

セラミックロータリーフィルターによる 微粒子の洗浄と濃縮技術

徳永 裕介*

1. はじめに

粉体を取扱う現場では、粒子を精製する過程で生じる不純物の洗浄・除去や、乾燥処理を行う前のスラリーの濃縮において、ろ過装置が広く使われており、当社のろ過機「ロータリーフィルター」も電子材料、電極材料、顔料、化粧品などの製造現場で数多く採用いただいている。

ロータリーフィルター（以下、RF）は、フィルターにろ布や金網を用い、サブミクロン以上から100ミクロンの粒子のろ過を対象とする。完全に密閉化した状態で連続的にろ過処理が可能な加圧ろ過機である。

RFの適用例として、半導体封止材用の無機ファイラー（ Al_2O_3 、 SiO_2 など）がある。半導体を保護する機能を有する封止材には、材料の高純度化が求められる。RFは無機ファイラーに混在する不純物を高レベルに洗浄・除去できるため、高品質な封止材の製造に用いられる。

化粧品の分野では、美白意識の高まりでUVカットクリーム需要が増加している。肌に直接塗る製品であるため、原料となる酸化チタンの製造現場では、製造ラインの外部から混入する異物が大きな問

題であり、ろ過装置の密閉化が必要である。RFは完全密閉状態での処理が可能で、外部からの異物混入が一切無く、高いろ過速度を維持できるため、大量処理に対応する。

RFは様々な粉体製造プロセスにおいて、40年以上にわたる納入実績を持つが、近年では、ろ過対象の粒子の微細化が進んでおり、粒子がサブミクロン以下に微細化されると、従来のRFでは粒子の捕捉が困難となる。

そこで、サブミクロン以下の微粒子のろ過に対応したろ過機が、ナノサイズの孔径を有するセラミックフィルターを用いた「セラミックロータリーフィルター」である¹⁾。

適用例として、セルロースナノファイバーがあり、新素材の開発が活発化しており、自動車をはじめ多様な用途への適用が期待されている。また、電子材料の分野では、積層セラミックコンデンサ（以下、MLCC）の材料であるチタン酸バリウムが挙げられる。MLCCは様々な電子機器で使用されており、自動車の電動化や自動化に伴い、需要のさらなる増加が期待され、部品の小型化、高性能化に伴い、微粒子の高純度化が非常に重要となっている。

本稿では、当社ろ過機の構造と処理方法について解説し、セラミックロータリーフィルター（以下、CRF）による微粒子のろ過の実施例として、セルロースナノファイバー及び主要な電子材料であるチタン酸バリウムの洗浄、濃縮処理の試験結果を紹介する。

*Yusuke TOKUNAGA：(株)広島メタル&マシナリー
〒737-0144 広島県呉市広白岳1-2-43
TEL：0823-73-1135
URL：http://www.hiroshimamm.com

