

# PSA-2 形光走査迅速粒度分布測定装置の 開発と応用例

Newly Developed Type PSA-2 Photoscanning System Rapid Particle Size Analyzer

打木 英夫\*  
Hideo Uchiki

鶴沼 伸充\*  
Nobumitsu Unuma

藤原 喜延\*  
Yoshinobu Fujiwara

## 要 旨

今まで多くの粒度分布測定装置なるものが市販されているが、それらはいずれも測定に長時間を要したり、再現性が悪かったりして粒度測定を十分に行なうことができなかった。

今回これらを光走査方式によって解決し、精度ならびに安定度が一段と向上し、かつ操作のやりやすい粒度分布測定装置を開発した。

## 1. 緒 言

最近工業界において粉体を扱う分野が非常に広がった。たとえば粉末冶金製品、セメント、セラミックス、研磨材、鉍石、医薬品、化粧品、合成樹脂、土壌分析、食品、農業、化学薬品、充てん剤などすべて粉体と密接な関係をもっている。その粉体の粒度および粒度分布により製品の品質評価をなすことが多く採り入れられだしてきたので、工業界の進歩、発展に伴っていろいろな粒度測定方法や測定装置が考案され数多く市販されるようになってきた。

現在市販されているものには光透過法、沈降天秤法、アンドレアゼンピペット法、顕微鏡法、風篩法、遠心沈降法、空気透過法、X線回折法、コールタカウンタ法、吸収法などいくつかあるが、その大部分は精度とか、再現性、測定時間、操作の複雑さなどの点に難点を有しており、現在飛躍的に発展をとげている粉体工業界には即応せず新しい測定装置が各方面から望まれていた。

このたび日立製作所で開発した光走査式の粒度分布測定装置はこれらの要望に答えたもので、精度、再現性、測定時間などの点についてすぐれた性能をそなえている。以下測定装置の原理、構造、および応用例などについて説明する。

## 2. 概 要

製品の原料、あるいは材料を粉体物質に依存している工業においては粉体物質の性質中、粒度および粒度分布の状態が特性の決定的役割を占めていることは衆知のとおりである。

本装置はまったく新しい測定原理を適用したもので粒度分布を求めようとする粉体の懸濁液中に生ずる粒子濃度こう配を光の走査によって求め、得られた測定曲線から図式計算によって粒度分布を求めるものである。

装置は光走査部、電源、記録計の部分から成っており取扱いはきわめて簡単で測定時間はわずか7秒、測定に使用する試料も数十mgとごく少なくすむなど多くの特長をもつ簡易迅速粒度分布測定装置である。

## 3. 原 理

流体中を球が自由落下するときにはレイノルズ数のある範囲内ではよく知られているとおり、次のストークスの沈降法則(1)式の関係が成立する。

$$r = \sqrt{\frac{9\eta h}{2g(\rho_a - \rho_m)t}} \dots\dots\dots(1)$$

ここに、 $r$ : 粒子半径  
 $\eta$ : 流体粘度

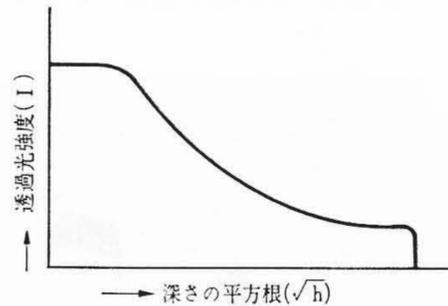


図1  $I-\sqrt{h}$  曲線

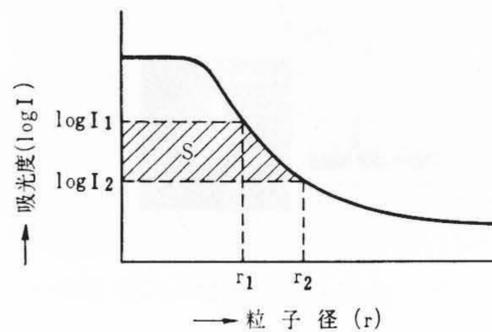


図2  $\log I-r$  曲線

- $h$ : 落下距離
- $g$ : 重力加速度
- $\rho_a$ : 粒子密度
- $\rho_m$ : 流体密度
- $t$ : 落下時間

で流体中に粒子を懸濁させ、粒子を均一にかくはんし分散させる。これを静置すると粒子は直ちに落下をはじめ上下方向に粒子濃度の分布ができてくる。

いま一定時間  $t$  後に深さ  $h_1$  のところを考えると、ここには落下開始時にちょうど上端にあった半径  $r_1$  の粒子が落ちてきており、したがってこれ以上のところには  $r_1$  より大きい粒子が存在しない。同様に  $h_2$  のところには  $r_2$  の粒子が存在し、これ以上の粒子は存在しない。ここで横から水平に光を透過し、その強度をそれぞれ  $I_1, I_2$  とすると  $\log I_1 - \log I_2$  は  $r_1$  より  $r_2$  にいたる粒子の増加による光の遮へい量の増加を示す。すなわち、

$$\log I_1 - \log I_2 = \pi l \int_{r_1}^{r_2} k r^2 n(r) dr \dots\dots\dots(2)$$

- ここに、 $l$ : 流体層の厚さ
- $n(r)$ : 半径  $r$  の粒子の数
- $k$ : ローゼの吸光係数

でこの量は面積粒度分布を表わしている。これに  $r_1$  より  $r_2$  の間の平均粒子径を乗じたものがこの区間の粒子の総体積つまり総重量に比例し、これより重量粒度分布が求められる。またこれを平均粒子

