

粉体の化学(7)粉体充填体積測定値の再現性

KAWAKITA, Kimio / TSUTSUMI, Yuhbun / 津々見, 雄文 / 川北, 公夫

(出版者 / Publisher)

法政大学工学部

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

Bulletin of the Faculty of Engineering, Hosei University / 法政大学工学部
研究集報

(巻 / Volume)

3

(開始ページ / Start Page)

36

(終了ページ / End Page)

42

(発行年 / Year)

1966-03

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00004272>

粉体の化学

第7報 粉体充填体積測定値の再現性

教授 川北公夫, 助教授 津々見雄文

Chemistry of Powders

[VII] Reproducibility of Measured Volume of Powder

Kimio KAWAKITA, *Professor*

Yuhbun TSUTSUMI, *Assistant Professor*

1. ま え が き

粉体の特徴はいろいろあるが、その特徴の一つに体積の測定値に再現性がよくないという問題がある。体積の値を一定に得るということは、粉体の体積を科学的に取扱う為にも必要であり、また工業的には粉体製品を充てん包装する場合、粉体を圧縮成型する場合などにおいてどうしても必要な事項である。

粉体の充てん体積のバラツキに関しては、これまでにいささか述べられたものもあるが¹⁾、その再現性を比較したり、またどのくらいであるかという定量的な測定をした報告は見当たらない。われわれは一定容器にいろいろな粉体をいろいろな方法で充てんし、くり返し行なった場合の測定値のバラツキを調べた。

2. 方 法

測定方法は体積目盛りのついたガラスシリンダーに次の(A)~(M)の各方法で各種の乾燥粉体を充てんし、すべて10回くり返して体積を測定した。

(A): 容器の上からロートで注ぎ入れる。この場合ロートの出口の径は5 mm, ロートの高さ一定で、容器の底からロートの出口まで約18 cm.

(B): (A)の方法で充てんしたものを容器ごと一たん逆転して元に戻したときの体積をよむ。

(C): (A)の方法で注ぎ入れたものを約1 cmの高さで10回タッピングを行なう。ただし手動により木製の台の上で行なった。

(D): 上記のタッピングを50回行なう。

(E): (A)の方法で注ぎ入れたものに、上から10 g/cm²の加圧に相当する重さの底の平らな棒を静かにのせる。

- (F): 上記 (E) の方法に, 更に 30 g/cm^2 の荷重に相当するように, 棒の上に分銅をのせる。
 (G): 上記 (F) の方法に, 更に分銅を追加して 50 g/cm^2 の荷重にする。
 (H): 図 1. 右に示したタッピング装置により (A) の方法で注ぎ入れたものを 1 cm の高さで 10 回タップする。
 (I): 上記 (H) と同じタッピングを 50 回行なう。
 (J): (A) の方法で注ぎ入れたものを, 図 1. 左に示した微振動装置により, 振動数 50 cycle/sec . 振幅 0.5 mm で垂直方向に 10 秒間振動する。
 (K): 上記 (J) と同じ振動を 30 秒間行なう。
 (L): 上記と同じ装置で, 同じ条件で水平方向の振動を 10 秒間行なう。
 (M): 上記 (L) と同じ水平振動を 30 秒間行なう。

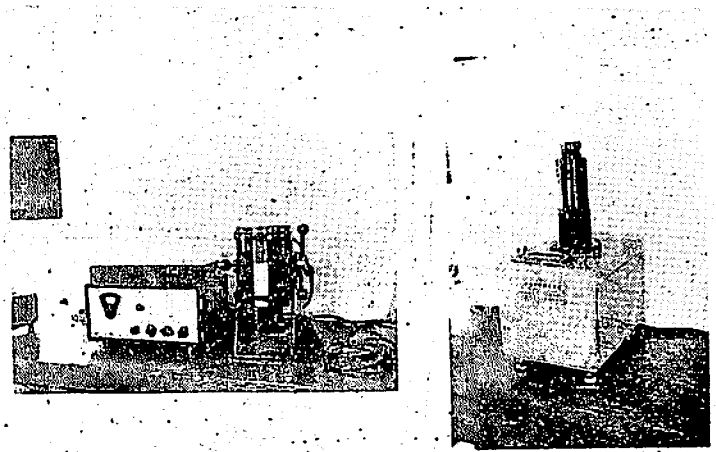


図 1. タッピング装置 (右) と微振動装置 (左)

