

## サブミクロン粉体における高精度乾式分級技術

日清エンジニアリング株式会社 小澤 和三  
kazumi KOZAWA

### 1. はじめに

筆者が大学で授業を受けていた頃は、「 $3\mu\text{m}$ の壁」といわれるように、乾式分級の限界粒子径は数 $\mu\text{m}$ であると学んだ。そして入社してからは、この「 $3\mu\text{m}$ の壁」を超える難しさを、日々業務の中で痛感させられている。文献では、 $0.5\mu\text{m}$ 程度の乾式分級が可能との結果も紹介されているが、今回紹介する「エアロファインクラシファイア」を開発する以前は、実用的なサブミクロン分級は困難であったと考えている。この「実用的な」とは、生産に耐えられる処理量であり、長時間の安定運転を満足にできることを意味している。

最近では $1\mu\text{m}$ よりも小さな領域であっても乾式分級への要求・期待が大きくなっていると感じている。その理由として、湿式粉碎・湿式分級によっていくらか微細かつ均一な大きさの粉体を得られたとしても、乾燥工程によって大きな凝集粒子が発生し、この凝集粒子が最終製品の品質に大きな影響を及ぼしていることがある。したがって、最終の粒子径分布調整として、乾式分級処理による粒子径制御が望まれているのである。またサブミクロン分級とは、50%分級径が $1\mu\text{m}$ 以下であることを指していることが多かったものの、近年のお客様が期待するサブミクロン分級とは90%分級径または100%分級径が $1\mu\text{m}$ 以下の分級であることの方が多い。

本稿では、サブミクロン領域の分級も可能にした「エアロファインクラシファイア」と本装置に関連した技術について紹介する。

### 2. 乾式によるサブミクロン分級の課題

サブミクロン分級を行う際の課題として、以下の項目があげられる<sup>1)</sup>。

1) 分級精度 (微粉製品の最大粒子径の微小化)

- 2) 粒子の分散
- 3) 機内への付着
- 4) サブミクロン粒子のハンドリング

1) 分級精度に関して、高い分級精度を保ちながら、サブミクロン領域へと微小化することが求められる。特に電子部品に用いられる粉体は、材料となる粉体の中位径を小さくすることはもちろんであるが、最大粒子径も小さくしなければいけない。100%分級径を $1\mu\text{m}$ 以下にする技術が必要である。

2) 分散、3) 付着に関して、粒子が小さくなるほど粒子に外力を加えて分離・分散することは困難となり、単位質量あたりの付着力が大きくなるため、粉体の凝集・付着性が増す。分級機内では単粒子化した状態で運動させたいので、原料粉体を効率よく分散させる技術が重要となる。またサブミクロン粉体は装置壁面に付着しやすくなる。装置への内部付着がひどいと運転そのものができなくなる。

4) ハンドリングに関して、サブミクロン粉体は粒子径が小さい、付着性が高いだけではなく、圧密もしやすい傾向にある。分級機に原料を供給するフィーダーのトラブル、分級した微粗粉を回収する箇所でのトラブルもあり、システム全体での対応が必要となる。

### 3. エアロファインクラシファイアの概要

#### 3-1 開発経緯

表-1に示すように乾式分級は、大きく4つに分類される<sup>1)</sup>。数 $10\sim$ 数 $\mu\text{m}$ の分級では、ローターを高速で回転させて粒子に遠心力を与える遠心分級機が広く用いられており、当社でも、ロータータイプの分級機ターボクラシファイア (図-1) を販売している。このような分級機でサブミクロ

