

•••• 粒子特性制御工学 ••••

新規連載講座

“粒子特性制御工学”を始めるにあたって

椿 淳一郎*
Jun-ichiro TSUBAKI

1. はじめに

粉体工学会も昨年35周年を迎えたがこの間着実に発展を遂げ、ここ10年の会員数で見ても3割強の増加である¹⁾。それにともない本誌に掲載される研究論文も増えているが、内容は時代を反映して超微粒子製造と固体表面評価に関する研究が増加している¹⁾。これまで粉体工学は、粉体を多量に操作・処理することに主眼を置いてきたが、これらの研究内容の変化は粉体工学に対する産業界のニーズが多様化していることを示している。これらの多様化したニーズに対して、粉体工学がそれなりに応えてきたことは、会員数の増加が物語るところである。しかし一方では、ニーズの強さに比べたらまだ不十分であるという意見も強くある²⁾。多様なニーズはおもに新素材開発に関連して生まれており、新素材に関連して仕事をしている方々は特にその感を強く抱いているようである。現在の粉体工学は大量の粉体を操作・処理するために体系付けられているので、材料の開発研究などに対しては粉体工学が使いにくいという意見も耳にする。

この新規連載講座は、このような状況を背景にこの度終了した粉体工学基礎講座の後を受け、材料おもに新素材開発・製造の観点から粉体工学を眺め直し、改めて体系化を試みたものである。

2. 粉体工学の中の特性制御

粉体の処理・操作においては、粉体は処理される対象であるため、技術的関心は処理装置・条件等の処理技術に向かい、個々の粒子に関する関心は2次的にな

る。たとえば分級を例にとると、分級の目的は粉体をなんらかの特性、ほとんどの場合は大きさ、をそろえることを目的とするが、この目的を達成するためには2つの方法が考えられる。一つは分級操作によって特性をそろえる方法、もう一つは粉体製造の段階で特性をそろえる方法である。粉体の処理・操作を中心とする粉体工学では、粒子個々の特性を制御して目的を達成しようという、後者の発想はでてきにくく。それに対して、材料開発・製造においては、できるだけ特性の優れた材料をつくることが第1の技術的関心となる。したがって先に上げた例でいえば、分級操作にこだわらず、粒子製造の段階で目的を達成してしまう。このように粉体の処理・操作においては、粉体は与えられたものであるのに対して、材料開発・製造においては積極的に働きかけることにより、粒子そのものの特性を制御し目的にあったものにしてしまおうとする。

このように材料の開発・製造においては、粒子特性の制御が重要であるが、粒子の特性が現在の粉体工学の中でどのように位置づけられ取り扱われているか、表1に粉体工学便覧の目次から章見出しを拾い、検討してみる。

第Ⅰ編、第Ⅱ編の見出しから明らかのように、粒子および粉粒体の特性が評価の対象として大きく位置づけられている。評価項目をもう少し詳しく見てみると、粒子は幾何学的特性、粉粒体は物理的特性が多く、化学的特性は第Ⅲ編の粉体現象の中で扱われており、化学的および物理化学的特性に関する位置づけが弱く、十分に展開されていないようである。第Ⅳ編、第Ⅴ編が実際の粉体操作であるが、粒子および粉体の特性制御に関する操作を拾ってみると、表中に実線でアンダーラインを施した、表面改質、反応による生成、粉碎、乾燥、造粒、混合、晶析、混練・捏和、成形、焼成がある。結果として特性制御につながる分級、沈降分離、

平成3年12月11日受付

*(財)ファインセラミックスセンター
(〒456名古屋市熱田区六野2-4-1) TEL 052-871-3500

表 1 粉体工学便覧目次

I 粒子特性とその測定法

粒子径、粒子径分布、平均粒子径、粒度測定法、粒子密度、粒子形状、1個粒子の付着力、粒子のかたさ、粒子の表面物性

II 粉粒体特性とその測定法

粉体力学、充填特性、摩擦特性、付着・凝集、粒子成形体の強度、流動性、透過特性、吸着特性、比表面積、水分、温潤粒子層、スラリ粘度、伝熱特性、電気特性、磁気特性、振動特性、音響特性

