

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5218937号
(P5218937)

(45) 発行日 平成25年6月26日 (2013. 6. 26)

(24) 登録日 平成25年3月15日 (2013. 3. 15)

(51) Int. Cl.		F I	
GO 1 N	15/06 (2006. 01)	GO 1 N	15/06 Z
GO 1 N	15/08 (2006. 01)	GO 1 N	15/08 Z
GO 1 N	15/02 (2006. 01)	GO 1 N	15/02 A
GO 1 N	13/04 (2006. 01)	GO 1 N	13/04

請求項の数 3 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2008-130164 (P2008-130164)	(73) 特許権者	304021277
(22) 出願日	平成20年5月16日 (2008. 5. 16)		国立大学法人 名古屋工業大学
(65) 公開番号	特開2009-47681 (P2009-47681A)		愛知県名古屋市昭和区御器所町字木市29番
(43) 公開日	平成21年3月5日 (2009. 3. 5)	(72) 発明者	藤 正督
審査請求日	平成23年4月26日 (2011. 4. 26)		愛知県名古屋市昭和区御器所町 (番地なし)
(31) 優先権主張番号	特願2007-191018 (P2007-191018)		名古屋工業大学内
(32) 優先日	平成19年7月23日 (2007. 7. 23)	(72) 発明者	高橋 実
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		愛知県名古屋市昭和区御器所町 (番地なし)
前置審査		(72) 発明者	渡辺 秀夫
			愛知県名古屋市昭和区御器所町 (番地なし)
			名古屋工業大学内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 スラリー中粒子の分散性評価装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

スラリー中粒子間に保持された有機溶媒の排出に要する排出時間を測定するスラリー中粒子の分散性評価装置であって、

前記排出時間が、スラリーとろ材を接触させた際に、スラリー中の有機溶媒がろ材中の任意距離を浸透するために要する時間であり、

スラリーからろ材への有機溶媒の浸透過程を光学的特性に基づき検知することを特徴とするスラリー中粒子の分散性評価装置。

【請求項 2】

スラリーのろ過を加圧乃至は減圧下で行うことを特徴とする請求項 1 に記載のスラリー中粒子の分散性評価装置。

【請求項 3】

スラリーに含まれる有機溶媒を単体でろ材に接触させた際に、その有機溶媒がろ材中の任意距離を浸透するために要する時間によって前記排出時間の規格化が行われることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のスラリー中粒子の分散性評価装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、スラリー中粒子の分散状態を評価する装置に関するものである。

【背景技術】

【 0 0 0 2 】

従来、スラリー中粒子の分散状態の評価は一般に、粒度分布、粘度、ゼータ電位などのスラリー物性の測定、もしくは各種顕微鏡を用いたスラリー中粒子の観察などにより行われている。

【非特許文献 1】中江利昭 監修、「レオロジー工学とその応用技術」、フジ・テクノシステム、2001年1月

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 3 】

しかし、上記従来の評価法では、スラリー物性の測定においては、高価な精密機器が必要であり、且つ、一般に測定に長時間を要するという問題があり、スラリー中粒子の観察法においては、操作が煩雑、且つ、観察可能なスラリーの濃度等に制限がある、という問題があった。

【 0 0 0 4 】

本発明は、上記従来の実情に鑑みてなされたものであって、簡便且つ安価なスラリー中の粒子分散性評価装置を提供することを解決すべき課題としている。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 5 】

第 1 発明は、スラリー中粒子間に保持された溶媒の排出に要する排出時間に基づきスラリー中粒子の分散状態を評価することを特徴とする。

【 0 0 0 6 】

本発明におけるスラリーは、溶媒中において粒子が分散した状態の系を言う。スラリー中の溶媒は単一溶媒であっても良く、複数溶媒の混合液であっても良い。同様に、スラリー中の粒子は、単一種類であっても良く、複数種類の粒子がスラリー中に含まれていても良い。

【 0 0 0 7 】

本発明における排出時間 (Drain Time : DT) は、ろ過や蒸発などの任意の手段によりスラリーから溶媒の任意量を排出するために要する時間を言う。

【 0 0 0 8 】

例えば、ろ材を用いたろ過によりスラリーから溶媒を排出させた場合、ろ材とスラリーの接触部分にはスラリー中の粒子が堆積して粒子堆積層が形成される。この粒子堆積層が疎である場合、すなわちスラリー中での粒子の分散状態が悪い場合は、スラリーからの溶媒の排出はより容易になるので DT は短くなり、反対に粒子分散状態が良い場合は堆積層の構造が密になるので DT は長くなる。このように、本発明装置を用いて DT を測定することでスラリー中粒子の分散状態を評価することが可能である。

