

攪拌型ボールミル『アルケミ』の 粉碎・メカニカルグライディング技術について

奥山 杏子^{*}

1. はじめに

粉碎は、ものづくりにおいて最初の一步ともいえる重要なプロセスであり、電子材料、食品、医薬品などさまざまな分野で活躍している。

当社では、1960年代から攪拌型ボールミルの「アトライタ」という粉碎機を販売している。攪拌型ボールミルは、一般的にボールやビーズなどの粉碎媒体を充てんしたミル内に攪拌棒、回転ディスクなどによって強制的に攪拌することにより、媒体に運動を与えて粉碎を行うものである¹⁾。転動型ボールミルを用いて1週間要していた粉碎処理が、アトライタの誕生によって数時間で粉碎処理が可能になった。最近では、粉碎機を粉碎機能だけでなく、メカノケミカルなどの反応および合成にも応用され、粉碎機の使用の幅が広がりつつある。

本稿では、攪拌型ボールミル「アルケミ」を紹介する。アルケミはタンクを縦に置き攪拌棒を垂直方向に配置した構造のアトライタに対し、タンクを横に置き攪拌棒を水平方向に配置している粉碎機である。アトライタと比較して粉碎能力が高く、処理時間の更なる短縮が可能である。さらに、強力な粉碎力によりメカノケミカルを始めメカニカルアロイング、メカニカルグライディングへの展開が見込まれている。アルケミの特徴および処理例などを具体的に紹介する。

2. アトライタの概要

アトライタは、アメリカの Union Process 社 Dr.Szegvar によって1940年代に開発され、特許申請後にアトライタの名前で発売が開始された²⁾(図1)。

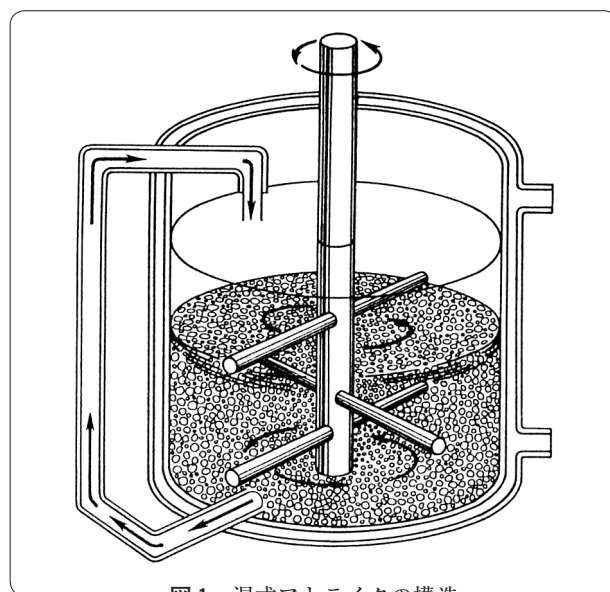


図1 湿式アトライタの構造

材料は粉碎室内でボールとボールの間に噛み込まれ、剪断、圧縮、衝撃作用を受け、摩砕が進行する。アトライタはその構造と機能から従来のボールミルやロールミルの操作性や安全性の問題を改善したとされている。日本では三井三池製作所(現日本コークス工業)が1960年に技術導入し販売を開始した。

さらに、当社では1978年に同じく Union Process 社より乾式アトライタを技術導入した。乾式アトライタは、従来のボールミルに比べ高エネルギーを利用できる粉碎機であり、粉碎速度は非常に速い。構造は湿式アトライタと同様であるが、湿式に比べ高速回転でモータ容量も大きく設計されている。ボールはアームの回転により激しく攪拌されることで流動化し、ボール同士の衝突と剪断によって、材料は粉碎される。タンクは水冷ジャケット付きで粉碎時に発生する熱を下げるができる。さらに、密閉構造のため不活性雰囲気下や減圧処理も行うことができる。材料は万遍なくボール間に噛み込まれ、タンク内に滞留する箇所がないように攪拌アームの形状、寸法および配置に工夫がなされている³⁾。

乾式アトライタは、メカニカルアロイングで大き

^{*}OKUYAMA Kyoko 日本コークス工業(株) 化工機事業部 粉体技術センター 機器開発グループ
〒328-8503 栃木県栃木市国府町1番地
TEL : 0282-28-1161
FAX : 0282-28-1150
E-mail : kyouko-okuyama@n-coke.com

