

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6777763号

(P6777763)

(45) 発行日 令和2年10月28日 (2020. 10. 28)

(24) 登録日 令和2年10月12日 (2020. 10. 12)

(51) Int. Cl.	F I
H 0 1 F 1/44 (2006. 01)	H 0 1 F 1/44 1 7 O
B 2 2 F 1/00 (2006. 01)	B 2 2 F 1/00 W
B 2 2 F 9/00 (2006. 01)	B 2 2 F 9/00 B
G O 1 N 21/59 (2006. 01)	G O 1 N 21/59 Z

請求項の数 9 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2018-558332 (P2018-558332)	(73) 特許権者	518388247
(86) (22) 出願日	平成29年5月1日 (2017. 5. 1)		シーケーマテリアルズラブカンパニーリミテッド
(65) 公表番号	特表2019-521508 (P2019-521508A)		大韓民国 08380 ソウル クローク
(43) 公表日	令和1年7月25日 (2019. 7. 25)		デジタルロ 33ギル 11 エイス
(86) 国際出願番号	PCT/KR2017/004627		テクノ タワー 8 1205
(87) 国際公開番号	W02017/191962	(74) 代理人	100079049
(87) 国際公開日	平成29年11月9日 (2017. 11. 9)		弁理士 中島 淳
審査請求日	平成30年11月1日 (2018. 11. 1)	(74) 代理人	100084995
(31) 優先権主張番号	10-2016-0055019		弁理士 加藤 和詳
(32) 優先日	平成28年5月4日 (2016. 5. 4)	(72) 発明者	キム ヒョングジュン
(33) 優先権主張国・地域又は機関	韓国 (KR)		大韓民国 08380 ソウル クローク
			デジタルロ 33ギル 11 エイス
			テクノ タワー 8 1205

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 再分散性が向上した磁気粘性流体および磁気粘性流体の再分散性評価方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

磁性粒子、分散媒体および添加剤を含む磁気粘性流体において、前記磁気粘性流体は、少なくとも1種の固形分形状の添加剤を含み、

磁気粘性流体内の全ての固形分を回収した後、粒度分布を測定して下記のように定義されたスパン値 (span value) を得る時、

スパン値 = $(D_{90} - D_{10}) / D_{50}$;

(ここで、 D_{90} 、 D_{10} および D_{50} はそれぞれ、固形分粒度の累積分布で最大値に対して90%、10%および50%に該当する粒度をいう)

前記スパン値は、1.3 ~ 2.0 の範囲内であることを特徴とし、

磁気粘性流体の再分散前後の分散安定性を測定することにより不安定性インデックス (instability index) を得る時、前記不安定性インデックスの変化率が絶対値で5%未満である、再分散性が向上した磁気粘性流体。

【請求項 2】

磁性粒子、分散媒体および添加剤を含む磁気粘性流体において、前記磁気粘性流体は、少なくとも1種の固形分形状の添加剤を含み、

磁気粘性流体内の全ての固形分を回収した後、粒度分布を測定して D_{90} / D_{10} を得る時 (ここで、 D_{90} 、 D_{10} はそれぞれ、固形分粒度の累積分布で最大値に対して90%、10%に該当する粒度をいう)、

前記 D_{90} / D_{10} は、3.226 ~ 8.238 の範囲内であることを特徴とし、

10

20

磁気粘性流体の再分散前後の分散安定性を測定することにより不安定性インデックス (i n s t a b i l i t y i n d e x) を得る時、前記不安定性インデックスの変化率が絶対値で 5 % 未満である、再分散性が向上した磁気粘性流体。

【請求項 3】

前記磁気粘性流体内の全ての固形分は、前記磁気粘性流体の 20 ～ 50 体積パーセント (v o l %) であり、

前記添加剤は、前記磁性粒子に対して 1 ～ 30 体積パーセント (v o l %) であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の再分散性が向上した磁気粘性流体。

【請求項 4】

前記磁性粒子は、鉄、ニッケル、コバルト、鉄-コバルト合金、鉄-アルミニウム合金、鉄-ケイ素合金、鉄-ニッケル合金、鉄-バナジウム合金、鉄-モリブデン合金、鉄-クロム合金、鉄-タングステン合金、鉄-マンガン合金、鉄-銅合金、カルボニル鉄 (c a r b o n y l i r o n)、二酸化クロム、ステンレス鋼、ケイ素鋼、マンガン-亜鉛フェライト、酸化クロム、窒化鉄、酸化鉄、炭化鉄、フェライト-ポリマー、ニッケル-亜鉛フェライト、フェライト (Fe_3O_4) およびこれらの混合物の中から選択された少なくとも 1 種であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の再分散性が向上した磁気粘性流体。

【請求項 5】

前記分散媒体は、水、エタノール、シリコンオイル、鉱油、真空オイル、キャスターオイル、油圧オイル、潤滑油オイル (l u b r i c a n t o i l)、飽和炭化水素オイル、不飽和炭化水素オイル、合成炭化水素オイル、シクロパラフィンオイル、エチレングリコール、エチレングリコールエーテル、プロピレングリコール、オクタノール、マシノイル、ポリアルファオレフィン (P A O)、トランスフォーマーオイル (t r a n s f o r m e r o i l)、トランスフォーマーインシュレーティング溶液、ハロカーボンオイル (H a l o c a r b o n o i l)、パラフィンオイル (P a r a f f i n e o i l)、ミネラルオイル (m i n e r a l o i l)、オリーブオイル (o l i v e o i l)、コーンオイル (c o r n o i l)、およびソイビーンオイル (s o y b e a n o i l)、植物性オイル、およびこれらの混合物の中から選択された少なくとも 1 種であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の再分散性が向上した磁気粘性流体。

