

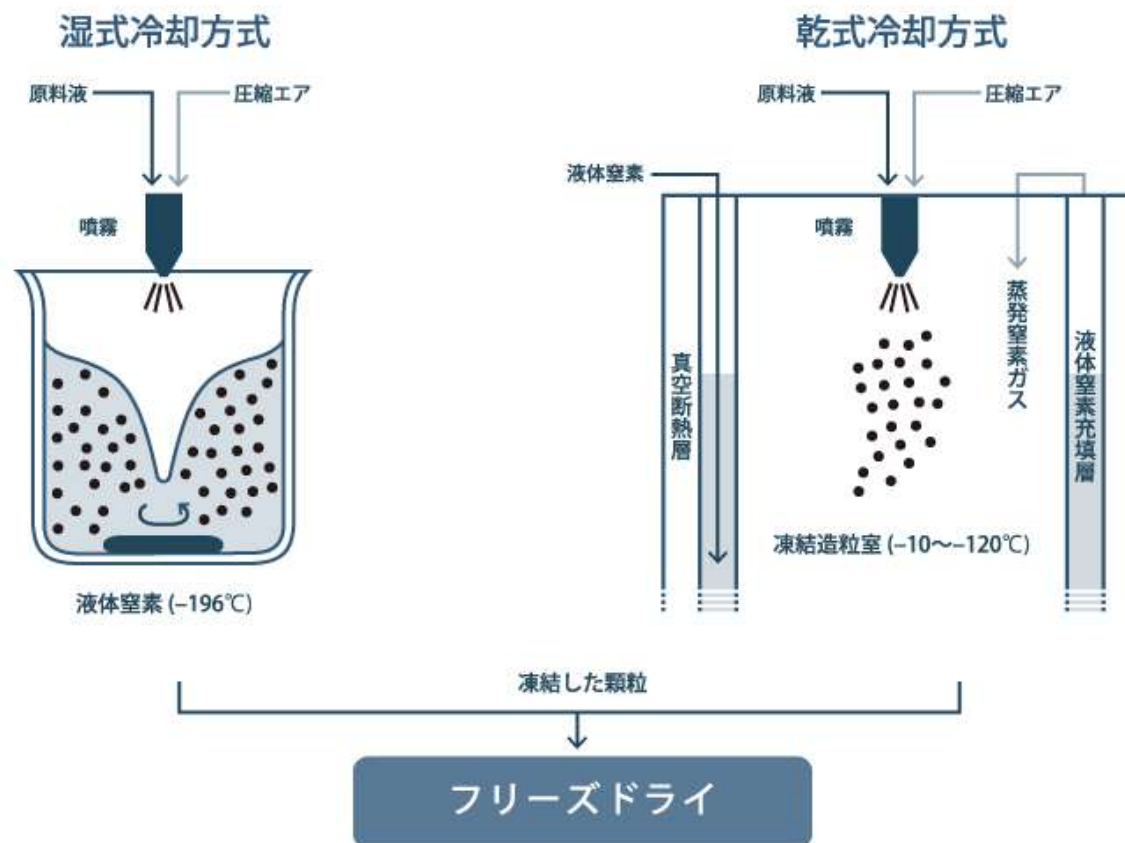
噴霧凍結造粒乾燥装置の冷却条件最適化検討

プリス ○川口晋也・三隅雄一・高橋雅人

産業技術総合研究所 近藤直樹

横浜国立大学 多々見純一

噴霧凍結造粒乾燥(SFGD)とは



噴霧した原液を急速冷却し凍結造粒体を作製、
次工程の凍結乾燥にて乾燥粉体を得る方式。

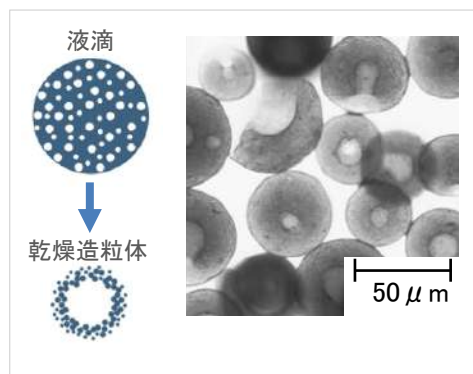
噴霧乾燥(SD)との比較

【SD】

乾燥時に水と共に原料固形物の移動・収縮が起こる。

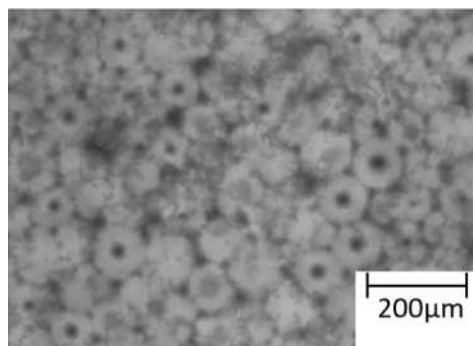
【SD造粒粉】

中空球
密度ムラ大
高密度



【プレス成形】

顆粒痕多数
低強度
低透明度

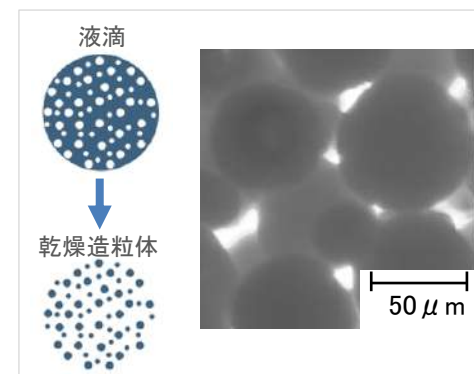


【SFGD】

構造を保持、確定させる造粒工程と氷を除去する乾燥工程が別れており、原料固形物の移動・収縮が起こらない。

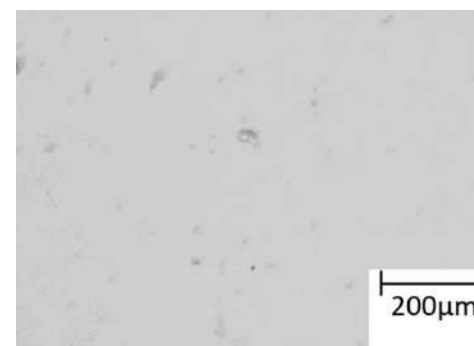
【SFGD造粒粉】

中実球
密度ムラ少
低密度



【プレス成形】

顆粒痕無し
高強度
高透明度



湿式仕様フリーズグラニューレーター

■パウダープロ(Sweden) : LS-6

原液処理速度 : 最大6kg/h
噴霧方式 : 二流体ノズル
凍結チャンバー : $\phi 120$
冷却温度 : -196°C
冷却方式 : 液体窒素による
湿式冷却



- ・ 装置が小さくコンパクト
- ・ 少量多品種生産に適している
- ・ 液体窒素の直接冷却のため、凍結速度が極めて早い

乾式仕様フリーズグラニューレーター

■ プリス : CS30

原液処理速度 : 最大15kg/h
噴霧方式 : 二流体ノズル
凍結チャンバー : $\phi 300$
冷却温度 : $-10 \sim -120^{\circ}\text{C}$
冷却方式 : 気化窒素による
乾式冷却



