



Design of Functional Polymer Dispersant for Dispersion/Assembly Structure Control of Particles and Material Processing

Motoyuki IJIMA¹

Background and Aims: Slurries in which fine particles are highly dispersed in liquid media are utilized in a wide range of material processing, including those in the fields of energy, environment, catalysis, and pharmaceuticals. Controlling the dispersion state and assembly structure of fine particles is key to improving the handleability of slurries and the performance of the final products. Herein, we review some examples of applying a partial complex of polyethyleneimine (PEI) and fatty acids as functional polymer dispersants to control particle dispersion and assembling behaviors in liquid media. Further, focusing on ceramic processing, we demonstrate that the particle dispersion/assembling control by functional polymer dispersants can be implemented in material microstructure control and three-dimensional structuring.

Methods and Results: A complex of PEI and fatty acids was simply prepared by mixing PEI and fatty acids in nonaqueous solvents. The designed PEI based complex was found to adsorb on various series of particles which enabled to improve the dispersion stability of multi-component slurries. In addition, particle assembling control was achieved through a strategic mixing sequence of the slurries containing PEI based complex. By utilizing this particle assembling technique, the microstructure control of ceramic green bodies comprised of Si and sintering aids, which were designed for post-reaction sintering process of Si_3N_4 ceramics, was successfully achieved to improve material properties. Further, interparticle photo-cross-linkable slurries can be designed by the leverage of free amine groups in PEI based complex fixed on particles as cross-linking reaction sites. The designed photocurable suspension played an important role in achieving rapid 3D structuring of densified and porous ceramic components.

Conclusions (Outlooks): Partial complex of PEI and fatty acids was designed as polymer dispersants possessing multifunctional properties enabling particle dispersion control, particle assembling, and provision of stimuli-responsive reaction sites. The designed functional polymer dispersant played an important role in microstructure control and 3D structuring of ceramic components. We believe that the present technology is expected to make a significant contribution to the continued evolution of powder-based processes in materials development.

Keywords:

Ceramics
Dispersion
Particle assembly
Microstructure control
Additive manufacturing

¹ Associate Professor, Faculty of Environment and Information Sciences, Yokohama National University, JAPAN

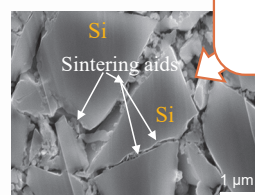
Dispersion control



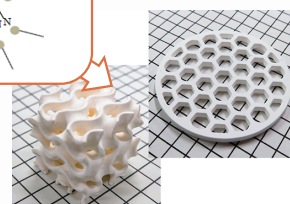
Particle assembling



Functional polymer dispersant



Microstructure control



3D structuring



機能性高分子分散剤の設計に基づく微粒子の 分散・集合構造制御と材料プロセッシング

飯島 志行

横浜国立大学大学院環境情報研究院 准教授

抄 録

微粒子を液中へ高濃度に懸濁させたスラリーは、エネルギー、環境、触媒、医薬などの多岐にわたる材料創成プロセスで活用されている。液中における微粒子の分散と集合状態の制御は、これらの部材を製造するプロセスにおけるスラリーのハンドリング性や、最終的に得られる部材の機能発現に向けて重要な鍵である。本稿では、ポリエチレンイミンと各種の脂肪酸やアニオン性界面活性剤を混合することで得られる会合体を、機能性高分子分散剤として微粒子の液中における分散と集合構造制御に活用した事例を紹介する。さらに、セラミックス部材のプロセッシングを対象として、機能性高分子分散剤を用いた微粒子の分散と集合構造制御法に基づいた、部材の微構造制御や三次元造形技術への展開事例を紹介する。

1 はじめに

微粒子を液中へ高濃度に懸濁させたスラリーは、エネルギー、環境、触媒、医薬などの多岐にわたる分野に応用されるセラミックス部材、ポリマーコンポジット部材や、複合粉体の創成プロセスに活用されている。液中における微粒子の分散と集合状態の制御は、これらの部材を製造するプロセスにおけるスラリーのハンドリング性や、最終的に得られる部材の機能発現に向けて重要な鍵である。一例として図1には、光硬化型バインダーを溶解した溶剤にSiO₂粉体を高濃度に懸濁させたスラリーを用いて、円柱形状に成形したのち、1400°Cに昇温させることで脱脂と焼結を施した様子を示す^[1]。図中に示したいずれの試料もスラリーの配合比と成形プロセスは同じである。一方、原料の混合操作は異なっており、条件Aでは遊星混合後にボールミル処理、Bでは遊星混合のみ、Cでは意図的な凝集体の生成操作（スラリーを乾燥して得た粉体を再度液中に分散化）を施している。原料やスラリーの配合組成が全

