

平成 30 年 5 月 25 日現在

機関番号：15401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2016～2017

課題番号：16K18281

研究課題名(和文) 種々の印加電圧条件における電気泳動度の粒子径依存性の定量評価と湿式分級への応用

研究課題名(英文) Evaluation of particle size dependence of electrophoretic mobility under various applied voltage conditions and its application to wet classification

研究代表者

深澤 智典 (FUKASAWA, Tomonori)

広島大学・工学研究科・助教

研究者番号：00589187

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：サブミクロンから数ミクロン領域の粒子を用い、粒子径、電解質濃度、印加電圧強度が電気泳動移動度に及ぼす影響を、自作の顕微鏡電気泳動装置を用いた直接測定により評価した。低印加電圧時において電気泳動移動度が顕著に低下することを見出した。あわせて、電気泳動現象を援用した湿式分級法の開発にも着手し、回分式の逆電気泳動法と連続式の直交電気泳動法の2つの分級手法を対象とし、粒子の電気泳動特性が分級性能に及ぼす影響を評価した。さらに、印加電圧を分級点の操作因子とした新規の高精度湿式分級法を提案し、その有効性を検討した。

研究成果の概要(英文)：We have investigated the effects of particle size, electrolyte concentration, and applied voltage strength on the electrophoretic mobility of micron-sized particles using a home-made micro-electrophoretic device. The electrophoretic mobility decreased remarkably at a low applied voltage. In addition, we have developed a wet classification using the counter- and orthogonal-electrophoresis methods, and evaluated the effects of the electrophoretic properties of the particle on the classification of performance. In summary, we have proposed a novel and highly accurate wet-classification method using an applied voltage as an operation factor of the classification point, and evaluated its effectiveness.

研究分野：微粒子工学

キーワード：表面・界面物性 電気泳動 粉粒体操作 分級 化学工学 ゼータ電位

1. 研究開始当初の背景

微粒子は、積層セラミックスコンデンサ・プリント基板等に使用される電子材料、2次電池や太陽電池の材料、磁性材料、触媒材料、研磨用砥粒、顔料など、さまざまな分野で欠かせない材料である。これら粒子の製品性能や付加価値の向上には、化学組成および結晶構造のみならず、形状や粒子径も均一であることが重要である。特に、上記の分野で用いられる微粒子に対しては、その使用用途に応じて、原料粉体からのサブミクロン粒子の除去や1ミクロン以上の粗大粒子の除去など、サブミクロンから数ミクロン領域での高精度な粒子径調整が強く求められている。このような高度な要求に応えるため、微粒子の製造プロセスにおいては、粒子径の調整を行う分級操作はきわめて重要な技術である。

近年、省エネルギー・高精度の観点から、微粒子の電気泳動現象を利用した湿式分級が注目されている。電気泳動とは、微粒子懸濁液に電圧を印加することで、粒子表面の荷電状態と溶媒の条件に応じて粒子が電場中を泳動する現象である。粒子には、電場による推進力、溶媒からの粘性抵抗力、粒子周囲に形成されるイオン雲(電気二重層)が粒子の移動により変形するために生じる抵抗力(緩和効果)、粒子と逆方向に移動する電気二重層中のイオンにより生じる抵抗力(遅延効果)が作用する。ここで、緩和効果と遅延効果は、粒子の大きさと電気二重層の厚さの比に強く依存する。通常、緩和効果と遅延効果の影響は小さく、微粒子の電気泳動速度は粒子の表面荷電状態が同一であれば、粒子径には依存せず同一速度となり、分級性能の向上と細かな分級点の制御は困難であった。

一方で著者は、微粒子の電気泳動速度に及ぼす印加電圧制御の影響が、粒子の大きさによって異なることを先行研究において見出していた。すなわち、印加電圧に応じて、電気泳動速度の粒子径依存性が異なることが示されている。このような電気泳動現象に及ぼす印加電圧影響は、今日まで測定上の誤差として切り捨てられており、既往理論の枠組みには組み込まれていない。

そこで、印加電圧に応じた電気泳動速度の粒子径依存性を、種々の微粒子について定量的に評価することで、既往理論を修正・拡張し、さらに、電気泳動を用いた湿式分級操作の高度化が図れるのではとの着想に至った。

2. 研究の目的

本研究では、サブミクロンから数ミクロン領域の粒子の電気泳動現象について、種々の印加電圧条件下に見られる電気泳動速度の粒子径依存性を実験により明らかにし、既往の電気泳動理論の補正・拡張を目指す。さらに、得られた知見を湿式分級に応用し、印加電圧を分級点の操作因子とした新規の湿式分級法を提案する。これにより、学術上の発展のみならず、産業・社会へも貢献する。

3. 研究の方法

種々の印加電圧条件下における電気泳動速度に及ぼす粒子径の影響を定量的に評価し、さらに得られた知見を湿式分級へ応用するために、以下の項目について研究を実施する。

- (1) モデル粒子を用いた種々の印加電圧条件下における電気泳動速度の粒子径依存性の評価・解析
- (2) 試験用粉体を用いた種々の印加電圧条件下における電気泳動速度の粒子径依存性の評価
- (3) 印加電圧を分級点の操作因子とした湿式分級の効率評価

