミル“マイクロジェット Q 型”

高速回転型衝撃式微粉碎機よりも微細な数マイクロオーダーの微粉碎が必要な場合には、圧縮空気を利用したジェットミルが用いられる。ジェットミルには、ノズル対向方式、ターゲット方式、スパイラル方式などに大別されるが、ここでは粉碎力の強いターゲット方式の中からマイクロジェット Q 型を取り上げる<sup>3)</sup>。

マイクロジェット Q 型は、図 3 のように粉碎ノズル、ターゲット、分級ロータから構成されており、原料は粉碎ノズルからの音速近くまで加速された圧縮空気流に乗ってターゲットに衝突し粉碎される。その後、機内を旋回しながら所定粒子径の微粒子が分級ロータを通過し、粉碎品として回収される。

本装置は、従来型のジェットミルと比較してかなり

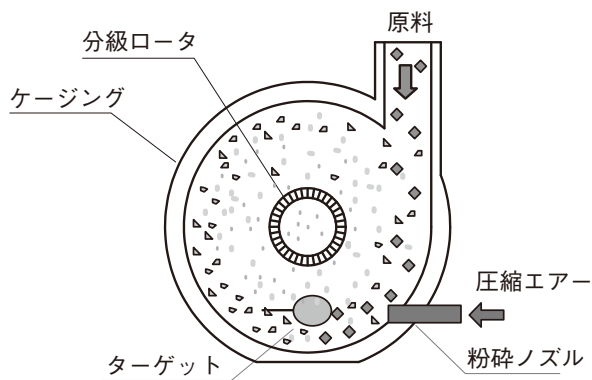


図 3 ミクロジェット Q 型の基本構造

コンパクトな構造であり、機内滞留量が非常に少ないという特長を有している。さらに、図 4 の黒鉛の粉碎結果が示すように、弊社のノズル対向型ジェットミルと比べて高い処理能力が得られることから、ネオジウム磁石原料の窒素雰囲気での粉碎プロセスとして使用されている。また、各種のセラミックス（アルミナ、ジルコニア、窒化珪素など）や超硬（WC）による耐磨耗が容易であるため、電子材料部品などの金属のコンタミネーションを嫌う微粉碎プロセスにも適用されている。主な粉碎例を表 3 に示す。

## 2.3 乾式媒体攪拌ミル“プルビス”

一次粒子を限界にまで微細化させるためには、滞留時間を多く取ることのできるボールミルが使われ、ここでは図 5 のような分級機内蔵型の乾式媒体攪拌ミル“プルビス”を紹介する<sup>1) 4)</sup>。

本装置は、媒体ボールを強制的に攪拌する粉碎部が装置下部に設けられ、上部より投入された原料が媒体ボールと共に攪拌される際に、強力な衝撃力・摩擦力を受けて微細化される。底部から流入する気流により、粉碎品は装置上部の高速回転型分級部に運ばれ、

