粉末の充填容積に就て^{**}

川上 睦水,* 大塚 幸門,* 篠宮 敏郎*

Investigation on "tap test" of powder

M. Kawakami, T. Ôtsuka, T. Shinomiya

The meaning of the so-called "tap test" on the packing of powder is not plain enough. We investigated the packing state of powder and knew that the tap volumes of powder were influenced under the various conditions. We studied the various problems — the effect of the wetness of powder on the tap volume, the phenomenon of the bridge formation, the relation between the coagulated state and the separated state of powder, the adsorption of the fine powder round the coarse powder, and the effects of the particle shape and the particle size on the tap volumes, etc. —

It is suitable to make the process of the tap test of powder in liquid because the initial charged state is plain and the packing process is not influenced by the variation of wetness. We studied the tap test in liquid with the mechanically operating tester and investigated the various problems above-mentioned.

お 結 言

粉体を取扱う場合吾々は粉末の充填性を知るための所謂タツプテスト（敲打容積試験）を行うことが少なくない。粉末の充填度即ち充填率に対する見解充填容積は充填粉末各粒子間に生ずる多孔性の問題と充填体の空隙率あると考えられ、この點から上記のタツプテストなるものが重要視されているのであるが少くとも今日迄タツプテストの意義は明かにせられていない。筆者等はこの点を少しでも解明するため、他々の角磨から検討を加えて得た結果を発表し、大方の参考に供じたいと思う。今日迄各種粉末に就て得られた結果は否だまちまちであり、又一方実体物体中最も簡單な形である球形に就て実験的及び理論的に得られた結果は充分正確に把握せられているが、何れにしても実用性の上からは殆んど役に立たないものである。

* 本研究は昭和 24 年 10 月 8 日の応用物理・土木・化学機械・応用力学連合講演会、及び昭和 24 年 11 月 5 日 金葉学会に於て発表せるもののうち概ね容積に關する部分である。

* 東光電氣研究所

の液体中に粉末を分散せしめて、自然沈降せしめその充填形式を見れば、液体の電気的性質等によって、粉末の凝集性が変化し、種々の値を得ることも認められた⁽¹⁾。次に充填度を考えるのに、最初に述べた単位重量に対する最少敲打率 (V_T) の他に導入時(敲打操作を殆ど無の場合)の容積 (V_N) を考える。敲打による充填の結果少くとも、真の意味の充填度として、 $(V_N - V_T)/V_N$ (%)を知ることが出来る。然しながら空気中における充填では V_N の値は甚だ再現性のないものであるが、水中に於ては分散粉末が自然沈降した沈降容積がこの V_N の値であり、且つ常に一定値を得ると言う利便があるため、筆者等は主として液中充填の方法を採用した。既に示した空気中における充填状態Fig. 1及びFig. 3に示す有機溶媒(メチル・アルコール)の濃度と充填状態を示す図系の何れを見ても分子様に

Fig. 3

W粉末の有機性溶液中(Methyl alcohol)の濃度変化との関係)の充填状態——0%CH₃OHは純粋の水である。

このことは粗粒子が微細粒子を物理吸着してゆく充分な証拠である。従つて次に述べる粒度と充填度との関係をも含めて上述のことを述べれば、(1) 橋渡しの崩落 (2) 粒子相互間の滑りや回転による結合 (3) 大粒子間の空隙を小粒子を以てする充填という、粉末充填の進行状態に関する一般論の再認識と云うことになる。但し充填度に関する最も重要な粒度との関係を知るため、タンクステン粉末に就て調べた。先ず所謂製法条件及び還元条件に依つて自由に得られる百数十の粉末に就て、その粒度分布状態と充填度 (V_N, V_T) 及び $(V_N - V_T)/V_N$ (%)との関係を検討したが、何等系統的な結果は得られなかつた。尤も粉末製の粒度の分布範囲と分布曲線の形からも判る様に、この二つのものゝ組合せに依つて取り得る充填度に関する自由度は吾々が理論的にも計算出来ないので同様甚だ複雑極まりないものである。尚粒度分析はCalbeek及びHarnerの沈降天秤を改良して、タンクスズン粉末用に最

(1) 川上 応用物理 印刷中

(2) 高橋氏訳: ジョーンズ 粉末冶金学 26頁

も適する様写実した装置で求めた。⁽³⁾⁽⁴⁾従つて筆者等は粉末を分離して検討してみた。先ずタングステン粉末に就て、その種の粉末と之に機械的な分離を行つた粉末とに就て、粒度分布と充填度を検討した結果、前者は粒度が大で且つ敲打最少容積も大である結果を得た。このことは、今日一般に粒子が微細になる程充填度は大であると言う様に考えられていることと矛盾するように見える。このことは然心ながら粉末の凝集状態に關する大きい示唆とも云えるもので、凝集状態如何に依つては却つて好都合な充填を得る場合があることを示すものに外ならない。即ち Fig. 2 に示した粉末の湿度に依る充填度の影響の場合と同様の考察に対する裏書きである。次に粉末を風送法に依つて分離して調べてみると平均 15μ 位の粒度のものは平均 3.0μ 程度のものより、タングステン粉末では充填度が小さく、タングステン酸化物では逆の結果を得た。このことは Photo. 2 に示すタングステン及びその酸化物粉末の電子顕微鏡現象^{***}に依る影響からも分る様に形状の關係が極めて大であるに他ならない。このことを確かめる為比較的形状を呈する海辺の砂と平板状を呈する硫ヒモリブテン粉末とを天々篩別して調べてみた。この結果を Table. 1 に示す。Roller⁽⁵⁾氏は各差粉末に就ての検討から“粉末の充填容積は粒子が 14μ 以上では大きさとは無關係に一定であるが、それより小さい粉末では小さくなる程増加する”と述べているが、