【請求項 6】

前記添加剤は、磁気粘性流体内で分散安定性、揺変性、耐摩耗性、化学的安定性、酸化防止の目的で使用される化学的添加剤、金属酸化物、有機粘土および無機粘土の中から選択された少なくとも 1 種であることを特徴とする、請求項 1 または 2 に記載の再分散性が向上した磁気粘性流体。

【請求項 7】

磁気粘性流体の 1 次分散安定性を赤外線を用いて測定する段階；

前記磁気粘性流体に外力を加えて再分散させる段階；

前記磁気粘性流体の 2 次分散安定性を前記赤外線を用いて測定する段階；および

前記 1 次分散安定性測定値と前記 2 次分散安定性測定値を比較する段階を、この順で含む、磁気粘性流体の再分散性評価方法であって、

前記 1 次分散安定性測定値および前記 2 次分散安定性測定値は、それぞれの不安定性インデックス (i n s t a b i l i t y i n d e x) で表されることを特徴とする、

磁気粘性流体の再分散性評価方法。

【請求項 8】

磁気粘性流体が入っている透明容器を提供する段階；

前記透明容器を遠心分離機によって回転させながら近赤外線を照射して前記透明容器を透過する光量を測定する段階 (1 次分散安定性測定) ；

前記磁気粘性流体に外力を加えて、沈殿した固形分を分散媒体に再分散させる段階；

前記固形分が再分散された磁気粘性流体が入っている透明容器を再び遠心分離機によって回転させながら近赤外線を照射して前記透明容器を透過する光量を測定 (2 次分散安定

10

20

30

40

50

性測定)する段階;および

前記1次分散安定性測定値と前記2次分散安定性測定値とを比較する段階を、この順で含む、磁気粘性流体の再分散性評価方法であって、

前記1次分散安定性測定値および前記2次分散安定性測定値は、それぞれの不安定性インデックス (instability index) で表されることを特徴とする、

磁気粘性流体の再分散性評価方法。

【請求項9】

前記光量の測定は、前記遠心分離機の回転速度が4,000rpmである状態で照射される近赤外線に対して150秒(second)間隔で999個の透過量プロファイルを測定することによって行われることを特徴とする、請求項8に記載の磁気粘性流体の再分散性評価方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は磁気粘性流体に関するものであって、より詳しくは再分散性が向上した磁気粘性流体および磁気粘性流体の再分散性を定量的に評価することができる評価方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

磁気粘性流体(Magnetorheological Fluids、MRF)は、油や水のような非磁性流体に鉄粉末のように磁場に敏感なマイクロサイズの磁性粒子が混合された懸濁液であって、外部磁場の印加を通じてその流動特性を実時間で制御することができるスマート材料(smart material)の一つである。

20

【0003】

磁気粘性流体には一般に磁性粒子が20～50パーセント程度の体積比率で含まれており、基本的にニュートン流体(Newtonian fluid)性質を有するが、外部磁場が印加されると、磁性粒子が移動して印加された磁場と平行な方向に鎖構造を形成することによってせん断力や流動に対する抵抗力を有する、そしてせん断変形率がなくても一定の降伏応力を発生させるビンガム(Bingham)流体の性質を有するようになる。

30

【0004】

磁気粘性流体は、流動に対する抵抗力を有する特性によってダンパー、クラッチ、ブレーキなどに用いられ、せん断力を有する特性によって研磨にも活用されている。

【0005】

磁気粘性流体が多様なシステムに効果的に適用されるためには、高い降伏応力を保有し、その内部に分散された磁性粒子が分散媒体内に均一に分布しなければならず、磁場を加えた後に除去する時に元の状態に速かに回復され得るように流体の粘度および残留磁化値が低くなければならない。

【0006】

しかし、磁気粘性流体を構成する磁性粒子の密度(例えば、鉄粉末の場合、 7.86 g/cm^3)が分散媒体の密度(例えば、シリコンオイルの場合、 0.95 g/cm^3)に比べて非常に大きい。したがって、磁気粘性流体を製造した直後には分散性が優れていても、時間が経つにつれて持続的に内部固形分の沈殿が起こるのを完全に防止することはできない。このような理由で、線状タイプのダンパーなどのような装置に使用するためには、沈殿した固形分が再度分散媒体に再分散される特性である再分散性の確保が非常に重要である。

40

【0007】

従来技術の米国登録特許US6203717B1の場合、再分散性を向上させるために磁性粒子の含量、分散媒体(carrier fluid; oil)の種類、添加剤、粘土類などを変更して磁気粘性流体を製造し、これを熱硬化処理後に圧縮強度を測定して

50

ロードセルにかかる力の強さで再分散性を評価している。

【0008】

しかし、前記米国登録特許US6203717B1は、磁気粘性流体自体の再分散性でなく、熱硬化された、即ち、1次的な加工が行われた流体の圧縮強度を測定して磁気粘性流体の再分散性として評価するものであるため、沈殿した固形分が流体に再分散されること、または磁気粘性流体自体の直接的な再分散性を評価するものと見ることは難しい。

【0009】

また、磁性粒子の含量と共に分散媒体の種類、添加剤、粘土類などを同時に変数にしたため、再分散性向上に影響を与える因子が分かり難い。

【0010】

他の従来技術の米国登録特許US7297290B2の場合、磁性粒子の大きさをナノサイズに減らして磁気粘性流体の再分散性の向上を図ったが、再分散性の評価方法として実験者がスパチュラを用いて沈殿物に直接力を加えて判断する方法であるスパチュラテストを用いたため、定量化された結果を得ることができないだけでなく、その結果に対する信頼性も高いといえない。

