

ラボ用小型噴霧乾燥機によるプレス成形用途に適した径の セラミックス顆粒体の造粒検討

株式会社プリス

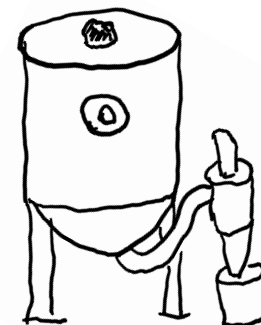
○川口 晋也・三隅 雄一・本保貴宣

スペクトリス株式会社 マルバーン・パナリティカル事業部

平村行慶

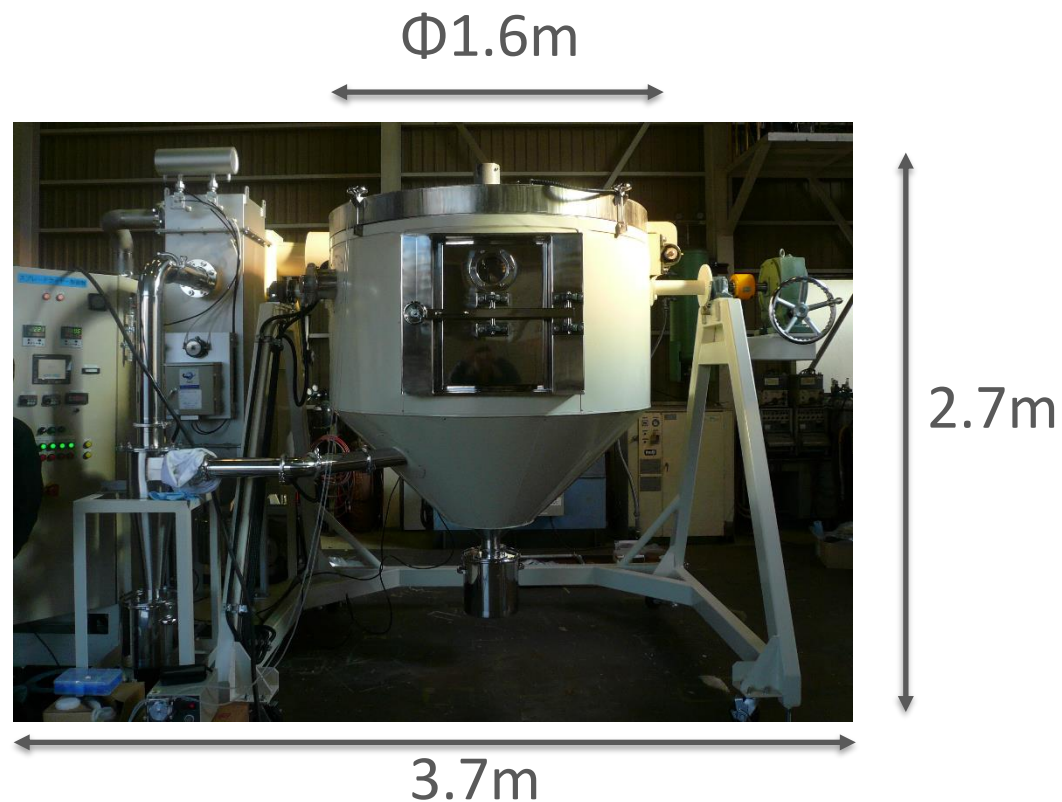
スプレードライヤーの欠点

(噴霧乾燥機)