- ・ 連続運転による大量生産が可能
- ・ 液体窒素を気化させたガスが冷媒のため、流量調整による冷却温度制御が可能

本検討の目的

SFGD条件の最適化

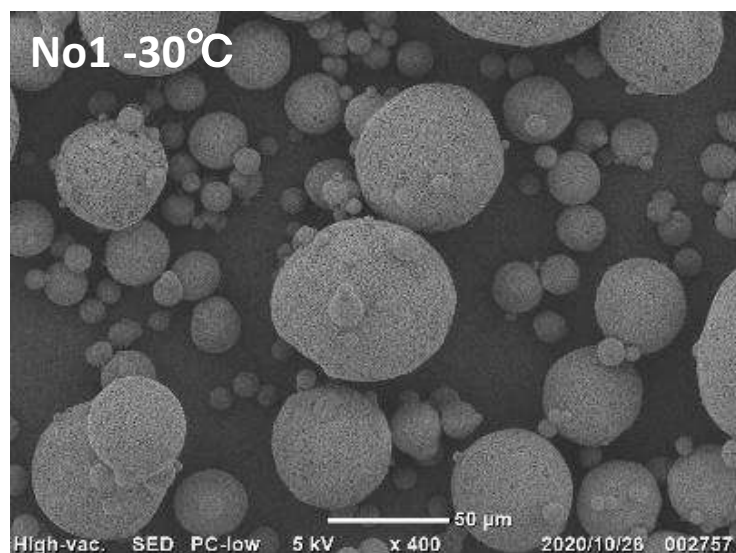
造粒装置、スラリー条件、温度条件から、最適条件を導き出す。

造粒装置	: LS-6(湿式・直接冷却)、CS30(乾式・関節冷却)、 TR160(スプレードライヤー)
原料	: AES-11(アルミナ)、イオン交換水、PVA、分散剤
評価	: SEM、安息角、静かさ密度、成形体密度、焼成体密度

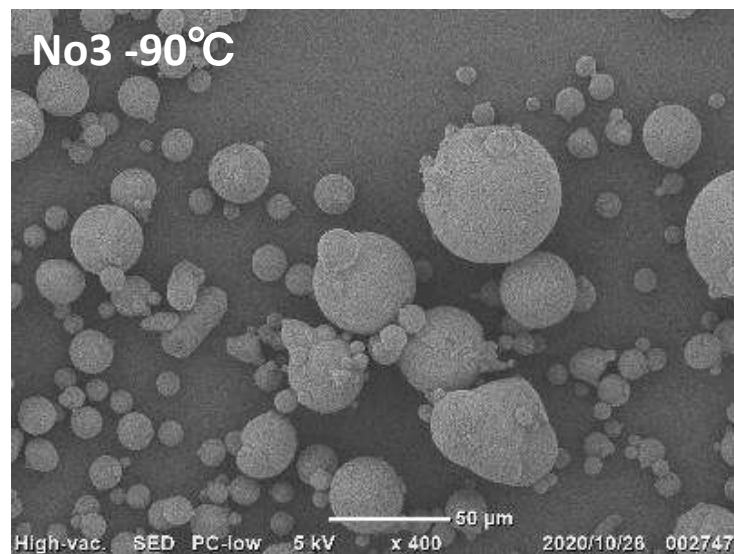
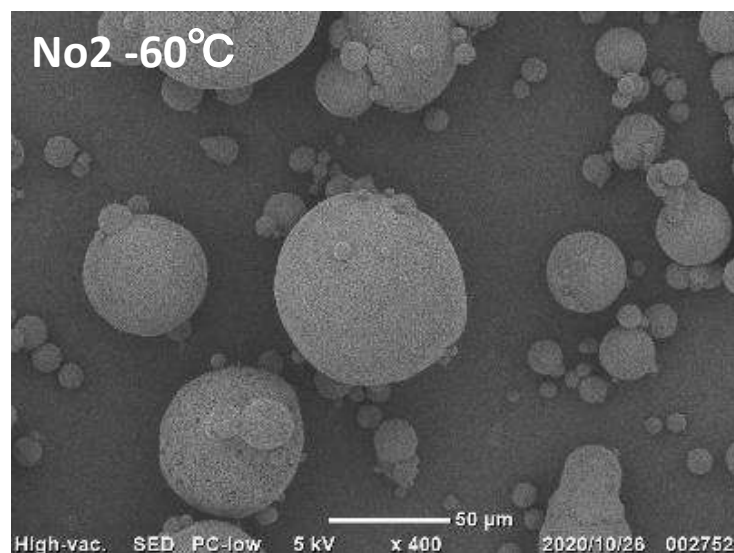
製造条件

	使用装置	凍結温度	スラリー条件
No.1	乾式SFGD機	-30℃	35vol
No.2	乾式SFGD機	-60℃	35vol
No.3	乾式SFGD機	-90℃	35vol
No.4	乾式SFGD機	-30℃	45vol
No.5	乾式SFGD機	-60℃	45vol
No.6	乾式SFGD機	-90℃	45vol
No.7	SD	150℃(熱風)	20vol 分散剤無し
No.8	SD	150℃(熱風)	20vol
No.9	SD	150℃(熱風)	45vol
No.10	湿式SFGD機	-196℃	35vol
No.11	湿式SFGD機	-196℃	40vol
No.12	湿式SFGD機	-196℃	45vol