【0011】

したがって、現在まで提案された磁気粘性流体に対する再分散性評価方法は、定性的なものに過ぎないか、その結果においても信頼性を確保できないという問題点を有している。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明は、磁気粘性流体の再分散性向上および評価方法に対する信頼性などの問題点を解決するためのものであって、磁気粘性流体 (Magnetorheological Fluid) において重要な特性の一つである再分散性を定量的に評価することができる方法と、これに基づいて再分散性を向上させる明確な基準およびこれによって製造された磁気粘性流体を提供するためのものである。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明の一実施形態による磁気粘性流体は、磁性粒子、分散媒体および添加剤を含む磁気粘性流体において、磁気粘性流体内の全ての固形分を回収した後、粒度分布を測定して下記のように定義されたスパン値 (span value) を得る時、スパン値 = $(D_{90} - D_{10}) / D_{50}$ (ここで、 D_{90} 、 D_{10} および D_{50} はそれぞれ、固形分粒度の累積分布で最大値に対して90%、10%および50%に該当する粒度をいう)、前記スパン値は1.3以上であることを特徴とする。

【0014】

また、本発明の一実施形態による磁気粘性流体は、磁性粒子、分散媒体および添加剤を含む磁気粘性流体において、磁気粘性流体内の全ての固形分を回収した後、粒度分布を測定して D_{90} / D_{10} を得る時 (ここで、 D_{90} 、 D_{10} はそれぞれ、固形分粒度の累積分布で最大値に対して90%、10%に該当する粒度をいう)、前記 D_{90} / D_{10} は3

【0015】

前記磁気粘性流体内の全ての固形分は前記磁気粘性流体の20~50体積パーセント (vol%) であり、前記添加剤は前記磁性粒子に対して1~30体積パーセント (vol%) であってもよい。

【0016】

前記磁性粒子は、鉄、ニッケル、コバルト、鉄-コバルト合金、鉄-アルミニウム合金、鉄-ケイ素合金、鉄-ニッケル合金、鉄-バナジウム合金、鉄-モリブデン合金、鉄-クロム合金、鉄-タングステン合金、鉄-マンガン合金、鉄-銅合金、カルボニル鉄 (carbonyl iron)、二酸化クロム、ステンレス鋼、ケイ素鋼、マンガン-亜鉛

10

20

30

40

50

フェライト、酸化クロム、窒化鉄、酸化鉄、炭化鉄、フェライトーポリマー、ニッケル-亜鉛フェライト、フェライト (Fe_3O_4) およびこれらの混合物の中から選択された少なくとも一つであってもよい。

【0017】

前記分散媒体は、水、エタノール、シリコンオイル、鉱油、真空オイル、キャスターオイル、油圧オイル、潤滑油オイル (lubricant oil)、飽和炭化水素オイル、不飽和炭化水素オイル、合成炭化水素オイル、シクロパラフィンオイル、エチレングリコール、エチレングリコールエーテル、プロピレングリコール、オクタノール、マシンオイル、ポリアルファオレフィン (PAO)、トランスフォーマーオイル (transformer oil)、トランスフォーマーインシュレーティング溶液、ハロカーボンオイル (Halocarbon oil)、パラフィンオイル (Paraffine oil)、ミネラルオイル (mineral oil)、オリーブオイル (olive oil)、コーンオイル (corn oil)、およびソイビーンオイル (soybean oil)、植物性オイル、およびこれらの混合物の中から選択された少なくとも一つであってもよい。

10

【0018】

前記添加剤は、磁気粘性流体内で分散安定性、揺変性、耐摩耗性、化学的安定性、酸化防止の目的で使用される化学的添加剤、金属酸化物、有機粘土および無機粘土の中から選択された少なくとも一つであってもよい。

【0019】

本発明の他の実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価方法は、磁気粘性流体の1次分散安定性を赤外線を用いて測定する段階、前記磁気粘性流体に外力を加えて再分散させる段階、前記磁気粘性流体の2次分散安定性を前記赤外線を用いて測定する段階、および前記1次分散安定性測定値と前記2次分散安定性測定値を比較する段階を含む。

20

【0020】

本発明の他の実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価方法は、磁気粘性流体が入っている透明容器を提供する段階、前記透明容器を遠心分離機によって回転させながら近赤外線を照射して前記透明容器を透過する光量を測定する段階 (1次分散安定性測定)、前記磁気粘性流体に外力を加えて遠心分離された固形分を分散媒体に再分散させる段階、および前記固形分が再分散された磁気粘性流体が入っている透明容器を再び遠心分離機によって回転させながら近赤外線を照射して前記透明容器を透過する光量を測定 (2次分散安定性測定) する段階を含む。

30

【0021】

前記1次および2次分散安定性測定値は、それぞれの不安定性インデックス (instability index) で表され得る。

【0022】

前記光量の測定は、前記遠心分離機の回転速度が4,000rpmである状態で照射される近赤外線に対して150秒 (second) 間隔で999個の透過量プロファイルを測定することによって行われ得る。

【発明の効果】

40

【0023】

本発明によれば、磁気粘性流体の再分散性を磁気粘性流体自体で定量化して評価できる測定方法を提供することができ、前記方法を通じて再分散性が向上した磁気粘性流体を提供すると同時に再分散性に影響を与える因子に対する明確な基準を提示することができる。

【0024】

また、磁気粘性流体の再分散性を定量的に評価できる再分散性評価方法を提供することによって、向後磁気粘性流体の製造および活用分野において迅速でありながらも信頼性のある磁気粘性流体に対する再分散性評価方法が拡大適用され得る。

【0025】

50

本発明による再分散性評価方法は、磁気粘性流体内に含まれている磁性粒子だけでなく磁気粘性流体の特性を改善するために使用される有機－無機添加剤を含む全ての固形分の影響による磁気粘性流体の再分散性特性を測定することができる。

