

◆特集 粒子の大きさと形状の計測技術

# 粒子の大きさの決め方と測り方

How to Determine and Measure Particle Size

椿 淳一郎\*  
JunIchiro TSUBAKI

Key Words : Equivalent Diameter, Sedimentation Method, Laser Diffraction Method, Elector Sensing Zone Method, Ultrasonic Attenuation Method, Stochastic Diameter

## 1. はじめに

その砥粒の大きさはと問われたとき、どのように答えるか。簡単には平均径で、例えば $25\mu\text{m}$ だと答える。すると次には、粗い方はどの辺まであるか、と分布を問われることが多いのではないだろうか。つまり、われわれが粒子の大きさと言う場合は、大きさだけでなくその量も問題にしていい。したがって本来は、粒子の大きさの決め方だけでなく、量の決め方も解説しなければならないが、とても許された紙数には入りきらないので、そちらについては成書<sup>1)</sup>をご覧いただきたい。また一口に平均径といって、頭が混乱するほど様々な定義があるが、頭の体操にもなるので興味のある方は、やはり成書<sup>1)</sup>をご覧いただきたい。

## 2. 大きさを一つの数値で表す

粒子の大きさを一つの数値で表すことは、結構難しいことである。図1をご覧いただきたい。図1では、理想的な粒子として球粒子と立方体粒子を、実在粒子の代表として石灰石を例にとった。球の大きさはと聞かれれば、直径で答えるし、立方体の大きさはと聞かれれば、たいていの人は一辺の長さで答える。では石灰石の大きさはと聞かれると、???となってしまう。石灰石は球や立方体と何が違うか、違いは二つある。一つは形の表現の問題である。「球」「立方体」といえば、誰もが同じ形を思い浮かべる。形を正確に特定できるから、大きさを表す「直径」「一辺」も正確に特定することができる。それに対して石灰石では、形を一言で表現できないし、文章で表現しても連想ゲームのようなもので、それぞれがまちまちの形を思い浮かべるに違いない。もう一つの違いは、形の相似性である。もし石灰石も人間のように、粒子の大きさによらずほぼ同じ形をしていたら、話は簡単になる。デブ・ヤセの誤差はあっても、身

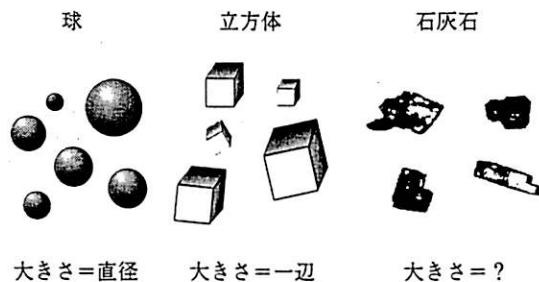


図1 粒子の大きさ

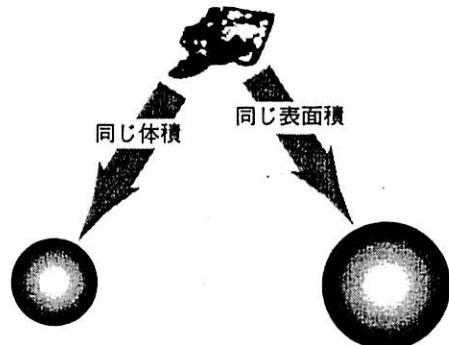


図2 幾何学的な粒子の大きさの決め方

長で人間の大きさはかなり正確に表すことができる。しかし現実は図1の写真のとおりで、何となく共通する特徴は認められるものの、とても相似といえるような形ではない。

では、どうするか。ほとんどの粒子径測定では、粒子を球に置き換えて、置き換えられた球もしくは円の直径(相当径)を粒子の大きさとしている。粒子を球に置き換える方法に対応して、様々な測定方法がある。これが様々な原理の装置が市販されている理由である。

