

F-T-002

静的多重光散乱法 (SMLS) による顔料および塗料の分散性特性評価

1. はじめに

ナノおよびサブミクロン粒子を含む懸濁液は、医薬品用途、塗料、ナノ複合材料、化粧品などさまざまな分野において大きな可能性をもつと考えられています。分散性とは、分散処理に当たって微粒子化の程度や、またそのし易さの程度および均一性を示す特性であり、例えば粒子径や濃度で評価されます。分散性は最終製品の特性(均質性、安定性、研磨性など)に影響を与えるため、関心が寄せられています。

粒子はサイズ、表面積、濃度、ゼータ電位、溶媒との親和性、その他の要因によって凝集し、沈降する場合があります。分散性を支配する因子は多数あり、評価するにはサンプルを調製することなくそのままの状態で測定することが望まれます。一般的な粒子計測技術では測定の原理やサンプルの希釈のために、分散相や見かけの粒子径が変わることがあります。本稿では二酸化チタン(TiO_2)とタルクを例に、原液で分散性を評価した事例を紹介します。

2. 原理

TURBISCAN は静的多重光散乱法(Static multi light scattering method、SMLS 法)に基づいています。サンプルに光(波長 880 nm)を照射し、後方散乱光および透過光を 2 つの検出器(BS: 後方散乱、T: 透過)で受光します。両光の信号を得ることで、より広い濃度範囲での測定が可能となります。

測定を適切な頻度で繰り返すことで、物理的安定性をモニタリングすることが可能です。後方散乱光は、光子が様々な粒子(または液滴)によって何度も散乱されます(多重散乱)。連続相(n_p)および分散相(n_f)の屈折率が既知である場合、Mie の光散乱理論から、信号強度(BS)および粒子径(d)と濃度(ϕ)とは以下の関係にあります。

$$\phi = f(BS, d, n_p, n_f)$$

[詳細情報](#)【分散性比 D_r 】

分散性は微粒子化の程度や、またそのし易さの程度および均一性を示す特性であり、粒子径や濃度で評価されます。例えば粒子径で評価する場合は、サンプルを微粒化した際の一次粒子または凝集粒子の粒子径、ないし粒子径分布で表現されます。TURBISCAN では、以下に定義する分散性比 D_r を使用し、分散性を評価します。

$$D_r = \frac{d_{theoretical}}{d_{measured}}$$

$d_{theoretical}$ は最も微粒化が進んだ時に想定される粒子径であり、 $d_{measured}$ は TURBISCAN で測定された粒子径です。 D_r が 0 に近いと分散性が悪く、1 に近いと分散性が良好であり、1 を超えるとメーカーの想定以上に高い分散性が得られたことを示します(メーカーの公称値は、通常 DLS または TEM で測定した値になります)。

3. 分散性

事例 1—水中での TiO_2 の分散

TiO_2 は、塗料業界で使用される最も重要な白色顔料です。光を効率良く散乱させる特性があるため、コーティング用途で広く使用されています。しかしながら分散性が悪いと隠ぺい効果が低下し、(コーティング)性能に影響を及ぼします。

TiO_2 粉末の水中での分散性を評価するため、機械的分散と化学的分散の 2 つの方法でそれぞれ試験しました。機械的攪拌または超音波処理によって、大きな凝集体をより小さな凝集体または一次粒子にまで分散することができます。図 1 に各種の機械的分散を行った際、サプライヤーが提示した粒子径(希釈して測定)と TURBISCAN で測定した粒子径から算出した D_r を示します。これらの結果は機械的な力が TiO_2 の分散性に影響を与えることを示しています。今回試験した方法の中では、超音波プローブが凝集した粒子を最も効率的に分散させる方法であると言えます。

