

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6837666号
(P6837666)

(45) 発行日 令和3年3月3日(2021.3.3)

(24) 登録日 令和3年2月15日(2021.2.15)

(51) Int.Cl.

F 1

B01F 3/12 (2006.01)

B01F 3/12

B01F 11/02 (2006.01)

B01F 11/02

B02C 19/16 (2006.01)

B02C 19/16

請求項の数 12 (全 26 頁)

(21) 出願番号 特願2017-528669 (P2017-528669)
 (86) (22) 出願日 平成28年7月11日 (2016.7.11)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2016/070402
 (87) 国際公開番号 WO2017/010451
 (87) 国際公開日 平成29年1月19日 (2017.1.19)
 審査請求日 令和1年7月4日 (2019.7.4)
 (31) 優先権主張番号 特願2015-141951 (P2015-141951)
 (32) 優先日 平成27年7月16日 (2015.7.16)
 (33) 優先権主張国・地域又は機関
日本国(JP)

(73) 特許権者 000206439
大川原化工機株式会社
神奈川県横浜市都筑区池辺町3847号
 (74) 代理人 100088616
弁理士 渡邊 一平
 (74) 代理人 100154829
弁理士 小池 成
 (74) 代理人 100132403
弁理士 永岡 儀雄
 (72) 発明者 東谷 公
京都府京都市伏見区桃山羽柴長吉中町39
 (72) 発明者 大川原 正明
神奈川県横浜市都筑区池辺町3847番地
大川原化工機株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】湿式分散器

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1次粒子、及び凝集体からなる群から選択される少なくとも1種の微粒子と、分散媒とを少なくとも含む混合物中の、前記微粒子を分散させる湿式分散器であって、

前記混合物の流路となる流入口及び出口を有し、前記流入口から前記出口まで延びる流路と、

前記流路の途中に設けられ、少なくとも1つの通過孔が区画形成された混合物通過板と、を備え、

前記流路は、前記混合物通過板が設けられた位置よりも前記流路の下流側に、振動により、その少なくとも一部が、前記通過孔の開口周縁、及び、前記混合物通過板の前記通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触するように設けられた振動体を有する分散部を含み、

前記振動体は、前記通過孔の数と同数であり、各前記通過孔のそれぞれの開口を塞ぐよう配置され、

前記振動子は、前記通過孔の開口を塞ぐように当該開口に近づいたり、当該開口から遠ざかたりする、湿式分散器。

【請求項 2】

前記混合物通過板は、前記通過孔の開口面積が小である第一の面と、前記通過孔の開口面積が前記第一の面における前記通過孔の開口面積よりも大である第二の面と、を有し、

前記混合物通過板の前記第二の面側が、前記振動体が設けられた側に位置するように配

設された、請求項 1 に記載の湿式分散器。

【請求項 3】

前記第一の面から前記第二の面に向かう方向の少なくとも一部において、前記通過孔の開口面積が漸増する、請求項 2 に記載の湿式分散器。

【請求項 4】

前記振動体が、振動により、前記内側面の少なくとも一部と接触する、請求項 2 又は 3 に記載の湿式分散器。

【請求項 5】

前記振動体の一部が曲面であり、前記曲面が振動により、前記内側面の少なくとも一部と接触する、請求項 4 に記載の湿式分散器。 10

【請求項 6】

前記 1 次粒子は、粒子状物質、又は纖維状物質を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の湿式分散器。

【請求項 7】

前記微粒子を、分散処理後の混合物中にメジアン径 1 ~ 5 0 0 n m のナノ微粒子として分散させる、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の湿式分散器。

【請求項 8】

前記微粒子を分散処理後の混合物中にメジアン径 5 0 0 n m ~ 1 0 μ m の分散処理後微粒子として、或いは、前記微粒子を分散処理後の混合物中に纖維径が 1 ~ 1 0 0 n m であり、長さが前記纖維径の 1 0 0 倍以上であるナノファイバーとして、分散させる、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の湿式分散器。 20

【請求項 9】

前記振動体の振幅が 1 μ m ~ 1 0 m m である、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の湿式分散器。

【請求項 10】

前記振動体の振動数が 0 . 1 ~ 1 0 0 0 0 H z である、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載の湿式分散器。

【請求項 11】

前記流路の一部、且つ、前記分散部が配設されている部分よりも下流側に超音波発生手段を有し、前記超音波発生手段の周波数が 2 0 k H z ~ 1 0 M H z である、請求項 1 ~ 1 0 のいずれか一項に記載の湿式分散器。 30

【請求項 12】

前記振動体が球状振動子であり、当該球状振動子を載置するボールホルダーを備え、更に、前記ボールホルダーを付勢して保持するものを備える、請求項 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の湿式分散器。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、混合物中に含まれる、1 次粒子、及び凝集体からなる群から選択される少なくとも 1 種の微粒子と、分散媒とを少なくとも含む混合物中の微粒子を分散させる湿式分散器に関する。更に詳しくは、コンタミネーション（異物混入）がほとんどなく、短時間で微粒子を均一に分散させることができ、省エネルギー・省スペースで運転できる湿式分散器に関する。 40

【背景技術】

【0 0 0 2】

メジアン径が 1 ~ 5 0 0 n m である微粒子は、比表面積が極めて大きいこと、また、バルクとは異なる特有の物性を示すことなどから触媒、触媒担体、導電性インク、センサー、発光材料、薬剤等に使用される機能性材料、又は、機能性材料の中間体、前駆体として広く用いられている。

【0 0 0 3】

微粒子特有の機能（大比表面積、バルクと異なる物性等）を有効に発現させるためには、微粒子の粒子径の制御、微粒子の凝集状態の制御、粒子径分布の制御等が重要となる。粒子径分布の制御とは、分散系において、微粒子の粒子径が揃った状態に制御することである。

【0004】

従来、微粒子を分散媒中に分散させる方法として、高回転型ホモジナイザー、高圧ホモジナイザー、ボールミル、ビーズミル、ジェットミル等の分散器が用いられてきた。

【0005】

しかしながら、高回転型ホモジナイザーを用いて、微粒子を分散媒中に分散させる方法では、微粒子が分散媒中で凝集しやすく、微粒子の粒子径の制御、凝集状態の制御、及び粒子径分布の制御を行うことができないことがあった。

【0006】

また、高圧ホモジナイザーを用いて、微粒子を分散媒中に分散させると、高圧により微粒子が加熱され、微粒子の物性が変わる等のリスクがあった。例えば、高圧ホモジナイザーを用いて、3.5～275 MPaの処理圧力で乳化処理してなる、平均粒子径が10 nm～1000 nmである薬物超砥粒粒子の製造方法が開示されている（特許文献1）。しかしながら、特許文献1の製造方法で用いられる高圧ホモジナイザーは、エネルギー消費が高く、冷却作業を必要とするものである。このため、多量のエネルギーを消費する点、冷却作業をする際の冷却設備等を必要とする点で問題が生じていた。

【0007】

また、ボールミル、ビーズミルを用いて、微粒子を分散媒中に分散させる方法では、ビーズ同士等が接触してビーズの磨耗が生じ、摩耗により生じたビーズ片が原料に混入するという、コンタミネーションの問題が生じていることがあった。また、装置の運転時間が長く、微粒子を効率よく生産することができないという問題も生じていることがあった。そして、ジェットミルを用いて、微粒子を分散媒に分散させる方法では、ジェットミルが高圧の気体を使用するため、エネルギー消費が高いことが問題となっていた。

【0008】

また、上記のような問題を解決するために、短時間で高度かつ均一な分散を行うことができ、母体となる微粒子をコーティングしたコーティング粒子の製造等、微粒子の分散工程を有する各種の製品を高効率で製造する湿式分散器が開示されている（特許文献2）。この湿式分散器は、スラリー流路に設けられたオリフィスを超高速通過させることにより微粒子を分裂分散させ、更に、分裂分散した微粒子を、超音波を用いて侵食分散させるものである。したがって、ビーズミル等のように、粉碎メディアであるビーズ同士が、接触し磨耗することによるコンタミネーションの問題がほとんど生じず、また消費エネルギーも少ない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】国際公開第2005/013938号

【特許文献2】特開平05-168888号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

しかしながら、特許文献2の湿式分散器は、特許文献2の実施例にみられるように、1 μm～10 μmの微粒子に分散することはできるが、分散媒中に混合された、メジアン径が1～500 nmのナノ微粒子を均一に分散することが困難であることがあった。

【0011】

本発明は、このような問題を鑑みてなされたものである。本発明によれば、混合物中の微粒子を分散させる湿式分散器が提供される。本発明の湿式分散器は、ほとんどコンタミネーションの無い分散処理が可能であり、短時間で微粒子を分散させることができあり

10

20

30

40

50

、且つ、微粒子の粒子径、及び粒子径分布を一定に制御できる。また、本発明の湿式分散器は、短時間で微粒子を分散媒中に分散させることができる。また、本発明の湿式分散器は、冷却作業をするための冷却設備を必要としないため、狭いスペースにも設置することができる。更に、微粒子と分散媒とを少なくとも含む混合物に生じる複雑流れ場、即ち混在された収縮流、せん断流、伸長流、振動流等が同時に利用でき、分散媒中の微粒子を均一に分散できる。

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明によれば、以下に示す、湿式分散器が提供される。

【0013】

[1] 1次粒子、及び凝集体からなる群から選択される少なくとも1種の微粒子と、分散媒とを少なくとも含む混合物中の、前記微粒子を分散させる湿式分散器であって、前記混合物の流路となる流入口及び出口を有し、前記流入口から前記出口まで延びる流路と、前記流路の途中に設けられ、少なくとも1つの通過孔が区画形成された混合物通過板と、を備え、前記流路は、前記混合物通過板が設けられた位置よりも前記流路の下流側に、振動により、その少なくとも一部が、前記通過孔の開口周縁、及び、前記混合物通過板の前記通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触するように設けられた振動体を有する分散部を含み、前記振動体は、前記通過孔の数と同数であり、各前記通過孔のそれぞれの開口を塞ぐように配置され、前記振動子は、前記通過孔の開口を塞ぐよう当該開口に近づいたり、当該開口から遠ざかたりする、湿式分散器。

【0014】

[2] 前記混合物通過板は、前記通過孔の開口面積が小である第一の面と、前記通過孔の開口面積が前記第一の面における前記通過孔の開口面積よりも大である第二の面と、を有し、前記混合物通過板の前記第二の面側が、前記振動体が設けられた側に位置するように配設された、前記[1]に記載の湿式分散器。