III 粉体諸現象

拡散、光学的現像、静電現像、凝集、衝突、反発、粒子の沈降と浮遊、剪断速度場における粒子の運動、移動・飛散、燃焼・蒸発、粉塵と粉塵爆発、偏析、架橋、焼結、溶解、メカノケミカル現象

IV 粉体の調製

テストエアロゾルの発生、分散、荷電、中和、粉体サンプリング、表面改質、反応による生成、標準粉体

V 粉粒体を扱う単位操作

粉碎、分級、集塵、貯槽、供給輸送、乾燥、造粒、混合、晶析、汎過、沈降分離、混練・捏和、圧搾、成形、焼成、粉体の反応装置、燃焼炉、浮遊選鉱、磁気分離、静電分離、包装

VI 粉粒体プロセスのオンライン計測(略)

VII 粉粒体プロセスの実際(略)

浮遊選鉱、磁気分離、静電分離(破線でアンダーライン)も含まれてあり、全29章のうち半数以上の15章が特性制御に関する操作であり、その意味では現在の粉体工学の中でも特性の制御は重要な位置を占めていることがわかる。しかこれらの操作は、供給、輸送といったハンドリング操作と区別されておらず、特性制御操作もハンドリング操作技術の中に位置づけられていると言える。I、II編で幾何学的、物理的特性が多く取り上げられているのは、ハンドリング操作が現在の粉体技術の主流を占めていることに起因していると思われる。

以上のように、現在の粉体工学の中においても、粒子および粉粒体の特性は重要な位置を占めているが、特性項目は粉体処理操作に関する物理的特性が主で、扱いも身近であることがわかる。

3. 特性制御に対するニーズ

具体的な粉粒体プロセスの中で、特性制御に対するニーズを見てみるため、図1、2、3に粉体工学便覧の第VII編に掲載されている小麦粉製造、セメント製造、構造用セラミック製造の各工程を示した。

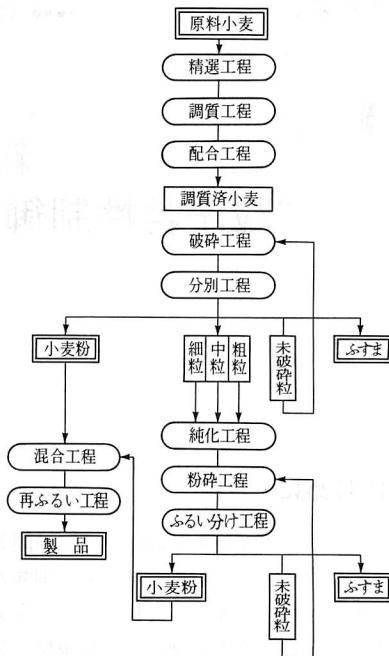
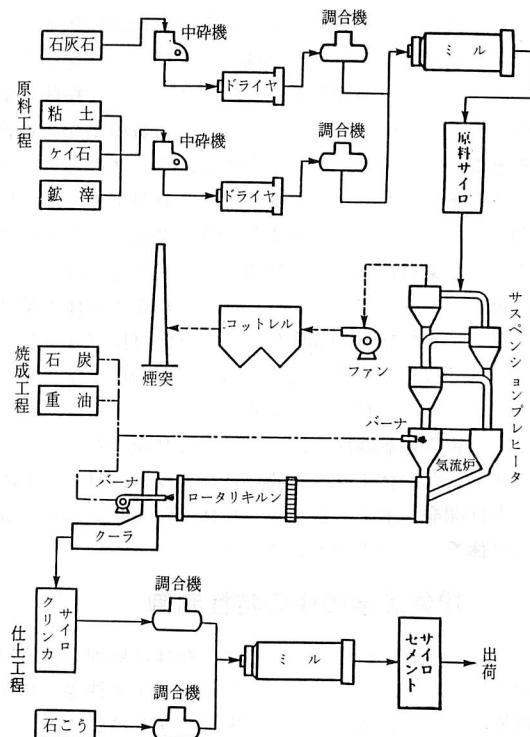