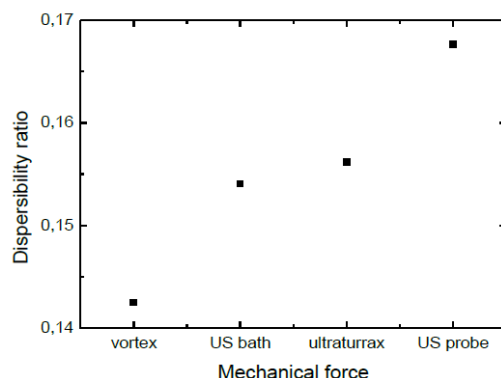


図 1. TiO_2 粒子 (10% v/v) を 30 分間機械的混合したときの分散性比 D_r

粒子の分散性を向上させるもう一つの方法は、分散液に第 3 成分として界面活性剤を加える化学的手法です。これにより粒子の表面特性が疎水性から親水性に変化し、凝集を防ぐことができます。

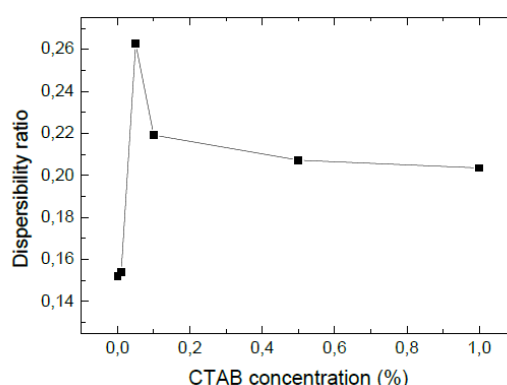


図 2. CTAB を用いた TiO_2 の分散性比 D_r

図 2 にセチルトリメチルアンモニウムブロミド (CTAB) 陽イオン界面活性剤の濃度を変えた時の TiO_2 の D_r を示します。CTAB を使用すると機械的混合よりも D_r が高くなっており、水中での TiO_2 の分散性が向上していることが分かります。界面活性剤の最適な濃度は 0.05% であり、これは界面活性剤の臨界ミセル濃度 (CMC) に相当します。

事例 2—タルク粉末を分散性を向上させる分散剤

塗料にタルク粉末を加えると、顔料との組み合わせにより隠ぺい力と白色効果の向上が期待できます。タルクを 30wt% になるように水に分散させ、その凝集を抑えるために 2 種類の異なる分散剤を添加しました。サプライヤーから提供された D50% 値 (X 線透過式沈降法より) を元に、A と B、それぞれの分散液について D_r を計算しました。

図 3 に、各分散剤を添加した際の D_r 値を示します。分散剤を加えた段階で D_r は 1 を超えました。TURBISCAN で測定した結果が、サプライヤーから提供された粒子径よりも小さくなっていることから、分散剤により元からタルク粉末に含まれていた凝集体が分散されたことが分かります。また分散剤の濃度を上げることで分散性が向上しており、さらに分散剤 B は分散剤 A よりも凝集体の形成を抑える効果が高いことが伺えます。

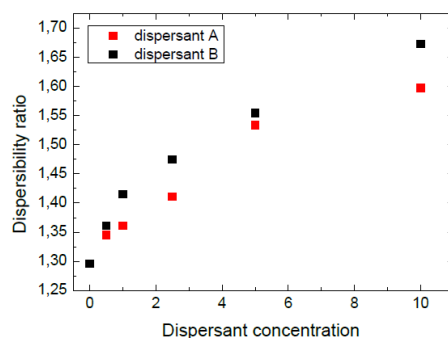


図 3. 2 種類の分散剤を使用した時のタルクの分散性比の比較

4. まとめ

TURBISCAN の静的多重光散乱法(SMLS)を用いて、液体中の固体成分の分散性を評価しました。本稿で紹介した例に見られるように、分散性は機械的作用、界面活性剤、または分散剤によって向上させることができます。SMLS は $10^{-4}\%$ ~95% という幅広い濃度範囲と、10nm~1000um の粒子径に対して利用することができます。またサンプルの前処理や希釈を行うことなく、ワンクリックで平均粒子径を測定できるという特長があります。このため高濃度の懸濁液の分散性評価を迅速に行えるのが大きな利点です。

2025/6/18

文責：平野 美穂