【0015】

[3] 前記第一の面から前記第二の面に向かう方向の少なくとも一部において、前記通過孔の開口面積が漸増する、前記[2]に記載の湿式分散器。

【0016】

[4] 前記振動体が、振動により、前記内側面の少なくとも一部と接触する、前記[2]又は[3]に記載の湿式分散器。

【0017】

[5] 前記振動体の一部が曲面であり、前記曲面が振動により、前記内側面の少なくとも一部と接触する、前記[4]に記載の湿式分散器。

【0018】

[6] 前記1次粒子は、粒子状物質、又は纖維状物質を含む、前記[1]～[5]のいずれかに記載の湿式分散器。

【0019】

[7] 前記微粒子を、分散処理後の混合物中にメジアン径1～500nmのナノ微粒子として、分散させる、前記[1]～[6]のいずれかに記載の湿式分散器。

【0020】

[8] 前記微粒子を分散処理後の混合物中にメジアン径500nm～10μmの分散処理後微粒子として、或いは、前記微粒子を分散処理後の混合物中に纖維径が1～100nmであり、長さが前記纖維径の100倍以上であるナノファイバーとして、分散させる、前記[1]～[6]のいずれかに記載の湿式分散器。

【0021】

[9] 前記振動体の振幅が1μm～10mmである、前記[1]～[8]のいずれかに記載の湿式分散器。

【0022】

[10] 前記振動体の振動数が0.1～10000Hzである、前記[1]～[9]の

10

20

30

40

50

いずれかに記載の湿式分散器。

【0023】

[11] 前記流路の一部、且つ、前記分散部が配設されている部分よりも下流側に超音波発生手段を有し、前記超音波発生手段の周波数が20kHz～10MHzである、前記[1]～[10]のいずれかに記載の湿式分散器。

[12] 前記振動体が球状振動子であり、当該球状振動子を載置するポールホルダーを備え、更に、前記ポールホルダーを付勢して保持するものを備える、前記[1]～[11]のいずれかに記載の湿式分散器。

【発明の効果】

【0024】

10

本発明の湿式分散器によれば、省エネルギー、且つ短時間でほとんどコンタミネーションの無い、微粒子の分散処理が可能である。そして、微粒子と分散媒とを少なくとも含む混合物に生じる複雑流れ場、即ち混在された収縮流、せん断流、伸長流、振動流等が同時に利用できるため、微粒子の粒子径、及び粒子径分布を一定に制御できる。更に、従来の高圧ホモジナイザーによる分散処理のように、分散処理に伴い、微粒子が高温になることがないため、微粒子の物性が変化するおそれがあるがほとんどなく、微粒子を冷却する手段等の設備も不要であるため、限られたスペースにも設置が可能である。そして、本発明の湿式分散器は、短時間、且つ、省エネルギーで運転できるため、生産性及び作業性に優れる。

【0025】

20

更に、本発明においては、例えば、微粒子の凝集状態によって、微粒子と分散媒とを少なくとも含む混合物を、一の湿式分散器に対して、複数回通過させることも可能である。また、本発明においては、複数個の湿式分散器を、直列につなげて使用することも可能である。即ち、本発明において、混合物は、第一の湿式分散器、第二の湿式分散器、第三の湿式分散器の順に直列につながった各々の湿式分散器を通過することでもよい。また、本発明の湿式分散器は、複数個を並列に並べることにより、多量の混合物を処理する等、種々の設計が可能である。

【0026】

30

また、本発明の湿式分散器は、乳化分散にも用いることができる。即ち、共に液体である分散媒と分散質とを少なくとも含み、ホモミキサー等で予め乳化処理された分散処理前混合物を均一なエマルジョン（分散処理後混合物）とすることができます。分散処理後混合物としては、例えば、分散質の液滴の平均粒子径が50μm以下である分散質が分散媒中に分散されたものである。ここで、「分散質の液滴」とは、その全表面が分散質と分散媒との界面である分散媒の液相を指す。

【0027】

また、本発明の湿式分散器は、微生物、細胞等のバイオセルの分散や、破壊にも用いることができる。

【0028】

40

更に、本発明の湿式分散器は、焼結や融結等により弱く固結された微粒子（固結微粒子）の凝集体を解碎することができる。固結微粒子とは、粒子間に電解質、凝集剤の分子を含まず、同じ組成の化学結合によるネットキングが成長し凝集粒子（凝集体）のように見える同一体である粒子のことである。

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1A】本発明の湿式分散器の第一実施形態を模式的に示す、湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図1B】本発明の湿式分散器の第一実施形態を模式的に示す、湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図1C】図1Aを、矢印Xの方向からみた平面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図1D】本発明の湿式分散器により、分散処理前混合物中の分散処理前微粒子が分散さ

50

れる様子を模式的に示す説明図である。

【図2A】本発明の湿式分散器における、振動体の構成を模式的に示す説明図であり、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図2B】本発明の湿式分散器における、振動体の構成を模式的に示す説明図であり、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図3】本発明の湿式分散器を模式的に示す図であって、予備分散手段を更に含む湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図4A】本発明の湿式分散器の第二実施形態を模式的に示す湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図4B】図4Aを、矢印Xの方向からみた平面図であり、流路の一部を透視した図である。 10

【図5】本発明の湿式分散器を用いた分散処理を模式的に示す、説明図である。

【図6】本発明の湿式分散器により分散処理した後の微粒子の粒子径分布、及び本発明の湿式分散器により分散処理をしていない微粒子の粒子径分布を示すグラフである。

【図7】本発明の湿式分散器を模式的に示す図であって、予備分散手段を更に含む湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図8A】本発明の湿式分散器の第三実施形態を模式的に示す湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図8B】図8Aを上方からみた平面図であり、流路の一部を透視した図である。

【図8C】図8A中に示す領域P1を拡大して分解した状態を模式的に示す説明図である。 20

【図9A】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図9B】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図9C】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図9D】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図9E】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。 30

【図9F】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図9G】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図9H】図8A中に示す領域P2を拡大して模式的に示す、湿式分散器の流路の一部を透視した図である。

【図10】本発明の湿式分散器により乳化処理したエマルジョン粒子の粒子径分布を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】 40

【0030】

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明は以下の実施の形態に限定されるものではない。したがって、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、当業者の通常の知識に基づいて、以下の実施の形態に対し適宜変更、改良等が加えられたものも本発明の範囲に入ることが理解されるべきである。

【0031】

(1) 湿式分散器：

本発明の湿式分散器の第一実施形態は、図1A～図1Dに示すような湿式分散器1である。図1Aは、本発明の湿式分散器の第一実施形態を模式的に示す、湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。図1Bは、本発明の湿式分散器の第一実施 50

形態を模式的に示す、湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。図1Cは、図1Aを、矢印Xの方向からみた平面図であり、流路の一部を透視した図である。図1Dは、本発明の湿式分散器により、分散処理前混合物中の分散処理前微粒子が分散される様子を模式的に示す説明図である。

【0032】

図1A～図1Dに示すように、第一実施形態の湿式分散器1は、混合物の流路7となる、流入口3及び流出口5を有し、流入口3から流出口5まで延びる流路7と、流路7の途中に設けられ、少なくとも1つの通過孔9が区画形成された混合物通過板11と、を備えている。また、流路7は、混合物通過板11が設けられた位置よりも流路7の下流側に、分散部13を含んでいる。そして、分散部13は、振動により、その少なくとも一部が、通過孔9の開口周縁15、及び、混合物通過板11の通過孔9を区画形成している内側面17の少なくとも一部と接触するように設けられた振動体19を有するものである。なお、図1A～図1Dでは、混合物の流れる方向を矢印Fとして示している。10

【0033】

ここで、「振動により、その少なくとも一部が、通過孔の開口周縁、及び、混合物通過板の通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触する」とは、以下のことを意味する。図1A、及び図1Bに示すように、振動することにより、通過孔9の開口周縁15の少なくとも一部、内側面17の少なくとも一部、又は、通過孔9の開口周縁15の少なくとも一部、及び内側面17の少なくとも一部に接触する(図1B)ことと、非接触する(図1A)ことを繰り返すことである。また、湿式分散器1の運転開始前(振動体を振動させる前)においては、振動体19の少なくとも一部が、通過孔9の開口周縁15、及び混合物通過板11の通過孔9を区画形成している内側面17の少なくとも一部と接触するように構成されていてもよい。20

【0034】

本実施形態の湿式分散器によれば、短時間で、且つ、ほとんどコンタミネーションを生じさせることなく、分散処理する前の微粒子を分散処理し、分散処理した後の微粒子を、ナノ微粒子又はナノファイバーとして分散媒中に分散させることが可能である。以下、分散処理する前の微粒子を「分散処理前微粒子」ということがあり、分散処理前微粒子を分散処理した後の微粒子を「分散処理後微粒子」ということがある。また、分散処理後微粒子がメジアン径1～500nmの粒子状物質である場合は、「ナノ微粒子」ということがあり、分散処理後微粒子が、纖維径が1～100nmであり、長さが纖維径の100倍以上の纖維状物質である場合は、「ナノファイバー」ということがある。また、分散処理をする前の、「1次粒子、及び凝集体からなる群から選択される少なくとも一種の分散処理前微粒子と、分散媒とを少なくとも含む混合物」を、「分散処理前混合物」ということがある。また、混合物を分散処理した後の混合物を、「分散処理後混合物」ということがある。また、分散処理後微粒子、及び分散処理後混合物とは、分散処理前微粒子、及び分散処理前混合物が、湿式分散器を通過し、流出口から排出された後の混合物のことである。なお、分散処理前の微粒子、分散処理中の微粒子、及び、分散処理後の微粒子を総じて、単に「微粒子」ということがある。また、同様に、分散処理前の混合物、分散処理中の混合物、及び、分散処理後の混合物を総じて、単に「混合物」ということがある。30

【0035】

図1A～図1Dに示すように、湿式分散器1は、流路7と混合物通過板11とを備え、流路7は振動体19を有する分散部13を含んでいる。混合物通過板11を通過した後の混合物は、振動体19を有する分散部13に流入する。その後、振動体19により混合物に対して、複雑流れ場が与えられる。そして、この複雑流れ場の作用により、混合物中の微粒子が、一定の粒子径、及び粒子径分布である微粒子として、分散媒中に分散される。なお、図1A～図1Dにおいて、符号31はラバープレート(振動体)を示し、符号33はピストン(振動体)を示し、符号35はバイブレーター(振動体)を示し、符号37は球状振動子(振動体)を示す。40