表-1 乾式分級装置の分類

分類	分級原理	一般的な特徴	代表的な機種
重力分級	粒子の落下速度、落下位置の違いにより分級 (重力：空気抗力)	<ul style="list-style-type: none"> <li>構造が簡単</li> <li>粒子径の粗いところでの分級 (200～2,000<math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>あまり高粉体濃度が期待できない</li> <li>精密分級に適さない</li> </ul>	水平流型 垂直流型 ジグザグ型
慣性分級	粒子の慣性力を利用して分級 (慣性力：空気抗力)	<ul style="list-style-type: none"> <li>構造が簡単</li> <li>比較的粒子径の粗いところでの分級 (10～250<math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>高粉体濃度が可能、比較的大容量が可能</li> <li>精密分級に不適</li> </ul>	直線型 曲線型 ルーバー型
		<ul style="list-style-type: none"> <li>細かい分級範囲 (0.5～50<math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>精密分級も可能</li> </ul>	エルボージェット バリアブルインパクト
遠心分級 (自由渦、半自由渦)	自由渦、半自由渦による遠心力と空気抗力のつりあいで分級 (遠心力：空気抗力)	<ul style="list-style-type: none"> <li>構造が比較的簡単</li> <li>比較的細かいところでの分級 (1～20<math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>サイクロンなどではあまり高粉体濃度、精密分級は望めず</li> </ul>	サイクロン ファントングレン クラシクロン ディスパージョンセパレーター マイクロプレックス
遠心分級 (強制渦)	強制渦による遠心力と空気抗力のつりあいで分級 (遠心力：空気抗力)	<ul style="list-style-type: none"> <li>比較的構造が複雑で動力もかかる</li> <li>微粉領域までの分級可能、分級範囲広い (0.5～100<math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>高粉体濃度、精密分級が可能</li> </ul>	各種エアセパレーター マイクロセパレーター マイクロプレックス アキュカット ターボクラシファイア

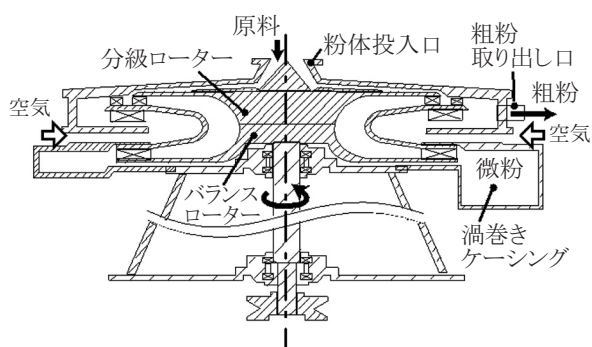


図-1 ターボクラシファイア概略図

ン領域に対応するためには、ローターを高速で回転させる必要がある。しかし、ローターの周速はすでに100m/sと高速で運用されており、さらなる高速化は軸受部品の著しい寿命の低下、振動、発熱のリスク増大のため難しい。そこで当社では、サブマイクロン領域に対応できる分級機として、サイクロンのようなローターレスの旋回気流式の遠心分級機に着目した。旋回流すなわち渦であれば比較的容易に高速にすることができ、風速200～300m/sまでは大きくすることができる。したがって旋回流を用いた分級機は、微粉化にとっても適した特徴を持っている。しかしながらローターレスであるがために、分級機内の旋回流は自由渦になるので、旋回流の制御や粒子径の精密制御は

困難であった。また旋回流は外乱に弱い粉体の影響を受けやすく、特に装置壁面の粉体の付着が分級性能の大幅の悪化を引き起こすことなどの課題があった。

そこで「旋回流の強化、安定、制御」「付着させない構造」に重点を置き、新しい分級機に開発に取り組んだ。

### 3-2 装置の特徴

図-2 にエアロファインクラシファイアの概略図を示す。本装置はブローの吸引によって大気中から（メイン）空気を取り込み、装置外周部に傾斜させた複数の羽根の間に空気を通すことで、装置内部に旋回流を発生させている。また、羽根を挟むように上下に2次空気（圧縮空気）を噴射して遠心分級に必要な旋回流の高速化と安定化を図った。なお上部の2次空気には「粒子の分散」を、下部の2次空気には「再分級」の機能も持たせている。また、分級場の形状決定では、3次元の流体シミュレーションを活用し、空気流れが粉体の影響を受けにくく、分級に適した整った旋回流を形成する構造かつ粉体の付着の少ない構造を採用した。外周部の羽根－羽根間から取り込んだ空気によって形成された旋回流は、中心の出口に

