

ジェットミルによる複合化に関する研究

Experimental Study of Composites by JET MILL

板倉克仁*

Katsuhito Itakura

最近の塗料開発においては、環境調和・製造プロセスの簡略化による省エネルギーが求められてきている。水性塗料は環境に優しく安全な塗料として近年広く使われる様になっているが、製造プロセスが複雑であり、プロセスの簡略化の必要がある。そこで水性塗料の製造プロセスの簡略化を目的として、当社ジェットミルを用いて、樹脂と酸化チタンの複合化に関する研究を行った。

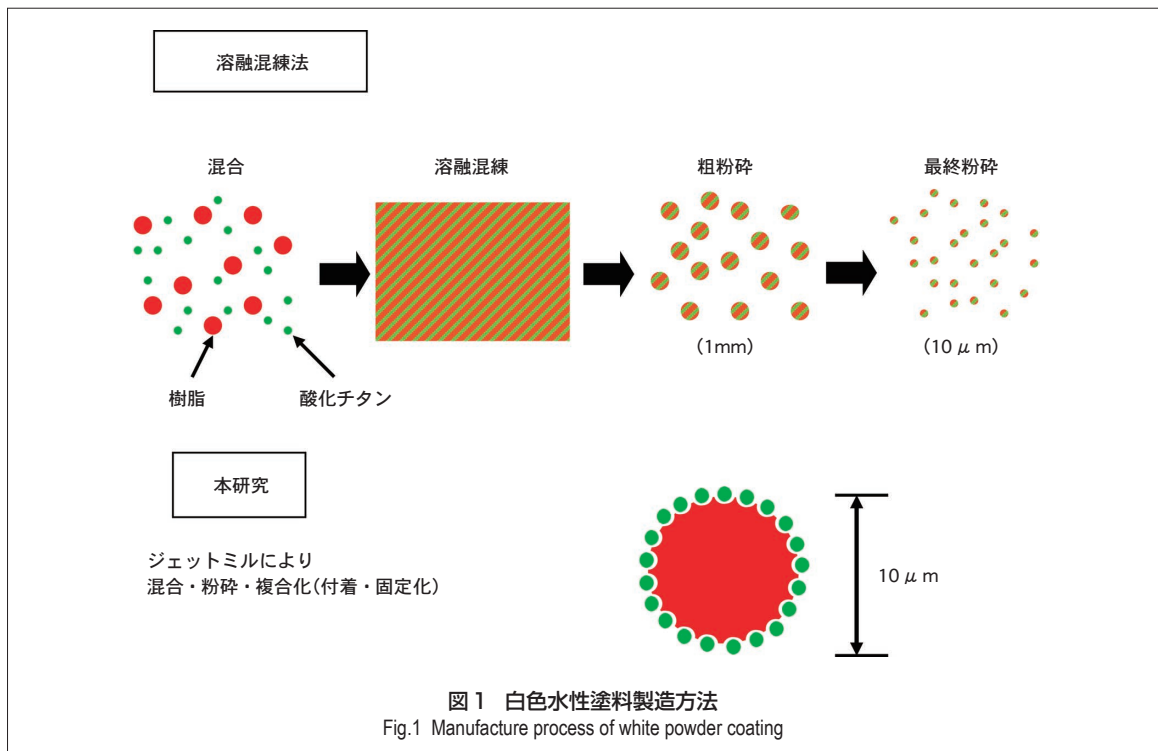
Recently in paint development, it has become important to reduce energy, protect the environment and simplify production processes. Though water base paints come into use widely as a safe eco-friendly paint, it is necessary to simplify the production process. Authors researched a composite particle composed of resin and titanium oxide for the purpose of simplifying water base paint production using a JET MILL.