ここで, タッピング装置はモーターによってカムを回転し, 試料台を 60 回/min の速度で上下させるもので, 落下高を調節し, 二次的な衝撃を押えることができる。また微振動は電磁型振動装置で正弦波に近い波形がえられる。これは変位, 加速度および振動方向の変換ができる。図中のガラスシリンダーが粉体の容器で内径 3 cm . 容量 100 cc である。

デシケーター中に保存して乾燥した粉体の 100 cc 近い量を試料として容器に充てんした。なお上記の充てんを行なった際にクリープ現象のみられる粉体もあったが, その場合には一定体積になるまで待って測定した。またすべての個々の測定値はその平均値の $\pm 3\sigma$ 以内であったので, 異常な測定値はなかったものとみなした。

3. 測定結果

測定の結果をまとめて図示すると, 図 2~5 のごとくなる。

これらの図において, 試料名の下にふるい分けした粒子径を示し, 試料名の上の (A)~(M)

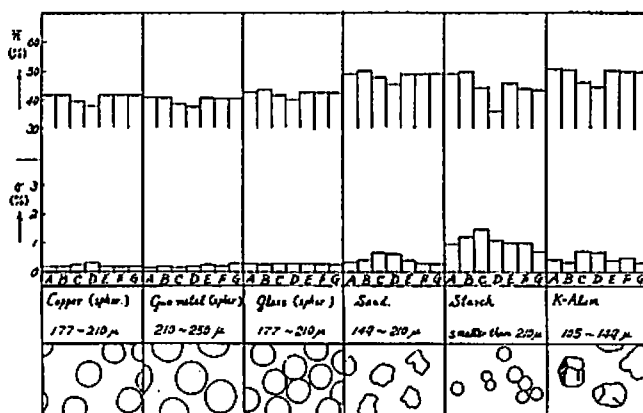


図 2.

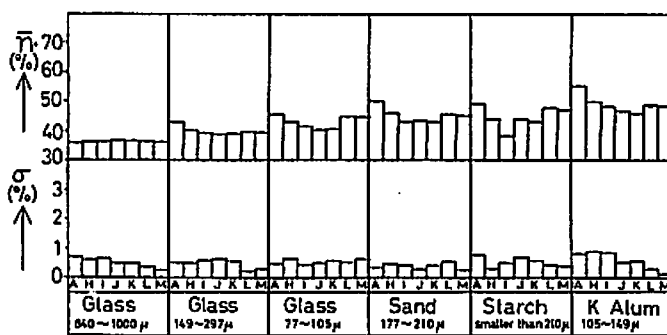


図 3.

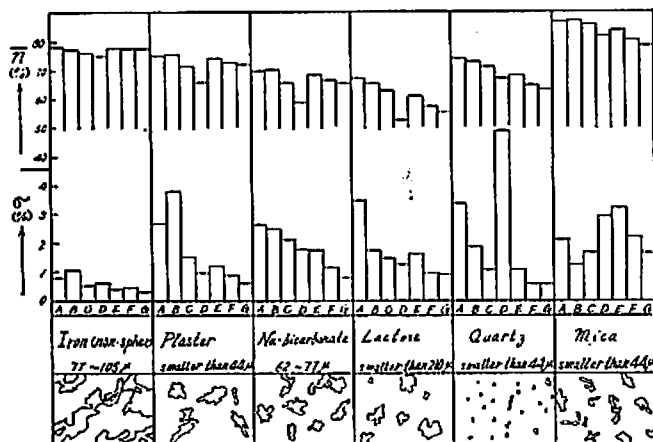


図 4.

