

# Readout

HORIBA Technical Reports

特集 粒子をはかる

January 1992 ■ No.4

---

## 粒度分布測定における分散媒の効果

Effects of Dispersing Medium on  
Measurement of Particle-Size Distribution

千代光彦  
Mitsuhiko CHISHIRO

(Pages43-47)

---



## 粒度分布測定における分散媒の効果

## Effects of the Dispersing Medium on the Measurement of Particle-Size Distribution

千代 光彦

Mitsuhiko Chishiro

## 要 旨

Fraunhofer 回折および Mie 散乱理論を利用したレーザ回折／散乱式粒度分布測定装置は、簡単な操作で、再現性よく、通常数分以内という極めて短時間で粒度分布の測定ができるので、広く用いられている。しかし、試料粉体を適切な状態に分散できなければ、目的とする粒度分布の測定ができない。本稿では、レーザ回折式粒度分布測定装置 LA-500 およびレーザ回折／散乱式粒度分布測定装置 LA-700 を用いて、日本粉体工業技術協会の標準粉体など数種の粉体の粒度分布を測定する際の、適切な分散媒の選択例を紹介する。

## Abstract

Laser scattering particle-size distribution analyzers based on the Fraunhofer diffraction and Mie scattering principles are widely used in the measurement of particle-size distribution. The reasons for their popularity include ease of use, good repeat accuracy, and speed (usually they can produce results in just a few minutes). However, these types of analyzers cannot be used to measure particle-size distribution in samples where it is not possible to disperse the sample powder adequately. This paper introduces some selected examples of dispersants that can be effectively used in the measurement of various types of powdered samples. We have used both the Model LA-500 and LA-700 laser scattering particle-size distribution analyzers to measure the particle-size distribution of several types of powdered samples, including a number of standard powders by The Association of Powder Process Industry & Engineering, Japan.

## 1. はじめに

粉体の持つ重要な特性の1つである粒度分布については公定法として、JIS Z 8901『試験用ダスト』がある。ここでは、エアフィルタ、集じん装置、分級機などの装置の試験に用いる試験用ダストについて規定されており、併せてダストの品質管理のためのふるい法、沈降法、顕微鏡法および光散乱法の4つの測定法が記載されている。

近年、セラミックスやファインケミカルなどの業界において、サブミクロン領域の粒度分布測定のニーズが高まっている。これらの需要家の要望に応える

形で、Fraunhofer 回折や Mie 散乱理論を利用したレーザ回折／散乱式粒度分布測定が最近の主流となっている。当社の、レーザを用いた LA-500 および LA-700 はコンピューターソフトの充実により、簡単な操作で、再現性よく、粒度分布を高精度かつ極めて短時間で測定できると、ユーザーから非常に高い評価を受けている。

しかし、粒度分布測定に当たっては、試料粉体の粒子が凝集しないよう分散媒中に分散しなければ正確な粒度分布は得られない。本稿では、主として日本粉体工業協会の標準粉体数例についてどのような分散媒が良いかを紹介する。

## 2. 測定装置および測定方法

LA-500 および LA-700 の主な仕様を表 1 に示す。測定は、まず装置に内蔵している超音波バスに 150～200ml の分散媒を注入して、内蔵メカニカルスターラーで攪拌しながら粉体試料を少しずつ投入し、レーザ光の透過率を 65～90% に調整する。その後、40w の内蔵超音波を数分間照射することにより、粉体を十分に分散させて粒度分布を測定する。

なお、凝集の強い粉体試料では、測定の前に試料粉体を適量の分散媒に投入後、外部の強力な超音波 (600w 程度まで) を照射して十分に分散させてから、内蔵超音波バスに注入して測定する。なお、測定中は透過率が一定に保持されていることを確認する必要がある。試料粉体が分散媒に溶解する場合には、測定中に透過率が次第に大きくなる。また、測定中に粒子が凝集するなど状態が変化する場合も透過率の変化が起こるので、安定な分散状態を先ず探索することが必要である。

		LA-500	LA-700
測定方式		Fraunhofer 回折及び Mie 散乱	
測定範囲		0.1～200 $\mu\text{m}$	0.04～262 $\mu\text{m}$
測定時間		通常15秒	通常20秒
光源(光学系)		He-Ne レーザ632.8nm 2 mW	He-Ne レーザ632.8nm 2 mW タングステンランプ50W
分散法	攪拌機	内蔵メカニカル・スターラー	
	超音波バス	内蔵超音波、周波数39KHz、出力40W	
	循環ポンプ	最大吐出量600ml/min	最大吐出量1000ml/min
測定セル		フロー式 バッチ式 (オプション)	

