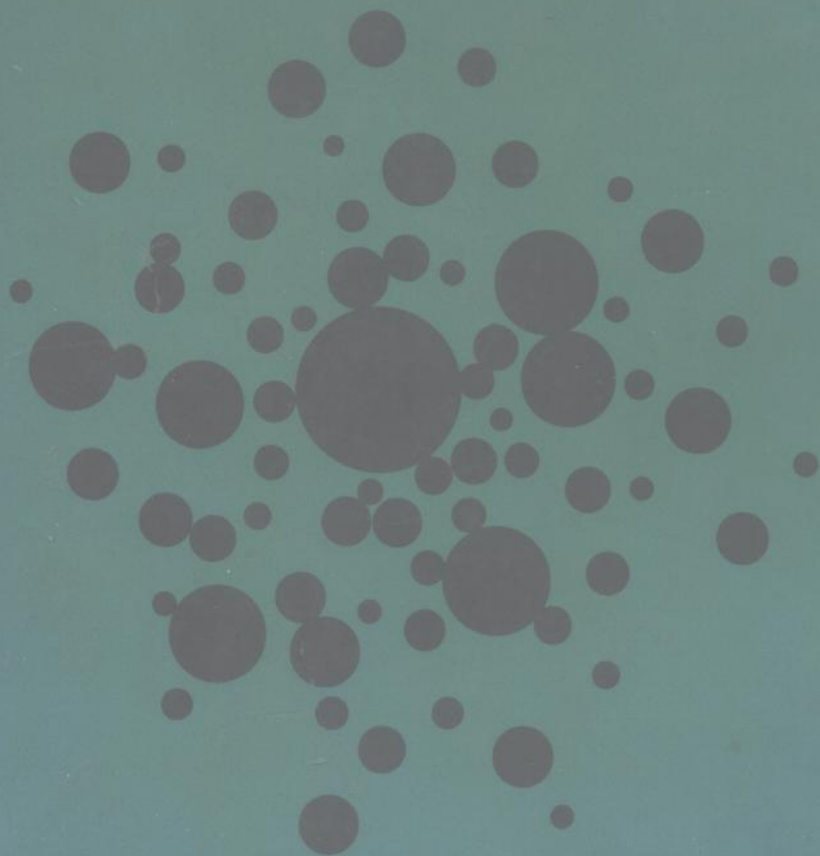


粒度測定技術

粉体工学会 編



日刊工業新聞社

76.132
455

粒度測定技術

粉体工学研究会編

日刊工業新聞社

粒度測定技術

NDC 571.2

昭和50年8月20日 初版発行

(定価はカバーに表
示されています)

© 編 者 粉 体 工 学 研 究 会 編

発行者 吉 川 育 太 郎

発行所 日 刊 工 業 新 聞 社

東京都千代田区九段北一丁目8番10号

(郵便番号 102)

電 話 東 京 (263) 2 3 1 1 (大代表)

振 替 口 座 東 京 1 8 6 0 7 6

印刷所 新日本印刷株式会社

製本所 三 和 製 本 所

落丁・乱丁本はお取替えいたします。

執筆者 (執筆順)

三輪茂雄	同志社大学
荒川正文*	京都大学
広沢敬	(株)日科機
金川昭	名古屋大学
沢畠恭	富山 ^大 大学
菅沼彰	東京大学
上田康	名古屋工業技術試験所
山内史朗	菊水化学工業(株)
井伊谷鋼一*	京都大学
佐藤文雄	塩野義製薬(株)

(* 印は編集担当)

序 文

粉体の諸性質に関係する因子のなかでもっとも基本的なものは粒度であろう。一般に、ある物質の特性を測定するには、その物質の示す現象とその特性の関係がわかっていなければならないが、粒度は複雑な問題の多い粉体现象の中でその関連性が比較的明らかにされている物性である。粉体の粒度測定の方法や装置が多いのは粒度の関数として解析できる現象が多いことにほかならない。しかし、これらの異なった測定原理や方法による粒度の測定結果を相互に比較すると必ずしも一致しないことは珍しくない。粉体工学研究会のメンバーの間で、このような粒度測定法の研究に取り組む“粒度測定グループ”が結成され活動を開始したのは昭和 36 年の 8 月であった。共通試料をグループ員に配布し、当時の代表的な粒度測定装置を用いて測定した結果の単なる比較にすぎなかった第 1 回の共同研究が第 2 回、第 3 回と年とともに参加者が増し、各機種について複数名の共同測定を行なうようになり、試料の数も増して世界にもあまり例を見ない研究に発展した。3 年間の共同研究の結果は「粉体粒度測定法」として昭和 40 年養賢堂から出版されたが、その内容は共通測定に参加した装置の詳細な使用手順を経とし、共通測定結果の例を緯とした、実際的な粒度測定法の手引書としてかなりの反響を呼んだものであった。