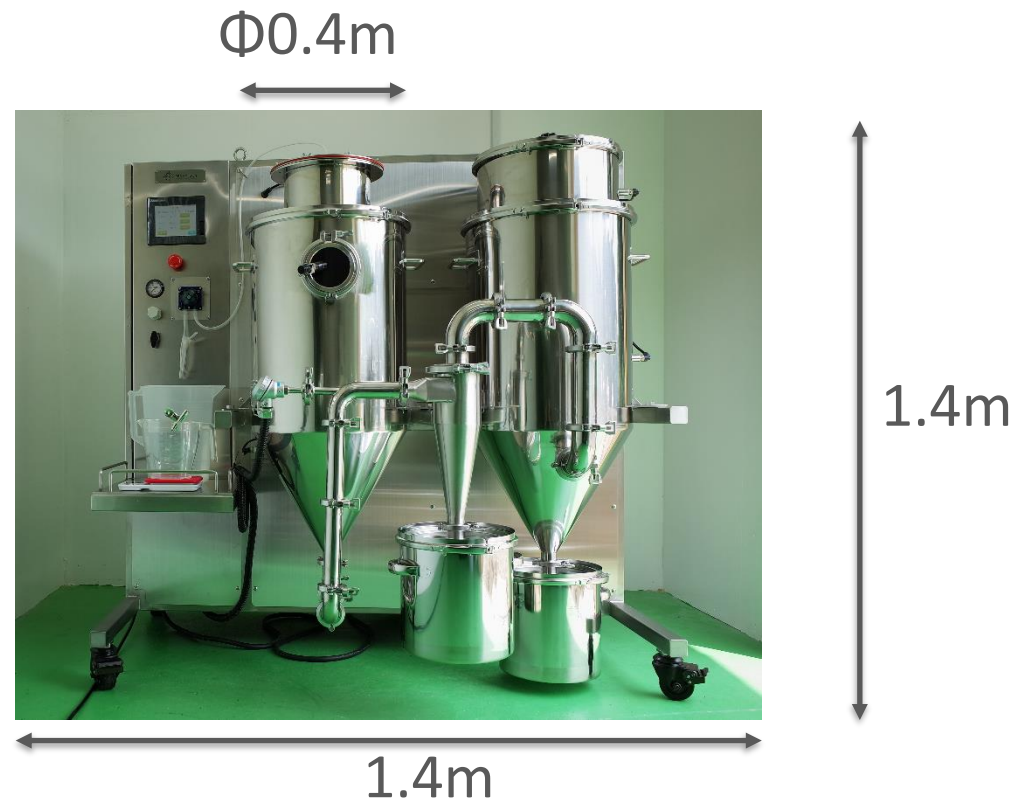
装置が大きい

Φ1600mm装置
(40~80μm程度の造粒に適した実験機)



研究室に導入するには困難なサイズ

Φ387mm装置
プリス製SD スプレーボーイ
(シングル~20μm程度の造粒に適した実験機)



研究室導入に現実的なサイズ
二流体ノズル仕様のため、流動性の低い微粒子が捕集される

本研究の目的

二流体ノズル仕様の小型スプレードライヤーで、
条件を最適化し、プレス成形用途に適した粒子
径で流動性の良い顆粒を得る

基本スプレードライ条件

コンプレッサーエアー圧力：低圧

原液供給速度：高速

ノズル選定：小型ノズル

原液濃度：高濃度

スプレードライ結果

検体	圧力	原液供給速度	固形分濃度	入口温度	出口温度	バインダー濃度 (固形分比)	粒度分布 Dv50	収率	備考
No1	0.2MPa	1.4kg/h	75wt%	100°C	72°C	0.5wt%	35.8 μ m	82.9%	
No2		2.6kg/h			68°C	0.5wt%	51.3 μ m	54.1%	
No3		3.0kg/h			64°C	1.0wt%	50.7 μ m	32.7%	
No4		3.0kg/h			68°C	2.0wt%	56.7 μ m	36.3%	

使用装置 : スプレーボーイ(乾燥室径 ϕ 387mm)

原料 : Dv50 \cdot 0.6 μ mアルミナ

溶媒 : イオン交換水

50 μ m以上の粒子径の捕集を確認

流動性の評価装置

Freeman Technology社(UK) パウダーレオメーターFT4

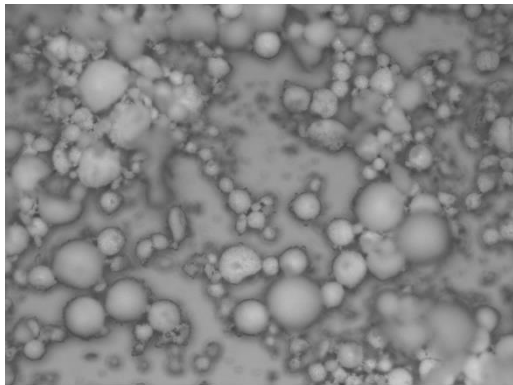
回転ブレードのトルク、下方移動の荷重を測定し、
エネルギーへ換算する(エネルギー値が低い程、高流動性)



