

能够对粉体粒子进行球状化、造粒以及复合化处理的装置——“NSM”的研发

Development of a Device called NSM enabling Spheroidization, Agglomeration and Surface Coating for Powder Particles

江口 拓伸 Hironobu Eguchi (材料与工艺开发部/北九州研究所/研究员)

小野 和博 Kazuhiro Ono (材料与工艺开发部/北九州研究所/主任研究员)

主旨:

在本文中,我们将向您介绍一下本公司所研发的,能够对粉体粒子进行球形化、造粒以及复合化处理的新型高速搅拌式粉体处理装置——“NSM”。“NSM”是“Natural Graphite Spheroidization Machine”的缩写,最初的研发目标是为了对呈不规则的板状形状的石墨粉体粒子进行球形化处理。而设定此目标的原因是:原本石墨粉体可通过粉碎的方法制造,但是由于石墨本身的裂解异构性,因此其粉碎物(粉体)的粒子呈现出不规则的形状,如果能够通过某种方法使其球形化,则可以改善其粉体特性,例如使粉体粒子的填充结构更密实,或者使其导电性能提高等。为此,我们的研发团队将装置的基本构造设定为立式的粉体处理容器,并在其底部中央设置了可以高速旋转的搅拌翼。之后,我们将石墨粉体投入到该装置的容器中并进行了试验,其结果是能够实现石墨粒子的球形化。接下来,我们又向“NSM”中的石墨粉体添加了粘结剂进行了试验,其结果是石墨粉体变为了具有合适粒径的造粒体,而其振实密度也有明显提高。另外,我们还将聚乙烯树脂(PE)粉体(粒径:100~200 μm)和石墨粉体(平均粒径=约8 μm)投入到“NSM”中来进行处理试验,并最终确认石墨的微粒子被成功包覆到PE粒子表面(覆膜)。如上所述,“NSM”原本是为了对石墨进行球形化处理而研发的设备,但是从后来所进行的大量试验来看,其的加工对象并不一定仅限于石墨,也可以包括其他各种粉体。在此,我们也希望粉体处理装置“NSM”能够在粉体加工业得到更广泛的应用。

关键词:球形化、造粒、复合化、振实密度

1. 前言

本公司开发了能够调控粒子形状的装置、通过搅拌运行实现包覆、复合化、混合造粒的设备——“SEG”,此设备构造简单,操作便捷,可以在一个工序流程中同时对粉体材料的旋转搅拌包覆、复合化和混合、分散、造粒处理等,并且备有从1L的实验用小型机到数千L的大型机等多种容量配置,从而在各种领域被广泛应用。但是,近年来,在全世界范围内的环境保护、资源有效利用以及脱碳化等课题所引发的材料领域新变革的背景下,例如在一直大量使用粉体材料的电子机械领域,随着其零部件向着小型高性能化方向的进一步发展,其对粉体粒子的微小化以及对粒子形状的调控和加工技术等的要求也不断提高。因此,如何研发一台比“SEG”能够更好地满足客户在微粒子领域内的加工要求的新设备便成为了我们的课题之一。而且,此种新设备还需要能够对数nm~数 μm ,这一粒径目标范围内的微粒子粉体进行高效处理,以实现微粒子形状的调控。当然,以往对粉碎粒度的调控技术依旧是不可或缺的,但是有必要充分认识到仅凭借“SEG”的处理能力已经无法满足客户

对微粒子加工日益提高的要求。因此,本公司在充分借鉴“SEG”的优点的同时,着手研发具有更高功率且能够加工更精细粒子的高速搅拌式粒子处理设备“NSM”。至今为止,我们已经完成了标准型以及扩展改良型的研发。

最初的研发目标其实是为了对呈不规则板状形状的石墨粉体粒子进行球形化处理。而设定此目标的原因是:原本石墨的粉体可通过粉碎的方法制造,但是由于石墨本身具有的裂解异构性,因此其粉碎物(粉体)的粒子呈现出不规则的形状,如果能够通过某种方法使其球形化,则可以改善其粉体特性,例如使粉体粒子的填充结构更密实,或者使其导电性能提高等。另外,在研发过程中,我们已经判明使用“NSM”确实可以使微小的石墨粉体粒子球形化,并且通过公司内部的试验以及与客户共同研究等,我们还已经判明本机不仅可以对石墨粒子进行球形化处理,而且可以对其它不同材料进行复合化、造粒以及包覆处理,还可以借助机械应力的作用进行各种各样的机械化学处理等。实际上,对粉体粒子的形状调控可提高填充密度外、与改善流动性、赋予和调控“各向同性”的性质、调控和改善反应性、调控浆料的粘度特性等密切相关。另外,将不同粒子附着到微粒