く同一であっても、粉体の混合操作やそれに伴う微粒子の分散と集合状態の変化にともなって、最終的に得られる材料の機能や特性（光透過性や密度）は大きく変化する。図1は、SiO₂粉体1種類を懸濁させたスラリーを用いて円柱形状を成形した比較的



図1 異なる原料混合操作で調製したスラリーから得た成形体（A：遊星混合とボールミル、B：遊星混合、C：意図的な凝集体生成操作、スラリーの配合組成や成形プロセスは同一）を焼成した様子。

Fig. 1 Appearance of SiO₂ components sintered from a green body prepared using slurries processed through different mixing procedures (A: planetary mixing and ball milling, B: planetary mixing, C: intentional aggregate formation. The slurry composition and shaping process were fixed.).

単純な系の例であるが、実部材の設計や製造にあたっては、素性の異なる複数種類の原料粉体を同時に分散させる必要があったり、より複雑な外形状に成形する必要があったりするなど、高度なスラリー設計が求められている。本稿では、このような要求に応えるべく、各種原料粉体の液中における分散化と、微粒子の集合構造制御を実現するための、機能性高分子分散剤の簡便な設計アプローチを概説する。さらに、機能性高分子分散剤を用いた微粒子の分散と集合構造制御技術を活用した、セラミックス部材の微構造設計と三次元造形技術への展開事例をご紹介します。

2 微粒子の液中分散と集合構造制御のための機能性高分子分散剤の設計

図2には一例として、ポリエチレンジイミン (PEI) を用いた機能性高分子分散剤の設計例を示す^[2]。PEI はエチレンジイミンユニットの繰り返し構造を有するポリマーであり、一般に1級、2級および3級アミンが混在することから分子鎖が三次元状に発達した構造を有する。1級、2級および3級アミンの割合は、¹H および ¹³C NMR によって定量化が可能であり^[3]、本稿で使用する PEI (分子量 1800) はモル比で1級:2級:3級=39:34:27である。PEI は親水性アミンを豊富に有するポリマーであるため、極性が低い溶媒には一般に溶解しないが、オレイン酸などの脂肪酸やアニオン性界面活性剤が一定量介在するとカルボキシル基などのアニオン性頭基が PEI のアミンに配位し、PEI が部分的に疎水化されて溶解する。例えば、図2にはトルエンに PEI を溶解した様子を示すが、PEI のみでは白濁した溶液が得られる一方で、PEI を構成するモノマーユニットに対して 5 mol% 以上のオレイン酸を添加すると PEI が溶解して溶液は透明化することが確認できる。

このような単純な混合操作で得られる PEI と脂肪酸の会合体は、スラリー中における微粒子の分散と集合状態の制御にあたって多機能性を発現する。まず、PEI と脂肪酸の会合体が有するフリーなアミン基を介して、SiO₂、Al₂O₃、ZrO₂、Si₃N₄、AlN、Si など様々な材質の微粒子に対して効果的に吸着することができる。さらに、PEI と脂肪酸の会合体を微粒子上に飽和吸着させると、溶剤中に微粒子を高濃

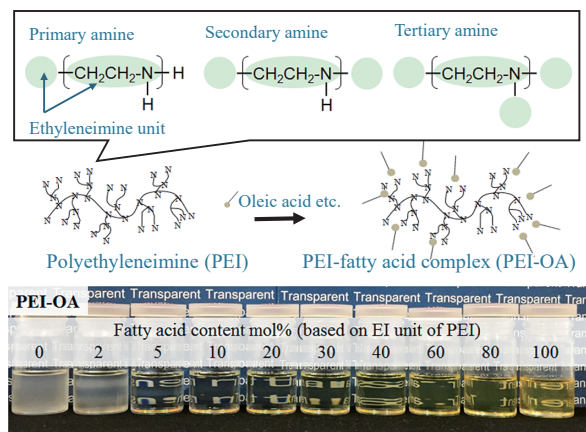


図2 PEI とオレイン酸からなる会合体の概念図およびオレイン酸の介在下でトルエン中に PEI を混合した溶液の外観。

Fig. 2 A schematic illustration of a complex of PEI and oleic acid and the appearance of the toluene solution of PEI with oleic acid.