【0036】

本実施形態の湿式分散器1における振動体19は、その少なくとも一部が、通過孔9の開口周縁15、及び、混合物通過板11の通過孔9を区画形成している内側面17の少なくとも一部と接触するように設けられている。以下、「振動体の少なくとも一部が、通過孔の開口周縁、及び、混合物通過板の通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触するように設けられている」とことを、「振動体が通過孔と接触するように設けられている」ということがある。また、「振動体の少なくとも一部が、通過孔の開口周縁、及び、混合物通過板の通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触している」ことを、「振動体が、通過孔と接触している」ということがある。振動体19は、通過孔9と接触することと非接触することを繰り返すように振動するため、振動体19が通過孔9に接触している場合には、振動体19と通過孔9との間隔が極小となり、分散部13(流路7)を流れる混合物の量が少なくなる。一方で、振動体19が通過孔9に非接触している場合には、分散部13(流路7)を流れる混合物の量は、振動体19が通過孔9に接触している場合に比して多くなる。10

【0037】

ここで、図1Dを参照し、振動体19により与えられる複雑流れ場について詳細に説明する。まず、図1Dの(a)に示すように、振動体19と通過孔9との間に分散処理前混合物が流れ込む。続いて、図1Dの(b)に示すように、振動体19が通過孔9と接触する方向に振動し、混合物に複雑流れ場が与えられ、混合物中の微粒子の粒子径が小さくなる。そして、図1Dの(c)に示すように、振動体19と通過孔9との間に形成される間隙が極小となる(即ち、振動体19が通過孔9と接触している)時に、複雑流れ場が与えられ、粒子径が小さくなった微粒子は、その粒子径が更に小さくなりつつ、振動体よりも下流に排出される。このように構成することにより、混合物に対して、振動体19により、複雑流れ場が与えられる。即ち、振動体19と通過孔9との接触は、専ら、このような複雑流れ場を混合物に与えるために行われるものであり、例えば、微粒子が振動体19と通過孔9との間に挟まれる等して磨り潰されること等を狙ったものではない。なお、ごく一部の微粒子が、振動体19と通過孔9との間に挟まれる等して、偶然、磨り潰されることがあつてもよい。20

【0038】

上述したような構成である本実施形態の湿式分散器は、従来のボールミル、ビーズミルに用いられるような粉碎メディアを用いて、分散処理前微粒子を分散させるものではない。このため、本実施形態の湿式分散器における振動体を動かす力は、従来のボールミル、ビーズミルの粉碎メディアを動かす力に比べて極々小さい。したがって、振動体の磨耗により生じる粉碎メディア片が、分散処理後混合物に混入(コンタミネーション)することが、従来のボールミル、ビーズミルに比べて少ない。そして、本実施形態の湿式分散器においては、従来のジェットミル、高圧ホモジナイザー等の湿式分散器のように高圧の気体等を用いる必要がないので、大きなエネルギーを要することがなく、省エネルギーで運転することができる。更に、本実施形態の湿式分散器においては、従来の高圧ホモジナイザーによる混合物の分散処理のように、分散処理に伴い、分散処理後微粒子が高温になることがないため、微粒子の物性が変化するおそれがほとんどなく、且つ、微粒子を冷却する設備等も不要であるため、限られたスペースにも設置することができる。3040

【0039】

本実施形態の湿式分散器においては、混合物通過板に区画形成された一の通過孔の上流側の開口面積について特に制限はない。ただし、混合物通過板を加工する観点から、通過孔の上流側の開口面積は 0.79 mm^2 以上であることが好ましい。

【0040】

分散処理前混合物の流入口は、分散処理前の混合物を湿式分散器に導入しやすい形状、構造であれば特に限定されるものではなく、公知のものを利用できる。また、分散処理後混合物の出口は、分散処理後混合物を湿式分散器の外部に排出しやすい形状、構造であれば特に限定されるものではなく、公知のものを利用できる。

【0041】

本実施形態の湿式分散器においては、混合物が通過する全流路中の流路径のうち、「混合物通過板に区画形成された通過孔の開口周縁、及び、通過孔を区画形成している内側面と振動体との間に生じる間隙」における流路径が、最も狭くなるように構成されている。「混合物通過板に区画形成された通過孔の開口周縁、及び、通過孔を区画形成している内側面と振動体との間に生じる間隙」のことを、以下、「間隙」ということがある。そして、混合物が間隙を通過する際に、混合物の速度は、全流路中で最も速くなる（混合物の流速は最高速度となる）。混合物が間隙を通過する際の速度は、例えば、50～5000 cm / s とすることができます。混合物が間隙を通過する際の速度が速い方が、微粒子の分散度合を高めることができる。混合物が間隙を通過する際の速度が 50 cm / s よりも遅いと、微粒子の分散度合が低くなることがある。混合物が間隙を通過する際の速度が 500 cm / s よりも速いと、混合物を送液するために必要な圧力が高くなることがある。高圧での送液が可能な送液ポンプを入手することは難しい場合がある。混合物が間隙を通過する際の速度は、例えば、以下のようにして求めることができます。

【0042】

まず、湿式分散器の流入口における送液圧力 F_1 を、ブルドン管式の圧力ゲージを用いて測定する。その後、測定された送液圧力 F_1 を用いて、ベルヌーイの式より、混合物が間隙を通過した後の速度を求める。そして、この速度を、混合物が間隙を「通過する際」の速度とする。混合物が間隙を通過する際の速度を求める際には、混合物として、例えば、（株）トクヤマ製 REOLOSIL QS-102 を 5 質量 % 含む純水を用いることができる。

【0043】

分散処理前混合物を流入口から流路に送り込む送液圧力については、特に制限はない。

【0044】

湿式分散器の材質については、分散処理前混合物（分散処理後混合物）に対して十分な耐食性を有するものであれば、特に限定されるものではないが、例えば、セラミックス、鉄、ステンレス、アクリル樹脂等が好ましい。

【0045】

本実施形態の湿式分散器においては、混合物通過板は、通過孔の開口面積が小である第一の面と、通過孔の開口面積が第一の面における通過孔の開口面積よりも大である第二の面と、を有していることが好ましい。そして、混合物通過板の第二の面側が、振動体が設けられた側（流路の下流側）に位置するように配設されていることが好ましい。

【0046】

本実施形態の湿式分散器においては、混合物通過板の第一の面から第二の面に向かう方向の少なくとも一部において、通過孔の開口面積が漸増することが好ましい。このように構成することにより、後述する振動体を安定して振動させることができる。以下、混合物通過板の第一の面から第二の面に向かう方向の少なくとも一部において、通過孔の開口面積が漸増するように区画形成された通過孔の形状を、「オリフィス状」ということがある。

【0047】

通過孔の開口部の分散処理前混合物の流れる方向に垂直な断面の形状を円形とすることができます。通過孔の開口部の分散処理前混合物の流れる方向に垂直な断面の形状が円形である場合には、通過孔の開口部の直径を 0.5～10 mm とすることができます。通過孔の開口部の直径が小さすぎると、分散処理前混合物が通過孔を通過しにくくなり、分散処理可能な分散処理前混合物の量が少なくなることがある。また、通過孔の開口部の直径が大きすぎると、振動体も大きくする必要があり、この結果、湿式分散器も大型化してしまうことがある。また、振動体を大きくすると、振動体を振動させるために大きなエネルギーを要するため、運転コストが高くなることがある。なお、通過孔の開口部の分散処理前混合物の流れる方向に垂直な断面の形状が円形でない場合には、水力直径に換算して開口部の直径を決定する。

【0048】

10

20

30

40

50

本実施形態の湿式分散器における、振動体は、振動により、混合物通過板に区画形成された通過孔の内側面の一部と接触することが好ましい。

【0049】

本実施形態の湿式分散器における、振動体は、この振動体の一部が曲面であり、この曲面が振動により、混合物通過板に区画形成された通過孔の内側面の少なくとも一部と接触することが好ましい。そして、振動体の少なくとも一部の形状が球、楕円体、円錐、球の一部、楕円体の一部、又は円錐台であり、これらの立体の曲面の少なくとも一部が、混合物通過板に区画形成された通過孔の内側面の少なくとも一部と接触するようにすることが更に好ましい。このように構成することにより、通過孔に対する振動体の配設位置に関する設計精度が高くない場合にも、振動体の曲面と、通過孔の内側面の少なくとも一部とを安定的に接触させることができる。また、このように構成することにより、振動体の振動の軸が一定でなくても（別言すれば、三次元的に振動体が振動しても）、振動体の曲面と、通過孔の内側面の少なくとも一部とを安定的に接触させることができる。10

【0050】

本実施形態の湿式分散器における、振動体は、振動体そのものがバイブレーター等で構成されていてもよいし、バイブレーター等による振動が振動体に伝播し、振動するように構成されたものであってもよい。また、分散処理前混合物を、本実施形態の湿式分散器に送液する際に、脈動が発生する送液ポンプを用いてもよく、送液ポンプの脈動が、振動体に伝播し、振動体が振動するように構成されたものであってもよい。20

【0051】

本実施形態の湿式分散器においては、振動体を振動させる機構について、特に制限はないが、例えば、図2A及び図2Bに示すような振動体を振動させる機構を好適に採用することができる。20

【0052】

図2Aに示す振動体19は、弾性体であるラバープレート31と、ラバープレート31の第一の面R1と第二の面R2とを挟み込むように設けられたピストン33と、ピストン33の下に配設された球状振動子37と、バイブレーター35とを有する振動体19である。このようなバイブレーター35としては、供給エアーの圧力調整により振動調整が可能である、ピストン振動機構のエアー式バイブレーター等を好適に用いることができる。そして、当該振動体19は、球状振動子37の少なくとも一部が、通過孔9の開口周縁15、及び、混合物通過板11の通過孔9を区画形成している内側面17の少なくとも一部と接触することと、非接触することを繰り返すように振動する。30

【0053】

ここで、図2Aに示すような振動体19を採用する場合は、ピストン33に球状振動子保持凹み20が形成されていることが好ましく、当該球状振動子保持凹み20と通過孔9を区画形成している内側面17とで挟みこむように、球状振動子37を配設することが好ましい。このように構成すると、球状振動子37は、球状振動子保持凹み20の開口周縁、及び球状振動子保持凹み20を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触することと、非接触することを繰り返すように振動するため、球状振動子保持凹み20においても、振動体19の振動により混合物に複雑流れ場が生じる。40

【0054】

図2Bに示す振動体19は、弾性体であるラバープレート31と、ラバープレート31の第一の面R1と第二の面R2とを挟み込むように設けられたピストン33と、ピストン33の下に配設された振動子38と、バイブレーター35とを有する振動体19である。振動子38は、その少なくとも一部の形状が、円錐又は円錐台である。以下、「振動子38における、その形状が、円錐又は円錐台の部分」のことを、「円錐状部分」ということがある。そして、当該振動体19は、円錐状部分の側面の少なくとも一部が、通過孔9の開口周縁15、及び、混合物通過板11の通過孔9を区画形成している内側面17の少なくとも一部と接触することと、非接触することを繰り返すように振動する。このように構成されている場合には、流入口3における、分散処理前混合物の圧力変動を小さくするこ50