子表面的包覆处理能赋予或者调控粉体表面的溶解性和功能性的观点也至关重要。

为了让您能够更多地了解“NSM”，下面我们将首先对其的基本构造和型号配置进行一下说明，之后我们将向您介绍一下使用本机对石墨粉体进行球形化和造粒处理，以及将石墨微粒子包覆到聚乙烯粒子表面的包覆处理的实例。在此，我们也希望“NSM”能够满足粉体加工业界的众多技术人员和研究人员的求。

2. NSM（粒子形状调控装置）

2.1 装置的基本构造

图1所展示出的是“NSM”的构造以及由搅拌机（标准型转子）的旋转所引起的容器内粉体运动轨迹。本机的外观与混合设备等常见的旋转式处理设备基本相同，都是在架台上安装电机和圆筒形容器（粉体处理槽），同时通过皮带和齿轮将电机的旋转传递到主机的转子旋转轴上，而安装在轴上的转子也会随之旋转并且对处理槽内部的粉体进行搅拌，由此达到对粒子进行球形化处理的目的。“NSM”最大的特点便是构造简单，在粉体处理槽的圆筒型容器内的底部仅安装有一个转子，因此可以轻松地完成对物料的回收以及其后对容器内部的清扫等。与此相对，在其他公司的类似设备的内部，大多都设置有其它构件，例如飞刀、挡板、固定刀片、循环机构、分级转子等。另外，对于本机构造简单这一特点，可以说与本公司的“SEG”是相同的，但是其转子的旋转速度和形状却与“SEG”有所不同。具体而言，“NSM”的转子顶端的线速度被设定为“SEG”的3~4倍，最快可以达到80m/s。当然，为了能够适应搅拌机（转子）

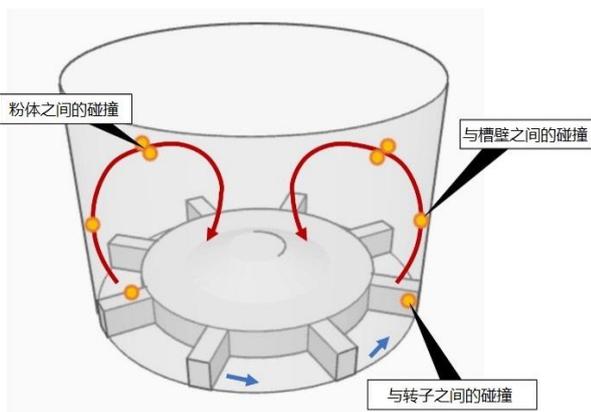


图1 标准型“NSM”的基本构造 (bird-view) 以及由搅拌机 (标准型转子) 的旋转所引起的容器内粉体的运动轨迹

的高速旋转，我们还对“NSM”的轴构造和电动机等进行了重新设计。另外，我们对“NSM”的标准型转子的形状也进行了精心的设计，以求通过其的旋转，来推动飞舞起来的粉体向下方和外侧移动。借助此种设计，可以对容器内的粉体粒子施加很强的剪切力和压缩力，因此，虽然粉体粒子群

被卷起到处理槽内上部的外围一侧，但是由于转子的旋转力使得粒子之间可以进行高效的反复接触和相互摩擦的运动，并同时使粒子不断向转子的中心方向落下。这种粉体粒子的运动方式取决于转子的形状和旋转速度，首先，借助转子的旋转，①粉体被推送到处理槽内壁和转子前端部的间隙处→②在此间隙处受到旋转和剪切力的作用→③利用离心力的作用在容器外围一边旋转一边朝上部封盖的中央方向上升→④朝向转子的旋转中心落下→⑤再次被推送到底部外围一侧，按此种方式进行循环运动。在此种循环和碰撞运动过程中，粒子受到剪切力和压缩力等的作用而被球形化。

在图2中所展示出的是安装有L字型搅拌翼的“NSM”的构造概略图，此搅拌翼可以比图1所示的标准转子更高效地进行球形化处理。从研发团队以往的丰富经验以及进行DEM模拟的结果来看，此种L字型转子，可以使在前述的①~⑤，即粉体粒子在处理容器内的运动过程中的作用力变得更有效。也就是说，借助其可以减少粉体被转子旋转运动卷起并飞散到处理容器上方再到落下为止的滞留时间，而且可以使剪切力等更有效地作用于粉体。因此，相对标准型转子而言，L字型转子可以在更短的时间内使粒子球形化。

