



Dry Processing Technology for Particle Structure Control

Tsuyoshi HIGASHIWADA¹

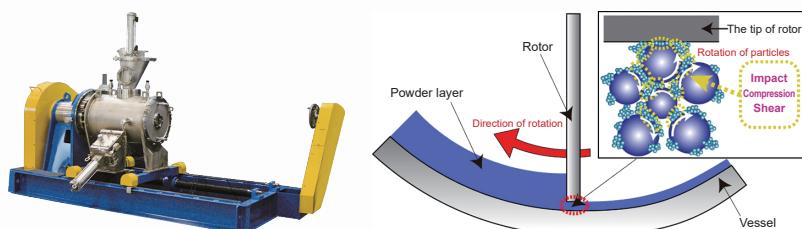
Background and Aims: Powder materials are extensively utilized not only as final products in foods, cosmetics, and pharmaceuticals but also as raw materials and intermediates in the manufacturing processes of various industrial products including battery materials and magnetic materials. Powder consists of an aggregate of solid particles, and controlling the structure of powder, such as particle dispersion state and granulation structure, is essential for material development and manufacturing. While wet grinding can achieve sub-micron particle sizes, it requires additional drying processes and wastewater treatment, making dry processing more economical for industrial-scale production. Recent advances in high-performance classifiers have enabled dry grinding to produce finer particles, and dry composite processing has emerged as an energy-saving and environmentally friendly method. This study aims to introduce examples of particle structure control through dry operations, focusing on particle size reduction and composite processing using our equipment.

Methods and Results: Three main dry processing technologies were investigated: fine grinding, high-speed classification, and dry composite processing. For fine grinding, Pulvis®, a dry-type agitating media mill with an integrated classifier, successfully produced sub-micron silica particles by combining grinding and classification operations. High-speed classifiers mounted on jet mills achieved average particle sizes of approximately 0.5 μm with maximum particle sizes around 2 μm for silica grinding. Opposed jet mill AFG demonstrated effective disintegration of agglomerated particles while minimizing contamination and controlling fine particle generation through gas pressure adjustment. For composite processing, Nobilta® dry particle composer was applied to battery materials and pharmaceuticals. In battery applications, silicon particles were surface-modified with solid electrolyte coatings, creating microporous structures that reduced volume changes during charge-discharge cycles. In pharmaceutical applications, mannitol granules were composited with finely ground ibuprofen, and dissolution behavior was controlled through surface coating with hardened castor oil powder.

Conclusions (Outlooks): This study demonstrates that dry processing operations offer significant advantages over wet methods, including elimination of binder requirements, no need for drying processes, and overall energy savings in manufacturing processes. The combination of advanced grinding equipment with high-performance classifiers enables continuous and efficient production of sub-micron particles while preventing reagglomeration. Dry composite processing proves particularly valuable for battery materials requiring high charge-discharge rates and pharmaceutical applications demanding controlled dissolution behavior. The binder-free nature of dry processing makes it especially suitable for battery material development, where contamination control is critical. As global demand for automotive battery materials continues to grow and pharmaceutical industries face increasing numbers of poorly soluble drugs, dry processing technologies are expected to find expanded applications. Future development efforts will focus on further improving the performance of dry processing equipment to meet evolving industrial requirements for advanced functional materials.

Keywords:

Particle size reduction
Dry grinding
Dry composite
Dry coating



¹ Development Section, Powder Technology Research Institute, Hosokawa Micron Corporation



乾式操作による粒子構造制御技術

東和田 剛司

ホソカワミクロン株式会社 粉体工学研究所 開発室

抄 錄

粉体は、最終製品としてだけでなく、様々な工業製品の製造プロセスにおいても広く利用されている。粉体は固体粒子の集まりであり、その分散状態や造粒構造などの構造制御は、各種材料開発および製造に欠かせない技術である。近年では高性能分級機の導入により、乾式粉碎でもより微細な粒子を得ることが可能となり、乾式複合処理は電池材料の改良や医薬品の溶解速度制御などに応用され、省エネルギーかつ環境に優しい手法として注目されている。本稿では、粒子・粉体構造制御の一例として、当社装置を用いた乾式操作による微細化・複合化の処理事例を紹介する。

