# 粉体工学概論

編 集:(社)日本粉体工業技術協会協 替:粉体工学会



発 行(社)日本粉体工業技術協会

# 粉体工学概論

編集:(社)日本粉体工業技術協会協 賛:粉体工学会



発 行(社)日本粉体工業技術協会

再版に当たって

編集委員代表 井伊谷 鋼一

昨年4月初版発行以来1年間に各方面の方々に 使っていただき、お蔭様で1600冊の殆ど全てを寄 贈分を含めて頒布叉は贈呈し終わりましたので、 ここに第2版を発行することにしました。教科書叉 は社内参考書としてご採用頂きました方々には特 に厚くお礼申し上げます。

なお、初版は粉体工学情報センターの発行とし て印刷費の一部を補助していただきましたが、第2 版以降は(社)日本粉体工業技術協会の発行とし て同協会工業技術センター教育部門において管理 していくことになりました。

今後とも引き続きご支援賜わりたく宜しくお願 い申し上げます。

平成8年3月

Copyright (c) 1996

社団法人 日本粉体工業技術協会 粉体工業技術センター・教育部門 編集委員代表 井伊谷 鋼 一 粉体工学全般にわたる大学学部または初心者用教科書的単行 本で現在市販されているものは少なく,かつ古くなっておりま すので,不便を感じている実状にかんがみ,今度各分野の専門 家をわずらわせて,廉価で実際の現場技術者にも役立つことを 念頭において編集してみました。また個人でも容易に購入出来 る価格とするため,粉体工学情報センターの新規事業の一つと して補助していただくことにより市価の半額近い定価とするこ とができました。また早々に絶版あるいは増刷中止になること のないよう独自の出版計画の下に印刷を進めました。

21世紀に向かって大きく飛躍することが期待される粉体工学 の基本事項の概略を一冊にまとめましたので,充分詳細な記述 にはなっておりません。また多くの著者による合作のため不統 一な内容とならないよう極力調整いたしましたが,内容の不備 は編集の責任ですので,ご助言を賜れば幸いです。改訂の際の 参考とさせて頂きますので,よろしくお願いいたします。

1995年3月

編集委員代表 井伊谷 鋼一 (77歳)

### 序にかえて

あかぬけした機智と明澄な文体で数々の名言・警句を残され た物理学者寺田寅彦先生は戦前,粉の科学・技術の面白さと大 切さをある論文の中で述べられました。昭和8年の雑誌"科学" 3号で,『粉の科学は今でこそ目立たない存在で辺鄙な片田舎 に押しやられ顧みる人もないような種類のものであるが,それ は古典的物理化学の方法では都合が悪く敬遠されているから で,嚙みこなす適当な方法が見出された暁には新生命が吹きこ まれて檜舞台に登場する可能性をもっている。そして粉体は気 体・液体・固体という物質の三体と並ぶ"第四の状態"という べきである』といわれたのです。

戦後,粉の面白さに惹かれた先覚によって寺田先生のいわれ た新生命が吹きこまれ産業界の関心の高まりと相俟って粉体技 術はいまや産業基盤技術の一つと認識されるまでになりました。

しかし科学・技術は日進月歩,絶えず進歩しています。戦後 生れた粉体技術にもこの所相当の変化があります。

今回,井伊谷京都大学名誉教授他3名が編集委員となり,粉 体工学の基礎を論じた"粉体工学概論"が出版されることにな りました。誠に快挙だといわざるを得ません。この書が新進の 工学研究者,技術者,その他粉に関係する人々に新しい刺戟を 与へ,粉体の科学・技術が又一段と発展することを信じ,期待 致します。 粉体工学情報センター 理事長 豊田 隆三

### 編 著 者 (50音順)

井伊谷 鋼 一**	础日本粉体工業技術協会 理事相談役 京都大学名誉教授
岡崎守男	京都大学 工学部 化学工学教室 教授
奥 山 喜久夫	広島大学 工学部 化学工学科 教授
金 岡 千嘉男	金沢大学 工学部 土木建設工学科 教授
神田良照	山形大学 工学部 物質工学科 教授
向阪保雄	大阪府立大学 工学部 化学工学科 教授
佐々木 良 樹	㈱セイシン企業 荒川計装工場 事業部 次長
三分一 政 男	山口大学 工学部 応用化学工学科 教授
鈴木道隆	姬路工業大学 工学部 産業機械工学科 講師
関口 勲	中央大学 理工学部 応用化学科 教授
高橋 実	名古屋工業大学 セラミックス研究施設 教授
竹内 和	㈱島津製作所 試驗計測事業部 課長
田中勇武	産業医科大学 産業生態科学研究所 教授
田中達夫	北海道大学名誉教授
谷本友秀	㈱徳寿工作所 常務取締役
田門 肇	京都大学工学部 化学工学教室 助教授
辻 裕	大阪大学 工学部 產業機械工学科 教授
外山 茂樹*	(出日本粉体工業技術協会 専務理事 名古屋大学名誉教授
橋本建次	橋本技術事務所 所長
日高重助*	同志社大学 工学部 物質化学工学科 教授
東谷 公	京都大学 工学部 化学工学教室 教授
古内正美	金沢大学 工学部 土木建設工学科 助教授
增田 弘昭*	京都大学 工学部 化学工学教室 教授
松本幹治	橫浜国立大学 工学部 物質工学科 教授
森川敬信	大阪産業大学 工学部 教授 大阪大学名誉教授
八嶋 三郎	東北大学名誉教授
大和 浩	產業医科大学 產業生態科学研究所 講師
橫山 豊和	ホソカワミクロン(㈱ 技術本部 粉体工学研究所 所長
	(** 編集委員代表 * 編集委員)

## 粉体工学概論

### 章目次

第1章 粉体物性と測定法

	(Physical Properties and Measurements) 1.
第2章	粒子生成 (Particle Formation)41
第3章	分 級 (Classification)71
第4章	集 じ ん (Dust Collection)87
第5章	固液分離 (Solid Liquid Seperation) 105
第6章	混 合 (Mixing or Blending)
第7章	混練 · 成形 (Kneading and Forming) 137
第8章	造 粒 (Granulation)
第9章	乾 燥 (Drying)165
第10章	焼成・反応 (Heating and Reaction of Particles) 180
第11章	輸送,供給,貯槽 (Conveying, Feeding and Storage) 194
第12章	計測·制御 (Measurement and Control)
第13章	粉体の安全対策 (Safety Control)
第14章	粉粒体シミュレーション
	(Simulation of Powder Process) 245

付 録 粉体機器—図記号 JIS Z 8840-1993 ..... 257

### 粉体工学概論

#### 総目次

#### (著者執筆項目)

#### 第1章 粉体物性と測定法

### (Physical Properties and Measurements)

1.1	粒	度	1
1	1.1	はじめに	1
1	1.2	粒子径 (Particle size or diameter)	2
1	.1.3	粒度分布 (Size distribution)	3
1	. 1. 4	平均粒子径 (Mean diameters)	5
1	1.5	粒度测定法	6
	[1]	サンプリングと偏析	6
	[2]	いろいろな粒度測定法	8
1.2	その	D他の物性 (Physical characterizations)	10
1	. 2. 1	粒子密度 (Particle density)	10
	(1)	気体置換法 (Gas displacement method)(竹内 和)…	10
	[2]	液体置換法 (Liquid immersion method)(佐々木良樹)…	11
1	.2.2	粒子形状 (Shape of particle) ·········(古内 正美)····	12
	[1]	幾何学的形状指標 (Geometric shape index)	12
	[2]	等価的形状指標 (Equivalent shape index)	14
	[3]	形状测定法	15
1	. 2. 3	粉体の濡れ (Powder wettability)(松本 幹治)…	16
	(1)	粉体の濡れ性 (wettability of powder)	16
	[2]	濡れ性 (接触角 Contact angle) の測定	16
1	. 2. 4	ゼータ電位 (Zeta potential)(竹内 和)…	19
1.3	粉	本特性 (Powder properties)	21

- i -

1.3.1 凝集, 付着, 分散

		(Agglomeration, Adhesion, and Dispersion)(向阪	保雄)…	21
	1.3.2	粉体層剪断特性	道隆)…	25
	1.3.3	流動性 (Flowability)	豊和)…	27
	[1]	〕 流動性の定義と表現		27
	(2)	] 流動性の測定方法		28
	1.3.4	粉体層充填特性	道隆)…	31
	1.3.5	粒子充填層內透過流動(鈴木	道隆)…	34
1.	4 粒	子の運動	弘昭)…	36
(1	十 図)	Rosin-Rammler 粒度線図		40

### 第2章 粒子 生成

### (Particle Formation)

2.	1	粉	砕 (Comminution; Crushing and Grinding) 4	11
	2.	1.1	単粒子の破壊と粒度分布 (Size distribution)(田中 達夫)… 4	11
	2.	1.2	固体の強度と粉砕の物理化学	12
	2.	1.3	粉砕エネルギー・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 4	14
	2.	1.4	粉砕機のエネルギー則と粉砕効率	14
	2.	1.5	粉砕速度論 (Kinetics of comminution) 4	18
	2.	1.6	閉回路粉砕の設計 (Design of closed-circuit grinding system) 5	50
	2.	1.7	粉砕機の種類(神田 良照,八嶋 三郎)… 5	52
		[1]	粗砕機	52
		[2]	中 砕 機	53
		[3]	微粉砕機	55
		[4]	超徵粉砕機	56
2.	2	気	中粒子生成 (Formation of particles in gas) …(奥山喜久夫)… 5	57
	2	2.1	ガス一粒子転換プロセスによる粒子生成	57
		(1)	CVD による粒子生成の条件	59
		[2]	粒子の大きさの制御	51
	2	2.2	液滴一粒子転換プロセスによる粒子生成	51
2.	3	液	中粒子生成(Formation of particles in solution)…(東谷 公)… (	54

2.3.1	化学的手法 (Chemical methods)	66
[1]	無機粒子生成法 (Formation of inorganic particles)	67
[2]	ポリマー粒子生成法 (Formation of polymeric particles)	69
2.3.2	物理的手法 (Physical methods) ······	70

### 第3章 分 級

### (Classification)

3.1 531	、分け (Screening, Sieving)(日高 重助)…	71
3.1.1 \$	ふるい網 (Sieve surface)	71
3.1.2 I	業用ふるい機の特性	73
3.1.3 処	1.理能力の推定	74
3.1.4 \$	.るいの分離粒子径	75
3.2 風力分	分級 (Air or Dry classification)(井伊谷鋼一)…	78
3.2.1 13	こじめに	78
3.2.2 分	}級性能評価・・・・・	79
3.2.3 違	论風力分級 (Centrifugal air classification)	79
3.3 湿式分	分級 (Wet Classification)(日高 重助)…	82
3.3.1 重	自力分級 (Gravitational classification)	82
3.3.2 递	论分級 (Centrifugal classification)	83
3.3.3 酒	記式ふるい分け (Wet screening)	85
(付図) 対	付数正規確率紙	86

### 第4章 集 じ ん

### (Dust Collection)

4.1	1 集じん機の形式と特徴(金岡千嘉男)…	87
4.2	2 集じん率と部分分離効率	
	(Collection efficiency and Fractional efficiency)	88
4.3	3 流通型集じん機 (Flow through type dust collector)	89
4	4.3.1 重力集じん (Gravitational dust collector)	90

— iii —

4.3.2 遠心力集じん (Cyclone)	90
4.3.3 電気集じん (Electrostatic precipitator)	92
4.4 障害物型集じん機	
(Dust collector with collection obstacles)	94
4.4.1 濾過集じん (Filtration)	95
[1] バグフィルタ (Bag filter)	95
[2] 粒子充填層フィルタ (Granular bed filter)	97
[3] セラミックフィルタ (Ceramic filter)	97
4.4.2 慣性力集じん (Inertial dust collector)	99
4.5 エフフィルタ (Air filter)	99
4.6 洗浄集じん (Wet scrubber)	101
4.7 7 - K (Hood)	102

