

噴霧乾燥法によるセラミックス粒子の表面処理

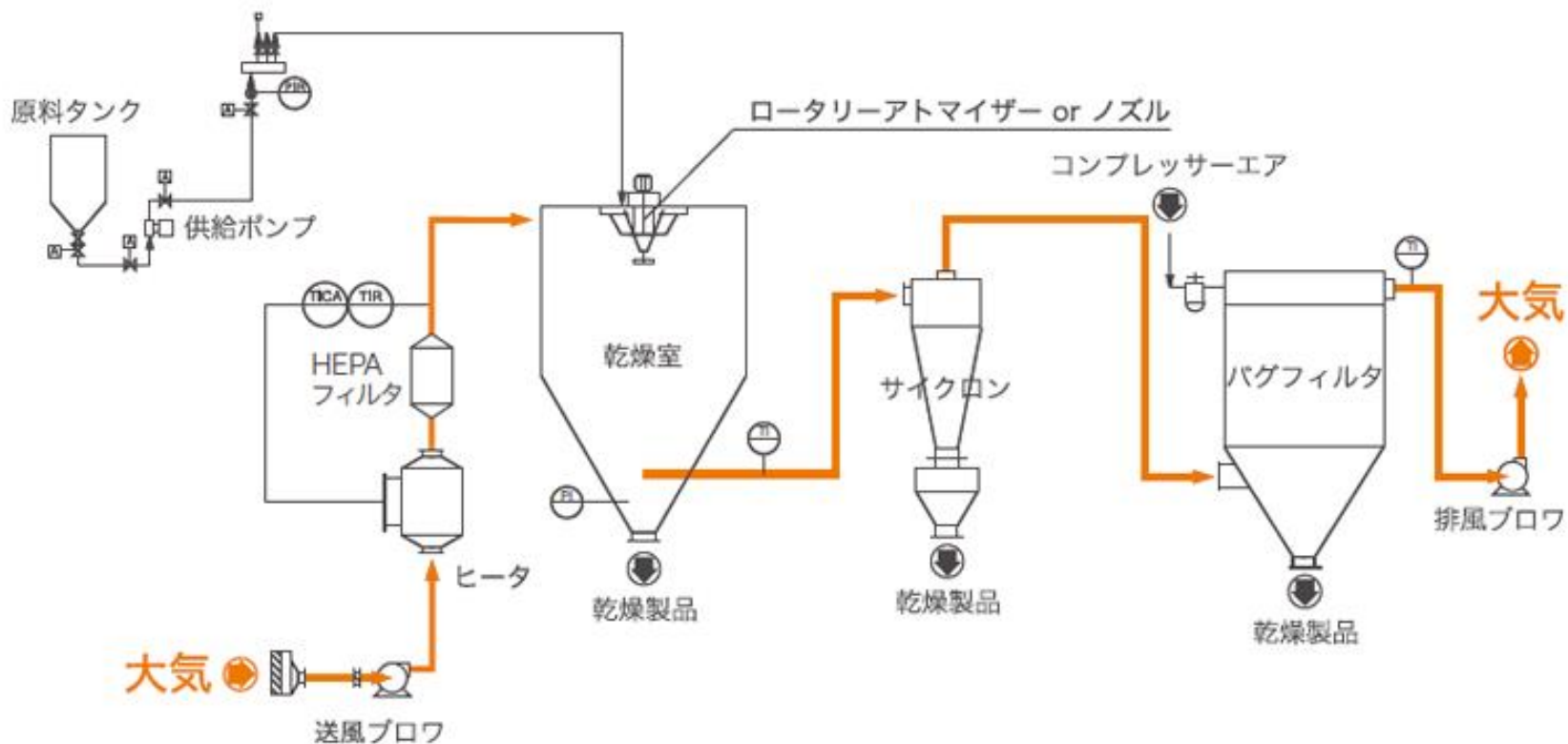
株式会社プリス

○川口晋也・三隅雄一・本保貴宣

スペクトリス株式会社・マルバーン事業部

笹倉大督

噴霧乾燥法とは：液体を霧状にし、熱風で乾燥させ、球状の粉末を得る方法。
(スプレードライ)



本研究の目的

噴霧乾燥法を造粒用途以外での活用を検討し、表面処理に着目した。

微粒子の表面処理の課題：凝集による粗大化



噴霧乾燥法は、乾燥が瞬時に完了するため、未乾燥な粒子間(液滴)の接触による凝集、粗大化が起こりにくい。



噴霧乾燥法にて、微粒子の表面処理加工の可否を評価する。

第1回 実験

粉碎して微粒化した珪砂をPVAにてコーティングする

実験条件

基本運転条件

熱風温度：150℃
排風温度：75～80℃
原液供給速度：5kg/h
噴霧圧力0.5MPa

装置

装置：TR160(φ1600mm)
噴霧方式：二流体ノズル
粉体捕集方式：サイクロン一括
方式

スラリー

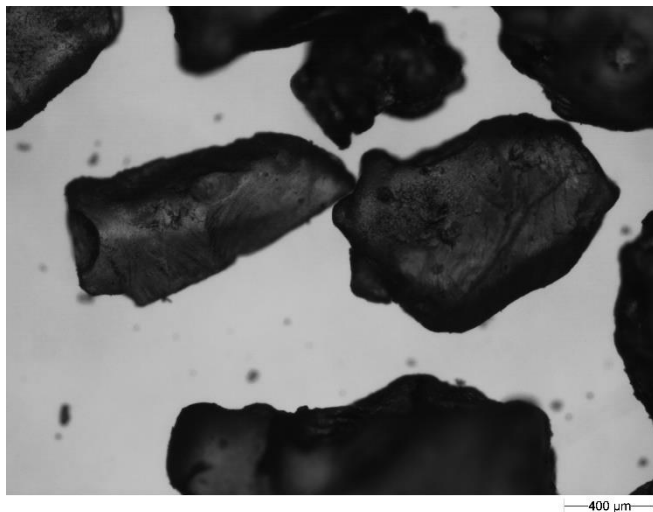
- | | |
|---|---|
| ①：珪砂 12.5wt%
PVA 0.6wt%
水 86.9wt% | ③：珪砂 25.0wt%
PVA 1.2wt%
水 73.8wt% |
| ②：珪砂 12.5wt%
PVA 1.2wt%
水 86.3wt% | ④：珪砂 6.3wt%
PVA 0.3wt%
水 93.4wt% |