安息角測定等では困難な、動的流動性が測定可能

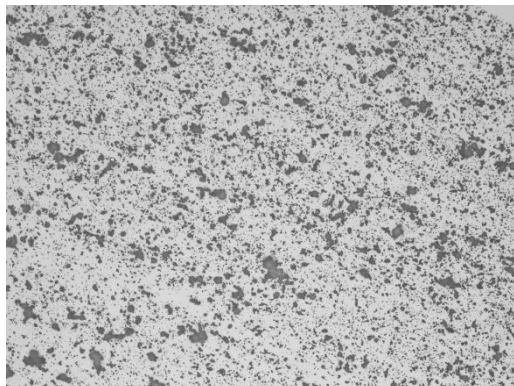
流動性評価検体

No1



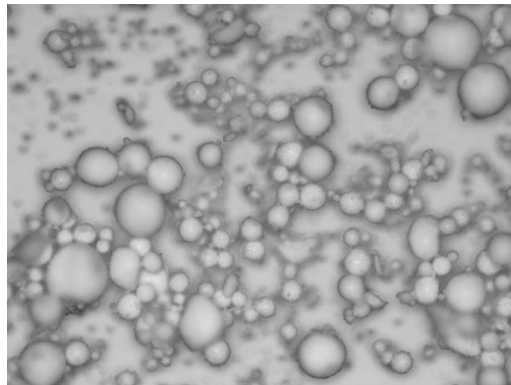
Dv50 : 51.3μm
SD条件No2
バインダー0.5wt%

No4



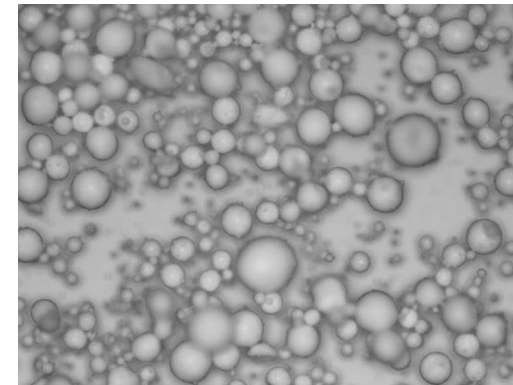
Dv50 : 7.1μm
一般的な条件の二流体ノズルでの造粒粉

No2



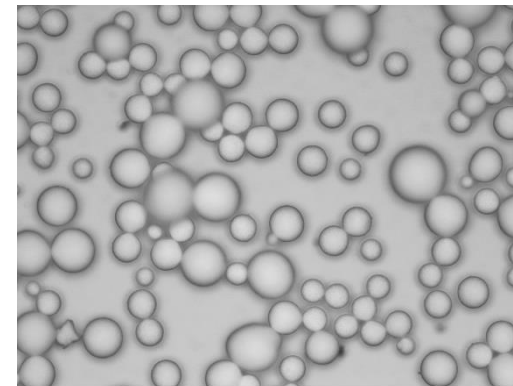
Dv50 : 50.7μm
SD条件No3
バインダー1.0wt%

No3

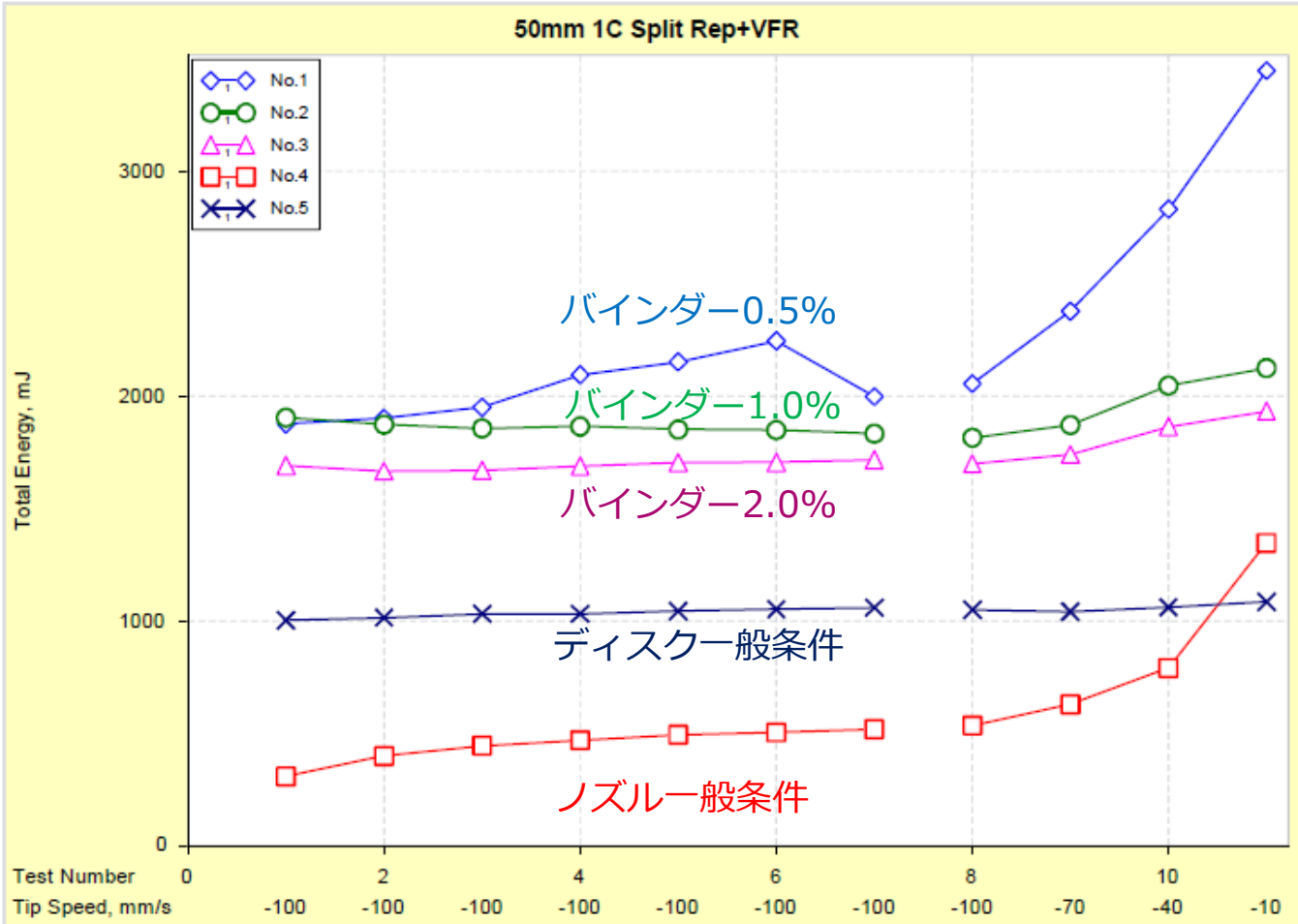


Dv50 : 56.7μm
SD条件No4
バインダー2.0wt%

No5



Dv50 : 49.2μm
一般的な条件の遠心噴霧ディスクでの造粒粉



BFE : 下向き試験時のエネルギー値

SI : 1回目と7回目テストのBFEの変化係数

FRI : 回転速度を可変させた際のBFEの変化係数

SE : 上向き試験時のエネルギー値

CBD : かさ密度

Split Mass : サンプル重量

Series Name	BFE, mJ	SI	FRI	SE, mJ/g	CBD, g/ml	Split Mass, g
No.1	1997	1.06	1.68	7.86	1.34	214
No.2	1832	0.963	1.17	4.41	1.41	226
No.3	1715	1.01	1.14	3.74	1.42	227
No.4	518	1.68	2.52	6.03	0.842	135
No.5	1058	1.06	1.03	2.98	1.10	176