### 第5章 固 液 分 離

### (Solid Liquid Separation)

5.1 濾	過 (Filtration)(三分一政男)…105
5.1.1	ケーク濾過 (Cake filtration)105
[1]	Ruth の定圧濾過理論106
[2]	ケーク濾過器107
5.1.2	遠心ケーク濾過 (Centrifugal cake filtration)
[1]	固体粒子群の沈降速度と懸濁液の濃度変化
[2]	流動基礎式と遠心濾過式
[3]	遠心濾過機
5.1.3	濾材濾過 (Filter medium filtration) ······110
[1]	Hermans, Bredée and Grace の理論
[2]	岩崎, Ives の理論
[3]	濾材濾過装置
5.2 その	の他の湿式分離
5.2.1	沈降分離・沈殿濃縮 (Settling and Thickening)
[1]	粒子または粒子群の沈降速度

[2]	遠心沈降装置
[3]	沈殿濃縮装置
[4]	凝集沈殿
5.2.2	脱 水 (Dewatering)116
[1]	脱水平衡状態
[2]	脱水過程
[3]	遠心脱水装置
5.2.3	圧 搾 (Expression)
[1]	圧搾理論
[2]	E 搾装置 ······119

# 第6章 混 合

### (Mixing or Blending)

6.1	混合の定義(谷本 友秀)…121
6.2	混合曲線と混合機構
	(Mixing curve and Mixing mechanism)122
6.2	.1 対流(移動) 混合 (Convective mixing)123
6.2	.2 剪断混合 (Shearing mixing)
6.2	.3 拡散混合 (Diffusive mixing)
6.3	混 合 度 (Degree of mixing)124
6.3	.1 混合度の表示方法
6.3	.2 サンプリング
6.3	.3 混合状態の測定
6.4	混合操作条件
6.5	混合機の種類と分類131
6.6	混合機のスケールアップ

### 第7章 混 練·成 形

### (Kneading and Forming)

7.1	混	練 (Kneading)
7.1	.1	はじめに
7.1	. 2	混練物の種類と造粒・成形例
C	1]	コーティング形 (Coating type); 液体コーティング137
C	2]	コーティング形:液体と微粉コーティング
E	3]	分散形 (Dispersion type)139
7.1	.3	混練度の判定 (Degree of kneading)
E	1]	かまぼこ, ちくわ
C	2]	チョコレート
C	3]	鋳物砂
Ĺ	4]	フェライト製品 (Ferrite, aFe2O3)140
7.1	. 4	混練機の種類と要素140
ſ	1)	混練機の分類
Ĺ	2]	主要な混練機械の構造
ſ	3]	混練機の要素
E	4]	混練物の要素
7.1	. 5	混練機の選び方
C	1]	混練物の要素からの絞り方
Ç	2]	混練機の要素からの絞り方
Ę	3]	テストによる確認
E	4]	選定のためのチェックリスト
7.2	成	形 (Forming process)(高橋 実)…145
7.2	2.1	はじめに
7.2	2.2	成形を支配する因子145
7.2	2.3	加圧成形 (Pressing)146
7.2	2.4	押出し成形 (Extrusion)147
7.2	2.5	射出成形 (Injection molding)148
7.2	2.6	鋳込み成形 (Slip casting)149
7.2	2.7	テープ成形 (Tape forming)150

— vi —

and the second sec	
Selen.	 24
2010	
dist in	1.0

### 第8章 造 粒

### (Granulation)

勲)…153	はじめに(関ロ	8.1
154	転動作用による湿潤粉体の凝集造粒	8.2
154	2.1 粉体の凝集造粒現象	8.
156	2.2 転動造粒の特徴	8
157	2.3 回転ドラム型転動造粒装置	8
159	スプレ加液による粉体の凝集造粒	8.3
	3.1 傾斜回転バン型転動造粒装置	8
160	3.2 スプレ付流動層型造粒装置	8.
164	麦 粉粒体関連規格 (2)······	付

## 第9章 乾 燥

### (Drying)

9.1 湿り空気の諸性質(岡崎 守男,田門 肇)…165
9.1.1 湿 度 (Humidity)165
9.1.2 湿球温度 (Wet-bulb temperature)
9.1.3 断熱飽和温度 (Adiabatic saturation temperature)166
9.1.4 湿度図表とその使い方166
〔1〕 質量基準湿度図表166
〔2〕 湿度図表の使い方165
9.2 乾燥材料の諸性質
9.2.1 材料含水率 (Moisture content)
9.2.2 乾燥特性曲線 (Drying characteristic curve)170
9.2.3 材料内水分の保有状態と移動
9.3 乾燥速度 (Drying rate)
9.3.1 定率乾燥速度 (Constant rate of drying)

[1]	定常乾燥条件の場合
[2]	通気乾燥の場合
9.3.2	減率乾燥速度 (Falling rate drying)174
9.4 乾	燥装置175
9.4.1	乾燥装置の分類
[1]	回転乾燥器 (Rotary dryer)
[2]	気流乾燥器 (Pneumatic conveying dryer)175
[3]	噴霧乾燥器 (Spray dryer)
9.4.2	乾燥装置の選定

### 第10章 焼 成·反 応

#### (Heating and Reaction of Particles)

10.1	粉体の焼成・反応と装置(外山 茂樹)…180
10.2	粒子の反応モデル
10.3	装置内混合モデル182
10.4	充填層 (Packed bed)
10.5	移動層 (Moving bed)185
10.6	流動層 (Fluidized bed)
10.7	回転炉 (Rotary Kiln)

### 第11章 輸送,供給,貯槽

#### (Conveying, Feeding and Storage)

11.1 輸	送 (Conveyance, Transportation)(森川 敬信)…194
11.1.1	ベルトコンペヤ (Belt conveyor)
[1]	構 造
[2]	ベルトの速度, ベルトの幅
(3)	輸送量
[4]	運転動力

-viii-

H	2/2*
	LA.
	目

11. 1. 2	スクリューコンペヤ (Screw conveyor)197
[1]	構 造
[2]	輸送量
[3]	運転動力
11.1.3	チェーンコンペヤ (Chain conveyor)
[1]	構 造
[2]	輸送量および運転動力
11.1.4	フローコンペヤ (Flow conveyor)
[1]	構 造
[2]	輸送量
[3]	運転動力
11.1.5	パケットエレベータ (Bucket elevator)
[1]	構 造
[2]	輸送量
[3]	運転動力
11.1.6	振動コンベヤ (Vibrating conveyor)
11. 1. 7	空気輸送 (Pneumatic conveyance)203
11. 1. 8	エヤスライド (Air slide)205
11. 1. 9	水力輸送 (Hydraulic conveyance)
11.2 供	給 (Feed)206
11.2.1	供給器が備えるべき条件
11. 2. 2	ベルトフィーダ、チェーンフィーダ、スクリューフィーダ
	(Belt, Chain, Screw and Vibrating feeders)207
11. 2. 3	インゼクションフィーダ (Injection feeder)
11. 2. 4	p - g = -g = -g = -g (Rotary feeder)
[1]	構 章
[2]	供給量
11. 2. 5	テーブルフィーダ (Table feeder)208
11.2.6	フラクソ式、セラ式、およびブロータンク式各供給器
	(reeder of Fluxo, Cera and Blow tank types)209
11.3 貯	槽 (Storage)210
	— ix —

11. 3, 1	貯槽内の静止粉粒体の圧力
11.3.2	粉粒体を排出するときの貯槽内の粉粒体の圧力 ······211

### 第12章 計 測·制 御

### (Measurement and Control)

12.1 はじめに	3)…213
12.2 粉体計測の基礎	214
12.3 粉体計測の原理	214
12.3.1 エネルギの透過, 滅衰	215
12.3.2 散乱,反射,回折	216
12.3.3 電磁気現象	216
12.3.4 確率統計現象	216
12.3.5 音響現象	217
12.4 主な状態量のオンライン計測法	217
12.4.1 粉体流量 (Flow rate)	217
12.4.2 粉体レベル (Level)	220
12.4.3 粉体の水分 (Moisture content)	221
12.4.4 粉体の濃度 (Concentration)	222
12.4.5 粒 度 (Particle size)	223
12.5 粉体供給制御 (Feed rate control)	224

### 第13章 粉体の安全対策

#### (Safety Control)

13.1	粉	本層の自然発火 (Spontaneous ignition)	(田中	達夫)…226
13.	1.1	基礎方程式		
13.	1.2	発火温度 T <sub>st</sub> と誘導時間 t <sub>t</sub> の予測		
13.	1.3	熱的安定限界に関する注意と通気冷却の可能性		229
13.	1.4	自動酸化に関する特性値		231
13.2	粉	じん爆発 (Dust explosion)		232

- x -

<ol> <li>3.2.1 発火温度と最小着火エネルギー</li></ol>	13. 2. 1
3.2.2 爆発下限,上限濃度,および限界酸素濃度	13. 2. 2
3.2.3 最大圧力と最大圧力上昇速度	13.2.3
3.2.4 圧力放散口の設計 (Vent design)	13. 2. 4
3 粉体の健康影響(田中 勇武, 大和 浩)…239	13.3 粉
3.3.1 はじめに	13.3.1
3.3.2 粉体の身体への侵入 (Penetration) と沈着 (Deposition)	13.3.2
3.3.3 呼吸器官に沈着した粉体の排泄 (Clearance)	13. 3. 3
3.3.4 粉体の暴露限界	13. 3. 4
3.3.5 おわりに	13.3.5

### 第14章 粉粒体シミュレーション

### (Simulation of Powder Process)

14.1 分	類
14.2 連絡	売モデル (Continuum model)
14.2.1	一流体モデル (One fluid model)246
14. 2. 2	二流体モデル (Two fluid model)247
14.3 離前	枚モデル (Discrete particle model)
14.3.1	One-way method (一方通行法) ····································
14.3.2	粒子間衝突の扱い方
14.3.3	粒子間接触の扱い方
14.3.4	流体の運動計算

付	録	粉体機器一	- 図記号	JIS Z	8840-1993	257
---	---	-------	-------	-------	-----------	-----

1.1 粒 度

(Physical Properties and Measurements)

### 1.1 粒 度

1.1.1 はじめに

粉体工学で対象とする粒子の大きさ (Particle size) は nm から数 cm, あるいはそれ以上に及んでおり,これまでにいろいろな測定法が考案され開 発されてきた。粒子の形も球から針状までさまざまである。したがって,ま ず粒子の大きさを定義しておくことが必要である。また均一な大きさの粒子 だけから成る粉体を単分散粉体 (Monodisperse powder) といい,特殊な 用途はあるが,工業で利用されたり製造される粉体では粒子の大きさに分布 があるのがふつうである。粒度分布 (Particle size distribution) は粉体の 物性や特性,粉体操作や装置の設計など,多くの問題に関わってくる。しか し複雑な粉体現象を取扱う場合,その粉体の平均粒子径 (Mean particle size or diameter) が有用なことが多い。平均粒子径を安易に決めて使っ ている報告等も散見されるが,混乱の基になるので注意することが必要であ る。

粒度測定法は粉体の粒度範囲に応じてその原理がまったく異なり、したが って、測定される粒子径の定義がそれぞれ違うのがふつうである。一部、校 正用の単分散球形粒子が市販され、標準となる粉体 (Particle size standard materials)の製造も検討されているが、現在の所測定値相互の関係は 粉体ごとの検定によるしかない。なお粉体プロセスでは大量の粉体を扱うこ とが多いので、試料のサンプリングとそれに伴う粒度偏析 (Size segrega-

- 1 -

tion) に注意がいる。

#### 1.1.2 粒子径 (Particle size or diameter)

粒子の大きさの決め方には任意性があるので定義を明確にしておく必要が ある。そのとき用いた定義による粒子の大きさを代表径という。表 1.1 は幾 何学的代表径を、表 1.2 は実用的代表径である有効径 (Effective diameter) を示す。 画像解析装置の進展により円相当径 (Heywood diameter), 定 方向径 (Feret diameter) なども最近ではよく用いられる。球相当径 (Sphere equivalent diameter,  $x_e$ ) は理論解析で使われることが多い。

