



日清エンジニアリング

微粒子制御技術

「粉体と工業」別刷

Vol. 38, No. 2, (2006) pp.67-71

上福岡事業所 テクニカルセンター

飯田 英男

上福岡事業所 粉体加工センター

濱田 美明

日清エンジニアリング株式会社

微粒子制御技術 ～サブミクロン分級からナノ粒子の製造まで～

日清エンジニアリング(株) 上福岡事業所
テクニカルセンター
飯田英男
粉体加工センター
濱田美明

<http://www.nisshineng.com>

1. はじめに

近年の電子機器業界における各種部材の高品質化、高機能化のニーズはますます高まっており、その原材料となる粉体に対する要求仕様も年々厳しくなっている。より均一に、より小さく、コンタミネーションレスの粉体を効率よく製造できる技術が望まれている。当社では、このような高度なニーズに応える粉体技術を微粒子制御技術と位置づけ商品開発を進めている。

本稿では、その代表的な例として粉碎機、分級機、ナノ粒子製造について紹介する。

2. 高速ローター式粉碎機

特殊な刃形状を有するローターを高速回転させ、固定刃であるライナーとの狭い隙間に高速渦流を発生させる。この隙間に粉体を通過させると、粒子は高速渦流によって粉碎される。図1に示すようにローターの形状によって「ブレードミル」と「スーパーローター」の2機種があり、ブレードミルは繊維質状粉体や弾性粉体の粉碎に適しており、スーパーローターは粒度分布のシャープな微粉体を得る場合に用いられる。ブレードミルを用いることにより小麦フスマ、お茶、ぶどう種皮などを平均径を10 μm 以下にすることができ、健康食品としての用途が可能となっている。また、スーパーローターによる複写機用トナーの粉碎では、粒子が球形状となり、良い印刷特性を示している。

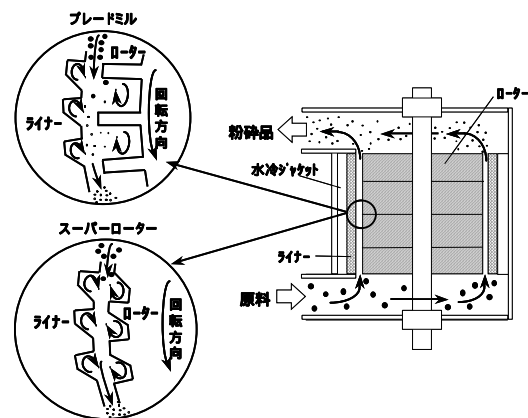


図1. 高速ローター式粉碎機

3. 気流式粉碎機

気流式粉碎機は機械式粉碎機に比べ、粉碎粒度を小さくできるが、得られる粒度分布が広がってしまう欠点があった。図2に示す「スーパージェットミル」は内部に2段分級機構を有するため、粗大粒子の飛び出しが少なくなり、粗粉側粒子の少ないシャープな粒度分布の粉碎を可能にしている。

図3はポリエステル系カラートナーの粉碎において従来型ジェットミルと比較したものであるが、スーパージェットミルの粒度分布がシャープになっていることがわかる。機種としてはステンレス製のほか、耐摩耗性粉体用としてセラミックス製、医薬品用として分解洗浄が容易なGMP仕様がある。