\* 日立製作所那珂工場

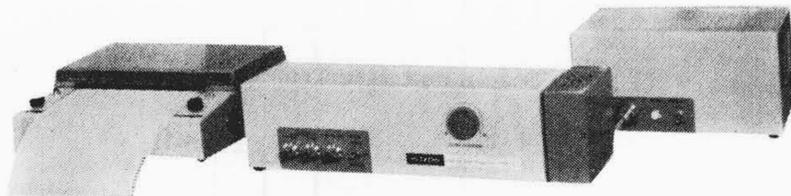


図3 PSA-2形光走査迅速粒度分布測定装置

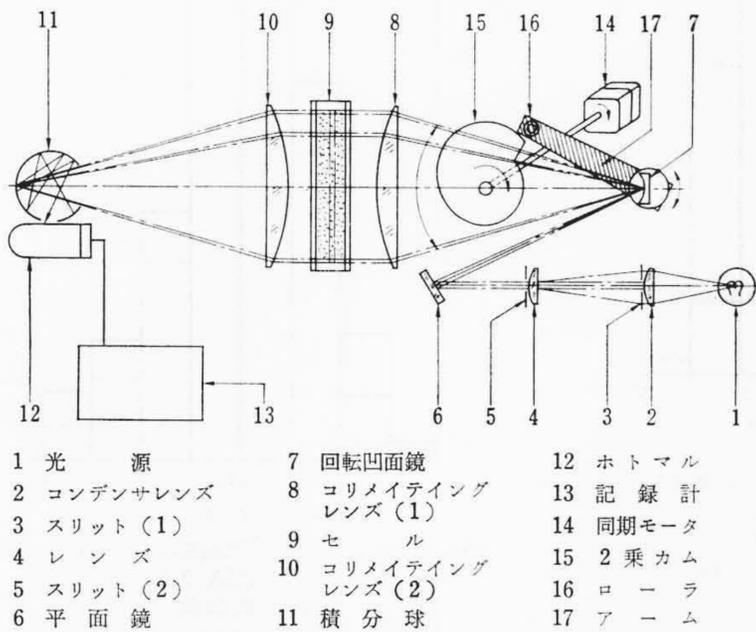


図4 PSA-2形の構造図

径で割ったものからは個数粒度分布が求められる。PSA-2による記録は図1のように透過率の変化を示しており、したがって対数表を用いるか、あるいは付属の常数-対数変換スケールにて、図2のように  $I$  を  $\log I$  になおしてから上記の計算を行なう。なお、本法による粒度測定の上限はレイノルズ数との関係、下限は主として沈降速度またはローズの吸光係数との関係で定められる。

4. 装置の構造

装置の外観は図3に、その構造は図4に示すとおりである。光源①のタングステンランプからの光はコンデンサレンズ②、④とスリット③、⑤でコリメイトされ平面鏡⑥で向きをかえられ回転凹面鏡⑦で反射される。反射されたビームは回転凹面鏡の軸に固定されているアーム⑬がモータ⑭で回転される2乗カム⑮の周囲に沿ってローラ⑯が移動するので回転凹面鏡は液の深さの2乗に比例する速度で回転されビームもそれに従ってセル⑨を下から上へ走査される。セルの前にコリメイティング⑧がありこのレンズの焦点が回転凹面鏡の中心になっているのでレンズをとったビームは液面に平行なビームとなり走査されるわけである。セル透過したビームはレンズ⑩の焦点におかれた積分球⑪の内側に結像される。このビームは積分球内で乱反射を起こしホットマル⑫の受光面に照射され、のち記録計⑬に透過光強度として記録させられる。すなわち記録用紙上には透過光強度  $I$  と液面からの深さ  $h$  の平方根 ( $I-\sqrt{h}$ ) との関係曲線が記録される。

5. 測定法

試料を測定するには十分な検討をして取りかからなくてはならないのが分散媒である。

5.1 分散媒の選定

分散媒としては水がもっとも一般に使用されるが本装置のような光透過法においてはその使用量が少ないので他の液体の使用も容易であるし、天秤法などと違って短時間で測定が終わるので比較的蒸発速度の速い有機溶媒でも十分使用することができる。

そこで選定の基準としては粉体が凝集、溶解、膨潤、その他化学反応などを起こさないもので、かつ分散媒の粘度および密度などが

表1 各種粉体に対する分散媒と分散剤(その1)

試料	分散媒	試料	分散媒	
金	Cu	シクロヘキサノール	MgCO <sub>3</sub> * W-NaHMP	
		ブタノール	W-NaPP	
	Zn	シクロヘキサノール	CaCO <sub>3</sub> * W-NaHMP	
		W-NaHMP	CaSO <sub>4</sub> (石コウ) エタノール+Petrobassib	
	Al	シクロヘキサノール	CaWO <sub>4</sub> (ケイ光体) W-NaHMP	
		W-Na-Oleat	Ca <sub>3</sub> (AsO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (防虫剤) エタノール+水 (1:1)	
	Zr	メタノール	Ca(PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> * W-NaPP	
	Sn	ブタノール	BaCO <sub>3</sub> W-NaHMP	
	Mo	W-NaHMP	W-NaHMP	
		W-グリセロール	W-NaPP	
属	W	W-グリセロール	W-NaPP	
	Fe	大豆油+アクトン (1:1)	BaSO <sub>4</sub> W-NaPP	
	Pb	シクロヘキサノール	リトボン W-NaHMP	
	Ni	シクロヘキサノール	W-NaPP	
	Co	エタノール	HgCl シクロヘキサノール	
			KCl シクロヘキサノール	
			ZrSiO <sub>4</sub> W-NaHMP	
	金	CuO	W-NaHMP	ガラス W-NaHMP
		Cu <sub>2</sub> O	W-NaHMP	W-NaPP
		ZnO*	W-NaHMP	セメント 白灯油+オレイン酸
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (アルミナ)		W-NaHMP	エチレングリコール	
		W-NaPP	ブチル、アミルアルコール	
SiO <sub>2</sub> (シリカ)		W-NaPP	クロムイエロー W-NaHMP	
TiO <sub>2</sub>		W-NaHMP	シクロヘキサノール	
ZrO <sub>2</sub>		W-NaPP	WC W-NaHMP	
PbO		W-NaHMP	SiC W-NaHMP	
Pb <sub>3</sub> O <sub>4</sub>		W-NaHMP	螢石 W-NaHMP	
酸	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (ベンガラ)	シクロヘキサノール	W-NaPP	
		W-NaHMP	石灰石 W-NaHMP	
		W-NaPP	マグネサイト W-NaHMP	
	SbO	W-NaPP	白陶土 W-NaHMP	
	CaO	エチレングリコール	焼石膏 W-NaHMP	
	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	W-NaHMP	Garnet W-NaHMP	
	CrO	W-NaHMP	活性炭 W	
		W-NaPP	ダイヤモンド W-NaHMP	
	MnO <sub>2</sub>	W-NaPP	クレー W-NaHMP	
	WO <sub>4</sub>	W-NaHMP		
	シクロヘキサノール			

W: 水 NaHMP: ヘキサメタリン酸ソーダ NaPP: ビロリン酸ソーダ  
\* 印……pHにより多少水に溶けるので微粒の場合注意を要する。

表2 各種粉体に対する分散媒と分散剤(その2)

試料	分散媒	試料	分散媒	
無	電粉	W-NaHMP	塩化ビニル W-中性洗剤	
	上石	W-NaHMP	砂糖 W-NaHMP	
	カオリン	W-NaHMP	グルタミン酸 W-NaHMP	
		W-NaPP	DDT W-中性洗剤	
	クリオライト	W-NaPP	W-リパール	
	ドロマイト	W-NaPP	BHC W-リパール	
	長石	W-NaPP	ポリエチレン W-NaHMP	
	イモノ砂	W-NaPP	メラミン W-NaHMP	
	珪藻土	W-NaPP	石炭酸ホルマリン W-NaHMP	
	永晶石	W-NaPP	樹脂ノボラック W-NaHMP	
機	石英	W-NaPP	染料 W-NaHMP	
	黄鉄鉱	エチレングリコール	ベニシリン W-NaHMP	
	土壌	W-NaHMP	ヘプタン	
		W-NaPP	穀粉 W-NaHMP	
	ボロンカーバイド	W-NaHMP	イソブタノール W-NaHMP	
	カーボランダム	W-NaHMP	エチレングリコール W-NaHMP	
	有	カーボン	シクロヘキサノール	ココア W-NaHMP
			W-リノール酸 Na	デンプン W
		グラフアイト	W-リノール酸 Na	ブタノール W-NaHMP
		コークス	ブタノール	粉ミルク W-NaHMP
石炭		W-リノール酸 Na	オクタールアルコール W-NaHMP	
セルローズ		ベンジン	甘蔗糖 W-NaHMP	
プラスチック粉末		W+カチオン活性剤	アミルアルコール W-NaHMP	