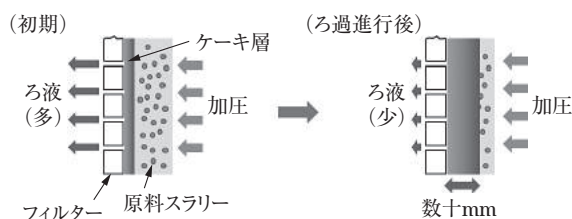


図1 一般的なろ過機構

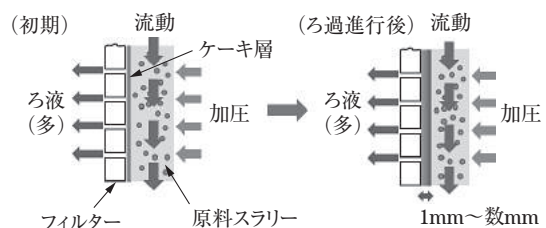


図2 RF及びCRFのろ過機構

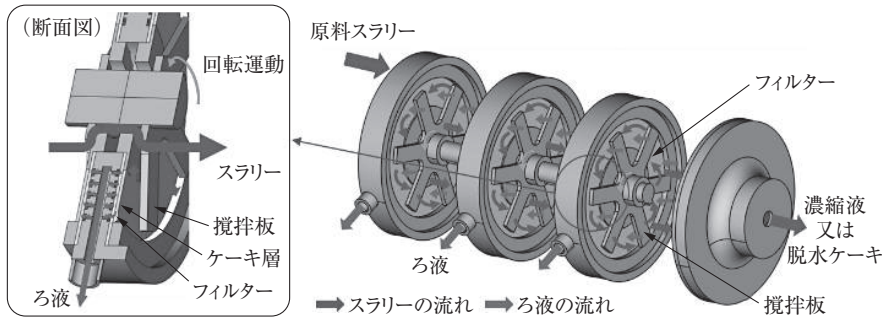


図3 RFのろ過室内構造

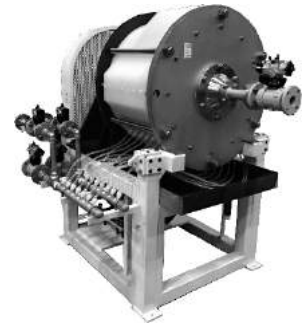


写真1 RFの外観写真

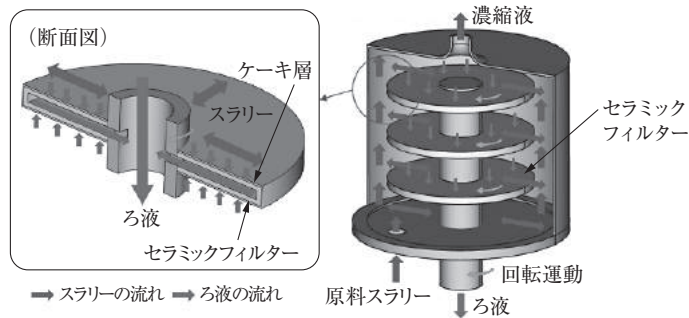


図4 CRFのろ過室内構造



写真2 CRFの外観写真

2. ろ過機構

一般的な加圧（吸引）ろ過装置では、図1に示したように、ろ過の進行によってフィルター表面に形成されるケーキ層の厚みが増し、ろ液の通過抵抗が増加する。このため、ろ過速度は急激に低下し、ろ過速度を回復するには装置を分解してケーキ層を取り除く必要がある。

RF及びCRFのろ過機構は、図2に示したように、フィルター表面のケーキ層厚を薄く、かつ、一定にするために、攪拌板やフィルターの回転により、フィルターと平行方向に液を高速流動させる。ケーキ層の成長が最小限に抑えられるので、長時間にわたって1mm～数mmの薄いケーキ層厚を維持し、安定した高速ろ過が可能となる。

3. ろ過室内の構造

(1) ロータリーフィルターの構造

RFのろ過室内の構造を図3に示した。完全密閉構造のろ過室内に、ろ過板と攪拌板を狭い間隔で交互に配列し、ろ液排出溝を設けたろ過板の両面にフィルター（ろ布）を張っている。

攪拌板はろ過運転中に常時回転し、スラリーが旋回することで乱流を生じ、フィルター表面に形成されるケーキ層厚を薄い状態に保つ。

表1 セラミックフィルターのラインナップ

孔径	2.0μm	0.5μm	0.2μm	60nm	30nm	7nm
材質	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃ ZrO ₂	TiO ₂	MgAl ₂ O ₄

原料スラリーはろ過室の一方からポンプを使って加圧供給され、ろ過板を縫って移動する間にろ過され、清澄なる液がろ過板を経て外部に排出される。ろ過室の他方に設けた排出弁からは、濃縮液や脱水ケーキが排出される。

写真1はRFの外観である。ろ過面積が最小0.18m²のRF-02型機から、最大30m²のRF-30型機までをラインナップしており、必要な処理量に応じて機種を選定できる。

(2) セラミックロータリーフィルターの構造

CRFのろ過室内の構造を図4に示した。完全密閉構造のろ過室内で、シャフトに取り付けられたセラミックフィルターが高速で回転し、スラリーが旋回、乱流を生じ、ケーキ層厚を薄い状態に保つ。

原料スラリーは供給口から加圧供給され、フィルターを通過したろ液は中空構造のシャフトを通り、外部に排出される。

写真2はCRFの外観である。ろ過面積が最小0.03m²のCRF-0型機から、最大5m²のCRF-5型機までをラインナップし、必要な処理量に応じて機種を選定できる。

