

耐熱・断熱製品の湿式脱水成形技術（後編）

～分散凝集技術の製品への応用～

研究開発本部 浜松研究所 堀内 修

1. はじめに

当社では、用途に合わせさまざまな特性・機能を有する耐熱、断熱製品を製造・販売している。それら製品の一部は、製造工程において湿式で脱水成形を行っている。

製品特性は、その製品を構成する原材料と製品形態だけでなく、製造技術（成形技術、熱処理技術など）によって決定されるものも多い。

前稿（2021年4号）と本稿で、湿式成形におけるスラリー作製から脱水成形における当社の技術的アプローチについて紹介する。前稿では、耐熱・断熱製品の湿式脱水成形技術におけるゼータ電位について報告した。本稿では、湿式脱水成形でキーとなる、高分子凝集剤の選定におけるゼータ電位の活用例を紹介する。

2. 湿式脱水成形における高分子凝集剤の役割

湿式脱水成形製品においては、耐熱性や強度など必要な特性を発揮できるように原材料やその配合量を設計する。設計した配合の原材料を水中で混合し、メッシュを用いて脱水ろ過を利用して成形を行うが、その際、メッシュの目開きよりも小さい原材料はメッシュを通過してしまいうろ過できない。そのため、高分子凝集剤を添加し、ろ過成形できるサイズの凝集フロックを形成する必要がある。

原材料を水中で混合（以降スラリーと表記する）した場合、原材料により異なる表面電荷（ゼータ

電位）を有する。正電荷同士または負電荷同士のように同じ電荷を有する材料同士は反発しあい、正と負、逆の電荷を有する材料同士は凝集することが知られている。凝集フロックを形成するためにはスラリー中の原材料の電荷の総和をゼロとすることが理想であり、その役目を担うのが高分子凝集剤である。

高分子凝集剤を大別すると、正の電荷を持ったカチオン基を有するカチオン系、負の電荷を持ったアニオン基を有するアニオン系、カチオン基とアニオン基の両方をあわせ持つ両性、電荷を持たないノニオン系の4種類がある。適切な高分子凝集剤を選定するためには、各原材料や混合原材料のゼータ電位は欠くことのできない情報である。

次章から、無機繊維質成形品の検討用モデル配合を例に、高分子凝集剤の選定プロセスを解説する。第3章で、配合する原材料それぞれのゼータ電位測定結果、第4章で、原材料の投入過程におけるスラリーのゼータ電位測定結果、第5章では、取得したゼータ電位のデータを基にした高分子凝集剤の選定とそれを用いて湿式脱水成形した際の凝集フロック作製結果を記す。

3. 検討用モデル配合とゼータ電位測定結果

当社の高温用無機繊維質断熱材で使用する原材料を用いたモデル配合を使って、その活用例を以下に記す。表1にモデル配合に使用した原材料とおおよその重量比を示す。

表1 モデル配合

原材料	重量比
無機繊維	50
無機粒子	50
無機バインダA	20
無機バインダB	20

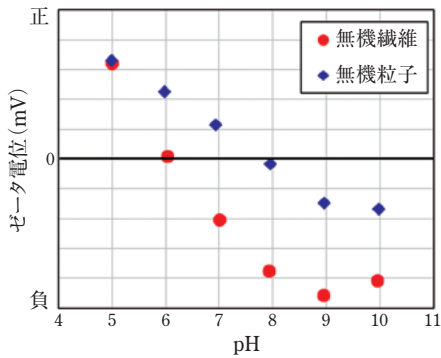


図1 無機繊維と無機粒子のゼータ電位

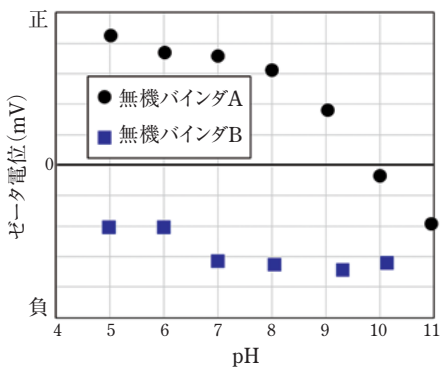


図2 無機バインダAと無機バインダBのゼータ電位

それぞれの原材料のゼータ電位測定結果を図1, 2に示す。

無機繊維については、pH6にゼータ電位が0となる等電点があり、無機粒子については、pH7.9付近に等電点があることが分かる。また、無機バインダAはpH9.8付近に等電点があり、無機バインダBはpH4～11の範囲に等電点はなく、そのpH域では負のゼータ電位を持つことが分かる。