### 2.1 幾何学的特徴による大きさの決め方

図2に示すように、例えば粒子と同じ体積を持つ球の直径を粒子の大きさとする方法で、体積の

\*名古屋大学 (〒464-8603 名古屋市千種区不老町)  
学会受付日 1999年4月9日

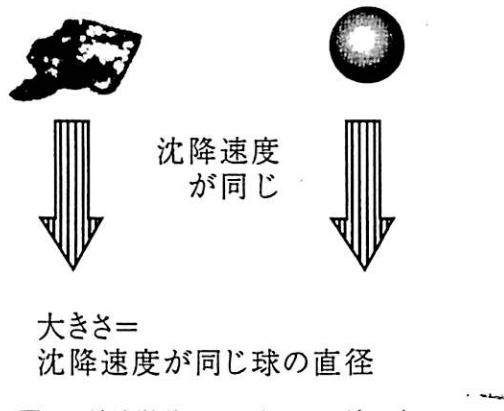
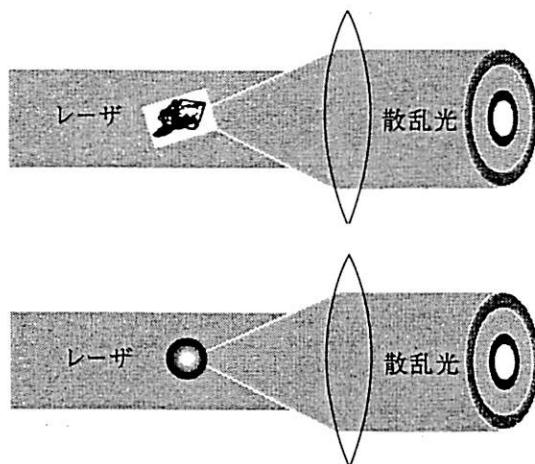


図3 沈降挙動による大きさの決め方

他に表面積や粒子の投影面積、周長が等しい相当径などを定義することができる。粒子画像から粒子径を求めるソフトは、ほとんどの画像処理装置に載せられている。粒子個々の表面積を測定することは、实际上不可能であるが、粒子個々の体積は電気的検知帯法によって測定可能である。電気的検知帯法の原理は、電解液が満たされた検知帯(細孔管内)の電気抵抗が、中を通過する粒子の体積分だけ変化するため、定電流回路につないだ電極の間に細孔管を置けば、管内を通過する粒子の体積を電圧パルスの高さとして検出することができる。この方法によって $\mu\text{m}$ からmmの粒子を測定することができる。

## 2.2 沈降挙動による大きさの決め方

図3に示すように、粒子と同じ沈降速度を持つ、粒子と同じ密度の球の直径を粒子の大きさとするもので、沈降相当径あるいはストークス径と呼ばれる。粒子を液に分散しよく攪拌したのち静置すると、大きな粒子ほど早く沈むために容器内に濃度分布を生じ時々刻々変化していく。この濃度分布の経時変化は、粒子径分布に対応しているので、ある地点での濃度の経時変化を測定すれば、粒子径分布を知ることができ、この方法は一般に液相沈降法と呼ばれている。濃度の経時変化は、沈降量を天秤で測るあるいは吸い上げて粒子濃度を測るなどの直接的な測定の他に、透過光の減衰、透過X線の減衰、圧力や比重の測定によって行われ、粒子濃度の測定法によって液相沈降法は、さらに沈降天秤法、ピペット法、光透過法などと分類される。測定の対象は粒子密度にもよるが、粒子の沈降がストークス則にしたがう $10^{-1} \sim 10^2 \mu\text{m}$ である。微粒領域では沈降速度が極めて遅いため、



粒子の大きさ=  
光の散乱パターンが同じと見なせる球の直径

図4 光の回折散乱挙動による大きさの決め方

遠心場を利用した遠心沈降光透過法、光学的補正のいらないX線透過法が代表的な装置である。この方法は微粒子の粒子径測定に古くから用いられていたが、測定される粒子径の物理的意味が明確であるため、現在も広く用いられている。