粉末の種類		砂 (比較的球状)				MoS (平板状)			
充填容積		W _T	V _N	V _T	$\frac{V_N - V_T}{V_N} \%$	W _T	V _N	V _T	$\frac{V_N - V_T}{V_N} \%$
粒 度 ($\times$ ミ シ コ)	150~200	1.25	1.60	1.25	21.88	—	0.75	0.625	16.66
	200~250	1.20	1.55	1.20	22.58	—	0.73	0.58	20.55
	250~325	1.30	1.85	1.32	28.65	—	0.75	0.56	25.07
	325~400	1.58	2.38	1.66	30.25	—	0.79	0.55	30.38
	400~475	1.60	2.45	1.78	27.35	—	0.86	0.55	36.05

Tabl. 1 註: W_T ; 空气中に於ける最小敲打容積値 (CC/Gr.)

V_N ; 水中に於ける自然沈降容積値 (CC/Gr.)

V_T ; V_N をその敲打した場合の最小容積値 (CC/Gr.)

$\frac{V_N - V_T}{V_N} \%$; 水中に於ける充填度百分率

Tabl. 1 の結果から判る様に何等意義の

あるものではない。Tabl. 1 の結果は比較的大きい粒子に就て得られたものであるが、この結果は明かに粒度と充填容積の増減關係を示している。液中に於ける充填容積の値を兎も、自然沈降容積 (V_N) は形状の球状又は板状の何れを問はず 200乃至 250 × ツシコの範囲の粒度の所で最小値を示し、粒度が小さくなるにつれて明らかに増加している。然しながら液中の敲打最小容積 (V_T) の値は球状を呈する砂では、自然沈降容積と同様の傾向を示すが、平板状の MoS 粉末では粒度の減小と共に僅かながら小さくなるが殆んど一定である。このことは敲打容積 (Tap Volume) が粉体の形状の影響に依つて大

(3) 川上、大塚 ; 昭和24年11月5日 ; 金属学会に於てタングステン粉末に關する研究第一報として發表 (測定装置)

(4) 川上 ; 応用物理 Vol. 18 (1949) No. 8 ~ 9 (ストークスの式の検討)

*** 島津製薬所に試料を提供して撮影して貰つたもの。

(5) P.S. Roller., Ind. & Eng. Chem., 22; (1930) 1206

きくおされることを示すものに外ならない。一方既の充填状態を表わす $(V_N - V_T)/V_N\%$ の値は、粒度の減少と共に急激に大きくなる。更に又 ZnO , TiO_2 及び SnO_2 等の各種金属酸化物粉末に就て以上の事柄を比較した結果概略的に次の結論を得た。『比較的大きい粉末粒子では V_N の値及び $(V_N - V_T)/V_N\%$ の値は、粉末の形状に依らず粒度が細くなる程増すが、鼓容積率 (V_T) は球状、角状の如く等方状粉末では粒度が細くなる程増加し、平盤状粉末では粒度と共に増減する』以上のことは比較的大きい粒子に就て得られた結果であるが、このことは粒子が微細になると個々の間隙は小さくなるが全多孔性が増加すると云ふ事実に裏書きするものである。然しなげら粒子が之より遙かに微細になると粒度の外に粉末相互の凝集、吸着の現象とそれに伴う橋渡し状態とが複雑になると共に、静電気的も影響も這入つて来るのである。例えばタンクステン粉末 (平均直径 2.5μ) に就て選えし得た時の値のものと、之に分散剤を添加して機械的分離を行つたものとを比較すると、鼓打容積 (V_T) は前者の方が大きい。之は一般に考えられている様に、粉末が微細になれば鼓打容積が増すと言うことと逆に思えるが、既に述べた粉末の湿度に依る影響の場合と同様に、ある凝集状態 (一般に粉末は凝集状態で存在している) のときに却つて充填の緊密度に対して好都合なことが多いと云ふ証左でもある。次に適当な粒度分布範囲を持つたタンクステン粉末に就ての結果の一に就て述べる。即ち Table. 2 及び Fig. 4 で

Table. 2

	W_T	V_N	V_T	$\frac{V_N - V_T}{V_N}\%$	$\frac{W_T}{V_T}$
A	1.70	2.25	1.47	35	1.15
B	1.65	1.95	1.35	30	1.22
C	1.75	2.30	1.57	32	1.11
D	1.58	1.80	1.30	28	1.22

粒度の異なる粉末群に就ての結果であるが、分布型の違う粉末群に於てD粉末が最小の V_T を示し、A及びCは充填容積が大きい。尚 W_T/V_T は粉末の凝集性を知る目安となる値である。又 Table. 3 及び Fig. 5 は水篩法に依つて粉末を分離し 2μ 以下の微細粒子及びコロイド部分を完全に除いたタンクステン粉末に関するものであるが、A及びCの順序に充填容積は減少し、更にA及びBの各粉末を等量混合せる場合 $V_N = 2.28$, $V_T = 1.53$, $(V_N - V_T)/V_N\% = 32.9\%$ と云ふ値を示し、A及びBの各粉末の何れよりも V_T は小さくなる。これは適当な分布状態によつて充填に依る多孔性の減少することを示すものである。以上の粒度分布との関係は甚だ複雑であるが、その粉末の形状と凝集性とが明かに把握出来ればその粉末に於て Tap Test を意識あらしめることが出来るのである。(完)

Table. 3

	V_N	V_T	$\frac{V_N - V_T}{V_N}\%$
A	2.40	1.62	32.5
B	2.22	1.56	29.7
C	1.87	1.31	29.9

Fig. 5