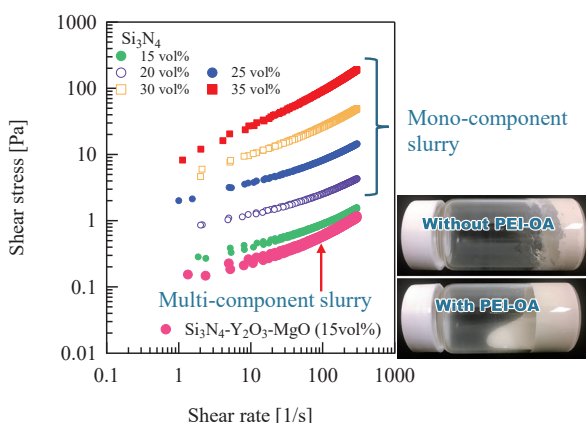


図3 Si₃N₄/トルエンおよび Si₃N₄-Y₂O₃-MgO/トルエンスラリーの流動曲線と Si₃N₄/トルエンスラリーの外観。

Fig. 3 Flow curves of Si₃N₄/toluene and Si₃N₄-Y₂O₃-MgO/toluene slurries and the appearance of Si₃N₄/toluene slurry.

度に懸濁させながら分散安定化させることが可能である。図3には、Si₃N₄ 微粒子をトルエン中に懸濁させた際の外観と、得られたスラリーの流動曲線を示す。Si₃N₄ 微粒子のみをトルエン中に懸濁させると、スラリーは固化し、流動曲線の測定も不可能であったが、PEI とオレイン酸の会合体 (PEI-OA) を Si₃N₄ 微粒子に飽和吸着させると、スラリーが高い流動性を発現するようになる。また、得られたスラリーの流動曲線をレオメータにより評価すると、スラリー中における粒子濃度が大きい条件であって

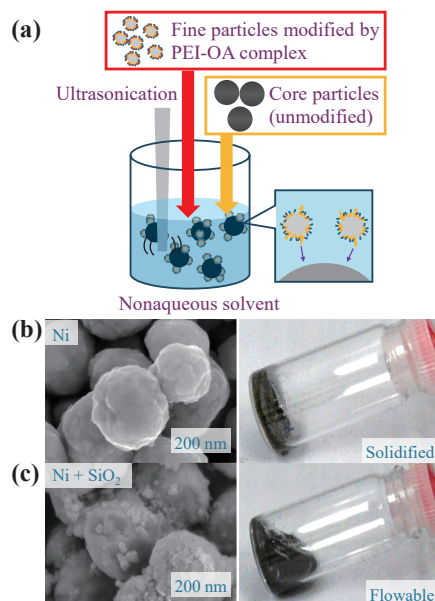


図4 (a) 表面未修飾粒子と PEI-OA 修飾粒子の配合プロセス, (b) Ni 微粒子および (c) Ni と PEI-OA 修飾 SiO_2 微粒子をトルエンに懸濁した様子とスラリーから回収した微粒子の SEM 写真。

Fig. 4 (a) Schematic illustration for the mixing process of raw particles and PEI-OA modified particles and appearance of toluene slurries presented with SEM images of particles collected from corresponding slurries (toluene slurry with (b) Ni and (c) Ni and PEI-OA modified SiO_2).

も、せん断速度の上昇と下降の過程で流動曲線にヒステリシス性は認められず、せん断印加により崩壊する粗大な凝集構造のないスラリーが得られる。PEI-OA は各種の微粒子表面に吸着可能であることから、セラミックス材料のプロセッシングで多用される多成分系のスラリーについても、液中へ高濃度に分散させることができる。また、詳細は原著をご覧いただきたいが、PEI の分子量、脂肪酸やアニオン界面活性剤種やその会合比を選択することで各種構造の会合体が調製でき、会合体の構造に応じてスラリーの流動特性の制御も可能である^[2,4,5]。

PEI と脂肪酸の会合体は、多成分系スラリーの均一分散化のみならず、原料配合法の工夫によって微粒子の集合構造の制御にも活用可能である^[6]。図4には、PEI-OA を用いて非水系溶媒中へ微粒子 (SiO_2) を分散したのちに、表面未修飾の微粒子 (Ni) を懸濁させた際のスラリーの様子と、当該スラリーから回収した粒子の電子顕微鏡 (SEM) 写真を示す。Ni 微粒子のみを 20 vol% となるように懸濁させた場合

