

スターミルでのナノ粒子製造法

ナノメートルサイズまでの微粉碎・分散技術

アシザワ・ファインテック(株) 石井 利博

● はじめに

原材料にナノ粒子を用いることで製品の高性能化、高機能化、小型化等が期待されている。ナノ粒子の製造法はボトムアップの気相法、液相法やトップダウンの粉砕法があるが、気相法、液相法により合成されたナノ粒子は凝集力が非常に強く凝集体の二次粒子を形成しやすいため、ナノ粒子として用いる為には分散処理を行い一次粒子まで分散させる必要がある。また、粉砕法でナノ粒子を得る為には、乾式粉砕では粉碎限界がある為に粉体をスラリー化して粉砕する湿式粉砕が行われている。このような分散・粉砕を行う装置としてはスターミルが有効である。スターミルのイメージ図を図1に示す。スターミルは、粉砕メディアであるビーズが充填されたベッセル内に溶媒(水、溶剤など)に微細化を目的とする粒子を混合したスラリーをポンプで送液する。ベッセル内(粉砕室)で攪拌部材であるローターを高速回転させることに

よって、ビーズを攪拌し、その衝突、せん断力でスラリー中の粒子を粉砕・分散する。用途としては塗料及びインキの顔料の分散やセラミックスの粉砕・分散、細胞膜の破壊等多分野で使用されているが、近年、改良・開発が進み、ナノメートルサイズへの微粒子化が可能となった。

● ナノメートルサイズへの微粒子化

スターミルの粉砕・分散性能に影響を与える因子としてビーズ径が挙げられる。スターミルで用いられるビーズ径は $\phi 0.05\text{mm} \sim \phi 2.0\text{mm}$ であるが、粒子をナノメートルサイズまで微細化することを目的とする場合には微小ビーズ($\phi 0.1\text{mm}$ 以下)を選択する必要がある。微小ビーズを用いることにより、単位体積当たりのビーズの個数が増え、ビーズ同士の接触点が多くなり、スラリー中の粒子がビーズと接触する確率が高くなるからである。

● ナノ粒子専用ビーズミル 湿式微粉碎・分散機 「スターミルZRS」

ナノ粒子専用ビーズミル湿式微粉碎・分散機「スターミルZRS」は、粒子をナノメートルサイズまで微粉碎・分散することを目的として開発されたスターミルである。特に分散においては、微小ビーズを使用することで分散効率が飛躍的に向上することから、使用可能ビーズ径を $\phi 0.05\text{mm} \sim \phi 0.2\text{mm}$ に限定し、スラリーとビーズの分離機構に「遠心分離回転スクリーン」を用いた。ZRSはローターの回転速度を遅くすることで低シア分散(マイルド分散)が可能となる。この結果、粒子の形状の変化やメカノケミカル効果による結晶構造の変化が防止できる。さらに、粒子表面の活性が抑えられるので、粒子が再凝集することなく安定して分散するため分散剤等の使用量を少なくすることができる。

また、セラミックス等の粉砕・分散では金属材料の摩耗におけるコンタミネーションが問題になるが、粉砕室接液部材質をポリウレタンやセラミックス、樹脂等に変えることで対応は可能となる。

● 循環運転のシステム

循環運転はスターミルと循環タンク、ポンプの循環系だけで難粉砕の粒子を微細化し、粒度分布をシャープにすることが可能である。また、スラリー送液量を多くすることができるスターミルは、粉砕室内にスラリーの滞留する時間が短いため、粉砕室でのスラリーの温度上昇が

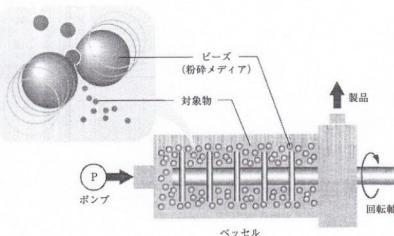


図1 スターミルのイメージ図