く前進した機械である⁴⁾。メカニカルアロイング(以下、MA)とは、各種の金属粉、合金粉や酸化物を混合分散し粉碎と圧着を繰り返して、粒子を均一に分布させるとともに金属を合金化する方法である⁵⁾。MAでは粉碎によって生じる新鮮な表面同士が接触して接合され、接合と碎断を繰り返して異種金属同士が緻密に分散されて合金が生成される。MAを行う際の乾式アトライタの概略図を図2に示す。MAでは、真空ポンプによってタンク内の排気とArガスとの置換を行い、酸素濃度を極力少なくすることが必要である。さらに、運転中も少量のArガスを流し、酸化防止を図る。運転中に発生する熱は、タンクに設けたジャケットに冷却水を流し制御する。図3はFe粉とNi粉を乾式アトライタでMA処理したときのXRD回折図である。4hrではFeとNiの単独ピークしか認められないが、処理時間の経過とともに、Fe(110)およびNi(111)の45°付近のピークが小さくなり、44°付近に新たなピークが出現し、合金が生成していることが分かる。このようにして、アトライタによるMAは、比重差や融点差が大きい原料による高機能特殊合金の生成を可能にした。

3. アルケミの開発

アトライタで比重の重い処理物を粉碎すると、粉碎室の槽底に処理物が偏りやすく不均一な粉碎になることがあった。さらに、ボールの自重も影響し粉碎室内のエネルギー分布に偏りが生じていた。これらは処理効率の低下を招き、大型化することでますます顕著になると考えられた。

そこで開発されたのが、横型の攪拌型ボールミル「アルケミ」である(図4)。横型にすることで、縦型のアトライタの問題点であるボールと処理物の動きを改善できると考えた。横型の優位性については、離散要素法(Discrete Element Method, DEM)によるシミュレーションで検証を行った⁶⁾。シミュレーションによると、縦型のアトライタでは粉碎室下部のボールの速度は遅いが、横型のアルケミでは粉碎室内のボールの動きおよび速度に偏りは見られず、ボールが均一に運動することが分かった。さらに、アルケミは粉碎室下部と上部とで活発にボールが動くためより均一にエネルギー伝達が可能となり、効率の良い粉碎ができると推測された。したがって、アルケミはボールの動きが活発になることから、処理時間の大幅な短縮が可能であると考えられた。

