



粉体と液体の親和性(ぬれ性)評価装置



ホソカワミクロン株式会社
粉体工学研究所
ナノパーティクルテクノロジーセンター
竹林 賢治



ホソカワミクロン株式会社
粉体工学研究所
ナノパーティクルテクノロジーセンター
辻 圭師

1. はじめに

当社は、粉体処理に関する機械・装置並びにエンジニアリングを主事業としているが、併せて粉体に関する評価装置、かさ密度や安息角等の粉体物性を定量的に評価できる「パウダテスタ」やトナー等の粉体の粒子径と帯電量の関係性を評価できる「イースパートアナライザ」等、種々の測定装置の開発・製造・販売も行っている。

本稿で紹介するぬれ性評価装置「ペネトアナライザ」もそのひとつで、粉体と液体との親和性(=ぬれ性)を評価するための測定機である。

ほとんどの製品化の工程では、乾式プロセスのみで製品化することは少なく、液体中に分散後、塗布・成形等の工程を経て、素材化・デバイス化されることが多い。そのため、材料開発や量産品の品質管理を行う上でも、粉体の表面・界面特性を定量的に評価することは非常に重要である。

ペネトアナライザは、粉体層に浸透する液体の重量を連続的に秤量し、その浸透速度から親和性を数値化し、評価することが可能な装置である。適用形態(材料)は二次電池の電極材料や食品、化学製品等の粉体材料、また多孔質体、繊維、紙といったシート形状の材料等、多岐にわたる。

本装置は、1986(昭和61)年から販売を開始したが、その後も進化を続け、2010(平成22)年9月に最新型の「ペネトアナライザ PNT-N型」(写真1参照)の発売



写真1 ペネトアナライザ PNT-N型の外観

を開始した。最新型のPNT-N型では、これまでの多くのニーズに応じて全面的に改良を施し、測定精度、安定性、操作性を更に向上させた装置となっている。

本稿ではペネトアナライザの測定原理や特長、適用事例を紹介する。

2. ペネトアナライザとは

(1) 測定原理

固体表面のぬれ性評価法のひとつに接触角の測定があるが、測定サンプルの成形(固体化)やその表面の調整方法、特に表面粗さは測定結果への影響が大きく、その粗さ調整された研磨面は必ずしも粒子表面の状態を代表するものとは言えないと言われている。

粉体のぬれ性測定では、粉体層内で形成している細孔を一様の毛管よりなるモデルと仮定し、粉体層を液体に接触させ、毛細管現象によって液体が粉体層の細

孔内に浸透する、その上昇度合いを計測する。その浸透する速度は、液体と親和性が高いものほど速く浸透し、液体と粉体層の親和性に密接な関係があるとされている。この親和性の関係はWashburnの式で示される。

ペネトアナライザは、Washburnの式の浸透高さを浸透重量に置き換え（式1参照）、浸透重量をリアルタイムで計測し、その親和性を評価している。

$$\frac{W_L^2}{t} = (S \cdot \varepsilon \cdot \rho_L)^2 \frac{r \cdot \gamma_L \cdot \cos \theta}{2\eta_L} \dots\dots \text{式1}$$

W_L ：浸透重量

t ：時間

S ：セル（粉体層充填部）断面積

ε ：空隙率

ρ_L ：液体密度

r ：粉体層内の粒子が形成する毛細管半径

γ_L ：液体表面張力

η_L ：液体粘度

θ ：液体と固体表面がなす接触角

(2) 特長

ペネトアナライザは電子天秤、測定セル、液体の入った受皿とその受皿の昇降部で構成される。測定セルは電子天秤に吊り下げて固定し、受皿を移動させて粉体層と液体を接触させることで浸透重量の測定を行っている。

以下に新型ペネトアナライザ（PNT-N型）の特長を説明する。

① 特別な前処理が不要

測定前の前処理は粉体層形成のためのタッピング処理のみで、装置本体にタッピング処理したセルをセットすることで簡単に測定することが可能である。接触角の測定とは異なり、成形や焼成を行わないため、粉末やシート状等あるがままの姿でぬれ性評価を行うことができる。

② 高い測定精度と安定性

・受皿の昇降分解能を高めて高精度に制御し、更に測定位置の位置決め精度を高めて安定させることで正確な測定を実現している。

・粉体層の細孔内の液体浸透性を評価するため、粉体の充填状態がデータの再現性に影響を及ぼす。そのため、専用タッピング装置を開発して、上下の駆動をモータによる持ち上げ方式とし、持ち上げ高さ精度の向上やタッピングストロークの任意変更を可能とした。これにより、粉体に応じた条件を決定し、常に安定した充填状態を再現させることが可能となった。

③ 操作性の向上

・操作は、パソコンによって簡単に正確な測定ができる。OSはWindows7を用いており、測定中でも別画面で解析できる画面レイアウトを採用している。

・上下の開閉機構を採用し、測定部の開口を大きくすることで操作性を高めた。

④ 対応可能な測定サンプルと液体（溶媒）

・測定サンプル：粉体以外に多孔質体、繊維、紙のようなシート形状の材料も測定できる。

・測定液体（溶媒）：水や有機溶媒を用いるが、亜麻仁油のような比較的流動性の高い油系液体を用いている。

3. ペネトアナライザ適用事例

適用例は電池材料や塗料、医薬品、化粧品、セラミックス等多岐に亘り、①粉と液体との親和性評価、②粉体の液中への分散性の予測、③粒子の微細表面特性の評価等を行うことができる。