【0026】

また、本発明による再分散性が向上した磁気粘性流体は、乗用および商用車量、鉄道車両、2輪車両に適用される各種線状タイプダンパー（d a m p e r）および回転型タイプダンパー（d a m p e r）、軍需産業で緩衝装置に使用される各種ダンパー（d a m p e r）、橋梁および建物の耐震用ダンパー（d a m p e r）、家電製品群の振動調節ダンパー（d a m p e r）などの分野に拡大適用され得る。

【図面の簡単な説明】

10

【0027】

【図1】本発明の一実施形態による磁気粘性流体の再分散性の評価方法に関する工程図である。

【図2】本発明の一実施形態による磁気粘性流体の不安定性インデックス（i n s t a b i l i t y i n d e x）計算に使用されるプロファイル（p r o f i l e）の模式図である。

【図3】本発明の一実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価時、試片に対する1次分散安定性測定結果を示したグラフである。

【図4】本発明の一実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価時、試片に対する2次分散安定性測定結果を示したグラフである。

20

【図5】本発明の一実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価時、1次分散安定性測定結果と2次分散安定性測定結果の不安定性インデックス（i n s t a b i l i t y i n d e x）の変化率とスパン値（s p a n v a l u e）の関係を示したグラフである。

【図6】本発明の一実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価時、1次分散安定性測定結果と2次分散安定性測定結果の不安定性インデックス（i n s t a b i l i t y i n d e x）の変化率と D_{90}/D_{10} の関係を示したグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0028】

本発明の利点および特徴、そしてそれらを達成する方法は添付される図面と共に詳細に後述されている実施形態を参照すれば明確になるはずである。しかし、本発明は以下に開示される実施形態に限定されるのではなく、互いに異なる多様な形態に実現でき、ただ本実施形態は本発明の開示が完全なようにし、本発明の属する技術分野における通常の知識を有する者に発明の範疇を完全に知らせるために提供されるものであり、本発明は請求項の範疇によって定義されるだけである。明細書全体にかけて同一参照符号は同一構成要素を称す。

30

【0029】

以下、本発明の好ましい一実施形態による磁気粘性流体に関して説明する。

【0030】

本発明の一実施形態による磁気粘性流体は、磁性粒子、分散媒体および添加剤を含む磁気粘性流体において、前記磁気粘性流体内の全ての固形分を回収して粒度を測定し、前記磁気粘性流体内の全ての固形分のスパン値（s p a n v a l u e）を下記のように定義する時、前記スパン値は1.3以上であることを特徴とする。

40

【0031】

スパン値 = $(D_{90} - D_{10}) / D_{50}$;

（ここで、 D_{90} 、 D_{10} および D_{50} はそれぞれ、固形分粒度の累積分布で最大値に対して90%、10%および50%に該当する粒子の大きさをいう）

【0032】

一般に、磁気粘性流体は、製造した以後に沈降安定性が確保されても時間が経つにつれて固形分（磁性粒子、添加剤などの固形分）の沈殿が起こるため、線状タイプのダンパー（d a m p e r）などのような装置に使用されるためには再分散性の確保が非常に重要で

50

ある。

【0033】

再分散性 (re-dispersibility) とは、重力や遠心力の作用を受けて沈降または分離が行われた固形分が印加された外力によって分離が行われる前の状態に戻る特性をいう。

【0034】

従来の場合、磁気粘性流体の再分散性測定のために磁気粘性流体自体でない磁気粘性流体を熱硬化させて一次的に加工された流体の再分散性を測定して評価することにより、磁気粘性流体内の沈殿した固形分が流体に再分散されること、または磁気粘性流体自体の直接的な再分散性を評価する方法と見難く、磁気粘性流体内に存在する固形分の再分散に及ぼす影響を確認することができなかった。

10

【0035】

即ち、磁気粘性流体の再分散性は単に磁性粒子だけでなく流体内の他の固形分によって影響を受けることが明らかであるにも拘らず、磁気粘性流体に含まれている磁性粒子と有機-無機添加剤などの全ての固形分を基準にして評価したことが現在までは皆無な状態であるといえる。

【0036】

これにより、本発明では磁気粘性流体内に含まれている全ての固形分 (磁性粒子、表面改質された磁性粒子、各種有機-無機添加剤などを含む全ての固形分) の大きさと粒度分布の幅を変化させて磁気粘性流体を製造し、これに対する評価に基づいて再分散性が向上した磁気粘性流体を考案した。

20

【0037】

より詳細に、本発明では、磁気粘性流体の再分散性向上のために磁気粘性流体内に含まれている全ての固形分の D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} およびスパン値 (span value) を考慮して流体を製造した。

【0038】

前記スパン値は固形分の粒度分布幅が分かる方法で磁性粒子と共に粒度分布に影響することがある沈降防止剤、揺変剤、耐磨耗剤、酸化防止剤などの化学的添加剤および有機-無機添加剤が全て含まれている磁気粘性流体の全ての固形分に対する値を基準にする。

【0039】

本発明で磁気粘性流体が良好な再分散性を有するためには、スパン値 (span value) が少なくとも 1.3 以上であるのが好ましい。スパン値が 1.3 未満である場合は再分散性が顕著に低下する。

30

【0040】

また、本発明の好ましい一実施形態による再分散性が向上した磁気粘性流体は、磁性粒子、分散媒体および添加剤を含む磁気粘性流体において、磁気粘性流体内の全ての固形分を回収した後、粒度分布を測定して D_{90}/D_{10} を得た時 (ここで、 D_{90} 、 D_{10} はそれぞれ固形分粒度の累積分布で最大値に対して 90%、10% に該当する粒子の大きさをいう)、前記 D_{90}/D_{10} は 3 以上であることを特徴とする。

【0041】

また、本発明の実施形態による磁気粘性流体において、前記磁気粘性流体で全ての固形分は前記磁気粘性流体の 20~50 体積パーセント (vol%) であり、前記添加剤は前記磁性粒子に対して 1~30 体積パーセント (vol%) であることを特徴とする。