アルケミの粉碎室は、攪拌棒に丸鋼のアジテータ

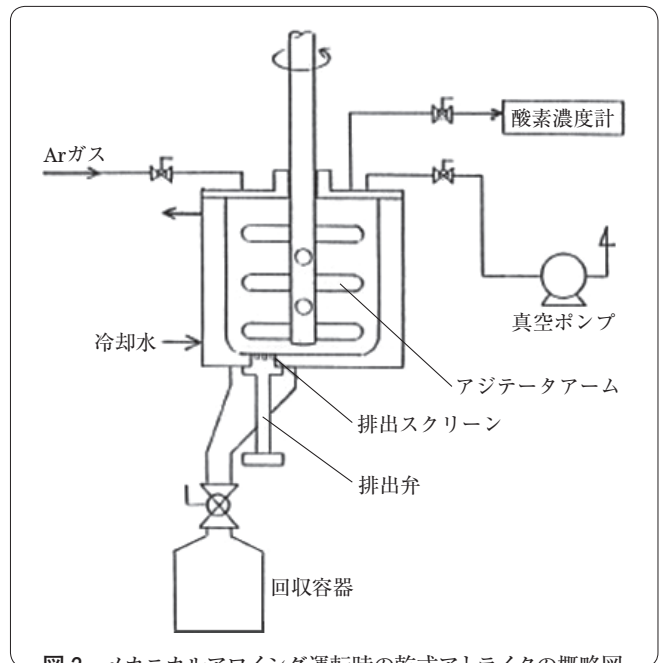


図2 メカニカルアロイング運転時の乾式アトライタの概略図

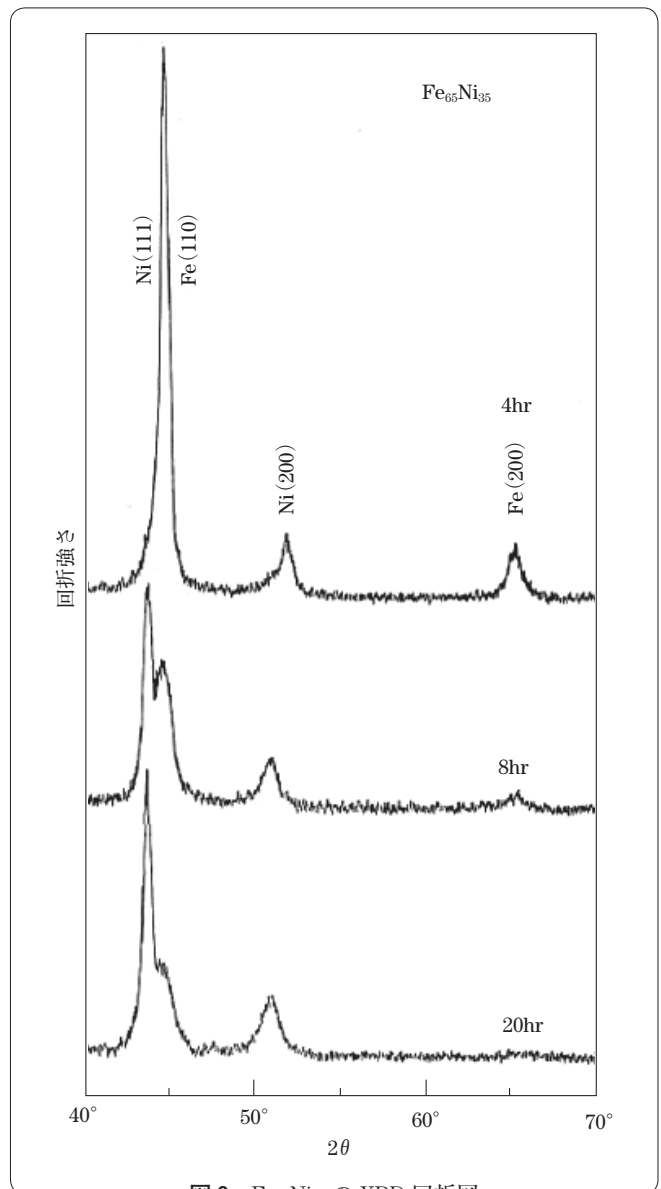


図3 Fe₆₅Ni₃₅のXRD回折図

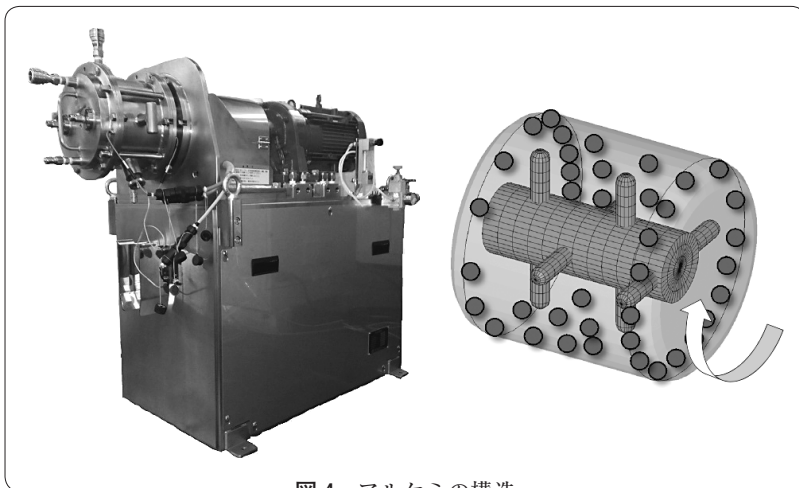


図4 アルケミの構造

アームが直角に組み込まれている構造である。効率的にボールおよび処理物が動き、さらには、ボールがアジテータアームとタンク壁面の間に噛みこまないよう、使用するボール径に応じてアームの長さを調整するように設計されている。アルケミは粉碎室内に処理物が強固に付着することがあったが、最近では処理物の付着防止対策用のアジテータアームも開発し、それらの課題を解決できるようになった。アトライタと同様で、処理物の排出はタンク下部のスクリーンでボールと分離して回収する。さらに、タンクは水冷ジャケット付きで粉碎時に発生する熱を下げるができる。また、密閉構造のため不活性雰囲気での処理や減圧処理も行うことができる。