以来、10 年を経過した今日、粉体に関する問題はますます増加し、粒度測定的重要性もいよいよ具体的な意味を加えつつある。その間、新しい測定装置も開発され、また当時の機器も改良を加えられた点が多い。今回「粒度測定技術」として日刊工業新聞社から出版された本書は、先の「粉体粒度測定法」を核として新しくいくつかの装置を加え、また、改定された機器については現在の形式のものによる手順書に書き改めて編集しなおしたものである。とくに最近、環境問題と関連して重要な粉じん測定装置と光散乱法の 2 章を新たに加えたが、全体の頁数の関係で二、三の装置についてはかなり大幅に内容を削減せ

ざるを得なかった。また、最後の各装置の比較の章はあくまで 10 年前の共同測定結果の再録であり、本書に新しく加わった機器によるデータが含まれていないのはやむを得ない。本書にその詳細を紹介し得なかった測定装置の数も多く、付録にあげたように、現在わが国内に販売代理店をもって積極的に宣伝されている外国製品を含めた粒度関係測定機器は数十種におよぶ。これらの測定装置の特徴を生かして目的にあった正しい粒度測定をおこなうために本書がいささかでも読者各位のお役に立てば幸いである。

終わりに、本書の核となった過去 3 回の粉体工学研究会粒度測定グループ会員の名簿を本文末尾に掲げてその努力に深甚の謝意を表したい。

昭和 50 年 8 月

編集担当 井伊谷 鋼 一
荒 川 正 文

36497/10

執筆分担

1. 粒度測定の基本	三輪茂雄
2. 粒度測定の準備	//
3. 顕微鏡法	荒川正文
4. コールター・カウンター法	広沢敬
5. 光散乱法	金川昭
6. フルイ分け法	三輪茂雄
7. 沈降法の基礎	
7.1 理論	沢畠恭
7.2 試料の分散	荒川正文
8. ピペット法	沢畠恭
9. 光透過法	菅沼彰
10. 沈降天秤法	荒川正文
11. 比重法	//
12. マイクロメログラフ法	上田康
13. 遠心沈降法	
13.1 液相遠心沈降法	荒川正文
13.2 気相遠心沈降法	山内史朗
14. 粉じん粒度測定法	井伊谷鋼一
15. 風篩法	佐藤文雄
16. 透過法	荒川正文
17. 吸着法	//
18. 各種粒度測定法の比較	//
付録	荒川正文

目 次

1. 粒度測定の基本

1.1 粒子径の定義	1
1.1.1 粒子径の定義の仕方	3
1.1.2 種々の粒子径	3
1.2 平均粒子径の定義	6
1.2.1 定 義 式	6
1.2.2 測定量間の関係	7
1.2.3 測定量間の換算	9
1.3 粒度分布の表示法	10
1.3.1 積算およびひん度分布曲線	10
1.3.2 粒度分布線図の利用	11
1.4 粒度測定法の種類	15

2. 粒度測定の準備

2.1 大口試料の採取	18
2.2 大口試料の分割，縮分	18
2.2.1 試料分割法の種類	19
2.2.2 二分割器	19
2.2.3 回転分割器	24
2.2.4 円錐四分法	24
2.2.5 積層交互ショベル法	26
2.2.6 流れ切断法	26
2.3 粒子密度測定法	27
2.3.1 粒子密度の定義	27
2.3.2 液 浸 法	28

2・3・3 気体容積法	31
2・3・4 密度こう配法	36

3. 顕 微 鏡 法

3・1 原理（粒子径のとり方）	39
3・2 測定装置	42
3・2・1 分解能	42
3・2・2 構造	43
3・3 検鏡試料作成法	46
3・3・1 サンプリング	46
3・3・2 光学顕微鏡の試料作成法	46
3・3・3 電子顕微鏡の試料作成法	47
3・3・4 電子顕微鏡による粒度測定の問題点	52
3・4 顕微鏡による粒度測定	53
3・4・1 粒子径の測り方	53
3・4・2 計算，集計，表示方法	57
3・4・3 測定粒子個数	64
3・4・4 焦点深度	64
3・4・5 印画紙の伸び	65
3・5 測定上の問題点	65

4. コールター・カウンター法

4・1 原理	69
4・1・1 粒子体積と細孔部電気抵抗の関係	70
4・1・2 同時通過現象	71
4・2 測定装置	72
4・2・1 装置概略	72
4・2・2 測定物と機種	74
4・3 操作要領	74
4・3・1 測定準備	74
4・3・2 測定手順	76
4・4 測定結果に関する注意	77

