

粉碎メディア

(～現在)

粉碎メディアはセラミックやその他粉体の粉碎・分散に使用されており、粉体材質などによってアルミナやジルコニアなどのメディアが広く使用されている。

近年、積層セラミックコンデンサ等に代表される先端材料に用いる粉体は、高度な組成制御と微細でかつシャープな粒度分布が求められ、高効率粉碎・分散が可能な媒体攪拌ミル^{注1)}が採用されている。このタイプのミルは高速でメディアを攪拌するため、使用するメディアは高い機械的特性と優れた摩耗特性を有することが必要不可欠となっている。Y-TZPメディアはこれらの特性を十分満足することから、積層セラミックコンデンサの原料粉体処理用として採用されている。

1. 製品適用分野

・セラミックス及び先端材料粉体の粉碎・分散

2. 適用分野の背景

古くから陶磁器などの原料はボールミルにより粉碎されている。ボールミルに用いる粉碎メディアとしては乾式、湿式を問わず、比較的サイズの大きいアルミナ製メディアが主として用いられている。近年では様々な材料の粉碎が行われるようになり、各種材料及び用途に適した材質及びサイズのメディアが使用されるようになってきている。

一方、積層セラミックコンデンサをはじめとする高機能先端材料は急速な小型化、高性能化が進んでいる。これらの材料に用いられる原料粉体は高純度で微細かつシャープな粒子径分布を有することが求められる。このような特性を有する原料粉体を処理するには、従来のボールミルでは全く対応できないため、高効率粉碎・分散可能な媒体攪拌ミルが採用されるようになった。このタイプのミルは小さいサイズのメディアを高速で攪拌することで高効率の粉碎・分散を可能にしているが、その反面、メディアやミル内張材に高負荷がかかる。メディアの耐衝撃性が低い場合には粉碎・分散中に割れや欠けが発生し、トラブルを招く原因となる危険性がある。また、耐摩耗性が低いと摩耗粉が多く発生し、有害不純物として被処理粉体中に混入する原因となる。そのため、高機能先端材料の粉体処理には、耐衝撃性及び耐摩耗性に優れたメディアが必要不可欠となっている。

3. 製品の特徴

種々の材質のメディアが使用されているが、同一条件で粉碎した場合の粉碎粉体粒度及びメディアの摩耗特性はメディア材質によって大きく異なる。図1に各材質のメディアを用いて同一条件でBaTiO₃粉体を粉

砕した場合の粉碎後の粉体比表面積とメディア摩耗率を示す。粉碎効率(粉碎後の粉体の比表面積)はメディア密度に比例するが、摩耗率はメディア材質によって異なる。メディアとしては粉碎効率が高く、耐摩耗性にすぐれていることが求められ、これらの点からY-TZP(イットリア安定化ジルコニア)メディアは高機能先端材料の粉体処理用として最適であり、BaTiO₃粉体処理用メディアとしてデファクトスタンダードとして位置づけられている(図2)。また、Y-TZPメディアでもメディアサイズが異なると粉碎効率は異なる。図3に各サイズのY-TZPメディアを用いて同一条件で粉碎したBaTiO₃粉体の平均粒子径と粉碎時間との関