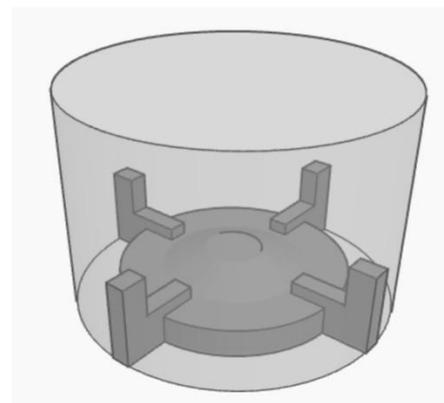


图2 安装有L字型转子的“NSM”的构造概略图

2.2 “NSM”的现有型号配置

图3所展示出的是，本公司现有的3种不同型号的“NSM”的外观照片。另外，在表1中将向您展示出这3种型号（200型、350型、1000型）的“NSM”的大致尺寸、容量、功率、以及转子旋转速度的最大值等。



图3 3种不同型号的“NSM”的外观照片

表1 NSM 的型号和参数配置

型号	NSM-200	NSM-350	NSM-1000
处理槽内径(mm)	φ200	φ350	φ1000
总容量(L)	4	22.5	550
重量(kg)	466	600	2800
功率(kW)	11	22	90
参考投料量(kg)*	0.5	2.5	20
旋转速度(rpm)	~8000	~4500	~1700

*根据所投入粉体的物性以及加工内容的不同可能会出现变动。

3. 使用“NSM”的加工实例

下面将向您介绍一下使用 NSM-350 型设备进行加工的实例。另外，关于所使用的样品将在各个项目中进行说明。

3.1 使用“NSM”对石墨粉体粒子进行球形化处理（未添加粘结剂）

在下面的图 4 中所展示的是使用 NSM-350 型设备对天然石墨粉体进行处理前后的 SEM 照片。由其可见，处理前的石墨粒子呈鳞片状，而处理后的石墨粒子则明显被球形化。另外，照片中的“x300、x500”是放大的倍率，其中处理后的照片的倍率比处理前的高，这主要是为了让您能够更清楚地看到粒子被球形化处理后的形态。

接下来，我们将向您说明一下使用“NSM”对粉体粒子进行球形化的工作原理。对此，其实还有很多尚不明确的地方，但是结合以往使用“NSM”对各种材料所进行的处理试验、设备内部的可视化、DEM 模拟试验的研究结果、以

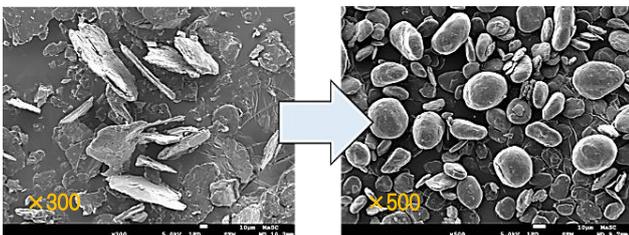


图4 使用 NSM-350 型设备对天然石墨粉体进行处理前后的 SEM 照片（左：处理前、右：处理后）

及基于这些试验研究而采用实粉进行处理的经验，我们推测粒子球形化的处理过程如下：首先，设备中的粒子受到去角、折弯和压缩等作用力的影响。而这些力是多种要素综合作用的结果，有的是通过转子直接产生的，有的是由粒子与设备内壁碰撞接触所产生的，还有的是粉体之间相互作用所产生的。但是，根据原料的物性和运行条件等的不同，优先作用与粉体的力的种类也会发生变化。例如，

如果处理物是较软的粒子，则其会由于受到折弯、贴合以及压缩等作用力的影响出现塑性变形而逐渐被球形化。与此相对，如果处理物是较硬且脆的粒子，则其由于折弯力或者压缩力等的变形会减少，但是会因为粒子表面的剪切力和摩擦力使其表面破坏，并且会由于反复的应力作用而在粒子内部出现微裂纹，此时塑性变形的应变能被蓄积，而延性破坏持续作用，从而得以球形化。作为上述内容的验证实例，我们在图 5 中向您展示出了，使用“NSM”对作为柔软材料代表的聚四氟乙烯（PTFE）的破碎粉进行处理粒子的 SEM 照片。并且，在之前的图 4 中我们已经向您展示出了，使用“NSM”对脆性材料石墨进行处理的结果。另外，在图 6 中我们还向您展示出了，在使用其它加工条件进行处理时，由于受到粒子表面的剪切力而使得粉碎作用产生从而得以球形化的结果。通过这些照片可以看出，使用“NSM”既可以对柔软的树脂材料的粒子，也可以对较硬的石墨材料的粒子进行球形化处理。

