

◆ 各社に見る 2023 年 最新粉体技術・機器・計測装置

## 円錐型リボン混合・乾燥機の 電池材料への適用事例

鈴木 慎也<sup>\*)</sup>

### 1. はじめに

近年、国際的にカーボンニュートラルが議論され、中でも国際エネルギー機関（IEA）から発表された報告書「Net Zero by 2050」では、2050年までにエネルギー関連の二酸化炭素排出量実質ゼロを目的としており、欧州を中心とした多数の国が賛同している。

本報告書では、2030年までに世界の自動車販売の60%を電気自動車化、2035年までに内燃機関車（乗用車）の新規販売停止がロードマップとして掲げられている。

日本国内においてもエネルギー基本計画が策定され、2030年までに、新車販売に占める「次世代自動車（EV、HV、PHV、燃料電池自動車、

クリーンディーゼル自動車を含む）」の割合を全体の5～7割にするという目標が掲げられており、車載用を始めとした二次電池の需要が増加している。

二次電池の需要増加に伴い、電池原料の生産設備の増設は必須であり、弊社においてもご相談をいただく機会が増えている。電池原料の生産においては、一般的に原料の酸化や金属不純物の混入は厳禁であることから、密閉容器での処理が望ましく、弊社が得意とする乾燥、熱処理の分野においては、製品の低水分化や、より高温での処理が要求されている。

弊社では、そのようなご要望に対して、円錐型リボン混合・乾燥機、リボコーン（図1）をご提案させていただくことが多い。

リボコーンは、逆円錐型容器に旋回リボン回転翼を収納した混合・乾燥装置である。材料の混合性能がよいことから高い伝導伝熱性も評価されており、そのシンプルな構造から、複数の追加仕様が選択可能である。

本稿では、電池材料の処理に有用と思われる、リボコーンの仕様を紹介する。

### 2. 高温仕様リボコーン

電池材料の処理について、ご相談いただく事例として、二次電池の陽極、負極材料の熱処理が挙げられる。

リボコーンは、ジャケット内部に熱媒体を供給することで伝導伝熱により材料加熱を行うことができる。熱媒体は、加熱温度により温水、蒸気、熱媒油等が選択可能である。

一般的に、熱処理をご要望の場合には、熱媒油での加熱をご提案しているのだが、既存のリボコーンでは、シール等、各所耐熱温度から熱媒油加熱で300℃までの対応を最大温度としていた。

今回350℃での運転が可能となるように、各部耐熱検討、基礎試験での熱膨張による装置影響調査を実施し、装置化している（図2）。

高温による影響を考慮して、装置には以下の工夫を行っている。

#### （1）電動機の過熱防止

リボン軸部にヒートシンクを設置している。軸部温度はヒートシンク二次側で60℃程度となり、電動機耐熱に問題ない範囲まで冷却できている。作業雰囲気温度等によって、さらに温度上昇が予測される場合は、軸の空冷、水冷も選定可能である。

<sup>\*)</sup> SUZUKI Shinya:

(株)大川原製作所 技術二部開発課

〒421-0304

静岡県榛原郡吉田町神戸 1235

TEL : 0548-32-9741

E-mail : \*s-suzuki@okawara-mfg.jp

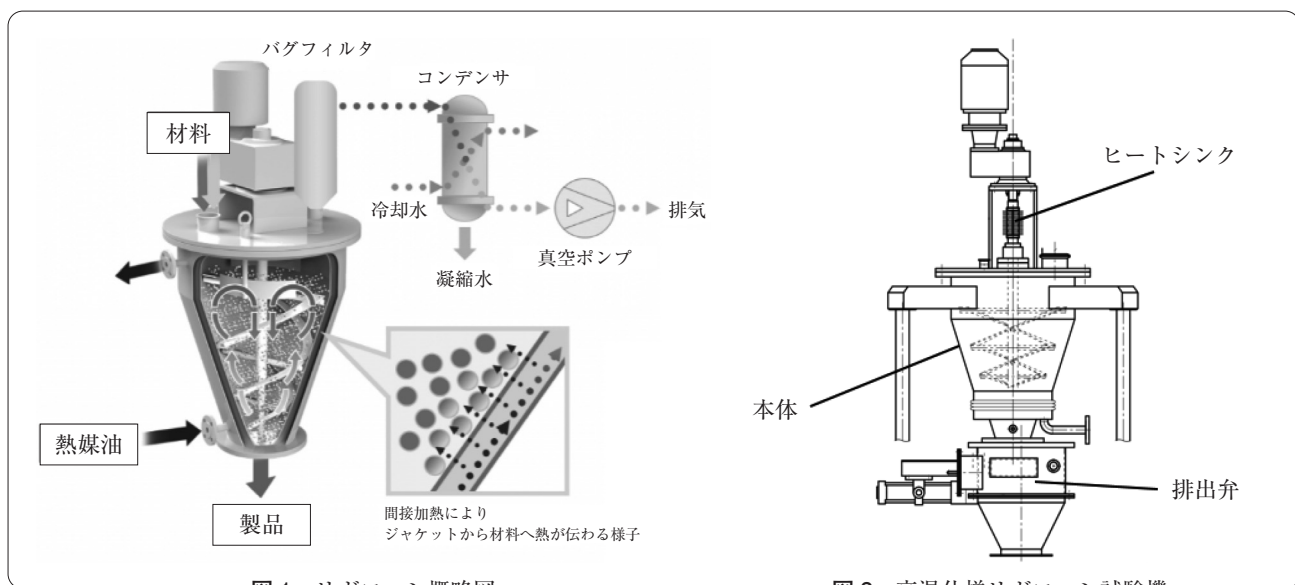


図1 リボコーン概略図

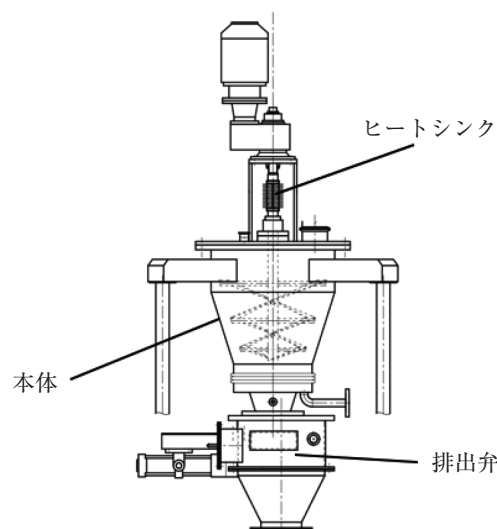


図2 高温仕様リボコーン試験機

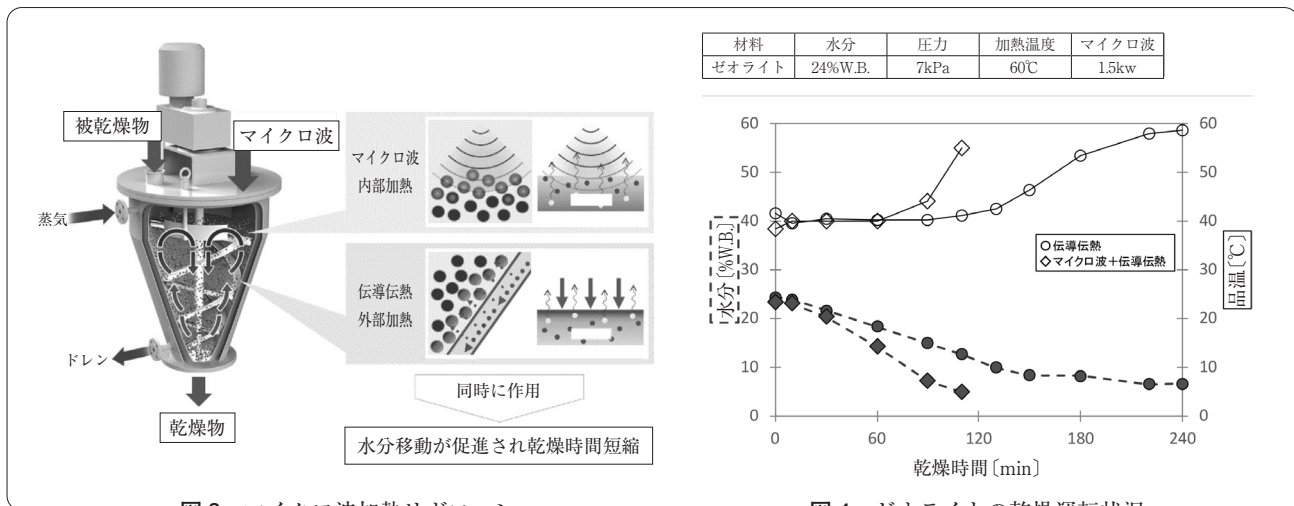
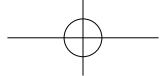