テスト機のラインナップとしては、タンク容量0.5Lの01型、5Lの1型および150Lの30型があり、ラボ機から生産機まで対応可能である。最近では、MAなどの長時間処理の際に、無人状態で運転ができるよう安全対策を講じたアルケミを開発した。金属粉は微粉になると表面積が増えるため、酸素と接触しやすくなり燃えやすくなる。さらに、MA等の処理では、長時間（10～20時間程度）の運転時間を要す。そのため、効率的な生産のために夜間などにも無人状態で機械を24時間連続で稼働できることが望ましい。安全かつ効率的に処理できるように、処理物の燃焼が起きた際や何らかの異常が生じた際にすぐ各署に連絡が届く通報装置、さらに、処理物が燃焼した際に粉碎室外へ広がらず粉碎室内で窒息消火できるシステムを確立した。

4. 金属粉の粉碎処理について

運転条件（タンク容量、回転速度、ボール充填率、投入原料量等）を全て同じにして、アルケミとアトライタで2種の金属粉の粉碎傾向を比較した。金属粉は扁平化を介して微細化するものもあるが、今回用いた金属粉は扁平化はせずに微細化していくものである。図5には粉碎処理時間にもなう平均粒子径（ d_{50} ）の推移を示した。どちらの金属粉においてもアルケミはアトライタと比較して粉碎スピードが約3

倍良好で、アルケミの粉碎能力の高さが確認できた。金属粉の比重が重かったため、アトライタでは粉碎室下部に処理物が偏りやすく、粉碎エネルギーが不均一なため粉碎時間が長くなったと考えられた。アルケミはアトライタと比較してボールと金属粒子の動きが均一で、粉碎エネルギーが有効に利用できていると推測された。

5. 金属負極材のメカニカルグライディング処理について

近年、アルケミを用いたメカニカルグライディング（以下、MG）処理が増えている。MGとは、1種類の金属やあらかじめ合金化された粉末を機械的に混ぜ合わせる操作である。ここでは、金属負極材料を対象としたアルケミのMG処理を紹介する。原料