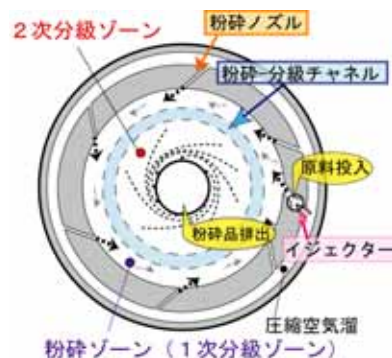


図2. スーパージェットミルの構造

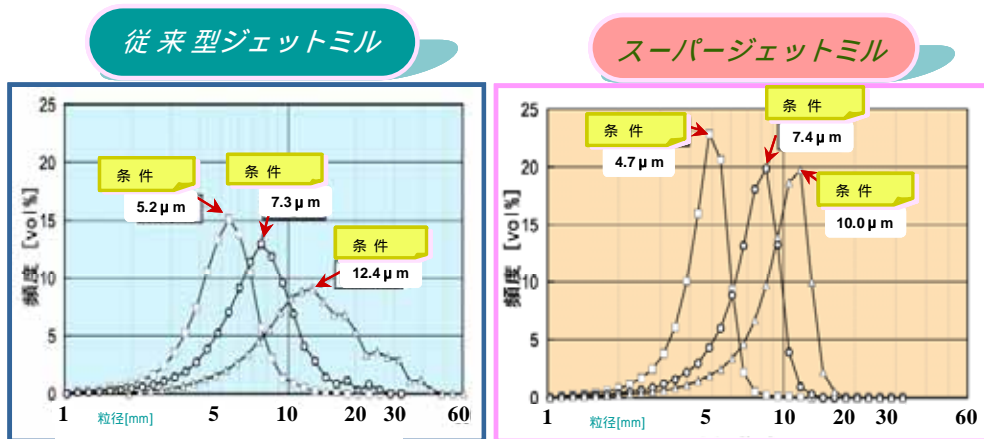


図3．従来型ジェットミルとスーパージェットミルの比較

4．空気分級機

4 - 1．原理・構造

空気分級機「ターボクラシファイア」は、遠心力場にある粒子に遠心力と反対方向の空気抗力を与えることによって、粒子を大小に分ける遠心風力分級機である。図4にターボクラシファイアの断面図を示す。粉体投入口から供給された粉体は分散羽根によって分散され、分級ゾーンに移動する。ここで粒子は高速回転する分級ロータによる遠心力とブローによる気流の抗力を受け、遠心力が大きく働く大粒子は粗粉側に移動し、空気の抗力が大きく働く小粒子は微粉側に移動し分級される。遠心力はロータ回転数を、空気の抗力は吸引風量を変えることによって容易に調整することができる。摩耗性粉体や付着性粉体にも対応できるように材質の異なったロータを各種用意している。

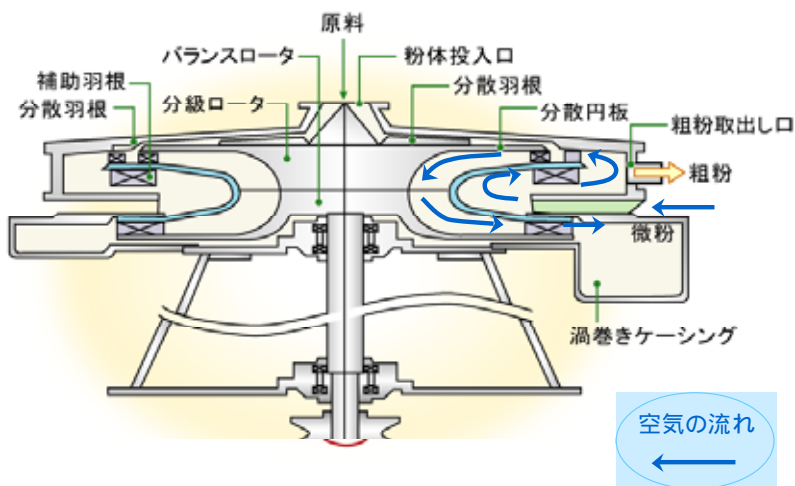


図4．ターボクラシファイアの断面構造

4 - 2．分級例

球形プラスチック粉体

図5に光学・電子部品用途の球形プラスチック粉末の分級例を示す。粗大粒子を効率的に分級除去することにより、光学フィルムシートの高性能化を図っている。している。また、より高機能な用途として粗粉・微粉を除去して非常にシャープな粒径を作ることも行われている。高精度な粒度分布の粉体を作るためには、 $0.1 \mu\text{m}$ 刻みの分級点の設定・維持が重要となってくる。