図3 マイクロ波加熱リボコーン

図4 ゼオライトの乾燥運転状況

## (2) シール材

一般的に高温部へのシール材質はFFKM製としているが耐熱温度350℃未満であることから、メタルOリングを選定している。ただし、メタルOリングは、再利用が難しく、ラボ機等比較的小型の装置において、頻繁な分解洗浄が想定され、作業性を優先する場合はFFKM製のOリングの選定も可能である。

## (3) バグフィルタ

装置天板上にバグフィルタ室を設ける場合、材料や装置からの輻射伝熱によるバグフィルタの表面が耐熱温度を超えることが懸念されたため、試験を実施している。模擬材料を用いて、350℃加熱で9時間の連続試験を実施した結果、品温は350℃、バグフィルタの表面温度は最大で212℃程度までの昇温であったことから、260℃耐熱相当のフィルタを選定している。

## (4) 排出弁

排出弁についてはフラップ式を採用している。熱膨張による弁体の緩み、シールの耐熱対策を実施している。弁体部のシールはFFKM製を採用している。

また、装置摩耗対策として、リボン・シェル内面にCoレスWCサーメット溶射を施工することも可能である。

## 3. マイクロ波加熱リボコーン

電池材料の乾燥処理においては、低水分までの乾燥を求められるお客様も多く、目標水分到達までに長時

間を要するケースや凝集物の発生で目標水分に到達できないケースなどが見られている。

リボコーンでは、容器内の材料をリボンの回転により持ち上げ、中心部に落として循環、混合する装置であるため、材料にせん断応力がかからず、一度形成した凝集物はなかなか崩壊しないという欠点があった。

これらの課題解決に期待してマイクロ波技術の専門メーカーである山本ビニター株式会社とマイクロ波加熱とリボコーンの伝導伝熱を組み合わせ、新たなハイブリット型の乾燥装置として、マイクロ波加熱リボコーンを共同で商品化した。(図3)

## 4. マイクロ波加熱リボコーンの特長

マイクロ波加熱リボコーンはリボコーン槽内にマイクロ波を照射するものだが、マイクロ波利用の一般的な長所として急速加熱、選択加熱、高熱効率、容易な加熱制御などが挙げられる。一方で短所として局部加熱、加熱むら、放電の発生、電磁波の漏洩リスクなどがいわれている。

リボコーンとマイクロ波技術を組み合わせ、リボンの攪拌作用により均一に混合されている材料に対し、マイクロ波を照射することで均一かつ選択的に揮発分(主に水)を加熱することができ、材料内部からの乾燥を促進させ、乾燥時間の短縮に期待ができる。

特に通常の伝導伝熱のみでは材料表面が加熱され、表面から水分が蒸

発するため、材料内部では水分の移動抵抗が大きく乾燥速度が低下するケースがある。乾燥時間が長くなるようなケースでは、マイクロ波加熱は有効と考えている。

マイクロ波加熱リボコーンの特長を以下に整理する。

- 1) リボコーンの循環流による均一な混合がマイクロ波の局部加熱や加熱ムらを解消抑制
- 2) 乾燥時間の短縮により熱劣化を最小限に抑える
- 3) 内部加熱の効果により乾燥による収縮を低減、ポーラスな乾燥品を得られる
- 4) 塊状や凝集体になりやすい材料を内部加熱によりほぐし、粉粒体の乾燥品を得られる
- 5) マイクロ波+真空伝導伝熱で乾燥時間の大幅短縮が期待できる