SEM-1

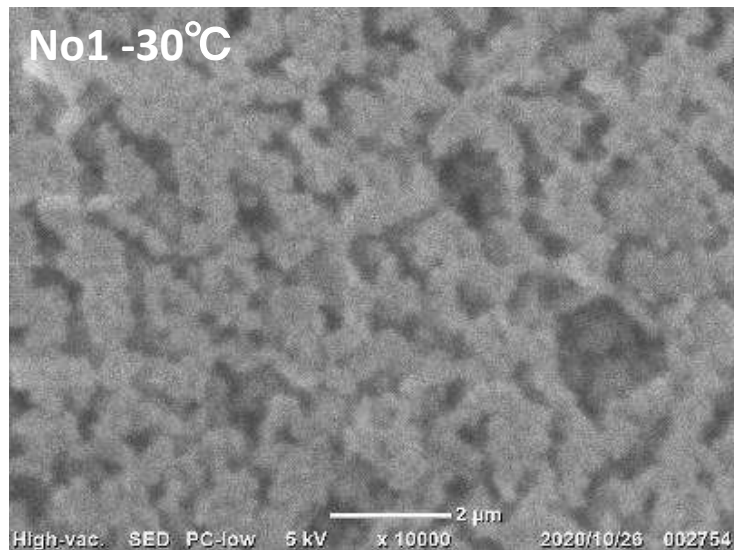


使用装置 : 乾式SFGD機
スラリー濃度 : 35Vol%



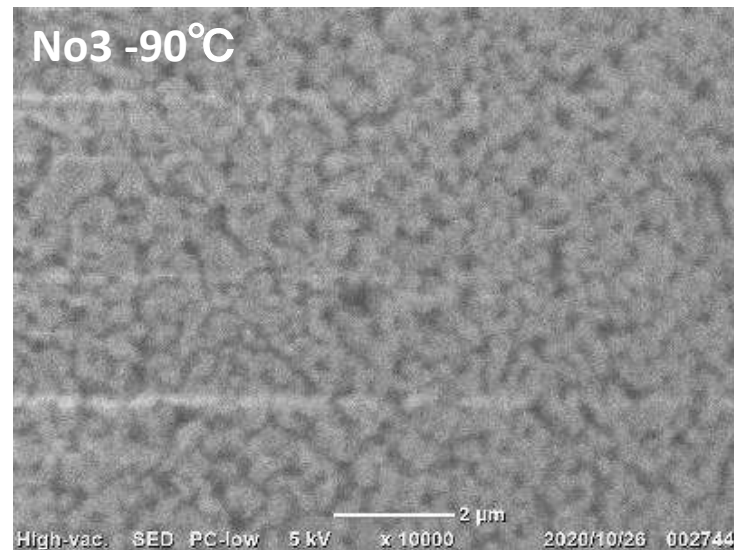
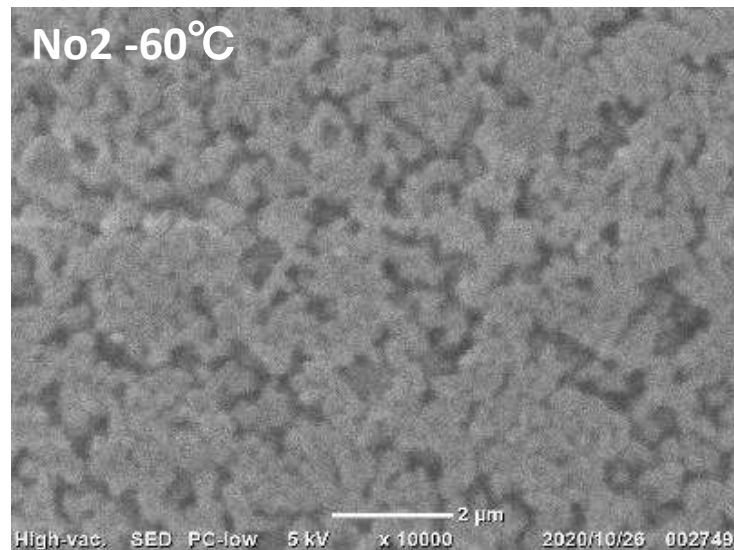
-90°C条件は、形がいびつ。

SEM-2

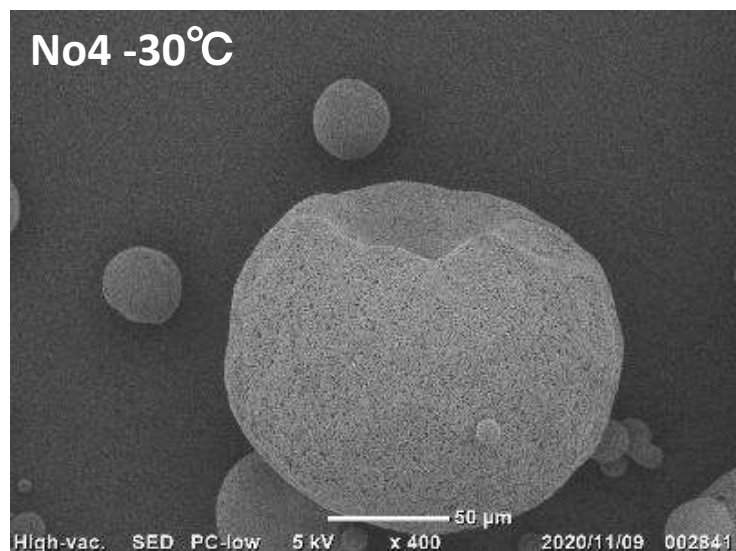


使用装置 : 乾式SFGD機
スラリー濃度 : 35Vol%

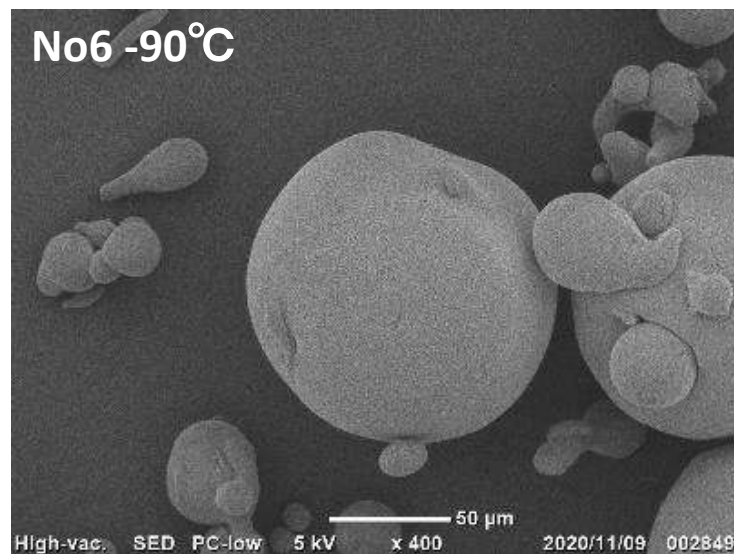
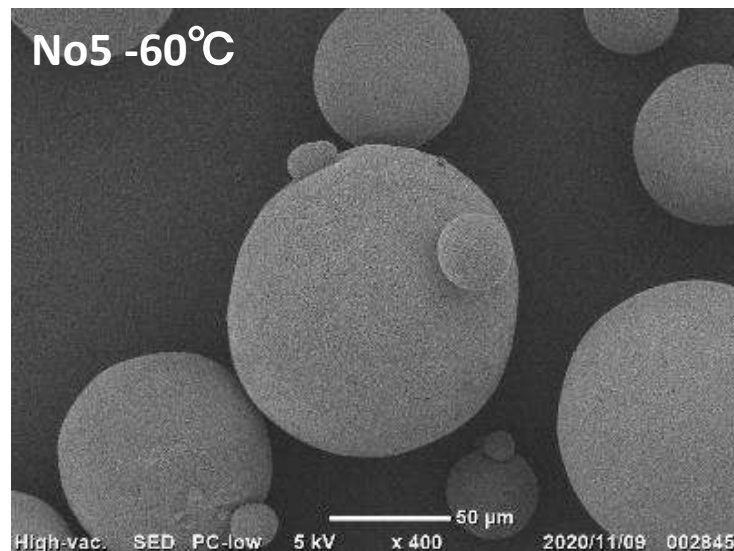
高温条件程、氷結晶が大き
く成長、凍結乾燥により消
失したことにより、造粒体
表面に凹みが発生した。