とができる。円錐状部分の形状は、円錐状部分の側面の少なくとも一部が、通過孔の開口周縁 15、及び、混合物通過板 11 の通過孔 9 を区画形成している内側面 17 の少なくとも一部と、線接触、又は、面接触するような形状であってもよい。また、円錐状部分の形状は、円錐状部分の側面の少なくとも一部が、混合物通過板 11 の通過孔 9 を区画形成している内側面 17 の少なくとも一部と面接触するような形状とすることもできる。このように構成されている場合にも、流入口 3 における、分散処理前混合物の圧力変動をより小さくすることができる。

【0055】

図 2B に示すような振動体 19 を採用し、円錐状部分の形状を、円錐状部分の側面の少なくとも一部が、混合物通過板 11 の通過孔 9 を区画形成している内側面 17 の少なくとも一部と面接触するような形状とする場合には、円錐状部分は、以下のように構成することもできる。即ち、円錐状部分は、円錐状部分の側面の少なくとも一部であり、且つ、混合物通過板 11 の通過孔 9 を区画形成している内側面 17 の少なくとも一部と面接触する部分に、溝を形成することもできる。溝は、例えば、円錐状部分の側面上の一点を始点とし、円錐状部分の側面を通り、当該円錐状部分の側面上の一点を終点とするように形成することができる。このような溝が形成されている場合には、混合物が溝を通過する際に、混合物の流速が変化し、混合物に複雑流れ場が生じる。溝の幅、形状、数に特に制限はない。また、溝は、連続的に形成されていてもよいし、連続的に形成されていなくてもよく、例えば、円錐状部分の側面上の一点を始点とし、円錐状部分の側面を通り、当該円錐状部分の側面上の一点を終点とする点線となるように形成されていてもよい。

10

20

【0056】

本実施形態の湿式分散器における、分散処理前微粒子としての 1 次粒子は、粒子状物質、又は纖維状物質を含むことが好ましい。また、1 次粒子は、単結晶の結晶子、又は単結晶に近い結晶子が集まったものであることが好ましく、メジアン径が 1 ~ 500 nm であることが好ましい。凝集体は、メジアン径が 1 ~ 500 nm である 1 次粒子がファンデルワールス力やクーロン力等により、数個から数千個凝集したものであることが好ましい。

【0057】

本実施形態の湿式分散器は、分散処理前微粒子を、メジアン径 1 ~ 500 nm のナノ微粒子（分散処理後微粒子）として、分散媒中（分散処理後混合物中）に分散させることができる。ナノ微粒子は、メジアン径が 1 ~ 500 nm の 1 次粒子、及び、メジアン径が 1 ~ 500 nm の 1 次粒子が凝集したものであるメジアン径が 1 ~ 500 nm の凝集体である。

30

【0058】

本実施形態の湿式分散器は、メジアン径が数百 μm ~ 数 mm の分散処理前微粒子を、メジアン径が 500 nm ~ 10 μm の分散処理後微粒子として、分散媒中（分散処理後混合物中）に分散させることもできる。即ち、本実施形態の湿式分散器は、処理前の平均粒子径（一次粒子が凝集した凝集粒子径）が大きい場合でも良好に分散させることができる。一方、例えば、高圧ホモジナイザーは、処理前の粒子径が大きいと、流路に粒子が詰まり運転できないことがある。このように、本実施形態の湿式分散器は、詰まりを起こさずに分散処理前微粒子を分散させることができる。

40

【0059】

本実施形態の湿式分散器は、分散処理前微粒子が、ナノファイバーの凝集体である場合に、ナノファイバーの凝集（絡み合い）の少なくとも一部を解離させ、纖維径が 1 ~ 100 nm あり、長さが纖維径の 100 倍以上であるナノファイバーとして、分散媒中（分散処理後混合物中）に分散させることもできる。

【0060】

また、本実施形態の湿式分散器は、乳化分散にも用いることができる。即ち、共に液体である分散媒と分散質とを少なくとも含み、ホモジナイザー等で予め乳化処理された分散処理前混合物を、例えば、分散質の液滴の平均粒子径が 50 μm 以下である分散質が分散媒中に分散された、均一なエマルジョン（分散処理後混合物）とすることができる。なお

50

、必ずしも予備乳化（予め乳化処理をすること）は必要ではなく、分散媒と分散質とを含む液体を攪拌棒などで簡単に混ぜ合わせた状態のもの（この状態では、乳化はされていない）であっても、同様に均一なエマルジョンにすることができる。ここで、「分散質の液滴」とは、その全表面が分散質と分散媒との界面である分散媒の液相を指す。乳化分散に用いる場合としては、例えば、ラテックス粒子の合成が挙げられる。

【0061】

本実施形態の湿式分散器における振動体の振幅は、 $1 \mu\text{m} \sim 10 \text{mm}$ であることが好ましい。振動体の振幅とは、混合物通過板に対して垂直な方向における振動体の振幅である。また、振動体は、混合物通過板に対して垂直な方向と、垂直な2軸方向に振動してもよい。混合物通過板に対して垂直な方向と、垂直な2軸方向とは、混合物通過板に対して垂直な方向をx軸としたときに、x軸に垂直に交わるy軸と、x軸とy軸との双方に垂直に交わるz軸のことである。10

【0062】

本実施形態の湿式分散器における振動体の振動数は、 $0.1 \sim 10000 \text{Hz}$ であることが好ましい。振動体の振動数とは、混合物通過板に対して垂直な方向における振動体の振動数である。

【0063】

本実施形態の湿式分散器は、振動体の上流側に、予備分散手段を有することも好ましい。予備分散手段を設けることで、混合物の流れを制御し、微粒子の分散度合を高めることができる。20

【0064】

予備分散手段は、例えば、図3に示すように構成することができる。ここで、図3は、本発明の湿式分散器を模式的に示す図であって、予備分散手段を更に含む湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。図3に示す予備分散手段は、以下のように構成されている。流路7は、混合物通過板11が設けられた位置よりも流路7の上流側に、その少なくとも一部が、通過孔9の開口周縁15、及び、混合物通過板11の通過孔9を区画形成している内側面17の少なくとも一部と接触するように設けられた予備分散振動子40を含んでいる。予備分散振動子40の少なくとも一部の形状は、球、楕円体、円錐、球の一部、楕円体の一部、又は円錐台であることが好ましく、これらの立体の曲面の少なくとも一部が混合物通過板に区画形成された通過孔9の内側面17の少なくとも一部と接触することが好ましい。また、予備分散振動子40は、上述の球状振動子、又は振動子と同様に構成されていてもよい。本実施形態の湿式分散器は、図3に示すように、予備分散振動子40の下に、流路を狭めて分散処理前混合物の分散作用を促すリング状の部材である分散リングを備えている。この分散リングには、分散処理前混合物が流れる貫通孔などが形成されている。30

【0065】

湿式分散器が、予備分散手段を更に含む場合には、混合物通過板は以下のように構成されていることが好ましい。混合物通過板は、流路の上流側の面である第一の面と、流路の下流側の面である第二の面とを有する。混合物通過板における、「第一の面の通過孔の開口面積」よりも、第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が段階的に小さくなり、且つ、第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が段階的に大きくなっていてもよい。本態様としては、例えば、図7に示す湿式分散器1cのように第一の面51側及び第二の面52側にそれぞれ段部55が形成されている場合などを挙げることができる。また、第一の面の通過孔の開口面積と、第二の面の通過孔の開口面積は同じであっても異なっていてもよい。また、通過孔の形状は、「オリフィス-逆オリフィス状」に区画形成されていてもよい。「オリフィス-逆オリフィス状」とは、混合物通過板における第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が漸減し、且つ、第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が漸増する形状を指す。なお、図3においては、通過孔は、「オリフィス-逆オリフィス状」に区画形成されている。図7に示す湿式分散器1cは、図3に示す4050

湿式分散器 1 b の変形例を示しており、混合物通過板 1 1 における通過孔（流路 7 ）の形状が異なる場合を示している。

【 0 0 6 6 】

通過孔が、「「オリフィス - 逆オリフィス状」に区画形成されている」場合、別言すれば、「漏斗 - 逆漏斗状に区画形成されている」、又は、「逆円錐台 - 円錐台状に区画形成されている」場合には、湿式分散器は、以下のように構成することもできる。即ち、通過孔の内側面のうち、オリフィスに区画形成されている部分（即ち、漏斗状に区画形成されている部分、又は、逆円錐台状に区画形成されている部分）に、溝を形成することもできる。例えば、通過孔の内側面には、オリフィスに区画形成されている部分（即ち、漏斗状に区画形成されている部分、又は、逆円錐台状に区画形成されている部分）の母線となるような溝を複数本形成してもよい。

10

【 0 0 6 7 】

本実施形態の湿式分散器は、振動体の下流側に、超音波発生手段を有することも好ましい。このような超音波発生手段を設けることで、分散処理後混合物中の分散処理後微粒子の再凝集を防ぐことができる。分散処理後微粒子は、分散媒中で再凝集しやすい傾向があるが、このような超音波発生手段により分散処理後混合物に超音波による振動を与えると、分散処理後微粒子の再凝集を抑制することができる。更に、分散処理後混合物中において、分散が十分でない分散処理後微粒子が存在した場合にも、上記超音波発生手段により、分散が十分でない分散処理後微粒子を十分に分散させることができる。超音波発生手段は特に限定されるものではなく、公知の超音波発生手段を用いることができるが、超音波発信部と、分散処理後混合物が流れる流路内に配置される超音波発生ホーンとを備えていることが好ましい。また、超音波発信部は、発生する超音波を制御可能であることが好ましく、超音波の周波数が 20 kHz ~ 10 MHz であることが好ましい。更に、超音波発生手段により、分散処理後混合物に対して、十分に振動を与えるために、流路の超音波ホーンが配置される領域には、流路が広径した空間部が設けられていることが好ましい。

20

【 0 0 6 8 】

これまでに説明した、第一実施形態において好ましいとされる種々の構成は、特筆しない限り、以下で説明する第二実施形態及び第三実施形態においても好ましい構成である。

【 0 0 6 9 】

(第二実施形態)

30

ここで、本発明の湿式分散器の第二実施形態について説明する。本発明の湿式分散器の第二実施形態は、図 4 A 及び図 4 B に示すような湿式分散器 1 b である。図 4 A は、本発明の湿式分散器の第二実施形態を模式的に示す湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。図 4 B は、図 4 A を、矢印 X の方向からみた平面図であり、流路の一部を透視した図である。図 4 A 及び図 4 B において、第一実施形態の湿式分散器と同様の構成要素については、同一の符号を付し、その説明を省略することができる。