評価

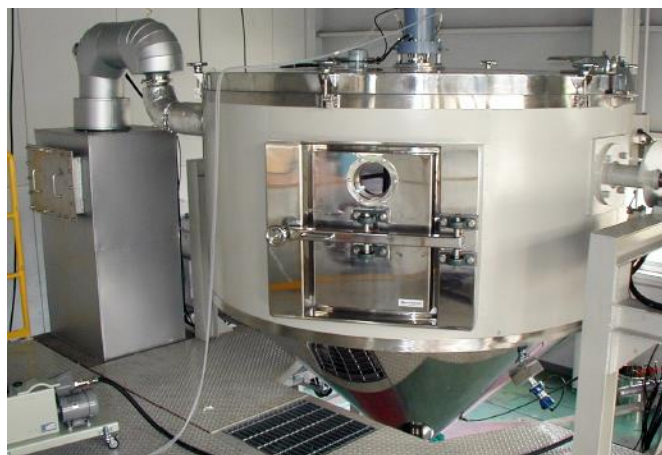
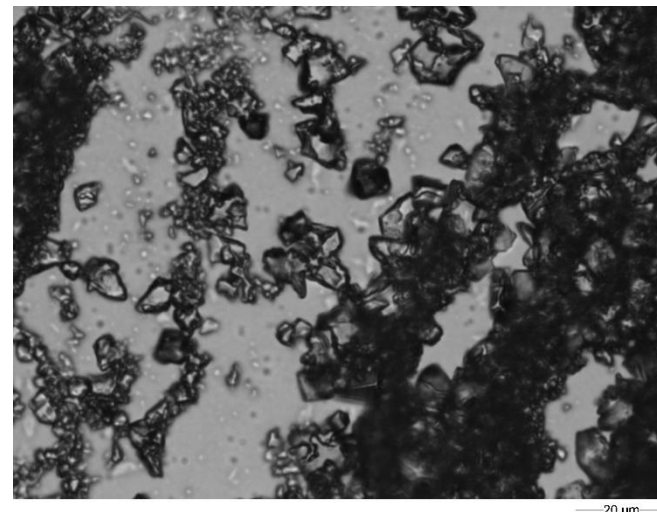
粒子画像分析装置：モフォロギG3(マルバーン製)
分散させた粒子をカメラで撮像し、粒子径、形状等
を評価する。

原液条件を変更し、捕集された粒子を評価する。

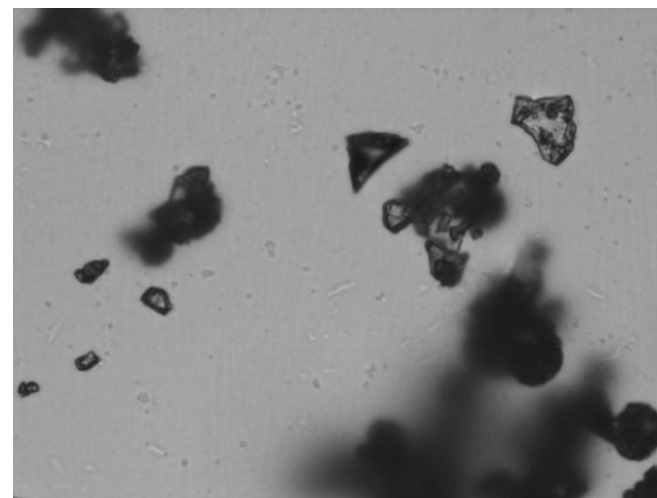
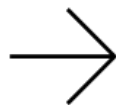
粒子画像