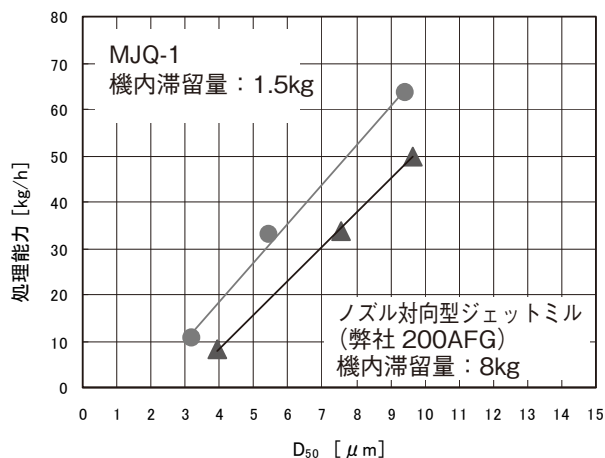


図 4 黒鉛の粉碎結果

表 3 ミクロジェット Q 型の粉碎例

原料名	原料平均径	粉碎品平均径	処理能力	型式 (圧縮空気量)
ネオジ鉄ボロン	数百 μm	3.4 μm	1.4 kg/h	MJQ-LAB (1Nm <sup>3</sup> /min)
蛍光体	25 μm	6 μm	2 kg/h	MJQ-LAB (1Nm <sup>3</sup> /min)
リン酸鉄	2.5 μm	1.3 μm	80 kg/h	MJQ-1 (4Nm <sup>3</sup> /min)
発泡剤	20 μm	6.5 μm	180 kg/h	MJQ-1 (4Nm <sup>3</sup> /min)
水酸化アルミニウム	9 μm	5 μm	40 kg/h	MJQ-1 (4Nm <sup>3</sup> /min)

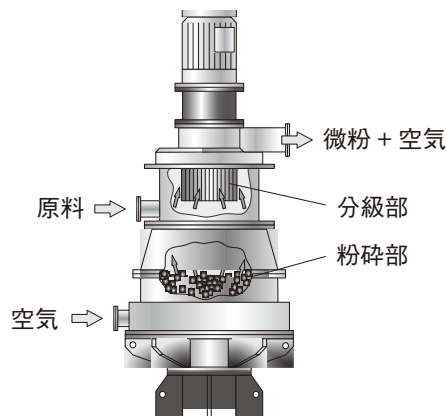


図5 プルビスの構造

所望する微粉子だけが粉碎品として排出される。粉接部の材質は、セラミックス製の耐摩耗仕様がほぼ標準的に用いられる。

湿式の媒体攪拌ミルは、小さいボール径ほど衝突頻度が高まり粉碎効率が上昇する傾向にあるが、乾式粉碎であるプルビスにおいては、図6の結果が示すように最適なボール径が存在する。これはボール個々にある程度の慣性力がなければ、凝集性の強い乾粉を分散できないからであり、直径5mmのジルコニアボールが使われることが多い。

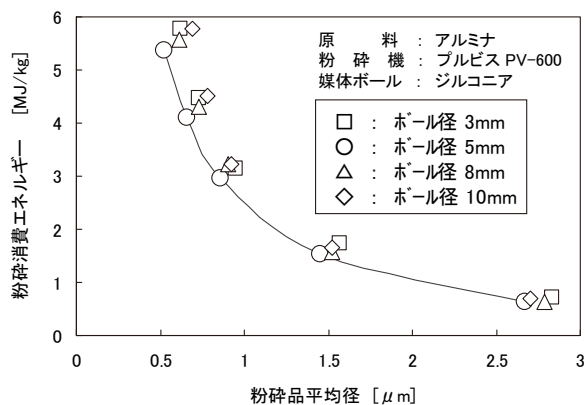


図6 媒体ボール径の影響

本装置の最大の特長は、コンプレッサを使用するジェットミルと比べて、非常に少ない消費エネルギーでサブミクロン粒子を生成できる点にあり、比較結果の一例を図7に示す。一般的なボールミルよりもコンパクトな設備となり、摩耗性の強いガラス材料やセラミックス材料の超微粉碎機として用いられている。粉碎例を表4に示す。

### 3. 球形化処理装置“ファカルティ”

球形化処理は、粉体としての機能を高める有効な手法の一つであり、流動性や充填密度の向上などを目的に用いられる。高温熱処理と機械的処理が存在するが、後者は粒子自体の物性に大きなダメージを与えずに処理できるメリットがあり、ここでは球形化と微粉除去を同時に処理できるファカルティとその実施2例を紹介する<sup>5)</sup>。