にはスラリーが固化した一方で、PEI-OA を修飾した SiO_2 微粒子を介在させると、スラリー中における固相分濃度は増大するのに関わらずスラリーは流動化した。PEI-OA を修飾した SiO_2 微粒子が、 SiO_2 微粒子上の PEI-OA 層 (のアミン基) を介して表面未修飾の Ni 微粒子に吸着し、 SiO_2 被覆 Ni 微粒子の形として液中に分散したものと考えられる。上述のよう、PEI と脂肪酸の会合体は様々な材質の微粒子に対して効果的に吸着することから、カーボン/ SiO_2 、Au/ TiO_2 、架橋ポリスチレン/ SiO_2 など、様々な母粒子/子粒子の組み合わせに適用できる。

3 微粒子の分散と集合構造制御技術を活用したセラミックス部材の微構造設計と三次元造形

上記で概説した機能性高分子分散剤と微粒子の分散技術を活用して、微粒子から製造される各種部材の微構造と外形状の制御が可能となり、それに基づく材料機能の設計にも応用できる。ここでは、筆者らが近年取り組んできたセラミックス部材の構造と機能設計に応用した事例をいくつか取り上げたい。

図5には、ポスト反応焼結法により窒化ケイ素 (Si_3N_4) セラミックス部材を作製するプロセスの過程で、微粒子の分散と集合構造制御を取り入れた効果を示す^[7]。ポスト反応焼結法とは、 Si_3N_4 原料粉体と比較して安価な Si 粉体を原料として Si_3N_4 セラミックスを作製するプロセスである。具体的には、Si 粉体と焼結助剤 (Y_2O_3 , MgO) 粉体を用いて成形体を作製したのち、およそ 1375°C で Si を Si_3N_4 に窒化させ、液相焼結により緻密な Si_3N_4 セラミックスを得るプロセスである。しかし、Si の窒化温度が Si の融点と近いうえ、Si の窒化は発熱反応であることから、成形体中で Si 粉体が接触していると窒化で生じた反応熱が伝播して成形体内で窒化反応が促進する。最終的には成形体内の温度が上昇して Si が溶融する。Si が溶融すると、成形体内に粗大な欠陥が形成され、焼結後に得られる部材の力学的強度は大きく低下することになる。この問題を解決するため、図4で示した概念に基づき、焼結助剤粒子に PEI-OA を飽和吸着させて非水系溶媒に分散化したのち、表面未修飾の Si 粉体を混合したスラリーから成形体を作製した様子を図5に示す。典型的なボールミル処理により作製した Si- Y_2O_3 - MgO