代表径名称	備考
a ) 短軸径, 長軸径, 厚さ(高さ) 三軸平均 (代表) 径	一次元基本量 b, l, t (b+l+t)/3
三軸調和平均(代表)径	$\frac{3\left/\left(\frac{1}{b} + \frac{1}{l} + \frac{1}{t}\right)}{\sqrt[3]{b \cdot l \cdot t}}$
b) 円相当径 (projected area equivalent diameter, Heywood 径) 球相当径(sphere equivalent diameter, equivalent volume diameter, volume equivalent diameter)	$ \begin{array}{c} \begin{array}{c} \begin{array}{c} x_{s} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \begin{array}{c} \end{array} \\ \begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \begin{array}{c} \end{array} \\ \begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\$
c) 定方向径 (Green diameter, Feret diameter) 定方向面積等分径 (Martin diameter)	

表 1.1 幾何学的代表径

1.1 粒 度

名 称	備考
ふるい径	ふるい分け法に基づく代表径
光散乱径	光散乱粒度測定法に基づく代表径
ストークス径 (沈降径)	粒子の運動に基づく代表径。沈降法によるストークス径 $x_{st} = \sqrt{18 \mu v_t / (\rho_p - \rho) g C_m}$
空気力学径	空気中における粒子の運動に基づく代表径で、粒子の比重を1と したもの。 $x_{at} = \sqrt{\frac{\rho_p}{\rho_{p0}}} x_{tl}$
抗力相当径	粒子のブラウン拡散に基づく代表径
比表面積径	比表面積測定法に基づく代表径。比表面積の等しい球の直径。ふ つう平均粒子径が得られる。

表 1.2 有效径 (実用的代表径)

 $v_i$ : 終末沈降速度, g: 重力加速度,  $C_n$ : カニンガムスリップ補正係数,  $\rho_p$ : 粒子密度,  $\rho$ : 流体密度,  $\rho_{s0}$ : 1000 kg·m<sup>-3</sup>,  $\mu$ : 流体粘度

### 1.1.3 粒度分布 (Size distribution)

積算分布 (Cumulative size distribution) と頻度分布 (Frequency size distribution) がある。また, 個数基準 (Count basis, Number size distribution) と質量基準 (Mass basis) で分布が異なるので注意が必要である。

積算分布にはふるい下分布 F (Under size distribution) とふるい上分 布 R (Oversize distribution) があり、粒子径を横軸に取って表わすと、 ふるい下分布は右上がりの曲線になる。頻度分布 f はこの曲線を粒子径で微 分して得られる。すなわち次の関係がある。

$$\begin{cases} f(x) = \frac{dF(x)}{dx} = -\frac{dR(x)}{dx} \\ F(x) + R(x) = 1 \end{cases}$$

$$(1.1)$$

粒度分布は対数正規分布 (Log-normal distribution) あるいはロジン・ラ

- 3 -

ムラー分布 (Rosin-Rammler distribution) で表せることが多い。 対数正規分布 (付録図)

$$R(\mathbf{x}) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma}} \int_{\xi}^{\infty} \exp\left\{-\frac{(\xi-\mu)^2}{2\sigma^2}\right\} d\xi$$
(1,2)

ただし  $\xi = \ln x$  (粒子径の対数値)。

なお対数正規分布の平均μと標準偏差σはそれぞれ次式で与えられる。

 $\mu = \ln x_{so} \tag{1.3}$ 

$$\sigma = \ln \sigma_g = \ln \left( \frac{x_{15.9}}{x_{50}} \right) \tag{1.4}$$

 $x_{so}$ は R=F=0.5 における粒子径で、中位径 (Median diameter) ある いは50%径という。また  $x_{1s.v}$ は R=0.159 (F=0.841) における粒子径で



図 1.1 個数基準分布 f<sup>(0)</sup> と質量 基準頻度分布 f<sup>(3)</sup> の関係 (w:粉体質量, n:その 粉体中の粒子個数) あり、 $\sigma_0$ は幾何標準偏差である。対数正規 分布の頻度分布は  $dF(x)/d(\ln x)$  で表さ れることが多い。

ロジン・ラムラー分布 (付図)

$$R(x) = \exp\left\{-\left(\frac{x}{x_{36.5}}\right)^m\right\} (1.5)$$

R=0.368における粒子径  $x_{36,8}$  を粒度特 性数,指数mを均等数あるいは分布指数と いう。mが大きいほど分布はシャープであ る。粉砕速度式の解の一つであることが知 られている<sup>11</sup>。なおワイブル分布ともい う。

個数基準粒度分布と質量基準粒度分布に は図1.1に示すような関係があり、3次元 的に相似な粒子では次の変換式が成立つ。

1) 田中達夫: "粉体プロセス入門", p. 185, 工学図書(1981)

4 -

1.1 粒 度

6)

$$f^{(3)} = \frac{x^3 f^{(0)}}{\int_0^\infty x^3 f^{(0)} dx}$$
(1.

ここで、f<sup>(0)</sup> および f<sup>(3)</sup> はそれぞれ個数基準および質量基準の頻度分布であ り、上付かっこ内に粒度分布基準を整数で標記してある<sup>2)</sup>。

#### 1.1.4 平均粒子径 (Mean diameter)

粒子径の関数である任意な量(表面積や終末沈降速度など)の平均値は, その量に粒径頻度分布をかけて積分すればえられる。すなわち y(x)を目 的とする物理量とするとき,その平均値 y は次式であたえられる。

$$\overline{y} = \int_{0}^{\infty} y(x) f(x) dx \tag{1.7}$$

平均粒子径は平均値 ÿ が平均粒子径 x を用いた推定値 y(x) と等しくなるよ

称	記号	定義式	対数正規計算式*)
圣 (CMD)	$x_{50}^{(0)}$	$\int x f^{(0)} dx$	x <sup>(0)</sup>
≩ (MMD)	x <sup>(3)</sup>	$\int x f^{(3)} dx$	$x_{50}^{(0)} \exp{(3\ln^2 \sigma_g)}$
Z.	x,	$\sqrt{\int x^2 f^{(0)} dx}$	$x_{50}^{(0)} \exp{(\ln^2 \sigma_g)}$
Z.	$x_{p}$	$\sqrt[3]{\int x^3 f^{(0)} dx}$	$x_{s0}^{(0)}\exp\left(\frac{3}{2}\ln^2\sigma_{g}\right)$
周和平均径	x <sub>h</sub> <sup>(3)</sup>	$1 \bigg/ \int \frac{f^{(3)}}{x} dx$	$x_{50}^{(3)} \exp\left(-\frac{1}{2}\ln^2\sigma_g\right)$
<b>均径</b> 译)	Xau	$\frac{\int x^3 f^{(0)} dx}{\int x^2 f^{(0)} dx}$	$x_{50}^{002} \exp\left(rac{5}{2}\ln^2\sigma_g ight)$
	称       餐 (CMD)       餐 (MMD)       餐       圖和平均径       均径       蚤)	称     記号       餐 (CMD) $x_{50}^{(0)}$ 餐 (MMD) $x_{50}^{(3)}$ 餐 $x_s$ 餐 $x_s$ 餐 $x_s$ 圖和平均径 $x_{sv}^{(3)}$ 均径 $x_{sv}$	称         記号         定義式           係         記号         定義式           E (CMD) $x_{s0}^{(0)}$ $\int xf^{(0)} dx$ E (MMD) $x_{s0}^{(3)}$ $\int xf^{(3)} dx$ E (MMD) $x_{s0}^{(3)}$ $\int xf^{(3)} dx$ E (X <sub>n</sub> ) $\sqrt{\int x^2 f^{(0)} dx}$ E $x_n$ $\sqrt{\int x^3 f^{(0)} dx}$ 圖和平均径 $x_n^{(3)}$ $1 / \int \frac{f^{(3)}}{x} dx$ 自径 $x_{sv}$ $\frac{\int x^3 f^{(0)} dx}{\int x^2 f^{(0)} dx}$

表 1.3 主な平均粒子径

\*) 一般式は表1.4の式(1)を参照。

2) 增田:粉体工学会誌, 22, 1, 42 (1985)

うに決める3)。すなわち,

 $y(\bar{x}) = \bar{y} \text{ bound, } \bar{x} = y^{-1}(\bar{y}) \tag{1.8}$ 

中位径も平均粒子径の一つであり、個数中位径 (Count median diam eter; CMD) と質量中位径 (Mass median diameter; MMD) がよく用いられる。そのほか、よく使われる平均粒子径を表1.3に示す。対数正規分布で表せる粉体の場合、数値積分をしないでも同表最右欄に示す公式が使える。

#### 1.1.5 粒度測定法

[1] サンプリングと偏析

プロセスあるいは粉体バルクからのサンプリングでは、静止状態の粉体は 偏析していることが多いので、(a)運動状態にある粉体をサンプリングするこ と、(b)粉体流の全流幅にわたってサンプリングすることが重要であり、いろ いろなサンプリング装置が市販されている。サンプリングした粉体の量が多 すぎる場合は、スピニングリフラー (Spinning riffer, 回転式分割機)等



図 1.2 円錐四分法

 Masuda, H. and K. Iinoya: Mem. Faculty of Eng., Kyoto Univ., 34, 4, 344 (1972)

6

を用いて縮分する。さらに測定室で縮分する場合は二分割器(Chute riffler) や円錐四分法 (Cone and quatering, 図 1.2) による<sup>4),5)</sup>。

流体中の粒子は流体とともに吸引してサンプリングする。このときサンプ リングプロープ先端近傍で流線が曲がると粒子の慣性による偏析が生じるの で、ふつう等速吸引 (Isokinetic sampling) を行う<sup>®</sup>。このような粒子分 散系のサンプリングではサンプリングプローブや測定機器までの配管中で粒 子の沈着と再飛散が起き、再飛散した粒子は凝集しているので、オンライン 測定における試料の分散は機器の直前で行うことが肝要である。

一方, 粒度測定を行う試料の量(サンプルサイズ)が少なすぎると, 粒度

表 1.4 サンプルサイズによる誤差	
平均粒子径の定義	
$\overline{x} = \left[ x^m f^{(\beta)}(x) dx \right]^{\frac{1}{m}} = \exp\left( \mu^{(\beta)} + \frac{1}{2} m \sigma^2 \right)$	(1)
$\mu = \ln x_{50},  \sigma = \ln \sigma_g$	
$\beta$ : 個數基準 $\beta=0 / 質量基準 \beta=3$	
<b>過数中位径 (CMD) と質量中位径 (MMD)</b>	100
$MMD = \exp\left(\mu^{(0)} + 3\sigma^2\right)$	(2)
$\dots \beta = 0, \ m = 0$	
設定 0 と必要 は 松丁 致 n	
$c=\beta+\frac{1}{2}m$	(3)
$\omega = u^2 m^2 \sigma^2 (2c^2 \sigma^2 + 1)$	(4)
$\omega = \omega = \sqrt{\omega}$	(5)
$n = \frac{1}{\delta^2},  b = \sqrt{\frac{1}{n}}$	(5)
p(%); 50 75 90 95 97.5 99 99.5	
u(-); 0.67 1.15 1.64 1.96 2.24 2.57 2.81	

H. Masuda & K. Iinoya: J. Chem. Eng. Japan, 4, 1, 60 (1971)

4) 三輪, 日高: "粉体工学実験マニュアル", pp. 1-11, 日刊工業新聞社 (1984)

5) JIS M 8100: "粉塊混合物のサンプリング方法通則" (1973)

6) JIS Z 8808: "排ガス中のダスト濃度の測定方法"(1977)

