

# ビーズミルを用いた過分散させない分散方法

アシザワ・ファインテック株式会社  
針谷 香、石井 利博、山際 愛、飯岡 正勝  
千葉工業大学 橋本 和明

## 1. 緒言

一般に微細粉体を調製する場合、その方法には固相反応や液相反応等の方法がある。しかし、ほとんどの場合、一次粒子が多数寄り集まった凝集体として得られるため、分散機を用いて機械的に分散するのが一般的である。しかし、従来の分散機は、いかに粒子に強い衝撃・衝突とせん断作用を与えるかに焦点が当てられており、粒子が緩やかに凝集している場合でも1次粒子を破砕するほどの余分な力で分散を行っていた。一次粒子が破砕されると、破砕面に活性部位が生じて、分散系の異常な粘度増加が生じたり、分散したものが再凝集を起こす「過分散」という問題を生じる可能性がある。<sup>1)</sup>

そこで、過分散させないために粒子に与えるエネルギーを制御できる分散機を開発し微細粉体を調整する分散機の運転方法の確立を行った。今回用いた媒体攪拌ミル(以下ビーズミル)はアジテーターの回転によってメディアに回転運動を付与しているため遠心力が働き、この力が分散に影響する(図1)。本実験では、アジテーターの周速を変えて光触媒用の二酸化チタンを分散処理し、その粒子径、結晶性を中心に評価した。

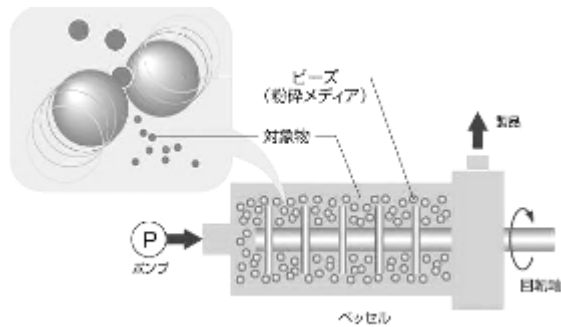


図1 媒体攪拌ミル原理

## 2. 実験

評価試料は、アナターゼ型二酸化チタン(AMT-100 テイカ)を固形分濃度5%、アニオン系分散剤(アロンT50 東亜合成)を粉体に対し固形分濃度で5%に精製水で調整しスラリー化した。

実験装置は、横型の湿式ビーズミルである「スターミル ZRS」を用いた。粉砕メディアに100 $\mu$ mのジルコニアビーズを使用した。運転方法は、タンクで攪拌されたスラリーをポンプによりビーズの充填されたZRSの粉砕室に圧送し、粉砕室より吐出したスラリーを再びタンクに戻す循環方式とした(図2)。

実験は、アジテーターの周速を変えて二酸化チタンのスラリーを分散処理し、運転中に数回サンプリングを行った。二酸化チタンの粒子径をマイクロトラックUPA150(日機装)にて測定、結晶性をX線回折装置RAD-2C(リガク)にて調べた。

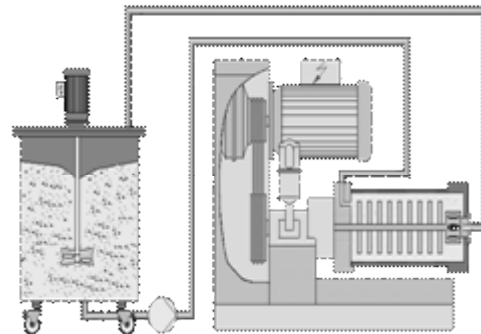


図2 循環方式

## 3. 結果

### 3.1 結晶性の評価

分散処理して得た二酸化チタンのX線回折図(図3)では、アジテーターの周速を高くして大きなエネルギーを粒子に与えた場合(13m/sec)では二酸化チタンは非晶質化したが、アジテーターの周速を低くした場合(4m/sec)には二酸化チタンの結晶性はわずかに低下するものの結晶性の良いアナターゼ型の構造を保っていた。

### 3.2 粒子径の評価

平均粒子径(d50)の結果(図4)を見ると、高周速では平均粒子径は原料の二次粒子が分散されて小さくなるものの、過分散によって再凝集を生じ、その後所要動力を投入しても小さくならなかった。一方、はりがい かおり

低周速では粒子に与えるエネルギーが小さいため、一次粒子の過分散を抑えることで再凝集を防ぎ、わずかな投入動力で高周速よりも平均粒子径の小さな分散性の高い状態を得ることができた。また、周速が遅いほど分散性が良くなり、周速が到達粒子径に大きく影響していることがわかった。