【 0 0 7 0 】

第二実施形態の湿式分散器 1 b における混合物通過板 1 1 b は、2つ以上の通過孔 9 b が区画形成されている。そして、流路 7 は、2つ以上の通過孔 9 b のそれぞれと接触する振動体 1 9 b を有する、分散部 1 3 を含んでいる。図 4 A 及び図 4 B では、第二実施形態の湿式分散器 1 b における、混合物通過板 1 1 b に3つの通過孔 9 b が区画形成されており、流路 7 は3つの振動体 1 9 b を有する分散部 1 3 を含んでいる。湿式分散器 1 b が2つ以上の通過孔 9 b を有する場合は、分散処理前混合物の処理量を増大することができる。なお、図 4 A 及び図 4 B において、符号 1 5 b は開口周縁（通過孔の開口周縁）を示し、符号 1 7 b は内側面（通過孔 9 b を区画形成している内側面）を示し、符号 2 0 b は球状振動子保持凹みを示す。また、符号 3 1 b はラバープレート（振動体）を示し、符号 3 3 b はピストン（振動体）を示し、符号 3 5 b はバイブレーター（振動体）を示し、符号 3 7 b は球状振動子（振動体）を示す。

40

【 0 0 7 1 】

2つ以上の通過孔の形状はそれぞれ異なっていてもよいし、全て同じでもよいが、製造

50

上の容易さ等の観点からすべて同じであることが好ましい。また、振動体の形状、及び数は、振動体が、2つ以上の通過孔のそれぞれと接触するものであれば、特に制限はない。2つ以上の通過孔と同数の振動体を設けてもよいし、2つ以上の通過孔の数よりも少ない数の振動体を、2つ以上の通過孔の一部、又は全部と接触するように設けてもよい。例えば、混合物通過板に6つの通過孔を区画形成し、6つの通過孔のそれぞれに接触する6つの振動体を設けてもよく、6つの通過孔のうち、それぞれ2つの通過孔に接触する3つの振動体を設けてもよく、6つの通過孔のすべてに接触する1つの振動体を設けてもよい。2つ以上の振動体を設ける場合は、2つ以上の振動体の形状がそれぞれ異なっていてもよいし、全て同じでもよいが、製造上の容易、及び振動制御の容易さ等の観点からすべて同じであることが好ましい。

10

【0072】

2つ以上の振動体を設ける場合は、2つ以上の振動体の振幅は、すべて異なっていてもよいし、すべて同じであってもよく、2つ以上の振動体の振動数も、すべて異なっていてもよいし、すべて同じであってもよい。

【0073】

(第三実施形態)

次に、本発明の湿式分散器の第三実施形態について説明する。本発明の湿式分散器の第三実施形態は、図8A及び図8Bに示すような湿式分散器1dである。図8Aは、本発明の湿式分散器の第三実施形態を模式的に示す湿式分散器の垂直断面図であり、流路の一部を透視した図である。図8Bは、上部ケーシング57を透視して、分散処理前混合物の供給方向から、図8Aを見たときの平面図である。図8A及び図8Bにおいて、第一実施形態の湿式分散器と同様の構成要素については、同一の符号を付し、その説明を省略することがある。なお、図8A中の矢印は、流体の流れを示している。

20

【0074】

第三実施形態の湿式分散器1dによれば、第一実施形態の湿式分散器や第二実施形態の湿式分散器に比べて、得られる分散処理後混合物の平均粒子径を調整し易い。

【0075】

図8A及び図8Bでは、第三実施形態の湿式分散器1dにおける、混合物通過板(ディスペーションプレート)11bに4つの通過孔9bが区画形成されており、流路7は4つの振動体(球状振動子37b)を有する分散部を含んでいる。第三実施形態の湿式分散器1dは、下部ケーシング56と、この下部ケーシング56上に載置される上部ケーシング57とからなるケーシング本体60を備え、このケーシング本体60内には混合物通過板11bが配置されている。混合物通過板11bに形成される4つの通過孔9bは、混合物通過板11bを上方から見たとき、その中心と各通過孔9bとを結ぶ直線のなす角度(時計回りに隣り合う上記直線のなす角度)が90度となるように配置されている。

30

【0076】

下部ケーシング56には、混合物通過板11bの4つの通過孔9bに対応する位置に4つの貫通孔62(図8C参照)が形成されており、この貫通孔62内には、貫通孔62と嵌り合い且つ貫通孔62の延びる方向に自在に可動し得るボールホルダー65が配置されている。ボールホルダー65は、一方の面側に球状振動子37bを保持する凹みが形成されている。

40

【0077】

ボールホルダー65上には、球状振動子37bが載置されており、ボールホルダー65は、皿バネ66上に載置されている。このような構成を採用することにより、球状振動子37bに対してその上方から外力が加わると、球状振動子37bは、ボールホルダー65とともに下方に押し下げられる。一方で、ボールホルダー65は、皿バネ66から押し戻される力(上方からの外力とは反対の力)を受ける。そのため、球状振動子37bに加えられる外力の強さが隨時変化することによって、球状振動子37bが振動する。即ち、第三実施形態の湿式分散器1dは、ボールホルダー65及び球状振動子37bが、皿バネ66によって保持されつつ、送液される分散処理前混合物の脈動(送液ポンプに起因する脈

50

動)によって球状振動子37bが上下に振動する。なお、本実施形態では、皿バネを用いているが、ボールホルダーを付勢して保持可能なものであれば特に制限はない。

【0078】

球状振動子37bは、混合物通過板11bに形成された通過孔9bの出口側(第二の面側)の開口の全部を塞ぐようにこの開口に近づいたり、当該開口から遠ざかったりする。この球状振動子37bが通過孔9bの出口側の開口に近づいたとき、球状振動子37bは、当該開口の全部に接してこの開口を塞いでもよいし、また、当該開口の全部に接しなくてもよい。なお、球状振動子37bが上下に振動する度に、上記開口の全部に接してこの開口を塞いでもよいし、不定期または定期的に当該開口に接してこの開口を塞ぐようにしてもよい。即ち、球状振動子37bが上記開口の全部を塞ぐようにこの開口に近づいたり、遠ざかったりすることにより、複雑流れ場が生じて、分散媒中の微粒子を均一に分散できる。

【0079】

第三実施形態の湿式分散器1dは、上記のようなバネ機構を備えるものであり、図8Cは、上記バネ機構を分解した状態を示している。図8Cは、図8Aにおける領域P1を拡大して示している。上記のように、ボールホルダー65は、複数枚が積層された皿バネ66上に載置され、この皿バネ66は、下部ケーシング56に形成された貫通孔に挿入された固定ボルト68の先端に載置されている。この固定ボルト68の先端の位置は、ナット69の位置を調節することにより決定することができる。このように固定ボルト68の先端の位置を調節することで、球状振動子37bと通過孔9bの内側面17との位置関係を簡単に微調整することができる。

【0080】

また、第三実施形態の湿式分散器1dは、予備分散振動子40を有している。この予備分散振動子40を有することで、分散処理前混合物の流れを整えることができ、分散媒中の微粒子をより均一に分散させることができる。

【0081】

第三実施形態の湿式分散器において混合物通過板は、以下のように構成されていることができる。混合物通過板は、流路の上流側の面である第一の面と、流路の下流側の面である第二の面とを有する。混合物通過板における、「第一の面の通過孔の開口面積」よりも、第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が段階的に小さくなり、且つ、第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が段階的に大きくなっていてもよい。図9A～図9Hは、図8Aにおいて球状振動子37bが配置された領域P2を拡大して示している。通過孔(流路7)の形状は、図9A～図9Hに示すような形状とすることができます。

【0082】

また、通過孔の形状は、「オリフィス-逆オリフィス状」に区画形成されていてもよい(図9A、図9B参照)。「オリフィス-逆オリフィス状」とは、混合物通過板における第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が漸減し、且つ、第一の面から第二の面に向かう方向の一部において、通過孔の開口面積が漸増する形状を指す。なお、例えば、図9Cに示すように段部55が形成されていてもよい。

【0083】

なお、湿式分散器1cの運転開始前(振動体を振動させる前)における球状振動子37bとオリフィス状の通過孔9b(内側面17)との位置は、特に制限はない。

【0084】

図9Bに示すように、オリフィス状の通過孔9bの中間の位置において、球状振動子37bとオリフィス状の通過孔9bとを接触させることができる。このような位置関係とすることで、送液圧力を高くしたときに、振動体に痕(溝)ができ難くなる。なお、振動体に溝が彫られると、皿バネのたわみ量が変わり処理条件が変わってしまうという不具合がある。

【0085】

10

20

30

40

50

2つ以上の通過孔の形状はそれぞれ異なっていてもよいし、全て同じでもよいが、製造上の容易さ等の観点からすべて同じであることが好ましい。また、振動体の形状、及び数は、振動体が、2つ以上の通過孔のそれぞれと接触するものであれば、特に制限はない。2つ以上の通過孔と同数の振動体を設けてもよいし、2つ以上の通過孔の数よりも少ない数の振動体を、2つ以上の通過孔の一部、又は全部と接触するように設けてもよい。例えば、混合物通過板に6つの通過孔を区画形成し、6つの通過孔のそれぞれに接触する6つの振動体を設けてもよく、6つの通過孔のうち、それぞれ2つの通過孔に接触する3つの振動体を設けてもよく、6つの通過孔のすべてに接触する1つの振動体を設けてもよい。2つ以上の振動体を設ける場合は、2つ以上の振動体の形状がそれぞれ異なっていてもよいし、全て同じでもよいが、製造上の容易、及び振動制御の容易さ等の観点からすべて同じであることが好ましい。

【0086】

2つ以上の振動体を設ける場合は、2つ以上の振動体の振幅は、すべて異なっていてもよいし、すべて同じであってもよく、2つ以上の振動体の振動数も、すべて異なっていてもよいし、すべて同じであってもよい。

【0087】

本発明の湿式分散器は、単に通過孔の数を増やすことで大型化することができる。つまり、通過孔が、1個、10個、100個などのように様々であっても、得られる処理品の質に差が無いため、スケールアップのリスクが生じ難くなる。ここで、機器のスケールアップは、産業用機械にとって大きな問題である。例えば、代表的なエマルジョン製造装置である真空乳化装置は、研究開発用としての5L程度の容量の装置、小型試作用としての50～100Lの装置、生産用としての500～1000Lの装置のように順次運転条件を確認してスケールアップする必要がある。しかし、本発明の湿式分散器は、上記のようなスケールアップの手順を省略することができ、通過孔の数が1個の研究開発用の装置から通過孔の数が100個の生産用の装置に直接的にスケールアップすることができる。