エネルギー値はかさ密度に依存するため、エネルギー値のみで比較はできない



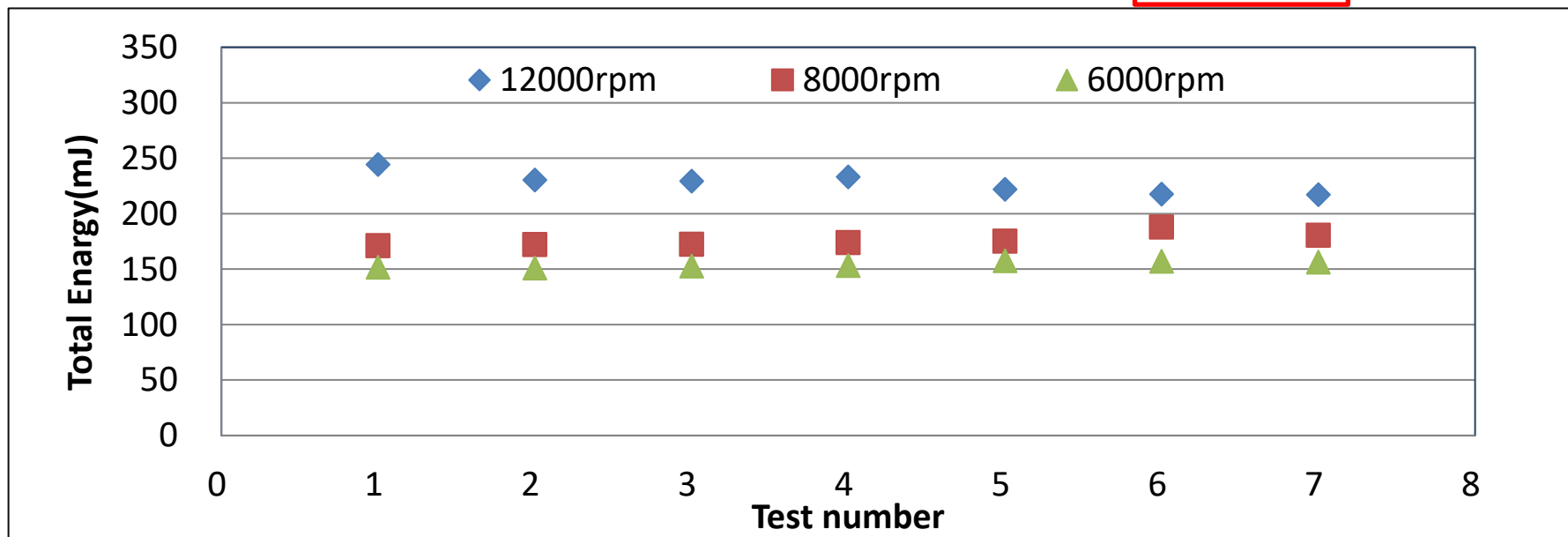
かさ密度が一定でないサンプルは変化係数での評価が望ましい

流動性の評価(参考データ)

遠心噴霧ディスク回転数を可変させて、粒子径違いの流動性を評価

■ サンプル 12000rpm(Dv50:36 μ m),8000rpm (Dv50:49 μ m) ,6000rpm (Dv50:57 μ m)

rpm	BFE(mJ)	SI	FRI	SE(mJ/g)	CBD(g/ml)	Split mass (g)
12000	217	0.889	1.24	3.03	1.1	27.4
8000	180	1.06	1.3	2.81	1.04	26
6000	156	1.03	1.13	2.09	1.1	27.5