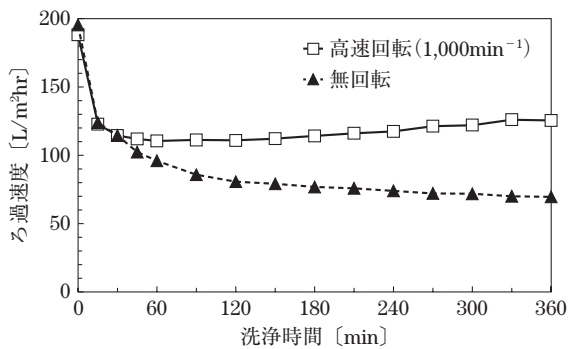


図8 洗浄時間とろ過速度の関係

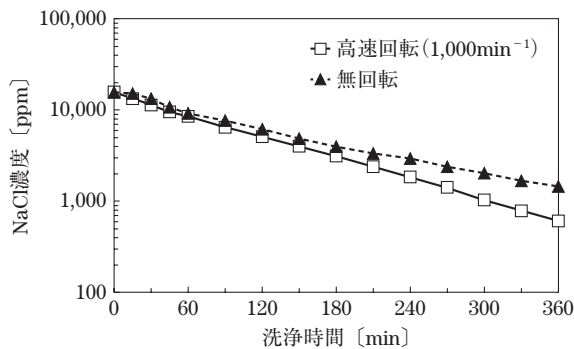


図9 洗浄時間とNaCl濃度の関係

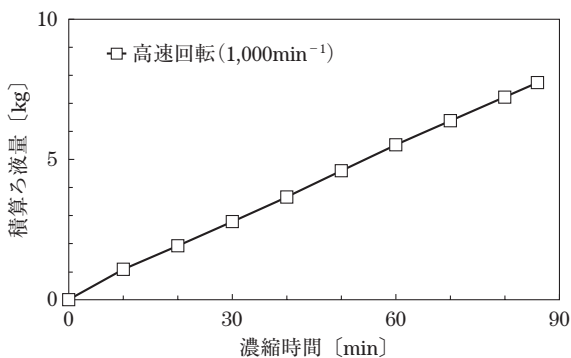


図10 濃縮時間と積算ろ液量の関係

CNF濃度が0.5mass%で最小繊維径が30nmのCNF/水スラリー7kg中へ不純物としてNaClを約16,000ppm添加し、CRFにて洗浄、濃縮処理を行った。

フィルターは、孔径7nmのセラミックフィルター(ろ過面積0.03m²)を使用し、フィルターの回転数が1,000min⁻¹と無回転において、処理性能の違いを比較した。

洗浄時間とろ過速度(ろ過面積当たりのろ液量)の関係を図8に示した。フィルターを1,000min⁻¹で回転すると高いろ過速度を維持したのに対し、無回転ではろ過速度が約1/2に低下した。

洗浄時間とろ液中に含まれるNaCl濃度の関係を図9に示した。フィルターを1,000min⁻¹で回転すると洗浄時間360分でNaCl濃度は約1/30に減少した。無回転ではろ過速度の低下に伴い、約1/10までしか減少しなかった。

次に、洗浄処理後の0.5mass% CNF/水スラリー12kgを用いて、フィルターを1,000min⁻¹で回転しながら濃縮を行った。

濃縮時間と積算ろ液量の関係を図10に示した。ろ液を7.7kg排出し、CNF濃度は0.5mass%から1.4mass%まで濃縮された。積算ろ液量が増え、濃縮が進んでも、ろ過速度(図中の傾き)は安定していた。

原料スラリー、ろ液、洗浄、濃縮処理後のスラリー

表2 CNFスラリーの洗浄、濃縮処理サンプル

サンプル	CNF濃度 (mass%)	液粘度 (mPa·s)	写真
原料スラリー	0.5	40	
ろ液	0.0	<5	
洗浄濃縮処理後	1.4	280	

一の物性値と外観を表2にまとめた。CNFは完全に捕捉され、ろ液は無色透明であった。

以上より、セラミックフィルターを高速で回転しながらろ過を行うことで高いろ過速度を維持し、微細孔のセラミックフィルターを用いることで繊維径がナノサイズのCNFを完全に捕捉できることを確認した。