1 はじめに

私たちの身の回りに存在する粉体は、食品、化粧品、医薬品などの最終製品としてだけでなく、二次電池材料や磁石材料などの電子材料、化学品などの原料・中間体としても、様々な工業製品の製造プロセスにおいて広く利用されている。粉体は固体粒子の集まりであり、それを構成する個々の粒子の構造や、粒子の集合体である粉体の分散状態・造粒構造などは、各種材料開発および製造において重要な要素である。

粒子の構造制御の代表例として、古くからよく知られているのが粒子の微細化である。微細化により比表面積が増加し、分散性・溶解性の向上や焼成品の緻密化などの様々な材料特性の向上が期待できる。

微細化技術の代表例として、粉碎による微粒子の作製が挙げられる。粉碎は粒子に衝撃、圧縮、せん断、摩擦などの力を加えることにより、粒子サイズを減少させる単位操作であり、液体中で行う湿式粉碎と気体中で行う乾式粉碎に大別される。

湿式粉碎は乾式粉碎に比べてサブミクロン以下まで粉碎できる利点を持つが、数マイクロメートルま

での粉碎であれば、乾燥工程を必要としない乾式粉碎が工業的に広く利用されている。

また、粒子をナノサイズまで微細化すると、従来の材料とは異なる性質を示すことが知られており、マイクロメートルサイズの粒子表面にナノ粒子を分散・固定化もしくは被覆する複合化処理が様々な分野で利用されている。

これらの粒子を作製するためには、液相中で粒子上に他の物質を析出させる、あるいは気相中で粒子に液体をスプレーコーティングする、またはその液体をバインダとして他の粒子を固定化・被覆する方法が用いられる。液中で処理を行う液相法を用いることにより、核となる母粒子表面に他の材料を均一に被覆することが可能であるが、粉体を原料とする場合や乾粉状態での製品が望まれる場合には、固液分離、乾燥、廃液処理など多数の工程が必要となり、製造コストの面から乾式処理が有利となる。近年、省エネルギーや環境負荷低減への要求が高まり、乾式処理技術への期待が増している。

そこで本稿では、乾式操作による粒子および粉体の構造制御の一例として、乾式粉碎による粒子の微細化、乾式複合化処理装置を用いた複合化、造粒などについて当社装置を用いた処理事例を紹介する。

2 乾式操作による粒子の微細化

2.1 乾式媒体ミル

一般的に乾式粉碎は湿式粉碎に比べて粉碎限界の粒子径が大きく、かつてはサブミクロン以下の微細化は困難とされていた。しかし、乾式でサブミクロン領域までの微細化を工業的に行う場合には、圧縮空気を利用したジェットミルや、セラミックなどのボールを媒体とした攪拌型媒体ミルが用いられる。

攪拌型媒体ミルは、ジェットミルに比べて低いエネルギーでサブミクロン領域までの粉碎ができるという特徴がある。

本節では、乾式の攪拌型媒体ミルであるプルビス[®]を用いた微細化処理事例について紹介する。このプルビスの概略構造を図1に示す。

プルビスは、下部に粉碎部、上部に分級部を備えたコンパクトな装置である。粉碎部には、直径数ミリ程度のセラミックボールなどの媒体を強制的に攪拌するロータが設けられている。原料は本体中央部に投入され、媒体とともに攪拌される。この際、粉体は媒体間の強力な衝撃力・圧縮力・剪断力・摩擦力など、複合的な力を受けて微細化され、底部から流入する気流によって装置上部の分級部へと運ばれる。

分級部には、遠心力型の気流式分級ロータが設置

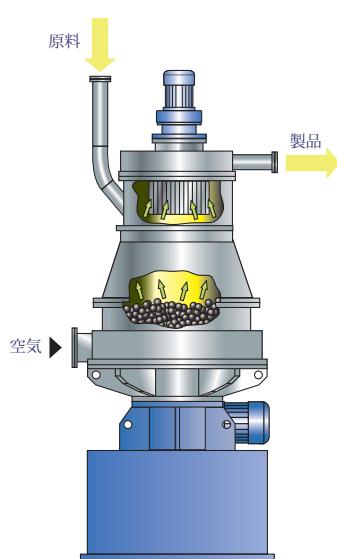


図1 乾式攪拌型媒体ミル プルビス[®]の概略構造

Fig. 1 Schematic diagram of dry-type agitating media mill Pulvis[®].