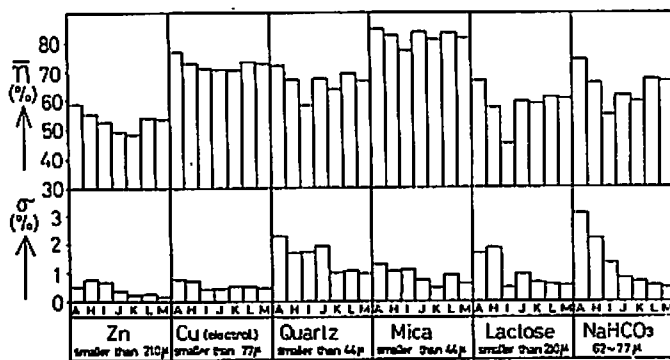


図 5.

の記号はそれぞれ上記の充てん方法を示す。また図 2, 4 における下の欄は、試料を顕微鏡でみた際の粒子の形を示す。上段のヒストグラムは空隙率の平均値 (\bar{n}) を示し*, 下段のヒストグラムは 10 回の測定値の試料標準偏差 (σ) を示したものである**。いずれも単位は % であるが、標準偏差の値は平均値に対して何%のバラツキになるかという値で示してある。

図 2, 3 は粉体の粒子が球形または石ころ状の形をした試料で、いずれも空隙率は 40% 前後の密な充てんであり、体積測定値のバラツキは小さく、平均値の 1% 以内の程度である。図 4, 5 は粒子の形が不規則または微細な粉体で、平均空隙率が大きく、またバラツキの程度も前に比べると全体に大きくなっている。なお目盛りの読みの誤差はコンマ数 % 程度がこれらに付随する。

4. 粒子径の影響

図 6 は粒子径の大小が充てん状態に及ぼす影響をしらべたものである。いずれも粒子径が小さくなると平均空隙率は増大する傾向がある。測定誤差に関しては明確な影響はみられない。(A) の充てん方法はいずれも、粒子径が大きくなると空隙率が顕著に減少しているのは興味がある。特に球形のガラスビーズや砂の場合に著しい。

5. 事前に加えられた操作の影響

図 7 は充てん体積を測定する場合に、事前に加えられた操作によって、得られる測定値が異なる

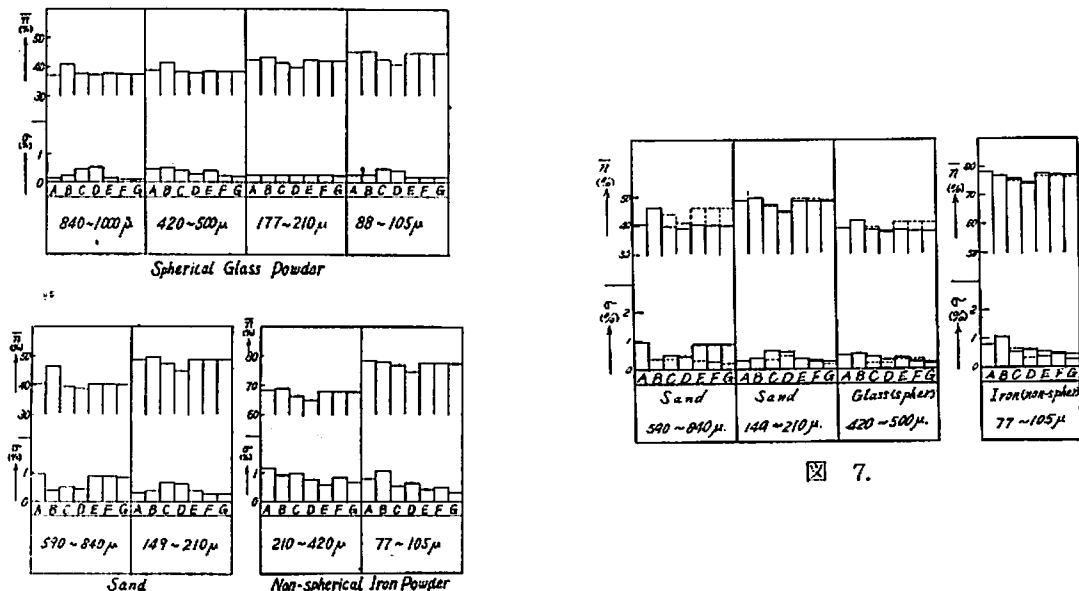


図 6. 粒子径の影響

図 7.

