

## 粒度分布測定装置

キーワード：粉末，粒径，粒度，粒度分布測定装置，分散剤

### 概要

セラミックスの原料粉末はもちろん、金属、高分子材料において、原料粉末の粒径は製品の特性に影響を与えます。粒径を測定する装置として粒度分布測定装置があります。ここでは、その測定原理および測定例について説明します。

### 粒子の大きさとは

直径  $100\ \mu\text{m}$  の球状粒子と一辺  $80\ \mu\text{m}$  の立方体を比較した場合、どちらが大きいでしょうか。いろいろな大きさの比較をしたときの大小比較を表1に示します。

表1 大小比較

大きさの比較 (比較の基準とする量)	球 (直径 $100\ \mu\text{m}$ )	大小 比較	立方体 (一辺 $80\ \mu\text{m}$ )
通過できる円孔の直径 ( $\mu\text{m}$ )	100	<	113
通過できるスリット幅 ( $\mu\text{m}$ )	100	>	80
投影面積 ( $\times 10^{-9}\text{m}^2$ )	7.85	>	6.4
表面積 ( $\times 10^{-9}\text{m}^2$ )	3.14	<	3.84
体積 ( $\times 10^{-11}\text{m}^3$ )	5.23	>	5.12

表1からもわかるように比較の基準によって大小関係が逆転することがあります。

一般に粉体の粒子は複雑かつ不規則な形状をしていますので、それらの大小比較は単純ではありません。目的に応じた比較の基準により大きさを比較しなければなりません。例えば、触媒粒子や吸着剤のように表面が関与する場合には比表面積で、分級などのように粒子・流体間の相対速度が問題になる場合には粒子の沈降速度で「大きさ」を比較することになります。粒子の大きさを粒径とはいわずに粒度というのはこのためです。

粒度を測定する方法にはいくつかの方法があります。以下に測定方法および原理を説明しますが、異なる方法で測定した場合、見ている大きさの基準が異なるため単純には比較できないことに注意してください。

### 粒度分布測定装置の測定原理

1番目の測定方法は、粉末を光学顕微鏡または走査型電子顕微鏡にて観察し、直接もしくは写真に撮影したうえで定規により測定する方法です。最近ではパソコンおよびソフトウェアの発達により、画像をパソコンに取り込んで、画像解析にかけて粒子の大きさの分布を測定できるようになってきました。残念ながら画像の解析用の装置は、まだ高価です。

2番目の測定方法としては、粒子が液体中に沈降する速度が、粒子の大きさに依存することを用いる方法です。大きな粒子ほど早く沈降するので、懸濁液の粒子濃度は粒度分布に依存して時間的、空間的に変化しています。従って、ある位置における粒子濃度の経時変化を観測することにより、粒度分布を測定することができます。粒度が小さくなると沈降速度が小さくなり測定に長時間が必要となり、またブラウン運動速度と同程度になります。そこで、正確な測定をするために高速で回転させ遠心沈降させます。この測定方法を遠心沈降方式といいます。図1に遠心沈降方式の原理を示します。

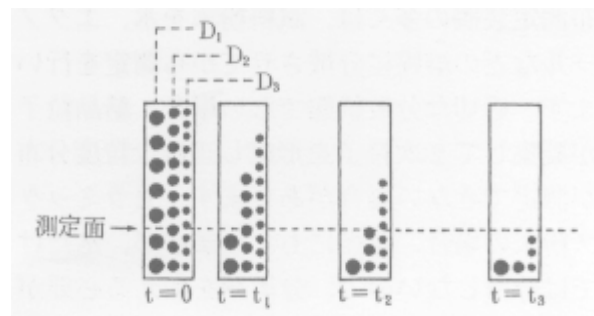


図1. 遠心沈降方式の原理

当研究所に設置されています遠心沈降方式の粒度分布測定装置の測定範囲は、0.01 ~ 300  $\mu\text{m}$  です。粒子の沈降状態を光の透過光量で測定しますので、高濃度の懸濁液では測定ができません。