1. はじめに

最近の技術革新の中で、粉体の物性や単一操作の重要性はますます高まっている。特にめざましい発展を続けている電子・機械産業、新エネルギーや生物化学の先端技術の分野において、ニューセラミックス、金属類粉末材料、触媒、薬品などの各種新素材を含む多くの物質が粉体として取り扱われており、その微粒子化、活性化、球形化、均一化など粉体特性に対する要求は次第に厳しくなりつつある。中でも、粉体個々の粒子の表面特性をコントロールする表面改質は極めて重要であり、この性質変化を活用して新素材の開発がなされている。

本研究の対象である白色水性塗料は、従来、熔融混練法にて製造されている。熱可塑性樹脂と酸化チタンを混合、熔融混練、粗粉碎、微粉碎と数多くの工程を通り、熱可塑性樹脂に酸化チタンが分散した約 $10\mu\text{m}$ の複合化微粒子が製造される。この白色水性塗料は塗膜にした際、酸化チタンが均一に表面に分散している場合に、良好な白色度および光沢が得られることが知られている。

本研究では、粒子径の異なる粒子を乾式系混合した際に小粒子が核粒子表面に付着することに注目し、ジェットミルを用いて、熱可塑性樹脂の粉碎および表面への酸化チタン粒子の付着、固定化を同時に行う事で製造プロセスを簡略化することを目的とした。ジェットミルでは



* 機械事業部 粉体システム部

ジェット気流による混合、粉碎が同時に可能であり、粉体表面に大きなエネルギーを与えることが出来るので短時間での複合化が期待できる。

2. 粉体試料

粉体試料として白色水性塗料の基本粉体である熱可塑性樹脂と酸化チタンを採用した。図2、図3に熱可塑性樹脂と酸化チタンの粒度分布を示す。核粒子となる熱可塑性樹脂は平均径が約 $35\mu\text{m}$ 、子粒子となる酸化チタンは約 $0.45\mu\text{m}$ である。

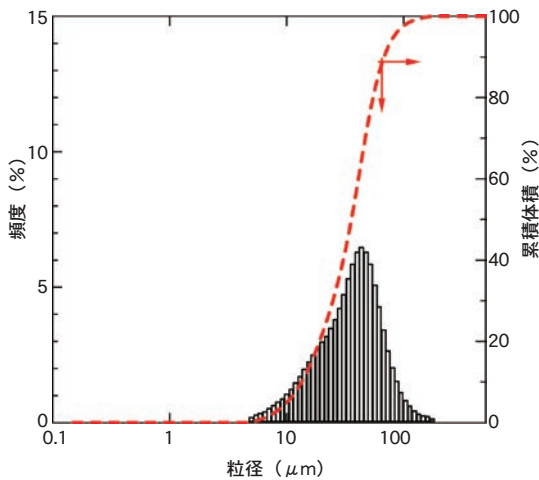


図2 熱可塑性樹脂の粒度分布
Fig.2 Size distribution of thermoplastic resin

3. 装置および実験方法

図4に複合化装置の概略を示す。原料は、フィーダから粉碎室に連続定量供給される。粉碎室には、あらかじめ粉体原料があるレベルまで貯留されており、粉碎ノズルからの圧縮空気により、粉体充填層の上部は激しい渦流状を呈し、圧縮空気で加速された粒子相互の衝突、摩擦が繰り返される。また、粉碎室底部に設けた攪拌翼では粉体同士の均一混合ならびに粗大粒子が解砕される。