図1 小麦粉製造工程フローシート



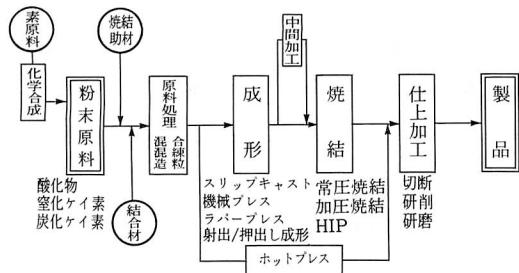


図3 構造用セラミックスの製造工程(粉末焼結法)

経て製粉される。また各工程間は空気輸送で結ばれ、粉体工学便覧第V編に記載されている単位操作によって工程は完結している。またセメントの製造工程も、図2に示すように、混合、粉碎、貯槽、焼成、分級などの単位操作によって完結している。一方セラミックス製造工程にも、図3に示すように混合、造粒、成形、焼成などの単位操作が含まれているが、セラミックス製造における混合はボールミル、媒体攪拌ミルなどの粉碎機によって湿式で行われるのがほとんどである。ファインセラミックスの場合のように、ミクロン、サブミクロン粒子をppmオーダーで混合する技術は、粉体工学便覧ではまったく扱われていない。

小麦粉とセメントの製造工程は、粉体工学便覧に記載されている単位操作によって完結されているのに対して、セラミックスの製造においては、それ以外の技術が多く使われている。しかし、セメントもファインセラミックスとともに工業材料であり、成形工程を除けば原料を混合して焼成するという基体的工程は同じである。にもかかわらず両者の製造技術が、かくも大きく違うのはなぜなのか。それはファインセラミックスがセメントに比べて、いろいろな意味で「ファイン」であることに起因している。まず粒子の大きさでは、セメントが数ミクロンであるのに対してファインセラミックスではサブミクロンである。純度はセメントは%オーダーであり、ファインセラミックスはppmオーダーである。組成比もまた、セメントは%オーダーであるのに対して、ファインセラミックスではppmオーダーで制御される。このようにファインセラミックスは、セメントに比べるとけた違いに「ファイン」であることが要求されている。両者の基本的製造工程は同じにもかかわらず、そこに用いられている技術が異なるのは、ミクロン・%の技術だけではサブミクロン・ppmの世界をカバーしきれず、異なる技術によって目的を達成しているためである。

その具体的な例として混合操作を考えてみる。化学工学便覧³⁾によると粉体混合は、「主として常温で粉体

の状態にある2種または複数種の固体をそのまま混合し、組成について一様均質な状態を得る操作」と定義されている。この定義と新素材の分野において利用されている混合技術の比較をしてみる。

(1) 混合対象物の大きさ、特性

粉体混合では、「粉体の状態にある固体」であるので、小さくても μm オーダー、一般には数十 μm からmmオーダーの粒子が対象となるが、新素材の分野においては、原子・分子レベルから μm オーダーまでが混合の対象となる。また粉体混合においては、一部粒子の局所的な遍在を避けるために、混合する粉体の、粒子径、密度、摩擦係数など特性値の違いを20%程度に抑えなければならない⁴⁾が、新素材の分野においては、後に触れるような技術により、特性の異なるもの同士の混合も積極的に行われている。

(2) 混合目的

定義によれば「組成について一様均質な状態を得る」というのが、粉体混合の目的であり、混合状態はランダムさによって評価される。すなわち粉体混合の目的は、複数の組成の粒子をランダムに並べ変えることといえる。それに対して新素材分野においては、ランダムな一様均質状態の実現も重要な目的であるが、各組成粒子をある規則にしたがって並べること、すなわち「制御された均質性」の実現、も大きな目的となる。たとえばマイクロカプセルは、1個の粒子でみると表面と内部に組成が遍在し不均質な状態になっているが、マイクロカプセルの集合体で見ると一様均質な状態になっている。「制御された均質性」の実現は、複合材料開発の重要な要素技術となっている。さらに、傾斜機能材料においては「制御された均質性」より一步進んで、「制御された不均質性」が重要になってきている。