【 0 0 0 9 】

第 2 発明は、前記排出時間 (DT) が、スラリーとろ材を接触させた際に、スラリー中の溶媒がろ材中の任意距離を浸透するために要する時間であることを特徴とする。

【 0 0 1 0 】

本第 2 発明を装置として実施する場合には、当該装置は、スラリーを収容することができる試料容器と、スラリー中の溶媒を浸透させる一方で、スラリー中の粒子の全部又は一部の浸透を遮断することができるろ材と、ろ材中における溶媒の浸透状態を検出できる検出手段とを備え、試料容器中のスラリーとろ材を接触させた際に、スラリー中の溶媒がろ材中の任意距離を浸透するために要する時間が上記 DT として測定されるものとすることができる。

【 0 0 1 1 】

本第 2 発明に係る上記装置は、ろ材として所定の面積を有するろ材を使用し、検出手段としてろ材上における所定部分から所定距離 (第 1 距離) 離間した位置 (第 1 位置) における溶媒浸透の有無を検出 (判別) できる検出手段を使用し、ろ材上の上記所定部分においてスラリーとろ材とを接触させ、検出手段が第 1 位置における溶媒の浸透を検出するま

10

20

30

40

50

での時間が上記DTとして測定されるものとするのが好ましく、これにより、容易かつ再現性の高い分散性評価を行うことが可能である。

【0012】

更に、本第2発明に係る上記装置は、ろ材上における上記所定部分から第1距離よりも小さい第2距離だけ離間した位置(第2位置)における溶媒浸透の有無を検出(判別)できる第2検出手段を更に備え、第2検出手段が第2位置における溶媒の浸透を検出してから検出手段が第1位置における溶媒の浸透を検出するまでの時間が上記DTとして測定されるものとするのが更に好ましく、これにより、分散性評価の再現性、正確性を一層高め、或いは、分散性評価の一層の容易化を達成することが可能である。

【0013】

なお、上記第1発明をろ材を用いてスラリー中の溶媒を排出させる装置として実施する場合、当該装置は、スラリーとろ材を接触させることでスラリーから排出された溶媒の量、ろ材を透過した溶媒の量、又は、ろ材に浸透した溶媒の量を検出する検出手段を備え、所定量の溶媒が排出され、ろ材を透過し、又は、ろ材に浸透するのに要する時間をDTとして測定するものとして構成することも可能であり、この場合も第2発明に係る装置と同様の効果を達成することができる。

【0014】

第3発明は、第2発明における上記検出手段及び/又は第2検出手段として、上記ろ材上における溶媒の浸透を光学的な物性値(反射率、屈折率等)又は電気的な物性値(誘電率、導電率等)に基づいて検出するセンサーを用いることを特徴とする。

【0015】

即ち、第3発明における検出手段及び/又は第2検出手段は、溶媒の光学的な物性値又は溶媒浸透の有無によるろ材の光学的な物性値の差により溶媒浸透の有無を検出する光学的センサーとすることが可能である。或いは、上記検出手段及び/又は第2検出手段は、溶媒の電気的な物性値又は溶媒浸透の有無によるろ材の電気的な物性値の差により溶媒浸透の有無を検出する電氣的センサーとすることが可能である。

【0016】

これらのセンサーを適宜用いることで、多種多様な溶媒についてその浸透過程を検出することが可能になり、これにより多種の水系及び非水系のスラリー中粒子の分散状態を評価することが可能となる。

【0017】

第4発明は、スラリーのろ過操作において、ろ材上に任意形状・材質の筒を設置し、これにスラリーを投入し、必要に応じて加圧若しくは減圧させることにより、溶媒をろ材へ浸透せしめることを特徴とする。

【0018】

加圧乃至は減圧によるろ過方法を用いることで、常圧下ではろ過に長時間を要する微細な粒子の高濃度スラリーのろ過時間を短縮することが可能であり、これにより分散性評価に要する時間を短縮することが可能である。