W: 水 NaHMP: ヘキサメタリン酸ソーダ NaPP: ビロリン酸ソーダ  
\* 印……pHにより多少水に溶けるので微粒の場合注意を要する。

手ごろで、適当な速度で粉体の粒子が沈降してくれるものを選ぶことである。この場合分散媒の安定度はわずかの他物質の存在によってもいちじるしく変化することがあるので分散媒にはできるだけ純度の高いものを用いねばならない。特に水と混和しない有機溶媒では微量の水の存在が粒子を凝集させ分散に大きな影響を与えること

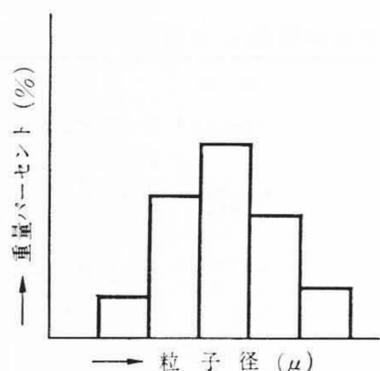
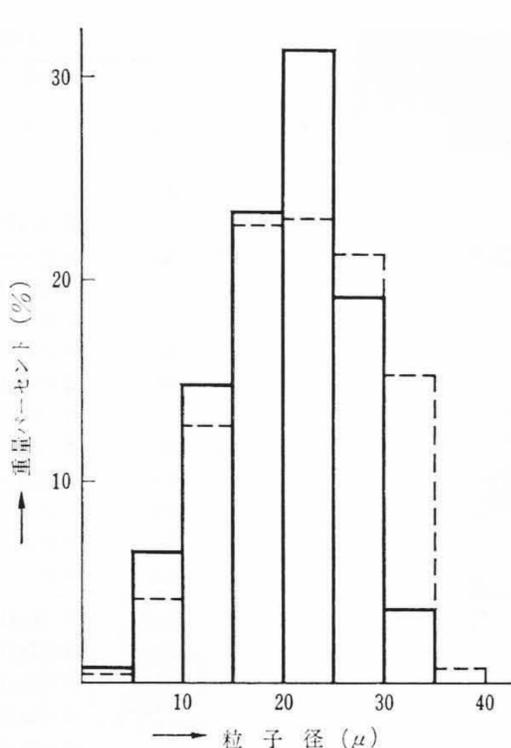
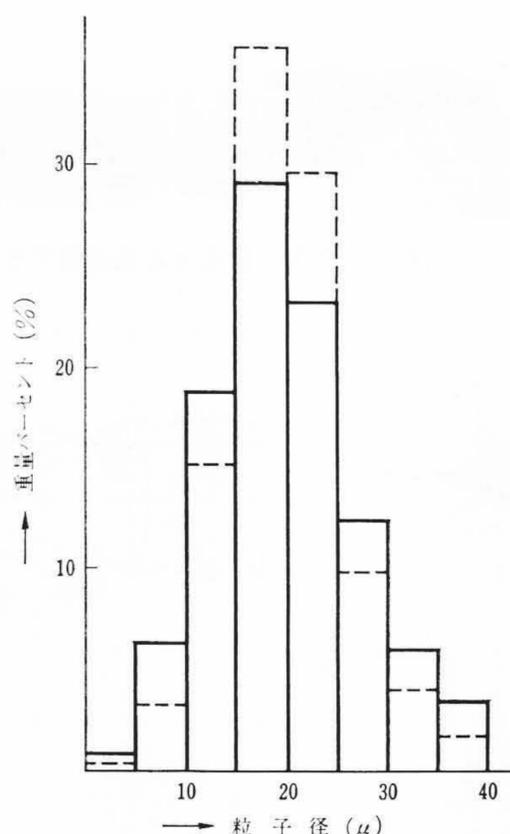


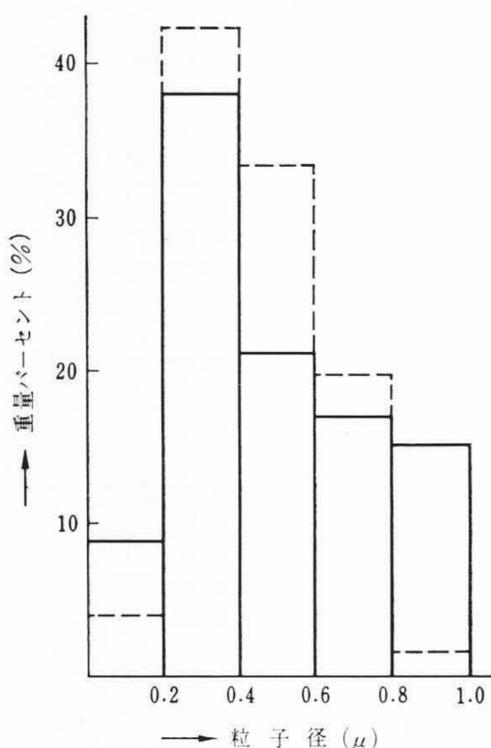
図5 ヒストグラム式粒度分布



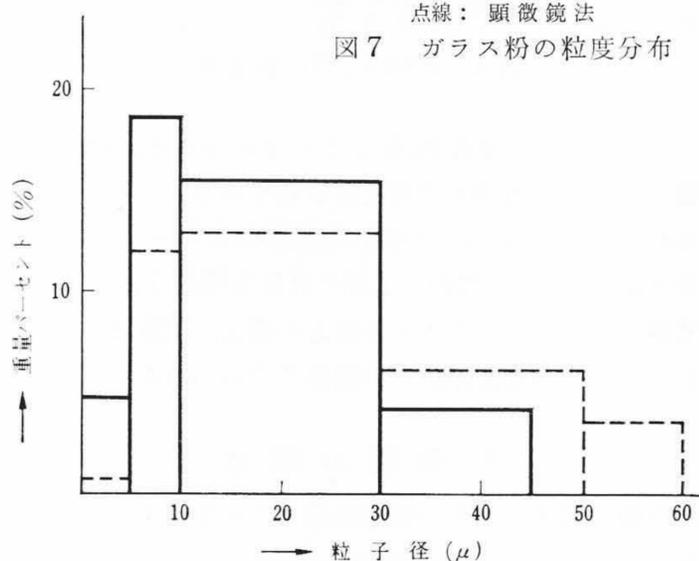
PSA-2形による結果と顕微鏡法による結果との比較  
 実線：PSA-2形  
 点線：顕微鏡法  
 図6 銅粉の粒度分布