分布に起因して誤差を生じる。粉体の粒度分布が対数正規分布で近似できる 場合,表1.4の式(5)の $\delta$ によって質量中位径の誤差を推定することができ, 逆に誤差を  $\pm\delta$ 以内に抑えたいときに必要な粒子数nも計算できる。たとえ ば  $\sigma_0=1.6$  の粉体の質量中位径を95%の信頼性で誤差±5%以内で求める には約6万個の粒子が必要である。

#### [2] いろいろな粒度測定法

表1.5に粒度分布測定法の概要を示す"。直接的な顕微鏡法,篩分法のほか,流体内での粒子の沈降(重力,遠心力場)を利用する沈降法,光との相互作用を利用する光散乱法およびレーザ光回折法(レーザ散乱・回折法), カスケードインバクタで代表される慣性法,微粒子のブラウン拡散を利用する拡散法,などがある。測定範囲はそれぞれ表に示す通りであるが,これらの測定によってえられる代表径には粒子形状と基礎現象の関係が確立できず現在でも明確になっていないものもある。測定の基準は個数あるいは質量であるが,個数基準から質量基準に式(1.6)を用いて変換されている場合も多い。また分散媒体は空気あるいは水がほとんどであるが,水溶性の粒子では他の液体を用いることもある。粒子は良く分散されていることが必要で,ふつうへキサメタリン酸ソーダなどの分散剤を徴量添加する<sup>8)</sup>。中性洗剤と消泡剤(硫化ナトリウム)を用いるのがよいこともある。

なお表 1.4 中 TOF は Time of flight の略で, 空気加速ジェットでの 微粒子の速度が粒子の慣性によって異なることを利用するもので, エアロゾ ルビーム法ともいう<sup>90</sup>。また FFF と HDC はそれぞれ Field flow fractionation と Hydrodynamic chromatography の略で, いずれも液相分 散系での微粒子の拡散が基礎となっており, 盛んに研究されているものの実

- 7) 奥山, 増田, 諸岡: "微粒子工学"。pp. 53-63, オーム社 (1992)
- 8) 粉体工学研究会編:"粒度測定技術", p. 181, 日刊工業新聞社 (1975)
- 9) 高橋幹二編著:"応用エアロゾル学", pp. 265-272, 養賢堂(1984)

- 8 -

1.1 粒 度

	測定法	測定範囲 nm µm mm	代表径	分布 基準	媒体	本
顕微鏡法	光学顕微鏡 電子顕微鏡		短軸径ほか	個数 "	気, 気	液
篩分法	標準篩 特殊篩		篩径 ″	質量 ″	気. 気.	液液
沈降法	重力沈降 遠心沈降		ストークス径 ″	* * * *	気, 気,	液液
光散乱回	折法 光散乱 レーザ光回折		光散乱径 球相当径	個数* 個数*	気, 気,	液液
慣性法	カスケードインパクタ 多段サイクロン TOF (飛行時間)		ストークス径 "	質量 " 個数*	気 気,気	液
拡散法	光子相関法 拡散バッテリ FFF(流動分画法) HDC(クロマト法)		拡散係数相当径 " "	個数 " ** **	気	液 液液
その他	遮光法 コールタカウンタ モビリティアナライザ		円相当径 球相当径 電気移動度相当径	個数 個数 **	気.	液液

表 1.5 粒度分布測定法の概要

\* 質量基準に変換して表示されることがある。

\*\* 検出法による。

用に至っているとはいえない。気相法によって生成される超微粒子の in situ 計測によく利用されるモビリティアナライザ<sup>90</sup> は静電場での運動(沈) 降)を利用しており、一種の沈降法である。

以上は粒度分布測定法の概要であるが,粉体単位体積あるいは単位質量あ たりの表面積は粒子径にほぼ反比例する(球では完全に反比例する)ので, 微粉体の粒度の大略を表すものとして実用上よく用いられる。これを比表面 積 (Specific surface area)といい,その測定には空気透過法 (Air perme-

- 9 -

ability method) やガス吸着法 (Gas adsorption method) があり<sup>フ,10</sup>, 粉体を球形単分散粒子群と仮定してえられる代表径を比表面積径という。

#### <参考文献>

1)粉体工学会編:"粒子径計測技術"pp. 309, 日刊工業新聞社(1994)

#### 1.2 その他の物性 (Physical characterizations)

#### 1.2.1 粒子密度 (Particle density)

[1] 気体置換法 (Gas displacement method)

密度測定には密度そのものを測定する場合と体積と質量を別々に測定し、 計算によって密度を得る場合がある。気体置換法は試料の体積を求める方法 であり、質量は別に天秤で測定するのが普通である。したがって、体積、質 量どちらかの測定をおろそかにすると密度に思わぬ誤差を含んでしまうこと になる。

気体置換法は一定温度下で気体の体積と圧力は互いに逆比例する,という ボイルの法則に基づいている。すなわち容器に入っている一定体積,一定圧 力の気体にある体積の試料を入れると,容器の大きさが固定されていれば圧 力が上昇し,風船のように体積が変わる容器ではその体積が増大することに なる。この圧力あるいは体積の変化は試料の体積に関係づけられるので,そ



図 1.3 定容積膨張法の原理

の変化を検出することで試料体積が得

られる。

気体置換法の中では定容積膨張法" と呼ばれる方法が実際の装置で用い られている。この方法は図1.3のよう に一定体積(VCELL)の試料室に体積

10) 編集委員会編: "粉体工学の基礎", pp. 326-339, 日刊工業新聞社(1992)
 1) 三輪茂雄: "粉粒体工学", p. 31, 朝倉書店,(1972)

1.2 その他の物性

 $V_{\text{SAMP}}$ の試料を入れ一定圧力  $p_1$ にした後バルブを開け別の一定体積  $V_{\text{EXP}}$ の膨張室とを導通させる。この時気体は膨張して圧力は  $p_2$ になる。そして ボイルの法則から

 $V_{\text{SAMP}} = V_{\text{CELL}} - [V_{\text{EXP}}/((p_1/p_2)-1)]$  (1.9) の関係が得られる。この式は試料室体積  $V_{\text{CELL}}$  と膨張室体積  $V_{\text{EXP}}$  が既知 であれば、試料の体積  $V_{\text{SAMP}}$  が得られることを示している。普通、気体と してはヘリウムガスが使用される。

気体置換法は粉体,塊状物,スラリなどの区別なく測定でき,試料の溶解 や媒体とのなじみも余り考えなくて良く,さらに試料の回収も容易という利 点がある反面,周囲温度の影響を受けやすいという注意すべき点もある。

[2] 液体置換法 (Liquid immersion method)

液体置換法には例えば図1.4に
示すゲーリュサック形比重瓶を用
い,試料によって置換される液体
の質量から密度を求めるピクノメ
ータ法 (Pycnometer method)
と,図1.5に示す形状の容器に試
料を入れ,液体中に吊り下げた時
に作用する浮力から密度を求める
懸吊(ちょう)法とがある。粒子
図1.4 ビクノ
メータ法



$$\rho_p = \frac{m_2 - m_1}{(m_4 - m_1) - (m_3 - m_2)} \times \rho_1 \tag{1.10}$$

ここに、ビクノメータ法の場合  $m_1$ :容器質量、 $m_2$ :容器に試料を入れた時 の質量、 $m_a$ :試料と液体を容器に規定量入れた時の質量、 $m_4$ :液体を容器 に規定量入れた時の質量、 $\rho_i$ :測定温度における液体の密度である。懸吊法

-11 -

の場合は、m<sub>s</sub>: 試料を入れた容器を液体中に吊り下げた時の質量、m<sub>i</sub>: 容器だけを液体中に吊り下げた時の質量とすれば上式で計算される。



 1.分散媒タンク
 6.温度センサ
 2.真空ポンプ
 7.液面決定部
 3.マイクロフィーダ
 8.真空脱気部
 4.機能選択メカ
 9.セル
 5.上下機械メカ
 10.電子天秤
 図 1.6 全自動ビクノメータ法 (セイシン企業)

液体は気体に比べ粒子間や粒子表 面の細孔に侵入しにくい。従って、 液体置換法で粒子密度を測定する際 m。を測定する前に容器を減圧した り, 振動を加えることで十分な脱気 を行うことが重要である。一方、置 換されるのが液体であるため気体に 比べ温度による体積変化が非常に小 さい。ピクノメータ法では質量や液 温の測定,減圧による脱気といった 一連の操作が全自動で行われる機構 (図1.6)をもつ装置もある。粒子密 度測定法に関する国内規格としては、 人造研削材の比重測定法 (JIS R 6125) や固体比重測定方法 (JIS Z 8807) 等がある。

#### 1.2.2 粒子形状 (Shape of particle)

粒子の形状を定量的に表現するために種々の形状指標が定義されている。 これらの指標は粒子の幾何学形状から得られる幾何学的指標と粒子の力学的 性質などの物理特性から定まる等価的指標に大別できる。さらに慣用的には 前者は形状係数と形状指数に分類されている。

[1] 幾何学的形状指標 (Geometric shape index)

形状係数は表面積、体積などの立体幾何的諸量と代表径の関係を定義する

値で,形状指数は粒子の2次元投影像の輪郭から得られる形状情報を定量的 に表現する値として用いられている。代表的な形状係数と形状指数の定義を それぞれ表1.6と表1.7に示した1~3)。

名 称	定 義	備考
表面積形状係数	$\phi_s = S/x^2$	$x = x_H$ のとき $\phi_s = \pi$ S:粒子表面積, $x_H$ : Heywood 径 (円相当径)= $(4A/\pi)^{1/2}$
体積形状係数	$\phi_v = V/x^3$	$x = x_v$ のとき $\phi_v = \pi/6$ $V$ :粒子体積, $x_v$ :球体積相当径= $(6V/\pi)^{1/3}$
比表面積形状係数	$\phi_{sv} = (S/V)x$	$\phi_{sv} = \phi_s / \phi_v$
Carman の形状係数	$\phi_c = 6/\phi_{sv}$	球に対して $\phi_c=1$

表 1.6 代表的な形状係数

名 称	定 義	備考
均整度	長短度 Z=L/B 偏平度 M=B/T Zingg の指数 F=Z/M=LT/B <sup>2</sup> 柱状比 $P_r = \overline{T}/T$ 偏長度= $\pi L^2/(4A)$	L:長径,B:短径,T:厚み (粒子を水平面上に静置した) の互いに直行する3軸方向の) 大値) 〒:粒子の平均厚み, A:粒子投影面積
充足度	体積充足度 $F_v = LBT/V$ 面積充足度 $F_a = LB/A$ かさ指数 $\alpha_a = 1/F_a = (\pi/4)x_H^2/(LB)$	V:粒子体積 $x_N$ : Heywood 径 (円相当径 $=(4A/\pi)^{1/2}$
球形度・円形	度 Wadell の球形度 $\psi_s = \pi x_v^2/S$ Wadell の円形度 $\psi_e = \pi x_H/C$	x <sub>v</sub> : 球体積相当径=(6V/π) <sup>1/3</sup> C: 周長

1) 粉体工学会編:"粉体工学便覧", pp. 57-67 日刊工業新聞社(1986)

2) 遺藤:粉体工学会誌, 24, pp. 480-487 (1987)

3) 後藤:化学工学協会編:"粉粒体工学", pp. 107-117 (1985)

第1章 粉体物性と測定法

名	称	定	義	備	考	
輪郭曲線につい ての形状指数		丸み度 $\Sigma r_t / (R)$ 表面指数 (凹凸 $(4\pi A)$	な) 度), z=C <sup>2</sup> /	<ul> <li>r<sub>i</sub>:輪郭を円弧で近似したときの凸部の曲率半径, R:最大内接円の半径, k:凸部の数</li> </ul>		
		各種フーリエ係 IRR= $ x_H/(2$ Radance=4 $\mu$ Skewness=8	数 $(a_0)$ } <sup>2</sup> $(a_2/x_H^2)$ $(\mu_2/x_H^2)$ $(\mu_3/x_H^3)$	不規則性の尺度 動径分布の分散 動径分布のひず: $\mu_n = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{2\pi} \left[ R(t) \right] R(t)$	$a_{2}$	
		フラクタル次元 D=-log C'/	log λ	平均半径 <i>a</i> <sub>0</sub> 周り モーメント <i>R</i> ( <i>θ</i> ):重心を原 標展開した粒子 λ:測定単位長: いたときの周長	の動径のn次 「点として極座 輪郭座標の動径 さ, C': λを用	