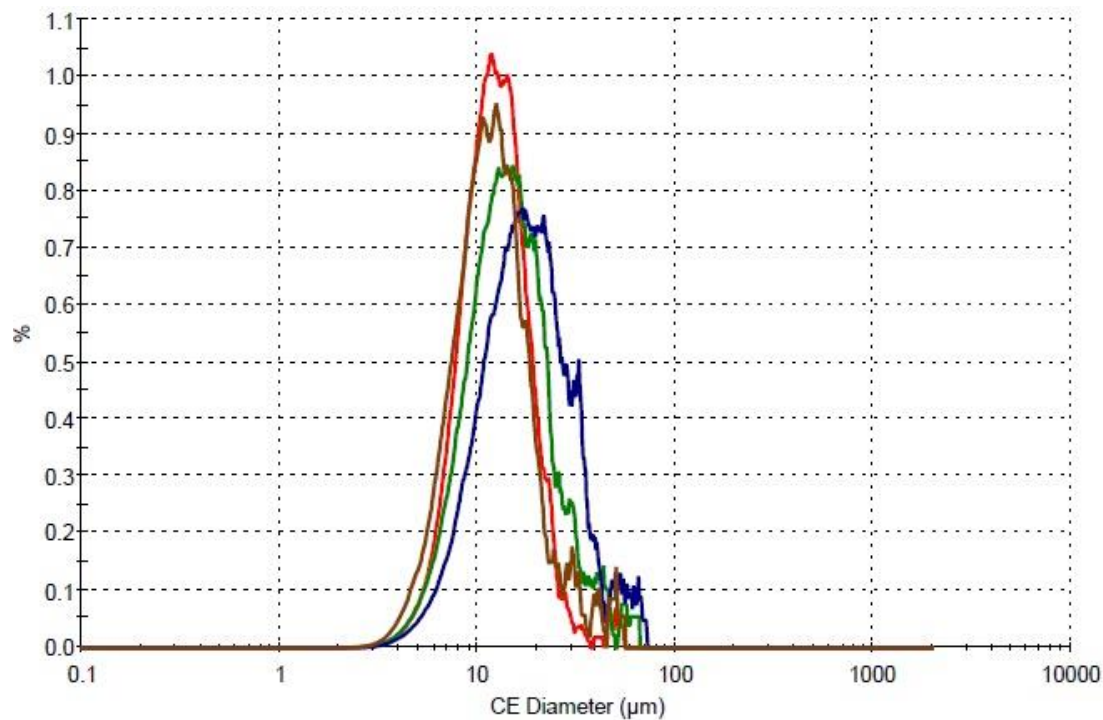
88hのボールミル処理



スプレードライ



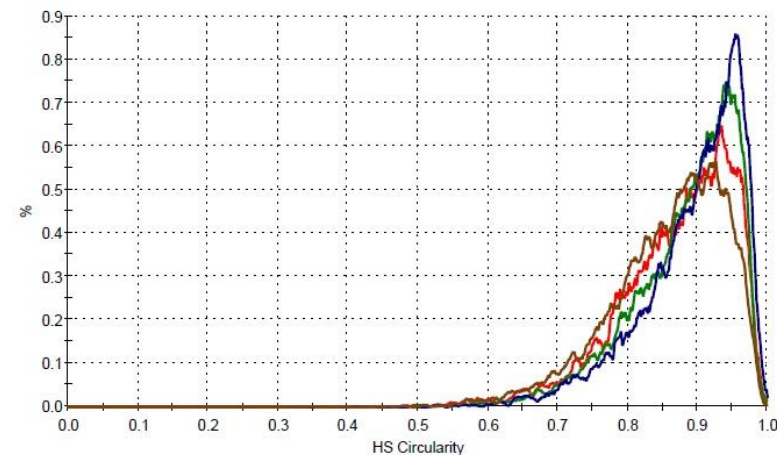
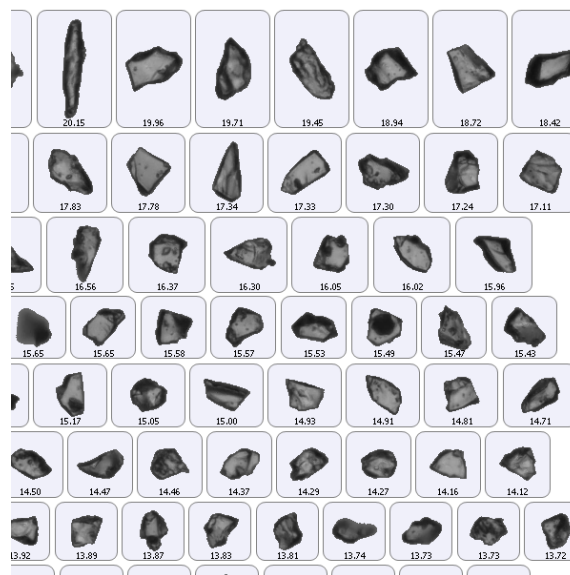
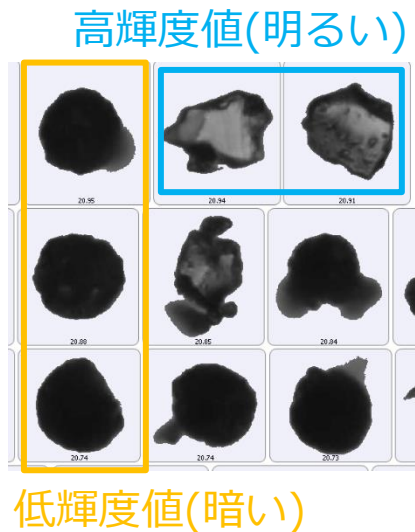
画像解析結果① 粒度分布(Dv50)



珪砂12.5%PVA0.6% : 12.1 μ m
珪砂12.5%PVA1.2% : 14.1 μ m
珪砂25.0%PVA1.2% : 17.4 μ m
珪砂 6.3%PVA0.3% : 11.7 μ m

珪砂濃度、PVA濃度に比例して粒子は大きくなる。
スラリー(Dv50 : 5.1)より、全ての条件の粒度分布は大きくなっている。

画像解析結果② 輝度値による抽出後の円形度(Dn50)



単体粒子は扁平状に粉碎されたため、高輝度値となった。

高輝度値を抽出し、単体粒子のみの評価が可能となった。

単体粒子のみの円形度を比較することで、PVAの被覆の評価が可能。
(高円形度 = 被覆が多い)

- 珪砂12.5%PVA0.6% : 0.89
- 珪砂12.5%PVA1.2% : 0.90
- 珪砂25.0%PVA1.2% : 0.91
- 珪砂 6.3%PVA0.3% : 0.87

珪砂、PVA高濃度条件が被覆が多く、低濃度条件は少なくなった。

第2回 実験

ガラスビーズにアルミナ粉 + PVAをコーティングする

50 μ mのガラスビーズに、0.6 μ mのアルミナ粉 + PVAをコーティングする。

実験条件

基本運転条件

熱風温度：200℃

排風温度：80～90℃

原液供給速度：5kg/h

ディスク回転数：6000rpm/12000rpm

装置

装置：TR160(φ1600mm)