(3) 混合技術

粉体混合においては、乾燥状態で、攪拌、回転、振動などにより粉体に外力を作用させ、粒子の相対的位置関係を変えることにより、「粉体の状態にある固体をそのまま混合」するが、新素材の分野においては、表2に示すように超微粉・薄膜製造、表面改質、コーティング、マイクロカプセル、ヘテロ凝集など、従来混合とは別の範疇に分類されていた技術が、広く利用されている。

このように新素材の分野で利用されている技術は、混合という概念では包括しきれず、粒子、バルク体を問わず組成および組織の制御という概念ではじめて包括することができる。

新素材の分野では、より高度な機能を発現させるた

表2 組織制御技術

	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}	10^0	10^1	$10^2 \mu\text{m}$
分子イオン	分子線エピタキシー イオンプラント	クラスター	超微粒子		微粒子		粉体
	CVD PVD				粉体混合 マイクロカプセル コーティング		
	共沈法 ゾル・ゲル法 噴霧熱分解法			ヘテロ凝集 ボールミリング 規則混合			

めに、純度や粒子径のみならず粒子径分布、形状、表面特性、結晶相などが制御された原料粉体が要求され てきている。さらに現在の材料開発の流れは、材料自身にセンサー機能やアクチュエータ機能、修復機能をもつた、いわゆる材料のインテリジェント化である。モノリシック材料では、このように様々な機能を発現することは不可能で、複合材料、融合材料、傾斜機能材料などによって初めて可能となる。このような材料の原料特性はより高度に制御されている必要があるばかりでなく、「制御された均質性」、「制御された不均質性」を実現するための、新規技術を含むより高度な技術が要求されている。

4. 連載講座「粒子特性制御工学」の提案

以上簡単に紹介したような新素材分野の技術動向に対応するため、粉体工学を粒子およびその集合体の制御という観点から、実際的立場にたって再整理することを試みる、新素材の定義は必ずしも明確ではないが、金属系新素材、高分子系新素材、セラミックス系新素材に分類されることが多い⁵⁾。ここで対象とする新素材は、出発原料から最終製品まで粒子状態であるセラミックス系新素材が中心となるが、他の新素材でも粒子が関与しているものであれば、積極的に取り上げていく予定である。

講座は、粒子個々の制御に関する第Ⅰ編と粒子集合体の制御に関する第Ⅱ編からなり、全体で16回の連載を予定している。以下に講座の章立てを示す。()の数字は予定連載回数を示す。

I. 最近の微粒子製造技術

1. 微粒子製造法

- 1.1 気相、液相、固相からの合成 (2)
 - 1.1.1 液相からの合成
 - 1.1.2 気相、固相からの合成

1.2 粉碎 (1)

2. 大きさの制御

- 2.1 気相、液相、固相からの合成 (2)
- 2.2 粉碎、分級 (1)
- 3. 形の制御 (1)
- 4. 均質化、複合化
 - 4.1 均質化 (1)
 - 4.2 複合化 (2)
 - 4.2.1 粒子合成法の応用
 - 4.2.2 粉碎技術の応用

II. 最近の微粒子制御技術

1. 粒子集合状態の制御

- 1.1 凝集、分散 (1)
- 1.2 造粒、混練 (1)
- 2. 組成および組織の制御 (1)
- 3. 形状付与 (2)
- 4. 粒子集合体を固める技術

本講座を「粉体特性制御工学」ではなく、「粒子特性制御工学」としたのは以下の理由による。「粉体」は固体・液体・気体と同様に物質の存在状態を表す言葉として用いられることが多く、粒子集合体が「粉体」と称せられるのは、粉体という存在状態を積極的に利用して何かをしようという場合のようである。材料の開発・製造においても、粉体という存在状態は利用されているが、むしろ粒子そのものの特性が重要な意味を持っている。このような理由から、本講座名を「粒子特性制御工学」とした。