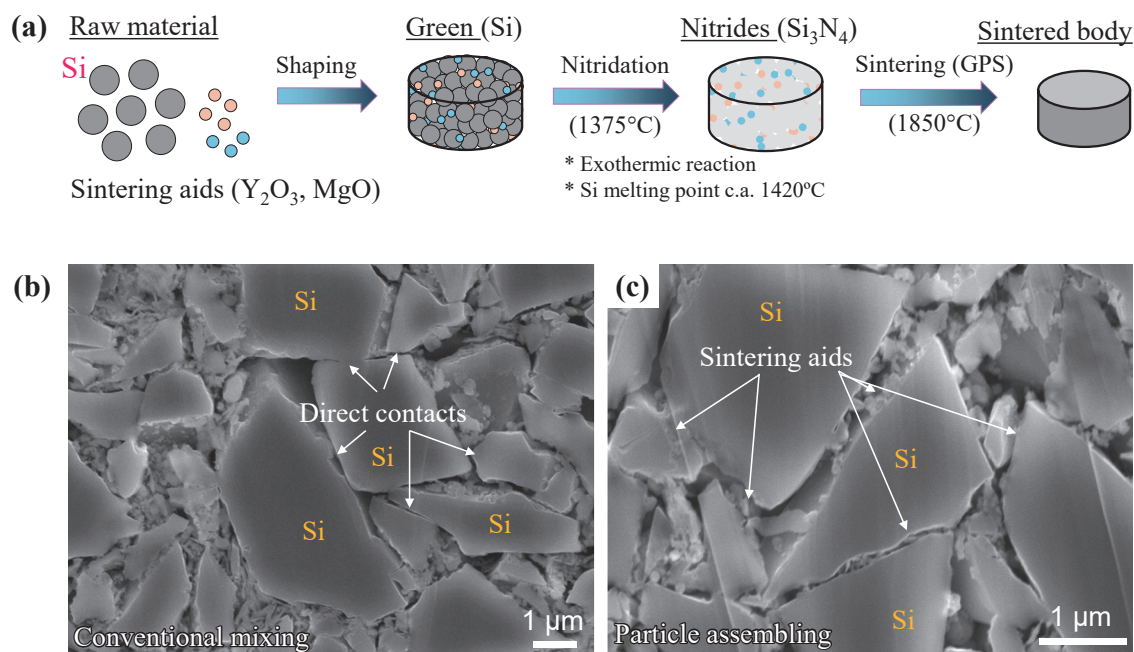


図5 (a) Siと焼結助剤 (Y_2O_3 , MgO) を原料としたポスト反応焼結法による Si_3N_4 セラミックスの製造プロセスと、(b) 典型的な混合プロセスで作製した Si - Y_2O_3 - MgO 成形体の微構造および (c) 焼結助剤微粒子を Si 粒子まわりに集積させたスラリーから得た成形体の微構造。

Fig. 5 (a) Fabrication process of Si_3N_4 ceramics through post reaction sintering process using Si, Y_2O_3 and MgO as reagents. Microstructures of Si - Y_2O_3 - MgO green bodies prepared from a slurry with (b) conventional mixing and (c) modified mixing process which sintering aids were assembled on Si particles.

系スラリーから得た成形体では、Si 粉体同士が接触した構造を有し、窒化反応時には Si の溶融も認められた。一方、図4に基づいたプロセスで調製したスラリーから得た成形体では、Si 微粒子間に焼結助剤粒子が存在しており、スラリー中で焼結助剤粒子が Si 粒子の周りに集積していたことが示唆された。Si 粒子同士の接触が抑制された結果として、窒化反応操作における Si の溶融現象も抑止でき、焼結体の密度も向上した。

図6には、セラミックスの積層光造形プロセスに機能性高分子分散剤を取り入れた効果を示す。積層光造形法では、透明な底面をもつ液槽に光硬化性スラリーを充填し、ステージを所定のギャップ幅 (25~100 μm) で液槽底面まで接近させたのち、位置選択的な光照射によって任意形状の硬化層を形成させて、ギャップ幅分引き上げる。この操作を繰り返し、光硬化層を積層させることで立体成形体を作製したうえで、脱脂、焼結する。従来の成形プロセスでは実現できない任意の複雑形状セラミックスが設計できるため、近年注目されているプロセスであ

る。本プロセスを実現するためには、原料微粒子が高濃度で分散し、流動性に優れ、光硬化性を有するスラリー設計が求められる。また、光硬化体に十分な力学特性を与える必要があるため、一般的な処方ではスラリーに多量のモノマーが配合されており、後段の脱脂操作で非常に長い熱処理時間が求められる点に課題がある。筆者らはこれらの要求や課題に対して、機能性高分子分散剤を活用した粒子間光架橋性スラリーを提案してきた。本手法では、PEI-OA を飽和吸着させてセラミックス原料微粒子を溶剤に高濃度で分散させたうえ、光重合開始剤とごく微量の多官能アクリレート (MA) を配合する。ここに紫外光を照射すると、MA の光ラジカル重合と、この重合反応熱に惹起される PEI-OA のアミンと MA のアクリロイル基間のマイケル付加反応によって粒子間にナノスケールな樹脂架橋が形成してスラリーが硬化する。PEI-OA のフリーなアミン基に架橋反応点としての機能を付与することで、ごく微量のモノマー配合量でも効果的に光硬化するスラリーの設計が実現した。このスラリー設計概念を応用するこ

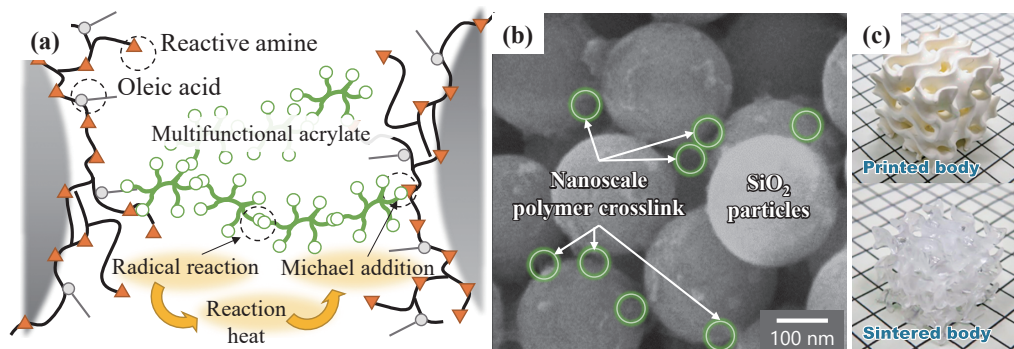


図6 (a) 粒子間光架橋性スラリーの設計概念, (b) 粒子間光架橋性スラリーから得た光硬化体の微構造および, (c) 粒子間光架橋性スラリーから得た三次元積層光造形体 (SiO_2) とその焼結体