40

【0042】

本発明では磁性粒子だけでなく磁気粘性流体に添加される全ての添加剤などを含む全ての固形分を再分散性評価の基準にすることにより、実際分散媒体に含まれている磁性粒子、表面改質された磁性粒子だけでなく有機-無機添加剤などによる磁気粘性流体自体の本源的な再分散性を考慮することができるようにした。

【0043】

前記磁性粒子は、鉄、ニッケル、コバルト、鉄-コバルト合金、鉄-アルミニウム合金

50

、鉄－ケイ素合金、鉄－ニッケル合金、鉄－バナジウム合金、鉄－モリブデン合金、鉄－クロム合金、鉄－タングステン合金、鉄－マンガン合金、鉄－銅合金、カルボニル鉄（carbonyl iron）、二酸化クロム、ステンレス鋼、ケイ素鋼、マンガン－亜鉛フェライト、酸化クロム、窒化鉄、酸化鉄、炭化鉄、フェライト－ポリマー、ニッケル－亜鉛フェライト、フェライト（ Fe_3O_4 ）およびこれらの混合物の中から選択された少なくとも一つであることを特徴とする。

【0044】

本発明では大きな飽和磁化を有する鉄（Fe）、ニッケル（Ni）、コバルト（Co）、カルボニル鉄（carbonyl iron）粉末などの金属粉末を磁性粒子として使用することが好ましく、このような磁性粒子は大部分球形の形状を有する。

10

【0045】

また、磁気粘性流体の沈降安定性を確保するために、金属粒子に比べて相対的に小さな粒子大きさおよび低い密度を有する金属酸化物粒子が使用され得る。このような金属酸化物粒子は比較的低い飽和磁化を有する。

【0046】

前記磁気粘性流体に使用される磁性粒子は、粒子の大きさおよび性質が異なる2種以上の物質が混合され得る。

【0047】

前記分散媒体は、水、エタノール、シリコンオイル、鉱油、真空オイル、キャスターオイル、油圧オイル、潤滑油オイル（lubricant oil）、飽和炭化水素オイル、不飽和炭化水素オイル、合成炭化水素オイル、シクロパラフィンオイル、エチレングリコール、エチレングリコールエーテル、プロピレングリコール、オクタノール、マシンオイル、ポリアルファオレフィン（PAO）、トランスフォーマーオイル（transformer oil）、トランスフォーマーインシュレーティング溶液、ハロカーボンオイル（Halocarbon oil）、パラフィンオイル（Paraffine oil）、ミネラルオイル（mineral oil）、オリーブオイル（olive oil）、コーンオイル（corn oil）、およびソイビーンオイル（soybean oil）、植物性オイルおよびこれらの混合油の中から選択された少なくとも一つであることを特徴とする。

20

【0048】

また、前記添加剤は、磁気粘性流体内で分散安定性、揺変性、耐摩耗性、化学的安定性、酸化防止などの目的で使用される化学的添加剤、金属酸化物、有機粘土および無機粘土の中から選択された少なくとも一つが使用される。

30

【0049】

これにより、磁気粘性流体の全ての固形分には、磁性粒子はもちろん前記添加剤の中の有機または無機粘土が含まれ得る。

【0050】

より具体的に、前記添加剤は、無機粘土、分散剤（dispersants）、界面活性剤、腐食防止剤、潤滑剤、摩耗防止添加剤、酸化防止剤、揺変性剤（thixotropic agents）および通常の懸濁剤（suspension agents）を含む。

40

【0051】

無機粘土としては、ベントナイト、ヘクトライト、モンモリロナイトまたはラミナ構造および極性表面を有する類似無機粘土が使用される。

【0052】

分散剤は、オレイン酸、脂肪酸金属石鹸、ポリアルコール、アンモニウム塩、脂肪酸、ポリエチレンオキシド、ホスフェート、ホスホネートなどの化合物およびこれらの混合物を含む。

【0053】

界面活性剤は、スルホネート類、ホスフェートエステル類、ステアリン酸（stear

50

ic acid)、グリセロールモノオレエート、ソルビタンセスキオレエート (sorbitan sesquioleate)、ラウレート類 (laurates)、脂肪酸、脂肪族アルコール (fatty alcohols)、フッ化脂肪族ポリマーエステル類 (fluoroaliphatic polymeric esters)、およびチタネート、アルミネートおよびジルコネートカップリング剤および他の界面活性剤 (surface active agents) を含む。また、ポリアルケンジオールおよび部分的にエステル化されたポリオールが含まれる。

【0054】

腐食防止剤はソジウムナイトライト、ソジウムナイトレート、ソジウムベンゾエート、ホウ砂 (borax)、エタノールアミンホスフェートおよびこれらの混合物を含み、摩耗防止添加剤は二硫化モリブデン、ジンクホスフェート、トリアリールホスフェート、トリフェニルホスホロチオネート、アミンホスフェートなどの化合物およびこれらの混合物が使用される。

10

【0055】

本発明の他の実施例による磁気粘性流体の再分散性評価方法は、磁気粘性流体の1次分散安定性を赤外線を用いて測定する段階、前記磁気粘性流体に外力を加えて再分散させる段階、前記磁気粘性流体の2次分散安定性を前記赤外線を用いて測定する段階、および前記1次分散安定性測定値と前記2次分散安定性測定値を比較する段階を含む。

【0056】

本発明で磁気粘性流体の再分散性評価のために、赤外線を用いて磁気粘性流体の分散安定性を2回に分けて測定し、1次分散安定性を測定した後に磁気粘性流体に外力を加えて再分散させた後2次分散安定性を測定して1次および2次分散安定性測定値を対比することによって磁気粘性流体の再分散性を定量的に評価することができる。