4.5 注 意 事 項	77
-------------------	----

5. 光 散 乱 法

5.1 理 論	82
5.2 散乱光強度分布特性	84
5.3 光散乱粒子カウンター	85
5.3.1 スペクトル特性	87
5.3.2 光学系幾何条件	87
5.3.3 装 置	89
5.3.4 コインシデンスロス（同時計数損失）	90
5.3.5 発生パルス高と粒子径の応答曲線	91
5.3.6 測定操作方法	94

6. フ ル イ 分 け 法

6.1 原 理	98
6.1.1 フルイ分けの力学的条件	98
6.1.2 フルイの分離粒子径	100
6.2 測 定 装 置	101
6.2.1 標準フルイ	101
6.2.2 Ro-Tap シェーカー	106
6.2.3 付属器具類	107
6.3 操 作 要 領	108
6.3.1 装入重量	108
6.3.2 フルイ分け継続時間	109
6.3.3 洗いフルイ分け法	110
6.3.4 手ブルイ法	111
6.3.5 粗粒子干渉効果法	111
6.4 計算, 集計, 表示方法	112
6.5 注 意 事 項	115
6.5.1 測定準備事項	115
6.5.2 絹フルイ（SS シーブ）の利用法	116

6.6 測定結果の例	116
6.6.1 フルイ分け法と光学顕微鏡法および沈降法に関する実験例	116
6.6.2 アンドレアゼン法との関係	119
6.7 マイクロシーブ	121

7. 沈降法の基礎

7.1 理 論	125
7.1.1 ストークス式とストークス径	125
7.1.2 ストークス式の適用範囲	127
7.1.3 粒子の沈降と濃度変化	128
7.1.4 沈降法の原理的分類	129
7.2 試料の分散	130
7.2.1 分散媒	130
7.2.2 分散剤とその作用機構	131
7.2.3 分散濃度	137
7.2.4 分散方法	138
7.2.5 分散効果試験法	139
7.2.6 共通試料に対する分散条件	140
7.2.7 分散媒の増粘剤	141

8. ピペット法

8.1 原 理	143
8.2 測定装置	144
8.2.1 アンドレアゼンピペット	144
8.2.2 付帯機器類	145
8.3 操作の要領	147
8.3.1 アンドレアゼンピペットの検定	147
8.3.2 試料懸濁液の調製と装入	149
8.3.3 測定の順序	151
8.4 計算, 集計, 表示の方法	152
8.4.1 粒子径とフルイ上積算分布	152

8・4・2	測定結果の記録と計算	153
8・4・3	測定結果の表示方法	155
8・5	注 意 事 項	157
8・5・1	粒子径の選び方	158
8・5・2	測定時間	158
8・5・3	試料懸濁液濃度	158
8・5・4	液面降下と吸引法	159
8・5・5	温度変動と振動	159
8・5・6	その他の注意事項	159

9. 光 透 過 法

9・1	光透過法の特徴	161
9・2	測 定 の 原 理	164
9・2・1	透過光量と粒子濃度との関係	164
9・2・2	吸光係数 k	165
9・2・3	沈降法としての光透過法の原理	169
9・2・4	遠心沈降法	174
9・3	装置および器具	177
9・3・1	測定器本体	177
9・3・2	補助装置, 器具	178
9・4	測 定	180
9・4・1	試料の前処理 (分散)	180
9・4・2	測 定	181
9・5	計 算	183

10. 沈 降 天 秤 法

10・1	測 定 原 理	187
10・2	装 置	190
10・2・1	沈降天秤の例	190
10・2・2	自動粒度測器 SA-II 形	192
10・3	測 定 操 作	194

10・3・1 準 備	194
10・3・2 測定操作	197
10・3・3 解析と集計	201
10・4 沈降天秤の検討	202
10・4・1 秤量皿に対する Boycott 効果とその対策	202
10・4・2 液中での秤量皿のかく拌効果	205
10・4・3 沈降曲線の解析誤差	205
10・5 沈降天秤による測定結果	209

11. 比 重 法

11・1 比 重 計 法	213
11・1・1 原 理	213
11・1・2 測定装置	214
11・1・3 操作要領	215
11・1・4 結果の整理	217
11・1・5 注意事項	218
11・1・6 測定結果の例	220
11・2 比 重 天 秤 法	221
11・2・1 自動粒度試験装置 SF-82	221
11・2・2 粒度分布自動測定装置 RS-1000	224