## 5. マイクロ波加熱リボコーンの実施例

次にゼオライト、炭酸カルシウムの乾燥例を紹介する。

図4にゼオライトの乾燥時の運転状況を示す。通常の真空伝導伝熱乾燥と合わせてマイクロ波加熱乾燥を行ったものである。このときマイクロ波は出力1.5kWで照射した。

通常の真空伝導伝熱のみの乾燥では150分までが一定の傾きで水分が低下しており、定率乾燥区間であった。その後、乾燥速度が低下し240分までの乾燥運転で5%W.B.まで水分が低下した。

一方、マイクロ波を照射した条件

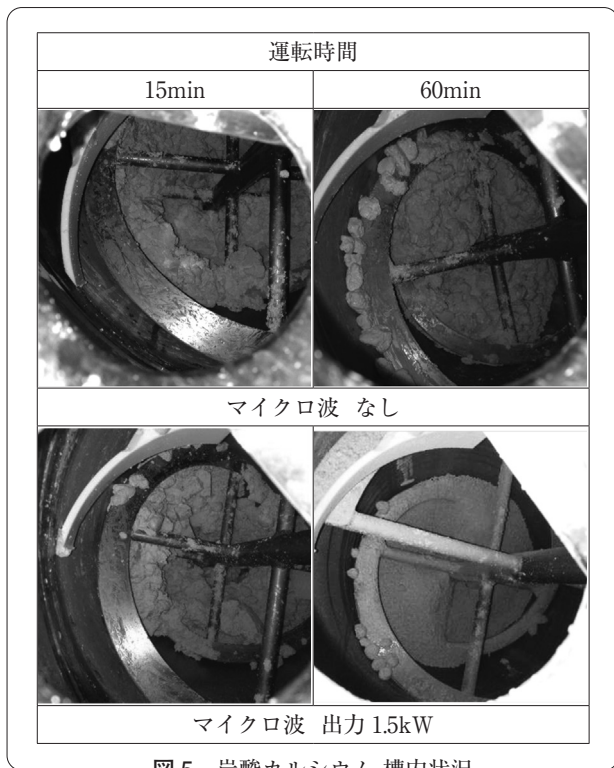
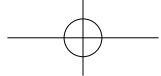


図5 炭酸カルシウム 槽内状況

は定率乾燥区間の乾燥速度は速く、80分で10%W.B.以下までの水分が低下した、5%W.B.到達は100分程度であった。マイクロ波照射時は低水分時での品温上昇が早く、減率乾燥区間での乾燥速度の低下がほとんど見られず、短時間で低水分までの乾燥が可能であった。

次に図5に炭酸カルシウムの乾燥運転後の装置内の状況を示す。本材料は通常の伝導伝熱のみの乾燥では運転開始60分の時点で数cmの凝集物が見られ、一部はリボン下部で塊状になっていた。凝集物は表面のみが乾燥し、乾燥速度が急激に低下する傾向が見られた。

マイクロ波を照射した条件では乾燥途中で凝集物が形成される傾向は同様だが、マイクロ波加熱により凝集物内部から加熱され、表面と内部の両方から蒸発が促進される。そのため伝導伝熱のみの加熱に比べ、内部の水分が早い段階で低下し、凝集物が崩壊し、低水分まで安定した乾燥が可能であった。

## 6. マイクロ波の併用による乾燥効率の向上

真空伝導伝熱乾燥にマイクロ波を加えた場合の伝導伝熱、マイクロ波

による熱量について、どのような変化を生むか前項同様のゼオライト、炭酸カルシウムで、伝導伝熱の熱量変化を把握するために熱源を蒸気に変更し流量の測定を行っている。

ゼオライトは無機物で多孔質となり、乾燥工程で凝集物の形成はなく、内部水分除去に移動抵抗の少ない材料となる。図6に水分と蒸発速度の関係を示す。

予熱、定率、減率区間において、マイクロ波0kW、1kW、2kWでマイクロ波による熱量分の蒸発速度増加が見られる。

図7に水分と蒸気流量の関係を示す。同区間において、蒸気流量の増加は確認されない。ゼオライトのような乾燥工程で凝集物を形成しなく、内部水分除去に移動抵抗が少ない材料においては、マイクロ波の併用による伝導伝熱の増加はなく、マイクロ波の出力分の熱量のみ蒸発速度が増加する結果となった。比較試験として、マイクロ波加熱のみでの乾燥試験を行っている。マイクロ波