かさ密度が一定であれば、エネルギー値で評価可能

2015年セラミックス協会年会 笹倉他

【スプレードライを用いたセラミックス粉末製造工程の粉体レオメトリーならびにRealtime粒子径監視技術を用いた評価】

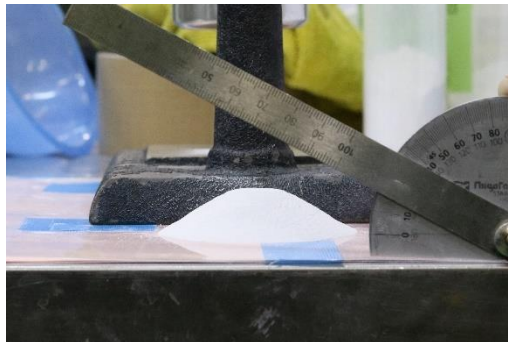
安息角測定

No1



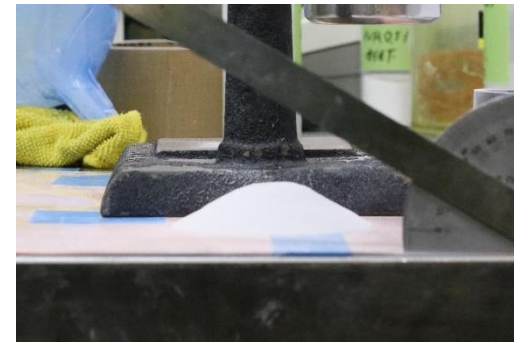
SD条件No2
 バインダー0.5wt%
 安息角：39° 自重落下：不可

No2



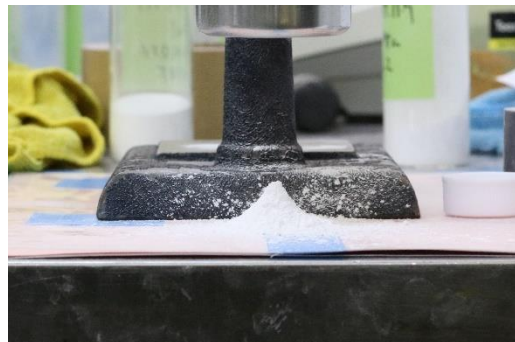
SD条件No5
 バインダー1.0wt%
 安息角：27° 自重落下：可

No3



SD条件No6
 バインダー2.0wt%
 安息角：29° 自重落下：可

No4



一般的な条件の二流体ノズルでの造粒粉
 安息角：測定不可 自重落下：不可(閉塞)

No5

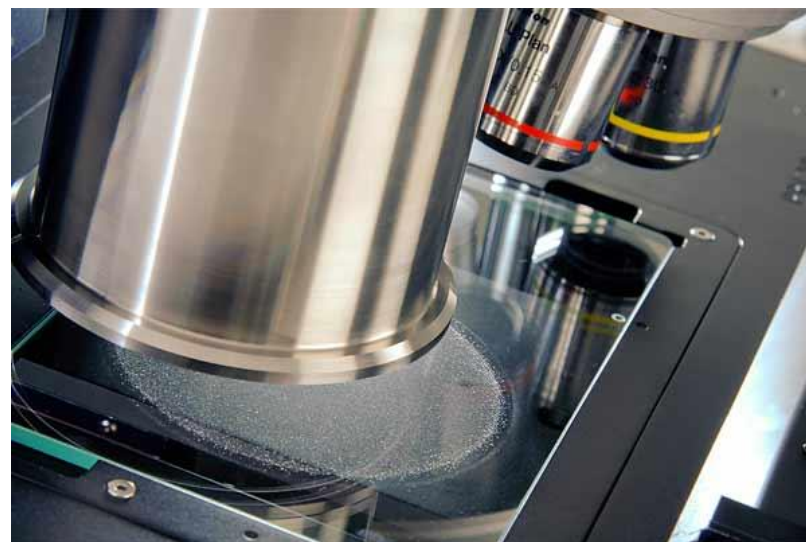


一般的な条件の遠心噴霧ディスクでの造粒粉
 安息角：24° 自重落下：可

画像解析の評価①

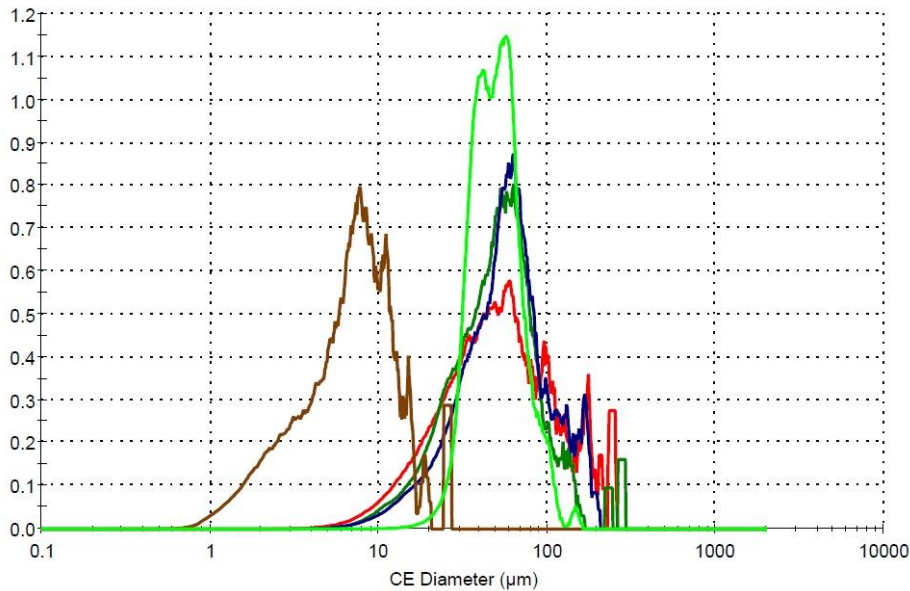
Malvern Panalytical社(UK) 粒子画像分析装置Morphologi G3

