

# AcoustoSizer IIx

高濃度粒子径・ゼータ電位測定装置

System for Measurement of Zeta Potential and Particle Size  
in Concentrated Aqueous and Non-aqueous Suspensions

&

# ZetaProbe

高濃度ゼータ電位測定装置

System for Measurement of Zeta Potential in Concentrated  
Aqueous and Non-aqueous Suspensions



# 高濃度塗料やスラリーを希釈することなく 実使用環境と同等の状態分散粒子の特性を評価します。

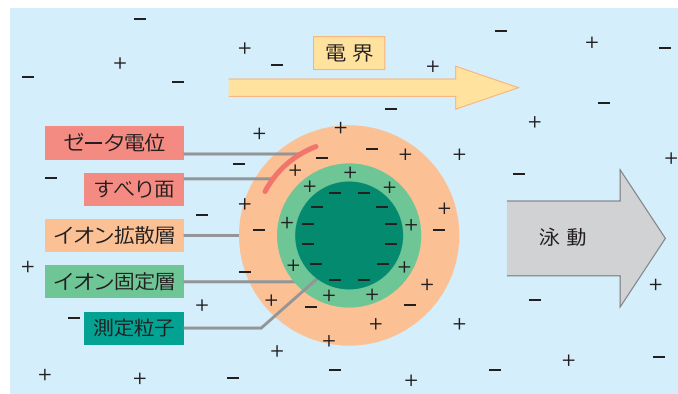
塗料、インク、機能性材料用スラリーなどの製造プロセスにおいては、素材となる粉体粒子の分散制御が塗工性や液の安定性、塗膜の品質に影響を与えます。ここでは、粉体粒子の混練時のぬれ性や解砕プロセスとともに、その後の分散安定性も重要となります。その分散安定性の評価手法としてゼータ電位の測定が広く採用されています。

## ゼータ電位とは

一般に溶液中に分散する粒子は、その表面に電荷を持ち、その電荷と反対符号のイオン層（固定層）とそれを取り巻く正負イオンの混在した層（拡散層）からなる電気二重層を形成します。これに電場を与えると、表面電荷に応じて粒子が移動を始めることで、せん断力がかかり、拡散層の中で粒子と一緒に移動するイオンと取り残されるイオンに分かれます。その境界面を「すべり面」と呼びます。

ゼータ電位とは、粒子から遠く離れて電気的に中性となったところの電位をゼロとしたときに、それに対する「すべり面」の電位として定義されています。

ゼータ電位の絶対値が大きいくほど粒子同士が反発して凝集しにくく、安定して分散状態を維持することができます。逆に小さいほど粒子同士に働く van der Waals 力の影響により凝集しやすくなります。このことが、ゼータ電位が分散安定性の指標とされる所以です。

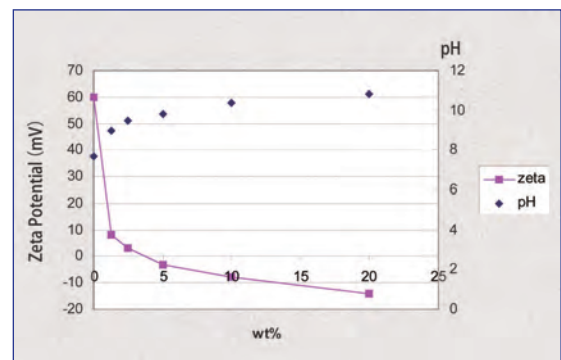


## ▶ 原液試料で粒子径・ゼータ電位が測定できます

従来から、ゼータ電位の測定は光散乱などによる電気泳動法が主流です。この場合、光の透過が絶対条件となるため、試料原液を大幅に希釈する必要があります。しかしながら、試料の希釈は作業に手間を要するだけでなく、pHの変化や不純物の影響によりゼータ電位を変化させてしまう要因となります。

ところが、製造プロセスなどで取り扱われる微粒子分散系のほとんどは、高濃度であることが多く、希薄系で測定したゼータ電位は、実際の状態を反映しているとは言えません。測定原理に電気音響法を採用した AcoustoSizer と ZetaProbe は、試料を希釈することなく、実使用環境と同じ状態で、高濃度微粒子分散系の粒子径やゼータ電位を測定することが可能です。