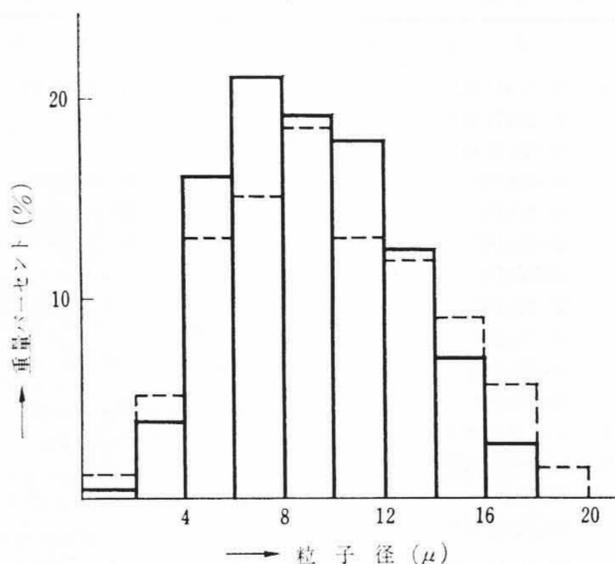
PSA-2形による結果と顕微鏡法による結果との比較  
 実線：PSA-2形  
 点線：顕微鏡法  
 図7 ガラス粉の粒度分布



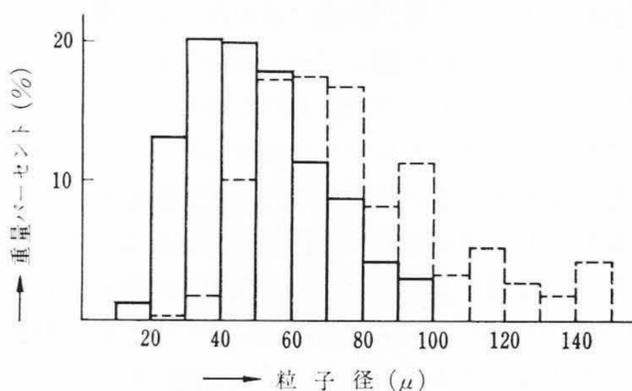
PSA-2形による結果と顕微鏡法による結果との比較  
 実線：PSA-2形  
 点線：顕微鏡法  
 図8 タングステンカーバイドの粒度分布



PSA-2形による結果と顕微鏡法による結果との比較  
 実線：PSA-2形  
 点線：顕微鏡法  
 図9 大豆粉の粒度分布



PSA-2形による結果と顕微鏡法による結果との比較  
 実線：PSA-2形  
 点線：顕微鏡法  
 図10 カーボランダム（黒鉛）の粒度分布



PSA-2形による結果と顕微鏡法による結果との比較  
 実線：PSA-2形  
 点線：顕微鏡法  
 図11 ボロンカーバイド（板状）の粒度分布

が多いので試料とともに十分に脱水処理をする必要がある。また試料によっては分散しなかったり、凝集を起こしたりして測定できないときには分散剤を添加する。これは粉体表面と分散媒との相互作用による現象でこの力を中和し、粒子を1個1個バラバラにする作用をするのが分散剤であり、よく用いられるものはヘキサメタリン酸ソーダ、ピロリン酸ソーダ、そのほか界面活性剤などである。表1表2に各種粉体に対する分散媒と分散剤を示す。

### 5.2 分散剤の濃度

ピペット法とか天秤法では分散媒中の粒子濃度が高く粒子濃度と

分散剤の最適添加量とはだいたい比例関係にあるが、すでに衆知のとおり光透過法では分散媒中の粒子濃度が非常に低い。すると分散剤の濃度も非常に低くてよいかということそうではなく効力をもつための最低濃度がありこれ以下にはしてはならない。その濃度は分散剤や試料によっても異なってくるが通常は約0.3[%]以下である。

### 5.3 操作法

セルに分散媒を入れ、それに適量の試料を加えかくはん棒でかくはんして均一に分散させ（分散の悪いときには適当な分散剤を添

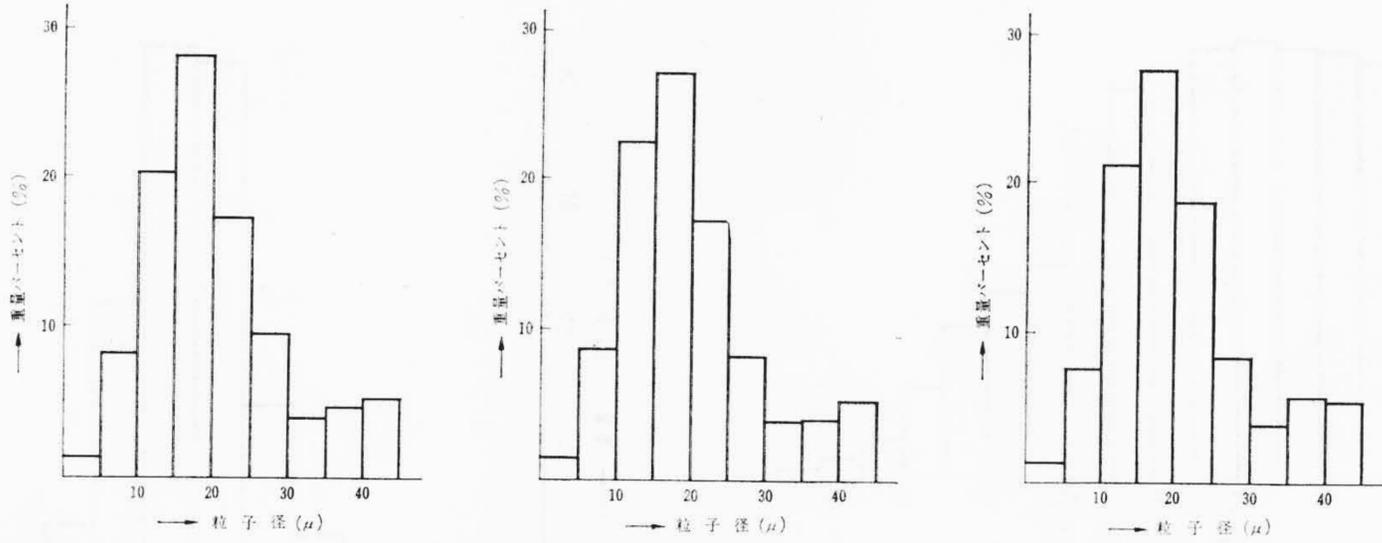
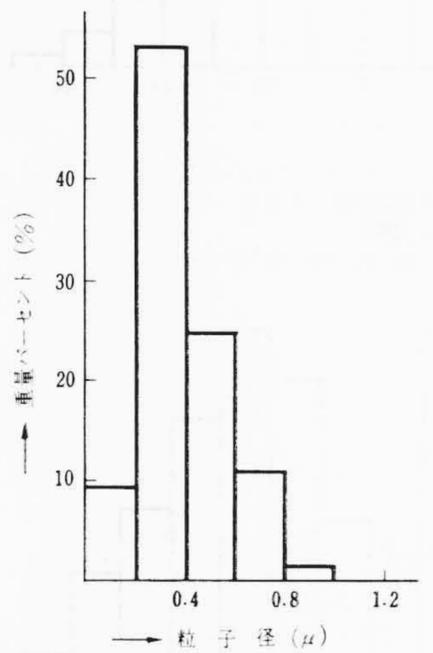
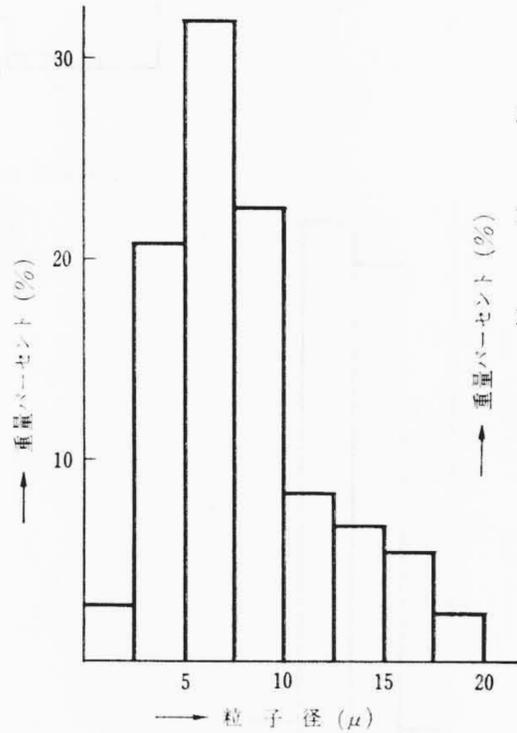