粒子をガラスプレートに分散させ、顕微鏡を通したカメラにて撮像し
粒度分布や、円形度、アスペクト比等の粒子形状を解析する装置



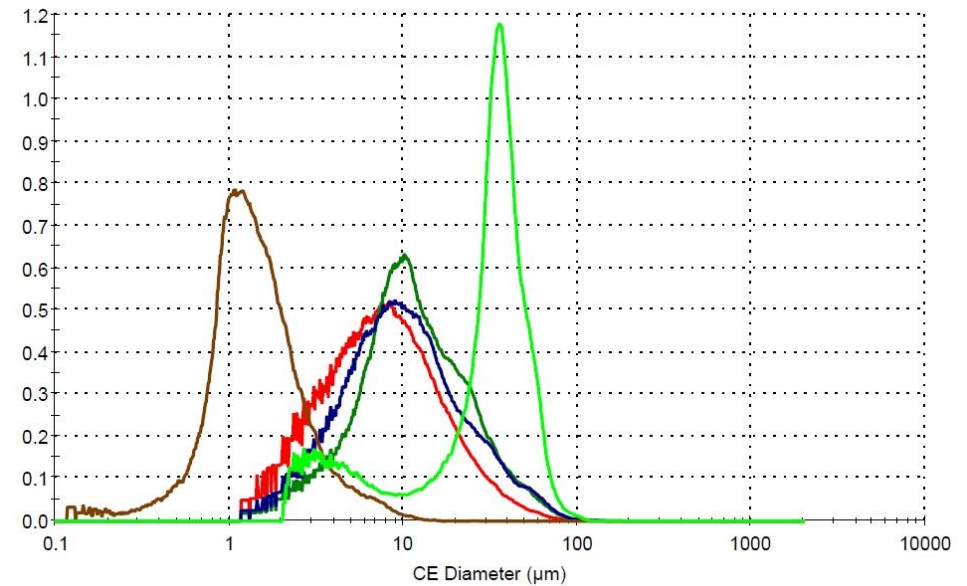
画像解析の評価②

粒度分布(体積基準Dv50)



No1(バインダー0.5%) : 51.3 μ m
 No2(バインダー1.0%) : 50.7 μ m
 No3(バインダー2.0%) : 56.7 μ m
 No4(ノズル一般条件) : 7.1 μ m
 No5(ディスク一般条件) : 49.2 μ m

粒度分布(個数基準Dn50)