また、O'Brien による電気二重層の変形を考慮した理論を採用することで、正確で再現性の良い、安定したデータが得られます。



＜純水希釈によるアルミナ試料のζ変化＞

pH、イオン濃度変化、表面活性化物質などにより、ゼータ電位は変化してしまいます。

# Principles

## <電気音響法：ESA (Electrokinetic Sonic Amplitude) + 多重周波数解析> [特許 2668372]

ESA法ではコロイド溶液に交流電圧を印加し、粒子の振動により発生する超音波のESAシグナルからゼータ電位を測定します。ESAシグナルは下記の式で表されます。このESAシグナルの大きさは、動的移動度( $\mu$ )をもった粒子の濃度( $\phi$ )に相関しています。また、交流電圧を印加したときの粒子の慣性モーメントの違いにより、発生する超音波の位相遅れから粒子サイズを解析し、得られた粒子サイズをゼータ電位の解析に使用します。そのため粒子サイズを反映した、正確なゼータ電位を得ることができます。複数の周波数で測定を行い、粒子径を反映したゼータ電位を測定するのは AcoustoSizer と ZetaProbe の特長です。

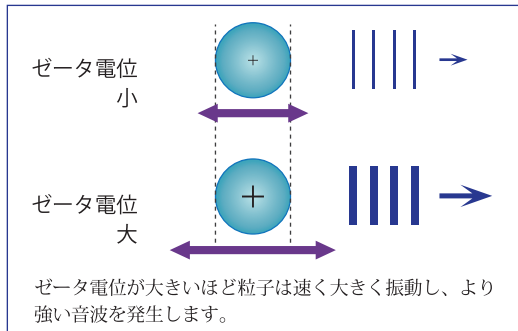
**ESA = A · Z ·  $\phi$  · ( $\Delta\rho/\rho$ ) ·  $\mu$**

A : 定数  
Z : 音響インピーダンス (音速と密度の積)  
 $\phi$  : 粒子体積濃度  
 $\Delta\rho$  : 粒子と溶媒の密度差  
 $\rho$  : 溶媒の密度  
 $\mu$  : 動的移動度

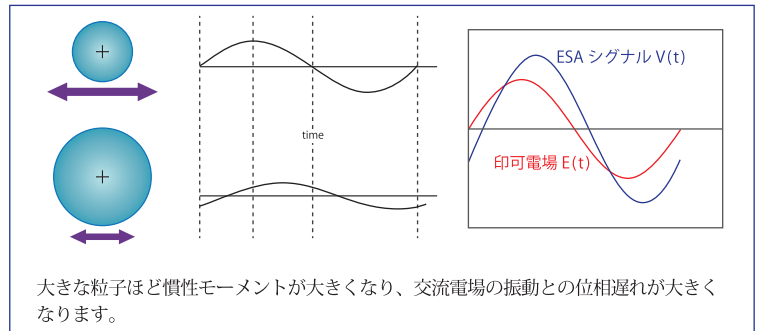
**$\mu = \zeta \cdot G (f \cdot a \cdot \Delta\rho \cdot \phi)$**

$\zeta$  : ゼータ電位  
G : 関数  
f : 周波数  
a : 粒子半径

### ゼータ電位測定



### 粒子径測定



➡ 以上のことから、複数の交流周波数におけるESAシグナルの振幅の大きさと位相遅れから、ゼータ電位と粒子径の同時解析が可能となります。

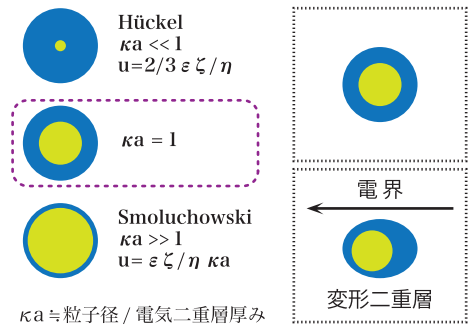
### ● O'Brien 理論の採用による、正確なゼータ電位測定

粒子の動的移動度からゼータ電位を算出する方法としては、主に Smoluchowski の式と Hückel の式が採用されています。

Smoluchowski の式は粒子径に対して電気二重層が薄い場合に適用され、Hückel の式は電気二重層が厚い場合に適用されます。

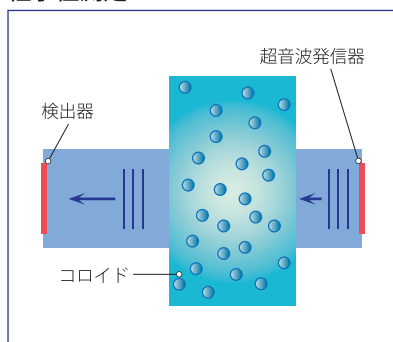
ところが、粒子径と電気二重層の厚みがほぼ同じ ( $\kappa a \approx 1$ ) で、ゼータ電位が高めの領域においては、拡散層のイオン雲が粒子の動きに追従できずに電気二重層が変形してしまうという緩和効果が発生します。このような状況で Smoluchowski の式を当てはめるとゼータ電位を過小評価することになります。