【0019】

第5発明は、スラリーに含まれる溶媒を単体でろ材に接触させた際に、その溶媒がろ材中の任意距離を浸透するために要する時間によって排出時間(DT)の規格化が行われることを特徴とする。

【0020】

この第5発明における「スラリーに含まれる溶媒を単体でろ材に接触させた際に、その溶媒がろ材中の任意距離を浸透するために要する時間(以下では、溶媒排出時間(ST)という)」は、上記第1発明~第4発明に関して上記したDTの測定方法と実質的に同様の方法により測定することが可能である。

【0021】

例えば、第2発明について上記した装置を用いてSTを測定するのであれば、ろ材上の上記所定部分において溶媒単体とろ材とを接触させ、検出手段が第1位置における溶媒の浸

10

20

30

40

50

透を検出するまでの時間、或いは、第2検出手段が第2位置における溶媒の浸透を検出してから検出手段が第1位置における溶媒の浸透を検出するまでの時間を上記STとして測定することが可能である。

【0022】

第5発明における規格化は、溶媒の物性、特性、性状、状態等がスラリーのDTに与える影響を消去又は減少させる任意の態様で行うことが可能であり、本発明の規格化の好ましい位置態様としては、DTをSTで除することによる規格化を例示することができる。

【0023】

第5発明によれば、水系溶媒のスラリーの場合だけでなく、非水系溶媒のスラリーにおける分散性評価を行うことが可能となり、或いは、非水系溶媒のスラリーにおける分散性評価の正確性を高めることが可能となり、或いは、異なる種類の溶媒間でのスラリーの分散性の比較を行う等が可能となる。

10

【0024】

即ち、セラミックス原料等として使用されるスラリーにおいては、非水系溶媒を使用することが必要又は好適な場合があり、非水系溶媒を用いたスラリー中での粒子の分散性評価や異なる溶媒間でのスラリー中粒子の分散性の比較が必要とされていたが、例えば、一般に極性が低い非水系溶媒中では静電的な粒子間相互作用が小さく、ゼータ電位による分散性評価が困難である等の理由から、分散性の向上に最適な溶媒や分散剤の選択及びその添加量の決定のための簡便又は迅速な分散性評価法が求められていた。

【0025】

第5発明は上記の状況を解決するものであり、セラミックス製造等の技術分野において極めて高い意義を有するものである。

20

【0026】

なお、上記第1～第5発明はいずれも、スラリー中粒子の分散性を評価する装置として実施することが可能であり、或いは、スラリーの製造、調整等を行う装置、又は、セラミックスその他の物を製造する装置に組み込まれることにより、当該スラリー、セラミックス等を製造する装置として実施することも可能である。同様に、上記第1～5発明はいずれも方法の発明として実施することも可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0027】

以下、本発明を具体化した実施例1～3を図面を参照しつつ説明する。

30

【実施例1】

【0028】

実施例1のスラリー中粒子の分散性評価装置は図1に示すように、ろ材1上に設置した例えば金属製の下面に開口が形成された試料筒2にスラリー3を投入し、上記開口においてスラリー3とろ材1を接触させることによりスラリー3中の溶媒がろ材1中に浸透していく過程を、試料筒2を中心として任意の同心半径距離に設置されたセンサー4、5により検出するものである。このとき、試料筒2により近い位置(第2位置)に設置されたセンサー5が溶媒の通過を検知してから試料筒2により遠い位置(第1位置)に設置されたセンサー4が溶媒の通過を検知するまでの時間が計時カウンター6により排出時間(DT)として測定される。

40

【0029】

尚、上記測定におけるろ過は常圧で行うことが可能である他、必要に応じてろ材1及び試料筒2の下方部分を気密に覆うケース7を使用し、スラリー3を加圧することにより、或いは、気密ケース7内を減圧することにより、上記測定におけるろ過を加圧乃至は減圧下において行うことも可能である。

【0030】

ろ材1中の溶媒浸透検知のためのセンサーとしては、例えば図2に示した反射型のフォトセンサーを用いることができる。これは、光源として例えば発光ダイオード、及び、反射光検出器として例えばフォトトランジスターから構成される複合素子である。図3は溶