表 1 LA-500/LA700の主な仕様  
Main specifications of the Model LA-500 and LA-700

## 3. 分散について

### 3.1 一次粒子と凝集粒子について

粉体を分散媒に分散させた場合、測定者が希望する状態に粉体が分散されないケースが多い。一般に、粉体はこれ以上細かくできない最小の粒子(一次粒子)と、これらの一次粒子が幾つか集まって凝集した粒子(二次粒子)の何れか、あるいは両者の混合したものである。粉体の求めたい粒度分布が凝集粒子径である場合には、その凝集粒子をこわさないように分散媒に分散させて測定すればよいが、一次粒子の粒度分布を測定したい場合には、凝集粒子に物理的な力を加えて、凝集状態を破壊し、かつ一旦ばらばらに分離した一次粒子が測定中に再凝集しないように保持しなければならない。

凝集粒子の破壊には通常、超音波が用いられる。凝集力の強い凝集粒子の場合には、高い出力の超音波を長時間照射する必要があるが、一方、余り高い出力の超音波を長時間用いると、再凝集を起こすことがあるので注意が必要である。実際の測定に際しては、超音波の出力および照射時間を種々変化させて、最小の粒度分布が得られる条件で測定する。

なお、粒子の凝集について疑念がある時には、面倒でも電子顕微鏡の結果と照合するのがよい。

### 3.2 分散媒について

粉体粒子を分散させる分散媒の選択においては、まず第一に粉体粒子が溶解しない分散媒を選ばなければならない。通常、水に溶けないとされている物質の中でも、僅かに水に溶けるいわゆる難溶性の物質であることがある。このような場合、細かい粒子ほど影響が大きく、ひどい場合には微粒子部分が消失して、粒度分布が粗粒子側にシフトする結果が得られることがあるから注意を要する。一般に、水に溶解する可能性のある無機塩の場合には有機溶媒が、また、有機物系の粉体の場合には水系の分散媒が適していることが多い。

また、粉体粒子が分散媒とぬれが悪くて良く分散しなかったり、あるいは一旦分散した粒子が再凝集を起こす場合があるので、安定した分散状態を保持するためには分散媒にヘキサメタリン酸ナトリウムや中性界面活性剤を少量溶解して用いるのがよい。

## 4. 測定例

粉体の代表例として、日本粉体工業技術協会の標準粉体の中から白色溶融アルミナ No.1および No.3、ならびに極微粒タルク、JIS 試験用ダストのタルク 9種および重質炭酸カルシウム17種について、また、磁力によって特に凝集の強い特殊な粉体試料として、日本鉄鋼協会の酸化鉄 JSS 009-1の計 6 試料を選んだ。

一方、代表的な分散媒としてイオン交換水、0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液、0.05%中性界面活性剤(主成分はアルキルエーテル硫酸エステルナトリウム、脂肪酸アルカノールアミド)水溶液、エタノールを選び、上記の粉体との適合性について検討した。

### (1) 白色溶融アルミナ

検討例を表 2 に示す。いづれの分散媒でも、測定粒度分布のメジアン径(D50)

	分散時間(分) (超音波照射時間) 内蔵超音波40W	白色溶融アルミナNo.1 (メジアン径,透過率)	白色溶融アルミナNo.3 (メジアン径,透過率)
イオン交換水	2	1.81(85.5)	10.57(74.2)
	4	1.80(85.6)	10.57(74.4)
ヘキサメタリン酸 ナトリウム水溶液(0.2%)	2	1.78(85.3)	10.53(73.6)
	4	1.79(85.2)	10.45(73.6)
中性界面活性剤 水溶液(0.05%)	2	1.84(85.9)	10.62(74.8)
	4	1.84(85.9)	10.61(75.4)
エタノール	2	1.87(82.6)	10.80(86.8)
	4	1.87(82.5)	10.73(87.1)

(メジアン径(D<sub>50</sub>);単位 μm, (透過率);単位%)