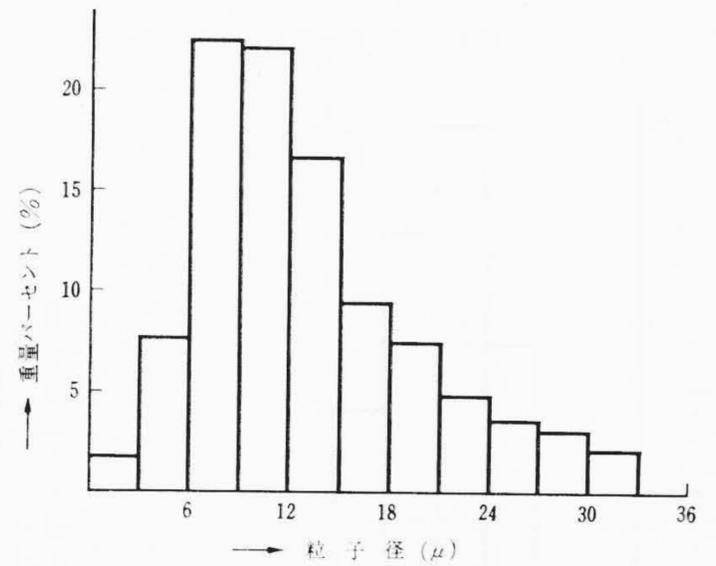
図12 ガラス粉による粒度分布の再現性



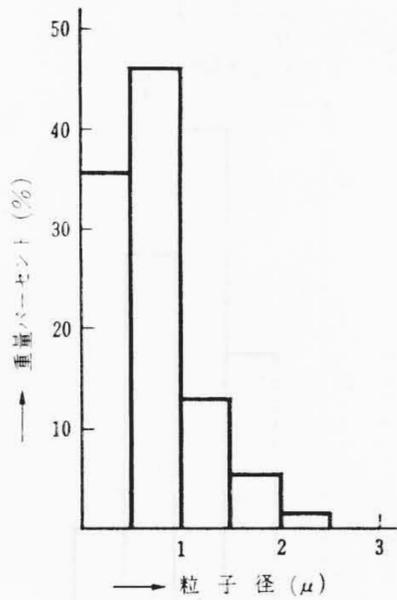
測定条件 分散媒：水  
分散剤：ヘキサメタリン酸ソーダ  
かくはん後の沈降時間：23分  
測定温度：26℃  
図13 弁柄の粒度分布



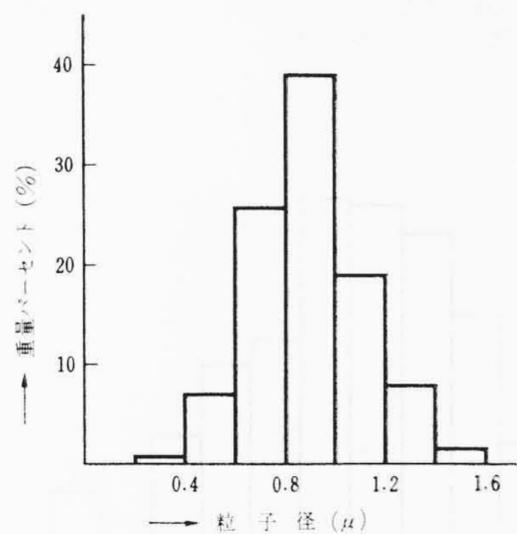
測定条件 分散媒：ノルマルプロピルアルコール  
かくはん後の沈降時間：1分  
測定温度：26.5℃  
図14 スラグセメントの粒度分布



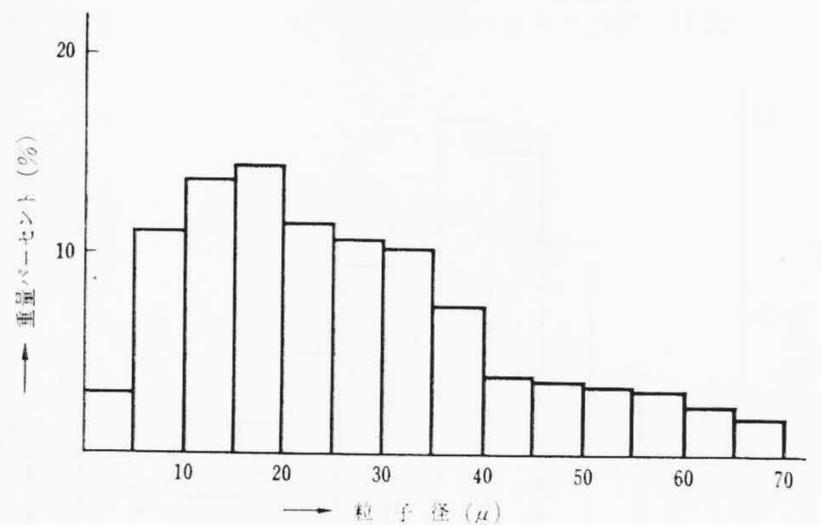
測定条件 分散媒：ノルマルブタノール  
かくはん後の沈降時間：1.5分  
測定温度：29℃  
図15 フライアッシュの粒度分布