上記(1)・(2)では、各粒子・粉体について、電位差滴定法により表面荷電密度を厳密に評価した後、光学顕微鏡法により電気泳動速度を直接計測する。上記(3)では、独自に開発した電圧印加可能な流通式の湿式分級装置を用いて、分級効率の評価を行う。

4. 研究成果

(1) モデル粒子としてポリスチレンラテックス粒子(直径:0.6, 3.9 μm)を用い、粒子直径、電解質濃度、電解質種、印加電圧強度のそれぞれが電気泳動移動度に及ぼす影響を、自作の顕微鏡電気泳動装置を用いた直接測定により評価した。

高電解質濃度(50 mM)においては、粒子直径によらず印加電圧の低下にともない電気泳動移動度が顕著に減少した。これは流体からの抵抗力による粒子周囲の電気二重層中のすべり面の位置の変化に起因すると考えられる。しかし、その検証のためには、さらに詳細な実験的検討が不可欠である。

低電解質濃度(1 mM)において、直径0.6 μm の粒子では高電解質濃度と同様に印加電圧の低下にともない電気泳動移動度が顕著に減少した。一方、直径3.9 μm の粒子では、印加電圧を低下させても電気泳動移動度の減少が見られなかった。この結果は既往の理論予測と一致している。

電解質種の違いによる影響は、本実験においてはほとんど見られなかった。粒子直径の影響などと合わせて、さらに詳細な実験的検討が不可欠であると考えられる。

以上より、低電解質濃度の条件下において、印加電圧を分級点の操作因子とした電気泳動湿式分級の可能性が示された。

(2) シリカ粉体を試験用試料とし、回分式の逆電気泳動法(図1)と、連続式の直交電気泳動法(図2)の2つの分級手法の分級性能を調査した。試料スラリーとして、電気泳動移動度が粒子径により変化しない超音波分散シリカスラリーと、電気泳動移動度に粒子径依存性が見られたビーズミル分散シリカスラリーの2種類を用い、印加電圧の大きさ

および電解質濃度が分級性能に及ぼす影響を検討した。

逆電気泳動法において、超音波分散スラリーでは印加電圧の増加により分級性能の向上が見られた。一方で、ビーズミル分散スラリーでは単なる重力分級よりも分級性能が低下した。

直交電気泳動法において、超音波分散スラリーでは電圧の印加は分級性能の向上にまったく寄与しなかった。一方で、ビーズミル分散スラリーでは印加電圧の増加により、分級により得られる微粉中の粗大な粒子の除去が促進された。

直交電気泳動法によるビーズミル分散スラリーの分級において、電解質(KNO_3)の添加による電気泳動移動度の変化を反映して、50%分離径すなわち粗大粒子の除去性能が変化した。

以上より、粒子の電気泳動現象を利用した湿式分級では、対象とするスラリーの電気泳動特性の理解と分級手法の適切な選択の重要性が示された。

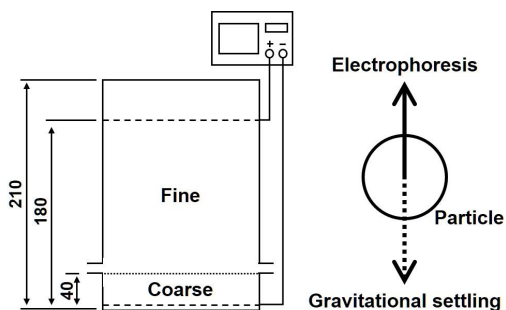


図1 逆電気泳動法

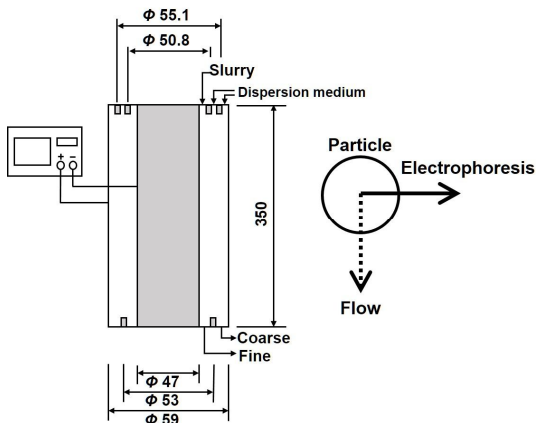


図2 直交電気泳動法

(3) 直交電気泳動法の原理を利用した小型の湿式分級装置を作製し、印加電圧を分級点の操作因子とした湿式分級の効率評価を行った。モデル粒子としてポリスチレンラテックス粒子(直径: 0.6, 1.0, 3.9 μm)を、分散媒として CsCl 水溶液(1 mM)を用い、各粒子のスラリーを調製した。