加熱のみでは、マイクロ波で与えた熱量は水分蒸発、放熱量に使用され、70%程度が水分蒸発に使用された。伝導伝熱との併用では、前述の通りマイクロ波使用有無に関わらず、蒸気使用量は変化していない。リボコーンのようなジャケット構造の伝導伝熱乾燥機の場合、装置放熱面はジャケット外面が主となる。放熱量を伝導伝熱熱量で供給しているため、マイクロ波による熱量は効率良く材料に供給される。ジャケットタイプの伝導伝熱との併用では、マイクロ波の材料吸収効率は90～95%となった。伝導伝熱、マイクロ波加熱の併用でマイクロ波吸収効率増加の相乗効果を確認している。

次に乾燥工程において凝集物を形成し表面固化により内部水分蒸発の移動抵抗となる材料として炭酸カルシウムでゼオライト同様の試験を行っている。図8に水分と蒸発速度の関係を示す。予熱、定率、減率区間において、マイクロ波0kW、1kW、2kWでゼオライト同様にマ

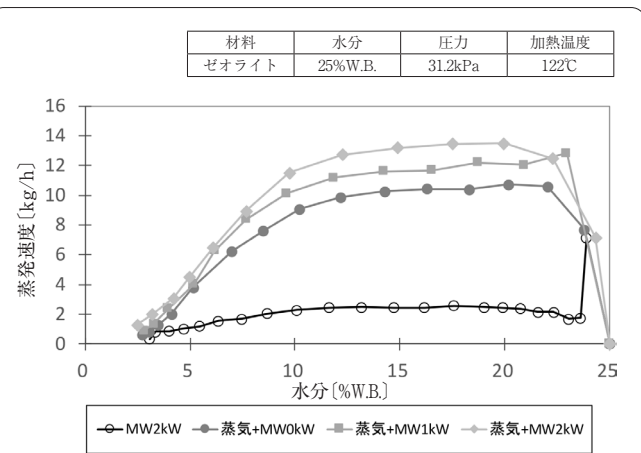


図6 ゼオライトの水分、蒸発速度の関係

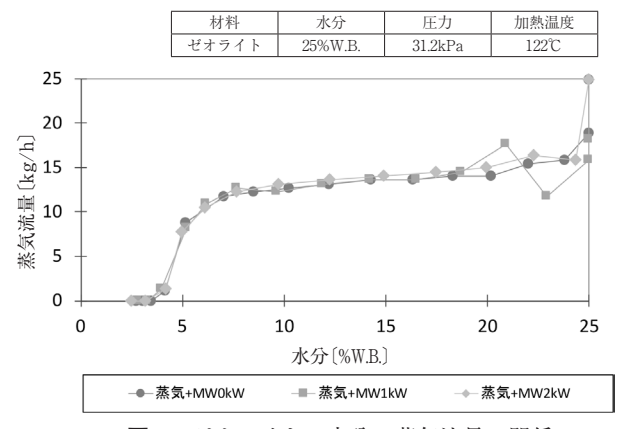


図7 ゼオライトの水分、蒸気流量の関係



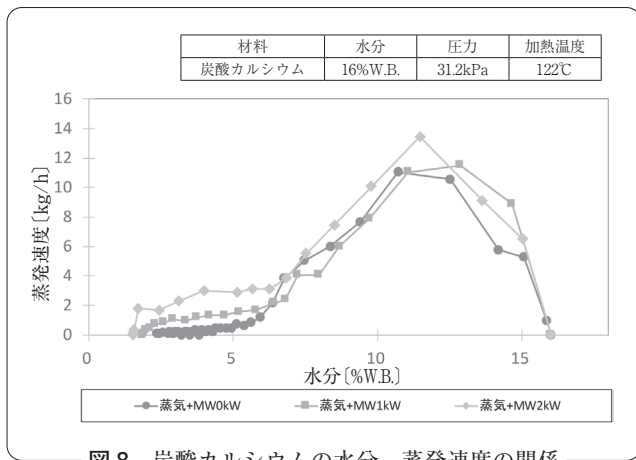


図8 炭酸カルシウムの水分、蒸発速度の関係

マイクロ波による熱量分の蒸発速度増加が見られる。減率乾燥区間において、0kW ~ 1kW, 0kW ~ 2kW を比較すると、2kW 時で大きく蒸発速度が増加している。図9に減率区間における水分と蒸気流量の関係を示す。試験ではサンプル採取や品温測定のため一時的に攪拌を停止しており、その後一時的に蒸気流量変動が見られたため、サンプル採取直後のデータは除外してプロットを引いている。マイクロ波 0kW, 1kW, 2kW で蒸気流量の増加が確認された。