Fig. 6 (a) A schematic illustration for interparticle photo-cross-linkable slurry, (b) microstructure of photocured body prepared from interparticle photo-cross-linkable slurry, and (c) green and sintered SiO_2 body manufactured by stereolithography process.

とで、積層光造形法を活用した複雑形状成形体の設計が可能である。さらに、光硬化体中に存在する樹脂量が少ないため、従来プロセスと比較して格段に高速な焼成操作により、成形体の脱脂と焼結緻密化が可能である^[8-11]。

図6のスラリー設計概念図より、PEI-OAを吸着した粒子の表面は、親水性のアミンと疎水性のオレイン酸が共存する両親媒性の構造を有している。この両親媒性の界面特性を活用すると、PEI-OAを飽和吸着させた微粒子を油相（トルエン）と水相の界面に吸着させた、w/o型ピッカリングエマルションも調製できる（図7）。このようなw/o型ピッカリングエマルションの連続相で図6と同様な粒子間架橋の生成反応を施すと、ピッカリングエマルションを光硬化させることができ、光硬化体には必要に応じて切削加工などにより任意の外形状を付与することも可能である。得られた光硬化体に乾燥とネットワーク成長のための焼成操作を施すと、分散相に由来した気孔を有する多孔質体が設計できる^[12-15]。さらに、スラリー組成の最適化を経ると図6と同様に本概念のw/o型ピッカリングエマルションを活用して積層光造形法により任意の複雑外形状の造形が達成でき、材料微構造と外形状の階層的な構造設計にむけた有用なプロセスとなる。

4 おわりに

本稿では、親水性のPEIと各種の脂肪酸やアニオ

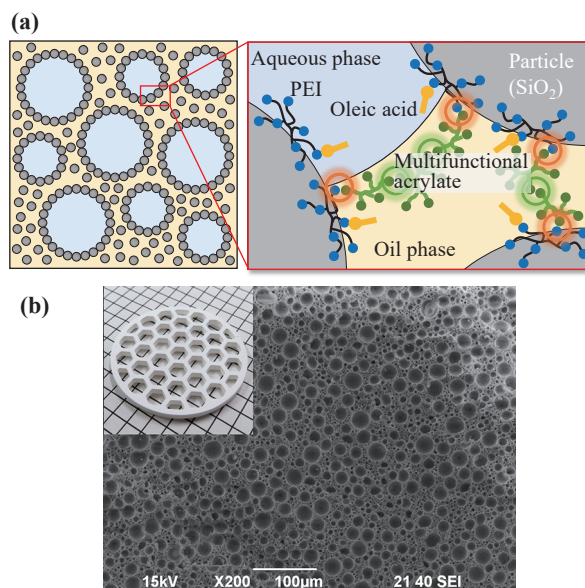


図7 (a) 粒子間光架橋性ピッカリングエマルションの設計概念と (b) セラミックス多孔体の成形プロセスへの活用例

Fig. 7 (a) Schematic illustration for interparticle photo-cross-linkable Pickering emulsion and (b) application to the shaping process of ceramic porous body.

ン性界面活性剤を混合することで得られる機能性高分子分散剤を、微粒子の液中における分散と集合構造制御に活用するプロセスについて概説した。さらに、セラミックス部材のプロセッシングを対象として、機能性高分子分散剤を用いた微粒子の分散と集合構造制御技術が、部材の微構造制御と立体造形、さらにはこれらに基づく材料機能制御に有用である

ことを示した。本稿ではセラミックス部材のプロセッシングを対象としたが、ここに示した微粒子の液中ハンドリング技術は、ポリマーコンポジット材料や金属系ペースト材料など、粉体から構成される各種の材料プロセスにも活用可能である^[3,16]。今後、材料の機能性向上はもちろんのこと、DX技術を取り入れた社会との調和、カーボンニュートラルや資源循環社会への貢献など、材料プロセスに対する社会的要求も多彩化すると見込まれる。粉体プロセス技術の一層の深化が求められており、本稿でご紹介した機能性高分子分散剤の設計に基づく微粒子の分散と集合構造制御技術がその一助となれば幸いである。