4. モデル配合のスラリー評価

前章で示した各原材料の投入過程においてスラリーのゼータ電位を測定した結果を図3に示す。グラフの第1軸は原材料投入過程におけるゼータ電位を棒グラフで、第2軸はpHをプロット (青) で

示す。投入は無機繊維, 無機粒子, 無機バインダA, 無機バインダBの順で行った。また, それぞれの過程において, 未定着で溶液中に分散している原材料を把握するために, ろ過液のカチオン・アニオン要求量をコロイド滴定装置で測定した結果を図4に示す。なお, カチオン・アニオン要求量とは, スラリーを等電点にするために必要なカチオンまたはアニオンの当量を示した値である。グラフの第1軸は図3と同様にゼータ電位を棒グラフ (赤) で, 第2軸は原材料投入過程におけるろ過液のカチオン・アニオン要求量をプロットで示す。ここでは, 黒塗りのプロット (■) はカチオン要求量, 白抜きのプロット (□) はアニオン要求量である。

図3, 図4を見ると, ゼータ電位やカチオン・アニオン要求量に変化が現れるのは, ③の無機バインダAを添加した点である。無機バインダAを添加すると, 無機バインダAがpH6.7で正のゼータ電位を示す。

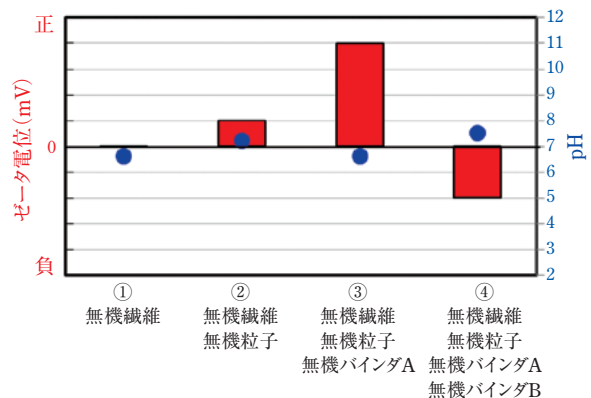


図3 原材料投入過程におけるスラリーのPHと原材料混合物のゼータ電位

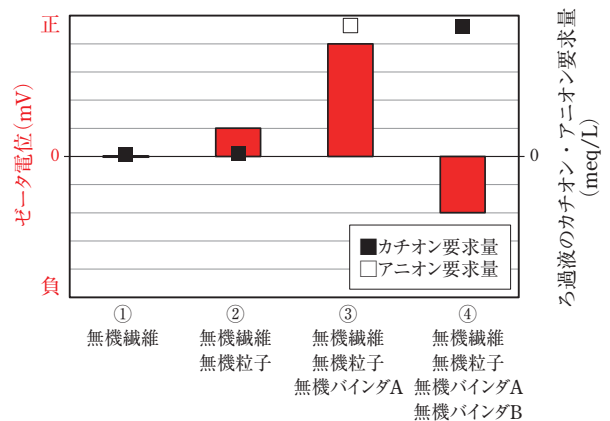


図4 原料投入過程におけるスラリー中原材料混合物のゼータ電位とろ過水の カチオン・アニオン要求量

タ電位を持つため、無機繊維または無機粒子に部分的に吸着することでゼータ電位が正となる。また、水中のアニオン要求量が増大している (図4) ことから未定着の無機バイндаAが水中に存在していることが示唆される。

無機バイндаBを添加すると、無機バイндаBはpH7.6で負のゼータ電位なので、無機バイндаAとBが極性的に引き合い凝集するとともに、正のゼータ電位を持つ無機繊維、無機粒子に定着していることが考えられる。しかし水中のカチオン要求量が増大している (図4の④) ことから、未定着の無機バイндаBが水中に存在することが示唆される。

以上のように、原材料をすべて投入したスラリーはpH7.6であり、そこに負のゼータ電位を持つ無機繊維、わずかに正のゼータ電位をもつ無機粒子、正のゼータ電位の無機バイндаAと負のゼータ電位の無機バイндаBが引き合い凝集して無機繊維と無機粒子に定着している状態であるとともに、水中には無機バイндаBが分散している状態が示唆される。