噴霧方式：ディスク方式

粉体捕集方式：本体下、サイクロン
下2点方式(評価は本
体下のみ)

スラリー

ガラスビーズ 18.0wt%

アルミナ 1.8wt%

PVA 0.2wt%

水：80.0wt%

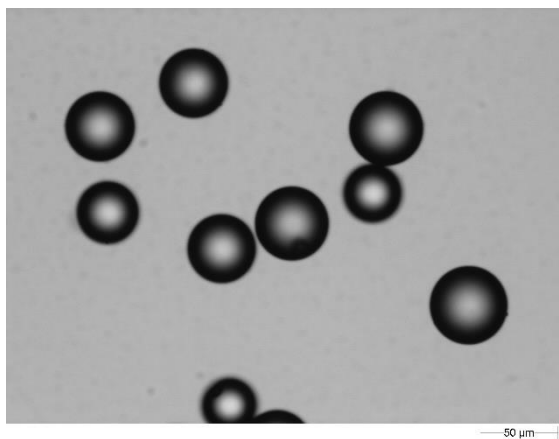
評価

粒子画像分析装置：モフォロギG3(マルバーン製)
にて測定。

運転条件のディスク回転数を変更し、捕集された粒子を評価する。

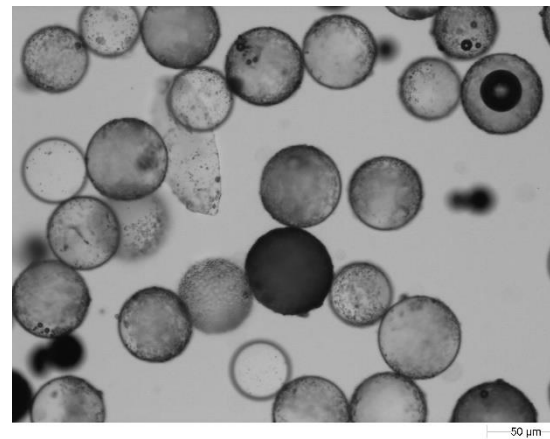
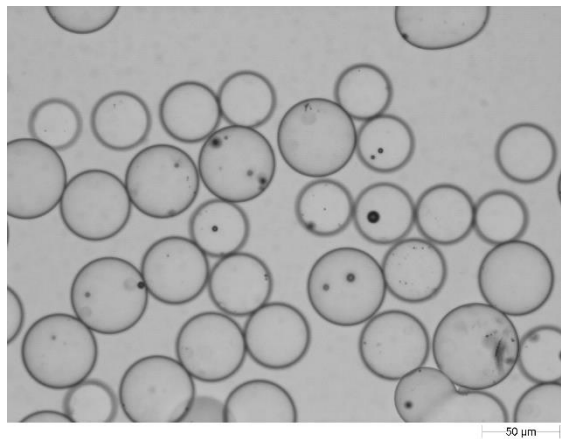
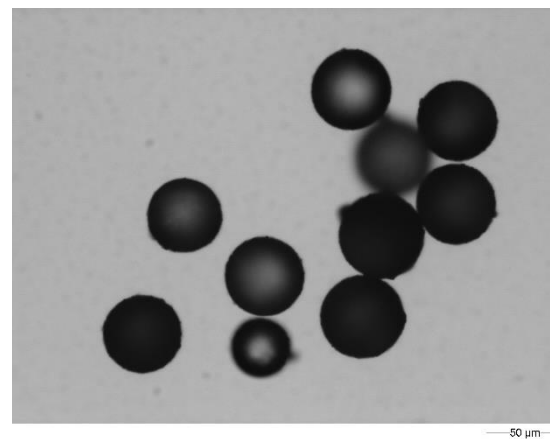
粒子画像

ガラスビーズ

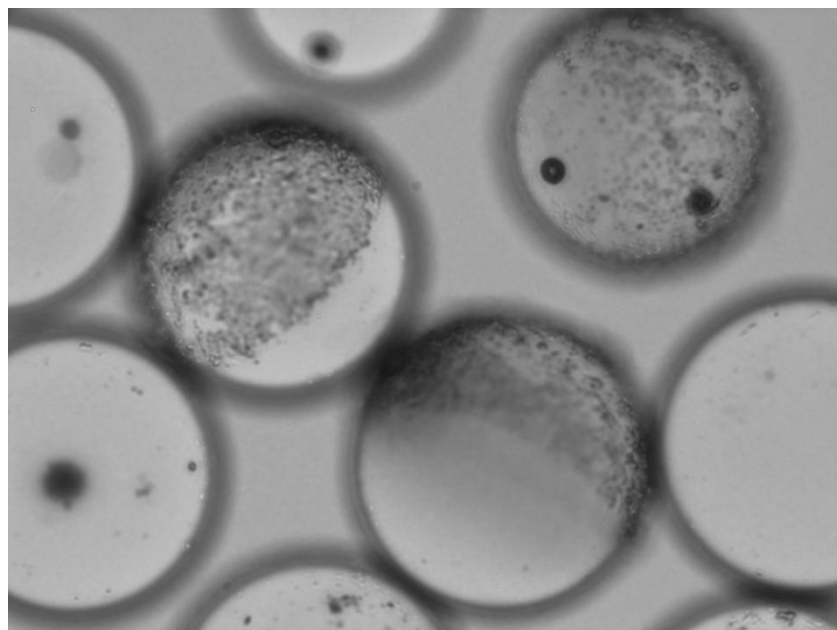


浸液透光法にてガラスビーズのみを透過させる(溶媒：キャノーラ油)