粉碎された原料は発生する上昇気流により、粉碎室上部に設けた分級機へ運ばれる。微粉は分級ロータ内部に

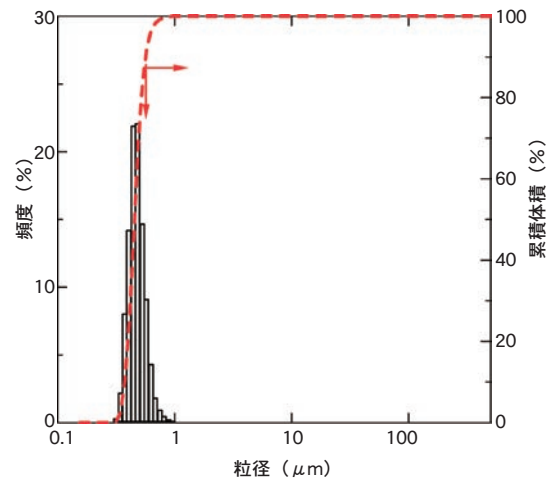


図3 酸化チタンの粒度分布
Fig.3 Size distribution of titanium oxide

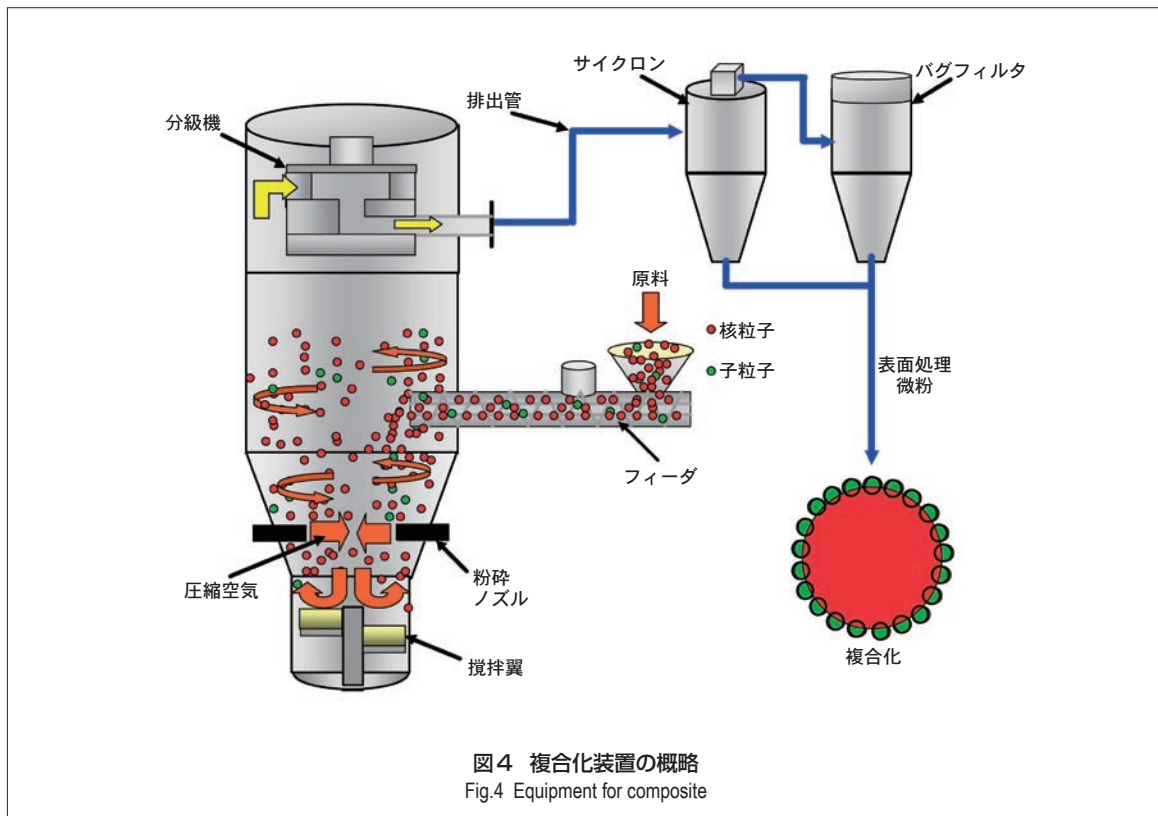
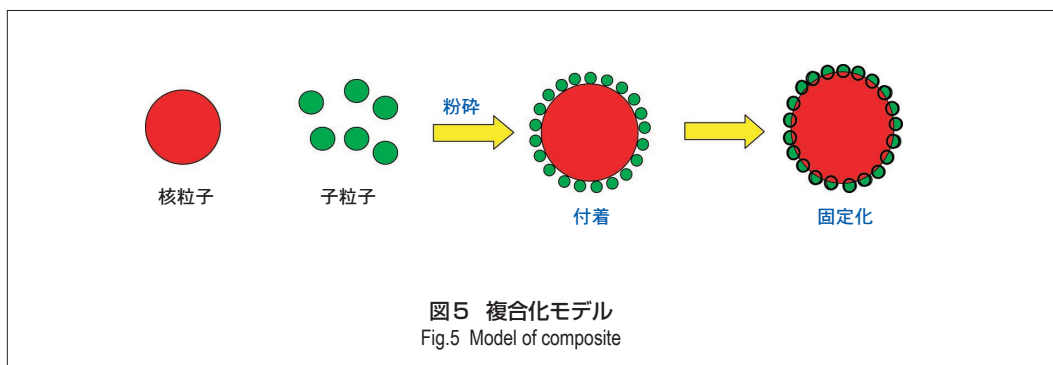