伝導伝熱のみで乾燥した場合、凝集物外面から先に乾燥することで、内部水分蒸発の抵抗となり、水分蒸発に時間を要する。マイクロ波を加えることで、内部水分を直接加熱し水分が減少し、凝集物が崩壊する。凝集物崩壊により、材料表面積が増加し伝熱面との接触効率が上がり、蒸気流量が増加している。炭酸カルシウムにおいてもマイクロ波の材料吸収効率は 85 ~ 95% となり、

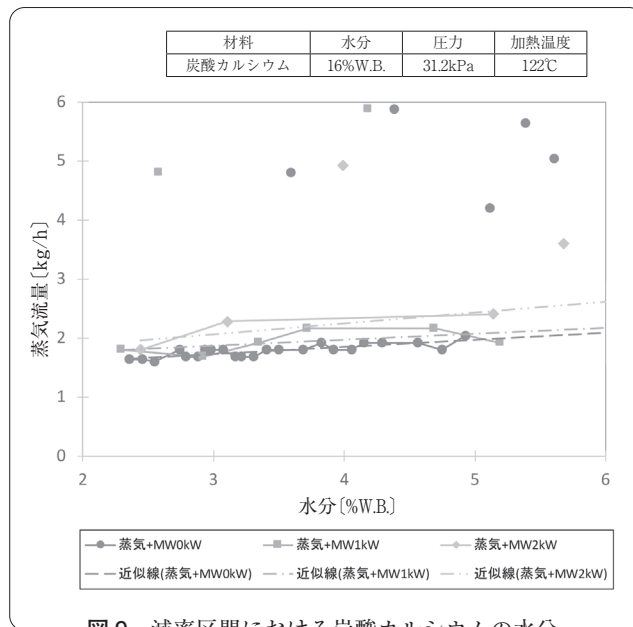


図9 減率区間における炭酸カルシウムの水分、蒸気流量の関係

伝導伝熱、マイクロ波加熱の併用でマイクロ波吸収効率が增加している。炭酸カルシウムのような乾燥工程において凝集物を形成する材料では、伝導伝熱の効率上昇、マイクロ波吸収効率増加の相乗効果が期待できる。

### 5. 最後に

リポコーンは 350℃での高温加熱による二次電池材料の熱処理やマイクロ波加熱を併用することができさまざまな材料に対し最適な加熱方法を選択可能である。マイクロ波加熱は揮発分を選択的に加熱することが可能であり、時間短縮だけでなく、反応や熱処理、省エネにも貢献できるものとする。

現在、弊社では電池・電子材料向

けに最高 350℃まで加熱可能なりリポコーン RM-50 型 (50L 仕込み), マイクロ波加熱リポコーン RM-10 型 (10L 仕込み), RM-50 型 (50L 仕込み) の試験機の設置し、試験実施の体制を整えている。

最近ではリモートでの試験対応もさせていただいている。これらの装置がお客様の製品開発の一助になれば幸いです。

### <引用文献>

- 1) 飯田晃弘, 円錐型リボン混合・乾燥機「リポコーンとその適用事例」, 化学装置, Vol.62, No.5 (2020)
- 2) 杉本隼人, マイクロ波加熱リポコーンの紹介, 化学装置, Vol.63, No.10 (2021)