20

【0057】

図1に示したように、本発明の他の実施形態による磁気粘性流体の再分散性評価方法は、磁気粘性流体が入っている透明容器を提供する段階、前記透明容器を遠心分離機によって回転させながら近赤外線を照射して前記透明容器を透過する光量を測定する段階 (1次分散安定性測定)、前記磁気粘性流体に外力を加えて遠心分離された固形分を分散媒体に再分散させる段階および前記固形分が再分散された磁気粘性流体が入っている透明容器を再び遠心分離機によって回転させながら近赤外線を照射して前記透明容器を透過する光量を測定 (2次分散安定性測定) する段階を含む。

30

【0058】

前記磁気粘性流体は、これを構成する固形分 (磁性粒子、表面改質された磁性粒子、添加剤などの物質) を同一な重量で固定し、固形成分の D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} およびスパン値 (span value) を異にして製造したものである。

【0059】

前記のように固形分を一定の重量で固定し、固形分の粒度大きさと粒度分布幅を変化させた磁気粘性流体を、透明な容器 (一定の波長の光が透過できる) に同一量を装入する。

【0060】

前記磁気粘性流体が装入された透明容器を遠心分離機に装着した後、回転させながら磁気粘性流体を分散媒体と固形分に分離させ、遠心力によって固形分の分離が行われている中に透明容器に光を照射して透明容器を透過する光 (光量) を検出する。

40

【0061】

この時、分散媒体の透過光量は40%以上であるのが好ましいが、これは分散媒体の透過度が40%未満である場合には不安定性インデックス値が低く示されるためである。特に、粒子が沈殿しないか濃い有色のオイルを使用する場合は40%未満の透過度が示されることもある。

【0062】

前記光検出は、光の照射地点と反対側、即ち、前記透明容器を中心に光照射地点と対称になる地点に光検出センサーを配置して行われる。

50

【0063】

以後に、沈降した固形分に外力を加えることによって前記分散媒体に再分散が行われるようにする。

【0064】

前記固形分に外力を加えることは迅速なエネルギー伝達が可能な振動励磁機 (vibration exciter) を使用するのが好ましく、このような振動励磁機の一つとして渦流ミキサー (vortex mixer) を使用するのが好ましい。

【0065】

再分散性は、重力や遠心力の作用を受けて沈降または分散媒体と分離された固形分に対して外力を印加することによって、固形分が分離が行われる前の状態に戻る特性をいう。

10

【0066】

再分散が行われた磁気粘性流体が入っている透明容器を前述の遠心分離機で再び回転させて磁気粘性流体を遠心分離すると同時に同一な光を照射して透過光を検出する。

【0067】

前記光の照射において使用される光は、近赤外線 (near infrared ray) であるのが好ましい。

【0068】

前記磁気粘性流体の再分散性評価は、一番目の透過光量に基づいた1次分散安定性測定値と二番目の透過光量に基づいた2次分散安定性測定値を対比することによって行われる。

20

【0069】

前記分散安定性 (dispersion stability) に関連して、一つの物質の中に他の物質が微粒子の状態で浮遊することを分散と言い、このような状態を維持する特性を分散安定性という。

【0070】

前記1次および2次分散安定性測定値は、それぞれの不安定性インデックス (instability index) で示すことができる。

【0071】

分散安定性を示す不安定性インデックス (instability index) は0に近い値を有するほど分散安定性に優れることを意味し、1の値に近い値を有するほど分散安定性が悪いことを意味する。

30

【0072】

不安定性インデックス (instability index) は0.3以上でなければならず、0.3未満の磁気粘性流体の場合、高粘度、高濃度の磁気粘性流体であるか、計算する公式が異なる場合 (nの設定が異なる場合) または測定範囲の設定が異なる場合であり得る。これにより、再分散前後の不安定インデックス (instability index) 値の差が異なって示され得る。したがって、1次分散安定性と2次分散安定性は、同一な計算方式を設定して計算されるのが好ましい。

【0073】

【数1】

40

$$\text{不安定性インデックス} = \frac{\text{profile}_n \text{の面積} - \text{profile}_{\text{first}} \text{の面積}}{\text{profile}_{\text{last}} \text{の面積} - \text{profile}_{\text{first}} \text{の面積}}$$

【0074】

図2にプロファイル (profile) に関する模式図を示した。横軸 (x軸) のポジション (position) は遠心分離用透明容器での位置を示し、右側に行くほど透明容器の外側を意味する。即ち、沈殿層が積もる側を意味する。縦軸 (y軸) の透過 (transmission) は近赤外線が流体が入っている透明容器を透過して光が検出され

50

ることを意味する。遠心分離が進むにつれて（沈殿が進むにつれて）、プロファイル（p r o f i l e）は初期（f i r s t）から最後（l a s t）に次第に移動する。この時、nは何番目のプロファイルなのかを示す。

【0075】

前記光量の測定は、前記遠心分離機の回転速度が4,000rpmである状態で照射される近赤外線に対して150秒（s e c o n d）間隔で999個の透過量プロファイルを測定することによって行われる。

【実施例】

【0076】

以下、実施例を通じて本発明による磁気粘性流体の再分散性の評価方法について詳しく説明する。但し、下記の実施例は本発明を例示するものに過ぎず、本発明の内容が下記の実施例によって限定されるのではない。

【0077】

<実施例>

磁気粘性流体の全ての固形分を同一な重量で固定した後、固形分の D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} およびスパン値（s p a n v a l u e）を異なるように組み合わせた磁気粘性流体を製造した。

【0078】

その後、磁気粘性流体内に含まれている全ての固形分を遠心分離機を用いて回収し、洗浄した後、粒度分析器を用いて D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} およびスパン値を下記表1のように得た。