図4 複合化装置の概略
Fig.4 Equipment for composite



進み、排出管を通して捕集機（サイクロン、バグフィルタ）で回収される。粗粉は遠心力が大きいため分級室側壁へ押しやられ、壁に沿って下降し、再びジェット流中に巻き込まれ粉碎が促進される。本装置では粉碎・混合を短時間で同時に行うことが可能であり、また、直径数mmの粒子についても予備粉碎を行う必要がない。

酸化チタンと熱可塑性樹脂による白色水性塗料においては、酸化チタンを熱可塑性樹脂に付着させるだけではなく固定化する事が重要である。固定化は熱可塑性樹脂の融点（約60℃）を利用したもので、樹脂表面を熔融させ、そこに酸化チタンを埋め込むことで行う。なお、酸化チタンの融点は熱可塑性樹脂と比較してはるかに高い。図5に複合化のモデルを示す。固定化は粉碎ノズルより噴射される圧縮空気を加熱することで、樹脂の粉碎および酸化チタンの樹脂への固定化を同時に行う。

4. 結果および考察

4.1 樹脂の粉碎

本研究において、酸化チタンは平均径が約0.45 μm と微細であるが、核粒子である熱可塑性樹脂は平均径が約35 μm と大きいため、樹脂表面への酸化チタンの付着・固定化と同時に、核粒子を水性塗料の原料に適した平均径10 μm になるように粉碎する必要がある。そこで分級機回転速度を変化させて予備実験を行った。その結果、分級機回転速度 = 100s⁻¹で目標の粒子径が得られることが確認できた。図6に粉碎後の粒度分布を示すが非常にシャープであり、良好に粉碎が行われている事が分かる。

4.2 樹脂への酸化チタンの付着

まず樹脂表面への酸化チタン付着テストを行った。実験条件を表1に示す。核粒子と子粒子の比率は重量比で10:1とし、圧縮空気は常温にて粉碎した。サイクロンにて回収された粒子のSEM写真を図7に示す。樹脂の

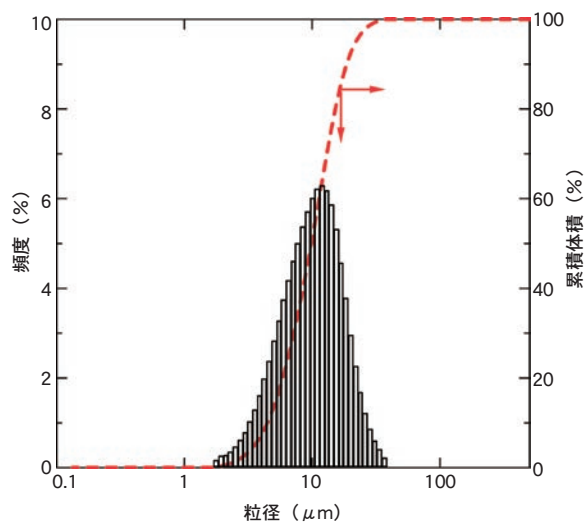


図6 粉碎した樹脂の粒度分布
Fig.6 Size distribution of ground resin

表面にはほぼ均一に酸化チタンが付着していることが確認できた。一般に、酸化チタンは粒子径が非常に小さいため、すぐに粉碎室から飛び出していくと考えられる。しかしながら、粉碎された直後の樹脂の表面は非常に活性化されており、さらには両者の電荷的な相性も良好であるため、酸化チタンが粉碎室から飛び出す前にきれいな単一層の付着が行われたと推察される。図8に粒度分布を示すが、酸化チタンの粒子径である1 μm 以下の部分にも多く粒子が存在している事が分かる。これは、粒度測定時に粒子を精製水に溶かすことで酸化チタンが分離してしまうためである。つまり、酸化チタンは樹脂表面に固定化されておらず、付着しているだけである事が分かる。