[2] 等価的形状指標 (Equivalent shape index)

流体中を運動する粒子に作用する流体抵抗力と粒子形状の関係から,表

- 14 -



1.8<sup>11,21</sup>に示 す力学的等価指 標が定義されている。Stokes 域で運動する回転楕円体に対 しては,これらの指標と楕円 体の長短軸比の関係が図1.7<sup>90</sup> のように解析的に与えられて おり,任意形状の粒子の沈降 速度などの測定から等価楕円 体の長短軸比が定められる。 サスペンションなどの粒子分

4) Davies, C. N.: J. Aerosol Sci., 10, 5, 477 (1979)

1.2 その他の物性

名	称	定	義	備	考
抵抗力形	状係数	$K = F/(3\pi \mu v x)$	)	F:流体抗力, 数, v:相対速度	μ:粘性係 ξ, x:粒径
動力学的	形状係数	κ=(非球状粒子) (球に作用する)	・に作用する F) F)	/ x=x,のとき ĸ	= <i>K</i>

表 1.8 力学的等価形状指標

散系の電気伝導率は回転楕円体粒子が分散相である場合について楕円体の長 短軸比の関数として導かれている<sup>9</sup>。

等価形状指標は上述したように幾何学指標と比較して簡単な形に近似する が、オンライン測定や形状分離操作と直結している。

[3] 形状測定法

粒子形状の測定法は粒子の幾何学形状を直接その画像から測定する直接測 定法と、粒子の沈降速度や粒子分散系の電気伝導度などの物理的特性を利用 して等価的な形状を測定する間接法に分類できる。一般的には前者が広く用 いられているが、測定の繁雑さから通常は二次元画像に限られている。

直接測定は計算機と画像処理(Image analysis)技術の急速な発達もあ り、最近では専用の画像解析装置や簡易的な画像処理機能を持たせたパーソ ナル・コンピュータ上で簡便に行えるようになっている。これらの装置上で はテレビカメラで撮影した顕微鏡像や写真あるいは電子顕微鏡の映像出力が デジタル化され、コントラスト、ノイズあるいは濃淡むらの除去などの種々 のフィルター処理を加えられた後、粒子の輪郭座標や面積が抽出される。ま た多くの場合長短度や凹凸度などの代表的な形状指標は予め装置に組み込ま れている。

画像解析装置による形状測定では装置解像度の制約のためデジタル化に伴 う映像ノイズの問題は避けられない。これはフラクタル解析などのように粒

5) Fricke, H.: Phys. Rev., 24, 5, 575 (1924)

- 15 -

子表面の細かな凹凸度を問題にするときに特に重要であり<sup>®</sup>,高解像度装置 の使用,画像の平滑化,粒子映像の拡大などが必要となる。

#### 1.2.3 粉粒体の濡れ (Powder wettability)

[1] 粉粒体の濡れ性 (Wettability of powder)

濡れは固体面への液体の吸着現象である。すなわち固気界面が消滅して新たに固液界面が生じる現象である。一般に固体と液体の付着力が液体の凝集力より大きい場合は濡れ易いと言い,逆の場合は濡れ難いという。この濡れ性は接触角 $\theta$ で数値的に評価され, $0^{\circ} \le \theta \le 90^{\circ}$ であれば粉粒体は液体に濡れ、 $\theta \ge 90^{\circ}$ では濡れ難い。粉粒体の濡れ性は粉粒体の液中への分散,溶解,造粒,混練,焼結,浮選などの粉体処理技術に関係する重要な表面化学物性の一つである。たとえば錠剤を溶解させる場合,溶解するための第一条件として錠剤が液体にまず濡れる必要がある。難燃性プラスチックや導電性プラスチックを作るために粉体や繊維をフィラーとしてプラスチックや導電性プラスチックを作るために粉体や繊維をフィラーとしてプラスチックに分散あるいは混練する場合,溶融プラスチックの粉体に対する濡れ性が悪いと粉体の均一分散性が不十分となる。分散性を良くするためにステアリン酸や種々のカップリング剤による表面改質が行なわれ,表面の濡れ性を変化させている。

また粉粒体を造粒する場合,バインダーに濡れ易い粉粒体の造粒は容易で あるが,濡れ難い粉粒体は造粒し難い。さらにバインダーを用いてセラミッ クスを焼結させる場合,焼結性は高温におけるバインダーとセラミックスの 濡れ性が関係すると言われている。

[2] 濡れ性 (接触角 Contact angle) の測定

バルク状物質の場合は、その面を平滑にして付着濡れにより接触角を測定 できるが、粉粒体の場合は困難である。さらに粉砕処理などのメカノケミカ

6) Graf, J. C.: Powder Technol., 67, 1, 83 (1991)

1.2 その他の物性

測定方法	特徵
①湿 潤 熱 法	粉体を液中に分散させる時発生する湿潤熱を測定して求める方法。理想的な方法であるが,正確に行うには長時間を要するため実用上問題がある。
②液 滴 法	粉体を圧密成形した錠剤上に形成させた液滴の接触角を拡大鏡 により直接測定する。測定は簡便であるが,測定値は粒度,錠 剤の空隙率,放置時間の影響を受ける。
③(h - ε) 法	粉粒体を高圧成形した円板上における液滴の高さを測定する。 測定原理に各種の仮定がはいっている。
④毛 細 管 法	円筒内に充填された粉粒体層に吸収される液が形成する気液界 面の移動速度,あるいは移動液量を測定する方法。
⑤毛管吸収時間法	平板状に形成された粉粒体層に液を注入することにより,液は 毛管吸引作用により吸収される。この吸引速度を計測する方 法。親液性の粉体に適する。
⑥定 流 量 法	一定流量で液体を供給し,粉粒体層への液体の初期浸透時にお ける液圧力を計測して負の毛細管張力を求める方法。疎液性の 粉粒体に適する。

表 1.9 粉粒体の濡れ特性の測定方法の比較")

ルな作用を受けた粉粒体あるいは表面処理された粉粒体の場合はバルクの表面状態と異なっている場合が多い。したがって粉粒体の状態で測定する必要があるために、その濡れ性(接触角 $\theta$ )の測定法が表1.9に示すようにいろいろと工夫されている<sup>1)</sup>。比較的よく用いられているのは②と④であり、⑤と⑥の方法は④の測定原理を改良したものである。毛細管法における毛細管 張力  $P_o \ge \theta$ の関係は次式で与えられている。

$$P_{\sigma} = \frac{2\sigma \cos \theta}{R} \tag{1.11}$$

ここでσは液体の表面張力, *R*は粉粒体層における毛細管半径で, ランダ ム充填においては次式で求められる。

1) 松本:ファームテクジャパン, 6, 6, 83 (1990)

- 17 -

$$R = \frac{3 \varepsilon}{(1 - \varepsilon)S_0}$$

ここで So, 2はそれぞれ比表面積および空隙率である。

150 造粒不可能 接 触 B 100 角 造粒可能 (deg.) 50 0 0.5 10 ステアリン酸処理濃度(%) H20

関係<sup>2)</sup> (図中のA, B, Cは分散件 を表わす)

図1.8はステアリン酸により表 面処理した水酸化アルミニウム粉 体の高速攪拌浩粒におけるステア リン酸処理濃度と⑤および⑥の測 定法で求めた接触角および水中分 散性の関係および浩粒可能限界を 示したものである。

粉粒体の濡れ性に及ぼす諸因子 に以下のものがあるので、測定に 当たって考慮する必要がある。す なわち、(1)表面汚染:粉粒体表面 の吸着物質により濡れ性が変化す る。汚染因子として有機物質、ガ ス組成(蒸気分圧)などがあるが、

逆に接触角測定から製品の清浄度の測定が可能である。(2)親・疎液性部の混 合割合:親液性物質と疎液性物質が混在している場合には混合物の見掛けの 接触角は混合組成、混合状態および粒径比の影響を受ける。この性質は複合 材料の特性評価に利用できる。(3)表面粗さ:粉粒体の表面が滑らかでない場 合には見掛けの接触角は表面が滑らかであると仮定した場合の見掛けの表面 積に対する真の表面積の比の影響を受ける。また粉体は一般に微粉になると 濡れ難くなる。また粉砕や混合などの処理を受けると表面状態が変化し濡れ 性も変わる。

2) 松本他:粉体工学会誌 30, 12, 836 (1993)



(1.12)

- 18 -

#### 1.2 その他の物性

以上のことから品質管理あるいは新素材の評価のために濡れ性測定を行う 場合には、これらの因子の影響に十分注意する必要がある。

#### 1.2.4 ゼータ電位<sup>1)</sup> (Zeta potential)

液体中に粒子が存在している時、液体に電流を流すと粒子が移動したり、 逆に粒子を固定し液体を強制的に流すと液体中に電位が発生したりする。こ のような粒子と液体の相対運動に伴う電気的現象を界面動電現象(Dynamic electrical phenomena at surface) という。この界面動電現象を支配する 主要物性がゼータ電位である。物性という面から見ると粒子と液体が相対的 に動く時、粒子の一部として挙動する粒子近傍の液体と粒子から見て沖合に ある液体との間の辷り面に生じる電位がゼータ電位であり、粒子・液体界面 における荷電量の目安になる。測定に際しては界面動電現象を発生させ、そ こからゼータ電位を求めるという手順をとることになる。図1.9にはゼータ 電位測定の基本となる界面動電現象の概略を示した。まず電気泳動(Electrophoresis) は液体中に正負の電極を設置して電極間に電流を流した時. 粒子が移動(泳動)する現象であり、ゼータ電位の測定には最もよく使用さ れる測定法である。電気泳動からゼータ電位を求めるには粒子の移動速度を 測定し、これを単位電位勾配当たりの速度=電気泳動度(Electrophoretic mobility)Uに変換する。そして次式を使ってゼータ電位を計算するので ある。

$$U = (\epsilon \zeta) / (K \pi \mu)$$

(1.13)

ここで, ε:液体の誘電率 (Electric constant)

ζ:ゼータ電位

K:定 数

μ:液体の粘度

1) 林田:粉体と工業, 20, 6, 36 (1988)

- 19 -



粒子の移動速度の測定には顕微鏡を使用したり、レーザ・ドップラ現象を利 用する方法などがある。

沈降電位 (Sedimentation potential) は液体中に電位差を検出するため の電極をいれておくと粒子が液体中を沈降する時,電極で検出される電位で ある。この現象は今まであまり利用されていなかったが,最近その変形とし て粒子を超音波などの振動場に置いて振動させ,その時発生する電位の変動 を検出してゼータ電位を求めるという方法が出てきている。

電気浸透(Electro-osmosis)は粒子を二つの電極の間に粒子層として固定し、そこに液体を満たして電極間に電流を流すと液体が移動するという現象である。この現象を使った測定装置はほとんどみられない。

流動電位 (Streaming potential) は粒子を二つの電極間に粒子層として 固定し、その粒子層を通して液体を流すと電極間に電位差を発生する。これ を流動電位という。この現象を利用した装置は市販されており、比較的粗い

- 20 -

1.3 粉体特性

粒子や繊維などのゼータ電位の測定に用いられている。流動電位Eとゼータ 電位の関係は次式であらわされる。

 $\zeta = (4\pi\mu\lambda E)/(\varepsilon P) \tag{1.14}$ 

ここで、 λ:液体の導電率 (Electric conductivity)