【0088】

(その他の構成)

図5は、本発明の湿式分散器を用いた分散処理を模式的に示す、説明図である。図5に示すように、本発明の湿式分散器1における、流入口3の前段には、分散処理前混合物を貯留する貯留槽21を設け、当該貯留槽21と湿式分散器1とを、送液管23で接続すると共に、流入口3側に分散処理前混合物を供給する送液ポンプ24等を接続してもよい。また、貯留槽21と流入口3との間に分散処理前混合物を攪拌する、混合物攪拌槽(図示せず)を設けてもよく、更に分散処理前混合物中の空気を抜く空気抜き弁25、及び圧力計27等を設けてもよい。また、流出口5の後段には、分散処理後混合物を回収する回収槽29を設け、当該回収槽29と湿式分散器1とを、送液管23で接続すると共に、流出口5側に吸引ポンプ(図示せず)等を接続してもよい。更に、バイブレーターとして、供給エアーの圧力調整による振動調整が可能である、ピストン振動機構のエアー式バイブレーターを用いる場合には、バイブレーターに供給エアーを送り込むための空気送り込み管39や、圧力を調整する空気調整弁41等を接続してもよい。

【0089】

本発明の湿式分散器は、例えば、微粒子の凝集状態によって、微粒子と分散媒とを少なくとも含む混合物を、一の湿式分散器に対して、複数回通過させることも可能である。分散処理前微粒子、及び分散媒の物性にもよるが、本発明の湿式分散器を1回通過(1パス)させた分散処理後混合物を、更に複数回、本発明の湿式分散器を通過(2パス、3パス・···nパス n:正の整数)させることにより、微粒子の粒子径、及び粒子径分布を制御し、分散度合を高めることができる。また、本発明の湿式分散器は、複数個の湿式分散器を、直列につなげて使用することでも、同様の効果を得ることが可能である。即ち、混合物は、第一の湿式分散器、第二の湿式分散器、第三の湿式分散器の順に直列につながった各々の湿式分散器を通過する。直列につなげた湿式分散器どうしの間には、適宜、貯留槽等を設けてもよい。また、本発明の湿式分散器は、複数個の湿式分散器を、

10

20

30

40

50

並列に並べることにより、多量の混合物を処理する等、種々の設計が可能である。

【0090】

(混合物)

本発明における湿式分散器において、分散処理をする前の「混合物」とは、主に、1次粒子、及び凝集体（なお、凝集体には弱く固結された固結微粒子も含む）からなる群から選択される少なくとも一種の微粒子と、分散媒とを少なくとも含むものとして構成される。即ち、当該「混合物」には、(1) 1次粒子と分散媒とを少なくとも含むもの、(2) 凝集体と分散媒とを少なくとも含むもの、(3) 1次粒子及び凝集体と、分散媒とを少なくとも含むもの、が含まれる。したがって、本明細書における、「1次粒子、及び凝集体からなる群から選択される少なくとも1種の微粒子」とは、(1') 1次粒子、(2') 凝集体、(3') 1次粒子及び凝集体、のいずれかに当てはまるものとなる。10

【0091】

なお、上記「混合物」は、微粒子、分散媒の他に、分散処理で用いられる公知の添加剤等を含むものであってもよく、例えば、界面活性剤、帯電制御剤等の分散処理後微粒子の分散安定剤等を含むものであってもよい。

【0092】

また、本発明の湿式分散器を利用して分散される微粒子の、分散媒に含まれる割合（体積比、質量比等）は、特に限定されるものではなく、分散処理前微粒子の粒子径、求める分散処理後微粒子の粒子径、及び粒子径分布、並びに、分散処理後微粒子の用途等に応じて適宜決定される。20

【0093】

なお、本発明におけるメジアン径は、(株)堀場製作所製 レーザ回折 / 散乱式粒子径分布測定装置 LA-960 により測定した値である。

【0094】

(分散質)

混合物に含まれる分散処理前微粒子の材質は、特に制限はない。分散処理に用いられる公知の分散質を分散処理前微粒子として用いてもよく、例えば、シリカ、ジルコニア、アルミナ、チタニア、酸化亜鉛等を用いることができる。また、本発明の湿式分散器により、分散処理をする前の微粒子と、分散処理をした後の微粒子とにおいて、微粒子の材質が変化することはない。即ち、分散処理をする前の微粒子と、分散処理をした後の微粒子は、メジアン径、纖維径、及び纖維の長さが異なるだけであり、微粒子を構成する元素は、化学反応しない。30

【0095】

(分散媒)

混合物中に含まれる分散媒に、特に制限はない。分散処理に用いられる公知の分散媒をも用いてもよく、例えば、水、エチルアルコール、メチルアルコール、ヘキサン、ベンゼン、トルエン、塩化メチレン等を用いることができる。

【0096】

混合物は、上述したような分散質である微粒子と、分散媒とを所定の混合比で混合することにより得ることができる。混合物には、界面活性剤、帯電制御剤等の分散処理後微粒子の分散安定剤等を添加してもよい。このようにして得られた分散処理前微粒子と分散媒とを少なくとも含む混合物は、本発明の湿式分散器に送液され、分散処理される。40

【実施例】

【0097】

以下、本発明を実施例によって更に具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によつて限定されるものではない。

【0098】

(実施例1)

図1A～図1Cに示されるような湿式分散器1を用いるとともに、凝集粒子（アモルファス状のフュームドシリカ）を、分散媒中に予め混合したサンプル（分散処理前混合物）50

を用い、分散処理前と分散処理後の混合物の分散媒中における分散状態を確認する実験を行った。

【0099】

具体的には、図5に示されるように、サンプル（分散処理前混合物）が貯留されている貯留槽21から、湿式分散器1へ分散処理前混合物を送液できるように、送液管23で接続し、当該貯留槽21と湿式分散器1の間に、送液ポンプ24を配置した。

【0100】

送液ポンプは、（有）エルテックス製 8843-S型を使用した。送液ポンプの混合物（混合液）の送液量は22.50kg/時間となるようにセッティングし、送液管は、4mmの径のものを使用した。また、振動体の振動数は、55Hzとした。

10

【0101】

湿式分散器としては、図1A～図1Cに示すような、大川原化工機（株）製の分散モデル（湿式分散器1）を使用した。当該湿式分散器は、流路と、混合物通過板と、を備え、流路は、混合物通過板が設けられた位置よりも流路の下流側に、振動により、その少なくとも一部が、通過孔の開口周縁、及び、混合物通過板の通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触するように設けられた振動体を有する分散部を含むものである。また、振動体は、球状振動子を有するものであった。

【0102】

サンプルとしては、分散処理前の凝集粒子として、（株）トクヤマ製 REOLOSI-L QS-102を用い、分散媒として、純水を用いた。サンプルの調整は、純水に凝集粒子（アモルファス状のフュームドシリカ）が5質量%含まれるように、純水に対して、スパチュラで攪拌することにより、凝集粒子（アモルファス状のフュームドシリカ）を懸濁させた。次に、プライミクス（株）製 HOMOMIXER MARK II 2.5型を用いて、12000rpmの回転数で、1分間攪拌した。

20

【0103】

上記のように構成した湿式分散器により分散処理する前の混合物と、分散処理した後の混合物について、分散媒中に分散している微粒子の粒子径と粒子径分布について、（株）堀場製作所製 レーザ回折/散乱式粒子径分布測定装置 LA-960を用いて測定した。なお、分散処理後微粒子の粒子径測定レンジは、0.01～5000μmであり、バッヂセルの容量は15mlとした。分散処理後微粒子の粒子径は、ミー散乱理論により求めた。分散処理した後の微粒子については、湿式分散器を1回通過させた1パス後の微粒子について評価した。また、測定した微粒子の粒子径分布より、測定した微粒子のメジアン径と、累積90%径の値D₉₀と、累積10%径の値D₁₀とを求めた。実施例1の湿式分散器により分散処理された後の微粒子のメジアン径は144nmであり、累積90%径の値D₉₀は216nmであり、累積10%径の値D₁₀は91nmであった。更に、累積90%径の値D₉₀を、累積10%径の値D₁₀で除した値である、D₉₀/D₁₀を求めた。実施例1の湿式分散器により分散処理された後の微粒子のD₉₀/D₁₀は、2.37であった。なお、微粒子のメジアン径が小さく、且つ、D₉₀/D₁₀の値が小さいほど、分散処理後の微粒子の分散度合が高いことを意味する。結果を図6及び表1に示す。なお、図6において、実施例1の微粒子の粒子径分布を破線で示す。

30

【0104】

40

【表1】

	振動体	混合物通過板	メジアン径	D_{90}/D_{10}
実施例1	1つ	有り	144nm	2.37
比較例1	-	-	181nm	214.20
実施例2	1パス	2つ 有り	1053nm	2.24
	5パス		609nm	2.54
	10パス		422nm	2.57
	40パス		323nm	2.40

10

【0105】

(実施例2)

図3に示されるような湿式分散器1を用いて、なたね油を水中に乳化分散させて均一なエマルジョン(分散処理後混合物)とすることを確認する実験を行った。

【0106】

具体的には、図5に示されるように、サンプル(分散処理前混合物)が貯留されている貯留槽21から、湿式分散器1へ分散処理前混合物を送液できるように、送液管23で接続し、当該貯留槽21と湿式分散器1の間に、送液ポンプ24を配置した。

【0107】

送液ポンプは、(有)エルテックス製 8843-S型を使用した。送液ポンプの混合物(混合液)の送液量は18kg/時間(300mL/分)で送液圧力が15MPaとなるようにセッティングし、送液管は、4mmの径のものを使用した。また、振動体の振動数は、3Hzとした。また、サンプルの液温は80とした。

20

【0108】

湿式分散器としては、図3に示すような、大川原化工機(株)製の分散モデル(湿式分散器1)を使用した。当該湿式分散器は、流路と、混合物通過板と、を備え、流路は、混合物通過板が設けられた位置よりも流路の下流側に、振動により、その少なくとも一部が、通過孔の開口周縁、及び、混合物通過板の通過孔を区画形成している内側面の少なくとも一部と接触するように設けられた振動体を有する分散部を含むものである。また、振動体は、球状振動子を有するものであった。

30

【0109】

サンプルは、なたね油:ラウリル硫酸ナトリウム0.01mol/L水溶液(5:95)を用い、この水溶液についてホモミキサーによる前処理を行わない状態のものを使用した。

【0110】

上記のように構成した湿式分散器により分散処理する前の混合物と、分散処理した後の混合物について、分散媒中に分散している微粒子の粒子径と粒子径分布について、実施例1と同様に、(株)堀場製作所製 レーザ回折/散乱式粒子径分布測定装置 LA-960を用いて測定した。