12. マイクロメログラフ法

12・1 原理および装置	231
12・2 測定条件の決定	232
12・3 測定結果の例およびその検討	233
12・4 考 察	235
12・4・1 試料の分散性について	235
12・4・2 沈降筒壁、曲管への附着	235

13. 遠 心 沈 降 法

13・1 液相遠心沈降法	237
--------------	-----

13・1・1	測定原理	237
13・1・2	遠心沈降法の装置	238
13・1・3	Whitby 遠心沈降装置	239
13・1・4	光透過式遠心沈降装置	242
13・1・5	その他の遠心沈降装置	248
13・2	気相遠心沈降法（バーコー法）	248
13・2・1	原 理	248
13・2・2	装 置	250
13・2・3	操作要領	251
13・2・4	注意事項	254

14. 粉じん粒度測定法

14・1	カスケード・インパクター（Cascade Impactor）	258
14・1・1	概 説	258
14・1・2	分級粒子径の計算	262
14・1・3	吸引流量の換算	265
14・2	その他の方法	266
14・2・1	静電形式	266
14・2・2	遠心力法	267
14・2・3	拡散法	268
14・2・4	限外顕微鏡法	268
14・3	含じん気体のサンプリングの誤差	269
14・3・1	非等速吸引誤差	269
14・3・2	途中導管誤差	269
14・4	液滴径測定	269
14・4・1	ミスト粒度分析器	270
14・4・2	沔紙痕跡法	270
14・4・3	スライド・ガラス法（油膜法と痕跡法）	271
14・4・4	その他の方法	271

15. 風 篩 法

15・1	測定原理	273
------	------	-----

15.2 測定装置	275
15.3 測定操作	277
15.3.1 測定準備	277
15.3.2 測定操作	278
15.3.3 風篩限界粒子径の測定	279
15.4 測定結果の一例	280
15.5 その他	280

16. 透 過 法

16.1 比表面積	281
16.2 透過法の原理	282
16.3 装置と操作	285
16.3.1 リー・ナース (Lea-Nurse) 法	285
16.3.2 サブシーブサイザー (Sub-Sieve Sizer)	286
16.3.3 ブレーン (Blaine) 法	287
16.3.4 恒圧通気式比表面積測定装置	291
16.3.5 その他	293
16.3.6 分子流による測定装置	294
16.4 試料層の充てん度	294
16.5 透過法の測定結果	296

17. 吸 着 法

17.1 吸着に関する基礎事項	299
17.1.1 吸着等温線	299
17.1.2 吸着式	300
17.2 吸着量測定法	301
17.2.1 気相吸着法	301
17.2.2 液相吸着法	309
17.2.3 吸着等温線から v_m および比表面積の求め方	313
17.3 浸漬熱法	317
17.3.1 測定原理	317

17・3・2 浸漬熱の測定法	318
----------------	-----

18. 各種粒度測定法の比較

18・1 第1回シンポジウムの結果	326
18・2 第2回シンポジウムの結果	328
18・3 第3回シンポジウムの結果	331
18・4 総合まとめ	335
18・5 シンポジウムの試料調製について	336
付 録	341
索 引	巻 末

1. 粒度測定的基础

粉体はたくさんの粒子の集合体であり、その構成粒子の大きさを知ることは、その物性を知るためにまっさきに必要ことがらである。その大きさを表わすのに、粒度という概念が使われる。粒度というときには平均的な大きさという意味のほかに、分布も含めて考える。

粒子が球とか立方体とか、あるいは円柱、円板、角柱というような、規則的、幾何学的形状で、しかも相似な粒子からなる粉体であれば、直径とか、一辺の長さ、高さというような一次元の値をもって大きさを論ずることができる。もちろん二次元の面積とか三次元の体積または重量をもって表わしてもよい。しかし、相似でないならば、何らかの数値で表現するときにはどのように平均をとるかなど面倒な問題が生ずる。

実際に自然界あるいは工業プロセスで遭遇する粒子は、もっと事情は複雑で、一個一個の粒子はちがった形状をもっており、大きさも大きいものから小さいものまで、広い分布をもっているのが普通である。このようなときどうするかについて考えておく必要がある。

さらに、粒度測定法の原理によっても、粒度の物理的意味がちがってくる。詳しい論議¹⁾は別にして、ここでは考え方の大要をのべることにする。

1.1 粒子径の定義

粒度 (particle size) というときは一次元だけでなく、二、三次元の大きさのときもあり、また分布も含めて広い意味につかわれる。それにたいし粒子径 (particle diameter) というのは、一次元の寸法でいうものと考えてる。

議論に先だち、1個の粒子というものについてはっきりさせておく必要がある。やや粗い砂の粒子のように、一個一個がバラバラに容易にわかれるものな