P:液体を流すために必要な粒子層両端の圧力差

これらのゼータ電位の測定法には固有の問題点もある。例えば電気泳動法 は沈降速度の大きい粒子に対しては適用しにくい。一方流動電位法は粒子間 距離が小さく粒子表面の電位が干渉し合うこともあるし,液体のイオン強度 によってゼータ電位が変動するという共通した問題もある。すべての試料に 適用できるゼータ電位測定法がない現状では,使用する測定法の問題点を十 分理解して測定を行うことが肝要である。

#### 1.3 粉体特性 (Powder properties)

1.3.1 凝集,付着,分散 (Agglomeration, Adhesion, and Dispersion) 最近では微小な粒子を取扱うことが増えてきた。粒子の凝集,付着,分散 の問題は粒子が小さくなると特に重要となる。

**表**1.10は空気中や水中に浮かんだ粒子(体積濃度0.05および5%のもの) および粒子層(50%のもの)の個数濃度(第2行)を粒径別(第1行)に示 したものである。また表中の粒子間中心距離(第3行)は,体積濃度5%の もので説明すると粒子の大きさの2倍換言すれば,隣にある粒子との間隙は 粒子の大きさ分ということになり,少し動けば隣の粒子に衝突することを示 している。表に示したブラウン運動による1秒間当りの移動距離(第4,5 行)と比べてもわかるように微小な粒子ではあっという間に隣の粒子に衝突 する。空気中では衝突すれば約1μm以下の微小粒子では付着するが,液中 では静電気的に反発させることができるので,粒子同士の衝突・合体,すな

- 21 -

1012 n

105 濃

102

10-3 10-2 10-1 1

に対する試算結果)

図 1.10 空気中および水中におけるブラウン

粒 1010

個 108 数

子

度 104 (個/cm)

					粒子分散系の粒子の体積濃度								
				0.05%			5%			50% (空隙率0.5の粉体)			
粒	子	径	(µm)		0.1	1	10	0.1	1	10	0.1	1	10
粒子	粒子個数濃度 (個/cm3)			)	1012	109	10 <sup>s</sup>	1014	1011	103	1013	1012	10 <sup>9</sup>
粒子	中心間	距離	(µm)		1	10	100	0.2	2	20	0.1	1	10
プラウン運動による 1秒当たり移動距離(μm)			空気中	20	6	2	20	6	2	-	-	-	
			水中	2	0.8	0.2	2	0.8	0.2	-		-	

表 1.10 粒子の大きさと個数などの関係(大略値)

わち凝集を防ぐことができる。粒子間に反発力が働かないときの凝集速度は

102 103

初期濃度=∞

10 時間 t (sec) 空気中

10-1 1 10 102 103 104 105

時間 t (sec) 水中

運動による粒子個数濃度の時間的変

化(単分散(粒径のそろった)粒子

次式で推定することができる。

 $1/n - 1/n_0 = 4 \text{kTC}_c t/3 \mu$ 

(1.15)

ここで、naおよびnは粒子の 初期および
t 秒後の個数濃度 (1/m<sup>3</sup>)、kはボルツマン定数 (1.38×10-23 J/K), Tは絶対 温度 (K), C。はカニンガム 補正係数(-)で水中では1, µは流体粘度 (Pa·s) であ る。図1.10はこの式による計 算結果で,これから分かるよ



粒子同士が付着した塊を凝集粒子と呼び、凝集粒子を構成する個々の粒子 を一次粒子と呼ぶ。また凝集粒子をほぐして一次粒子にばらばらにする操作 を分散と呼ぶ。当然ながら強い付着力で凝集したものほど分散させにくい。

- 22 -

1.3 粉体特性

従って粒子同士の間にどのような付着 力が働くのかをまず知っておく必要が ある。図1.11に大きさの等しい球形粒 子の付着力の概略値を示す。空気中で の最も強い付着は液架橋といって粒子 同士の接触部に図1.12に示すような液 (主として水)の橋渡しができること による。そのような液架橋ができるの は粒子表面にあるわずかな不純物(主 として塩類)が空気中の水分を吸うか らである。この液架橋の凹面では負の 圧力が作用し,主としてそのために粒 子間に付着力が生じ,その強さ $F_{t}$ (N)の最大値は等径2球間について 次式で表せる<sup>10</sup>。

 $F_L = \pi \sigma x$  (1.16) ここで、xは粒子径 (m)、 $\sigma$ は表面張 力 (N/m) である。次にファンデルワ ールス (Van der Waals) 力といっ て分子間引力による付着力があり、そ 図 1.12 液架構 の力の大きさ  $F_V$  (N) は等径 2 球間で次式で表せる"。





ここで、Aはハマーカ (Hamaker) 定数で物質によって決まる定数、Hは 粒子間の隙間で通常は 0.4 nm とされる。Aの値は 10<sup>-21</sup>~10<sup>-18</sup> (J) で化学



カの比較



図 1.12 液架橋による等径2球の付着

日本粉体工業技術協会編:"微粒子工学一分散の基礎と応用—", pp. 9–22, 朝倉 書店(1994)

便覧などから求められる。これらの他に静電気力による付着力があるが、これは粒子径の此較的大きい場合に支配的となる"。これらの付着力は図1.11の右下に示す粒子自身に働く重力に比べて極めて大きいことが分かる。

さて、このような粒子間付着力が働くときの粉体層の引張強度  $\sigma_t$ (単位面 積当りの付着力 (Pa))を考えると、小さい粒子ほど単位面積当りにたくさ んの粒子があるので、理論的に  $\sigma_t$ は次式で示すようになる。

$$\sigma_t = \frac{(1-\varepsilon)k}{\pi x^2} \cdot F_1 \tag{1.18}$$

ここで、。は層の空隙率、kは配位数(1個の粒子が平均何個の粒子と接しているかを示す値で、たとえば、k=13.8( $1-\sqrt{1.21e-0.297}$ )のような  $\varepsilon$ との相関式がある)、xは層を構成する一次粒子(粒径のそろった球形粒子)の 値径である。また、F<sub>1</sub>は上で述べた F<sub>L</sub>、F<sub>V</sub>または静電気力<sup>11</sup>を用いればよい。F<sub>L</sub> および F<sub>V</sub> は粒子径に比例するので上式の  $\sigma_i$ は静電気力の場合を除き粒子径に反比例することになる。すなわち粉体層はそれを構成する一次粒子の直径 x が小さいほど強くなる。先に述べた凝集粒子は一種の粉体層と考えられるので、このことから微小な一次粒子からなる凝集粒子は宿命的に分散されにくいといえる。分散の問題に限らず粉体を扱う操作で粒子が微小になるほど取扱いにくくなるといわれるのも実はこの粒子層の強度が増大することに起因することが多い。

粉体の粒径分布測定や分級操作では凝集粒子をできるだけ一次粒子にまで 分散させることが要求される。このような分散操作には種々の分散器が用い られるが<sup>31</sup>,それらの分散機構の代表的なものは図1.13に示すとおりである。 図のa)は障害物の凝集粒子を高速で衝突させるものでもっとも強い分散力 を得ることができる。図のb)はエジェクタに粉体を供給して凝集粒子を気 流で加速させるような場合に相当し、小さい粒子のほうが大きい粒子よりも

2) 粉体工学会編:"粉体工学便覧", pp. 426-431, 日刊工業新聞社 (1986)

-24 -

#### 1.3 粉体特性



図 1.13 代表的な分散機構

軽いために先に進もうとするので分離力が働く。次に図のc)は流体中の速 度勾配によって分散させるものであるが, a)およびb)に比べて乾式では 分散力が弱い。いずれの場合も大きな粒子ほど分散させやすい。特に1µm 以下の微小粒子では分散が困難である。また分散ができても粒子の個数濃度 が高くなったときは図1.10で示した再凝集が起こるので注意を要する。

【問題】 粒子径が 0.1 µm の粒子が空気中および水中(静電反発がないとき)で体 積濃度0.05%(表1.10からその粒子個数濃度が 10<sup>12</sup> 個/cm<sup>3</sup>)で分散しているとき, 1秒後に粒子個数濃度はいくらになるかを図1.10から求めよ。

#### 1.3.2 粉体層剪断特性

粉体層に垂直応力 (Normal stress)  $\sigma$  を加えながら剪断応力 (Shear stress) を徐々に加えてゆくと、ある限界値で層は崩壊する。この限界値は 粉体層が動き始めるあるいは崩れ始める時の応力状態を意味し、粉体の流動 性を評価するのに重要なデータである。

この剪断応力を実測するための試験装置としては Jenike セル"が最も一 般的で ISO 規格<sup>31</sup> にもなっている。Jenike セルによる剪断試験は、その実 験手順に特徴がある。図1.14に示したように二つの円筒形のセルを重ね、中 に試料粉体をできるだけ均一に充填した後、上蓋を乗せ、これに往復ねじり

1) Jenike A. W. et al.: Proc. ASTM, 60, 1168 (1960)

- 25 -



図 1.14 Jenike 型剪断試驗装置の概略

(ツイスト)を加えながら圧密する。次に垂直方向に予圧密圧 (Pre-consolidation stress)  $\sigma_p$ を加えながら上部の可動セルを約 0.04 mm/s の変位速 度で剪断方向に移動させて予備剪断し,定常すべり状態になったことを確認 する。さらに予圧密圧よりも小さな垂直応力  $\sigma$ を上蓋に加えながら上部セル を剪断方向に変位させて,粉体層が剪断すべりを生じたときの剪断応力  $\tau$ を 求める。同じ予圧密圧について加える垂直応力  $\sigma$ を変えて多数回の測定を行 い,垂直,剪断各応力を横軸,縦軸にとった応力平面上に,剪断すべりを生 じた際の  $\sigma \ge \tau$ を描けば図 1.15 のような破壊包絡線 (YL) (Yield locus) あるいは粉体崩壊曲線 (PYL) (Powder yield locus) と呼ばれる曲線が得 られる。同じ実験手順を使えば平行平板型剪断装置のような他の形式の装置 でも同様な実験結果が得られる<sup>a</sup>。

一般的に粗粉については YL が直線に近いので、 $\sigma$ 軸に対する YL の傾斜 角である内部摩擦角 (Coefficient of internal friction)  $\mu$  の値で流動性を 評価できる。また図1.15に示したように応力平面の原点Oを通り、YL に接 する Mohr 応力円の最大主応力 f は単純崩壊応力と呼ばれ、この f より次 式で流動度 FI (Flow index) が算出できる。

 $FI = f/\rho_b g = f/(1-\varepsilon)\rho_p g \tag{1.19}$ 

ここで  $\rho_b$  は粉体層のかさ密度 (kg/m<sup>s</sup>),  $\rho_p$  は粉体の粒子密度 (kg/m<sup>s</sup>),

3) 廣田他:粉体工学会誌, 22, 3, 144 (1985)

<sup>2)</sup> 杉田:粉体と工業, 25, 2, 57 (1993): ISO 11697 (1994)

1.3 粉体特性



図 1.15 破壊包絡線 (yield locus; YL) と単軸崩壊応力 f

εは空間率(−), gは重力加速度(m/s²)である。この流動度 FI(m)は 粉体柱が外力を受けずに直立できる最大高さを意味し、粉体の流動性の良否 を表す指標となる。

また図 1.15 に示した予圧密時の Mohr 応力円の最大主応力  $\sigma_1$  を単純崩 壊応力 f で割った  $\sigma_1/f$  をフローファクター FF (Flow factor) と呼ぶ。 この FF の値が大きいほど流動性が良いことを表し、流動性の評価に用いら れる。

1.3.3 流動性 (Flowability)

[1] 流動性の定義と表現

粉体は固体粒子の集合体でありながら、バルクの固体と異なり液体や気体 と同様に流動するという点が粉体としての大きな特長の一つである。粉体の 流動性とはその流れ易さを示すものであるが、粉体の挙動に影響を及ぼす因 子が多くかつ複雑に関係しているために流体の場合のように一般的な定量的 記述を行うことは困難である。粉体の動的挙動は基本的には粒子間相互作用

