

## レオロジーと小角X線散乱による水性顔料分散体の凝集構造の評価

里川 雄一<sup>\*,†</sup>・小池 淳一郎<sup>\*</sup>・浅田 匡彦<sup>\*</sup><sup>\*</sup>DIC(株) 千葉県佐倉市坂戸631 (〒285-8668)<sup>†</sup> Corresponding Author, E-mail: yuuichi-satokawa@ma.dic.co.jp

(2020年8月20日受付, 2020年9月7日受理)

## 要 旨

表面張力が小さく疎水的な有機顔料を水に安定的に分散させるために、顔料分散剤が用いられる。しかし、用いられる分散剤の分子構造と得られた分散体の構造や物性との相関関係は必ずしも明確でないため、適切な分散剤の選択には、試行錯誤を余儀なくされている。本検討では、分散剤配合比および顔料濃度の異なる水性顔料分散体のレオロジーおよび小角X線散乱測定の結果に基づき、水性顔料分散体における粒子間相互作用、凝集構造およびレオロジー特性の階層的な理解を目指した。

キーワード：顔料分散, 分散剤, 凝集構造, レオロジー, 小角X線散乱

## 1. 緒 言

印刷インキや塗料などの色材製品の開発における最大の課題は、顔料、染料、樹脂などの構成成分を、目標とする分散状態に安定的に分散させる点にある。中でも、水を分散媒とした水性インキや水性塗料の開発においては、表面張力の小さな有機顔料を、表面張力の大きな水の中に安定的に分散させるという、避けて通れない課題がある。近年では、環境問題に対する意識の高まりを受けて、メーカーには地球環境に配慮した製品の開発が強く求められている。色材製品も例外ではない。インキ・塗料の水溶性化は、上述した社会的要請に対する解決策の一つとして、これまでに多くの取り組みがなされている<sup>1)</sup>。

一般的に、顔料が水中に分散した懸濁液(顔料分散体)において、顔料粒子間には静電引力やvan der Waals引力などの長距離引力が作用し、凝集構造が形成される。その結果、顔料分散体は必ず流動下において、ずり速度の増大とともに見かけの粘性率が低下する、流動軟化型の非ニュートン流動を示す<sup>2)</sup>。水中における有機顔料の分散性を向上させる技術的手段として、分散剤と呼ばれる添加剤が配合されることが多い。適切なる分散剤の選択により顔料粒子間の相互作用および凝集構造を制御することが、所望のレオロジー特性を有する顔料分散体を得るための鍵となる。分散剤の一例として、同一分子内に親水部と疎水部とを併せもつ界面活性剤が挙げられる。水中で界面活性剤は疎水部が顔料表面に吸着するとともに、親水部が顔料粒子の表面張力を下げる、水との親和性を高める、立体斥力を付与する、等の働きをする。しかし、選択された界面活性剤と、最終的に調製される分散体の構造や物性との間の相関関係が必ずしも明確ではないため、試行錯誤を余儀なくされている<sup>3-5)</sup>。

顔料分散体における凝集構造の評価にも課題があった。従来、顔料粒子の凝集構造は、レオロジーの手法のほか、顕微鏡

観察や粒子径計測などの手法により評価されてきた<sup>6,7)</sup>。しかし、これらの手法では測定時に試料に何らかの状態変化を生じさせる。その結果、実際の構造を正しく捉えられないことがあるため、分散体の構造と物性との関係は必ずしも明確にはならなかった。最近、無希釈・非破壊で分散状態を評価する手法として、放射光X線を用いた小角X線散乱(SAXS)測定による検討例が報告されている<sup>7-9)</sup>。われわれは、SAXS測定により無希釈・非破壊での水性顔料分散体の構造解析を試み、レオロジー挙動との相関を議論することにした。

本報では、レオロジー測定およびSAXS測定の結果に基づき、水性顔料分散体における粒子間相互作用、凝集構造およびレオロジー特性の階層的な理解を目指す試みを紹介したい。汎用的な有機顔料の一つであるC.I. Pigment Yellow 14を対象とし、構造が明確でかつ系統的に変化させることができる、ポリオキシエチレンアルキルエーテルを分散剤として、水性顔料分散体を調整した。得られた分散体について、レオロジー測定およびSAXS測定を実施し、得られた結果に基づき、分散剤の配合比率や顔料濃度が、最終的にでき上がる顔料分散体の巨視的物性や内部の凝集構造に及ぼす影響について議論した。

## 2. 実 験

## 2.1 試料

顔料として、C.I. Pigment Yellow 14 (PY14, DIC) を用いた。顔料分散剤として、ポリオキシエチレンアルキルエーテル(日光ケミカルズ(株))を用いた。以下、アルキル鎖長を $x$ 、オキシエチレン(EO)鎖の繰り返し単位の数を $y$ として、 $C_xEO_y$ と表記する。本検討では、 $x$ および $y$ の異なる4種の分散剤、 $C_{16}EO_{20}$ 、 $C_{16}EO_{30}$ 、 $C_{12}EO_{21}$ および $C_{18}EO_{20}$ を用いた。本検討で用いた顔料および分散剤の構造をFig. 1に示す。

顔料分散体試料は、一種類の分散剤について、試料の全質量 $W_t$ に対するPY14の質量 $W_p$ の比である顔料質量分率 $w_p (=W_p/W_t)$ を0.35に固定し、 $W_p$ に対する分散剤質量 $W_d$ の比である $d/p (=W_d/W_p)$

【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/