表 2 白色溶融アルミナの分散媒の検討結果  
Effect of dispersion medium on White Fused Quartz

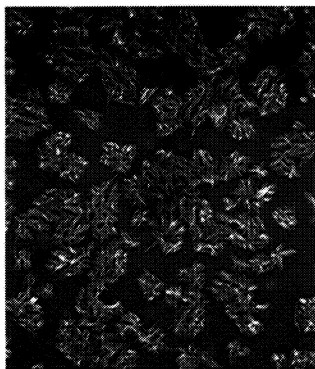
	分散時間(分) (超音波照射時間) 内蔵超音波40W	極微粒タルク (メジアン径,透過率)	ダストNo.9タルク (メジアン径,透過率)
ヘキサメタリン酸 ナトリウム水溶液(0.2%)	2	3.13(95.7)	9.26(82.6)
	4	3.64(90.3)	9.36(78.1)
中性界面活性剤 水溶液(0.05%)	2	4.32(87.3)	9.83(84.5)
	4	4.31(87.5)	9.83(84.6)
エタノール	2	4.82(76.6)	10.13(81.9)
	4	4.76(77.3)	10.04(82.1)

(メジアン径(D<sub>50</sub>);単位 μm, (透過率);単位%)

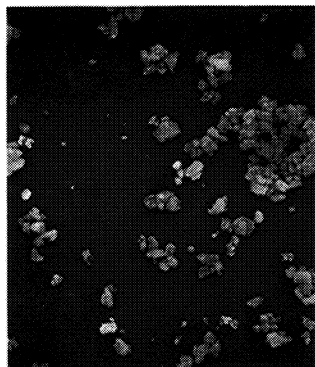
表 3 タルクの分散媒の検討結果  
Effect of dispersion medium on Talc

	分散時間(分) (超音波照射時間) 内蔵超音波40W	ダストNo.17 炭酸カルシウム (メジアン径,透過率)
イオン交換水	1	2.36(74.6)
	2	2.35(75.1)
	4	2.32(75.5)
	10	2.20(76.5)
ヘキサメタリン酸 ナトリウム 水溶液(0.2%)	1	3.52(79.9)
	2	4.03(87.2)
	4	4.18(91.2)
	10	4.21(95.4)
中性界面活性剤 水溶液(0.05%)	1	2.13(75.9)
	2	2.13(76.7)
	4	2.10(76.9)
	10	2.08(77.6)
エタノール	1	2.59(72.1)
	2	2.56(72.1)
	4	2.54(72.0)
	10	2.48(72.3)

表4 炭酸カルシウムの分散媒の検討結果  
Effect of dispersion medium on  
apparent particle diameter of Calcium  
Carbonate



(A)分散媒：0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液  
dispersion medium : 0.2% sodium hexametaphosphate water solution



(B)分散媒：エタノール  
dispersion medium : ethanol

図2 炭酸カルシウムの電子顕微鏡写真  
Calcium Carbonate photograph by SEM

は大差ないが、とくに0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液の場合には、メジアン径が最小となり、最良の分散状態になっていると判断される。

## (2) タルク

検討例を表3に示す。タルクはイオン交換水または0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液では、ぬれが悪く、水表面に浮いて測定できない。0.05%中性界面活性剤水溶液では、試料粉体は完全に分散し、一次粒子への分散が一番進んでいると判断される。

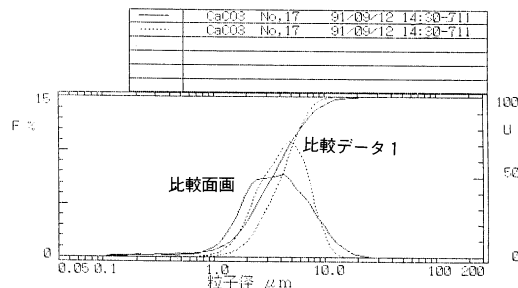
## (3) 炭酸カルシウム

検討例を表4に示す。炭酸カルシウムは純水中では、1.5mg/100g(25℃)H<sub>2</sub>Oの溶解度があり、従って水系の分散媒(イオン交換水、ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液、あるいは中性界面活性剤水溶液)では、測定中に粒子が溶解され、分散時間と共に粒度分布が変化する。ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液の例を図1に示す。これは、測定中に透過率が次第に大きくなっていることとも関係がある。