## 2.3 光の回折散乱挙動による大きさの決め方

図4に示すように粒子に光をあてるとき、粒子は光を散乱し無限遠方に濃淡の縞模様(回折散乱パターン)を結像する。この回折散乱パターンは、照射光の波長が決まると粒子の大きさと形によって決まるので、回折散乱パターンが最も近い球の直径を大きさとする方法である。体積相当径や沈降相当径の場合は、体積あるいは沈降速度が全く同じ球を選ぶことができるが、この方法では回折散乱パターンが完全に一致する球はあり得ないため、測定された粒子径の物理的な意味にあいまいな部分がある。もう一つの原理的弱点は、これは可視光を使う測定法に共通する問題であるが、粒子の大きさが光の波長と同程度からさらに小さくなると、光の散乱パターンや減衰量に粒子の屈折率が影響を及ぼし始めることである。2.2の液相沈降法で、濃度測定に可視光のかわりにX線を使う主な理由は、光源の波長を短くして屈折率の影響を無くすためである。 $10 \mu\text{m}$ 以上では、屈折率の影響はほとんど無視できるが、 $\mu\text{m}$ から影響が出はじめサブ $\mu\text{m}$ 領域ではしっかり影響が出るため、測定にあたっては試料粒子の屈折率が既知でなければならない。汎用物質の場合は、便覧などに屈折率が記載してあるが、新規合成物、混合物、未

知の試料に対しては大きな障害となる。この障害の解決法も成書<sup>1)</sup>を参照いただきたい。

レーザー回折散乱法は、このように原理的な問題を持っているにもかかわらず、現在最も広く用いられている。第1の理由は、ダイナミックレンジが広いことである。ダイナミックレンジとは、一回の操作で測定できる最小粒子径と最大粒子径の範囲であるが、レーザー回折散乱法では $10^{-2}$

$\sim 10^3 \mu\text{m}$ の間に5桁をカバーしている。5桁というのはmmからはじめると $10^5 \mu\text{m} = 100\text{m}$ となる、すなわち東京タワーの大きさと、タワーの玄関にいる蟻の大きさと同じ装置で測れるということである。また $10^{-2} \sim 10^3 \mu\text{m}$ の範囲は、現在われわれが粉体材料として取り扱っている粒子径範囲と一致している。つまりこれ一台あればOKということである。液相沈降法の場合は上限が数十 $\mu\text{m}$ であるため、それより大きな粒子を含む試料の場合は、あらかじめ測定上限よりも大きな粒子をふるいなどでカットしなければならない。また上限よりも大きな粒子はふるい等により測定し、液相沈降法の結果と併せて粒子径分布を求めるため、 $10^0 \sim 10^3 \mu\text{m}$ の粉体試料を測定しようとすると、とてもなく手間暇がかかる。第2の理由は、測定時間が短いことである。凝集性が少なく水に不溶のものであれば、たいていの試料は試料調整も含めて数分で終わることができる。第3の理由は、操作が簡単で誰でも使えることである。第4の理由は、再現性が良いことである。以上四つの理由で、レーザー回折散乱法は粒子径分布測定法の主流になり、現在新旧のモデルも含めて数十機種が使用されている。

#### 2.4 ふるい目開きによる大きさの決め方

ふるい分け操作によっても、ある大きさ(ふるい目開き)よりも大きな粒子の量、あるいは小さな粒子の量を求めることができる。図5に示すように、粒子が目開きより十分小さい場合は問題ないが、粒子と目開きが同程度になると粒子が目開きを通らない姿勢が出てくるため、粒子が目開きを