5. 粒子特性制御工学の内容予告

詳論の展開は担当執筆者にお願いすることになるが、新規連載講座についてより具体的なイメージを持っていただくために、各章をキーワード的に説明する。

第Ⅰ編「最近の微粒子製造技術」においては粒子個々の特性に着目し、おもに粒子製造段階において、そ

それぞれの特性がどのような技術によって、どこまで制御可能なのかが論じられる。

第1章「微粒子製造法」においては、第2章以降の特性制御に必要な微粒子製造技術の基礎が、網羅的に紹介される。液相からの合成法としては、共沈法、均一沈澱法、ゾル・ゲル法、水熱合成法など、気相からの合成法としては、物理的あるいは化学反応を利用した方法、固相からの合成法としては、アモルファス固相中からの微粒子生成などが取り上げられ、その原理、生成粒子の大きさ、特徴などが論じられる。また粉碎は、微粉碎メカニズム、超微粉碎の可能性、コンタミネーションなどを中心として論じられる。

第2章「大きさの制御」においては、第1章で取り上げた微粒子合成法によって、粒子径およびその分布の制御が、どの様な材料に対してどれだけの精度と規模で可能なのかが第1節で論じられる。第2節では、できるだけ小さい粒子を精度よく大量に分級するという観点から、粉碎と分級の組み合わせによる粒子径制御技術が紹介される。

第3章「形の制御」においては、第1章で取り上げた微粒子製造方法を中心として、トポタキシーなどの化学的方法も含め、粒子形の制御例が紹介される。特に真珠粒子の製造技術については、詳しく紹介される。また形状分離技術も紹介される。

第4章「均質化、複合化」においては、超電導材料に代表されるような複合酸化物を中心として、粒子個々の化学的組成を均質化する技術、その特徴、適用範囲などが第1節で論じられる。第2節では、マイクロカプセルに代表されるような粒子の複合化技術が、粒子合成法の応用技術と粉碎技術の応用技術に分けて紹介され、それぞれの特徴、適用範囲などが論じられる。

第I編においては粒子個々の特性制御が論じられた

のに対し、第II編「最近の微粒子制御技術」においては、原料粒子から製品にいたる過程での、粒子集合体の状態および特性の制御について論じられる。

第1章「粒子集合状態の制御」においては、形状付与技術(成形技術)の前段階として原料粒子の調製技術が取り上げられ、第1節においては、液相中で粒子の凝集もしくは分散状態を制御する技術が論じられる。また粒子の凝集・分散メカニズムおよび評価法についても言及される。第2節においては、各種造粒・混練技術が紹介され、それぞれの特徴、適用範囲などが論じられる。

第2章「組成および組織の制御」では、複合材料、傾斜機能材料を念頭において、組成および組織の複合化・傾斜化技術が紹介され、それぞれの特徴、適用範囲などが論じられる。

第3章「形状付与」においては、1次元の線材、2次元の薄膜、プレート、3次元の複雑形状付与技術である、金型プレス、CIP、鋳込み、射出、押だし成形技術などが紹介され、それぞれの特徴、適用範囲などが論じられる。

第4章「粒子集合体を固める技術」においては、ガス圧焼結、ホットプレス、HIP、自己燃焼焼結、マイクロ波焼結などの焼結技術を中心に、それぞれの技術の特徴、適用範囲などが論じられる。

6. おわりに

本企画は、高橋順一先生(当時名工大、現北大)、高橋実先生(名工大)、神谷秀博先生(名大)と、編集委員各位とのディスカッションによって練られたものであり、記して諸先生に謝意を表する。

今回の企画は一つの試みであり、会員各位の忌憚のないご意見ご批判を期待する。

文 献

- 1) 佐藤宗武：粉体工学会誌, 29, 59(1992)
- 2) 座談会：粉体工学会誌, 29, 49(1992)
- 3) 化学工学協会編：化学工学便覧、改訂5版、p.857、丸善、(1986)
- 4) 矢野ら：混合混練技術、日刊工業新聞社(1980)
- 5) 日本工業標準調査会新素材標準化特別委員会：新素材標準化に関する建議(1988)