

K317

液体二酸化炭素中での超音波キャビテーションを利用した微粒子の複合化

(福岡大工)○(正)松山清*・(正)三島健司

1. 緒言

コーティングやマイクロカプセル化技術等により表面改質を施された微粒子は、塗装、薬剤、化粧品、トナー、画像素子、食品などの多くの分野で工業的に利用されている。ナノ粒子によりコーティングを施されたマイクロサイズの複合粒子の流動特性は、表面コーティングにより大幅に向上する。本研究グループでは、液体二酸化炭素中での超音波照射により生成するキャビテーションの崩壊にともなう衝撃波を利用したナノ粒子の分散と複合粒子の生成方法について検討している¹⁾。本研究では、液体二酸化炭素中で $10\ \mu\text{m}$ オーダーの粒子径を有するタルク粒子 (Host particles) に TiO_2 ナノ粒子 (Guest particles) を被覆・複合化させることで、タルク粒子の流動性の向上について検討した。

2. 実験

2.1 試薬 液体二酸化炭素には、福岡酸素(株)製の液化炭酸ガス (純度 99.9%以上) をそのまま使用した。ホスト粒子には和光純薬工業(株)製のタルク粒子 (平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$)、ゲスト粒子には、表面未処理の Aldrich 製の TiO_2 (粒子径 $10 \times 40\ \text{nm}$) および表面に疎水性処理を施した Tayca 製の TiO_2 (粒子径 $15\ \text{nm}$) を使用した。

2.2 実験方法 超音波ホーンを接続した高压容器内 (150ml) に既知量のタルク (0.8g) および TiO_2 (0.2g) 粒子を仕込んだ後、液体二酸化炭素を高压容器に導入した。高压容器内の圧力および温度は、それぞれ 6.5MPa および 293K とした。超音波プロセッサを用いて、超音波ホーンより液体二酸化炭素中への超音波照射を試みた。超音波照射の様子は、耐圧性の窓板を通して観察した。超音波照射後、液体二酸化炭素の減圧操作時における液体二酸化炭素の気液界面にて発生する界面張力による TiO_2 ナノ粒子の凝集を防止するため、 T - P 線図上における気液境界線を通過しないように圧力および温度を操作しながら、減圧操作を行い、高压容器から複合粒子を回収した。

3. 実験結果および考察

液体二酸化炭素中での超音波照射により TiO_2 ナノ粒子を被覆されたタルク粒子の SEM 写真を Fig.1 に示す。タルク原粉と超音波処理を施したタルク粒子の表面を比較すると、超音波照射により凝集していた TiO_2 ナノ粒子の分散が促進され、 TiO_2 ナノ粒子がタルク表面に均一に被覆されていることがわかる。EPMA (Electron Probe Micro Analyzer) により、タルク粒子表面のマッピング元素分析を行った結果、タルク粒子表面に Ti 元素のシグナルを確認できたことから、タルク粒子表面を被覆している粒子は TiO_2 であることを確認した。複合粒子の安息角を測定したところ、タルク粒子の流動性も向上していることがわかった。

一方、振とう試験および水中での超音波照射によりタルクと TiO_2 ナノ粒子の複合化を試みたところ、Fig.2 に示す

ように均一な TiO_2 ナノ粒子によるタルクの被覆は達成できず、凝集した TiO_2 粒子がタルク表面に付着している程度であることがわかった。これらの結果として、振とう処理においては、 TiO_2 粒子の分散が困難であることが理由と考えられる。また、水中での超音波処理においては、水を乾燥により除去するときに気液界面間に働く界面張力が、 TiO_2 ナノ粒子の再凝集を促したためと考えられる。

また、タルク+ TiO_2 (hydrophobic)複合粒子の表面特性を調べるために、複合粒子を塗したシート上に $10\ \mu\text{L}$ の水滴を滴下したところ Fig.3 に示すように接触角を得た。タルク原粉に比べ、複合粒子は大きな接触角を得た。この結果より、複合化によりタルクの表面特性が大きく変化したことがわかる。

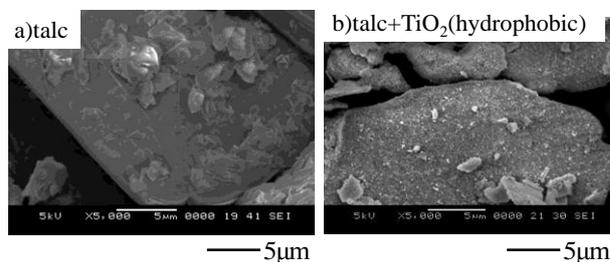


Fig.1 液体二酸化炭素中で超音波照射により生成したタルク+ TiO_2 (hydrophobic)複合粒子の SEM 写真(a)タルク原粉,(b)複合粒子

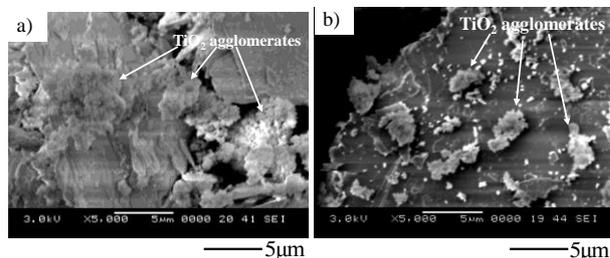


Fig.2 振とう処理(a)および水中での超音波照射(b)により得られたタルク+ TiO_2 複合粒子の SEM 写真

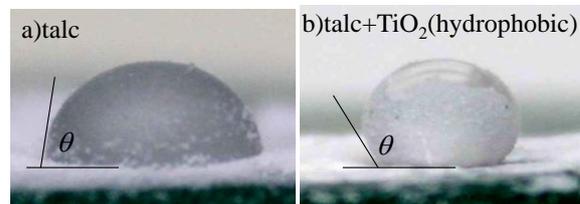


Fig.3 液体二酸化炭素中で超音波照射により生成したタルク+ TiO_2 (hydrophobic)複合粒子のぬれ試験(a)タルク原粉,(b)複合粒子

文献 1) K.Matsuyama, K.Mishima, *Ind.Eng.Chem.Res.*, in press.
*TEL:092-871-6631 内線 6449 FAX 092-865-6031,
E-mail mtym@fukuoka-u.ac.jp