SEM-3

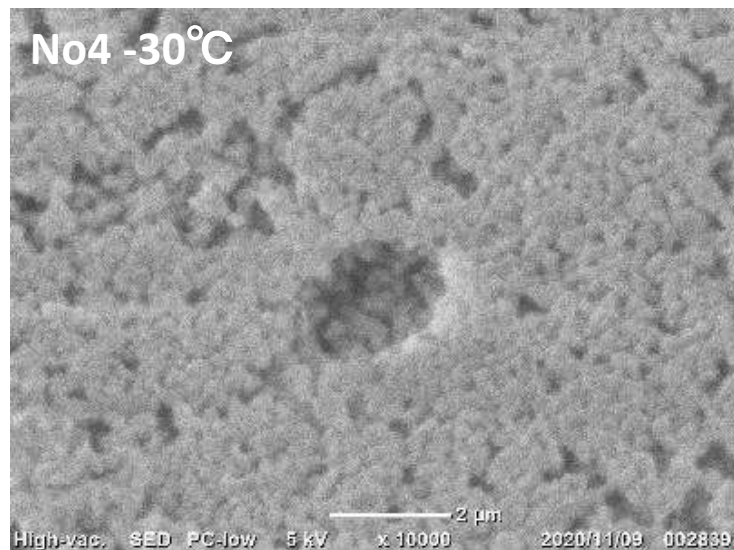


使用装置 : 乾式SFGD機
スラリー濃度 : 45Vol%



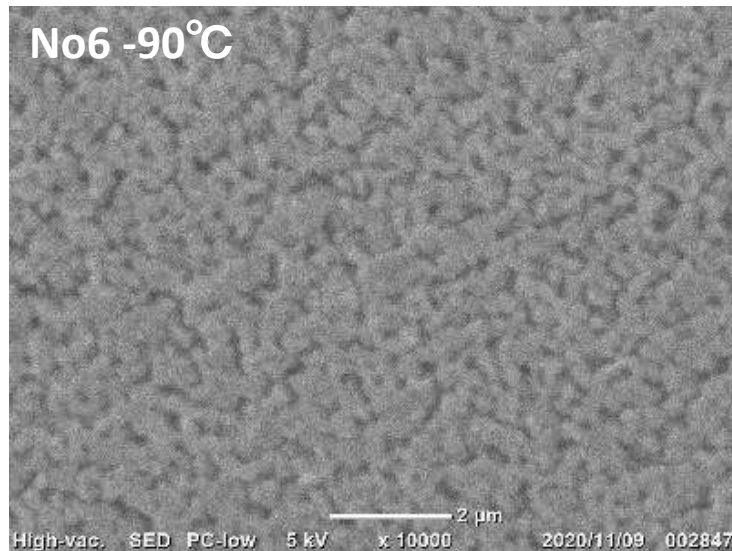
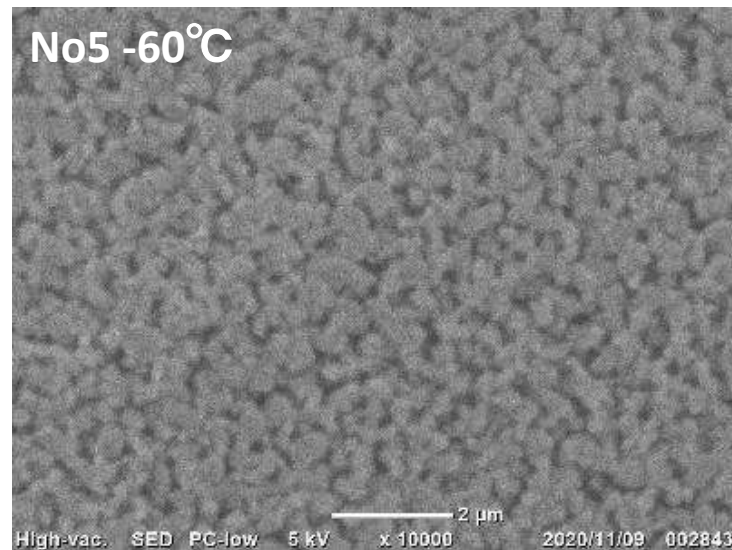
粒子が大きくなる。
-90℃は更に形がいびつ
になる。

SEM-4

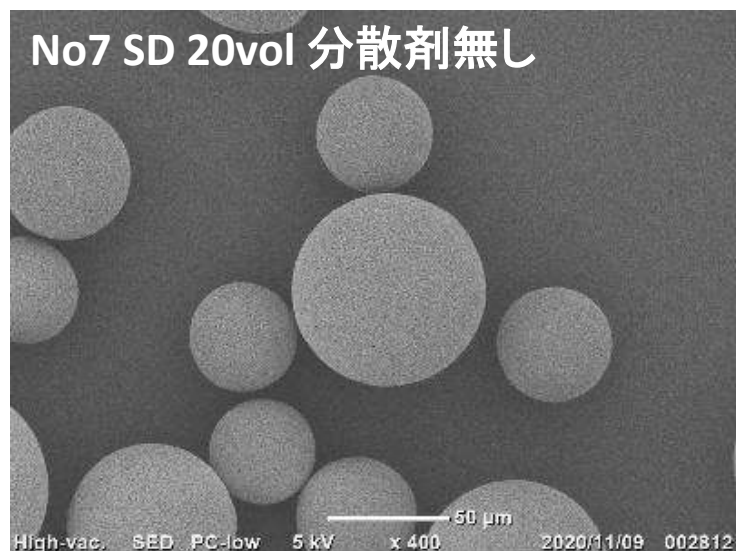


使用装置 : 乾式SFGD機
スラリー濃度 : 45Vol%

35Vol%条件と同等の傾向
だが、細孔は減少した。



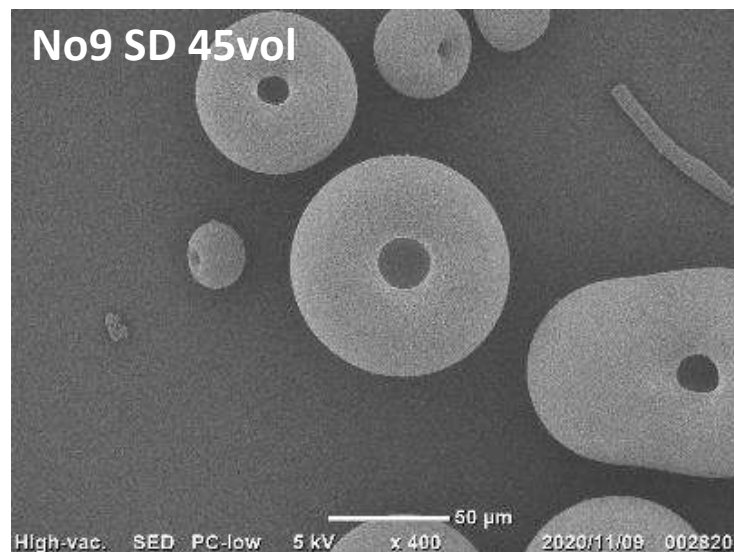
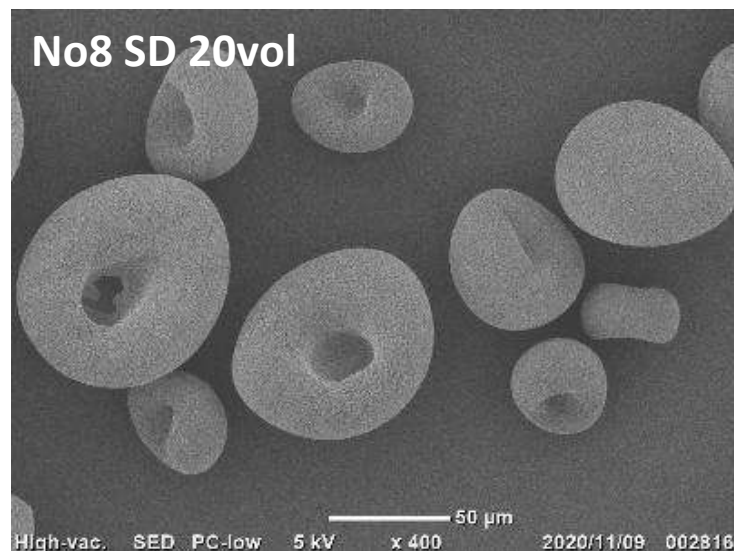
SEM-5