6. チタン酸バリウムの洗浄、濃縮

チタン酸バリウム(以下、BaTiO₃)は、MLCCの大容量化、小型化に伴い、BaTiO₃の微細化が進んでおり、従来のろ布を用いた処理では粒子の捕捉が困難となる。

そこで、サブミクロン以下の粒子のろ過に対応したCRFを使用して、BaTiO₃スラリー中に含まれる不純物の洗浄及びBaTiO₃の濃縮試験を行った。

BaTiO₃濃度が1mass%で平均粒子径が0.9μm(最小粒子径が0.3μm)のBaTiO₃/水スラリー40kg中へ不純物としてNaClを約10,000ppm添加し、CRFに

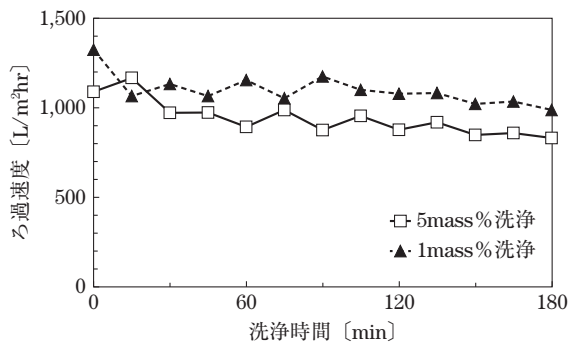


図 11 洗浄時間とろ過速度の関係

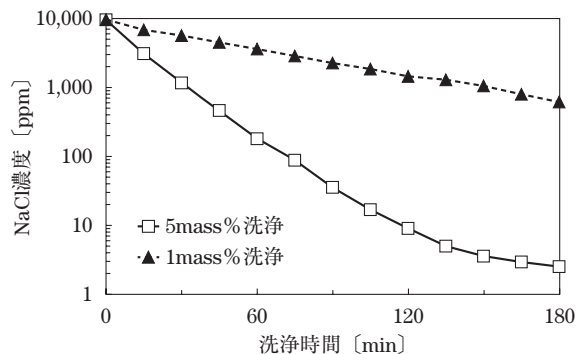


図 12 洗浄時間と NaCl 濃度の関係

表 3 使用した洗浄水量と NaCl 濃度

洗浄時固形分濃度 (mass %)	洗浄時間 (min)	洗浄水量 (kg)	NaCl 濃度 (ppm)
5	180	93	2
1	180	110	613

て洗浄，濃縮処理を行った。

フィルターは，孔径 30nm のセラミックフィルター（ろ過面積 0.03m²）を使用した。

処理工程を“最初に BaTiO₃濃度を 5mass% まで濃縮し，次に濃度 5mass% にて洗浄する工程”と，“最初に濃度 1mass% にて洗浄し，次に 5mass% まで濃縮する工程”の 2 パターンについて試験を行い，処理性能の違いを比較した。

洗浄時間とろ過速度（ろ過面積当たりのろ液量）の関係を図 11 に示した。1mass% にて洗浄した場合（以下，1mass% 洗浄）と比較し，5mass% にて洗浄した場合（以下，5mass% 洗浄）は，ろ過速度が約 15～20% 低下した。

洗浄時間とろ液中に含まれる NaCl 濃度の関係を図 12 に示した。1mass% 洗浄と比較し，5mass% 洗浄は，ろ過速度はやや低いにも関わらず，洗浄前にあらかじめ濃縮して NaCl を排出したことで，洗浄時間 180 分で NaCl 濃度は約 1/5,000 までに減少した。1mass% 洗浄は，効率が悪く，約 1/16 までしか減少しなかった。

180 分間の洗浄で使用した積算洗浄水量と NaCl 濃度を表 3 に示した。5mass% 洗浄は，1mass% 洗浄よりも少ない洗浄水量で NaCl 濃度は大きく減少した。

次に，濃縮時間と積算ろ液量の関係を図 13 に示した。ろ液を 32kg 排出し，BaTiO₃ 濃度は 1mass% から 5mass% まで濃縮された。1mass% 洗浄後に濃縮した場合と比較し，洗浄前に濃縮すると，やや短い時間で濃縮が完了した。