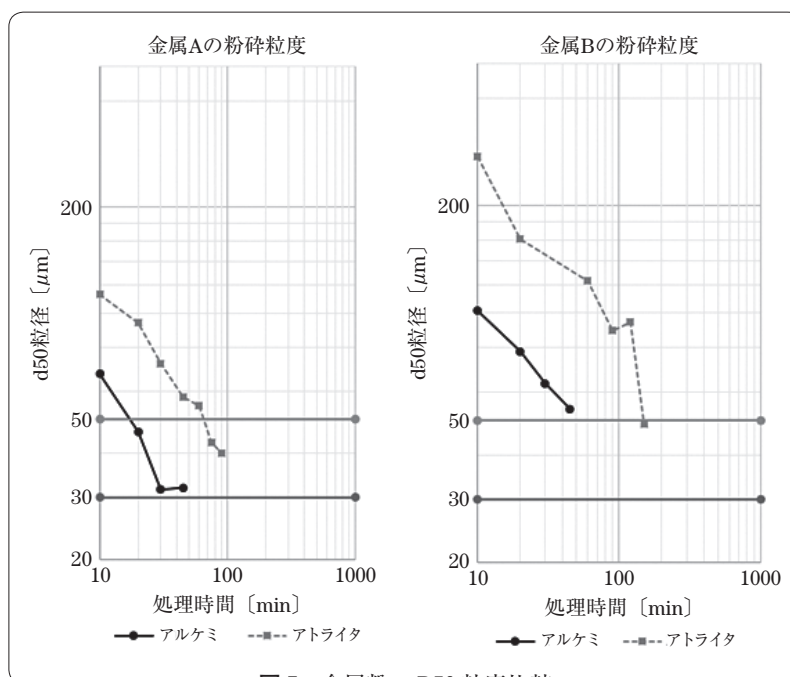


図5 金属粉のD50粒度比較

は、金属負極材料の中でもシリコン系負極材料に着目した。シリコン系材料の粒子を構成する結晶子サイズを微細化することは、サイクル特性の改善、電子伝導性向上および結晶子の割れ抑制につながるため性能が向上する⁷⁾。原料配合を変えずとも運転条件だけで、処理能力アップおよび処理物の粉碎室への付着問題をクリアできないか模索した。粉碎室内は Ar ガスでバージを行い、冷却水で粉碎室を冷却しながら運転を実施した。材料の結晶構造は XRD を用いて確認した。処理が進むにつれ結晶子サイズが小さくなるので、シリコンピークの半値幅の広がりと比較した。

5-1. 回転速度比較

回転速度を標準の 300min^{-1} と少し早めた 400min^{-1} とで運転を実施した。回転速度 300min^{-1} では処理物の付着はほとんど見られなかったが、回転速度 400min^{-1} では図 6 のような処理物の付着が粉碎室内で見られた。この付着物は強固に付着しており、簡単に取り除けないほどであった。 400min^{-1} の処理量あたりの積算動力は 300min^{-1} と比較して約 2 倍高くなった。また、処理時間に伴う半値幅の推移はほぼ同等であった (図 7)。これらから、MG の処理では単純に動力を与えるだけでは処理能力は向上しないことが分かった。さらに、 400min^{-1} では早い段階で鉄系ピークが同定され、回転速度アップに伴う動力上昇によって、アジテータアームおよびボールの摩耗粉と思われる鉄系コンタミネーションが確認された。

5-2. 原料仕込み量比較

MA や MG の処理は、強いエネルギーを与える目的で通常の粉碎処理より原料仕込み量を減らすことが多い。今回当社の標準仕込み量、2 倍量、5 倍量の 3 パターンで MG 処理を行った。XRD 回折結果によると、表 1 より、原料の仕込み量増加で目標半値幅までの到達時間は長くなったが、単位材料あたりの処理時間は短くなった。さらに、仕込み量あたりの積算動力はほぼ同等であった。したがって、アルケミでは仕込み量のある程度増やしても処理能力は向上する可能性がある。しかし、仕込み量を増加した材料では、原料由来のピークが一部最終排出品まで消失しないものがあつた。一部の結晶面がたたき切れず原料構造を維持していると思われた。



図 6 粉碎室に付着したシリコン系負極材の固着物

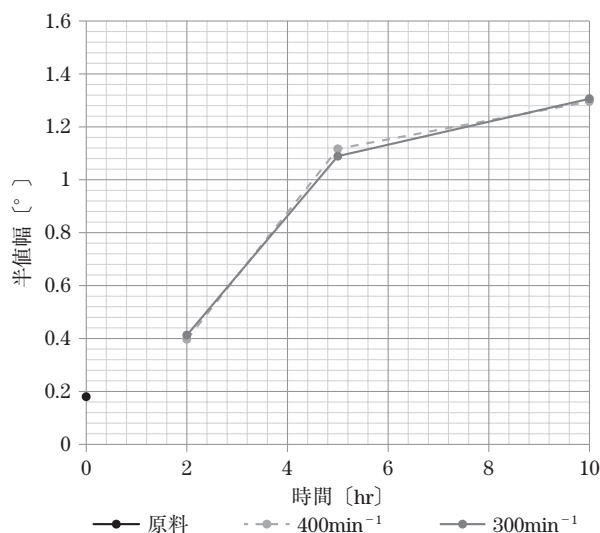


図 7 シリコン系負極材の MG 処理の半値幅推移 (回転数比較)

5-3. アジテータアームの回転方向を調整した運転について

アルケミでは、処理物付着防止対策としてアジテータアームの回転方向を通常の正回転に対し、逆の回転方向でも運転を実施し、正回転で生じた付着物を逆回転で取り除く運転を実施している。今回は、正回転で 15 分運転した後、逆回転で 15 分運転を実施した。正逆回転を組み合わせた運転では、粉碎室内の処理物の付着は見られず、正回転で生じた付着物を逆回転で取り除くことができた。また、目標半値

表 1 シリコン系負極材の MG 処理結果 (原料仕込み量比較)