【0079】

【表1】

<磁気粘性流体に含まれている固形分の粒度分布>

実施例	D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)	D_{90}/D_{10}	スパン値
No1 (#1)	1.884	6.490	15.520	8.238	2.008
No2 (#2)	1.952	4.260	7.810	4.001	1.375
No3 (#3)	4.470	8.050	16.220	3.629	1.460
No4 (#4)	2.831	4.160	6.680	2.360	0.925
No5 (#5)	3.980	5.560	8.550	2.148	0.822
No6 (#6)	6.000	9.470	16.540	2.757	1.113
No7 (#7)	3.330	5.260	8.700	2.613	1.021
No8 (#8)	2.537	6.820	16.180	6.378	2.000
No9 (#9)	3.940	6.650	12.710	3.226	1.319
No10 (#10)	2.319	5.580	11.170	4.817	1.586

【0080】

前記粒度分析器の超音波（u l t r a s o n i c）処理は5分以内にする。粒度分析時、分散媒体は水とエタノールを使用した。

【0081】

本発明では磁気粘性流体の再分散性を評価する方法として磁気粘性流体の分散安定性測定方法を用いて磁気粘性流体内の固形分大きさおよびスパン値の差による再分散前後の分散安定性を測定して比較した。

【0082】

分散安定性の測定のためにL. U. M GmbH社（Germany）のLUMiシリーズを用い、遠心分離を行いながら固形分の実時間沈降度を確認して分散安定性を測定することによってより早く分散安定性を測定するようにした。

【0083】

分散安定性測定のために、4000rpmの速度で回転させながら遠心分離させると同時に試片に近赤外線を照射し150秒間隔で999個の透過プロファイル（t r a n s m i s s i o n p r o f i l e）を測定した。

【0084】

前記のように再分散前後の分散安定性を測定し、このような分散安定性の差を計算することによって、磁気粘性流体の固形分に対する D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} およびスパン値と比較して再分散性を評価した。

【0085】

分散安定性測定結果で、不安定性インデックス (instability index) が0に近いほど分散安定性に優れ、1の値を有することが分散安定性が最も悪いのを意味する。このような不安定性インデックス (instability index) は分散安定性を数値的に代弁する指標である。

【0086】

遠心分離機の回転によって磁気粘性流体内の沈降した固形分を渦流ミキサー (vortex mixer) を用いて全ての試片に対して同一な時間 (10分)、同一な条件で再分散させた。

【0087】

再分散が行われた磁気粘性流体を前述と同様な方法 (条件) で遠心分離を行いながら光照射を実施し透過光量を測定した。

【0088】

図3および図4はそれぞれ磁気粘性流体に対して再分散前後の不安定性インデックス (instability index) を示す結果である。

【0089】

図3および図4の再分散前後の不安定性インデックス (instability index) の変化量を比較すれば、磁気粘性流体の再分散性を示す指標として使用が可能である。

【0090】

図3および4を参照すれば、再分散前後の不安定性インデックス (instability index) の変化率とスパン値との関係で、スパン値が1.3以上である場合には再分散前後の不安定性インデックス (instability index) の変化率が5%未満の4.01%であり、スパン値が1.3未満である試片 (sample) については不安定性インデックスの値が8.22%以上であって急激に増加することが分かる。

【0091】

図5は1次および2次分散安定性測定による再分散前後の不安定性インデックスの変化率とスパン値の関係を図表化したものであって、点線で表示された部分が良好な再分散性を示す試片に関するものである。

【0092】

不安定性インデックス (instability index) の増加は結局、沈殿した固形分が同一な分散条件で互いに異なる再分散性を示し、完ぺきに再分散されず、互いに凝集されているか沈殿した状態で残っていることを意味する。

【0093】

従って、本発明の試験結果によれば、磁気粘性流体内で固形分の粒度分布幅が広いほど、即ち、スパン値が1.3以上であるときに再分散がよく行われるということが分かる。

【0094】

図6は1次および2次分散安定性測定による再分散前後の不安定性インデックスの変化率と D_{90}/D_{10} の関係を図表化したものであって、点線で表示された部分が良好な再分散性を示す試片に関するものである。

【0095】

図6に示したように、 D_{90}/D_{10} 値が3以上である場合には再分散前後の不安定性インデックス (instability index) の変化率が5%未満の4.01%であり、 D_{90}/D_{10} 値が3未満であるサンプルでは不安定性インデックス (instability index) の変化率が8.22%以上であって非常に大きく増加した

10

20

30

40

50

。

【0096】

要約すれば、 D_{90}/D_{10} の値が3以上である場合に磁気粘性流体の再分散性が非常に向上することが分かる。

【0097】

従来の技術によって公開された再分散性を評価する方法は磁気粘性流体を熱硬化した後に圧縮強度を測定する方法、スパチュラの回転抵抗を手動で測定する方法、磁気粘性流体を激しく振った後に分散媒体を除去し瓶に残っている残量の体積を測定する方法が紹介されたが、このような方法は再分散結果を定量化しにくく、試験を行う人の個人の誤差発生が避けられないという短所があった。

10

【0098】

よって、本発明では磁気粘性流体の分散安定性を測定し、磁気粘性流体内全ての固形分の大きさおよびスパン値、粒度分布幅の差による再分散前後の分散安定性を測定し相互比較することによって定量的な評価が可能になる。