これに対して O'Brien は電気二重層の変形を考慮した理論を提案することで、電気二重層の全領域で正確なゼータ電位の測定を可能にしました。



## <超音波減衰法 (Ultrasonic attenuation spectroscopy)>

### 粒子径測定



超音波発信機により発生した超音波は、試料セル中のコロイド溶液を通過します。検出器まで伝播した超音波は電圧に変換され、そのときの減衰率より粒度分布を求めます。このとき超音波の減衰率はその周波数や粒子濃度、粒子径に依存します。

超音波エネルギーは、主に粘性損失・熱的損失・散乱損失の3つの作用により減衰します。

**$P = A \cdot \exp(-\alpha d)$**

P : 音波の圧力  
d : 路長  
 $\alpha$  : 減衰率 (係数)  
A : 材料定数

**$\chi = \frac{\alpha \lambda}{\phi}$**

$\chi$  : 無次元減衰係数  
 $\lambda$  : 超音波の波長  
 $\phi$  : 粒子体積分率

**$\chi = \int \chi_{th}(a, \phi) p(a) da$**

$\chi_{th}$  : 理論無次元減衰係数  
a : 粒子半径  
 $\phi$  : 粒子体積分率  
p(a) : 粒度分布

# 粒子径計測は電気音響法と超音波減衰法の二刀流。 粒子径とゼータ電位を同時に計測します。

## ■ 高濃度粒子径・ゼータ電位測定装置 AcoustoSizer II x

製造現場とまったく同じ試料原液で、粒子径と分散安定性評価が可能な粒子径・ゼータ電位測定装置



- 電気音響法と超音波減衰法の2つの測定原理を併用することで、広範囲の高粘度・高濃度コロイド溶液の粒子径測定が可能な唯一の装置です。

電気音響法が適している試料

- ・ 高濃度のコロイド溶液で、超音波の減衰率が大きく測定が困難な試料
- ・ コロイド溶液中に泡が混入し易い試料  
(泡が超音波を吸収し、データのバラツキ要因となります)

超音波減衰法が適している試料

- ・ コロイド溶液の粒子径が 100nm よりも小さい試料  
(電気音響法では動的移動度の位相遅れが小さすぎる)
- ・ コロイド溶液中の粒子の帯電が小さい試料

- 電気音響法と多重周波数解析により、高濃度のコロイド溶液の粒子径とゼータ電位を同時に解析できる唯一の装置です。
- 試料を希釈することなく、粒子濃度が 0.1 ~ 40vol% の高濃度試料、液体粘度が 7,500mPa・s までの高粘度試料の粒子径とゼータ電位が測定可能です。
- 蠕動ポンプで試料を流動させながら測定するため、チキソ性を有する試料の測定に適しています。よりチキソ性が強く、攪拌が必要な場合には、オプションのハイトルクオーバーヘッドミキサーを使用します。
- センサは可動部がなく、また試料との接触部分に凹凸がないので高濃度の試料でも洗浄性が良好です。