図8に示したファカルティの構造は、先のACMパルベライザと類似しており、周速100m/s前後で回転する分散ロータの衝撃力によって粒子のエッジを取り

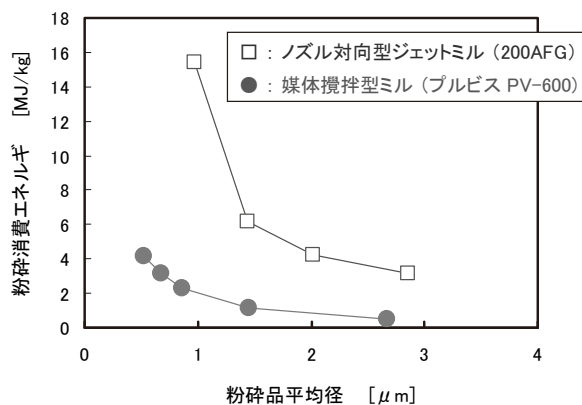


図7 ガラス粉の粉碎結果

表4 プルビスの粉碎例

原料名	粉碎品平均径	処理能力	型式
アルミナ	0.45 μm	0.46 kg/h	PV-150 (0.75kW)
鉄系合金	0.74 μm	0.55 kg/h	PV-150 (0.75kW)
Co系酸化物	1.17 μm	26 kg/h	PV-600 (18.5kW)
タルク	0.22 μm	68 kg/h	PV-800 (37kW)

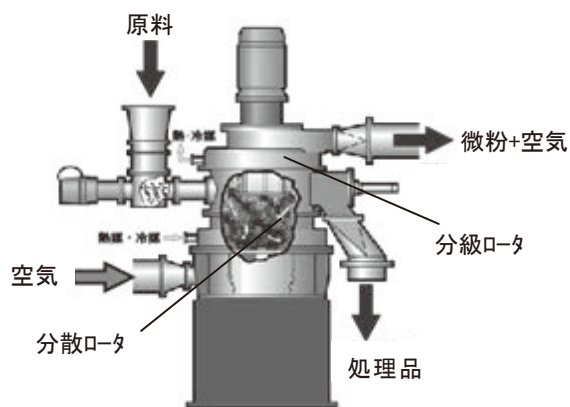


図8 ファルティの構造

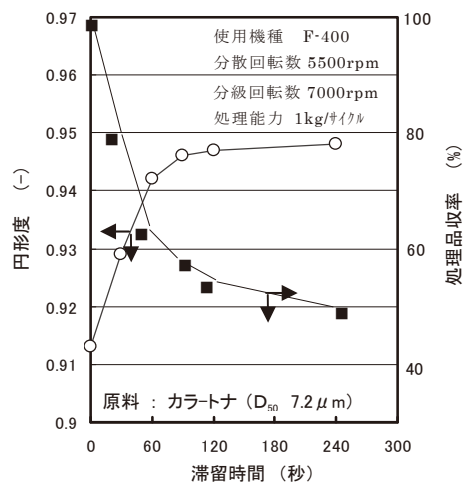
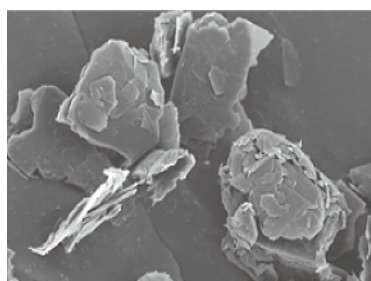


図9 トナーの処理結果

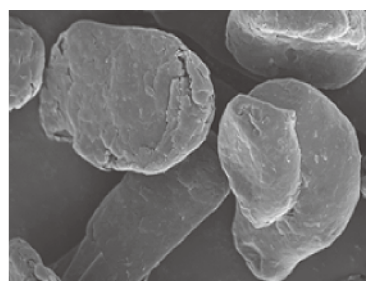


原料

( $D_{50}$  8.0  $\mu\text{m}$ 、固め密度 0.39 g/cc)

分散回転数 5500rpm  
分級回転数 7000rpm  
処理能力 60 kg/h

使用機種 F-400



処理品

( $D_{50}$  10.5  $\mu\text{m}$ 、固め密度 0.81 g/cc)