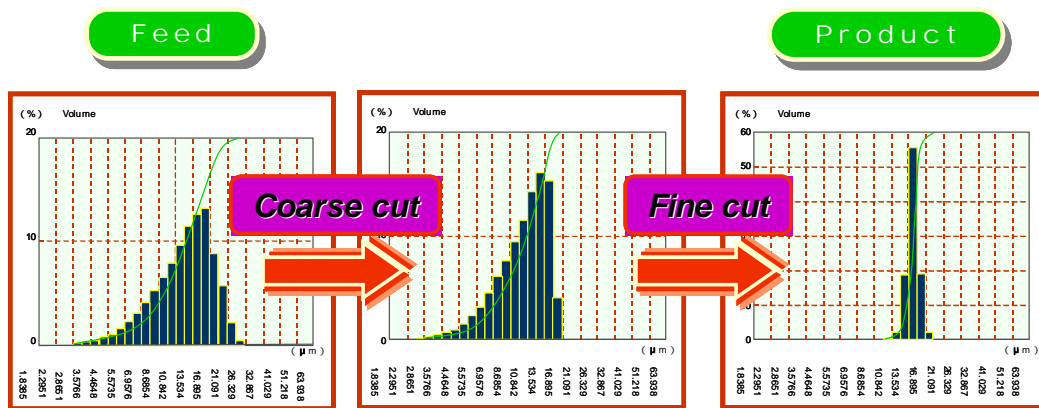


図5．球状プラスチック粉体の分級

ニッケル粉

ペースト塗布により幾重もの薄膜層を形成させる積層セラミックスコンデンサでは、原料粉体をいかに微細化するかが多層化（高機能化）のポイントとなる。図6にコンデンサの電極層に用いられるニッケル粉の分級例を示す。ニッケルは比重が大きく、遠心力を大きくすることができるため、サブミクロン分級が可能となり、平均径0.3 μm、最大粒子径1.5 μmという分級粉を製造することができる。電子材料用途の銀や銅などについても同様の好結果が得られている。

一般に原料が微粉末になると、凝集性や付着性が強くなり、原料供給機におけるブリッジ・圧密による排出不良、装置内部部や排出経路への付着が生じやすくなり、連続運転が難しくなる場合が多いが、分級システム全体の条件設定を最適化することにより、工業運転が可能になっている。

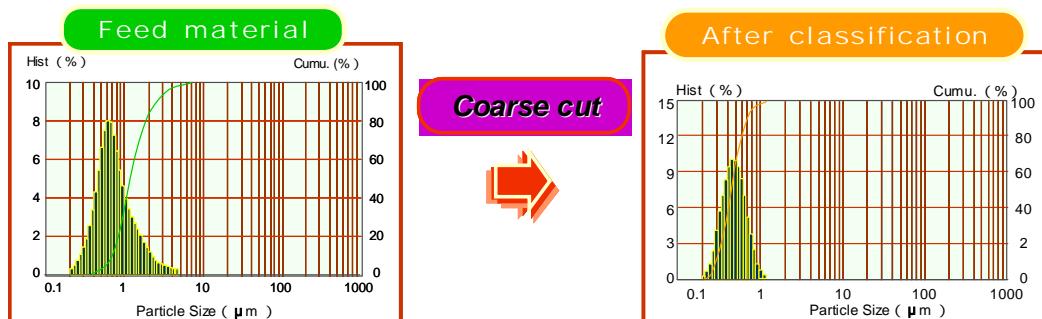


図6．ニッケル粉の分級

はんだ粉

プリント基板用のはんだ粉は、粒子表面が傷つきやすく、酸化、自重による滞留など、分級操作には配慮すべき課題が多く存在する。ターボクラシファイアーでは、粒子に傷をつけないために装置内部の材質を最適化し、酸化防止には不活性雰囲気システムを採用することによって、図7に示すようにシャープで傷・酸化のない粒子を得ることができる。