50

媒として例えばアセトンがろ材へ浸透した際の反射型フォトセンサーからの出力をオシロスコープで測定した結果である。アセトンが浸透すると乾燥状態のろ材に比べ反射率が下がるため出力電圧が下がる。内側のセンサー5で溶媒の浸透が検知されてから外側のセンサー4で溶媒の浸透が検知されるまでの時間差(T)が排出時間(DT)である。アセトン以外の各種有機溶媒及び水を用いた全ての場合において図3と類似の出力波形が得られ排出時間(DT)の測定が可能であった。

【0031】

ここで、溶媒浸透検知のためのセンサーは、必ずしも図2に示された反射型フォトセンサーである必要はない。例えば、ろ材を挟む形で配置された透過型フォトセンサーや誘電率センサー、乃至は、ろ材に接触させた導電率センサーなどを用いても、溶媒浸透検知が

10

【実施例2】

【0032】

平均粒径1.6 μmのアルミナ粒子を濃度10 mass%で水に分散させたスラリーの排出時間(DT)測定結果の例を図4に示す。この図の横軸は分散剤として用いたポリカルボン酸のアンモニア塩の添加量を示し、縦軸が本発明装置で測定された排出時間(DT)の10回程度の測定値の平均を示している。排出時間(DT)が極大値を示す分散剤添加量で調製されたスラリー中粒子の分散性が最も良いことが期待され、このことは実際に粘度測定やゼータ電位測定から確認された。このようにして、本発明の装置を用いることで、スラリー中粒子の分散状態を簡便に評価することが可能であり、分散剤の添加量やpHなどのスラリー調製

20

【0033】

ここで、図4の測定は常圧において行った結果であるが、本発明装置は必要に応じて加圧乃至は減圧で排出時間の測定を行うことが可能である。平均粒径1.6 μmのアルミナ粒子を濃度10 mass%、分散剤添加量0.044 mass%のスラリーを常圧、加圧、減圧下での測定結果を図5に示す。加圧乃至は減圧の使用により排出時間が短くなっていることが分かる。加圧乃至は減圧形式での測定は、常圧では測定に時間がかかる高濃度スラリーの場合にとりわけ有効である。

【実施例3】

【0034】

平均一次粒子径0.5 μm、(昭和電工製AL160SG-4)のアルミナ粒子を2.7mass%でエタノール、1-プロパノール及び酢酸エチルの3種類の溶媒に分散させた3種類のスラリーを作成し、実施例1、2で述べた分散性評価装置を用いてそれぞれのスラリーについての排出時間(DT)を測定した。また、同装置を用いて同様の方法により上記3種類の溶媒単体についての溶媒排出時間(ST)を測定した。

30

【0035】

なお、各スラリー及び各溶媒についてそれぞれ10回程度の測定を行い、その平均値を排出時間(DT)又は溶媒排出時間(ST)の測定値とした。上記測定の結果は図6に示す通りである。

【0036】

図7は、本実施例3のサンプルとして使用したスラリーのその場固化観察法による透過光観察像であり、(a) ~ (c)はそれぞれ溶媒がエタノール、1-プロパノール及び酢酸エチルのスラリーである。なお、その場固化観察法とは、スラリー中に重合単位としてのモノマー、架橋剤等を導入し、これを反応させてゲル化、固化等させることによりスラリー中の粒子状態を分散媒ごと固定し、透過光を利用した三次元的な構造観察を可能とする手法である(「スラリー中の微粒子分散状態固定化による新観察技術」高橋実他著、粉体工学会誌Vol. 40、No. 6 (2003)参照)。

40

【0037】

図7から明らかのように、エタノールを用いたスラリー(a)が最も分散性が良好であり、以下、1-プロパノールを用いたスラリー(b)、酢酸エチルを用いたスラリー(c

50

)の順に粒子の凝集度合いが高くなり分散性が悪化していることが判る。

【0038】

図8、9は、本実施例3のサンプルとして使用したスラリーの相対見かけ粘度 - せん断速度曲線 (Rheostress RS600、ThermoHakke) 及び粒径分布測定結果 (Microtrac MT3000 II、日機装：レーザー回折・散乱法) であり、これらの測定においても使用する溶媒がエタノール > 1 - プロパノール > 酢酸エチルの順に見かけ粘度及び粒子径が大きくなっており、この順に分散性が良好であるという図7と整合する結果が得られている。