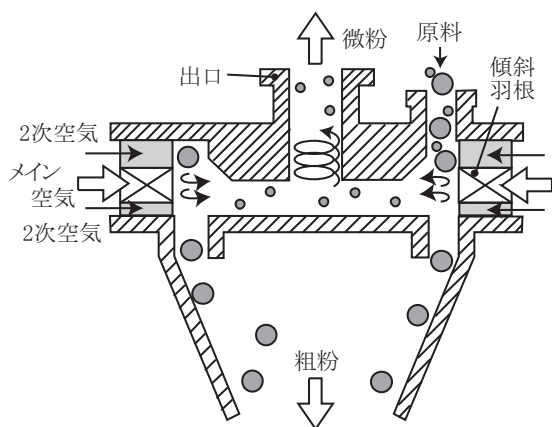
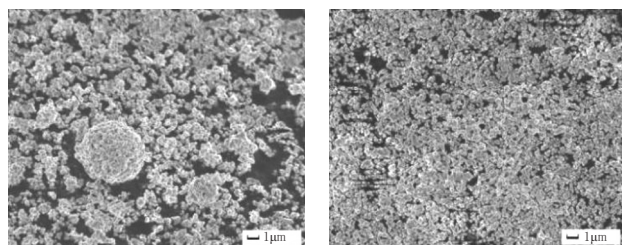


図-2 エアロファインクラシファイア概略図

進むにつれて回転速度が大きくなり、出口近傍において最も大きくなる。この強旋回領域での整流化技術と粒子制御技術が、高精度なサブミクロン分級を実現しているのである。

### 3-3 分級例

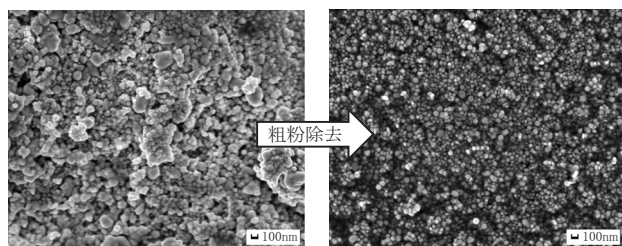
図-3 にチタン酸バリウムの粗粉除去結果を示す。本装置を用いると0.8 $\mu\text{m}$ 以上の大粒子を除去することができる。ちなみにこのようなサブミクロン粒子の粗大粒子評価では、粒子径分布の測定結果だけではなく、電子顕微鏡で粉末を撮影し、PPMオーダーで大粒子の有無を確認している。



(a) 分級原料(×50=0.44 $\mu\text{m}$ ) (b) 分級微粉(×50=0.40 $\mu\text{m}$ )

図-3 チタン酸バリウムの分級結果

図-4 に、100nm 銀粉の原料および分級微粉の SEM 写真を示す。レーザー回折・散乱法による粒子径分布の測定ができなかったため、SEM 写真とガス吸着比表面積径での評価であるが、100 nm 領域での分級も可能になってきた。



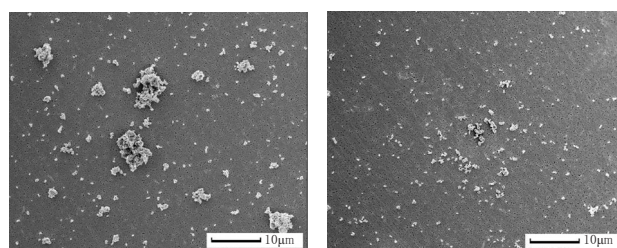
(a) 分級原料 (ガス吸着比表面積径 100nm) (b) 分級微粉 (ガス吸着比表面積径 45nm)