図10 天然黒鉛の処理結果

去る球形化処理部と、不要な微粉を分級ロータにより除去する強制渦流型分級部で構成されている。操作方はバッチ運転であり、機内に投入された原料は、所定の滞留時間内に球形化と微粉除去の処理が行われた後、側壁の排出ダンパーから処理品として排出するという操作が繰り返される。

図9は、複写機の画像性能を左右するトナーの球形化処理結果であり、滞留時間、円形度および処理品収率の関係を表している。トナーの場合、滞留時間1分前後で丸みを帯びた粒子が得られ、複写特性に悪影響を及ぼす4  $\mu\text{m}$ 以下の微粉も同時に除去することが可能である。

図10は、リチウムイオン電池の負極活物質である天然黒鉛を処理した結果である。天然黒鉛はアスペクト比が高いため、集電体に塗布するときに配向し、充填密度も低いという欠点があったが、球形化処理により解消され、二次電池として高性能な電池材料を生み出している。

#### 4. 粒子複合化処理装置“ノビルタ”

微粒子は、バルク状態とは異なる物理的・化学的特性を有するが、粒子表面が活性化し凝集性が強くなるため、単一粒子に分散することが困難になり、本来の機能が発現できないことが多い。このような特性を持った微粒子を実用化させる要素技術の一つが粒子複合化処理である。



型式 NOB-130

図11 ノビルタの外観

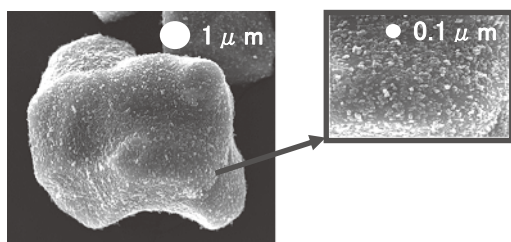


図12 コバルト酸リチウム粒子（平均10 $\mu$ m）とカーボンナノ粒子（平均50nm）の複合処理品

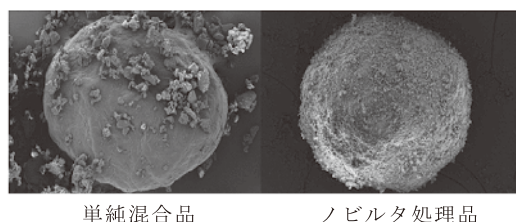


図13 セルロース粒子（平均285 $\mu$ m）とニフェジピン微粒子（平均21 $\mu$ m）の処理結果

ノビルタは、数 $\mu$ m以上の母粒子の表面にナノ粒子を均一に分散させる、いわゆる被覆型複合粒子を効率よく生成させるバッチ方式の粒子複合化装置である。図11が外観写真であり、水平円筒状の混合容器内で、特殊形状のブレードを周速20m/s以上の高速で回転させることにより、衝撃・圧縮・せん断の力が微粒子個々に均一に作用するように設計されている<sup>6)</sup>。

図12は、正極活物質コバルト酸リチウム（母粒子）とカーボンナノ粒子を、本装置で複合化処理したときのSEM写真であり、カーボン粒子が凝集せずにコバルト酸リチウム粒子の表面に均一に分散して複合化されていることがわかる。その結果、導電性のネットワーク構造を形成することができ、電池の内部抵抗が減少し、電池出力がアップすることが実証されている<sup>7)</sup>。