このように，濃縮と洗浄の処理工程順序を変える

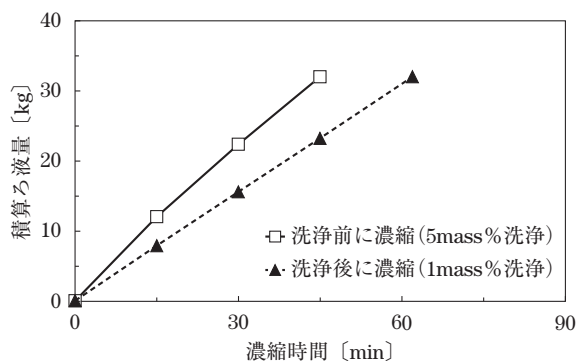


図 13 濃縮時間と積算ろ液量の関係

ことで，ろ過性能に大きな差が出ることを確認した。

ここで，固形分量 K (kg-dry)，ろ過面積 A (m²)，ろ過時間 T (hr)，洗浄時の固形分濃度 S (-)，ろ液のろ過速度 f (kg/m²hr)，洗浄効率 δ_0 (-) とすると，ろ過面積当たりの洗浄処理量⁴⁾(固形分処理量) は，(1)式で表される。

なお，洗浄効率 δ_0 は溶解分（ここでは NaCl）の減少比率を意味する。

$$K/AT = fS/(1-S) \cdot 1/\ln \delta_0 \quad (1)$$

(1)式中の $S/(1-S)$ は，洗浄時の固形分濃度が高いほど大きくなる。本スラリーのように，固形分濃度が高くなっても，ろ過速度の低下が小さい場合には，高い濃度で洗浄する方が洗浄処理量は多くなる。

ただし，固形分濃度を高くし過ぎると，ろ過速度 f が小さくなって処理量が減る，また，スラリー粘度が増加してポンプによる送液不良や配管抵抗の上昇が生じる恐れがあり注意が必要である。

固形分当たりに必要な洗浄水量 L (kg/kg-dry) は，(2)式で表される。

$$L = fAT/K = (1-S)/S \cdot \ln \delta_0 \quad (2)$$

(2) 式中の $(1-S)/S$ は、洗浄時の固形分濃度が高いほど小さくなる。節水を考慮した場合、ろ過速度が著しく低下しない範囲で洗浄前に濃縮し、高い濃度で洗浄する方が、少ない洗浄水で効率良く洗浄が可能である。

7. おわりに

今回紹介したセラミックロータリーフィルター (CRF) は、超微細孔セラミックフィルターを使用し、従来のろ過機では困難であったサブミクロン以下の微粒子を完全に捕捉できる。ろ過する粒子よりもフィルター孔径が十分に小さいため、従来のろ布では目詰まりしやすい微粒子スラリーや希薄濃度スラリーに対し、目詰まりを低減する効果もある。

フィルターを高速で回転しながらろ過を行うことで、ケーキ層厚を薄く一定にすることができ、CRF では、微粒子のろ過において、高いろ過速度を長時間維持することが可能である。

特に、洗浄処理では、全ての工程をスラリー状態で洗浄を行うので、ムラの少ない均一な洗浄が可能で、ハンドリングも容易である。

また、洗浄、濃縮処理の工程順序を工夫することで、少ない洗浄水量で短時間に効率の良い処理ができる。

RF、CRF はともに、ろ過処理、製品回収、機械洗浄の際、ろ過室を分解する必要が無く、完全に密閉化した状態で、全自動制御による連続処理や作業環境のクリーン化が可能である。

今後、高い品質管理が必要な機能性材料や電子部品材料へのさらなる利用が期待される。

〈参考文献〉

- 1) 徳永裕介, 院去貢, “超精密濾過機 Ceramic Rotary Filter (CRF) の開発”, 濾過分離シンポジウム 2009, 139-142 (2009)
- 2) 徳永裕介他, “連続ろ過プロセス (洗浄・濃縮・脱水) の電池材料への応用”, 業界別にみる化学装置の活用と設計, 17-22 (2011)
- 3) 徳永裕介, “密閉型自動連続加圧ろ過機 Rotary Filter の応用”, 濾過分離シンポジウム 2013, 52-56 (2013)
- 4) 徳永裕介他, 濾過スケールアップの正しい進め方と成功事例集, 第5章 1-6 (2014)