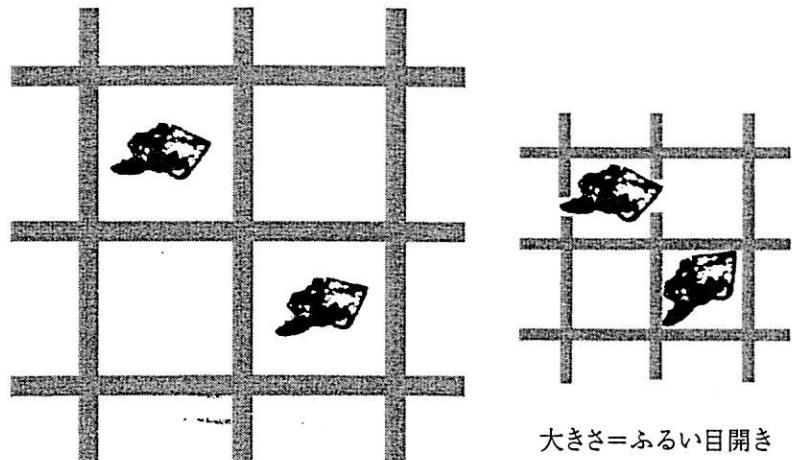


図5 ふるい目開きによる大きさの決め方

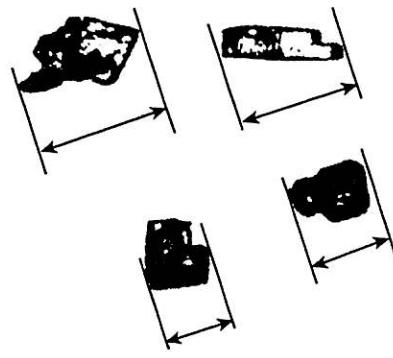


図6 粒子画像からの大きさの決め方

通過するのに非常に長い時間を要する。ふるい分けによる粒子径測定は、手間と時間がかかるが直接測定であるために信頼性の高いデータが得られる。目開きの上限はないが、現在のところ $3 \mu\text{m}$ が下限である。

#### 2.5 粒子画像からの大きさの決め方

粒子画像から粒子径を求める方法には、2.1で説明した面積や周長が等しい円の直径の他に図6に示したような別の方法もある。図6は粒子を任意に定めた平行線で挟み、その間隔を粒子径とするものでフェレー径と呼ばれ、画像処理装置がなくとも粒子画像から粒子径分布を求めることができる。これらの径は粒子姿勢の影響を受けるため、統計的径と呼ばれる。

#### 2.6 超音波の減衰による大きさの決め方

最近注目すべき原理として、超音波減衰法があ

表1 自動化されている汎用装置の大きさと量の決め方

測定法	大きさの決め方	量の決め方
レーザ回折散乱法	回折散乱パターン	回折散乱光強度
遠心沈降光透過法	沈降速度	透過光減衰量
X線透過法	沈降速度	透過X線減衰量
電気的検知法	体積(パルス電圧)	個数計測
超音波減衰法	超音波減衰量	超音波減衰量

げられる。粒子懸濁液に超音波を照射すると、照射された超音波は減衰して伝達されるが、減衰量は粒子体積と粒子濃度、超音波の波長によって与えられる。したがって超音波の波長を変えて減衰量を測定することにより、粒子径分布を求めることができる。本法の特長は、レーザー回折散乱法と同じダイナミックレンジで、物理的意味付けのしっかりした粒子径分布が測定されることである。またレーザー回折散乱法では、粒子濃度は数百ppm程度まで希釈しなければならないが、本法では数十%の濃厚系でもそのまま測定することができる。しかしこれは諸刃の剣で、サンプル量が少ない場合には測定できないことを意味している。

### 2.7 粒子量の決め方

各測定法ごとの大きさの決め方と粒子量の決め方を、表1にまとめて示した。

## 3. おわりに

いくつかの測定原理があると、当然測定原理間の比較をしてみたくなる。著者らは、形や屈折率、

凝集構造等が異なるファインセラミックス粒子を共通の試料として、超音波減衰法を除くすべての原理で測定し、原理間の比較を詳細に行ったことがある。結論だけ述べると、砥粒のように分散性がよく50%径が数 $\mu\text{m}$ 以上であれば、原理間の差は誤差の範囲に収まる、しかしウイスカーのような針状粒子、マイカのような板状粒子でははっきりと原理間の違いが表れる。また $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下の粒子に対しては、まだまだ大きな技術的課題が残されているようである。

駆け足で粒子の大きさの決め方およびそれに関する測定原理を紹介してきたが、60年以降の流れを見てみると、産業界で使われる粉体粒子の大きさは10年で一桁づつ小さくなっている、現在は原子・分子のレベルまで近づきつつある感があり、今後もあらたな原理に基づく装置が開発されていくものと思われる。

### 参考文献

- 1) 粉体工学会編、粒子径計測技術、日刊工業新聞(1994)。