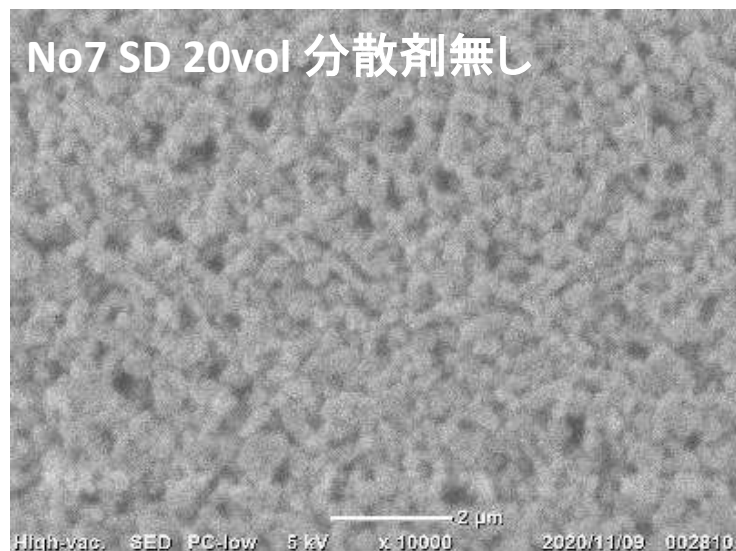
使用装置 : SD
スラリー濃度 : 20,45Vol%

瞬間乾燥により、一次粒子が動きやすいNo8, 9は中空状になる。

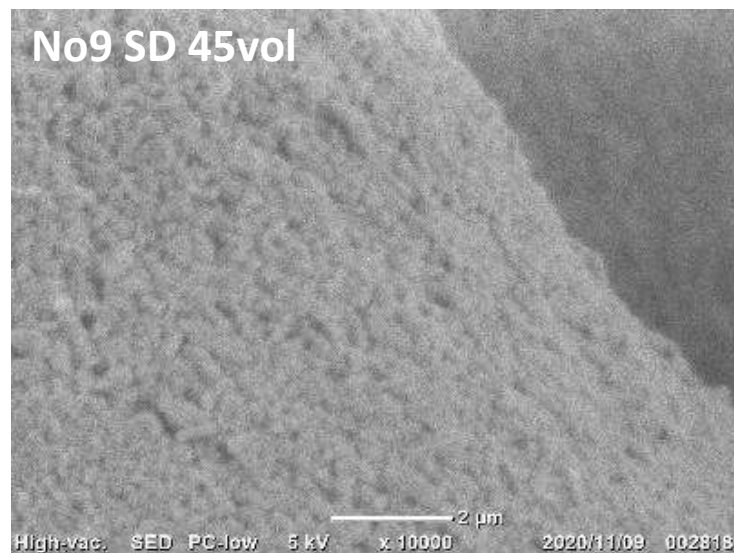
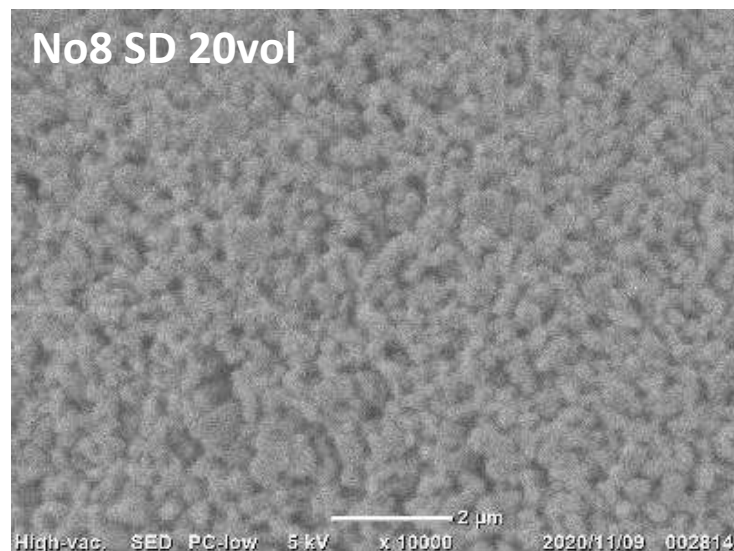
No9は紐状等、異型粉が多数発生する。



SEM-6

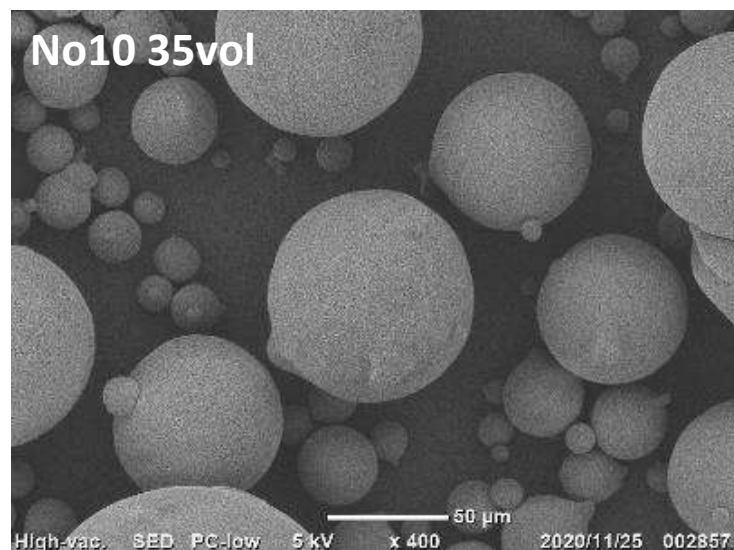


使用装置 : SD
スラリー濃度 : 20,45Vol%

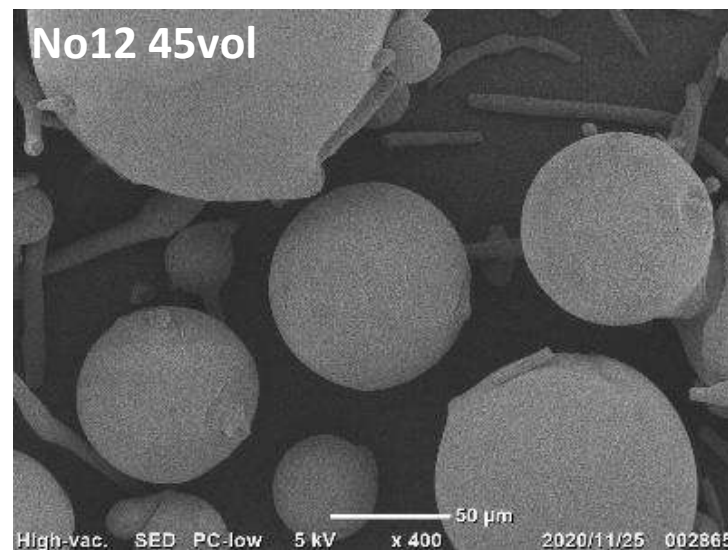
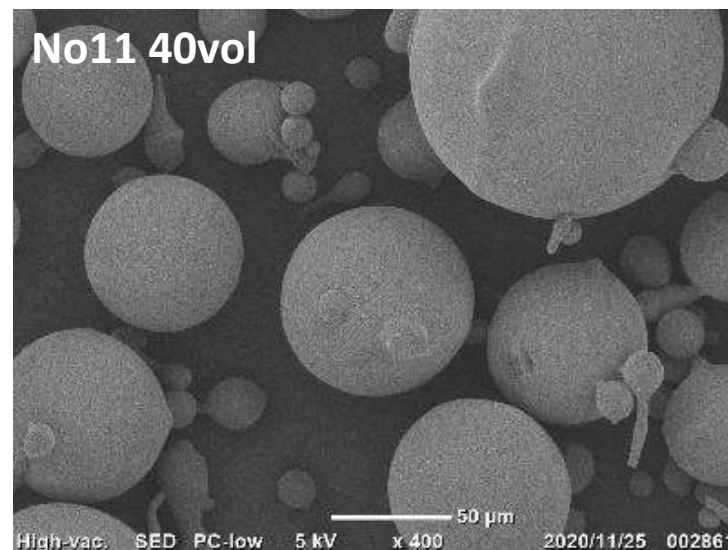