原料仕込み量	通常	2 倍量	5 倍量
目標半値幅への到達時間 [hr]	3.98	6.41	10.35
処理量あたりの目標半値幅への到達時間 [hr/kg]	11.85	9.16	5.91
目標半値幅時の動力原単位 [kW・hr/kg]	15.84	16.64	17.08

幅への到達時間および処理量あたりの積算動力については、通常の正回転だけの運転と比較して、1.5～2倍程良好であった。また、粉碎室内に処理物の付着が生じると動力は上昇し、逆回転により付着が取り除かれることで動力は低下した。逆回転運転の動力の抑制に加え、正逆回転の組み合わせによって、ボールや処理物の動きが画一的にならず、MGの処理進行に良い影響を与えた。

6. おわりに

今回、攪拌型ボールミルのアルケミについて紹介した。アルケミはシンプルな構造ではあるが、アトライタの課題であった比重が重い材料の粉碎処理を解決した粉碎機である。DEMシミュレーションによって、粉碎室内の粉碎エネルギー分布も均一であることが分かり、処理時間の大幅な短縮が見込まれた。実際の運転においても処理時間の短縮や処理能力の向上が確認された。アルケミでは、運転条件やアジテータアームの開発などで処理物の付着防止や処理能力アップなどさまざまな課題をクリアしてき

たが、今後も引き続き改良・改善を進めていきたい。

粉碎機の使い方が多様化した今、粉碎だけでなくメカノケミカルを始めとしたMA、MGなど、さまざまな操作や分野にアルケミが対応できればと思う。

〈参考文献〉

- 1) 荒川正文ほか、最新粉体の材料設計、株式会社テクノシステム、pp.20-22 (1988)
- 2) 郡司進、石川修、粉体と工業、最新の媒体攪拌型ミル、37 (12)、pp.69-76 (2005)
- 3) 関根靖由、粉体の上手な取り扱い方とトラブルシューティング、R & D支援センター、p.131 (2019)
- 4) 中野要介、高エネルギーアトライタによるアモルファス合金の製造、第2回粉碎分科会、2、(1991)
- 5) J.S.Benjamin, Met.Trans, 1、(1970)
- 6) Sho Fukui et al, Effect of Agitator Shaft Direction on Grinding Performance in Media Stirred Mill: Investigation Using DEM Simulation. Materials Transactions, Vol. 59, No. 3 (2018), pp. 488-493
- 7) 長谷川正樹、山本輝明、美藤靖彦、リチウム二次電池用Ti-Si合金負極材料の検討、松下テクニカルジャーナル、52 (4)、(2006)

P&P Info.

ビック・ツール、ドリルによるステンレスの穴あけで革新的技術

ドリル研磨機や自動車整備用機器、塗装機器を研究開発するビック・ツール(本社・鳥取県日吉津村、新井高一社長)は1月28日都内でさまざまな用途に使用可能で、平成31年度には文部科学大臣表彰・科学技術賞(技術部門)を受賞した『月光ドリル』について解説。従来のドリルでは不可能な条件下でのステンレスの穴あけが可能であることや、今後の展望として整形外科の手技に特化したドリル、歯科インプラント用ドリルや、航空機に使用されるCFRP用など特殊ドリルの開発をすると述

べた。

『月光ドリル』は車両、架装、厨房、製缶、サッシ、建築、電気、板金などステンレスを扱う業種で主に使用されている。切削抵抗が小さく、変動が少ないため安定した切削が可能。また、穿孔時間大幅短縮や穿孔数の大幅増ができて、下穴は不要で無給油切削ができることから作業効率の大幅向上につながる。導入後はドリル使用量が5分の1になった事例も多数報告がある。さらに、平成29年度の経済産業省・地域中核企業創出支援事業において行った『30mm厚・

SUS304 ステンレス鋼板に対し、ドリル径10mmで200穴穿孔時の消費電力の比較実験』結果によると、従来のドリルに比べてステンレス穿孔時の電力消費量を30%削減できることが確認されている。

『月光ドリル』についての問い合わせは下記まで。

TEL : 0859-27-1231

FAX : 0859-27-2808

ビック・ツール HP

<http://www.bictool.com>



写真 月光ドリル