具体的な測定事例を紹介する。

(1) シート状多孔体への適用（気孔率による溶媒浸透性への影響）

測定サンプルは気孔率の異なる□30mm×厚み0.5mmのセラミック多孔体とし（図1参照）、水に対する浸透速度を比較した（図2参照）。浸透重量の2乗を縦軸に、測定時間を横軸にプロットし、浸透速度係数を比較したところ、気孔率が大きくなると浸透速度が高まっていることが分かった。

(2) 粒子分散性への適用（粒子分散性と浸透速度の関係）

粉体の液中への分散性予測適用例として、カーボンブラック（CB）の表面処理による有機溶媒中での分散性を比較した。図3に有機溶媒中でのSEM像と粘度

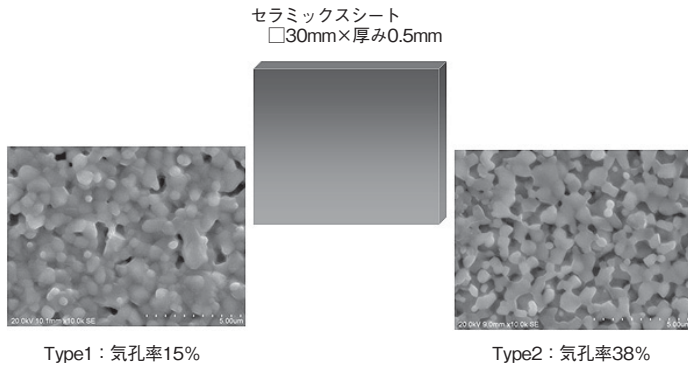


図1 セラミックシート多孔体の大きさとSEM像

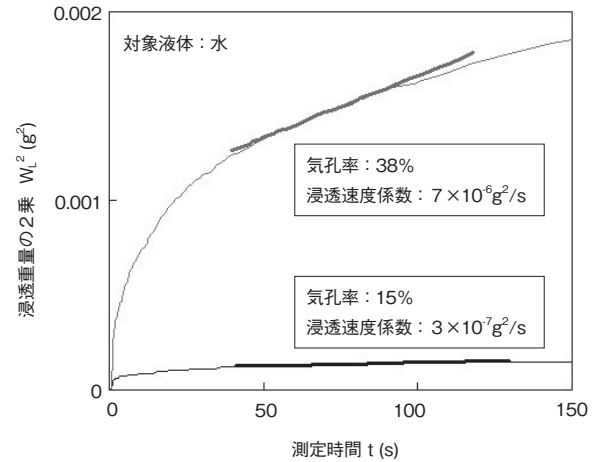


図2 セラミックシート多孔体の気孔率による溶媒浸透性への影響

を示す。表面処理を行ったCBのスラリー粘度は非常に低く、SEM像からも分散性は大幅に改善している。浸透速度を測定し比較したところ、同様に表面処理を行ったCBの溶媒への浸透速度が大きく相関性があることが確認できた(図4参照)。

性(ぬれ性)を評価する装置だが、粉体やシート等の材料と液体の組み合わせは非常に多く、対象分野も非常に広い。近年、粉体はナノサイズ化しており、粒子表面の特性や液体との親和性の評価がますます重要になっている。このペネトライザPNT-N型が、様々な分野における品質管理や研究開発、プロセス設計にお役に立てれば幸いである。

4. おわりに

ペネトアナライザは、粉体層(材料)と液体との親和

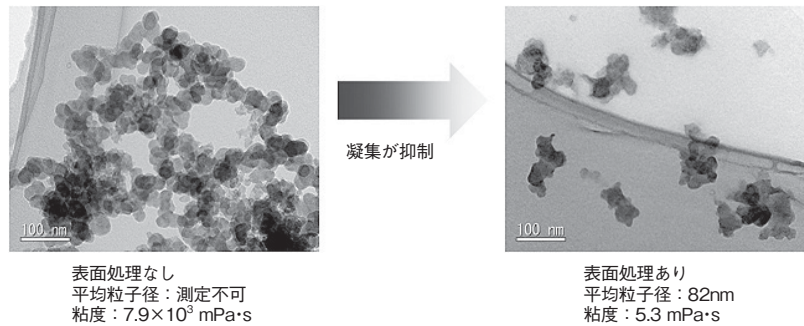


図3 カーボンブラックの表面処理による有機溶媒中での分散性

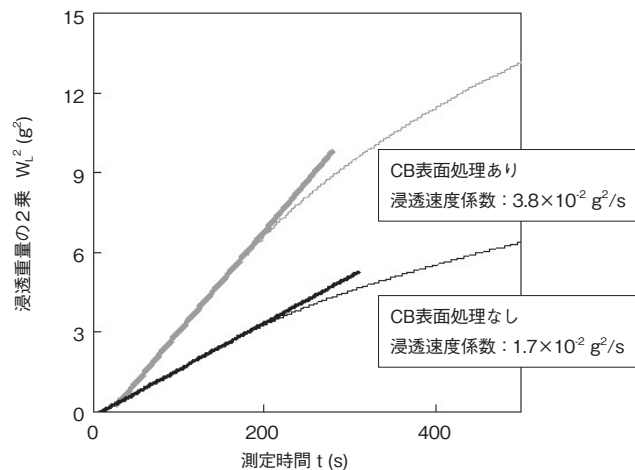


図4 カーボンブラックの有機溶媒中での分散性と浸透速度の関係