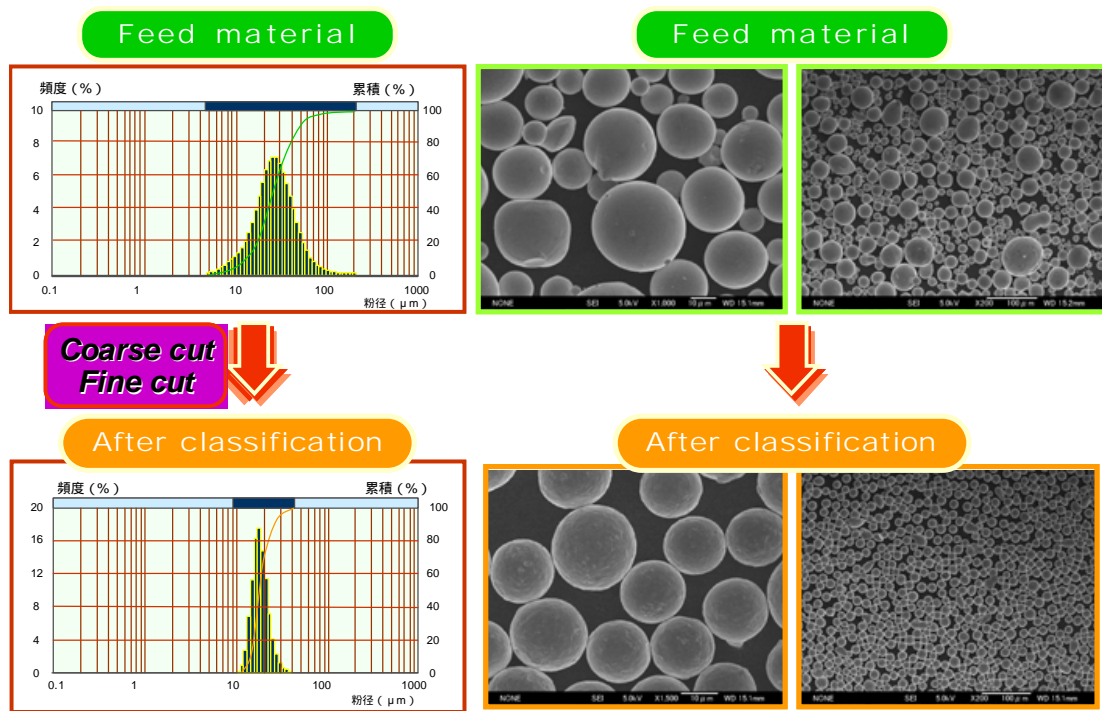


図 7 . はんだ粉の分級例

5 . ナノ粒子製造

5 - 1 . 製造フロー

ナノ粒子の製造装置を図 8 に示す。原料粉体は、プラズマ炎中に投入されると瞬時に蒸発し、その後、急冷されナノ粒子として生成する。高周波熱プラズマによる炎であるため、不純物の発生がなく、生成するナノ粒子は純度が高く、乾式製造であるため分散性の良い粉末として市場で評価されている。また、原料粉体を蒸発させるのではなく、溶融にとどめることによって、粒子を球形化することも可能である。