ガラスビーズ+アルミナ+PVA

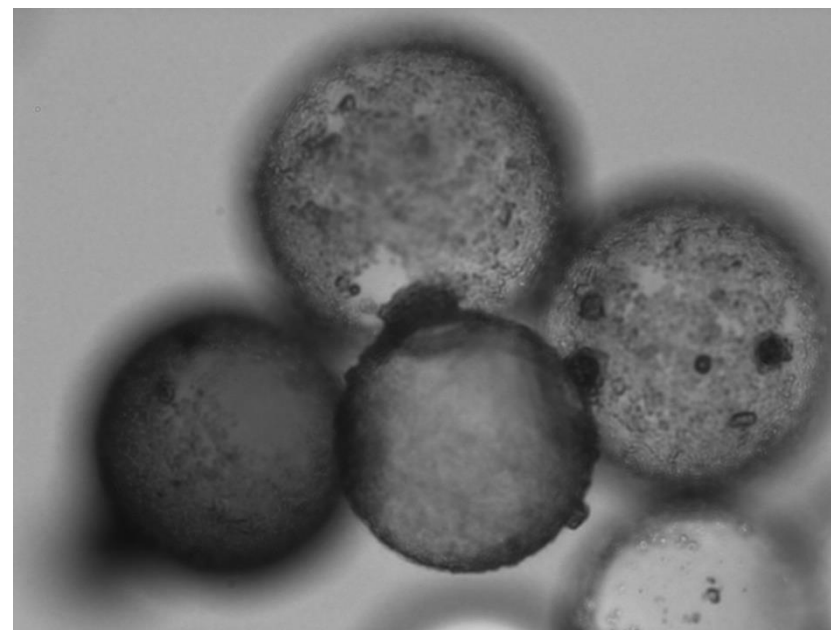


ディスク回転数の比較① 被覆外観



12000rpm

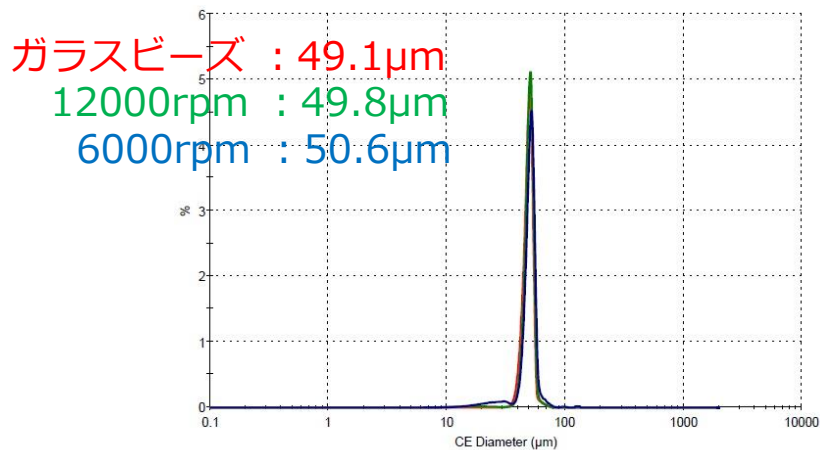
回転数が速すぎて液滴が小さくなり、ガラスビーズを全体的に包むことができなかったため、アルミナ被覆が部分的になっている。



6000rpm

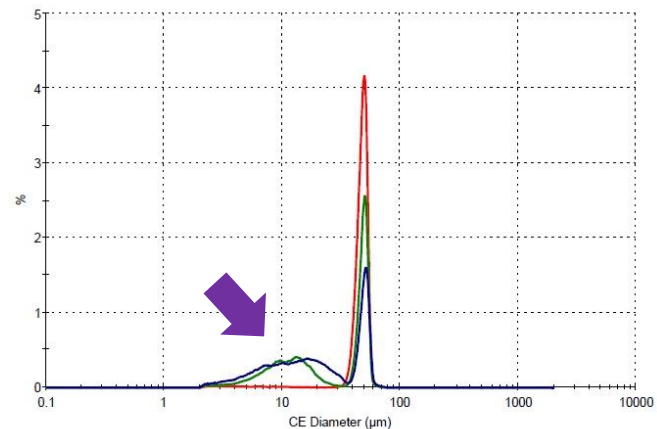
液滴が大きくなり、ガラスビーズを包みこんだ後の乾燥により、全体的にアルミナ被覆されている。

ディスク回転数の比較② 粒度分布・粒子形状(乾式測定)



■ 粒度分布(体積基準 : Dv50)

低回転数がより大きくなっているため、より被覆が多いと想定されるが、アルミナ粉はDv50 : 0.5 μ mのため、複数の層は形成されていない。

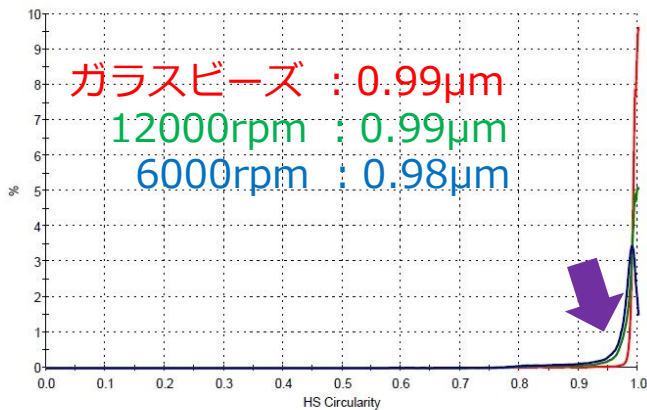


■ 粒度分布(個数基準)