図13は、血管拡張薬の一つであるニフェジピン微粒

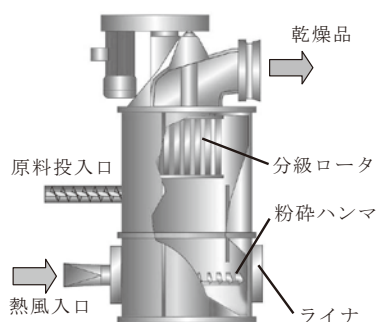


図15 ドライマイスタの構造

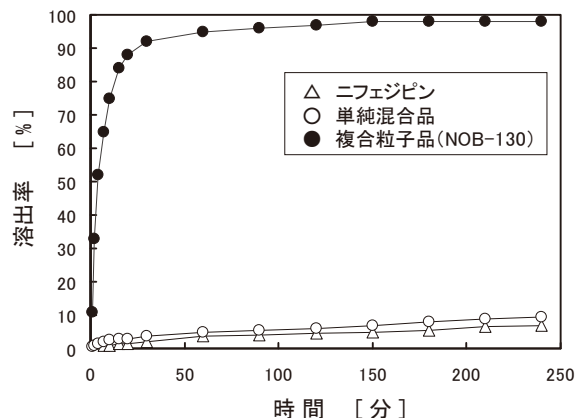


図14 溶出試験結果

子（難溶性）とセルロース母粒子を処理したときのSEM写真である。単純混合品では薬物の凝集粒子が多く存在しているのに対して、ノビルタ処理品では母粒子表面に複合化している様子が観察される<sup>8)</sup>。さらに、溶出試験結果を図14に示すが、複合化処理により溶出速度が飛躍的に向上していることがわかる<sup>9)</sup>。

以上のように、本装置は粒子径の差がある程度あればほとんどの材料について、バインダを使用することなくナノ粒子の複合品を作製することができ、既存プロセスにも容易に組み込めるという特長から、多くの産業分野で実績を残している。

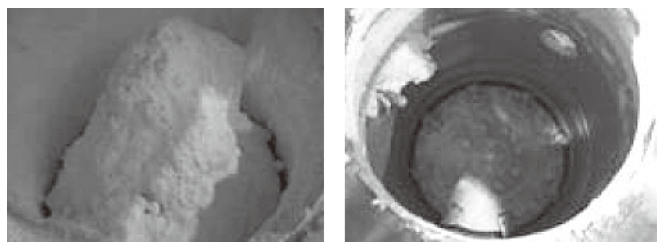
## 5. 気流乾燥装置 “ドライマイスタH型”

乾燥は直接加熱型と間接加熱型に分類され、原料性状、目標水分・粒度分布などに応じて多くの機種が存在する。

ドライマイスタは、直接加熱型の気流乾燥装置に属し、強力な粉碎ハンマと分級ロータを内蔵することにより、高温気流中で粉碎と乾燥を同時に処理できる装置として知られている<sup>10)</sup>。ここでは、従来のドライマイスタにさらなる改良を加えたH型（図15）の特長を、以下に示す<sup>11)</sup>。

従来型の入口熱風上限温度が400℃であるのに対して、H型は熱風供給構造の工夫により600℃まで可能となった。これにより熱効率が向上すると同時に、処理能力が1.5倍増大し、最大型式では4200kg/hの水分蒸発能力を有する。

また、H型のライナ（粉碎ロータ周辺の固定壁）は入口熱風で加熱されており、湿潤原料が壁面に付着しにくい構造となっている。強付着性原料である軽質炭



従来型 DMR-1  
入口 300℃ / 出口 90℃  
処理能力 155 kg/h

DMR-1H  
入口 600℃ / 出口 90℃  
処理能力 340 kg/h

図16 機内付着状況 (原料：軽質炭酸カルシウム)

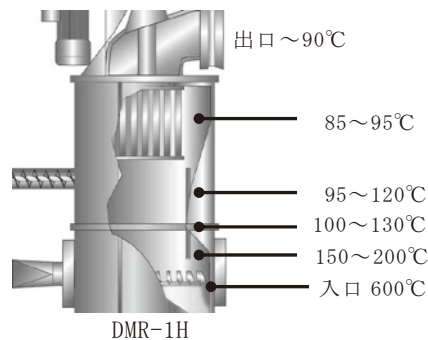


図17 機内温度分布の実測値

表5 ドライマイスタの乾燥例

原料名 (状態)	原料水分 (%W. B.)	乾燥品水分 (%W. B.)	乾燥品粒子径
水酸化マグネシウム (ケーキ)	30	0.3	D <sub>50</sub> 1 μm
金属酸化物 (ケーキ)	30	0.1	Top 8.5 μm
顔料 (粘土)	52	0.8	D <sub>50</sub> 0.8 μm
おから (ペースト)	80	4	D <sub>50</sub> 50 μm
魚 (頭付タラ)	80	6	D <sub>50</sub> 100 μm