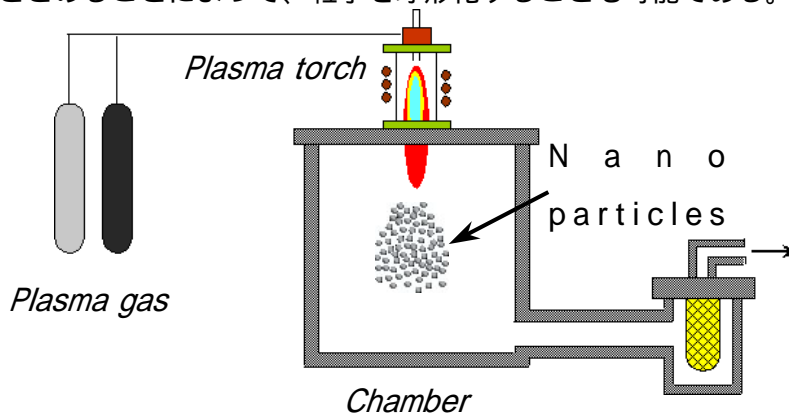


図 8 : ナノ粒子製造装置

5 - 2 . 受託製造例

代表的なナノ粒子の製造例を表 1 に示す。各種酸化物のナノ粒子化、金属ナノ粒子、複数元素が混在した複合化ナノ粒子など幅広くユーザーのニーズに合わせた粒子製造を受託している。写真 1 は BET(比表面積)径 40 nm の銀のナノ粒子であるが、球形の単分散粒子となっていることがわかる。写真 2 にはチタン酸バリウムの球形化処理を示した。原料粒径をほぼ変えることなく球形化することができる。この粒径の領域であれば空気分級が可能であり、シャープな粒子径分布にすることもできる。

ナノ粒子は凝集性が強い分散処理が難しかったが、最近の微小ビーズを用いたビーズミルを用いることにより比較的容易に分散させることができる。写真 3 は酸化マグ

ネシウム（銀）のナノ粒子をビーズミルで分散処理し、分散液の安定性を確認したものである。ナノ粒子であるため単一粒子に分散すると、白濁したナノ粒子液は写真右側のように透明な分散液となる。この分散状態は2ヶ月を経ても変わらず、再凝集しないことが確認されている。

表1．主なナノ粒子の製造例

材料	平均粒子径 (BET 法)	粒子形状 (SEM)	結晶系 (X線回折)
BaTiO ₃	20 nm	球状	立方晶
Y ₂ O ₃	20 nm	球状	単斜晶
CeO ₂	5 nm	角状	立方晶
MgO	8 nm	球状	立方晶
ZrO ₂	8 nm	球状	正方晶
Ag	40 nm	球状	立方晶
Cu	20 nm	球状	立方晶

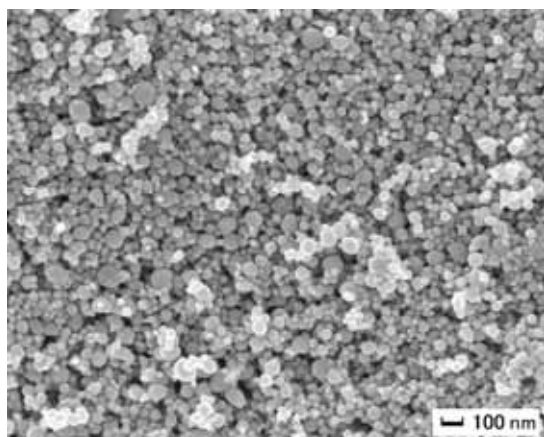


写真1：Agナノ粒子

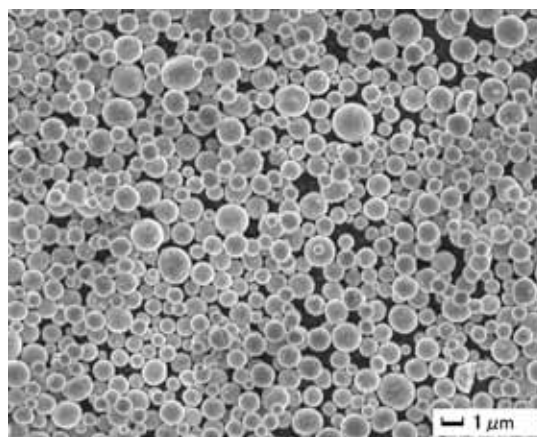


写真2：BaTiO₃の球形化処理



(分散処理前) (分散処理後)

写真3：湿式分散例

6．おわりに

ここで紹介した粉碎、分級、ナノ粒子化技術は、何れも新しいものではなく原理そのものは昔から知られている技術である。しかしながら、扱う粉体は最先端技術に使われる

ものばかりである。要求される仕様も年々難しくなり、従来のやり方では対応できなくなっている。我々は長年積み重ねてきた技術を基盤にして更に技術改良し、世の中の最先端ニーズにお応えできるよう今後も開発の手を休めず努力していく所存である。

なお、本稿では当社技術について簡単に紹介させていただいたが、詳しい装置の仕様や受託加工の依頼方法などはホームページを参照していただくか直接お問い合わせいただければ幸いである。