ガラスビーズには無い微粒子を測定。



被覆されなかったアルミナ粉+PVAの凝集体が一定数存在する。



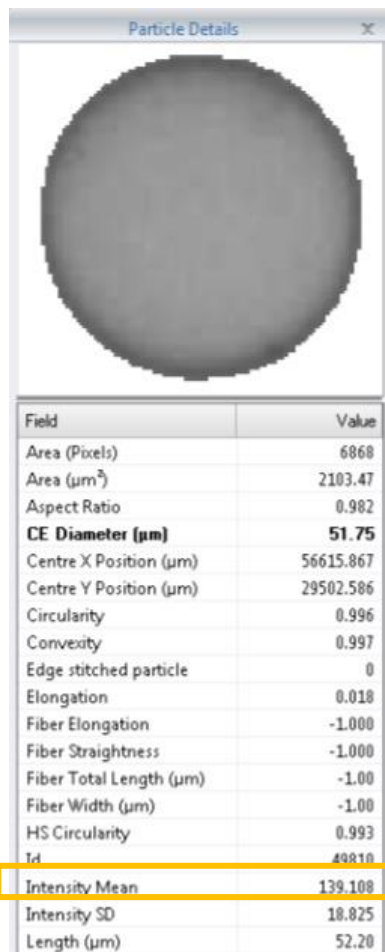
■ 円形度(Dn50)

Dn50はほぼ同等であったが、Dn10は0.98、0.93、0.89と差異があった。

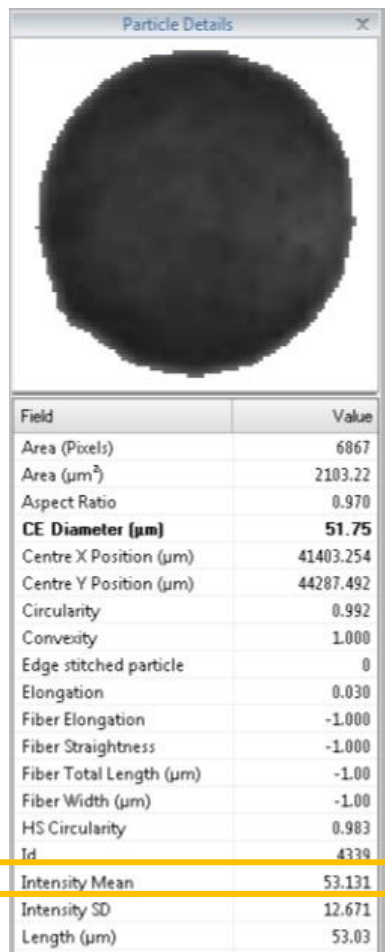


より被覆が多く、いびつな形状と想定できる6000rpmが低円形度となった。

ディスク回転数の比較③_1 被覆量の定量化(輝度値)



輝度平均値 : 139
(明るい/被覆小)



輝度平均値 : 53
(暗い/被覆大)

浸液透光法にて、ガラスビーズを透過させることにより、透過しないアルミナの被覆量と輝度値が相関となる。



浸液透光法と画像分析法を組み合わせることによって被覆量を定量化して評価できる。



画像分析装置 : morphologi G3
(マルバーン製 : モフォロギG3)



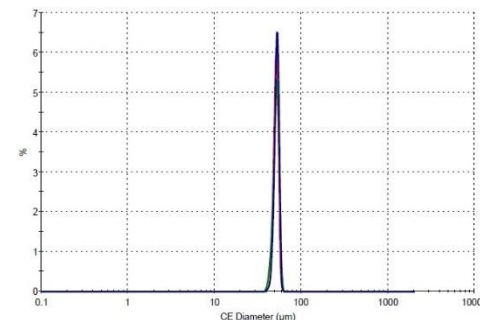
ディスク回転数の比較③_2 被覆量の定量化(輝度値)

項目	Dv10	Dv50	Dv90
粒子径 (um)	3.39近傍	8.63近傍	21.0近傍
粒子 画像			
	<p>明 ←—————→ 暗</p>		

輝度値は粒子径に依存する。



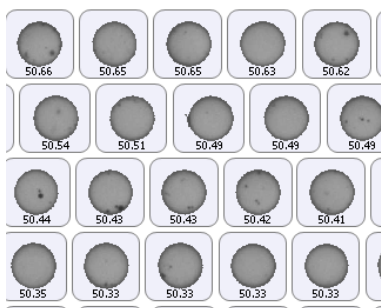
評価は粒子径を限定する必要がある。



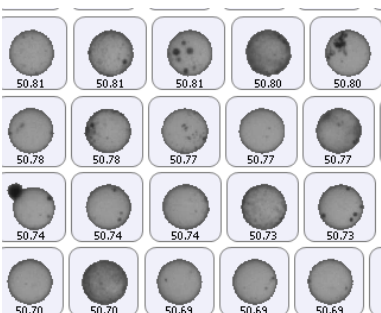
ガラスビーズ、6000、12000の粒子径を40~60μmに限定し、輝度平均値を評価する。

ディスク回転数の比較③_3 被覆量の定量化(輝度値Dn50)

