参考資料

アルミナ及び炭化珪素微粉の遠心沈降法による粒度測定*

The Determination of particle size distributions of Al_2O_3 and SiC powders by Centrifuge Sedimentation Method

長谷川 光**
Mitsuru HASEGAWA

日置 宣昭**
Nobuaki HIOKI

小野 昭二**
Shoji ONO

武居 憲吾**
Kengo TAKEI

1. ま え が き

当研究所においては、溶射材、ショウライト（商品名、球状多面体アルミナ）、アルフィット（商品名、前記のうち粒度分布のシャープなもの）、CBN 微粉、炭化珪素微粉、及び電融アルミナ微粉等の粉体製品を扱っているが、これら粉体の諸キャラクターに占める粒度分布の重要性についてはいうまでもない¹⁾。

上記の粉体製品の例では、その粒度分布は105~0.1ミクロンの範囲であり、その粒度分布、及び測定目的等に応じてマイクロシープ法²⁾、光透過法、及びコールター・カウンター法により測定を行なっているが、最近レーザー法による粒度測定装置を導入、粉砕物等、粒度分布巾の広い粉体でも迅速に粒度分布を測定することが可能となった。種々の測定器を併用する場合、測定器間のバイアスが問題となるが、前記のアルフィットを用いてマイクロ・シープを除く測定器による重量平均径の測定値間の関係を求めたところ、5~10ミクロン程度の粒度では、よく一致する。

2. 遠心沈降法による粒度分布測定法

前述の粉体製品の主力は10ミクロン以下のものであり、需要がだんだん細目により、またサブミクロンの粒度分布が重視される傾向がある³⁾。このような需要に対処するため、0.01~30ミクロンの測定が可能な遠心沈降式粒度分析装置、DISC CENTRIFUGE MKⅢ⁴⁾を導入、測定を行なっている。この装置は分取機構と光電的測定機構とを備えており、一般の品質管理等には光電法で十分であるが、重量分布を求めるには分取法が必要である。分取法はかなりの測定ロードと時間とを要するの

Fig. 1 粒子径と換算係数との関係

で、必要な物質につき、光電的濁度を重量濃度に換算するための係数を求めておけばよい。Fig. 1 にアルミナと炭化珪素につき、このような例を示す。

Fig. 1 において縦軸の重量は分取結果から得られる一定の粒度域内の重量の幅 1 ミクロン当りの平均重量を意味し、また、その濁度はレコーダーに表われた光電的濁度の対応する粒度域に於ける平均値である。縦軸の値が一定値とならないのは吸光係数によると考えられる。この場合、分取法は 2% の試料懸濁液 1 ml を 40 ml の 4000 RPM で回転する沈降液（グリセリンの 30% 水溶液）の上部に加え、一定の粒子径以上の粒子が沈降する時間の

昭和56年7月29日受付

*粉体工学会第17回夏期シンポジウム 7月21日

**昭和電工株式会社塩尻研究所 〒399-64 塩尻市大字宗賀1
TEL 02635-2-3194

Fig. 2 アルミナの換算係数を用いた測定例

Fig. 3 炭化珪素の換算係数を用いた測定例

Fig. 4 各種アルミナ粉碎微粉の粒度分布測定例

1	◆ RW 粉碎, 分級品	$d_{50}=1.3\mu$
2	• WA " , "	1.4 μ
3	◎ RW " , "	1.7 μ
4	× SRW " , "	2.0 μ
5	▲ RW } ジェット, "	2.4 μ
6	+ WA } ミル粉碎, "	2.6 μ
7	° SRW 粉碎, "	2.8 μ
8	▽ RW " , "	3.5 μ
9	□ WA #3000	4.5 μ

Fig. 5 各種アルミナの粒度分布測定例

1	• バイヤー・アルミナ A-43, 1 μ F	$d_{50}=0.38\mu$
2	° バイヤー・アルミナ AL-160 SG	0.44 μ
3	◎ ショウライト M-0.8	0.96 μ
4	+ ショウライト M-1	1.2 μ
5	× ショウライト M-1	1.3 μ
6	□ ショウライト M-2	2.0 μ

Fig. 6 各種炭化珪素微粉の粒度分布測定例

1	× α -sic 試作品	$d_{50}=0.44\mu$
2	• β -sic 外国品	0.51 μ
3	◎ α -sic 試作品	0.53 μ
4	○ β -sic 市販品	0.56 μ
5	▲ α -sic "	0.58 μ
6	+ α -sic 外国品	1.25 μ

経過後に、一定の粒子径以下の粒子を懸濁する沈降液をぬき出し、白金四に移し、砂浴上で約4時間、蒸発乾固した後、バーナーで灼熱して定量することにより行なった。また、対応する光電的濁度法のデータは上記の分取時に同時に得られるものを主として用いた。

Fig. 2, 3 は Fig. 1 の換算係数を用いて光電的測定結果から重量分布を求めた例である。この場合、累積重量分布は重量換算粒度分布曲線と x 軸とで囲まれた面積を100%として算出した。

Fig. 7 SEM 写真 (Fig. 4, 試料 No. 2 に対応) $5\mu\text{m}$

Fig. 8 SEM 写真 (Fig. 5, 試料 No. 6 に対応)
「球状粒子は $1.1\mu\text{m}$ の標準粒子」

3. アルミナ及び炭化珪素の粒度分布測定例

前述の方法により各種の耐火及び研磨用アルミナ微粉

Fig. 9 SEM 写真 (Fig. 6, 試料 No. 1 に対応)
「球状粒子は $1.1\mu\text{m}$ の標準粒子」

の重量積算粒度分布を求めた例を Fig. 4 に示す。

Fig. 5 は前述のショウライト、及びショウライトを合成する際に用いるシード（バイヤーアルミナ）の測定例であり、Fig. 6 は市販の α 及び β -SiC、当研究所で試作した α -SiC 微粉の測定例である。

参考までにこれらの各試料に対応する SEM 写真の例を Fig. 7, 8, 9 に示す。

4. おわりに

5 ミクロン以上の粒度の測定は比較的容易であるが、それ以下の場合、主として分散法の問題が生じて困難となる。上記の測定法も例外ではないが、現在では有力な方法といえよう。

引用文献

- 1) セラミックス基礎工学講座小委員会：セラミックス，16 [4]，294 (1981)
- 2) J. Hidaka and S. Miwa: *Powder Tech.*, 24, 159 (1979)
- 3) 井伊谷鋼一：静電気学会誌，1 [3]，154 (1977)
- 4) I. Fraser: *Chem. Eng. World*, 14 [2]，73 (1979)