一方、エタノールでは、測定中のレーザ光の透過率も一定で安定した粒度分布が測定されている。なお、図2に電子顕微鏡写真を示したが、水系(A)の場合、エタノール(B)に比べ微粒子が少なく、水に対する溶解現象を裏付けている。

H O R I B A L A - 7 0 0 ' 1			
PARTICLE SIZE ANALYZER '91/11/7			
【固定問題 / 体積基準】	試料名	ID #	メジアン径 比表面積 (μm) (cm <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup> )
比較画面	CaCO <sub>3</sub> No.17	'91/09/12-14:30-711	3.517 24694
比較データ1	CaCO <sub>3</sub> No.17	'91/09/12-14:30-711	4.212 16702

比較グラフ



比較画面 { 分散媒：0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液  
分散条件：内蔵超音波40W 1分照射

比較データ1 { 分散媒：0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液  
分散条件：内蔵超音波40W 10分照射

図1 炭酸カルシウムの粒度分布測定例(比較データ：0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液、エタノール)  
Particle-size distribution, Calcium Carbonate (Compared with change ultrasonic agitation time)

## (4) 酸化鉄

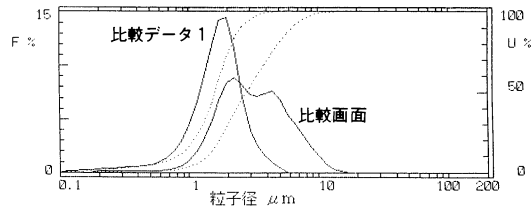
酸化鉄は、磁性を帯びているものが多いため、通常の分散方法では一次粒子への分散ができず、従来、一次粒子の粒度分布測定が不可能であった。加熱処理による消磁法も試みたが、成功しなかった。

しかし、その後、磁性を帯びた粉末を極めて高粘度な分散媒、たとえば高粘度なシリコンオイル中に加えて、乳鉢の中で練り上げると、凝集が次第にほぐ

【固定間隔 / 体積基準】

	試料名	I D #	メジアン径 ( $\mu\text{m}$ )	比表面積 ( $\text{cm}^2/\text{cm}^3$ )
比較画面	Fe203	'91/09/19-12:07-282	2.82	25923
比較データ1	Fe203	'91/09/29-14:27-502	1.61	49809

比較グラフ



— 比較画面 { 分散媒: 0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液  
分散条件: 超音波ホモジナイザー600W 30分照射

---- 比較データ1 { 分散媒: シリコンオイル  
分散条件: 手動攪拌 30分

図3 酸化鉄の粒度分布測定例(比較データ:  
0.2%ヘキサメタリン酸ナトリウム水溶液,  
シリコンオイル)  
Particle-size distribution Iron(III) Oxide  
(Compared with 0.2% sodium  
hexametaphosphate water solution and  
silicone oil)

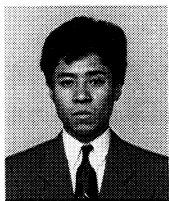
れ一次粒子に分散される。また、シリコンオイルの高粘度のために再凝集が防止され、一次粒子径の分布が測定できることがわかった。検討例を表5に示す。シリコンオイルを用いたものが最良の分散状態と判断される。

図3に水系分散媒とシリコンオイルの粒度分布の比較データを示す。

## 5. まとめ

粉体の粒度分布の測定に当たって、粉体の持っている粒子の凝集状態、濡れ性、溶解度などの特性を考慮しながら、それに相応した分散媒の選択の仕方について述べた。

本稿の例が今後、いろいろな粉体の粒度分布を測定される方々の参考になれば幸いである。



千代光彦

Mitsuhiro Chishiro  
分析センター  
1964年1月17日生  
近畿大学  
理工学部金属工学科

	分散時間(分) (超音波照射時間) 超音波600W	JSS 009-1 酸化鉄 (メジアン径, 透過率)
ヘキサメタリン酸 ナトリウム 水溶液(0.2%)	10	3.80
	20	3.14
	30	2.82
グリセリン水溶液 (50%)	10	4.50
	20	3.85
	30	2.91
	分散時間(分) (手動攪拌)	
シリコンオイル	10	2.80
	20	2.36
	30	1.61

(メジアン径( $D_{50}$ ); 単位  $\mu\text{m}$ )

表5 酸化鉄の分散媒の検討結果  
Effect of dispersion medium on  
apparent particle diameter of Iron (III)  
Oxide