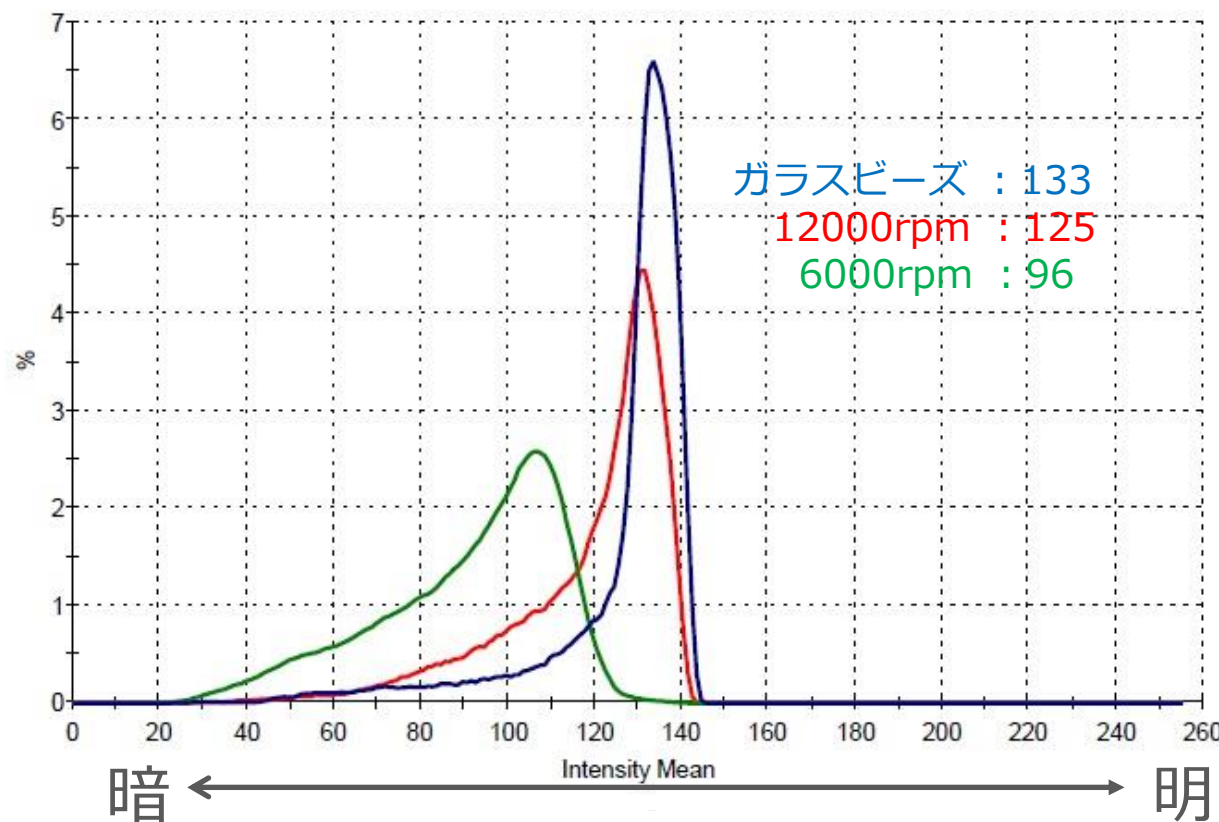
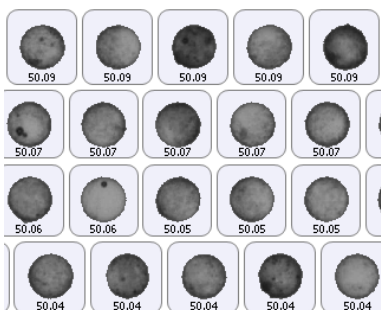
ガラスビーズ



12000rpm



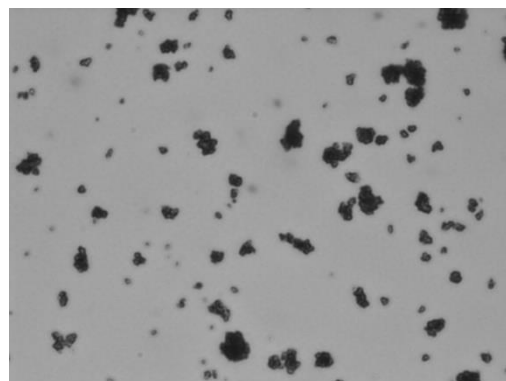
6000rpm



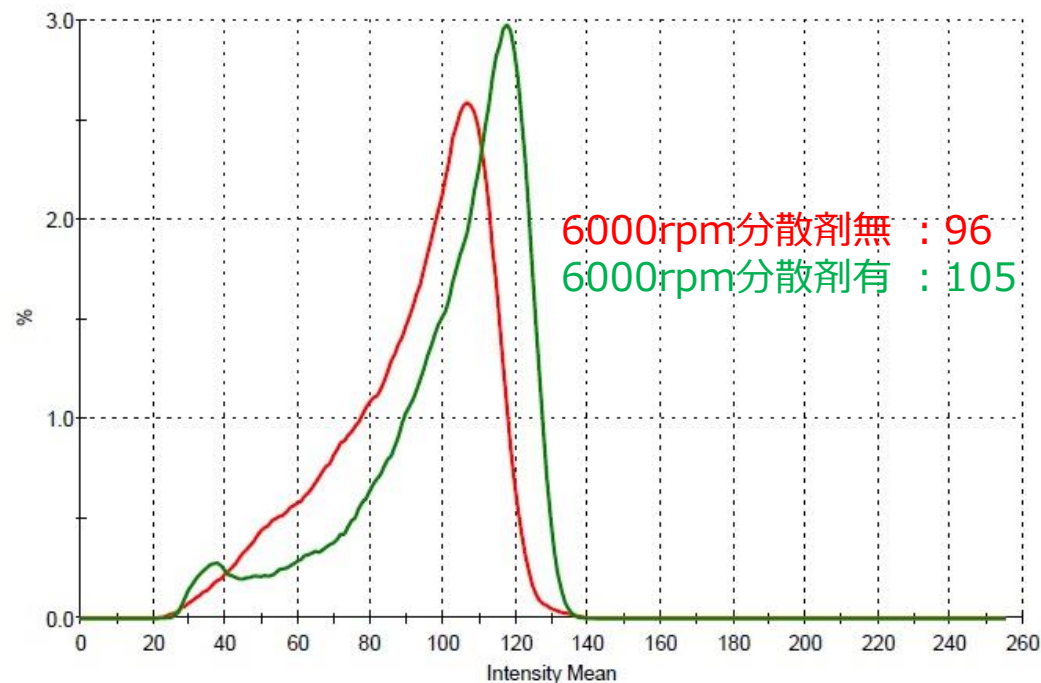
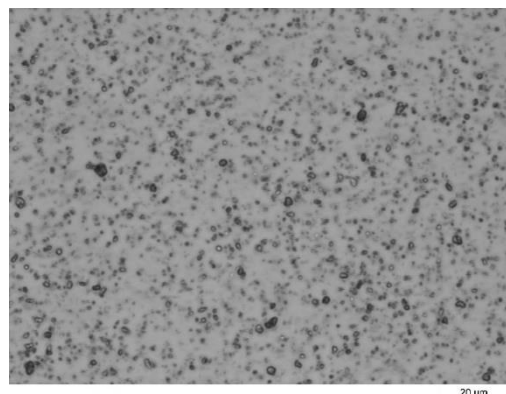
明確に違いを検出、被覆状況の定量化を確認。