謝辞

本稿ではJSPS 科研費（18H01704, 25K03296）、JST さきがけ（JPMJPR22N1）、JST CREST（JPMJCR1905）からの助成により得られた成果を含みます。

References

- [1] Iijima M., Arita R., Fujishiro Y., Furukawa T., Marui S., Tatami J., Effects of suspension processing conditions on the multi-scale structural changes of photocured SiO₂ bodies during sintering process: an operando observation using optical coherence tomography, *Advanced Powder Technology*, 33 (2022) 103533. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2022.103533>
- [2] Iijima M., Okamura N., Tatami J., Polyethyleneimine-oleic acid complex as a polymeric dispersant for Si₃N₄ and Si₃N₄-based multicomponent nonaqueous slurries, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 54 (2015) 12847–12853. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b03696>
- [3] Kitamura S., Iijima M., Tatami J., Fuke T., Hinotsu T., Sato K., Polymer ligand design and surface modification of Ag nanowires toward color-tone-tunable transparent conductive films, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13 (2021) 13705–13713. <https://doi.org/10.1021/acsami.1c00629>
- [4] Iijima M., Kawaharada Y., Tatami J., Effect of fatty acids complexed with polyethyleneimine on the flow curves of TiO₂ nanoparticle/toluene suspensions, *Journal of Asian Ceramic Societies*, 4 (2016) 277–281. <https://doi.org/10.1016/j.jascr.2016.05.003>
- [5] Iijima M., Tsutsumi T., Kataoka M., Tatami J., Complex of polyethyleneimine and anionic surfactant with functional chain: a versatile surface modifier applicable to various particles, solvents, and surface modification processes, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 545 (2018) 110–116. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.02.050>
- [6] Morita S., Iijima M., Tatami J., SiO₂ nanoparticles surface modified with polyethyleneimine-oleic acid complex as stabilizers of Ni fine particles in dense nonaqueous suspensions, *Advanced Powder Technology*, 28 (2017) 30–36. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2016.06.031>
- [7] Morita S., Iijima M., Tatami J., Microstructural control of green bodies prepared from Si-based multi-component non-aqueous slurries and their effects on fabrication of Si₃N₄ ceramics through post-reaction sintering, *Advanced Powder Technology*, 29 (2018) 3199–3209. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2018.08.026>
- [8] Arita R., Iijima M., Fujishiro Y., Morita S., Furukawa T., Tatami J., Maruo S., Rapid three-dimensional structuring of transparent SiO₂ glass using interparticle photo-cross-linkable suspensions, *Communications Materials*, 1 (2020) 30. <https://doi.org/10.1038/s43246-020-0029-y>
- [9] Morita S., Iijima M., Chen Y., Furukawa T., Tatami J., Maruo S., 3D structuring of dense alumina ceramics using fiber-based stereolithography with interparticle photo-cross-linkable slurry, *Advanced Powder Technology*, 32 (2021) 72–79. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2020.11.016>
- [10] Sato R., Yahagi T., Tatami J., Iijima M., Rapid manufacturing of complex-structured transparent silica glass materials through a hybridized approach of photo-curing and machining from interparticle photo-cross-linkable suspensions, *ACS Applied Materials & Interfaces*, 14 (2022) 16445–16452. <https://doi.org/10.1021/acsami.2c01800>
- [11] Yamada S., Sakamoto N., Tatami J., Iijima M., Crack suppression during debinding of photocured green bodies comprising interparticle polymer cross-links with silane oligomers, *Advanced Powder Technology*, 35 (2024) 104663. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2024.104663>
- [12] Yamanoi Y., Tatami J., Iijima M., Interparticle photo-cross-linkable Pickering emulsions for rapid manufacturing of complex-structured porous ceramic materials, *Advanced Powder Technology*, 33 (2022) 103638. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2022.103638>
- [13] Yamanoi Y., Tatami J., Iijima M., Effects of SiO₂ particle surface design on the photocuring properties of interparticle photo-cross-linkable Pickering emulsions, *Advanced Powder Technology*, 34 (2023) 104240. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2023.104240>
- [14] Tsutaki S., Yamanoi Y., Tatami J., Iijima M., Digital light processing printing of porous ceramics using interparticle photo-cross-linkable Pickering emulsions, *Advanced Powder Technology*, 35 (2024) 104410. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2024.104410>
- [15] Tsutaki S., Tatami J., Iijima M., Transparent photocurable Pickering emulsion for improving printing resolution of porous silica components, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 133 (2025) 444–449. <https://doi.org/10.2109/jcersj2.25055>
- [16] Iijima M., Tsutsumi T., Saito M., Tatami J., Moriya T., Kumada T., Izawa H., Simultaneous epoxy grafting on SiO₂ nanoparticles during bead milling and their effects on the mechanical properties of epoxy-based composites, *Advanced Powder Technology*, 30 (2019) 1782–1788. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2019.05.016>