40

【0111】

なお、図10には、実施例2において、1回分散処理した後の微粒子の粒子径分布と、5、10、40回のように複数回湿式分散器を通過させて分散処理した後の微粒子の各粒子径分布とを示す。図10の結果からすれば、均一なエマルジョン(分散処理後混合物)が得られることが分かる。また、湿式分散器を通過させる回数によって微粒子の平均粒子径を順次小さくすることができる。なお、表1中、実施例2における「振動体」の「2つ」は、予備振動体を含むことを意味する。

【0112】

(比較例1)

湿式分散器で分散処理をしない混合物(サンプル)について、実施例1と同様の評価を

50

行った。湿式分散器で分散処理をしない微粒子のメジアン径は 181 nm であり、累積 90 % 径の値 D_{90} は 21.848 μm であり、累積 10 % 径の値 D_{10} は 102 nm であり、 D_{90} / D_{10} は、214.20 であった。結果を図 6 及び表 1 に示す。なお、図 6 において、比較例 1 の微粒子の粒子径分布を実線で示す。

【0113】

(結果)

本発明の湿式分散器により分散処理された分散処理後微粒子のメジアン径は、分散処理前微粒子のメジアン径に比して 0.8 倍小さかった。また、本発明の湿式分散器により分散した分散処理後微粒子の D_{90} / D_{10} の値は、分散処理前微粒子の D_{90} / D_{10} の値に比して 90 倍大きかった。このため、本発明の湿式分散器により分散処理された分散処理後微粒子の分散度合は、本発明の湿式分散器により分散処理されていない分散処理後微粒子よりも良好であった。10

【0114】

(考察)

上記結果から、本発明の湿式分散器は、分散処理前微粒子を、メジアン径 1 ~ 500 nm の分散処理後微粒子として、分散媒中に、分散度合が高い状態で分散させることができることが分かった。

【産業上の利用可能性】

【0115】

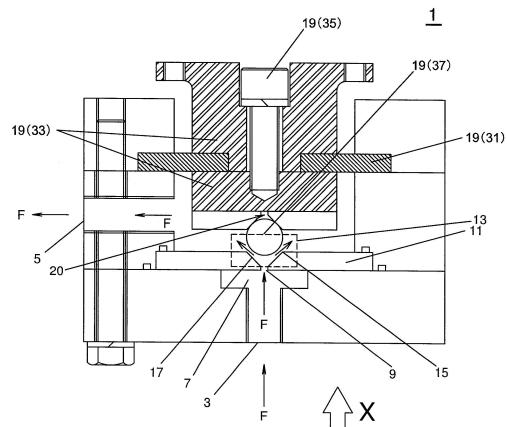
本発明は、コンタミネーション（異物混入）がほとんどなく、短時間で微粒子を均一に分散させることができ、省エネルギー・省スペースで運転できる湿式分散器として、種々の微粒子の分散に用いることができる。20

【符号の説明】

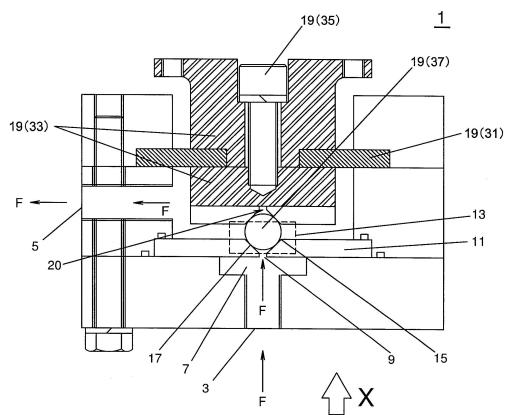
【0116】

1, 1b, 1c, 1d : 湿式分散器、3 : 流入口、5 : 流出口、7 : 流路、9, 9b : 通過孔、11, 11b : 混合物通過板、13 : 分散部、15, 15b : 開口周縁（通過孔の開口周縁）、17, 17b : 内側面（通過孔を区画形成している内側面）、19, 19b : 振動体、20, 20b : 球状振動子保持凹み、21 : 貯留槽、23 : 送液管、24 : 送液ポンプ、25 : 空気抜き弁、27 : 圧力計、29 : 回収槽、31, 31b : ラバーブレート、33, 33b : ピストン、35, 35b : バイブルーター、37, 37b : 球状振動子、38 : 振動子、39 : 空気送り込み管、40 : 予備分散振動子、41 : 空気調整弁、51 : 第一の面、52 : 第二の面、55 : 段部、56 : 下部ケーシング、57 : 上部ケーシング、60 : ケーシング本体、62 : 貫通孔、65 : ボールホルダー、66 : 皿バネ、68 : 固定ボルト、69 : ナット、R1 : ラバーブレートの第一の面、R2 : ラバーブレートの第二の面、F : 矢印（混合物の流れる方向）。30