測定条件 分散媒：水  
分散剤：ヘキサメタリン酸ソーダ  
かくはん後の沈降時間：17分  
測定温度：29℃  
図16 カオリンの粒度分布



測定条件 分散媒：水  
分散剤：ヘキサメタリン酸ソーダ  
かくはん後の沈降時間：7分  
測定温度：22℃  
図17 硫酸バリウムの粒度分布



測定条件 分散媒：ノルマルブタノール  
かくはん後の沈降時間：30秒  
測定温度：25.8℃  
図18 焼石膏の粒度分布

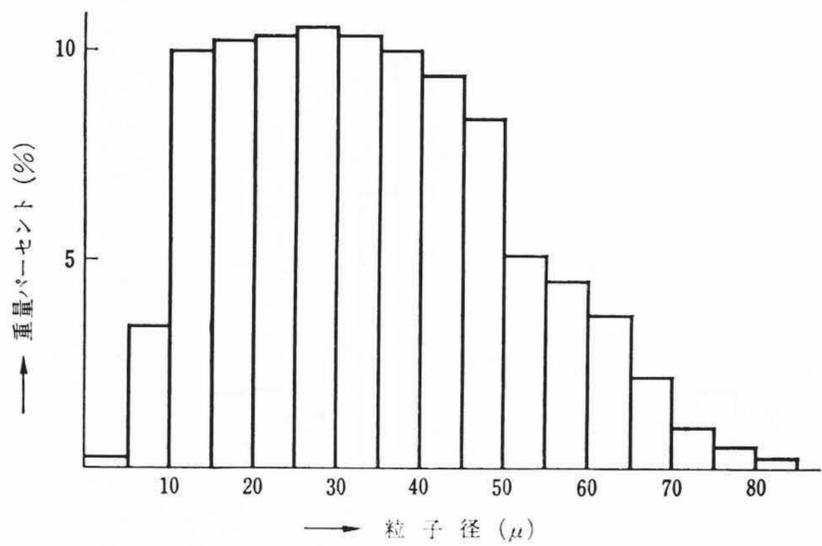
加する),そして一定時間経過後, 適当な粒子濃度こう配が生じたときに光を走査させ記録させる。

### 6. 解析法

粒度分布を求めるには記録用紙上に描かれた  $(I-\sqrt{h})$  曲線の  $I$

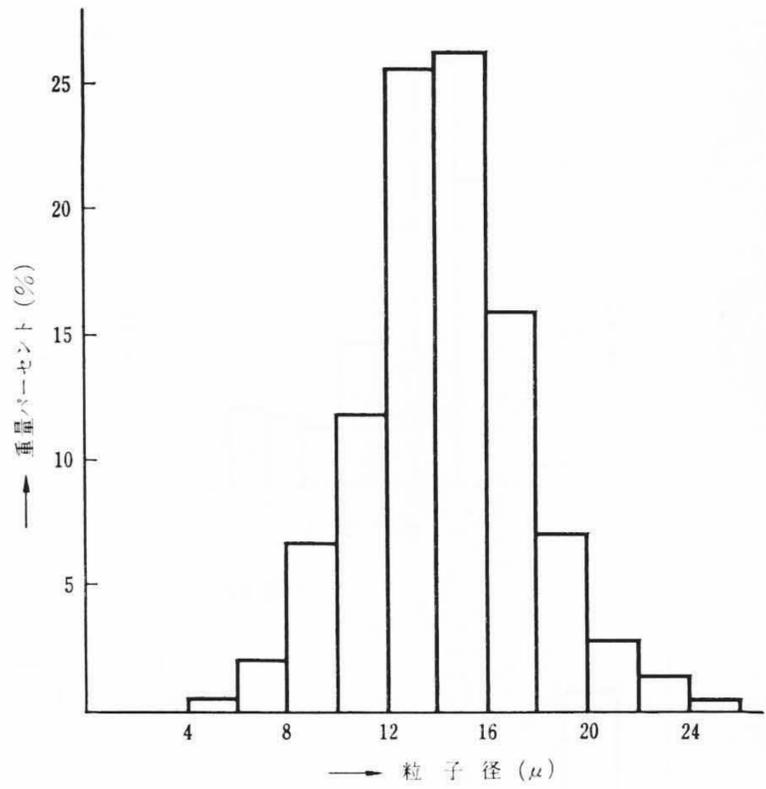
を  $\log I$  に変換しストークスの沈降法則の(1)式を用いて  $\sqrt{h}$  を  $r$  に換算し,  $(\log I-r)$  曲線を作る(図2参照。)この図の  $\log I_1 - \log I_2$  は半径  $r_1$  より  $r_2$  の間の粒子群総投影面積を示すので, この面積を  $S$  とすれば重量との間には(3)式のような関係があり,

$$W = CrS \dots \dots \dots (3)$$



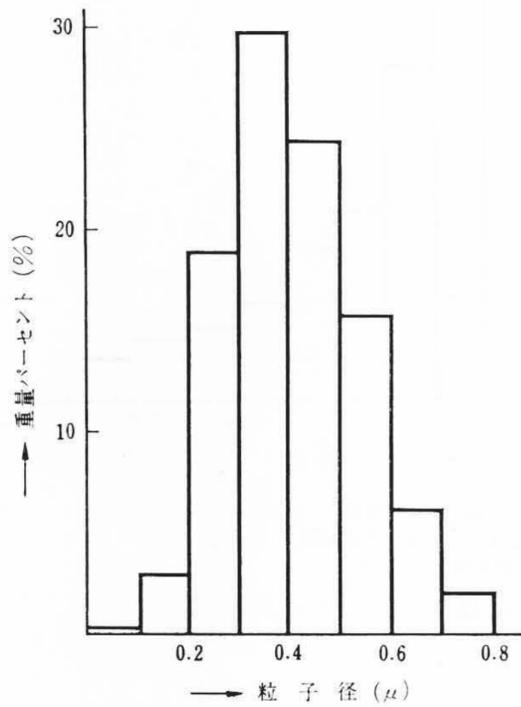
測定条件 分散媒：ノルマルブタノール  
かくはん後の沈降時間：30秒  
測定温度：28℃

図19 粉乳の粒度分布



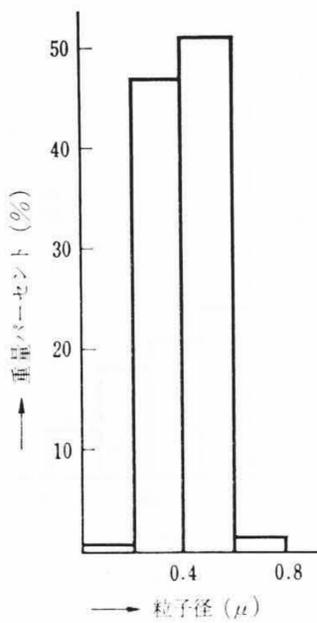
測定条件 分散媒：ノルマルブタノール  
かくはんの沈降時間：1.5分  
測定温度：28℃

