

複合化高圧ジェットミル法による微粒子を応用した膜創成技術

加工技術課 岩坪 聡 宇都宮大学 石井 清

1. はじめに

ナノ粒子を作製する方法には、大きな粒子を粉砕してナノ粒子とするブレイクダウン法と、化学的に原子を析出あるいは物理的に気体の原子からナノ粒子を作製するビルドアップ法の2種類がある。一般的にビルドアップ法の方が、単分散で小さな粒子を得ることができるが、熱平衡の状態を得ていないので、結晶性の高い粒子を作製することができない。一方、ブレイクダウン法には、代表的なものとして、材料との物理的接触により破壊・粉砕処理をするビーズミル法と、固体同士が非接触でキャビテーションや溶液との剪断力によって微粒化を行うジェットミル法がある。これらの方法では結晶性の良い原料からスタートするため、作製される粒子も結晶性の良い粒子とすることができる。しかしながらビーズミル法は、粉砕過程で粒子表面にダメージを与えること、再凝集の可能性とともにビーズとのコンタミの問題を避けることができない欠点があると考えられている。一方、ジェットミル法は、処理時間が短くてすむ特長を持っているが、原理的に非接触であるためビーズミル法ほど高い粉砕エネルギーはもってはいない。

本研究では、ビーズミル法と高圧ジェットミル法による処理を複合化することで、ナノ領域におけるセラミックス粒子の微粒化技術を向上させるとともに、その微粒子を応用した新しい膜作製方法を提案することを目的としている。本年度はナノ粉砕におけるビーズミル法と高圧ジェットミル法による処理の特徴について検討した。また、液中プラズマ処理を用いたナノ粒子作製技術についても検討した。

2. 実験方法及び結果

アルミナ粒子の微粒化処理を行った。 α アルミナの凝集体、焼結体（球状、板状）の3種類を用いた。統計的な粒子径はレーザー粒度分布計で求め、個々の粒子構造はFE-SEM、TEMなどを用いて評価した。

2. 1 ビーズミル法

α アルミナ粉体を径が0.5 mmのアルミナビーズと0.1 mmのジルコニアビーズで粉砕処理を行った。

図1に、代表的な球状焼結体の粉砕例を示す。(a)は初期の粉体、(b)はビーズ径 D_B が0.5 mmで粉砕した粒子、(c)は D_B が0.1 mmで粉砕した粒子のSEM像である。図2に、 D_B が0.1 mmのビーズミルと高圧ジェットミルの粒度分布の変化を示す。

D_B が0.5 mmと大きな場合には、球体粒子を部分的に割ることができたが、粒度分布計で求めた粒径の変化はあまりなかった。 D_B を0.1 mmにすると図2(a)に示すように、ピークの位置が $10 \mu\text{m}$ から処理時間を増加させるにしたがって、小さくなり90分で200 nmまで小さくできた。15分の処理で粒度分布が2つピークを

持った。その後小さい方だけになり、その大きさが徐々に減少する傾向を示した。一般的には、粉砕処理による最小の径は、使用するビーズ径の1000分の1と言われているので、その値近くまで処理できたことになる。更なる粉砕には、ビーズをより小さなものに変える必要がある。粉砕された粒子は、小さいもののその形は角張っており、微粉体が凝着した部分も多く見られた。また、スラリーには大きな粘度の上昇が見られ、これらビーズミル処理の粉体の特徴を示し、その後の成形後の特性に現れてくると考えられる。

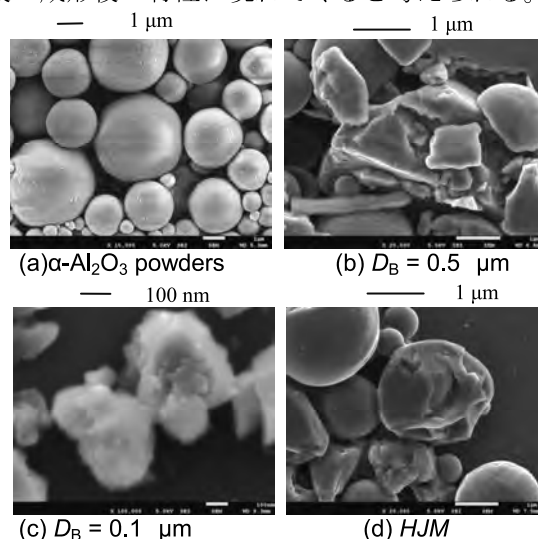


Fig. 1 SEM images of α - Al_2O_3 powders after beads mill and jet mill HJM.

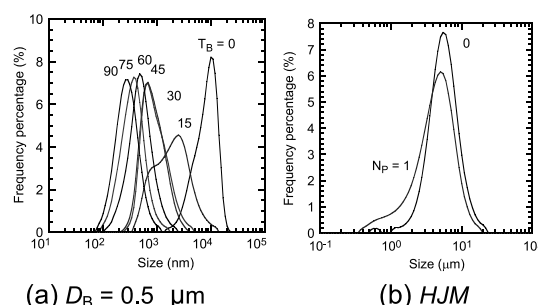


Fig. 2 Particle size distributions of α - Al_2O_3 powders after beads mill and HJM.

2. 2 高圧ジェットミル法 HJM

噴射圧を250 MPaとした。凝集体は200 nmまで粉砕可能であったが、焼結体は図2(b)に示すように一部が粉砕されるが、それ以上の粉砕は不可能であった。

図1(d)に処理された粒子を示すが、その表面は滑らかでビーズミルのような凝着物はなかった。この圧力では粒子の破壊にまでいたらないことが分かった。この方式単独で焼結体アルミナを粉砕することは困難で、複合化処理の必要性があることが分かった。