No9は、一次粒子が再配列され、細孔の無い詰まった表面構造となる。

SEM-7

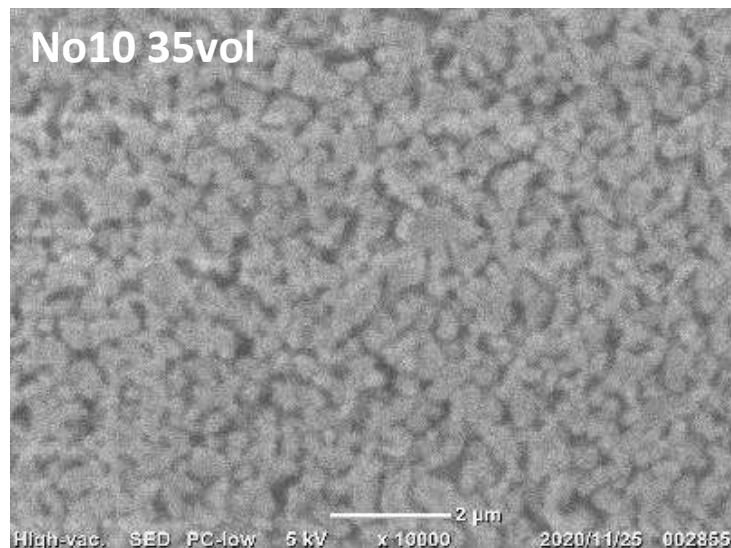


使用装置 : 湿式SFGD機
スラリー濃度 : 35,40,45Vol%
凍結温度 : -196℃

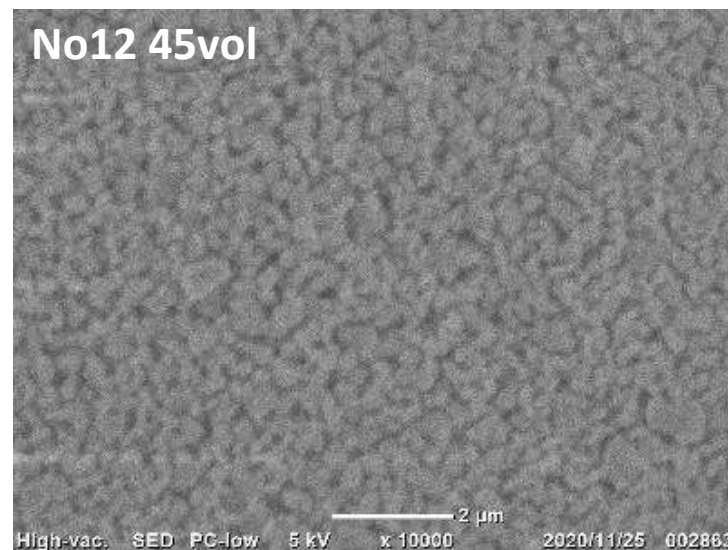
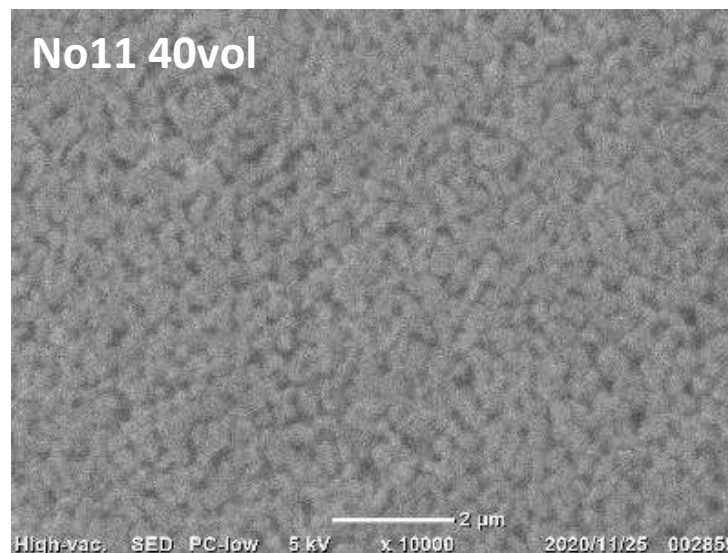


スラリー濃度が高くなる程、異型粉が多く発生している。

SEM-8

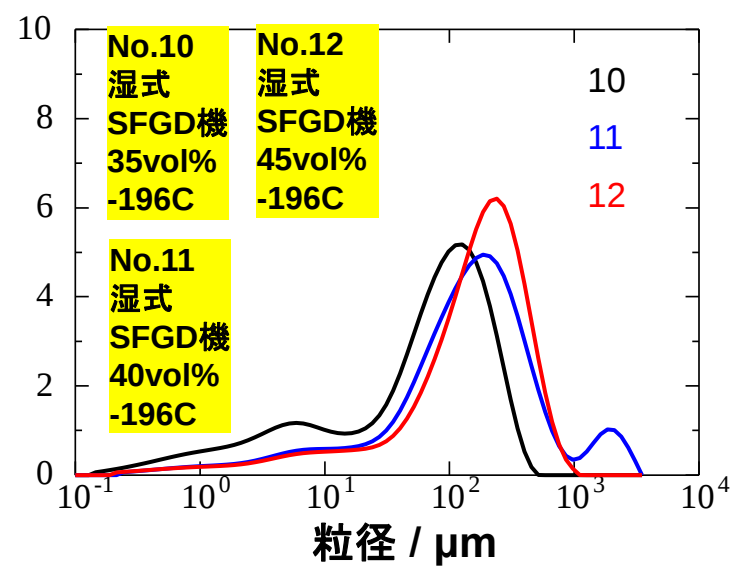
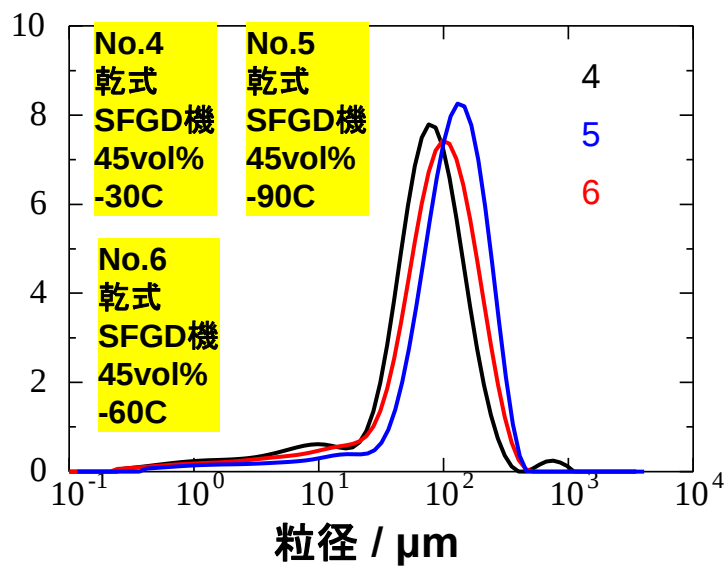
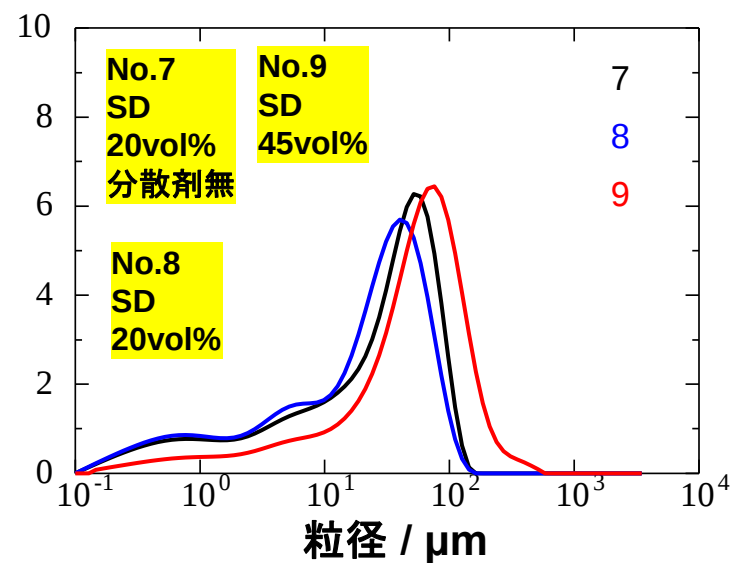
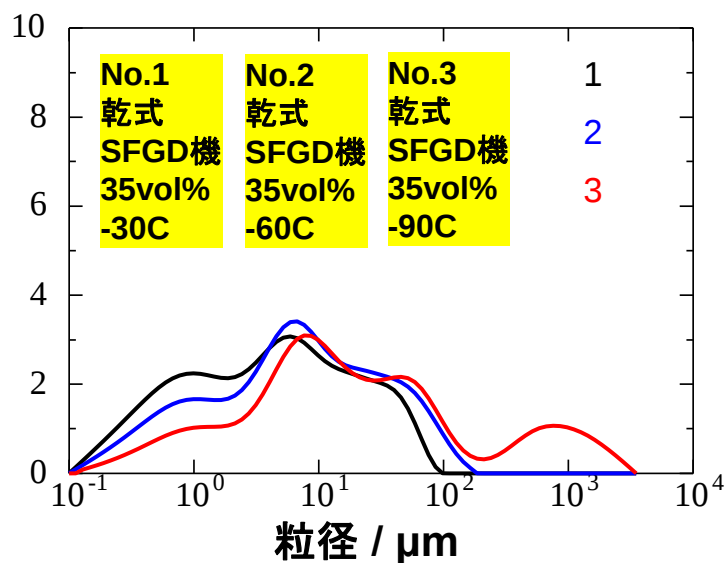