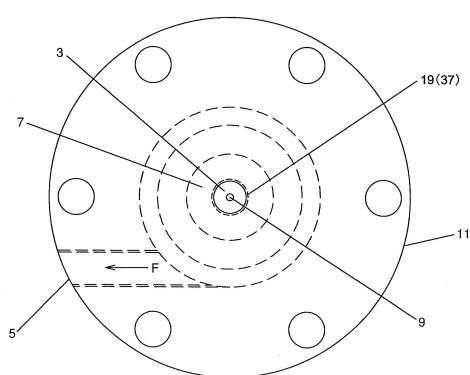
【図1A】



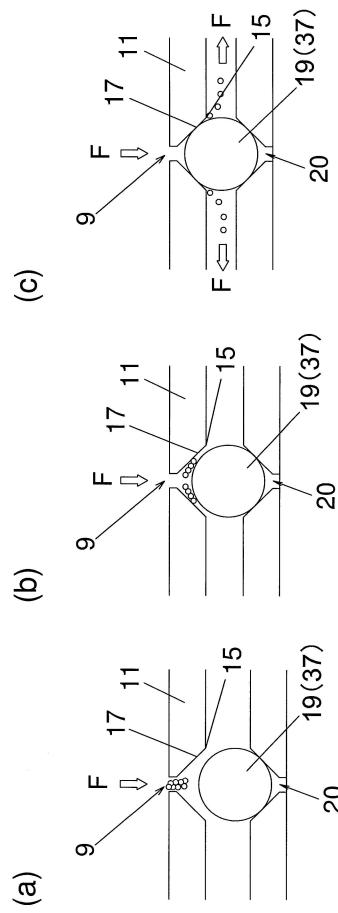
【図1B】



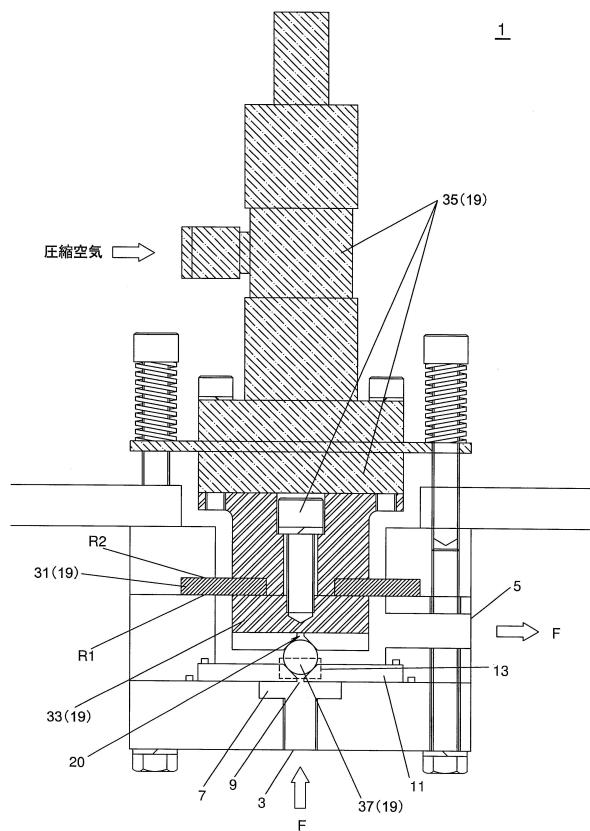
【図1C】



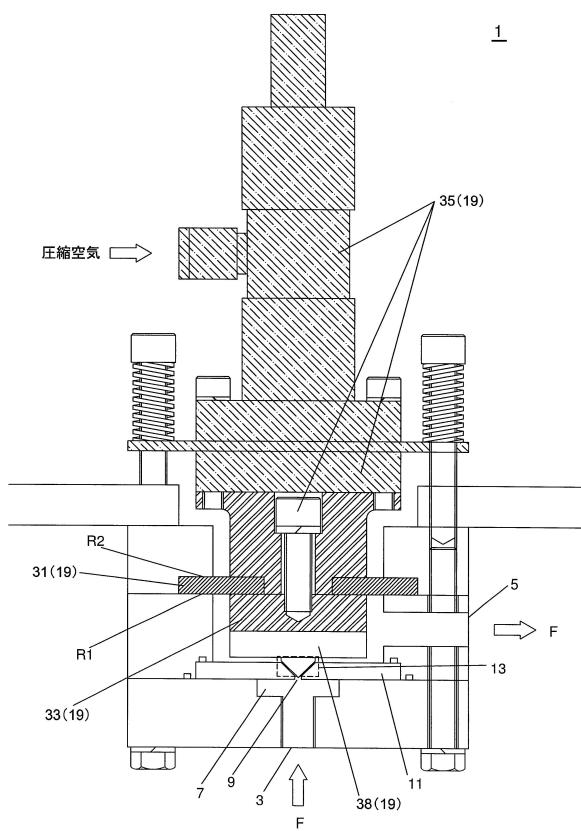
【図1D】



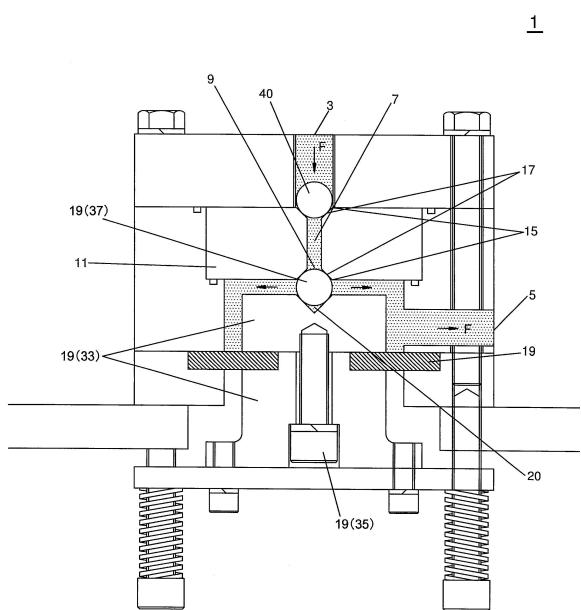
【図2A】



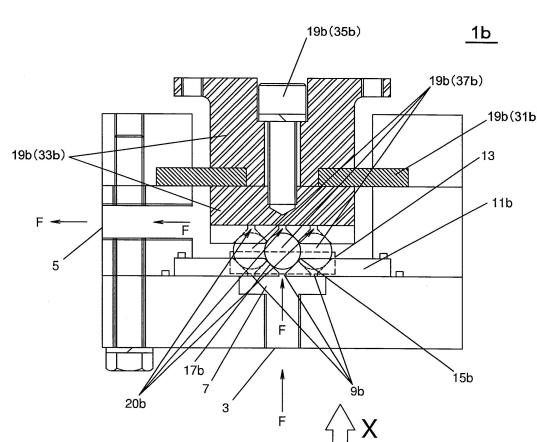
【図2B】



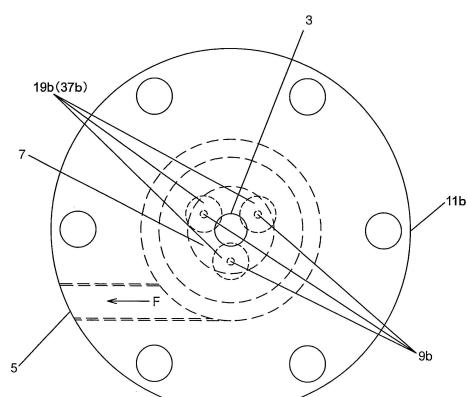
【図3】



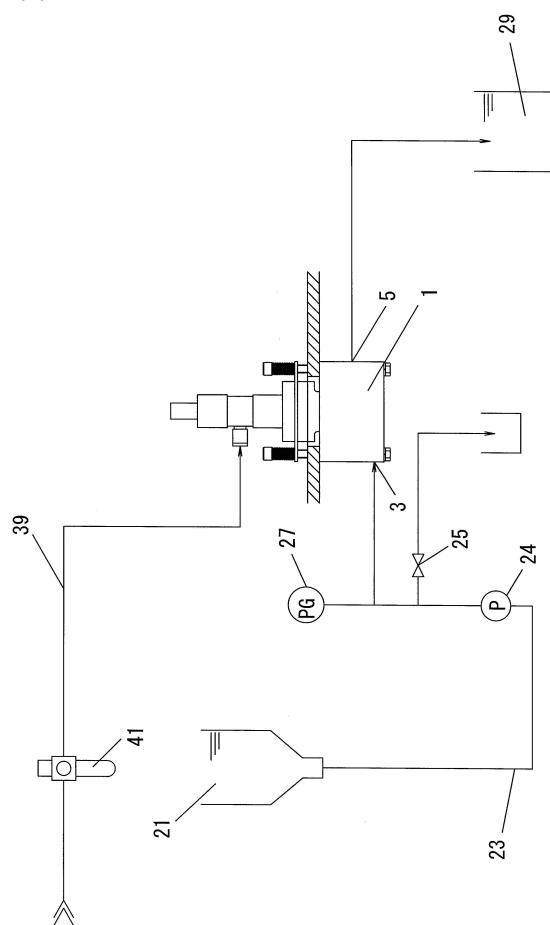
【図4A】



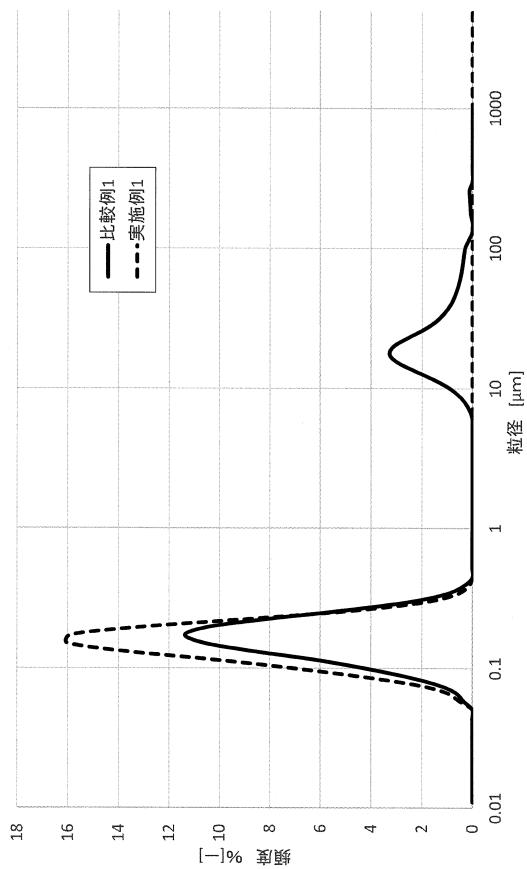
【図4B】



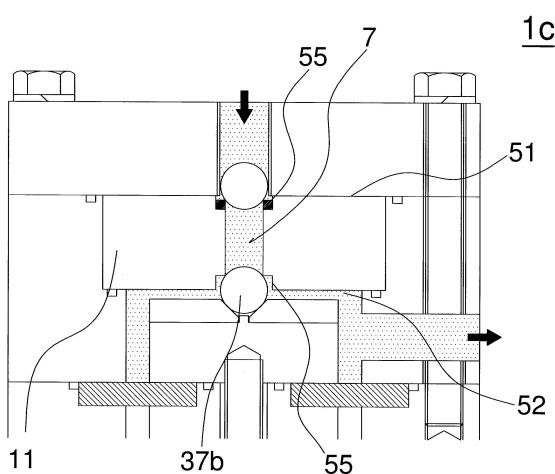
【図5】



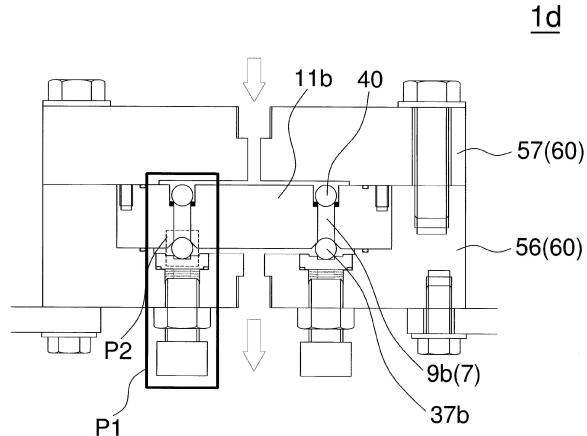
【図6】



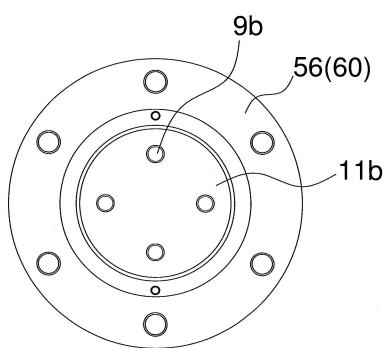
【図7】



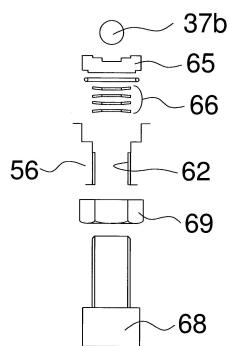
【図 8 A】



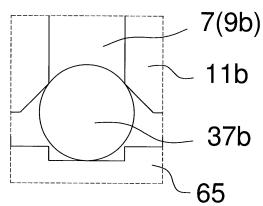
【図 8 B】



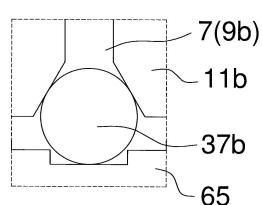
【図 8 C】



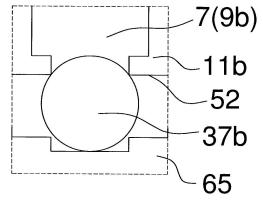
【図 9 A】



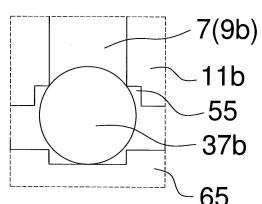
【図 9 B】



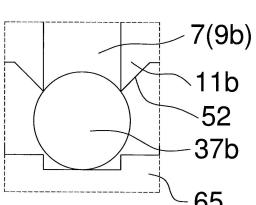
【図 9 E】



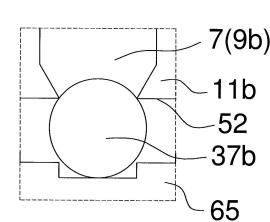
【図 9 C】



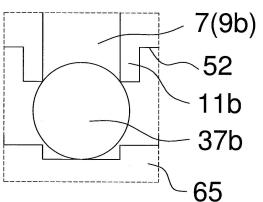
【図 9 F】



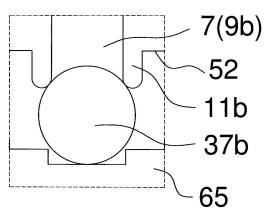
【図 9 D】



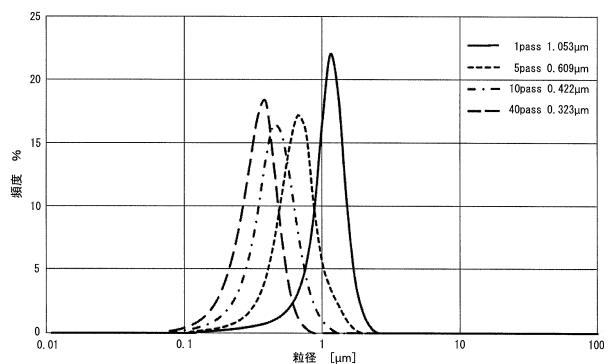
【図 9 G】



【図 9 H】



【図 10】



フロントページの続き

(72)発明者 大川原 知尚
神奈川県横浜市都筑区池辺町3847番地 大川原化工機株式会社内
(72)発明者 田中 貴将
神奈川県横浜市都筑区池辺町3847番地 大川原化工機株式会社内
(72)発明者 小金井 稔元
神奈川県横浜市都筑区池辺町3847番地 大川原化工機株式会社内

審査官 中村 泰三

(56)参考文献 特開平09-313914(JP,A)
特開2008-200601(JP,A)
米国特許第04511254(US,A)
特表平04-503185(JP,A)
国際公開第2014/004256(WO,A1)
特開平08-036184(JP,A)
米国特許第4531679(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01F 3/12、11/00-02
B01J 13/00
B02C 17/、19/、23/