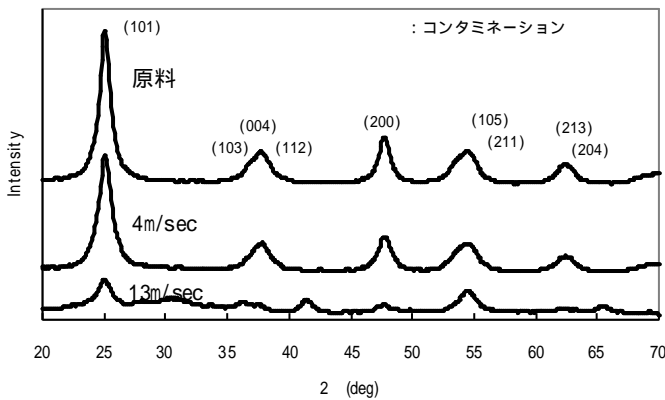


図3 原料および分散処理後の二酸化チタンのX線回折図

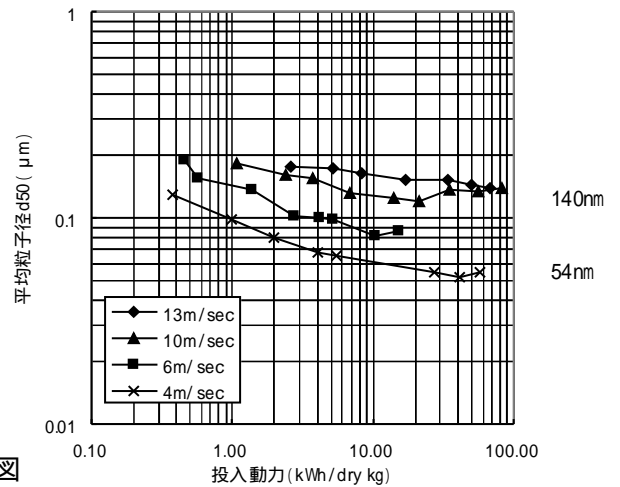


図4 アジテーターの周速を変えて得た二酸化チタンの平均粒子径

### 3.3 粒度分布の評価

粒度分布(図5)より高周速(13m/sec)では過分散によって再凝集を生じ、粒度分布は均一でなく2つのピークを示した。一方、低周速(4m/sec)では再凝集を防ぎ、粒度分布の均一な分散性の高い状態を得ることができた。

### 3.4 スケールアップによる再現性の確認

大型機へのスケールアップを確認するために粉碎室が2L機と10L機を用いて周速と到達粒子径を評価した。図6より、周速8m/sec以下ではアジテーターの周速を合わせることで到達粒子径が同じになり、再現性を得ることができた。

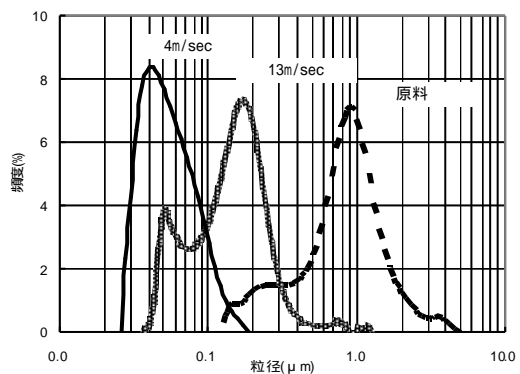


図5 アジテーターの周速を変えて得た二酸化チタンの粒度分布

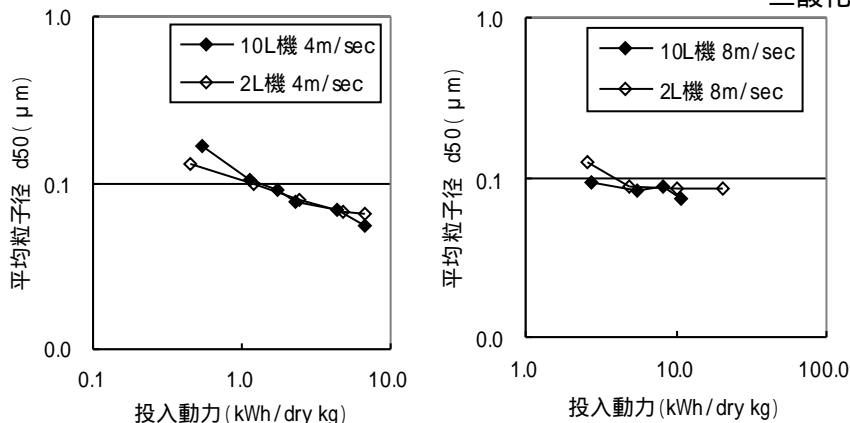


図6 10L機と2L機の周速が同等のときに得た二酸化チタンの粒度分布

## 4. 参考文献

- 1) 橋本 和明、“分散技術大全集”(2005) p.470