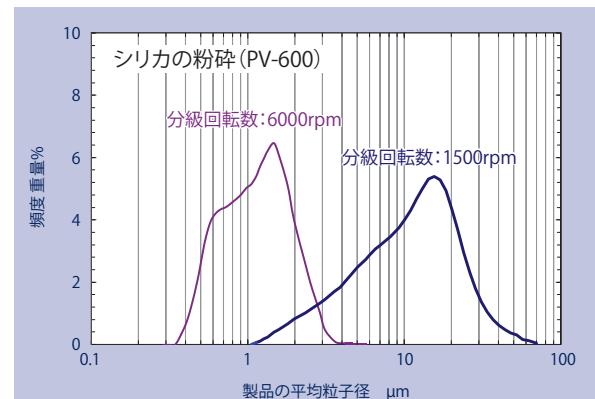


図2 プルビス[®]によるシリカの粉碎結果^[1]

Fig. 2 Results of silica milling with Pulvis[®]^[1].

されている。この分級ロータの回転による遠心力と気流の向心力とのバランスにより、所望の粒子径以下の微粒子のみが分級ロータを通過することができる。粗大粒子は分級ロータにより分離され、再び粉碎部へ戻され、分級ロータを通過可能な粒子径に到達するまで繰り返し粉碎される。分級ロータを通過した微粒子は、粉碎品として気流とともに捕集機まで運ばれて回収される。図2にプルビスを用いたシリカの粉碎事例を示す^[1]。

一般的に、粒子径が小さくなるにつれて粒子同士の凝集は強くなり、液中に比べて分散性が低い気流中では再凝集が起こりやすい。この微細化された粒子群の強い凝集が、乾式粉碎において微細な粒子を得られにくい要因の一つである。

プルビスでは、粉碎部と遠心力型気流式分級機とを組み合わせることにより、粉碎により微細化された微粒子が再凝集する前に速やかに装置外へ取り出しができるので、サブミクロン領域の微粒子を連続的に効率よく生産することを可能としている。さらに、分級機の回転速度を任意に調整することで、得られる粒子径を容易に制御することも可能である^[1]。

2.2 高速分級機

分級機によって得られる粒子サイズが決まるため、粒子を微細化するには粉碎と同様に分級操作も非常に重要な基本技術となる。さらに効率的な微粉碎を行うためには、目的とする粒子径に到達した微粒子を粉碎部から迅速に回収し、再凝集粒子の繰り

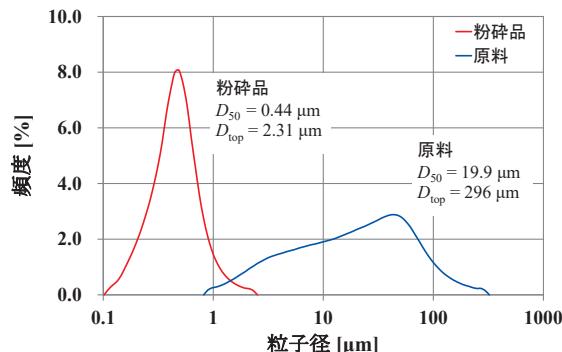


図3 高速分級機を搭載したジェットミルによるシリカの粉碎結果^[2]

Fig. 3 Results of silica milling using a jet mill equipped with a high-speed classifier^[2].

返し粉碎による不必要的エネルギー消費を抑制する必要がある。

より微細な粒子を得るために、高性能な分級機の導入が不可欠である。遠心力型気流式分級機では、内部の分級ロータの回転速度を上げることにより、得られる粒子径をさらに小さくすることが可能となる。当社では、回転機構および分級ロータの形状を最適化し、分級ロータの回転速度を高速化した分級機を開発している。

媒体ミルと同様にサブミクロン領域まで粉碎が可能なジェットミルに、この高速分級機を搭載し、常温の圧縮空気を用いてシリカを粉碎した結果の粒子径分布を図3に示す^[2]。

粉碎品の平均粒子径は約0.5 μmであり、最大粒子径は約2 μmと非常に小さく、シャープな分級結果が得られている^[2]。媒体ミルに比べて粉碎能力が劣るジェットミルであっても、高性能な分級機を搭載することにより、再凝集粒子の繰り返し粉碎によるエネルギー損失を抑え、原料に対してより有効な粉碎エネルギーを供給することが可能となる。その結果、従来よりも微細な粒子の生成が実現されている。

2.3 ジェットミルによる解碎

液相法で作製された微粒子や粒子表面をコーティングした粒子は、様々な分野で利用されている。しかし、乾燥や焼成の過程で粒子が凝集やネッキングによって粗大化し、再び微細化が必要となる場合がある。このような場合には、乾式粉碎による微細化処理が行われるが、粒子やその表面のコーティング

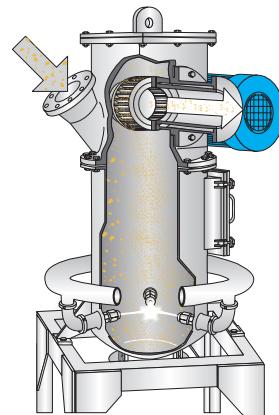


図4 カウンタジェットミル AFG® の概略構造

Fig. 4 Schematic diagram of opposed jet mill AFG.