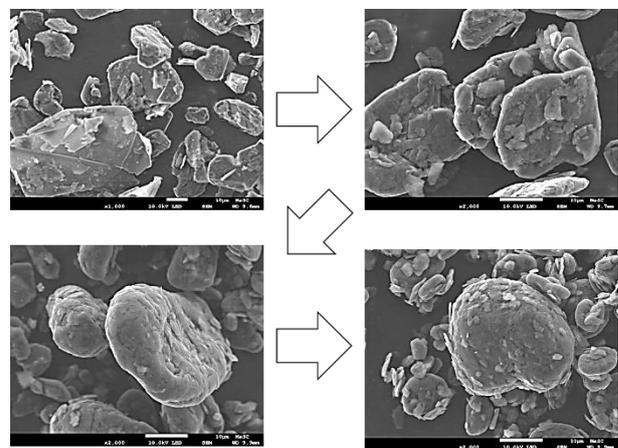


图5 使用 NSM-350 型设备对聚四氟乙烯（PTFE）的破碎粉进行处理前后的 SEM 照片

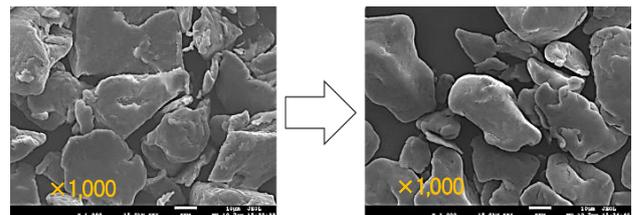


图6 使用 NSM-350 型设备对石墨粒子进行处理前后的 SEM 照片

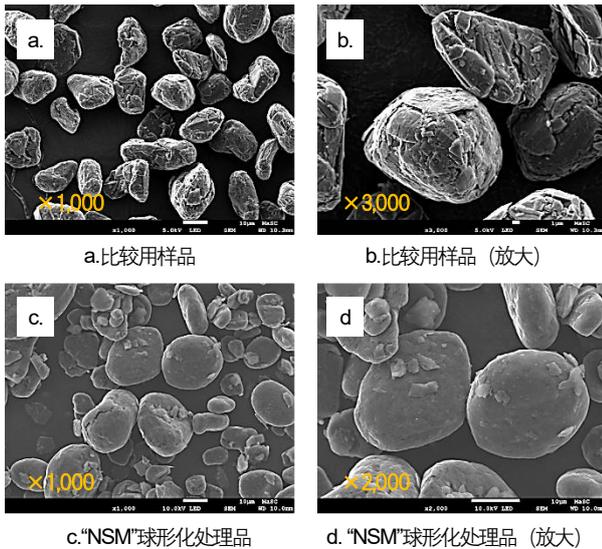
在图 7 中所展示的是，使用其它公司的设备和 NSM-350 型设备分别对石墨粒子（D50:20μm 左右）进行处理后的粒子的 SEM 照片对比图。单从石墨粒子的球形化程度来看，通过“NSM”所处理的石墨粒子的表面相对更为平滑，球形化的效果更好。另外，使用这两种设备所处理的球形化粒子的振实密度的测量结果如下所示。

使用其他公司的设备

球形化石墨粒子的振实密度=0.97g/cc

使用“NSM”

球形化石墨粒子的振实密度=1.18g/cc



a.比较用样品

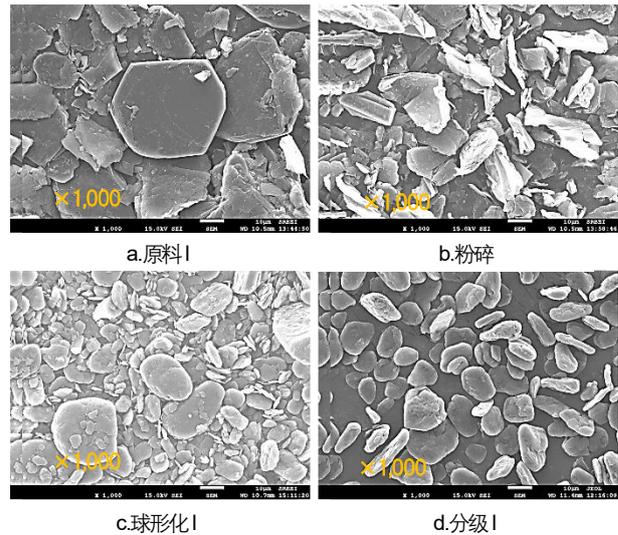
b.比较用样品 (放大)

c.“NSM”球形化处理品

d.“NSM”球形化处理品 (放大)