高濃度・高粘度の試料でも安定したゼータ電位測定が可能です。

## ■ 高濃度ゼータ電位測定装置 ZetaProbe

作業性も良好な高性能なゼータ電位測定専用機



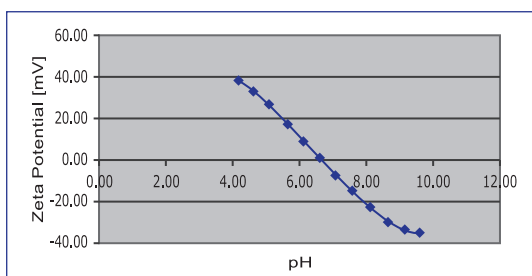
- 試料を希釈することなく、粒子濃度が 0.5 ~ 60vol% の高濃度試料、液体粘度が 10,000mPa・s までの高粘度試料のゼータ電位測定が可能です。
- 粒子径を入力することなく、高濃度コロイド粒子のゼータ電位が測定できる唯一の装置です。
- サンプルカップの底に備えたプロペラで、粘度の高い試料や沈降しやすい試料も強く攪拌します。これにより、均一な分散を保った測定が可能となります。回転数は任意に調整可能です。(マグネティックスターラーはオプション)
- セルとプロペラは容易に分解でき、また凹凸の少ないセンサにより原液試料でも洗浄性は良好です。
- タイトレーションオプションと pH メータによる等電点の測定や、添加剤を定量的に加える濃度滴定が可能です。滴定操作 (滴定量、滴定間隔) はソフトウェアで設定でき、自動・手動どちらの測定にも対応できます。



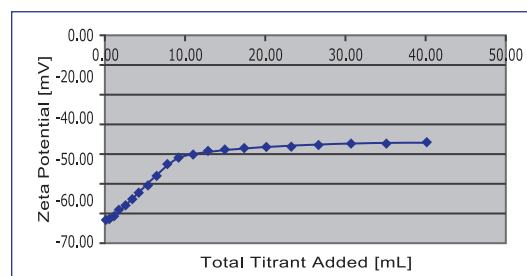
サンプルカップ底の攪拌用プロペラ



センサ部



電位差滴定 (pH - ゼータ電位)



濃度滴定 (滴定量 - ゼータ電位)

## ■ Software

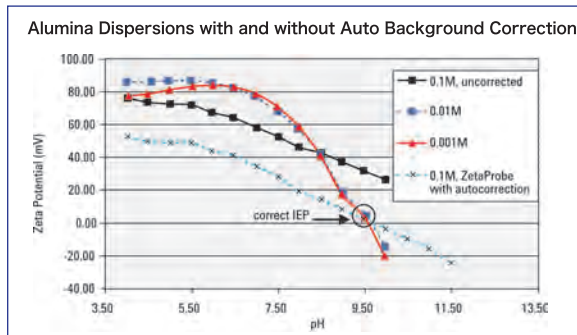
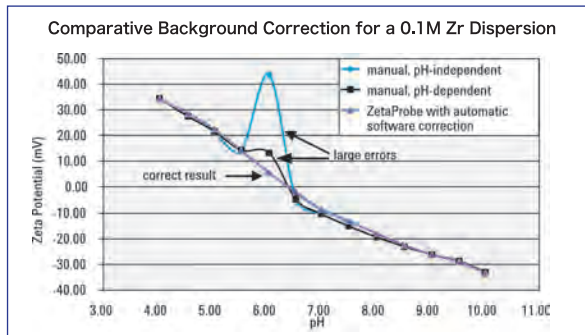
解析ソフトウェア

- 1 回の測定は AcoustoSizer は 5 ~ 6 分 (ESA 法、超音波減衰法の粒度分布解析含む)、Zetaprobe は約 1 分で終了します。
- 指定した回数を自動で繰り返し測定し、測定の安定性を確認しながらデータ取得が可能です。
- 測定結果は自動的に Excel 形式で保存されます。リアルタイムにデータが取得されるので、測定状況をその場で確認できます。
- 測定後にパラメータを変更して、データの再解析が可能です。



- 解析ソフトウェアの自動バックグラウンド補正により、溶液中のイオンの影響を排除します。

AcoustoSizer および ZetaProbe は自動バックグラウンド補正機能を備えています。高濃度電解質溶液では、イオンからの ESA シグナルが粒子からの ESA シグナルに類似することがあり、ゼータ電位のエラーにつながる可能性があります。様々な溶液において、ソフトウェアがバックグラウンドの自動補正を行い、このバックグラウンド信号を取り除いた正確なゼータ電位を測定します。この補正なしではゼータ電位に大きな誤差が発生してしまいます。