層を損傷することなく、凝集塊のみを所定の粒子径まで微細化または解碎することが求められる。特に、二次電池などに用いられる材料などでは、不純物の混入（コンタミネーション）の抑制が強く要求される。粒子同士を衝突させる気流対向式のカウンタジェットミル AFG® は、媒体を用いる媒体ミルに比べて、装置構造に起因するコンタミネーションが少ないと特徴を持つ。

このカウンタジェットミル AFG の概略構造を図4に示す。

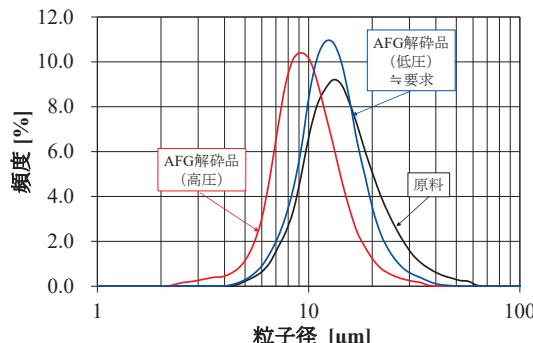
図中の下部に配置されたジェットノズルから圧縮ガスを対向方向に噴出させて原料を粉碎する構造であることから、機械的な摩耗の要素が非常に少ないことが分かる。

当社のカウンタジェットミル AFG を用いて正極材料を解碎した結果を図5に、原料粒子径・要求粒子径・解碎品の粒子径を表1に示す。図5に示す AFG 解碎品（低圧）の粒子径分布は、ジェットノズルへの供給ガス圧力を低圧で行った条件下で得られたものであり、この条件において要求の粒子径分布が得られている。原料と AFG 解碎品（低圧）

表1 正極活物質の代表粒子径^[3]

Table 1 Representative particle size of cathode active material^[3].

	原料	要求	AFG 解碎品 (高圧)	AFG 解碎品 (低圧)
D_{50} (μm)	14.5	12.0 ± 0.5	9.2	12.4
D_{100} (μm)	65.2	50.0	39.6	48.1

図 5 正極活物質の解碎結果^[3]Fig. 5 Disintegration results of cathode active material^[3].

の粒子径分布を比較すると、微粉側の頻度はほぼ同じである。つまり、微粉を新たに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できている。一方、AFG 解碎品（高圧）は、解碎ガス圧力を高圧に設定した条件で得られたものであり、この場合には微粉が多く発生していることが確認できる^[3]。

このように、ジェットノズルへの供給ガス圧力の調整によって、微粉発生を抑えつつ、目標とする粒子径分布に対応した解碎も可能となっている。同じ材料であっても、焼成温度や粒子径分布が異なる場合には凝集力の強さが変わるために、使用的材料や目的の粒子径に応じて、分級ロータの回転速度および適正な粉碎圧力を選定することが可能なカウンタジェットミル AFG は、幅広い分野で活用されている。

3 乾式操作による粒子の複合化

3.1 乾式複合化処理

粒子および粉体の機能性の付与や特性の向上は、さまざまな手法によって行われており、粒子表面の物理的または化学的特性を変化させることによって、新たな機能性材料の創出が進められている。

その手法の一つに異なる特性を持つ複数の粉体材料を組み合わせる複合化処理がある。特に、液体のバインダを使用しない乾式複合化処理は、省エネルギーかつ環境負荷の低い方法として注目されている。

この乾式処理方法は、以下のような処理に大別される：

- 母粒子への小粒子の固定化
- 精密分散（分散固定化）
- 球形化
- 非晶質化

乾式複合化処理を行う装置としては、ボールミルや高速気流などにより粒子同士の相互作用を促進する各種装置が市販されている。当社では、粒子に作用する強い衝撃力と剪断力を利用したノビルタ[®]と呼ばれる乾式複合化処理装置を開発しており、本節ではこのノビルタを用いた処理事例について紹介する。