图7 使用石墨粒子处理得到的比较用样品 a、b (使用其他公司的设备进行球形化处理) 与使用 NSM-350 型设备处理的石墨球形化样品 c、d 的 SEM 照片的比较图 (最初原料的 50% 粒径 $D_{50}=20\mu\text{m}$ 左右)

在使用“NSM”对石墨进行球形化处理时，我们测量了其振实密度，这是因为振实密度是在将天然石墨作为充电电池的负极材料来使用时所必需的重要基础性数据。由于对石墨粉末进行粉碎处理后的粒子的形状呈不规则的鳞片状，因此不会被直接使用，而是需要先通过粉碎和分级等将其的粒径调整到 $10\sim 20\mu\text{m}$ ，然后再通过某种方法将粒子球形化。此时对粒子球形化处理的目的是为了提高振实密度，并抑制石墨粒子导电性的各向异性（各向同性的粉体特性接近），进而可以提高充电电池的能量密度，并可以减轻伴随充放电所出现的膨胀收缩等。在通常情况下，我们是先使用针棒式粉碎机或者气流式粉碎机等将石墨粉碎到平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 左右，然后再对其进行球形化和分级处理。但是，在考虑到降低整体加工成本、维持较高成品率等因素的基础上，对是否采用粉碎工序的意见会因人而异。接下来，我们还是先把在通常情况下，即先对石墨原料进行粉碎，然后对其进行球形化和分级处理的结果进行一下介绍。我们先使用本公司的机械式粉碎机将石墨原料粉碎到平均粒径约为 $12\mu\text{m}$ 的程度，然后使用“NSM”对其进行了球形化处理，最后再对其进行分级处理。在图 8 中向您展示出了上述各个工序阶段的粉体粒子形状的 SEM 照片，在图 9 中还向您展示出了各个工序阶段的粉体的粒径分布。另外，我们还在表 2 中向您展示出了，四种粉体——石墨原料粉体、粉碎处理后的粉体，球状化处理后的粉体以及使用分级机对球形化处理后的粉体进行整粒后的粉体，的平均粒径 ($D_{50}[\mu\text{m}]$) 与振实密度 $[\text{g}/\text{cc}]$ 的测量结果。



a.原料I

b.粉碎

c.球形化I

d.分级I

图8 石墨原料(a)、其粉碎产物(b)、使用“NSM”对(b)进行球形化处理后的粒子群(c)、对(c)进行分级和整粒处理后的产物(d)的SEM照片

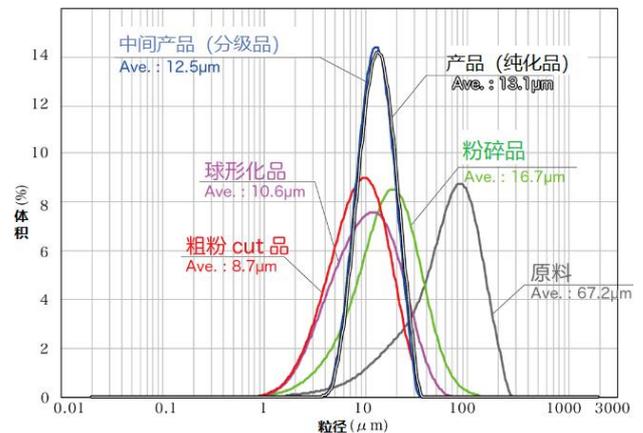


图9. 对石墨进行粉碎、球形化和分级处理的粒度分布变化。

表2 对石墨进行粉碎、球形化和分级处理而引起的物性变化

工序	D_{50} [μm]	振实密度 [g/cc]
原料	67.2	0.90
粉碎	16.7	0.52
球形化	10.6	0.88
分级①	8.7	0.78
分级②	12.5	1.06

根据以上结果可知，相比粉碎物的振实密度 ($0.52\text{g}/\text{cc}$) 而言，球形化处理后的振实密度变大为 $0.88\text{g}/\text{cc}$ 。另外，通过调整分级处理的分级点可以使振实密度值发生改变，而且通过除去微粉还可以使振实密度进一步提高。