## Measurement Example

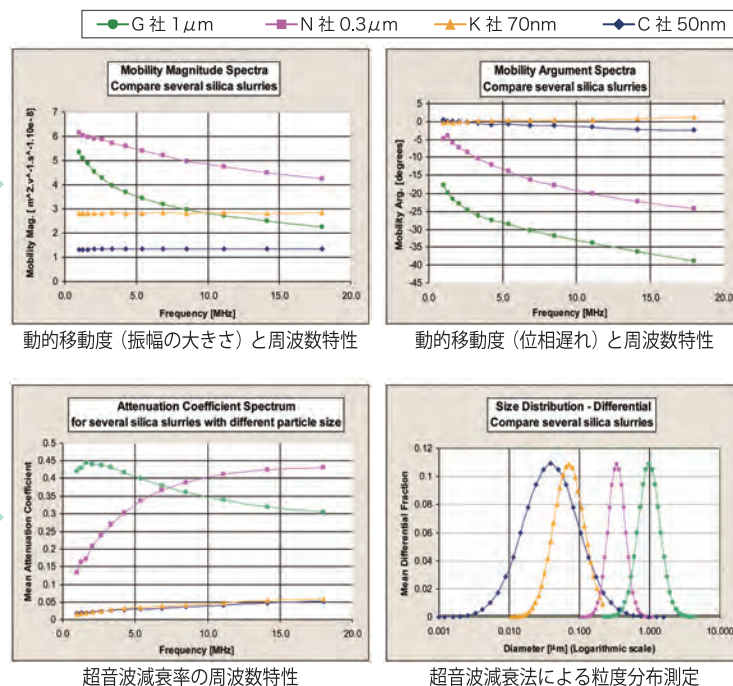
測定事例

- AcoustoSizer の粒度分布測定における電気音響法と超音波減衰法の使い分けを示します。

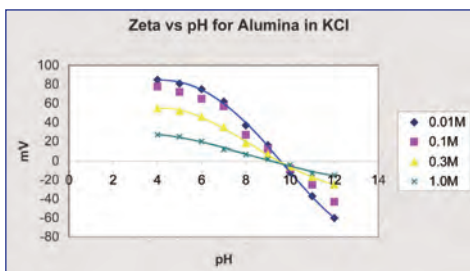
電気音響法による動的移動度  $\mu$  は、ESA シグナルの振幅の大きさに相当する  $\text{mag}(\mu)$  と位相のずれの大きさに相当する  $\text{arg}(\mu)$  で構成されます。2003 年に O'Brien によって導入された粒子サイズおよびゼータ電位の関数からなる動的移動度の理論値と、測定により求めた動的移動度をカーブフィッティングして粒度分布とゼータ電位を求めます。大きな粒子（緑、赤）は周波数に対して急激に移動度が低下します。そして位相遅れも大きくなります。小さな粒子（紺、黄）の移動度はほぼ一定であり、位相遅れはほとんど見られません。したがって、この大きさの粒子径では電気音響法での測定ができないため、超音波減衰法による測定が適しています。

超音波減衰に関する濃厚系ゾルの O'Brien 理論を適用し、粒度分布データを解析します。粒子サイズの測定値が理論計算式に最も近い値になるようにカーブフィッティングを行います。この結果は電子顕微鏡による観察結果と一致していることがわかりました。