使用装置 : 湿式SFGD機
スラリー濃度 : 45Vol%
凍結温度 : -196℃

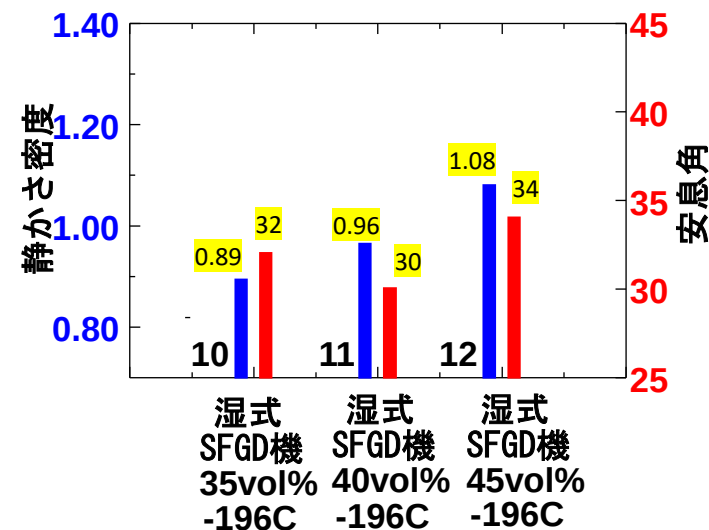
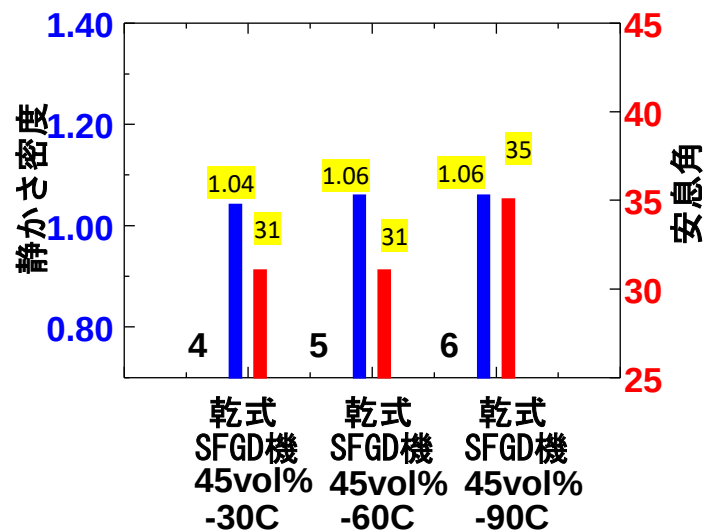
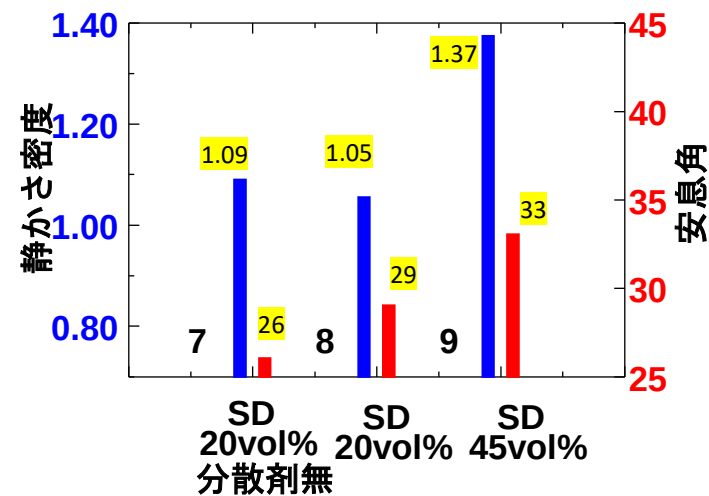
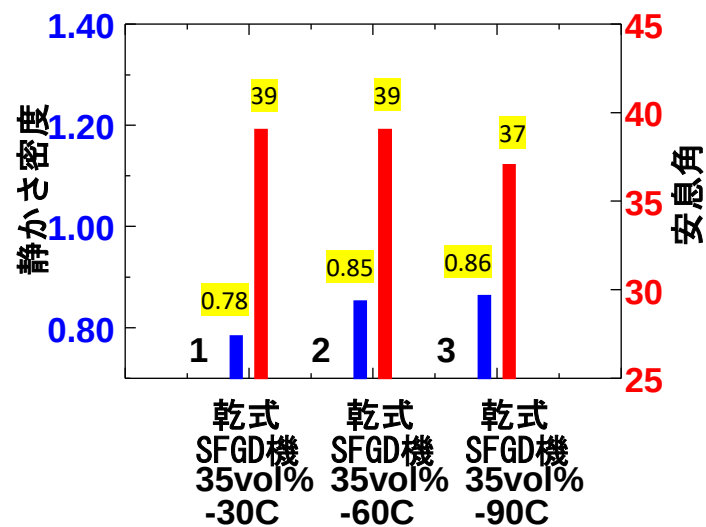