3.2 通过向“NSM”里的石墨粉体添加粘结剂来进行粒子球形化处理

下面将向您介绍一下，以未经过机械性粉碎的石墨粉体作为原料，添加粘结剂，使用 NSM-350 型设备对其进行球形化处理的试验实例。实际上，通过原料的粉碎工艺达到粉体生成的这个目的是有利的，但是由于微粉的产生而造成产品的收率下降便是需要解决的课题。因此，我们试图通过省略粉碎工序降低整体的成本，以及球形化设备本身是否也可以对原料进行粉碎等因素，而将原料粉体（平均径 = 150 μm 左右）直接投入到“NSM”中以进行球形化处理，然后再向其添加粘结剂，并进行以下内容的球状化处理。在下面的表 3 中所展示出的便是所使用的原料、以及先使用“NSM”进行球形化处理、再添加水系或者高分子系的粘结剂来进行二次球形化处理过程中的各个阶段的粉体的 50% 粒径 (D50) 和振实密度的测量值。值得一提的是，在使用“NSM”进行球形化处理的过程中，尽管粒径变小了，但是振实密度却比粉碎前增大了，这也证明了对石墨原料的粉碎与对粒子的球状化处理是同时进行的。而从前面所示的表 2 的结果中也可以看出，通过对石墨的粉碎，应该粒径变小了，振实密度也变小了。因此，“NSM”设备的使用过程中原料粉碎和粒子球形化的两个过程再同时发生，另外在此过程中所生成的微粉也可能会出现凝聚从而增大粒径范围。在图 10 中所展示出的便是当时的原料以及进行各种处理后的样品的 SEM 图像。从其中的 b 可以看出，通过“NSM”处理后的粒子变得更圆更厚了，由此也可以证明在该处理过程中确实产生了对微粒子的造粒效果。此外，图 10 中的 c 是使用水系粘结剂进行球形化处理后的粒子图像，d 是使用高分子系的粘结剂进行球形化处理后的粒子图像，由其可见，根据粘结剂种类的不同，进行球形化处理后的粒子的外观和物性也会各不相同。

表 3 先使用“NSM”对石墨粉体原料进行球形化处理，再添加粘结剂进行二次球形化处理过程中的各个阶段的物料 D50 和振实密度

工 序	D50 [μm]	振实密度 [g/cc]
100 mesh 原料	59.5	0.80
粉碎+球形化	9.7	1.05
二次球形化（水系）	12.4	1.12
二次球状化（高分子系）	23.2	1.21

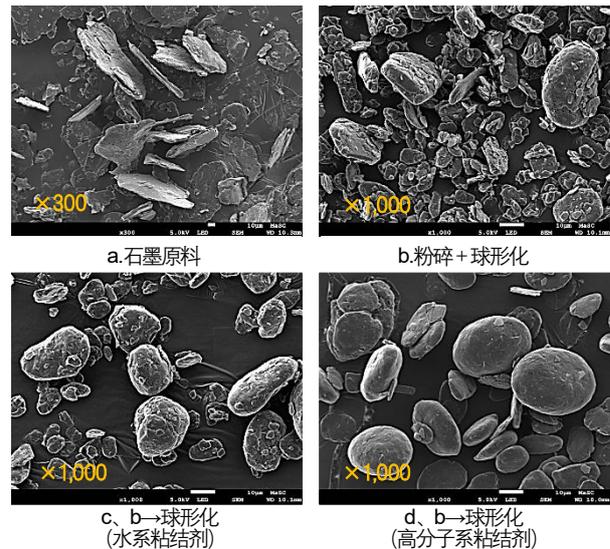


图 10 天然石墨原料粉体 a；使用“NSM”对 a 进行球形化处理后的样品 b；向 b 中添加水系粘结剂并进行球形化处理后的样品 c；以及向 b 中添加高分子系粘结剂并进行球形化处理后的样品 d 的 SEM 照片

3.3 使用“NSM”对石墨粉体进行造粒处理

对天然石墨进行造粒的目的是为了提高其流动性、改善其输送效果，或者赋予原本各向异性的石墨以各向同性的性质。下面，我们便将向您介绍一下使用“NSM”对薄片状石墨粉体粒子进行造粒处理的实例。

我们所使用的石墨粉体原料的平均粒径是 17 μm，但是因为其已经被进行了薄片化处理，所以其振实密度很小，仅为 0.14g/cc。在下面的表 4 中所展示出的便是使用“NSM”，并通过添加各种粘结剂以及调节转子的转速等参数来对此种粉体原料进行造粒处理的结果。通过改变加工条件，我们可以将造粒品的尺寸在大约 50~200 μm 间调整。

在下面的图 11 中所展示出的是石墨造粒品的 SEM 图像。与在 3.1~3.2 项中所介绍的石墨球形化品形状不同，这些造粒品比球形化品显得更厚且更接近于球体，但是其的表面并没有球形化品那么平滑。另外，虽然本应该对粒子的密度进行精确测量，但是单从 SEM 图像来看，造粒品粒子的密