原液の比較①_1 分散剤無or有による輝度値の評価(Dn50)

スラリーを確認した所、凝集を多く確認。
より分散させることで、被覆を多く、均一になることを期待し、分散剤を添加する。



分散剤添加

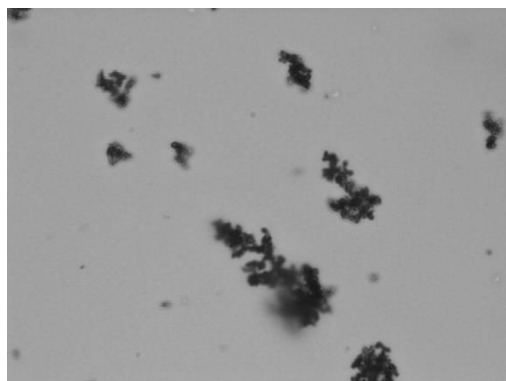


分散剤有りの粒子の輝度値が高い(被覆が少ない)

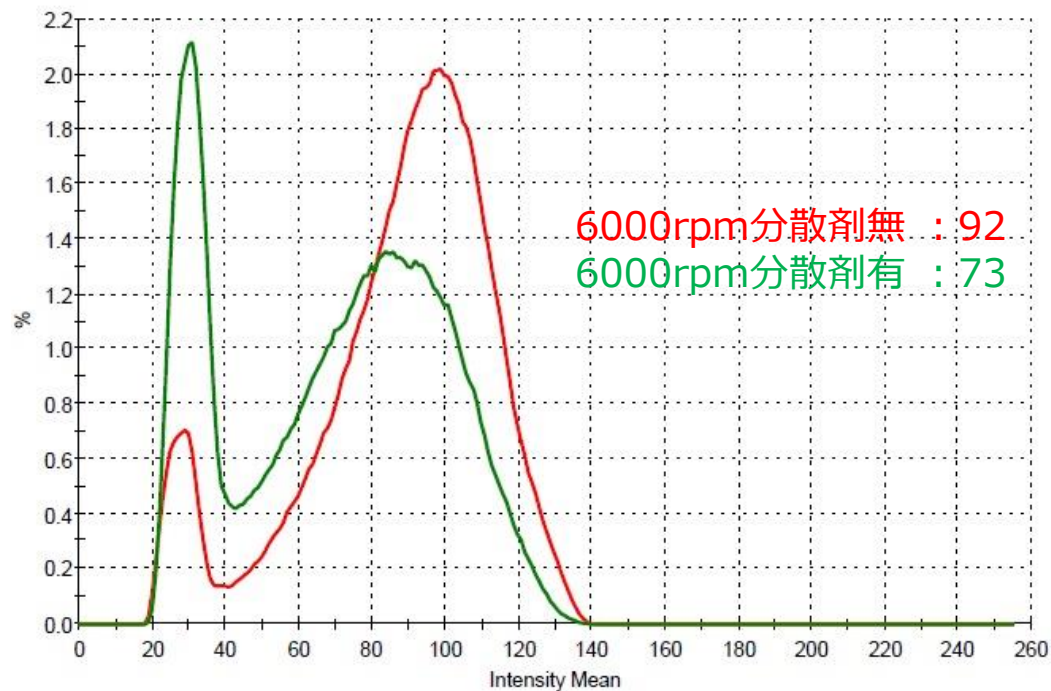
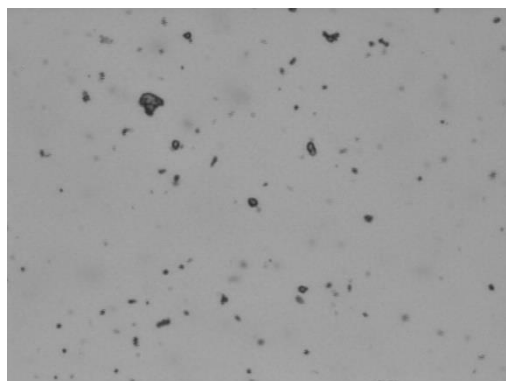
期待通りとはならず。

原液の比較①_2 分散剤無or有による輝度値の評価(Dn50)

窒化ホウ素スラリーでも分散剤無or有で比較(分散剤はアルミナと別銘柄)



分散剤添加



分散剤有りの粒子の輝度値が低い(被覆が多い)

原料物性、分散剤種類によっては被覆に効果がある。

考察

噴霧乾燥法によるシングルミクロン～50 μ m程度の微粒子の表面処理(被覆)は可能であった。また浸液透光法と画像分析法によって、被覆状況を評価することができた。

今後の課題として、被覆の均質化、膜厚の制御を検討したい。