3.2 電池材の改良

近年、ノビルタを用いた処理例の中でも特に多く見られるのが、リチウム二次電池などの電池材料への適用である。導電助剤の複合化、活物質と結着剤の複合化、活物質の表面改質などを通じて、電池性能の向上に寄与している。

本節では、負極材料の表面改質に関する処理例について紹介する。

負極活物質の一種であるシリコンは黒鉛などと比べて理論容量が大きく、電池の高エネルギー密度化に有効な材料とされている。しかし、その反面、充放電に伴う体積変化が大きく、容量低下を招きやすいという課題がある。

藤野らは、シリコンと固体電解質の界面接合状態を高めるために、ノビルタを用いて、より微細なシリコン粒子の表面に固体電解質を含む被覆層をコーティングする手法を提案している^[4]。

図 6 には、以下の 3 種類のシリコン粒子から作製された負極層の断面 SEM 画像および各負極層における細孔分布を示す：

- (a) 被覆処理されていない微細なシリコン粒子
- (b) 被覆処理された微細なシリコン粒子
- (c) 被覆処理されていない粒子径が比較的大きなシリコン粒子

なお、図 6 に記載されている平均粒子径 D_{50} は、母粒子であるシリコン粒子の粒子径を表す。

図 6 の結果から、(b) 被覆処理されたシリコン粒子から作製された負極層中には、微小な細孔がより多く形成されていることが確認されている。また、

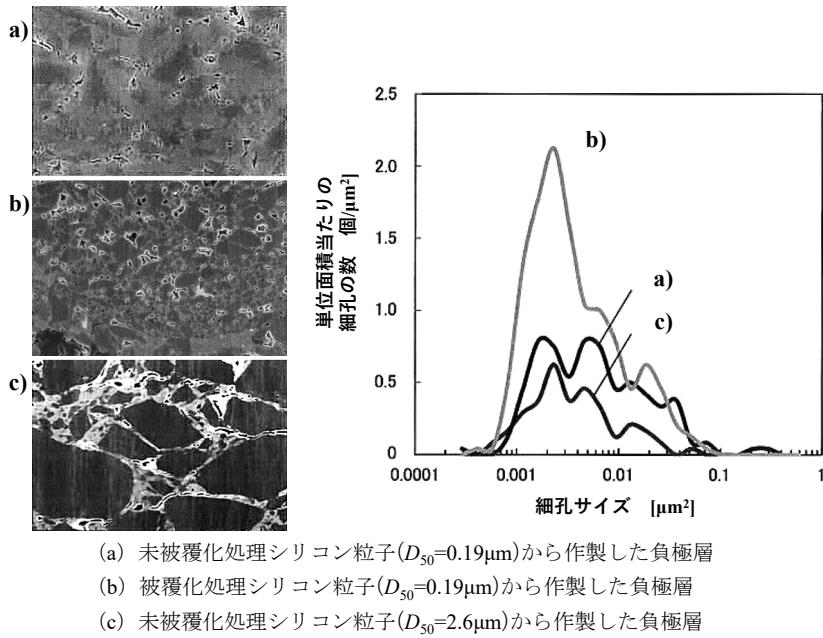


図 6 負極断面の SEM 画像 (左) および負極層における細孔分布 (右) ^[4]

Fig. 6 SEM image of the anode cross section (left) and pore distribution in the anode layer (right) ^[4].

この負極層を用いて作製された全固体電池では、微小な細孔の存在によって充放電時の体積変化を低減できることも報告されている^[4]。

特に、世界各国で活発に研究開発が進められている車載用電池材料に関しては、高速充放電特性の改善や新素材の開発が求められており、バインダを使用せずに処理が可能な乾式での複合化処理は、今後さらに適用例が増えていくものと考えられる。

3.3 医薬品：溶出速度の促進と抑制

次に、ノビルタを用いた医薬品の表面改質および複合化処理の事例について紹介する。近年、医薬品では難溶性薬物の増加に伴い、溶解性改善が求められており、そのためには薬物の微細化が必要である。しかし、微細化によって付着性・凝集性が高まり、ハンドリング性や錠剤への成形性が低下するため、それらの改善も重要となる。また、薬物送達システム (DDS) を目指した溶出制御、すなわち胃や腸などの必要な箇所で薬を溶解・吸収させる技術も求められている。