表 4 对薄片状石墨进行造粒处理后的材料物性变化

工 序	D50 [μm]	振实密度 [g/cc]
原料	17	0.14
造粒 条件 1	46	0.58
造粒 条件 2	157	0.63
造粒 条件 3	201	0.78
造粒 条件 4	133	0.62

度似乎变小了。同时，需要特别说明的是，在此所介绍的结果并不是在最优加工条件下的试验数据。综上所述，“NSM”的运行条件是以转子的转速为主，除此之外，向设备容器中所投入的原料量也决定了球形化和造粒处理条件。通过改变加工处理条件便可以制造出各种各样的粒子形状的产品。

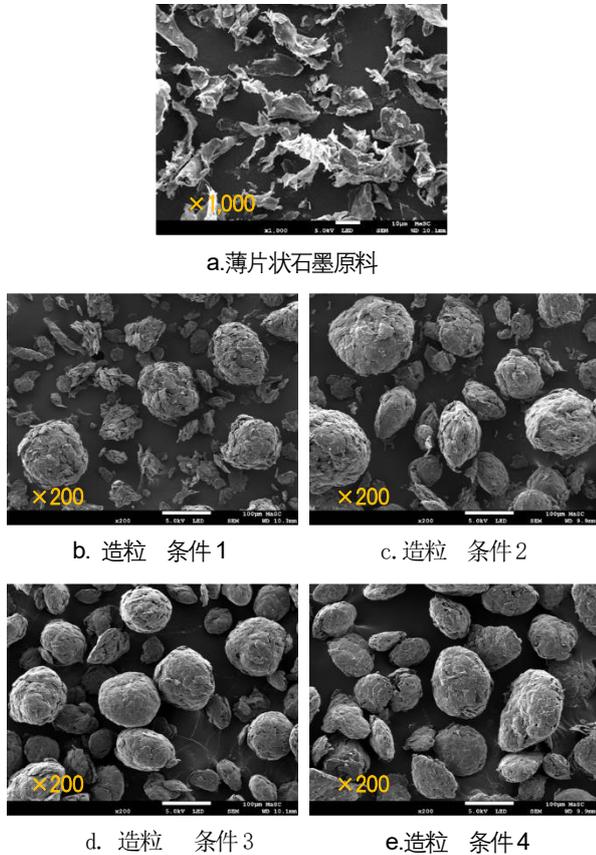


图11 石墨粉体（薄片状粒子）原料a；使用NSM-350型设备对a进行造粒处理后的粒子（处理条件1~4）b~e的SEM照片

3.4 使用石墨微粒子对树脂粉体进行包覆处理（粒子设计）

关于“石墨的包覆处理”其实包括两种情况：一种是把其它物质的微粒子包覆到石墨粒子的表面，另一种则是把石墨包覆到其它材料的表面。其中，把石墨包覆到其它粒子表面的目的是赋予被包覆处理后的粒子导电性、导热性和润滑性。下面，我们便将向您介绍一下使用天然石墨微粒子对聚乙烯（PE）树脂粉末进行包覆处理的实例。

在图12中所展示出的是，使用平均粒径约为 $8\mu\text{m}$ 的石墨粒子对平均粒径为 $100\sim 200\mu\text{m}$ 的PE粉体粒子的表面进行包覆和复合化处理前后的SEM图像。所使用的复合化处理设备为NSM-350型。根据该图可以看出，在进行复合化处理之前，PE粒子的表面实际已经附着着很多石墨的鳞片状粒子，但是在复合化处理之后，除了在PE粒子表面的一些难以施力的凹陷部分处依然有残留外，在其它位置已经基本上看不到石墨粒子了，我们认为这是由于石墨粒子已经嵌入了PE粒子的表面。

另外，通过在图13中所展示出的复合化处理前后的粒径分布可以看出，在复合化处理后原本由于石墨粒子所出现的峰值得以消减，由此也可以确认石墨微粒子已经被固定化到PE粒子的表面了。