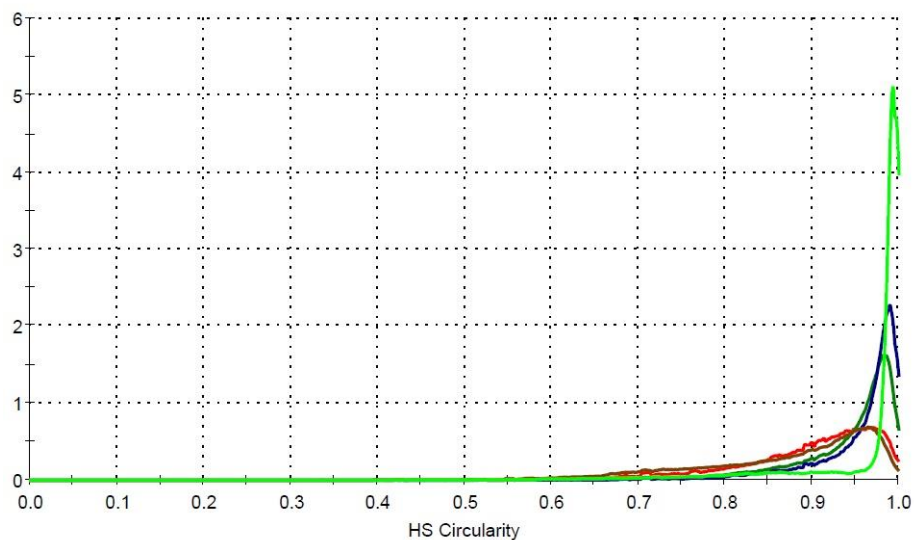


No1(バインダー0.5%) : 7.4 μ m
 No2(バインダー1.0%) : 10.7 μ m
 No3(バインダー2.0%) : 9.4 μ m
 No4(ノズル一般条件) : 1.3 μ m
 No5(ディスク一般条件) : 32.9 μ m

ノズル条件は、多量の微粉を確認

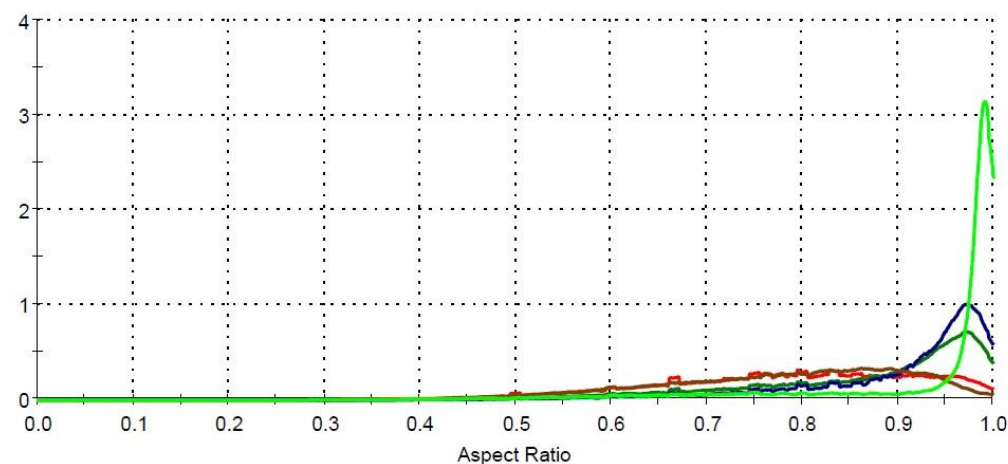
画像解析の評価③

円形度(個数基準Dn50)



No1(バインダー0.5%) : 0.91
 No2(バインダー1.0%) : 0.96
 No3(バインダー2.0%) : 0.97
 No4(ノズル一般条件) : 0.90
 No5(ディスク一般条件) : 0.99

アスペクト比(個数基準Dn50)



No1(バインダー0.5%) : 0.80
 No2(バインダー1.0%) : 0.91
 No3(バインダー2.0%) : 0.94
 No4(ノズル一般条件) : 0.80
 No5(ディスク一般条件) : 0.98

ノズル条件は、バインダー量が形状に影響している
 ディスク条件はノズル条件と比較し極めて真円に近い

まとめ

- ✓ ラボ用小型噴霧乾燥機にて、プレス成形用途と同等径のセラミック顆粒粉の作成は、低収率ではあるが可能であった。粒度分布と収率のバランスによっては、高収率条件での処理も可能である。
- ✓ プレス成形用途に重要な要素である流動性については、遠心噴霧ディスクで造粒された顆粒粉には及ばなかったが、一般的な二流体ノズル条件で造粒された小粒子径顆粒と比較すると、良好な結果となった。
- ✓ 粒度分布のDv50を同等程度に制御しても、微粉量、粒子形状によって流動性は全く異なる挙動となる。
- ✓ 流動性に微粉が大きな影響を与えているのであれば、分級により流動性の向上が検討できる。



ありがとうございました