見学可能：
JFCC 展示室
愛知県名古屋
<http://www.jfcc.or.jp/index.html>

Key-words：粉碎・分散、Y-TZP、粉碎効率、耐摩耗性

注1 ボール、ペブル、ビーズなどの粉碎媒体を充填したミルを攪拌棒、回転ディスクなどによって攪拌し、媒体に運動を与えて粉碎・分散を行うもの。

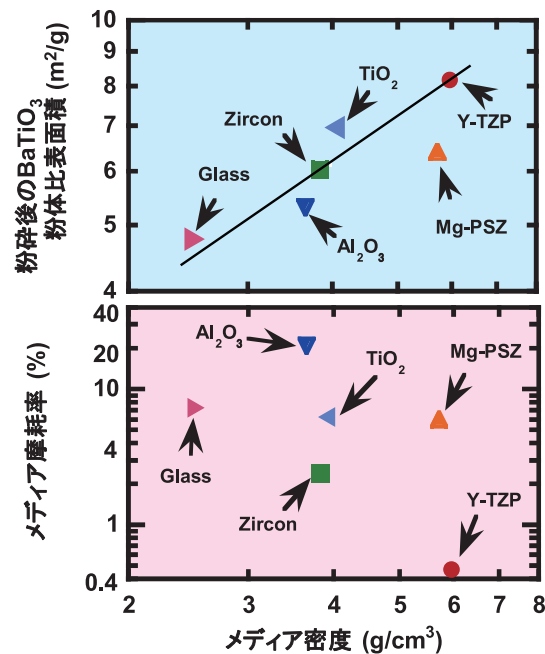


図1 同条件で粉碎したBaTiO₃粉体の比表面積及び各メディア摩耗率

メディア密度が高いほど高い粉碎効率を示し、メディア摩耗率はメディア密度に依存せずメディア材質によって異なる。



図2 T-TZP（イットリア安定化ジルコニア）製メディア写真
φ 0.1mm 未満のメディアも開発されている。

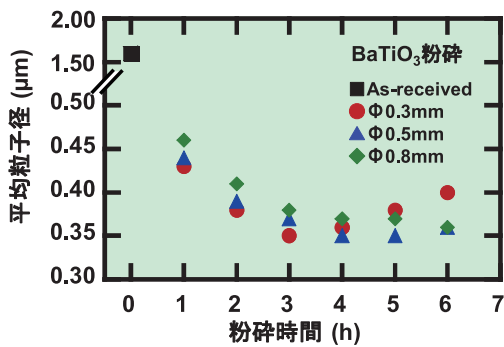


図3 各メディアサイズにおける BaTiO₃ 粉砕粉体
粒子径と粉砕時間の関係

メディアサイズが小さい方が短時間粉砕で到達粒子径を小さくすることができる。そのため、メディアからの摩耗粉量を最小限にでき、被処理粉体中の不純物量を低減できる。

係を示すが、メディアサイズが小さいほど短時間粉砕で到達粒度を小さくすることができる。従って、使用する原料粉体粒度及び目標粒度に応じてメディアサイズを最適化することで高効率の処理が可能となる。また、処理時間を短くすることができるため、摩耗粉の被処理粉体への混入量を最小限に抑えることが可能となる。高機能先端材料に用いられるメディアは、高い機械的特性以外に必要不可欠な特性として、1) シャープなメディアサイズ分布、2) 真球に近い形状、3) 滑

らかな表面状態、4) メディア表面及び内部に含有する欠陥が少ないことも重要視され、これらの特性を満足することで粒度を高精度に制御した粉体処理を可能にする。

Y-TZP メディアが全ての材料に適用できるのでなく、材料及び用途に応じた材質のメディアが採用される。現在では、純度の異なるアルミナメディアだけでなく、窒化珪素メディアも非酸化物粉体の処理に使用されている(表1、2)。

表1 各材質のメディア特性

材 質 組 成	アルミナ			ジルコニア	窒化珪素
	93% Al ₂ O ₃	99.5% Al ₂ O ₃	99.9% Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	92% Si ₃ N ₄
かさ密度 (g/cm ³)	3.7	3.8	3.9	6.0	3.2
HV10	1200	1500	1800	1250	1400
破壊靱性 (MPa・m ^{1/2})	3.5	4.0	3.5	6.0	6.0
SiO ₂ 粉砕	A	B	S	S	A
Al ₂ O ₃ 粉砕	S	A	S	A	A
BaTiO ₃ 粉砕	B	B	S	S	S

S:非常にすぐれる A:すぐれる B:良い

表2 各材質のメディアの用途例

	アルミナ	ジルコニア	窒化珪素
陶磁器、タイル、衛生陶器など	◎		
電子部品材料	○	◎	○
ガラス、釉薬、顔料	◎		
蛍光体、電池用電極材料		◎	
顔料、ペイント	○	◎	
医薬、農業、食品		◎	
研磨微粉、CMP用砥粒		◎	
ファインセラミックス原料		◎	○
非酸化物原料			◎
その他高機能材料		○	○

4. 製法

製造プロセスの概略を図4に示す。原料を所定の組成になるように配合し、湿式で粉碎・粒度調整をして成形に用いる。Y-TZPは Y_2O_3 の均一分散及び微粉体とするため、加水分解法や中和法等の液相法で作製される粉体を用いる。成形方法は主として成形するメディアサイズに応じてラバープレス成形もしくは転動造粒成形法^{注2)}を用いて成形し、焼成する。焼成は同じメディア材質でもメディアの使用目的に応じて適宜温度等の条件を決定するが¹⁾、一般的には湿式で用いる場合は結晶粒径を小さく耐摩耗性を向上するように設定し、乾式で用いる場合はメディア同士の衝撃によるチッピングの発生を抑制するため結晶粒径を湿式で用いる場合に比べて大きく設定する。焼成したメディアは初期摩耗を除去するため仕上げを行い、製品とする。

5. 将来展望

高機能先端材料には液相等のケミカルプロセスで製造されたナノレベルの一次粒子径からなる粉体の使用が増加しており、今後は粉体を微粉碎するのではなく、ナノレベルの一次粒子が凝集した粉体を解砕する分散が主となる。そのため、使用されるメディアサイズも粉体粒度の応じて益々小さくなる傾向にあり、現在では ϕ 0.1mm未満の微小メディアも開発されており、今後微小メディアのニーズが増加すると推測される。

注2 粉体に回転や振動を与えながら水を噴霧して、粉体の凝集現象を利用して球状顆粒の造粒物を成長させる成形方法。

〔連絡先〕 大西 宏司
(株)ニッカトー 研究開発部
〒590-0001 大阪府堺市堺区遠里小野町 3-2-24

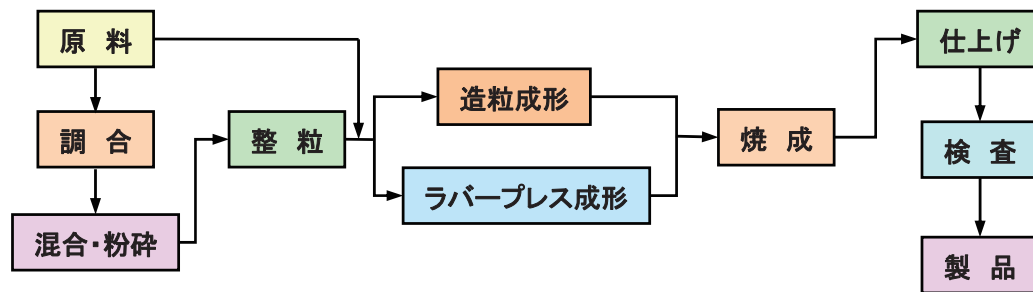


図4 粉碎メディアの製造プロセス

原料を所定の組成になるように配合し、湿式で粉碎・整粒してメディアサイズに応じて造粒成形もしくはラバープレス成形する。成形体は焼成し、初期摩耗を除去するため仕上げを行い、製品とする。