- 27 -

種		類		現象または操作	流動性の表現		
重	力	流	動	ビン,ホッパからの流出,シュート,砂時 計,容器回転型混合機,移動層,充填	流出速度,壁面摩擦 角,安息角,流出限 界口径		
機材	成的引	鱼制闭	题	粉体攪拌, チェインコンベア, スクリュー コンベア, テーブルフィーダ, リポンミキ サ, ロータリフィーダ, エクストルーダ	内部摩擦角,壁面摩 擦角,搅拌抵抗		
振	動	流	動	振動フィーダ,振動コンペア,振動ふる い,充塡,流出	安息角, 流出速度, 圧縮度, 見掛け密度		
Æ	縮	流	動	圧縮成型, 打錠	圧縮度,壁面摩擦 角,内部摩擦角		
流	動(	七 流	動	流動層, 空気コンペア, エアスライド, 通 気振動乾燥, 通気攪拌, フラッジング	安息角, u <sub>m1</sub> , 通気 抵抗, 見掛け粘度		

表 1.11 流動現象の分類とそれに対応する流動性の表現

と粉体層の充填構造によって決まると考えられるが,実際の粉粒体プロセス における流動現象の様式は様々である。これは粒子に作用するエネルギーに より表1.11のように①重力流動,②機械的強制流動,③振動流動,④圧縮流 動,⑤流動化流動の五つに分類され,それぞれの状態に即した流動性の表現 法が用いられている。

[2] 流動性の測定方法

重力流動が支配的となる容器からの粉粒体の流出については,流出速度の 大きさと変動幅あるいは閉塞限界寸法などが流動性の指標となる。また重力 場において粉体層の自由表面が限界応力状態にある時のその面と水平面との なす角として定義される安息角も流動性の評価方法の一つとして一般によく 用いられる。この安息角の測定方法には図1.16にあるように注入法,排出法, 傾斜法があり,流動性のよい粉体ではこの順に安息角が大きくなる傾向があ る。

1.3 粉体特性



機械的な攪拌や振動, 圧縮あるいは流体による流動化についてもそれぞれ に対応した流動性の評価が行われている。攪拌や流動化流動の場合は粉体層 内の攪拌羽根にかかる回転トルクが流動性の一つの指標となる。圧縮流動に ついては実用的にはピストンやタッピングを用いて, 圧力 p (またはタッピ ング回数 n) と見かけの容積減少度 C の比と p (または n) のそれぞれの増 分の比率が流動性と関連している。振動に関連しては次の実験式で求められ るふるい流動性指数 kが一つの目安となる。(W(t/h):重量流出速度,  $\rho_p$ (t/m<sup>3</sup>):粒子密度,  $D_4$ (mm):ふるい目開き, x(mm):粒子径)

$$\frac{W}{\rho_p} = k \cdot D_e^{a,\tau} \cdot x^{-a} \tag{1.20}$$

また剪断試験から求められるフローファクター FF (1.3.2, p. 27参照) も流動性の目安とされている (表 1.12)。

総合的評価方法としては Carr の提唱に基づいた流動性指数(Flowability index) と噴流性指数 (Floodability index) での評価法がある。流動性指 数は粉体の排出時の流れ易さを表すもので安息角, 圧縮度, スパチュラ角, 凝集度(または均一度)の測定値より表を用いて簡単に求めることができる。 一方噴流性指数はフラッシング現象の起こりやすさを示すもので, 同様にし

フローファクター FFの値	流動性
<i>FF</i> <2	きわめて付着性が強く流出しない
$2 \lt FF \lt 4$	付着性が強い
4< <i>FF</i> <10	容易に流出する
<i>FF</i> >10	自由に流出する

表 1.12 フローファクター (FF) と流動性の関係





- 30 -

1.3 粉体特性

て崩壊角,差角,分散度,ならびに流動性指数より求められる。これらは多 数粉体の取扱いの経験から得られたもので,理論的根拠はないものの複数因 子の測定値を組み合わせて流動性を数値化した点に意味がある。図1.17はこ の方法に基づく測定装置パウダテスタ(ホソカワミクロン製)を用いて求め た流動性指数と限界流出長さ(架橋による流出停止位置の排出口幅)の関係 を示したものである。このようにこの流動性指数と他の流動現象との間に様 々な相関が得られている。

#### <参考文献>

1) 粉体工学会編:粉体工学便覧, pp. 142-153, 日刊工業新聞社(1986)

#### 1.3.4 粉体層充填特性

粉体を貯槽や容器,型などに充填するときの特性は粉体を取扱う基本操作 としてばかりでなく,簡単に測定できる粉体物性の一つとしても重要であ る。粉体の充填状態を表す指標として,次のように定義される粉体層内の粒 子間空間体積の比率を表す空間率(空隙率) ε (Void fraction) が用いら れる。

 $\varepsilon = 1 - \rho_b / \rho_p = 1 - M / (\rho_p V) \tag{1.21}$ 

ここで $\rho_b$ は粉体層のかさ密度(kg/m<sup>3</sup>), $\rho_p$ は粉体の粒子密度(kg/m<sup>3</sup>), Mは充塡された粉体質量(kg),Vは粉体層のかさ体積(m<sup>3</sup>)である。な お充塡状態を表すのに粉体層内の粒子体積比率を表す充塡率  $1-\varepsilon$ (Packing fraction)を用いることもある。

均一径球形粒子の規則充填(Regular packing)の場合,空間率 «は立方 配列で 0.476,正斜方配列で 0.395,楔形四面体配列で 0.302,最も密に詰ま る菱面体配列で 0.259 となることが幾何学的に知られている<sup>0</sup>。しかし実際 の粉体では、たとえ粒径がそろっていても規則充填をすることは少なく、粒

- 31 -

<sup>1)</sup> 例えば三輪茂雄: "粉体工学通論", pp. 31-34, 日刊工業新聞社 (1981)

子の自重と粒子間付着力の関係から空間率は粒径によって異なる。同じ条件 で充塡した粒径のそろった粉体層の空間率 $\approx$ は粉体の粒径xが限界粒径 $x_e$ 以上であれば粒径に無関係に一定値 $K_1$ を示すが、それ以下では粒径の減少 とともに増加し、次の Roller の式<sup>21</sup>が実験的に成立する。

$$\varepsilon = K_1 \qquad (x \ge x_c) \qquad (1.22)$$

$$\varepsilon = \frac{1}{1 + K_2(x/x_e)^n} \quad (x \le x_e) \tag{1.23}$$

ここで  $K_1$ ,  $K_2$  は充塡条件や粉体の種類によって決まる定数, n は空間率  $\varepsilon$  の粒径依存性を表す指数であり, 一般に 0.1~1の値を示す。

また粉体は一般に粒度分布を持ち,粒度分布の違いによっても空間率が変 化する。Furnas<sup>31</sup> は大小2成分粒子混合層の空間率 ∈ を,大粒子1の隙間 を小粒子2が埋めるという考えに基づく次式と



$$\varepsilon = 1 - \frac{1 - \varepsilon_1}{V_1} \qquad (1.24)$$

小粒子充填層内部に大粒子が混 ざった状態を表す次式とで表現 した。

$$\boldsymbol{\varepsilon} = 1 - \frac{1 - \boldsymbol{\varepsilon}_2}{1 - V_1 \cdot \boldsymbol{\varepsilon}_2} \quad (1.25)$$

ここで  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$ はそれぞれ大粒子 1と小粒子2を単独で充填した ときの空間率,  $V_1$ は大粒子の体 積基準混合分率である。図1.18 に  $\epsilon_1 \ge \epsilon_2$  が 0.35, 0.4, 0.45, 0.5 の場合の計算結果を示す。

- 2) 荒川:粉体と粉末冶金, 15, 1, 55 (1968)
- 3) Furnas C. C.: Bur. Mines Rept. Inv., 2894, 4873, 1 (1928)

32 -

大小粒子を混合すれば大粒子間の隙間に小粒子が入り込むために空間率 ε が 減少し空間率が最小値を持つことが分かる。これらの式は粒径比が大きな 2 成分充填層の結果を求める式であり、粒径比や連続的な粒度分布も考慮した モデルが大内山ら<sup>0</sup> や鈴木ら<sup>50</sup> によって提案されている。これらのモデルに よる計算結果によれば、一般的には粉体の粒度分布幅が広くなる方が空間率 は減少するが、微粉が多くなると Roller の式からも分かるように微粉の空 間率が大きいために逆に空間率が増加する場合もある<sup>90</sup>。

充填特性を表すもう一つの指標は粒子1個あたりの接触点数すなわち配位 数 Nc (Coordination number)である。規則充填の場合は立方配列で6, 正斜方配列で8,楔形四面体配列で10,最も密に詰まる菱面体配列で12とな ることが幾何学的に求められている<sup>n</sup>。均一径球形粒子ランダム充填層の場

式	提出者	発表年	
$Nc=3.1/\varepsilon$	(1)	Rumpf	(1958)
$Nc = 2e^{2.4(1-\epsilon)}$	(2)	Meissner et al.	(1964)
$s=1.072-0.1193Nc+0.00431Nc^{2}$	(3)	Ridgeway et al.	(1967)
Nc=22, 47-33, 39e	(4)	Houghey et al.	(1969)
$Nc =  8\pi/(0.727^3 \times 3)  (1-\varepsilon)^2$	(5)	長 尾	(1978)
$Nc = 1.61 \varepsilon^{-1.48}$ ( $\varepsilon \le 0.82$ )-	6.00	1.1-1-1	(1968)
$Nc = 4.28 \times 10^{-3} \varepsilon^{-17,3} + 2$ $(0.82 \le \varepsilon) - $	(6)	甲坦ら	
$Nc = 26, 49 - 10, 73/(1 - \epsilon)$ ( $\epsilon \le 0, 595$ )	(7)	Smith et al.	(1929)
$\begin{array}{ll} Nc \!=\! 20,7(1\!-\!\varepsilon)/\pi\!-\!4,35 & (0,3\!<\!\varepsilon\!\le\!0,53)\!-\!\\ Nc \!=\! 36(1\!-\!\varepsilon) & (0,53\!\le\!\varepsilon)\!-\!\\ \end{array}$	(8)	後藤	(1978)
$Nc = \frac{2.812(1-\varepsilon)^{-1/\delta}}{(b/x)^2 \left[1+(b/x)^2\right]}$	(9)	鈴木ら	(1980)
$(b/x) = 7,318 \times 10^{-2} + 2,193\varepsilon - 3,357\varepsilon^2 + 3,194$	1s <sup>3</sup>		
$Nc = (32/13)(7-8\varepsilon)$	(10)	大内山ら	(1980)

表 1.13 均一径球形粒子充填層の配位数 Nc と空間率 = との関係式

4) Ouchiyama et al.,: Ind. Eng. Chem. Fundam., 20, 1, 66 (1981)

5) 鈴木ら: 化学工学論文集, 10, 6, 721 (1984)

6) 鈴木ら:粉体工学会誌, 22, 9, 612 (1985)



図 1.19 表 1.13 に示した式で計算した空間率 ε と配位数 Nc の関係

合には表1.13に示したように空 間率 ≤ から配位数 Nc を推定す る式が数多く提案されているが, 図1.19のように計算結果は必ず しも一致しない<sup>8)</sup>。電算機シミ ュレーションによれば同じ空間 率でも異なる配位数の充塡状態 を作ることが可能で充塡条件に あった式で配位数を推定するこ とが重要であろう。

粒度分布を持つ球形粒子充 塡層の配位数推定モデルも提

案されている<sup>(0,10)</sup>。これらによれば粒度分布があっても平均配位数はあまり 大きく変化しないが,大きな粒子に着目した際の配位数は粒度分布が広がる ほど増加し,逆に小さな粒子に着目した際の配位数は減少して2に近づいて いくことが報告されている。