【0039】

一方、図6の結果によれば、各スラリーの排出時間 (DT) は、1 - プロパノール (25.6) > エタノール (21.9) > 酢酸エチル (5.25) の順となっており、排出時間 (DT) のみの比較では異なる溶媒を用いたスラリー中粒子の分散状態を正確には評価できないと言える。

10

【0040】

これに対して、各スラリーの排出時間 (DT) を各溶媒の溶媒排出時間 (ST) で除することにより規格化した値 (DT/ST) は、エタノール (6.52) > 1 - プロパノール (4.38) > 酢酸エチル (3.70) の順となっており、この規格値 (DT/ST) を用いることで、各種溶媒を用いたスラリー中粒子の分散状態を正確に評価することが可能であり、或いは、他の測定法と整合する評価を行うことが可能であることが判る。

【0041】

また、表1には、各スラリーについての排出時間と溶媒排出時間の差 (DT-ST) を溶媒排出時間 (ST) で除することにより規格化した値 ((DT-ST)/ST) も示されているが、この規格値を用いた場合もエタノール (5.52) > 1 - プロパノール (3.38) > 酢酸エチル (2.70) のように溶媒中粒子の分散状態を正確に評価することができる。

20

【産業上の利用可能性】

【0042】

本発明の装置は、水系、非水系に関わらずスラリー中粒子の分散状態を簡便且つ短時間で評価することが可能であり、スラリーを原料として用いる様々な産業分野での利用が可能である。

【図面の簡単な説明】

【0043】

【図1】本発明のスラリー中粒子の分散性評価装置の模式図。

【図2】実施例1の溶媒浸透検知のための反射型フォトセンサーの回路図。

【図3】実施例1の溶媒としてアセトンを用いた場合の反射型フォトセンサーから出力波形の例。

【図4】実施例2の濃度10 mass%のアルミナスラリーの排出時間 (DT) の測定結果の一例。

【図5】実施例2の結果図4においてる過方式を変更した場合の排出時間 (DT) の測定結果の一例 (分散剤添加0.044重量%)。

【図6】それぞれ異なる種類の溶媒を用いた3種類のスラリーの排出時間 (DT) 及び溶媒排出時間 (ST) の測定結果、並びに、溶媒排出時間 (ST) を用いた規格値を示す説明図。

