

可逆的分散凝集制御を用いた二酸化チタンサスペンションの開発と インクジェットへの応用

那須昭夫*[†]・福原隆志*・勝山智祐*・岡本直樹*・佐藤根大士**

*資生堂グローバルイノベーションセンター 神奈川県横浜市西区高島1-2-11 (〒220-0011)

**兵庫県立大学大学院工学研究科化学工学専攻 兵庫県姫路市書写2167番地 (〒671-2280)

[†] Corresponding Author, E-mail: akio.nasu@to.shiseido.co.jp

(2020年5月19日受付, 2020年6月18日受理)

要 旨

これまでわれわれは、軟凝集性サスペンションの調製について報告している。高分子電解質分散剤を使用してサスペンション中の微粒子を良分散状態とした後、 Mg^{2+} イオンを添加して粒子表面に吸着した分散剤間を架橋させることで、静置時は粒子がゲルとして振舞いながら、軽い振とうで一時的に液状に戻るサスペンションである。今回は、この軟凝集性サスペンションに関し、化粧品用粉体として汎用性が高い二酸化チタンを用いた低粘度サスペンションへの応用を試みた。球状の二酸化チタンを用い、わずかな降伏値をもたせることで、粒子の沈降、堆積がない軟凝集性サスペンションの開発に成功した。さらに、このサスペンションをインクジェット用白色インクとして応用したところ、ピエゾタイプカートリッジを用いた粉末固形製品への加飾成型、およびサーマルタイプカートリッジを用いた家庭用プリンターによる印刷実験、ともに良好な結果を得た。

キーワード：可逆的分散制御、軟凝集性サスペンション、高分子電解質、球状二酸化チタン、降伏値、インクジェット

1. 緒 言

二酸化チタンは、化粧品素材として非常に汎用性が高い素材であり、これまでその分散技術に関する研究は、多方面にわたって検討されてきた。しかしながら、二酸化チタンは比重が大きく、さらにはハマカー定数に由来する凝集性も強い^{1,2)}ため、溶媒に分散されたサスペンションの状態では、長時間保存されることにより、粒子が沈降・堆積してしまう。一般的に、良分散サスペンションからは緻密で固い堆積層が形成されるため、堆積層形成後に攪拌を行っても粒子を再分散させることは非常に困難であり、そのサスペンションは使用不能となる。多くの場合は、堆積層を形成させないように定期的な攪拌などで対応しているが^{3,4)}、必ずしもそのような作業を行う環境にない場合もある。

これまでに、重力沈降により形成された粒子堆積層の固化メカニズムについての検討が行われてきており、その結果、サスペンション内の粒子が沈降して形成した堆積層は全体が固化しているわけではなく、堆積層上部には攪拌により容易に再分散可能な流動性のある層が一定高さ存在していること、またその下部から底部までは、再分散が困難な固化した層が存在していることを明らかにした⁵⁾。さらに、流動性のある層の高さ、および固化した堆積層が形成され始める時間は、いずれも粒子間に働く最大反発力から推定可能であることを明らかにした。この結果、固化層形成を防止するための攪拌のインターバルが設定可能となり、効率的な固化防止が可能となった⁶⁾。しかし実

際のプロセスでは、定期的な攪拌はエネルギー的に不利であることに加え、保管場所の制約などにより攪拌操作を行えない場合には対応することができない。また、いったん固化層が形成してしまうと再分散が困難であることには変わりはなく、根本的な解決には至っていなかった。堆積層が形成されても固化しないようにするためには、形成される堆積層を薄くする、すなわち粒子濃度を低く抑えればよいのだが、粒子濃度の低下はその後の工程の効率低下を引き起こす。また、一般的には粒子濃度を下げることでサスペンション粘度が低下するため⁷⁾、とくに使用時に塗布などの工程がある場合には問題が発生することになる。理想としては、重力の影響が非常に小さくなる数nmオーダーの粒子を良分散状態に保つことで堆積層の形成をほぼ防止できる。しかしながら、製品の粒子径はさまざまであり、粒子と媒液との間に密度差が存在する限りは粒子の沈降そのものを防止することはできず、汎用的な手法とは言い難い。

そこでわれわれは、粒子を緩く凝集させ網目構造をとらせることで、非常に疎で含水率の高い堆積層が形成される条件であれば、簡単な攪拌などで一時的に良分散状態となり、凝集状態に戻る前であれば、製品製造などに使用可能と考えた。このようなサスペンションを軟凝集性サスペンションと定義し、高分子電解質分散剤を使用してサスペンション中の微粒子を良分散状態とした後、 Mg^{2+} イオンを添加して粒子表面に吸着した分散剤間を架橋させることで、静置時は一様に粒子がゲル化して固体状に振る舞いながら、軽い振とうで一時的に液状に戻る軟凝集性サスペンションの調製に成功し、前報にて報告した⁸⁾。また、水中で同符号の表面電位となる2成分の粒子の混合物に対しても、一般的な多価イオンを用いることにより、軟凝集サ

【図表について】電子ジャーナルサイト「J-STAGE」ではカラーでご覧いただけます。https://www.jstage.jst.go.jp/browse/shikizai-char/ja/