酸カルシウム (ペースト状) を従来型と H 型のそれぞれで乾燥した時の機内写真が図16であり、この他にも多くの壁面付着の防止効果を実証され、適用の幅が大きく広がっている。さらに、このときの機内温度分布の実測値を図17に示したが、入口エア温度が急激に降下しており、湿潤原料は粉碎ロータ近傍で瞬間的に乾燥していることがわかる。

この他にも本装置は、ハンマ周速アップ (100→130m/s) による微細化や、セラミックス部品を用いた耐摩耗仕様などの特長を備えており、乾燥例を表5に示す。

## 6. おわりに

本稿では、弊社が最近開発した機器をいくつか紹介したが、IT 関連や医療などの世界と比べると、粉体装置の研究開発は大きく遅れを取っていると言わざるを得ない。技術的に飽和状態に近づいているのが、その要因の一つとして挙げられ、今後は素材の基礎研究・装置の開発・粒子の評価技術に携る研究者・技術者が一体となって、相互に知識と情報を交換していくなど、これまでとは異なった研究スタイルを積極的に取り入れながら、現状の粉体技術をブレイクスルーす

ような粉体装置やシステムを創出したいと考えている。

### 引用文献

- 1) 猪木雅裕, サブミクロン・ナノレベルの粉碎・分散技術とプロセスの向上, P335, (株)情報機構発行 (2009).
- 2) 千葉智幸, 産業機械, No.10, P49 (2010).
- 3) 柴田高志, 粉碎, No.54, P64 (2011).
- 4) 猪木雅裕, 顔料, vol.57, No.1, P8 (2013).
- 5) 猪木雅裕, 粉碎, No.48, P80 (2004).
- 6) 猪木雅裕, 機能材料, vol.24, No.27, P77(2004).
- 7) 門脇ら, 第36回技術討論会テキスト「電池の高性能化と粉体技術」, P70 (2001).
- 8) 井上義之, 粉碎, No.53, P80 (2010).
- 9) 井上義之, PHARM TECH JAPAN, vol.26, No.7, P17 (2006).
- 10) 猪木雅裕, 化学装置, 2002年6月号, P33.
- 11) ホソカワ製品ハンドブック, P320, ホソカワミクロン(株)出版 (2013).

### Captions

Fig. 1 Basic structure of ACM PULVERIZER

- Fig. 2 Transition of grinding performance of ACM PULVERIZER
- Fig. 3 Basic structure of MICRON JET Q type
- Fig. 4 Grinding result with graphite
- Fig. 5 Basic structure of PULVIS
- Fig. 6 Efficiency of media ball
- Fig. 7 Grinding result with glass powder
- Fig. 8 Basic structure of FACULTY
- Fig. 9 Processing result with toner
- Fig. 10 Processing result with natural graphite
- Fig. 11 External appearance of NOBILTA
- Fig. 12 Compounding with lithium cobaltate (average size  $10\mu\text{m}$ ) and carbon (average size  $50\text{nm}$ )
- Fig. 13 Compounding with cellulose (average size  $285\mu\text{m}$ ) and nifedipine (average size  $21\mu\text{m}$ )
- Fig. 14 Result of elution test
- Fig. 15 Basic structure of DRYMEISTER
- Fig. 16 Photograph of sticking in dryer (raw material : calcium carbonate)
- Fig. 17 Measured value of temperature inside the drier
- Table 1 Comparison of dry grinding and wet grinding
- Table 2 Example of the application with ACM PULVERIZER
- Table 3 Example of the application with MICRON JET Q type
- Table 4 Example of the application with PULVIS
- Table 5 Example of the application with DRYMEISTER