3番目の測定方法は、レーザー回折散乱法です。粒子に光があたると、光は回折したり散乱されたりします。その回折パターンや散乱光の強度分布は粒子の大きさに依存しますので、これらを観測しフランク・カウザー回折理論やミーの散乱理論を用いて粒度分布を求めます。この方法は測定が迅速で再現性が良いことが特長です。当研究所にはこの方式を採用した測定装置は設置されていません。

最後に4番目の測定方法として、レーザードップラー方式について述べます。試料が分散している懸濁液中において、ブラウン運動している粒子にレーザー光を照射すると、その反射光の周波数はドップラー効果により変調します。その周波数変調の度合いは、ブラウン運動の激しさ、つまり粒径によって決定されます。変調された反射光の周波数と強度を観測することにより、粒度分布を測定します。比較的粒度の小さな試料の測定に適しています。

当研究所に設置されていますレーザードップラー方式の粒度分布測定装置の測定範囲は0.003 ~ 6  $\mu\text{m}$  で、粒子の体積で重みづけられた粒度分布が得られます。散乱光を測定するので、精度良く測定するためには、懸濁液を適切な濃度に調整することが必要です。

### 粒度分布測定の注意

粒度分布を測定する上で一番注意しなければならないことは、試料の分散です。粒度分布測定装置の多くは、試料粉末を水、エタノールなどの溶媒に分散させてから測定を行います。適切な分散状態でない場合、結晶粒子が凝集して2次粒子を形成し正確な粒度分布が測定できない場合があります。セラミックス粉末の場合、粒径にもよりますが、水だけでは分散しないので、分散剤を加える必要があります。ヘキサメタリン酸ナトリウムの水溶液または界面活性剤

を使用します。また、超音波にかけて機械的に分散させる方法と併用すると効果があります。プラスチック材料の場合も同様の方法をとります。金属粉末の場合は比重が大きいため、粘度のある溶媒を使用します。

### 粒度分布の測定例

セラミックスの原料であるアルミナの粉末の粒度分布測定例として、平均粒径0.6  $\mu\text{m}$  のアルミナ粉末をビーズミル粉碎処理する前と後の粒度分布を、レーザードップラー方式にて測定した結果を図2に示します。ビーズミル粉碎は、ベッセル中で高速回転しているビーズにより水中に分散しているセラミックス原料粉末を粉碎する方法です。ビーズには、材料としては靱性の高いジルコニアを、大きさは直径1mmのものを使用しました。粉碎後、粒度分布のピークが小さいほうにシフトしていることがわかります。粉碎前の体積平均粒径(粒子の体積によって重み付けられた平均粒径)は0.709  $\mu\text{m}$  で、粉碎後は0.513  $\mu\text{m}$  となりました。ビーズミル粉碎により、アルミナ粒子の大きさが平均で約0.2  $\mu\text{m}$  小さくなったことがわかります。

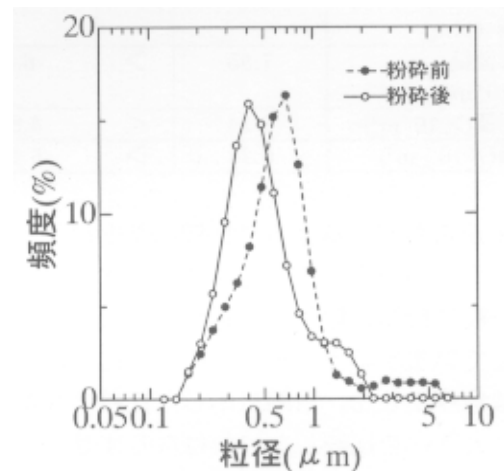


図2 ビーズミル粉碎前後のアルミナ粉末の粒度分布(レーザードップラー方式にて測定)

### 参考文献

山本 英夫 粉を見る - 粒度測定を通して何を見ているか, ニューセラミックス(1993), Vol.6, No.2, pp31-37