著者紹介



飯島 志行 Motoyuki IIJIMA

〔経歴〕 2007 年東京農工大学大学院生物システム応用科学府博士後期課程修了。日本学術振興会特別研究員、東京農工大学助教、横浜国立大学講師を経て、2017 年から現職。

〔専門〕 微粒子表面設計、分散制御と、材料プロセスへの応用。最近では、セラミックス材料の三次元積層光造形（3D プリンティング）の研究に取り組んでいる。

〔連絡先〕 iijima@ynu.ac.jp

ミニ粉体技術

光・音・電場で見える、目に見えない粒子の動き

Observing Invisible Particle Motion with Light, Sound, and Electric Field

イースパートアナライザ® (EST) は、レーザー光と音波と電場を組み合わせることで、目に見えないマイクロ粒子を計測する。この原理について実際に検出される信号を例に用いて、より平易に紹介する。

レーザー光による粒子検出

EST では、2 本のレーザービームを交差させて測定セル内に干渉縞を形成する。この干渉縞では、光が強め合う明線部と弱め合う暗線部が交互に配置されている。粒子が明線部を通過する際には強い散乱光が発生し、暗線部では散乱光が弱くなる。粒子が干渉縞を横切って移動することで、散乱光強度が周期的に変化し、これが検出信号の基礎となる。

音波と電場による粒子運動

測定セル内では、スピーカーから発生する音波（1000 Hz）により空気が振動している。粒子はこの空気振動に応じて、1 秒間に 1000 回という高速で振動運動を行う。同時に、帯電した粒子は電極間に形成された電場の影響を受けて一方向への偏寄運動も行う。つまり、粒子は音響場による往復振動と電場による一方向移動の複合的な運動をしている。この複雑な粒子運動により、散乱光の強度変化パターンも複雑な時間変化を示すことになる。

計測される散乱光信号

このような検出機構により得られた散乱光信号を解析処理することで、図 1 に示すような信号波形が得られる。この波形からは、レーザー干渉縞を通過する 1 つの粒子の運動を読み取ることができ、縦軸は粒子の移動速度、横軸は時間を表している。

波形解析による粒子径の算出

波形から、粒子が音響場の影響により 0.001 秒周期で振動していることが確認できる。この実測された粒子振動周波数（約 1000 Hz）と音響場の駆動周波数（1000 Hz）との位相差を周波数解析により求めることで、空気に対する粒子の応答遅れ（位相遅れ）が算出される。この位相遅れは粒子の慣性力、すなわち粒子径と直接関係しており、これから粒子径が導かれる。

波形解析による帯電量の算出

もう一つの特徴は、移動速度ゼロのベースラインを基準に、正負同程度の移動速度を持つことである。これは、粒子が電場による一方向の偏寄を受けていないことを示しており、帯電量がゼロであることが分かる。帯電した粒子の場合、電場による偏寄により波形が上下いずれかにシフトする。このシフト量から、帯電量が導かれる。

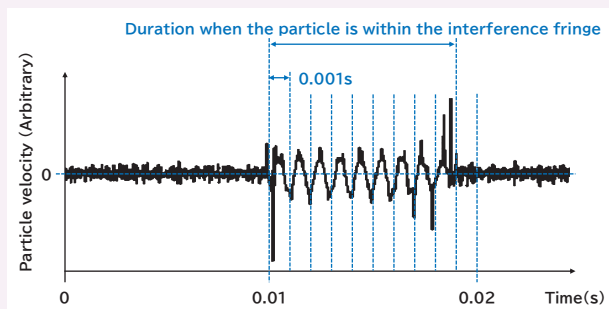


図 1 単一粒子の信号波形

Fig. 1 Signal waveform of a single particle.

関連論文：The Micromeritics No.69 (2026) 63–67.
<https://doi.org/10.24611/micromeritics.2026012>