以上の評価結果を基に、湿式脱水成形に適した凝集フロックを形成するための高分子凝集剤の選定を次章で解説する。

5. 高分子凝集剤の選定と凝集フロック形成結果

今回のモデル配合におけるスラリーは原材料添加毎にpHが7前後を推移しており、原材料は正と

負のゼータ電位を持つものが混在している。そのため高分子凝集剤は、カチオン基・アニオン基を有する両性型を選定した。また、全ての原材料を配合した状態におけるゼータ電位は負である (図3) とともに、カチオン要求量 (図4) から負のゼータ電位を持つ無機バイндаBが水中に多く残っていることが分かるため、カチオン基がアニオン基よりも多い (=カチオンリッチ) 高分子凝集剤を選定した。

高分子凝集剤の種類決定とともに、高分子凝集剤の添加量の決定も重要な要素である。次に、添加量を3水準振った場合の効果の差異について説明する。添加量は、2Xは1Xに対して2倍、4Xは4倍量を示している。それぞれの添加量を配合し凝集フロックを形成、ゼータ電位を測定した。結果を図5に示す。またスラリーの外観を図6に示す。

図5より、高分子凝集剤添加量が多いほど、ゼータ電位はゼロに近づき、凝集しやすい状態になっていることが分かる。このスラリーを使った成形における成形歩留りに着目すると、高分子凝集剤量

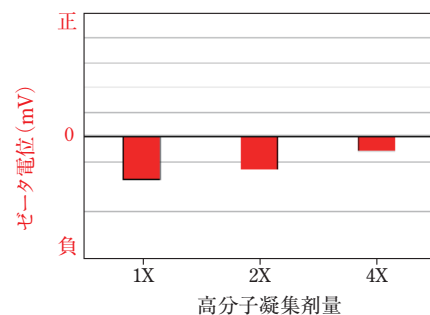


図5 高分子凝集剤添加時のゼータ電位

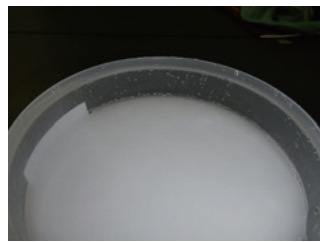


	高分子凝集剤量		
	1X	2X	4X
凝集フロックの状態			
	凝集弱め。無機粒子が凝集フロックから外れている	大きな凝集フロックが形成	2Xの凝集フロックがすこし細かくなった状態
成形歩留り	96%	100%	100%

図6 高分子凝集剤添加後の凝集フロック形成状態

が1Xの場合は、成形歩留りが96%程度と低い。なお、成形歩留りは、成形後のろ過水を乾固してメッシュを通過した原材料量を求め、投入原材料量から差し引いて算出した。図6の外観写真でもスラリーは白濁しており、凝集しきれっていない無機粒子や無機バインダが脱水成形時、メッシュでろ過されずに成形体から抜けてしまったと考えられる。

高分子凝集剤量が2X、4Xの場合は、どちらも成形歩留りがほぼ100%であり、原材料のほぼ全てが含まれる設計どおりの凝集フロックができていたことが示唆された。なお、この両者の凝集フロックサイズは異なり、成形体のかさ密度は凝集フロックサイズが小さいほど大きくなる傾向がある。凝集フロックの良し悪しは、2X、4Xのどちらが良いというものではなく、製品に必要なかさ密度に応じて高分子凝集剤量をその範囲で選ぶのが好ましい。

6. ま と め

本稿では、当社の湿式脱水成形製品におけるゼータ電位の活用例を紹介した。

使用する原材料のゼータ電位や等電点、さらにそれを混合したスラリーでのゼータ電位、ろ過液のカチオン・アニオン要求量を調べることで、適切な高分子凝集剤の選定するための有用な情報を得ることができることを示した。

当社では、今後もさらに本技術を探求し、新製品開発に活かしていく所存である。

参 考 文 献

- ・ゼータ電位 微粒子界面の物理化学
北原文雄, 古澤邦夫, 尾崎正孝, 大島広行
(株)サイエンティスト社
- ・【分野別】ゼータ電位利用集 ～基礎/測定/解釈・濃厚/非水系・分散安定等～
(株)情報機構
- ・翻訳 応用界面・コロイド科学ハンドブック
辻井薫, 高木俊夫, 前田悠 (株)エヌ・ティー・エス

筆 者 紹 介



堀内 修

(執筆時) ニチアス株式会社
研究開発本部 浜松研究所
(現職) 国分工業株式会社

「断つ・保つ」[®]で明るい未来へ

さまざまな地球環境負荷の低減が求められています。
私たちはいろいろなステージで、
安全で快適な暮らしを作り出す製品・サービスを提供します。
ニチアスは、そんな明るい未来の実現に貢献していきます。