図-4 銀粉の分級結果

## 4. 分散、付着対策

### 4-1 分散向上技術

粉体を構成する粒子の多くは、ファンデルワールス力や静電気力などの粒子間付着力によって、1次粒子が多数集合した凝集体で存在している。この凝集体を気流の加速やせん断力の外力を用いて1次粒子まで気相分散することは、高精度分級を達成するには必要不可欠な操作である。しかし原料粉体の粒子径が1 $\mu\text{m}$ 以下(サブミクロン領域)になると、粒子単位質量あたりの粒子-粒子間の付着力が大きくなり、物理的な力での分散が困難となる。その場合、アルコールやグリコール、水などの液体を分散助剤として粉体に数%添加し、粉体の分散を向上させることができる。図-5 に、金属原料に分散助剤を添加した場合と添加しない原料を、それぞれリングノズル式分散器(圧縮空気圧力0.2MPa)を通過させて分散した状態を比較した結果を示すが、助剤添加によって分散の程度は大幅に向上していることがわかる。



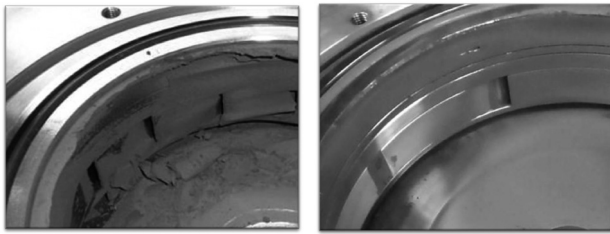
(a) 助剤を添加しない原料を用いた場合 (b) ジエチレングリコールを5%添加した原料を用いた場合

図-5 助剤有無による分散状態の比較 (リングノズル式分散器0.2MPaの場合)

### 4-2 付着低減技術

エアロファインクラシファイアは、装置壁面への粉体の付着を極力抑えるために、内部形状を工夫しているものの、それでも短時間で付着・固着してしまうサブミクロン粉体は多い。付着の要因として「静電気力」「液架橋力」「ファンデルワールス力」があるといわれているが、粉体の種類によって付着する要因はさまざまである。

当社では長年の経験によって得られた知見から、それぞれの粉体に応じた付着対策を行っている。その一例を図-6 に示す。付着対策を行っていない場合の分級機内部の付着の様子を示すが、分級機壁面に粉体がひどく付着してしまい、短時間で運転ができなくなる。一方、付着対策を実施した場合は壁面への付着は激減し、長時間の運転が可能となる。



(a) 付着対策無

(b) 付着対策有

図-6 付着対策有無による分級機内の付着の比較

## 5. おわりに

これまで難しいとされてきた乾式によるサブミクロン分級であるが、3次元の流体シミュレーションを活用した旋回流強化・整流技術の確立、分散向上・付着低減技術によって、高精度での分級が可能になった。今回は紹介できなかった定量供給技術、製品回収技術、スケールアップ法なども、高精度分級を達成するための非常に重要な技術である。一方、課題も見えてきた。それは粒子形状が及

ぼす影響であり、分級径、分級精度は原料粉体の形状に大きく依存することである。特に針状や鱗片状の粒子の分級精度は、球形に近い粒子に比べると劣ってしまう。大変難しい課題であると思うが、乾式分級のより一層の利用拡大に向けて、さまざまな研究機関と協力させていただきながら、さらなる微小化、高精度化に取り組んでいきたい。

## 引用文献

- 1) (一社)日本粉体工業技術協会編：“粉体分級技術マニュアル”、広信社、p. 62、p. 150-160 (1990)



こざわ かずみ  
小澤 和三  
日清エンジニアリング(株)  
粉体事業部 機器販売センター  
センター長

〒356-0045 埼玉県ふじみ野市鶴ヶ岡5-3-77  
TEL: 049-264-3148 FAX: 049-264-9367  
E-mail: kozawa.kazumi@nisshin.com