* t 検定による 5% 有意水準をとった結果では、ほとんど差が認められないもの同志を除いては、互いに比較して充てん状態の疎密の大小をいうことができる。

** F 検定による 5% 有意水準をとった結果では、互いに高さを比べてほぼ倍以上の差があれば、この際のバラツキに大小の差があるということが出来る。

る場合があることを示す一例である。図で実線は (A) の操作を出発点にしてタッピングしたり加圧した場合の測定値を示し、点線は (B) の操作を出発点にしてその上にいろいろの操作を施した場合を示す。いずれも (A), (B) 両方法の差でいどのものが (C) 以下の方法に影響していることがわかる。このことからタッピングにしても、加圧圧縮にしても、特に低い加圧における充てん状態を問題にする場合には、事前に加えられた操作を明確にしておく必要があると考えられる。

6. 測定値のバラツキと充てん状態との関係

図 8~11 は測定値の全部を横軸に空隙率、縦軸に試料標準偏差をとってプロットしたものである。(A)~(M) の記号はそれぞれ充てん方法を示す。それぞれの図の曲線は測定値のバラツキの程度を示す一つの目安として、バラツキの最大になると思われる限界線を引いてみたものであって、体積を測定した場合のバラツキの可能性がこの程度内におさまることを示すと考えてよい。一般に空隙率の大きいほどバラツキの可能性は大きく、密な充てんになるほどバラツキは少なくなるといえる。

図 11 の右下のグラフは、この最大限界線をまとめて示したもので、充てん方法によって測定値のバラツキの可能性にかなりの差があるということが出来る。とくに微振動充てんはバラツキの可能性が小さいということが出来る。

また (C), (D) と (H), (I) は同じ条件のタッピングであり、前者は手動で後者が装置による違いだけであるが、操作条件が規制されていない手動による場合はバラツキの可能性が遙かに大きいということが出来る。

7. 結 論

いろいろな粉体を、種々の方法で容器にくり返し充てんし、その充てん体積を測定したが、体

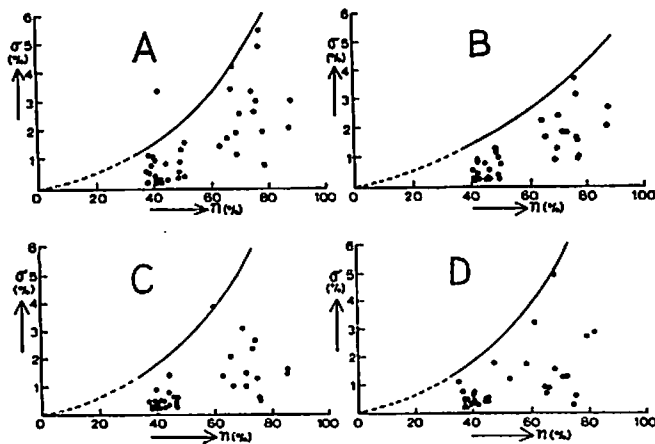


図 8.