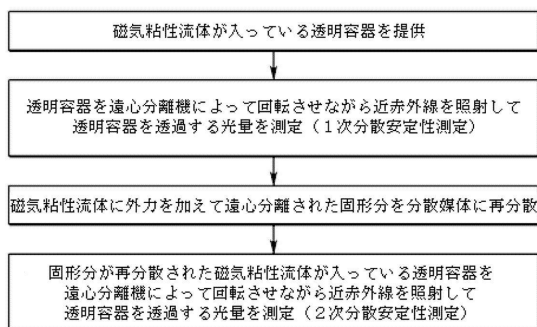
【0099】

さらに、本発明の再分散性測定方法に基づいて磁気粘性流体の再分散性を定量的に評価するための標準 (standard) とすることもできる。

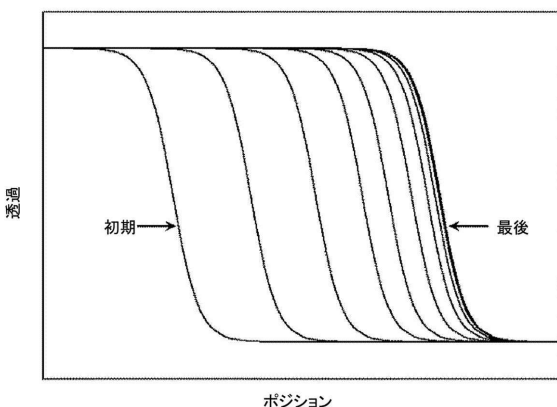
【0100】

本発明は図面に示された実施例を参照して説明されたが、これは例示的なものに過ぎず、当該技術分野における通常の知識を有する者であれば、これから多様な変形および均等 20
な他の実施例が可能であるという点を理解するはずである。従って、本発明の真の技術的保護範囲は添付された特許請求の範囲の技術的な思想によって決められなければならないはずである。

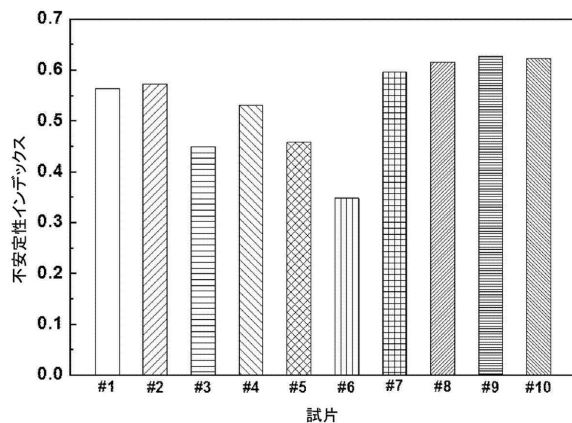
【図1】



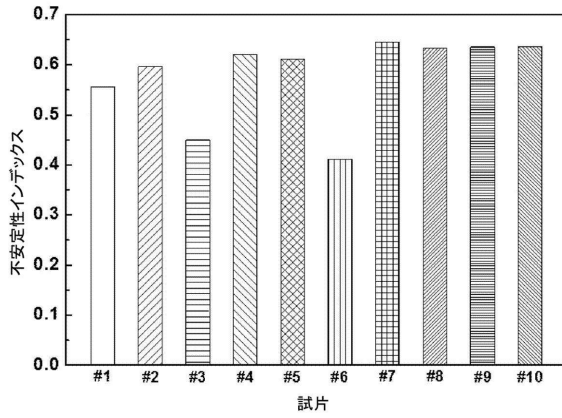
【図2】



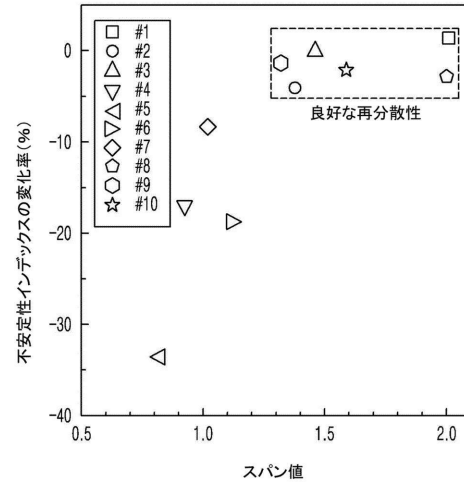
【図3】



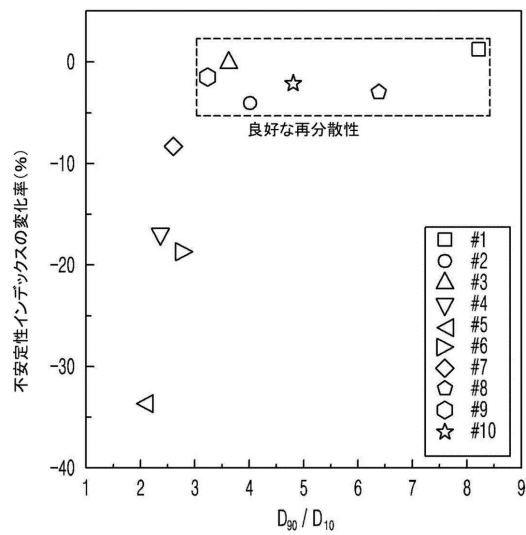
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

(72)発明者 シン ウイソブ

大韓民国 08380 ソウル クローク デジタルロ 33ギル 11 エイス テクノ タワ
ー 8 1205

(72)発明者 キム ジュンソブ

大韓民国 08380 ソウル クローク デジタルロ 33ギル 11 エイス テクノ タワ
ー 8 1205

(72)発明者 チェ ミンキュ

大韓民国 08380 ソウル クローク デジタルロ 33ギル 11 エイス テクノ タワ
ー 8 1205

審査官 佐久 聖子

(56)参考文献 韓国公開特許第10-2009-0005931 (KR, A)

特表2006-505957 (JP, A)

特開2002-121578 (JP, A)

特開2012-177691 (JP, A)

特開2010-160460 (JP, A)

米国特許出願公開第2014/0326886 (US, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01F 1/44

B22F 1/00

B22F 9/00

G01N 21/59