4.3 樹脂への酸化チタンの固定化

次にヒータにて樹脂の融点温度である約60℃に加熱した圧縮空気にて粉碎する事で、樹脂への酸化チタンの付着と同時に固定化を行った。実験条件の一例を表2に示す。より多くの酸化チタンを複合化させるために、核

粒子と子粒子の比率を重量比で10：2としてテストを行った場合にも良好な結果が得られた。得られた粒子のSEM写真を図9に示すが、常温による粉碎時よりも樹脂表面が滑らかであり、樹脂表面が溶融され、付着していた酸化チタンの一部分が樹脂内部へと入り込み、その後冷却されることで固定化していると考えられる。また、図10に粒度分布の測定結果を示すが、いずれの条件下においても酸化チタンの粒子径である1μm以下の部分に粒子は存在していなかった。したがって、粒度測定時に粒子を精製水に分散した際、酸化チタンは分離し

ておらず良好に固定化されていることが確認できた。

以上の結果から、粉碎用圧縮空気の温度を上げること、樹脂を粉碎しながら樹脂表面を溶融し、酸化チタンと付着、固定化できることを明確にした。さらに、溶融した樹脂同士の凝集も起こっていないことを確認している。

4.4 塗膜性の外観比較

今回の実験で得られた複合化粒子にて水性塗料を実際に試作し塗膜性の評価を行った。図11に外観写真を示

表1 テスト条件1
Table 1 Test condition 1

実績No.	T - 1
ノズル径×個数	[m]×[個] 1.75×10 ⁻² φ×3
ノズル元圧	[MPa] 0.59
分級機回転速度	[S ⁻¹] 100
粉碎時間	[S] 300
初期投入量	[g] 473
子/核 粒子比	[-] 43 / 430

表2 テスト条件2
Table 2 Test condition 2

実績No.	T - 2
ノズル径×個数	[m]×[個] 1.75×10 ⁻² φ×3
ノズル元圧	[MPa] 0.59
ヒータ出口温度	[℃] 64
ノズル噴射温度	[℃] 61
ジェットミル本体温度	[℃] 45
複合化時間	[S] 180
初期投入量	[g] 408
子/核 粒子比	[-] 68 / 340