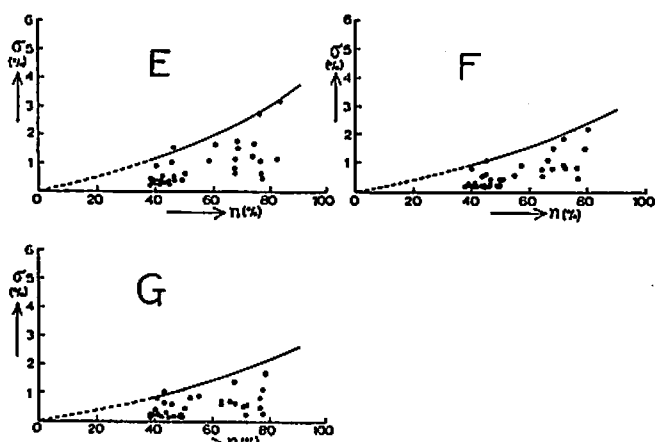


図 9.

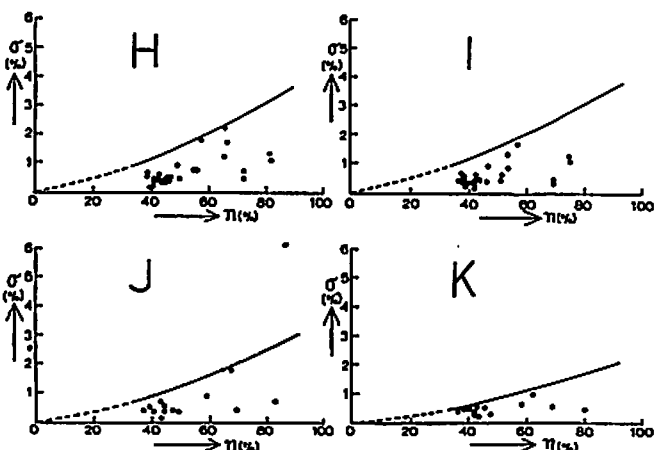


図 10.

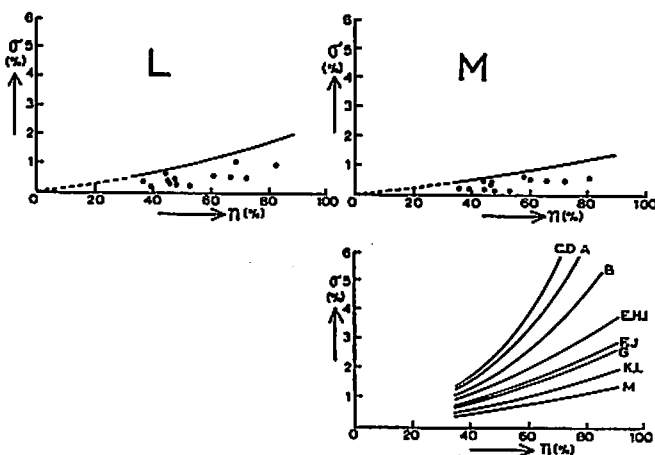


図 11.

積の値そのものについてもまた測定値の再現性の点についても粉体の種類や充てん方法によって大きな相違がある。

一般的には密に充てんされるほど体積測定値の再現性はよく、圧縮操作の条件が規制されている場合にはその操作が加われば加わるほど再現性がよくなるということが出来る。またその操作

方法のうち筆者等の行なった範囲では水平方向の微振動を行なうのが最もよい再現性をうることができた。

粉体の充てんが疎である場合にその体積の値を問題にすることは再現性の点からいっても一般にむづかしいことであるが、特にそれまでに加えられた操作によって値が変動しやすいので、充てんが疎である場合の体積の値を表示する場合にはそれまでに加えられた操作を明記しておかなければ意味をなさないことがある。また水平方向の微振動はあまり密な充てんにならずしかも再現性がよいという点から、疎充てんの体積を測定するためには水平振動を少し行なったうえではかるのが適当であると考えられる。

終りに当って、この研究は池田千尋、八木啓之両氏の御助力があり、データの整理には法大計算センターをわずらわせた。実験測定には本多英男、河合正紹両君の御努力に負う点が多い。ここに記して深く感謝の意を表す。

文 献

- 1) 久保輝一郎ほか：粉体（理論と応用）212（1962）丸善刊。
種谷慎一，曾根敏磨：応用物理 31, 483（1962）。