作製した分級装置を用いて粒子径毎の分離性能を評価した。印加電圧を低下し

ていった際、3.9 μm 粒子と比較して、0.6, 1.0 μm 粒子では分離性能が著しく低下していった。これは印加電圧の低下による電気泳動速度の著しい減少に起因すると考えられる。

粒子径の異なる2種類の粒子の混合スラリーを用いた分級試験を行った。0.6 μm と 1.0 μm 粒子混合スラリーに比べて 1.0 μm と 3.9 μm 粒子混合スラリーは印加電圧を操作したときの中位径の変化が著しかった。中位径の減少は、より大きな粒子が相対的に多く移動したことを意味している。この結果は粒子径毎の分離性能の結果に基づく予測と一致した。

以上より、印加電圧を操作因子とした電気泳動湿式分級法が示された。

以上(1)-(3)より、印加電圧の低下により電気泳動移動度が減少すること、また、直交電気泳動法の原理に基づく印加電圧を操作因子とした電気泳動湿式分級が可能であることが示された。しかしながら、電気泳動移動度減少の要因など、いまだ不明な点も残っている。

対象とする粒子サイズの変更や粒子の表面改質など、すべり面に影響を及ぼすであろう他の因子も含め、さらに詳細な実験的検討を行いたい。これにより、既往理論の修正・拡張がなされると期待される。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計3件)

新戸 浩幸、深澤 智典、
第1章 粒子の性質と測定 1.8 静電的性質 1.8.2 液相中での帯電と計測、
粉体工学会誌、査読無、Vol. 54、2017、
673-691、
<https://doi.org/10.4164/sptj.54.673>

深澤 智典、野村 啓介、川幅 康平、
大西洋、畝 一希、福井 国博、吉田 英人、
逆電気泳動法と直交電気泳動法によるサブミクロンシリカ粒子の湿式分級、
粉体工学会誌、査読有、Vol. 54、2017、
17-22、
<https://doi.org/10.4164/sptj.54.17>

N. Shirasawa, M. Matsuzawa, T. Fukazawa, K. Fukui, H. Yoshida,
Fine particle classification by a vertical type electrical water-sieve with various particle dispersion methods, Separation and Purification Technology, 査読有、Vol. 175、2017、
107-114、

<https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.11.009>

〔学会発表〕(計 11 件)

小野 航誠、深澤 智典、石神 徹、福井 国博、印加電場を操作因子とした電気泳動湿式分級、粉体工学会 2018 年度 春期研究発表会、2018 年

深澤 智典、小野 航誠、石神 徹、福井 国博、印加電場を操作因子とした電気泳動湿式分級法の開発、化学工学会 第 83 年会、2018 年

小野 航誠、深澤 智典、石神 徹、福井 国博、印加電場を操作した電気泳動湿式分級法の開発、第 20 回化学工学会 学生発表会(東広島大会)、2018 年

深澤 智典、サブミクロン粒子の分級に電気泳動を利用！、APPIE 産学官連携フェア 2017、2017 年

深澤 智典、界面工学を基軸とした粒子懸濁液の諸物性・特性評価に関する研究、粉体工学会 2017 年度 秋期研究発表会、2017 年

深澤 智典、微粒子の電気泳動移動度に対する溶存イオン種・電解質濃度・印加電圧の影響、粉体工学会 2017 年度 春期研究発表会、2017 年

深澤 智典、大西 洋、Huang An-Ni、福井 国博、電気泳動移動度の粒子径依存性に対する電解質濃度と印加電圧の影響、化学工学会 第 82 年会、2017 年

大西 洋、深澤 智典、Huang An-Ni、福井 国博、電気泳動移動度に対する印加電圧と粒子サイズの影響、第 19 回化学工学会 学生発表会(大阪大会)、2017 年

深澤 智典、電気泳動現象を援用した精密湿式分級の応用展開、国際粉体工業展 東京 2016 アカデミックコーナー、2016 年

畝 一希、深澤 智典、福井 国博、逆電気泳動法と直交電気泳動法を用いたシリカ粒子の湿式分級、化学工学会 中国四国支部 若手の会 第 10 回中四国若手 C E 合宿、2016 年

深澤 智典、川幅 康平、野村 啓介、福井 国博、吉田 英人、電気泳動現象を援用したサブミクロン粒子の湿式分級、粉体工学会 2016 年度 春期研究発表会、2016 年

〔図書〕(計 0 件)
なし

〔産業財産権〕
出願状況(計 0 件)
なし

取得状況(計 0 件)
なし

〔その他〕
なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

深澤 智典 (FUKASAWA, Tomonori)
広島大学・大学院工学研究科・助教
研究者番号: 00589187

(2) 研究分担者
なし

(3) 連携研究者
なし

(4) 研究協力者

野村 啓介 (NOMURA, Keisuke)

川幅 康平 (KAWAHABA, Kouhei)

畝 一希 (UNE, Kazuki)

大西 洋 (OHNISHI, Hiro)

小野 航誠 (ONO, Kousei)