図20 粟粉の粒度分布



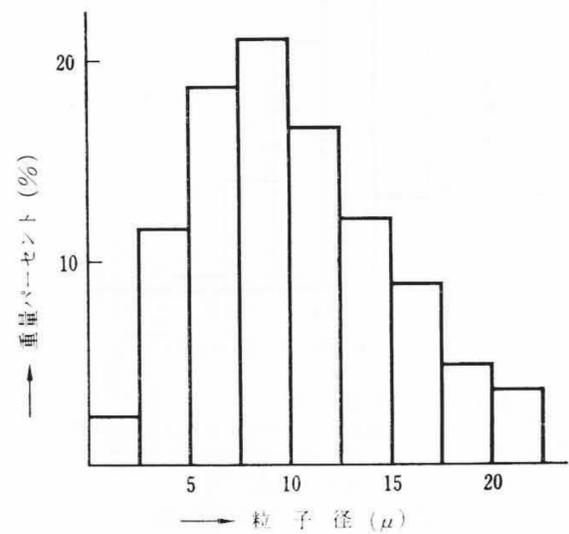
測定条件 分散媒：水  
分散剤：ヘキサメタリン酸ソーダ  
かくはん後の沈降時間：25分  
測定温度：30℃

図21 酸化チタンの粒度分布



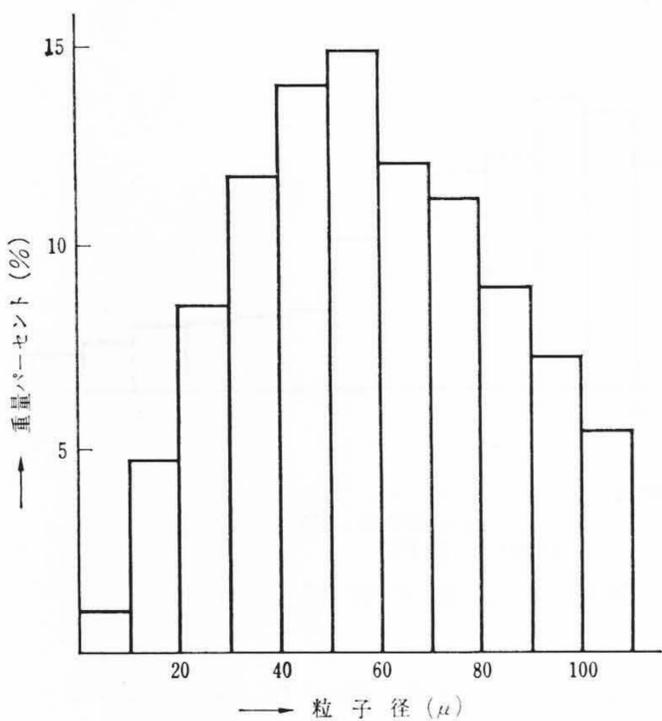
測定条件 分散媒：水  
分散剤：ヘキサメタリン酸ソーダ  
かくはん後の沈降時間：20分  
測定温度：22℃

図22 酸化亜鉛の粒度分布



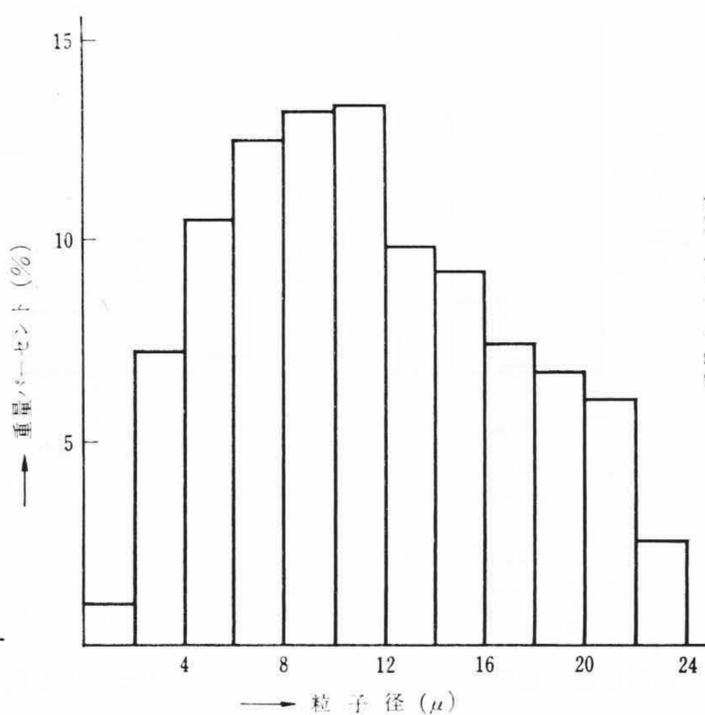
測定条件 分散媒：69% グリセリン・水混合液  
かくはんの沈降時間：1分  
測定温度：22.5℃

図24 タングステン粉の粒度分布



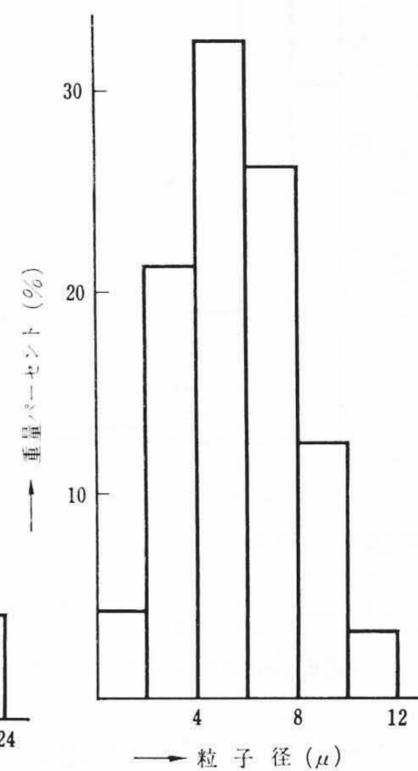
測定条件 分散媒：77.5% グリセリン・水混合液  
かくはん後の沈降時間：30秒  
測定温度：24℃