#### 1.3.5 粒子充填層内透過流動

粒子充填層に気体や液体などの流体を透過させる現象は、濾過、触媒反応、 吸収・洗浄、乾燥、集塵などの工業操作の基礎としてばかりでなく、粉体の 比表面積を測定する方法としても重要である。層流条件での実験結果につい ては D'Arcy が次式で整理し、平均流速 u (=単位時間当たりの流量 (m<sup>3</sup>/ s)/流体が透過する粒子層断面積 (m<sup>2</sup>)=(m/s)) を,長さ L (m)の粒子層に

べ7) 例えば三輪茂雄: "粉体工学通論", pp. 31-34, 日刊工業新聞社(1981)

<sup>8)</sup> 鈴木ら:粉体工学会誌, 25, 4, 204 (1988)

<sup>9)</sup> Ouchiyama et al.: Ind Eng. Chem. Fundam., 19, 4, 338 (1980)

<sup>10)</sup> Suzuki et al.: Powder Technol, 44, 3, 213 (1985)

1.3 粉体特性

よる圧力損失 dp (Pa) と流体の粘度  $\mu$  (Pa·s) から求められることを示した。  $u = K dp / \mu L$  (1.26)

ここでKは透過率 ( $m^a$ ) で粒子層の物性に依存する定数である。内径 d (m) の円管内の透過流動について Hagen と Poiseuille は、この K  $d^a/32$  と なることを導いた。Kozeny と Carman は粒子充塡層内の空隙を均一な形 状の屈曲した流路の集合体と考え、次式を導いた。

$$u = \frac{1}{k} \frac{\varepsilon^3}{S_v^2 (1 - \varepsilon)^2} \frac{\Delta p}{\mu L}$$
(1.27)

ここで $\varepsilon$ は粒子充填層の空間率(-), Sv は層を形成する粒子の体積基準の 比表面積( $m^2/m^3$ ), kは粒子の形状と空間率に依存する Kozeny 定数と呼 ばれるもので,近似的には 2.5 を用いるのが一般的である。

Kozeny-Carman 式は Reynolds 数 (*Re*) が 3.33 以下の層流条件下でし か使用できない。層流から乱流までの広い範囲 (0.33<*Re*<333) で粒子充 填層の圧力損失 *Δp* を推定するのには次のような Ergun の式が用いられる。

$$\frac{\Delta p}{L} = 150 \frac{(1-\varepsilon)^2 \mu u}{\varepsilon^3 x_s^2} + 1,75 \frac{(1-\varepsilon)\rho u^2}{\varepsilon^3 x_s}$$
(1.28)

ここで $\rho$ は流体密度(kg/m<sup>a</sup>),  $x_s$ は粒子の比表面積径(m)である。 この Ergun 式の右辺第1項は層流部分を,第2項は乱流部分を表している。 式中の150と1.75の二つの値は多くの実験結果に基づく実験定数であり,理 論的に定められた値ではない。

- 【問題】 粒子密度 2500 kg/m<sup>3</sup> の粒子からなる空間率 0.625, 厚さ 7.3 mm の粉体層 に水温 22.2°C の水を毎分 2.04 mm の速度で透過したところ, 3.33 kPa の圧力損 失が生じた。粉体の体積基準の比表面積 Sv と質量基準の比表面積 Sw, および比 表面積径 x<sub>4</sub> を求めよ。
- [ヒント] 水温 22.2°C の木の粘度µは 0.954 mPa-s である。Kozeny-Carman 式 を Sv を求めるように変形し、値を入れて計算する。

#### 1.4 粒子の運動

流体中を浮遊する球形固体粒子に対する運動方程式は次式で与えられる。

$$\frac{\pi}{6} x^{s} \rho_{p} \frac{d\boldsymbol{v}}{dt} = \frac{\pi}{8} \rho C_{D} (\boldsymbol{u} - \boldsymbol{v})^{2} \frac{(\boldsymbol{u} - \boldsymbol{v})}{|\boldsymbol{u} - \boldsymbol{v}|} x^{2} - \frac{\pi}{6} \rho x^{3} \frac{d\boldsymbol{u}}{dt}$$
$$+ \frac{\pi}{12} \rho x^{2} \left(\frac{d\boldsymbol{u}}{dt} - \frac{d\boldsymbol{v}}{dt}\right) + \frac{3}{2} x^{2} \sqrt{\pi \mu \rho} \int_{t_{0}}^{t} \frac{d\boldsymbol{u}}{\sqrt{t - \tau}} \frac{d\boldsymbol{v}}{d\tau} d\tau + \boldsymbol{F}_{s} \qquad (1.29)$$

左辺は慣性力,右辺の第1項は流体抵抗力,第2項は粒子が流体を加速ある いは減速するときに作用する力,第3項は粒子の見かけ質量の加減速に伴う 力,第4項はバセット(Basset)項で,粒子の加減速に伴って流体に加わった 総運動量の時間変化による力,最後の項は重力等の外力である。強い外力が 作用しない通常の運動では流体の加速度 *du/dt* およびバセット項は無視で きる。また気相系では第3項も省略してよい。

右辺第1項の $C_{p}$ は抵抗係数(Drag coefficient)であり、粒子径基準のレイノルズ数 $\operatorname{Re}_{p}(xv_{r}\rho/\mu, v_{r}=|u-v|)$ の関数として図1.20のように変化する<sup>10</sup>。なお、 $\phi$ は粒子の球形度(=その粒子と同体積をもつ球の表面積/粒子の実表面積)である。球形粒子に対しては次のような実験式が適用される<sup>20</sup>。

$$C_p = \frac{24}{\text{Re}_p} (1 + 0.125 \text{Re}_p^{0.72})$$
(1.30)

$$C_{p} = \frac{21}{\text{Re}_{p}} (1 + 0.286 \text{Re}_{p}^{0.5} + 0.0134 \text{Re}_{p})$$
(1.31)

 $\operatorname{Re}_p \leq 2$ では抵抗力はほぼ流体の粘性力だけで決まるので、Navier-Stokes 式の慣性項を無視して解析的に解くことができ、その結果、球表面での摩擦

<sup>1)</sup> Haider, A. and O. Levenspiel: Powder Technol., 58, 1, 63 (1989)

<sup>2)</sup> 粉体工学会編: "粉体工学便覧", p. 983, 日刊工業新聞社 (1986)

1.4 粒子の運動



図 1.20 抵抗係数 C<sub>p</sub>の粒子レイノルズ数 Re<sub>p</sub>による変化(φ=1:球 形粒子, φ=0.5~0.9:球形に近い非球形粒子, φ=0.025~ 0.4:円板状の非球形粒子)

抵抗力  $2\pi\mu\nu_r x$  と圧力抵抗力(形状抵抗力) $\pi\mu\nu_r x$  がえられ,式 (1.29)の右 辺第1項は次に示すストークス抵抗力に等しくなる。

$$\boldsymbol{F}_{D} = 3\pi \,\mu \boldsymbol{v}_{r} \boldsymbol{x} \tag{1.32}$$

ただし  $v_r = u - v$  (相対速度)。

なお気相系において粒子が小さいか希薄な気体では粒子表面での気体分子の すべりにより実質相対速度が減少し、見かけ上流体抵抗力が小さくなる。さ らに非球形粒子では図1.20に示したように球に比べて流体抵抗力が大きくな る。前者はカニンガム(Cunninghum)のスリップ補正係数 $C_m^{31}$ ,後者は動 力学的形状係数 $\kappa^{41}(スト-2)$ 則の成立する場合は $(x_e/x_{at})^2$ ,  $x_e$ は球相当 径)を用いて、抵抗力の計算に導入される。

$$\boldsymbol{F}_{D} = \frac{3\pi\,\mu\boldsymbol{v}_{r\kappa}\boldsymbol{x}_{e}}{C_{m}(\boldsymbol{x}_{e})} \tag{1.33}$$

3)粉体工学会編:"粉体工学便覧", p. 984, 日刊工業新聞社(1986)
4)粉体工学会編:"粉体工学便覧", p. 337, 日刊工業新聞社(1986)

さて球形粒子でストークス則が成立する最も簡単な場合にもどると、粒子の 1次元運動方程式は次ぎのようになる。

$$\frac{\pi}{6} x^{3} \rho_{p} \frac{dv}{dt} = 3\pi \mu x (u - v) + F_{e}$$
(1.34)

外力として重力と浮力を入れ、定常状態(*dv/dt=0*)を仮定すると、静止流体中での終末沈降速度(Terminal velocity)がえられる。

$$v_t = \frac{(\rho_p - \rho)x^2}{18\mu} \cdot g \tag{1.35}$$

終末沈降速度は粒子が非球形でも測定できるので,この式から逆算してえられる粒子径をストークス径 x<sub>st</sub>という。

なお遠心場や静電場では、それぞれ遠心力、静電気力を外力とすればよい。 ただしこれらの場では場の力が位置によって変わることがある。また 1µm 程度以下の微粒子ではブラウン拡散の影響が無視できなくなるし、乱流では 乱流拡散を生じる<sup>30</sup>。さらに気相系では一般には慣性項も無視できない場合 が多く次の無次元数が重要になる。

$$P = \frac{\rho_p u_0 x^2}{18 \mu D}$$
(1.36)

これを慣性パラメータ (Inertia parameter) あるいはストークス数 (ふつ う慣性パラメータの 1/2) という。ここで  $u_0$  と Dはそれぞれ代表速度およ び代表寸法である。

粒子の濃度が高くなると粒子が流体に影響を及ぼすようになる。このよう な高濃度粒子系で化学反応や都市廃棄物燃焼などに利用される応用上重要な 装置として流動層がある<sup>の,1</sup>。また砂丘の移動や風紋の発生さらに粉体層の 振動に伴う粒子の運動などがある。これらは非平衡非線形物理の新しいテー

- 5) 奥山, 増田, 諸岡: "微粒子工学", p. 105, オーム社(1992)
- 6) 化学工学協会編:"化学工学便覧"(改訂五版), pp. 278-283, 丸善(1988)

7) 奥山, 増田, 諸岡: "微粒子工学", pp. 187-231, オーム社 (1992)

1.4 粒子の運動

マとして取り上げられている<sup>9</sup>。粉体操作においても沈着と再飛散の同時現 象<sup>9</sup> は残された問題であり、また粉体層の振動や流動・堆積に伴って起きる 粒子の偏析<sup>10</sup> (Segregation)は実際上も重要な問題である。たとえば粉粒体 を入れた容器をタッピングすると側壁の影響で粉体の流れが起こり。大粒子 が層上部に小粒子が下部に偏析する<sup>11</sup>。

【問題】

- (1) 粉体の比表面積を y(x) と考えて平均粒子径を表す式を導出せよ。ただし比表面 積形状係数は粒子径 x によらないとする。
- [ヒント] 比表面積は質量(体積)基準で粒子径に反比例する。
- (2) 対数正規分布に従う粉体で,幾何標準偏差が1.6のとき,この粉体の質量中位径 を信頼性95%で誤差±5%以内の精度で求めるには何個の粒子が必要か。
- [ヒント] 表1.4の式(3)~(5)を用いる。β=0, m=6 であるから式(3)より c=3, 対 数正規分布では個数基準でも質量基準でも幾何標準偏差は同じになる。
- (3) 粒子径 10µm, 比重 2 の球形粒子について、1気圧、20°C の空気中での終末沈降 速度を求めよ。また、そのときの粒子レイノルズ数を計算せよ。

[ヒント] この空気の密度は1.2kg/m<sup>3</sup>,粘度は1.8×10-Pa·s である。

8) 早川, 西森, 佐々, 田口:日本物理学会誌, 49, 1, 18 (1994)

9) 松坂, 清水, 增田: 化学工学論文集, 19, 2, 251 (1993)

10) 粉体工学会編:"粉体工学便覧", p. 374, 日刊工業新聞社(1986)

11) 湯蓋, 後藤, 増田: 粉体工学会誌, 32, 2, 89 (1995)



- 40 -