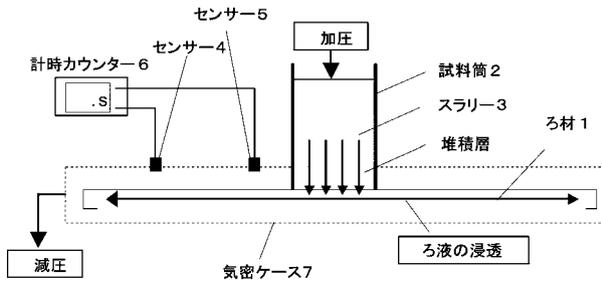
40

【図7】上記3種類のスラリーのその場固化観察法による透過光観察像を示す説明図。

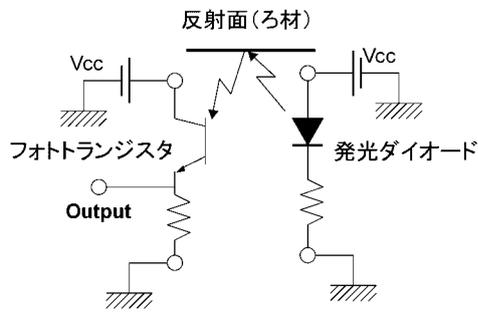
【図8】上記3種類のスラリーの相対見かけ粘度 - せん断速度曲線を示す説明図。

【図9】上記3種類のスラリーの粒径分布測定結果を示す説明図。

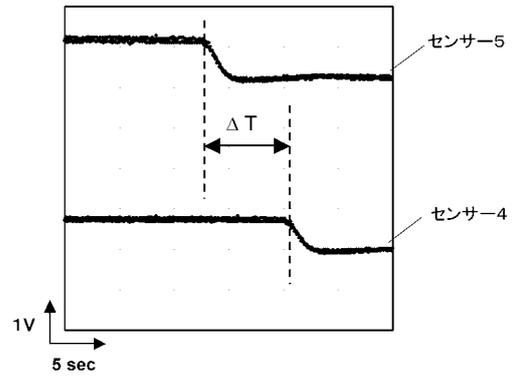
【図1】



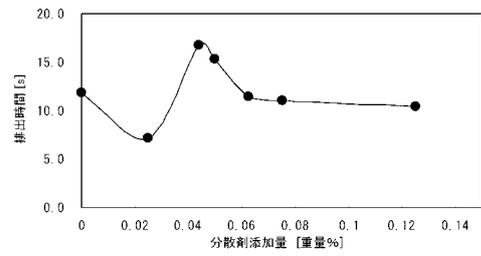
【図2】



【図3】



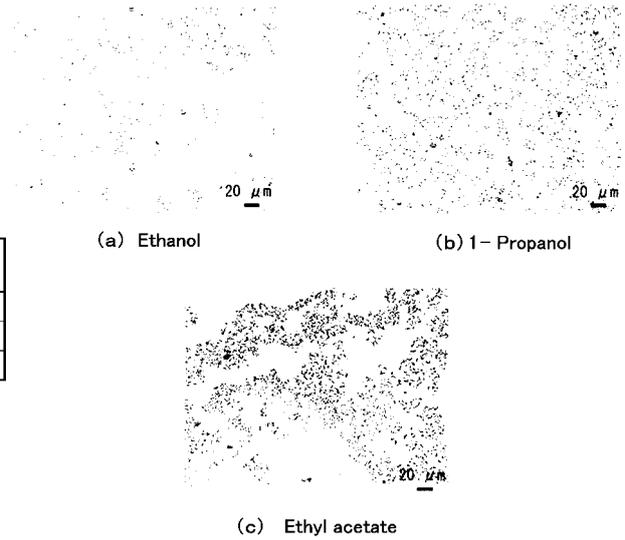
【図4】



【図5】

ろ過方式	常圧	加圧		減圧	
		0.2 MPa	0.5 MPa	1.0 kPa	0.13 Pa
排出時間 [s]	16.7	10.5	4.2	7.3	3.2

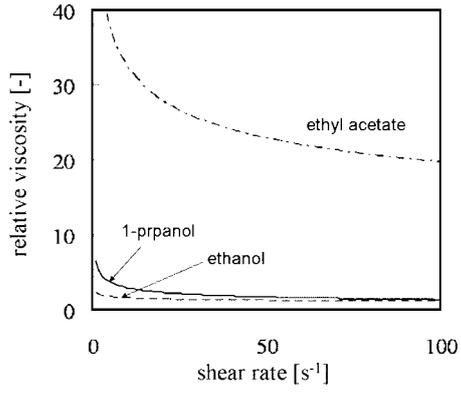
【図7】



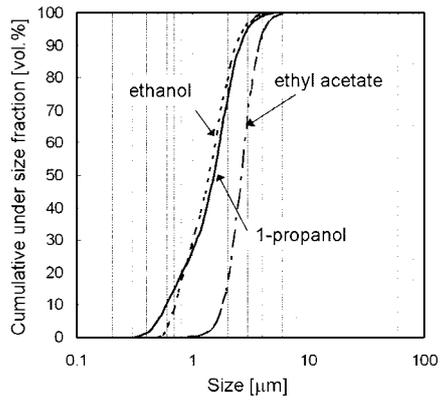
【図6】

溶媒種	溶媒排出時間 ST (秒)	スラリー排出時間 DT (秒)	規格化排出時間 DT/ST (-)	規格化排出時間 (DT-ST)/ST (-)
酢酸エチル	1.42	5.25	3.70	2.70
1-プロパノール	5.85	25.6	4.38	3.38
エタノール	3.36	21.9	6.52	5.52

【 8 】



【 9 】



フロントページの続き

(72)発明者 遠藤 健司

愛知県名古屋市昭和区御器所町(番地なし) 名古屋工業大学内

審査官 島田 英昭

(56)参考文献 実開平06-049987(JP,U)

特開平03-249544(JP,A)

特開昭54-118295(JP,A)

特開2003-315237(JP,A)

Laxmidhar Besra, et al., "A Novel Method Based on Capillary Suction Time(CST) for Assessment of Dispersion Characteristics of Suspensions", J. Am. Ceram. Soc., 2005年, Vol.88, No.1, p.109-113

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N15/00-15/14

G01N13/04