図23 鉄粉の粒度分布



測定条件 分散媒：水  
かくはんの沈降時間：1.5分  
測定温度：29℃

図25 活性炭の粒度分布



測定条件 分散媒：水  
分散剤：中性洗剤  
かくはん後の沈降時間：7分  
測定温度：28℃

図26 DDTの粒度分布

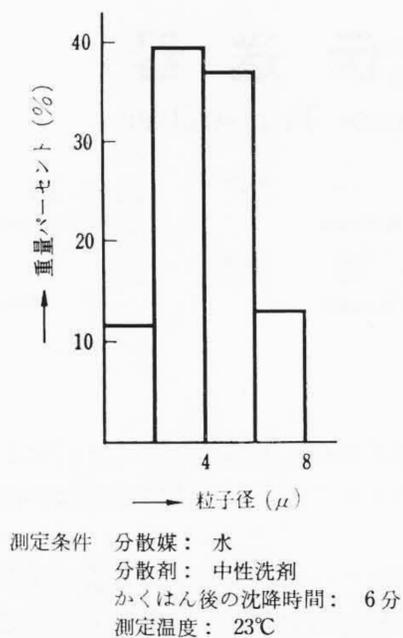


図27 粉末化粧品の粒度分布

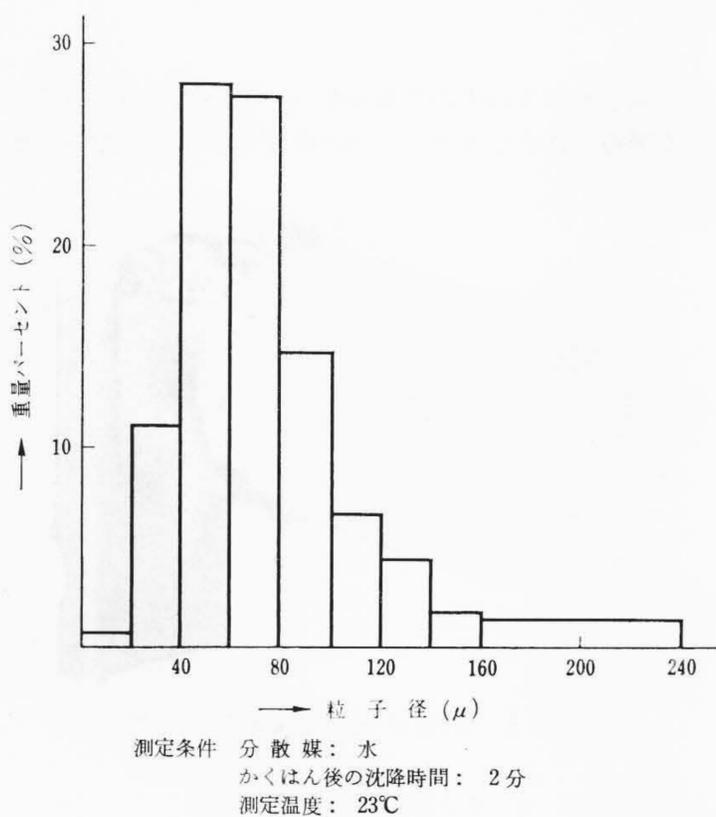


図28 活性汚泥の粒度分布

面積 $S$ が半径 $r_1$ より $r_2$ の間の粒子群の重量に比例した値となる。この図積分をそれぞれの粒子半径範囲について順次行なえば全面積に対する各面積の割合となりヒストグラム式の粒度分布が得られる。図5がそれである。

## 7. 測定結果

### (1) 顕微鏡法との比較

本測定法が正確な値を与えているかどうかを検討するため球状の銅粉試料を作り、それを標準として粒度分布の比較を行なった。その結果は図6<sup>(1)</sup>のように良い一致を示していることがわかる。またガラス粉のように一見透明な粉体でもランバートベアーの法則が成立し図7に示すように良い一致を示している。

図8~11は種々測定した中で二、三の粉体について顕微鏡法による結果と光走査方式による粒度分布の結果を比較したもので

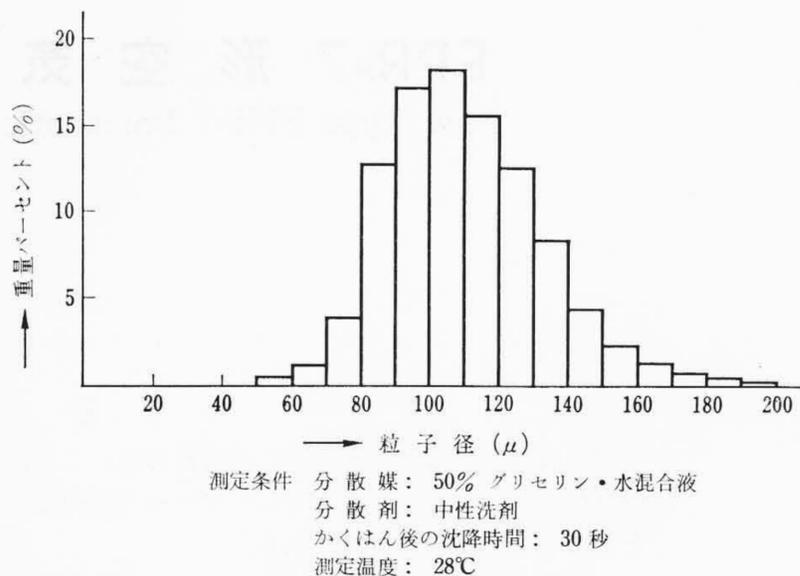


図29 塩化ビニールの粒度分布

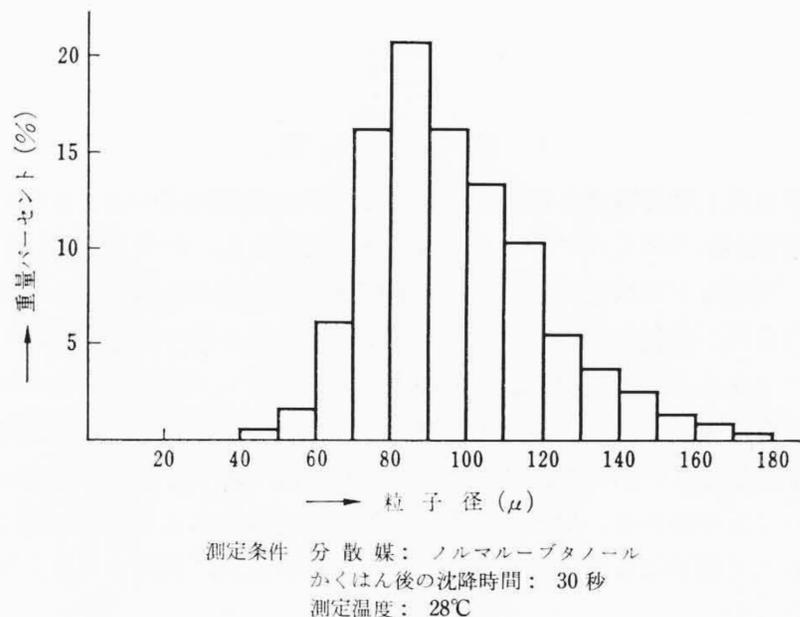


図30 ポリエチレンの粒度分布

ある。

### (2) 再現性の検討

測定データの再現性を検討するため標準として一定量のガラス粉をとり、連続3回サンプリングを行ない測定した。その結果は図12のように良い再現性を示していることがわかる。

### (3) 応用測定例

粉体を扱う各分野の二、三の代表的な試料につき測定を行なった結果を図13~30に示す。

## 8. 結 言

本測定法は光走査方式によるもので従来の装置とまったく異なり装置の取扱いはきわめて簡単であると同時に精度、再現性ともによく、かつ試料量も少なくその測定時間が非常に短いなどの特長を有している。また粒子測定範囲もきわめて広く研究用とか品質管理用を問わずあらゆる分野に使用できる装置である。

終わりに本装置に関し種々ご指導いただいた関係各位に厚くお礼申し上げます。

## 参 考 文 献

- (1) 牟田：SIニュース，Vol 8，No. 2，9，1965