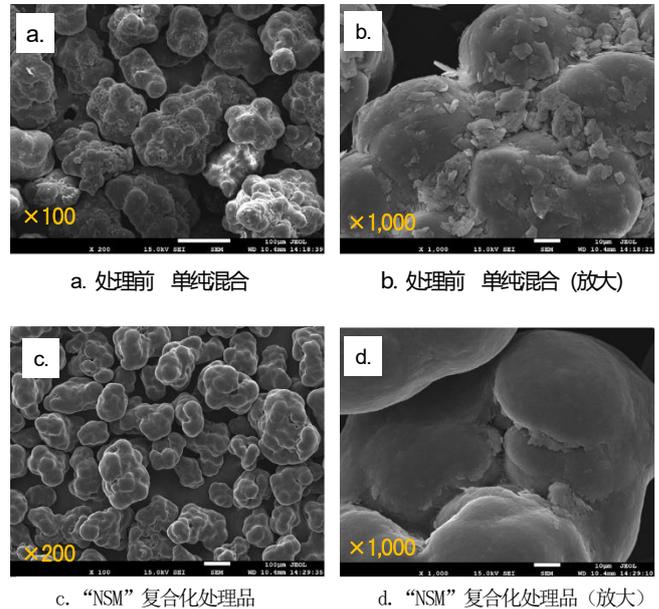


图12 PE粒子和石墨微粒子的单纯混合品a、b以及使用NSM-350型设备进行复合化处理后的粒子c、d的SEM照片

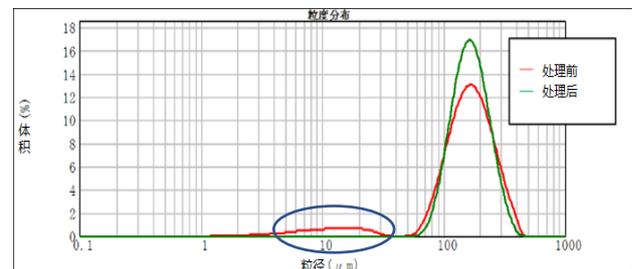


图13 对PE粒子和石墨微粒子进行复合化处理前后的粒径分布

以上所介绍的虽然是比较大的PE粒子（母粒子）与微小的石墨粒子（子粒子）的复合化处理实例，但是实际上我们还可以在母粒子和子粒子的粒径都更小的情况下进行复合化处理，例如使用亚微米~纳米尺寸的子粒子对粒径为数 μm 的母粒子进行复合化处理时，“NSM”的使用也是可行的。作为例证，我们在图14中向您展示了，通过“NSM”对一次粒径为 20nm 的碳黑与平均粒径为 $3\mu\text{m}$ 的聚丙烯粒子（PP）进行复合化处理后的粒子SEM图像。由此可以看出，在复合化处理后，碳黑微粒子以近乎均匀的状态附着在PP粒子的表面。

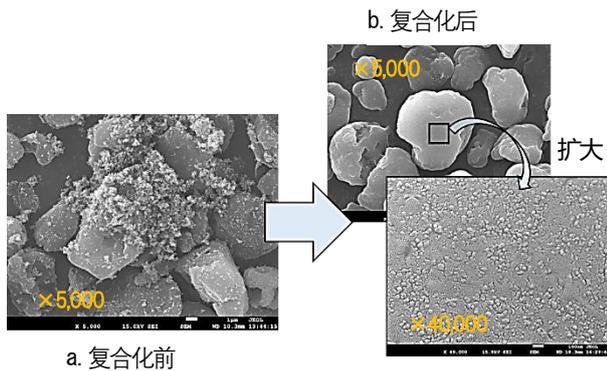


图14 使用“NSM”对平均粒径为 $3\mu\text{m}$ 的PP和粒径为 20nm 的炭黑进行复合化处理后的粒子的SEM照片

4. 结语

“NSM”可以对各种各样的材料进行加工处理。在本文中，我们主要着眼于石墨这种材料，并向您介绍了使用“NSM”对石墨进行处理，并使石墨粒子球形化或者造粒的实例。其实，天然石墨不仅仅是可以被用做铅笔芯，近年来还被用于制作充电电池的负极、导电助剂和电子设备的散热材料等，并且还作为石墨烯的原料而备受瞩目。

由于本文篇幅以及保密协议等的限制，在此我们无法再向您介绍更多的关于使用“NSM”对其它材料进行处理的实例了。但是，根据本公司的记录清单，至今为止我们已经使用“NSM”系列设备，面向50家以上的公司，并对60种以上的材料进行了试验，而且试验的总次数已经超过了1000次。我们希望此项技术能够发挥社会效应，并得到更广泛的应用，为此，我们不仅会对现有的三种型号的设备进行性能提升和产品改良，还考虑设计适用于科研机构的实验室用型号以及大中型的生产用机器。不论未来的产业界如何变化发展，我们都会努力做到第一时间进行对应处理，并不断创新出受各界欢迎、所需的MSN装置。

关于“NSM”，请您参照以下的链接。

<https://www.betterseishin.co.jp/product/plant/nsm/>

未经允许，请不要擅自对本文进行复制或抄袭。