これらの課題を同時に解決する粉体技術として、数十 μm から 100 μm 程度の大粒子の表面に、それよりもかなり小さい微粒子を固定化・被覆する手法が多く用いられている。

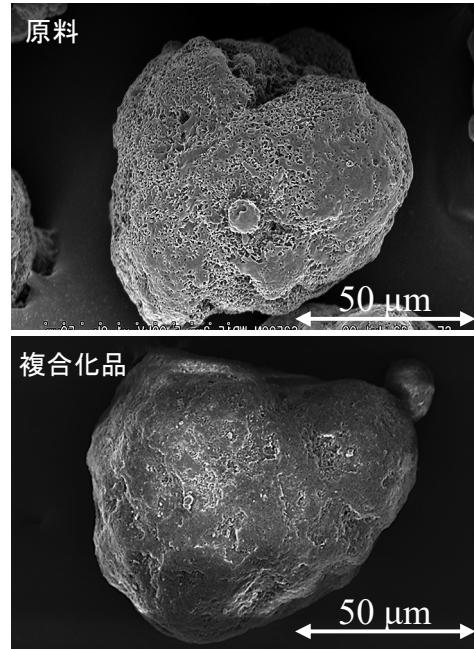


図 7 マンニトール顆粒 (原料) とイブプロフェン複合化粒子 ^[5]

Fig. 7 Mannitol granules (raw material) and ibuprofen composite particles ^[5].

一般的には、流動層造粒などの湿式プロセスで作製されることが多いが、ノビルタを用いた乾式複合化処理でも同様の構造を形成することが可能であ

る。モデルケースとして、糖アルコールの一種であるマンニトール顆粒（平均径 93 μm ）と、溶解性向上のためにジェットミルで超微粉碎した薬物イブプロフェン（平均径 6.3 μm ）を、ノビルタを用いて乾式複合化処理を行った事例を紹介する。

図 7 にマニトール顆粒（原料）と複合化粒子の SEM 像を示す^[5]。

ノビルタにより処理されたマニトール表面は形状が変化し、微粒子が付着している様子がわかる。さらに処理時間を延長すると、それらの被覆層が圧縮され、粒子表面が平滑化する傾向が見られた。また、この複合化粒子に硬化ヒマシ油粉末を表面被覆した複合化粒子を作製したところ、溶出性を抑制する効果が確認された。この硬化ヒマシ油粉末の被覆処理条件を調整することで、溶出挙動を制御可能であることも明らかとなっている^[5]。

4 おわりに

本稿では、乾式操作による粒子および粉体の構造制御技術として、微細化処理や複合化処理について、当社乾式処理装置を用いた実施例を紹介した。

微細化処理、分散、複合化処理などでは、液相法を用いた湿式操作での実用化例も多く存在するが、バインダを使用せず、乾燥などの後処理が不要な乾式操作には、製造プロセス全体の省エネルギー化を図れるという大きな利点がある。今後も、乾式処理装置のさらなる性能向上を目指し、技術開発を継続していく所存である。

References

- [1] 井上 義之, “超微粒子の製造から高機能化、評価までの一連の粉体技術”, セラミックス, 57 (2022) 581–584. Inoue Y., A series of powder technology: manufacturing of ultrafine particles, high functionality, and evaluation, Ceramics Japan, 57 (2022) 581–584.
- [2] 東和田 剛司, “機能性粉体の加工を支える微粉碎技術”, 工業材料, 12 (2020) 40–43.
- [3] 笹井 良佑, “電池材料の製造、開発を支える粉体処理技術”, 工業材料, 10 (2021) 54–58.
- [4] 藤野 志寿香, 岩崎 正博, “全固体電池およびその製造方法”, 特開 2020-21674. Fujino S., Iwasaki M., All-solid-state battery and method of manufacturing, (2020) JP2020021674A. <https://www.j-platpat.ipit.go.jp>
- [5] 井上 義之, “乾式粒子複合化装置による機能性粒子の作製”, 粉体技術, 11 (2019) 28–33. <<https://www.hosokawa-micron.co.jp/jp/files/items/988/File/201908ftg-1.pdf>> accessed 2025-11-11.

著者紹介



東和田 剛司 Tsuyoshi HIGASHIWADA

〔経歴〕 2006 年岡山大学大学院自然科学研究科卒業。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技術部を経て、2020 年から現職。

〔専門〕 粉体工学、化学工学

〔連絡先〕 thigashiwada@hmc.hosokawa.com