粒径の違う 4 種類のコロイダルシリカの測定例

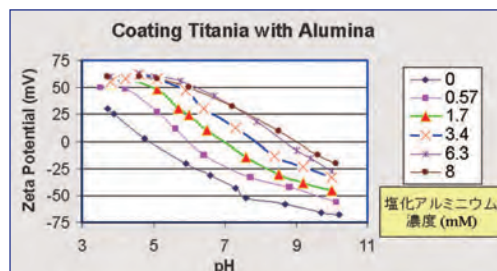


- ゼータ電位は pH、電解質、添加物により変化します。自動滴定機構で、等電点を迅速かつ簡単に測定できます。



様々な電解質濃度のアルミナコロイドの pH 滴定曲線

- 等電点 (iep) はアルミナのコート率により変化します。iep を表面コート率のモニタリングに利用できます。



アルミナコートチタニアコロイドの pH 滴定曲線

## Optional Accessories

オプション

### AcoustoSizer IIx



ハイトルクオーバーヘッドミキサー

流動しにくい、あるいは沈降しやすい試料を攪拌しながら測定できます。



オートマチックタイトレーションモジュール

pH 滴定や濃度滴定に使用します。



小容量サンプルキット

試料容量 25mL~

### ZetaProbe



タイトレーションオプション

pH 滴定や濃度滴定に使用します。



275mL 底面スターラー  
サンプルカップ

壁面 PTFE、底面 PP、プロペラ SUS  
標準付属品と同じサンプルカップ  
です。



オールテフロン 275mL  
底面スターラーサンプルカップ

壁面・底面 PTFE、プロペラ SUS  
耐薬品性を有し、洗浄性が良好です。



マグネチックスターラー  
サンプルカップキット

PTFE ビーカー (170mL)、  
スターラーベース、回転子キット  
洗浄性が良好です。



ジャケット式 275mL 底面スターラー  
ガラスカップ

壁面ホウケイ酸塩ガラス、底面 PP、プロペラ SUS  
試料の温度制御用サンプルカップです。

10~50℃対応

※別途、温冷水循環器が必要です。



ジャケット式マグネチックスターラー  
ガラスカップキット

ホウケイ酸塩ガラスビーカー、スターラーベース、  
回転子キット

試料の温度制御用です。洗浄性が良好です。

10~50℃対応

※別途、温冷水循環器が必要です。



30mL 小容量静的測定サンプルカップキット

PTFE カップ

試料が少量の場合に使用します。

攪拌できないので沈降しない試料に使用できます。

## Applications

用途

セラミックス	触媒	石炭スラリー
半導体	顔料	CMP スラリー
蛍光体	食品コロイド	エマルジョン
セメント / 粘土 / 鉱物	医薬品	化粧品
研磨剤	燃料電池	各種インク / 塗料

## ■ Specifications

仕 様

		AcoustoSizer IIx	ZetaProbe
測定方式	ゼータ電位	電気音響法（多重周波数解析）	電気音響法（多重周波数解析）
	粒度分布	電気音響法（多重周波数解析）、超音波減衰法	—
粒度分布測定範囲		10nm～100μm（アプリケーションによる）	—
ゼータ電位測定粒子径範囲		0.5nm～30μm（アプリケーションによる）	0.5nm～50μm（アプリケーションによる）
試料条件	粒子濃度	0.1～40vol%	0.1～60vol%
	試料容量	標準：85mL～ オプション（小容量キット）：20mL～	170～350mL（流動状態） 30mL（静止状態）
	最大スラリー粘度	7500mPa・s（蠕動ポンプ使用時）	10,000mPa・s
	伝導性範囲	0～5S/m	0～5S/m
	pH範囲	1～13	1～13
	温度範囲	10～50℃	5～50℃
	測定周波数範囲	1～18MHz	0.3～3MHz
超音波減衰		0.1～10dB/mmの減衰	—
測定モジュール（オプション）		分解能：1μL 2連シリンジポンプ	分解能：1μL 2連シリンジポンプ
接液部材質		PPS、PTFE、ニオブ、タンタル、ホウケイ酸ガラス、バイトン、EPDM	PP、PTFE、Kalrez <sup>®</sup> 、ニオブ、ホウケイ酸ガラス、バイトン、EPDM、SUS316
寸法および重量		本体：W450×D500×H540mm, 21kg コントロールボックス：W440×D550×H200mm, 11kg ポンプコントローラ：W220×D350×H140mm, 3.2kg	本体：W440×D505×H410mm, 23 kg
電源		本体：AC100V/ 600W	本体：AC100V/ 500W

※外観、仕様などは改良のため、予告なしに変更する場合があります。すべての商標は、それぞれの会社に帰属します。

## ■ Partial List of Users

納入実績

旭硝子／石原産業／花王／キヤノン／京セラ／サイデン化学／JFEミネラル／スタンレー電気／ダイセル／大日本印刷／太平洋コンサルタント／多摩化学工業／DIC／東ソー／東洋インキ／日本コークス工業／日本ペイント／日立マクセル／パナソニック／富士フイルム／フジミインコーポレーテッド／扶桑化学工業／三菱鉛筆／ライオン／その他  
大学・高等専門学校／産業技術総合研究所／全国工業技術センター（順不同・敬称略）

## ■ 関連商品

### ゼータ電位測定装置 ZC-3000

水質管理や生体現象の研究など、広域分散コロイド・微粒子コロイドの界面電位ZP値の測定において信頼性が高く、省力化された装置です。



### 固体サンプル用ゼータ電位測定装置 SurPASS

巨視的固体表面における流動電位あるいは流動電流を測定することでゼータ電位を測定します。pH値や電解液中の添加剤濃度に応じて全自動で評価できます。



お問い合わせは・・・



協和界面科学株式会社

国内営業部 〒352-0011 埼玉県新座市野火止 5-4-41  
TEL. 048-483-2091 FAX. 048-483-2702

「身近な界面科学」 <https://www.face-kyowa.co.jp/science/familiar/>



2401PDF