

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トアップ法の2種類がある。ブレイクダウン法の代表的なものとして、ビーズミル法とジェットミル法がある。

近年ビーズミル法もビーズの微小化とその条件の検討から、ナノ粒子への粉砕が可能になってきた。しかし、粉砕過程で生じるビーズとの表面のコンタミや結晶へのダメージの影響があり、ナノレベルの粉砕ではこの表面の影響が大きくなる。一方、ジェットミル法は原理的に非接触であるため粒子表面に損傷を与えず、分散が可能などの長を有するが、ビーズミル法ほど高い粉砕エネルギーはもっていない¹⁾。しかし、キャビテーションや乱流による強い攪拌など、従来のプロセスにはない現象を利用することができる。そこで、本研究ではビーズミル法と高圧湿式ジェットミル法の長を明らかにし、それらの処理を複合化することでナノ領域における結晶性に優れたセラミックス微粒子を作製することを検討した。セラミックスとしては、 α 相のアルミナについて実験を行った。

2. 実験方法及び結果

2.1 ビーズミル処理

メジアン径 D_{50} が $8 \mu\text{m}$ 球状粉体（昭和電工製 CB-A10）と1次粒子径が 100nm の凝集体である大明工業製 TM-DAR の粒子を使用した。以下、それぞれを C-10 と A-01 と表記する。ビーズミルには、アシザワファインテック社製のラボスターミニ DMS65/LMZ015 を使用し、ビーズとその容器には PSZ (ZrO_2) を使用した。C-10 には破壊力を得るためにビーズ径 D_b は $300 \mu\text{m}$ のものを、A-01 の粒子には D_b は $50 \mu\text{m}$ のものを使用した。スラリー濃度は 4mol/l 、容器容積は 100ml 、ビーズ周速は 14m/s 、充填率はそれぞれ 85 と 50% の条件で処理を行った。高圧湿式ジェットミル処理 HPJM は、スギノマシン社製スターバーストミニラボ機にて行った。HPJM は、噴射ノズル径が 0.1mm の衝突チャンバーを使用し、噴射圧を最大の 245MPa とした。ビーズミルでは処理時間 T_b が、ジェットミルでは噴射圧と処理回数 N_p が主なパラメータになる。

C-10 の場合、 T_b を大きくするにしたがって、粒径のピーク位置が $10 \mu\text{m}$ から減少し、60分まで小さくなった。一般的には、粉砕処理による最小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。一方、A-01 に関しては、 D_b が $50 \mu\text{m}$ の小さいビーズを使用しているにも関わらず、粒子径が余り小さくなら

なかった。ビーズの重量はビーズの径の3乗で減少するため、粉砕力が減少し粒子の破壊には至らないことが原因である。

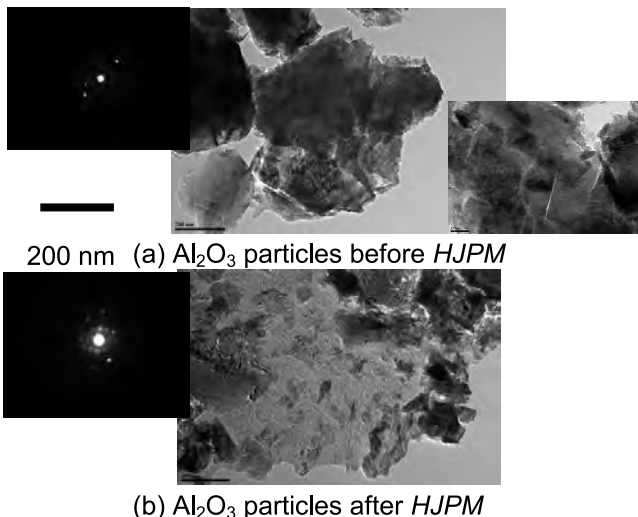


Fig. 1 TEM images of Al_2O_3 suspensions before and after HPJM.

2.2 ビーズミル-ジェットミル複合処理

次に、ビーズミルにより粉砕された C-10 のスラリーに HPJM を行った。1回の HPJM 処理により、粘度は 46.9 から $12 \text{mPa}\cdot\text{s}$ に急激に減少した。また、粒径の減少も見られた。

図1に処理前と後のTEM像とその中央部の電子線回線像を示す。(a)はHPJM前のもので、粒子内部に粉砕によるクラックが表面から内部に入っている。右下に、そのクラックが入っていた部分の拡大を示す。また、粒子表面には粉砕粉やビーズによる結晶格子が損傷している部分が観察されていた。

その後HPJM処理を行うと、 N_p が5回では(b)のように 100nm 以下の破片が多く観察されるようになった。この状態では、回折像は多くの粒子を含むため多結晶のパターンを示した。この結果は、ビーズミル-ジェットミル複合処理では、ビーズ衝突により生じたクラックを起点としたより細かな粉砕が可能になることが分かった²⁾。

謝辞

本研究は JSPS 科研費 24560903 の助成を受けたものです。

参考文献

- 1) 岩坪聡, 第56回日本学術会議材料工学連合講演会講演論文集, 349-350 (2012)
- 2) 岩坪聡, 第57回日本学術会議材料工学連合講演会講演論文集, 209-210 (2013)

*現 評価技術課