

(岡山大工)○島尾修二・(岡山大院自)河津隆史・(正)吉田幹生・(正)押谷 潤・(正)後藤邦彰*

1. 緒 言

ナノサイズの粒子状物質は様々な分野で注目されている。しかし、ナノサイズの粒子は乾燥状態で凝集体を形成しやすいため、気相合成したナノ粒子を原料として用いる液相粒子プロセスや粒子径分布などの評価では、液中でナノ粒子の凝集体を一次粒子の状態にする分散操作が必要である。この分散方法としては、超音波加振機を用いる方法やせん断力を発生させるホモジナイザーなどが提案されているが、工業的には媒体攪拌式分散法(ビーズミル)が多くに用いられている。本研究では、媒体攪拌式分散法の粒子分散性能の向上を目的として、分散媒体粒子(ビーズ)の分散効果に対する pH および分散媒体粒子の材質の影響について検討を行った。

2. 実験方法

分散対象粒子として親水性球状シリカ(個数中位径 $D_{p50}=74\text{nm}$)を、分散媒体粒子として粒子径 $96\sim 376\mu\text{m}$ の 3 種類のアルミナビーズ、粒子径 $95\sim 358\mu\text{m}$ の 3 種類のジルコニアビーズ、粒子径 $82.5\sim 327.5\mu\text{m}$ の 6 種類のガラスビーズを使用した。

分散実験では、メノウ乳鉢にビーズ(全ビーズ体積で 1.37ml)と、ビーズの全表面に単一粒子層として被覆できる量の 4 分の 1 量のシリカ粒子を投入し、pH を 3~9 に調整した溶液をビーズの量に対して 69vol% 加え、10 分間手動混合した。この混合物に 50ml の超純水を加え、pH を 7 付近に調整後、水中で 30 分間超音波照射(130W)した。超音波照射後、静置した試料の上澄み液を取り出し、上澄み中の粒子を分散粒子として、レーザ回折/散乱法及び動的分散法により粒子径分布を測定した。また分散媒体粒子の材質による違いのみを見るために、混合時に液を加えず乾燥状態で分散媒体粒子と試料粒子を混合した後、超純水を加え超音波照射し、粒子径分布を測定した。

3. 結果と考察

Fig.1 に、それぞれのビーズについてビーズ径を変化させ、乾燥状態で混合を行った時の分散対象粒子の個数中位径を示す。ガラスビーズを分散媒体粒子として用いた場合、粒子径 $137.5\mu\text{m}$ で最もよく分散し、アルミナビーズ・ジルコニアビーズでは粒子径が小さいほどよく分散することが分かる。ビーズ材質が異なると Hamaker 定数が異なるので、粒子径が同じ場合、ビーズ-シリカ間の付着力はアルミナ<ジルコニア<シリカの順に大きいと考えられる。この順と分散効果の

大きさが一致することから、材質による分散効果の違いは、シリカ付着状態の違いによる、ビーズ衝突により生じる分散力の伝わりやすさの違いが原因と考えられる。

Fig.2 に、Fig.1 でそれぞれ分散効果の最も高かった粒子径のビーズを用い、混合時の溶液の pH を 3~9 に変化させて実験を行った時のシリカの個数中位径を示す。ジルコニアでは pH4 付近、アルミナでは pH5~7 で最も良く分散した。これらの pH ではシリカが負のゼータ電位を持ち、ビーズが正のゼータ電位を持つため、ビーズ-シリカ間に静電引力が働く。このため、ビーズの衝突による分散力が伝わりやすくなり、良く分散したと考えられる。

これらのことから、分散媒体粒子の材質および攪拌・混合時の溶液の pH を分散対象粒子-ビーズ間付着力が高くなるように最適化することで、媒体攪拌式分散法の分散性能が向上すると考えられる。

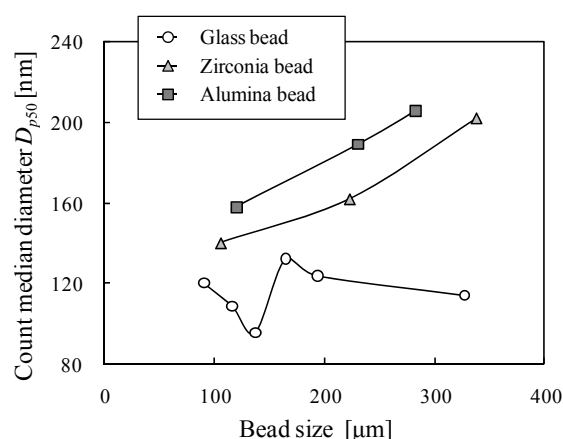


Fig. 1. Effect of bead size and material of bead on dispersion result

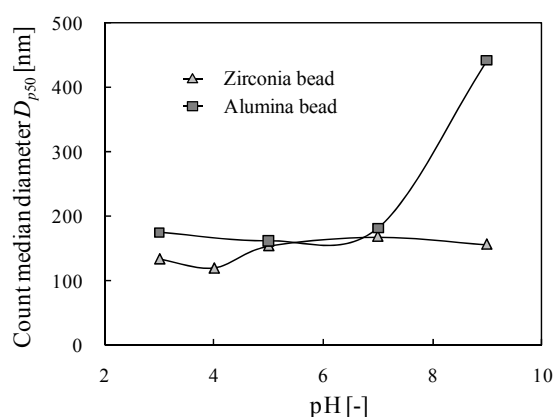


Fig. 2. Effect of pH on dispersion result

*TEL: 086-251-8084, E-mail: gotoh@cc.okayama-u.ac.jp