図7 酸化チタンが付着した粒子
Fig.7 Titanium oxide adhesion particle

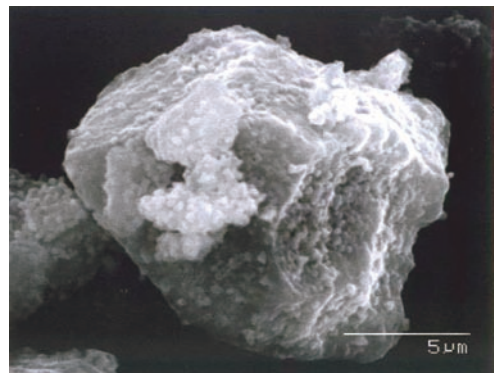


図9 酸化チタンが固定化された粒子
Fig.9 Titanium oxide composite particle

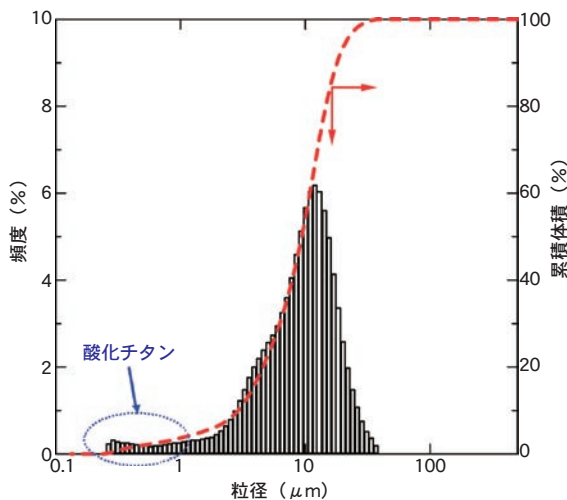


図8 粒度分布
Fig.8 Size distribution of adhesion

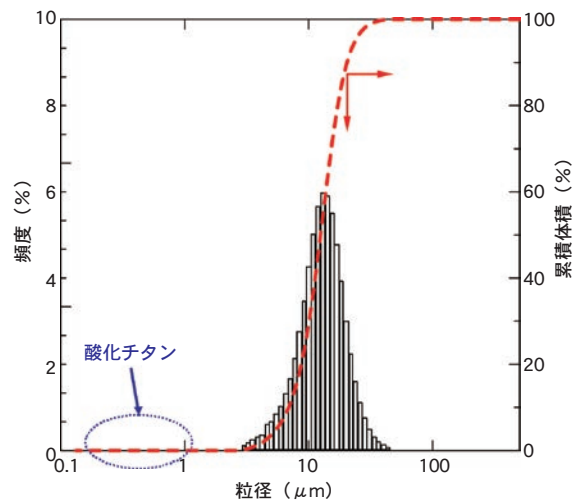


図10 粒度分布
Fig.10 Size distribution of composite

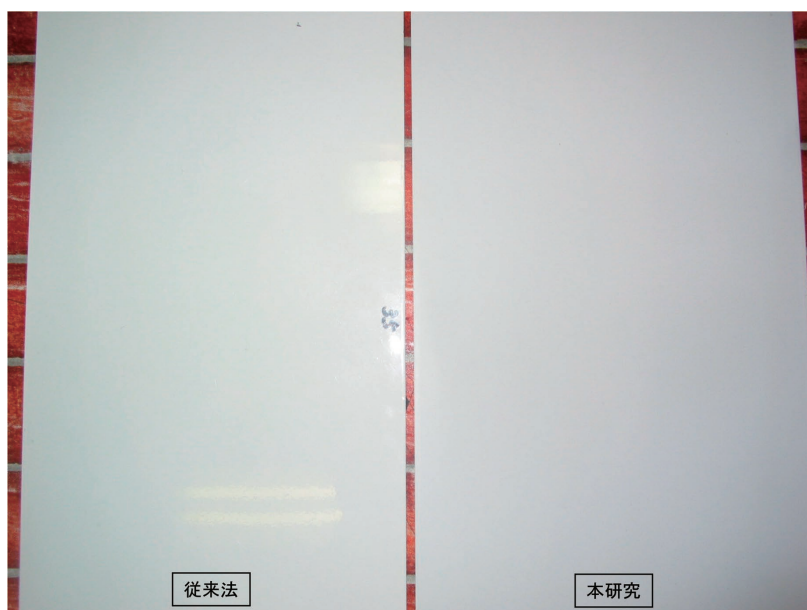


図 11 塗膜外観

Fig.11 Evaluation of coated film performance

す。左が従来法である溶融混練法により製作した塗料で試作したもので、右が今回の実験で得られた粒子から試作を行ったものである。従来法と比較しても密着性、耐水性、耐候性など遜色の無い塗膜性であることを確認した。

5. おわりに

ジェットミルにて熱可塑性樹脂を粉碎し、同時に酸化チタンを混合させることで、樹脂表面に酸化チタンを良好に付着することができ、また、樹脂の溶融温度に圧縮空気を加熱することで、非常に短時間に酸化チタンの固定化が可能であることを確認した。

本研究で得られた水性塗料原料での塗膜性も良好であることが確認されており、ジェットミルを用いた複合化は水性塗料の製造において有効であると言える。

今後、ジェットミルを用いてさまざまな機能性材料の設計を実現することが期待される。

謝辞

本研究は、大阪府立大学大学院 寺下敬次郎教授、村里博志殿に多大なるご指導、ご協力をいただきました。ここに記し深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 仲田遣功、花輪剛久、武井成通、竹村安弘、杉原正泰：薬剤学、Vol.53、No 2 (1993)
- 2) 本田宏隆、小石眞純、本田二葉、松野昂士：第11回製剤と粒子設計シンポジウム講演要旨集、P.193 (1994) 愛知
- 3) “微粒子設計”小石眞純編、工業調査会発行

執筆者

板倉克仁

Katsuhito Itakura