スラリー濃度の低いNo10
に、細孔を多く確認。

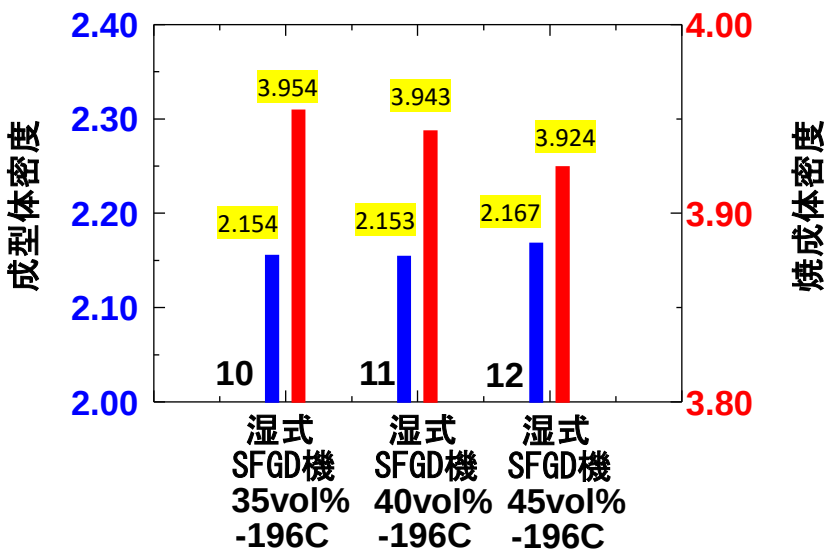
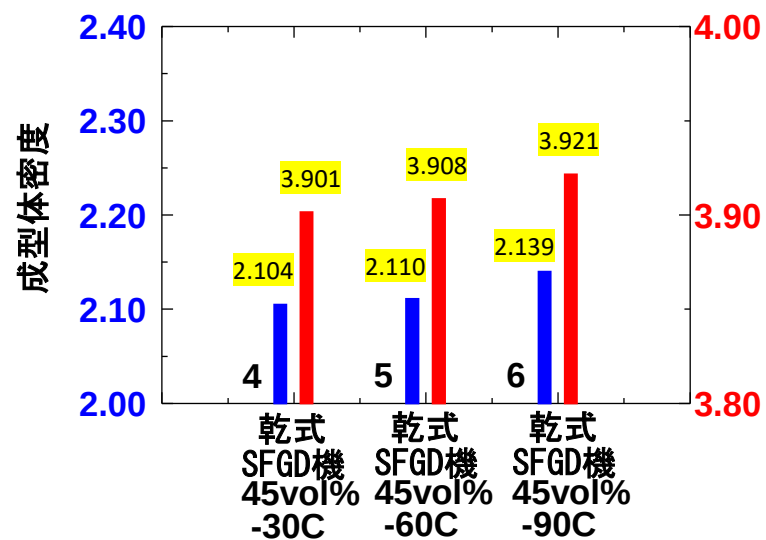
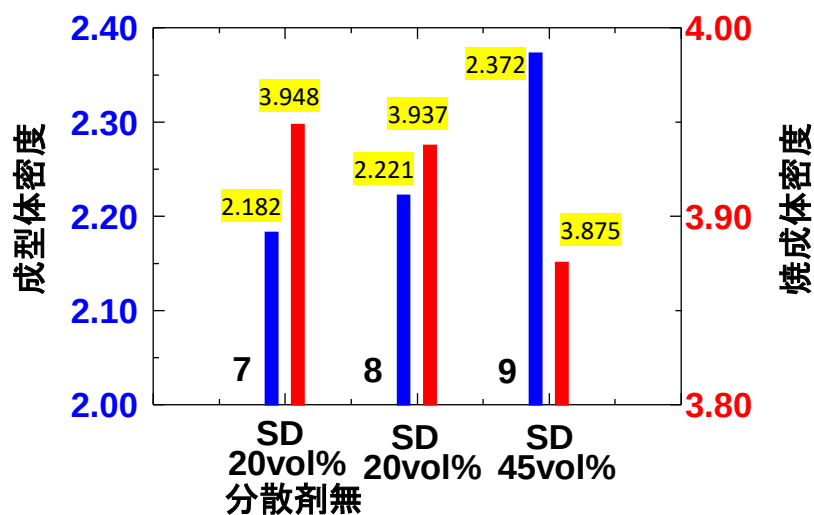
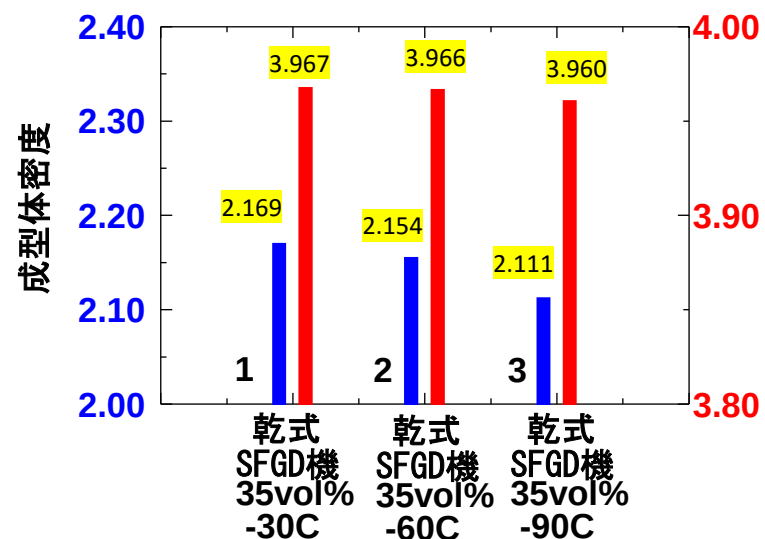
粒度分布



安息角・かさ密度



成型体密度・焼成体密度-1



成形体密度・焼成体密度-2

No	検体名	焼成体密度(g/cm ³)	気孔率(%)
1	乾式 -30℃ 35v%	3.967	0.33
2	乾式 -60℃ 35v%	3.966	0.35
3	乾式 -90℃ 35v%	3.960	0.50
4	乾式 -30℃ 45v%	3.901	1.98
5	乾式 -60℃ 45v%	3.908	1.81
6	乾式 -90℃ 45v%	3.921	1.48
7	SD 20v% 分散剤無し	3.948	0.80
8	SD 20v%	3.937	1.08
9	SD 45v%	3.875	2.64
10	湿式 -196℃ 35v%	3.954	0.65
11	湿式 -196℃ 40v%	3.943	0.93
12	湿式 -196℃ 45v%	3.924	1.41

※アルミナの理論密度3.980として算出。

まとめ

乾式、湿式ともに35vol%スラリーが高密度の焼結体となった。

-30℃乾式冷却条件が最も高密度となり、-196℃の極低温での冷却は必要無く、低コスト化へ有用な知見を得ることができた。

【謝辞】

本研究は、経済産業省関東経済産業局による令和2年度予算「戦略的基盤技術高度化支援事業」の採択計画【高機能ファインセラミックス用噴霧凍結造粒乾燥装置の研究開発】の一環として実施しました。関係者各位に感謝の意を表します。



ありがとうございました