

### 密閉粉体層内への液浸透に伴う圧力上昇を利用した粉体の新規漏れ性評価技術の開発

OHNO, Keita / 大野, 奎太

---

(出版者 / Publisher)

法政大学大学院理工学研究科

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

法政大学大学院紀要. 理工学・工学研究科編 / 法政大学大学院紀要. 理工学・工学研究科編

(巻 / Volume)

59

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

2

(発行年 / Year)

2018-03-31

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00014837>

# 密閉粉体層内への液浸透に伴う圧力上昇を利用した粉体の新規濡れ性評価技術の開発

DEVELOPMENT OF A NOVEL EVALUATION TECHNIQUE OF POWDER WETTABILITY BY ANALYZING PRESSURE RISE DUE TO LIQUID PENETRATION INTO POWDER BED

大野奎太

Keita OHNO

指導教員 森隆昌

法政大学大学院理工学研究科応用化学専攻修士課程

Wettability of powder is one of the important properties for controlling the aggregation state of particles in liquid. In general Washburn method is used for evaluating it. However, in this method, analysis procedure is not suitable for applying to actual phenomenon, and the analyzed wettability of powder is incorrect in some cases. In order to overcome these problems, we developed a novel evaluation technique of powder's wettability by analyzing pressure rise due to liquid penetration into powder bed. We also investigated the influence of homogeneity of the powder bed on the evaluation results. As a result, it was found that compressing and shearing powder bed is more suitable method than tapping to make the powder bed homogeneous, resulting in good reproducibility of the measurement.

**Key Words** : Powder wettability, Washburn method, Packing method

## 1. 緒言

粉体の濡れ性は、液中粒子の集合状態(分散・凝集状態)を決める重要な指標の1つである。粉体の濡れ性を評価する方法の1つに浸透速度法がある。浸透速度法は、試料粉体を充填した大気開放状態の円筒状セル底部にフィルターを取り付け、セル底部を媒液と接触させることで、フィルターを介して毛管力によって吸い上げられる媒液の運動を解析することで粉体の濡れ性を評価する方法である。しかし、従来の解析方法は媒液の自重を無視している点や、浸透に伴って接触角が変化すること<sup>1,2)</sup>を考慮していない点などが問題としてあげられる。

本研究では、このような問題点を克服できる新たな評価装置として、密閉粉体セル内への媒液の浸透に伴う圧力上昇をモニターすることで、粉体の濡れ性を評価できる装置を開発し、実際に粉体の濡れ性を評価した。

## 2. 理論

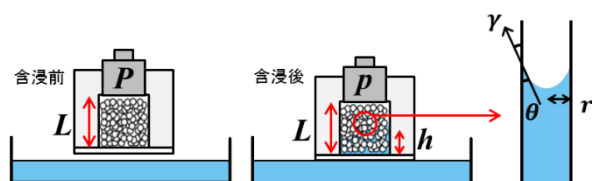


Fig. 1 毛管現象によって上昇する媒液

Fig.1 に示すように、粉体層中の粒子間隙を半径  $r$  [m] の毛管とすると、その毛管を鉛直上向きに移動する媒液の運動方程式は(1)式のようになる。

$$\frac{2\pi r \times \gamma_L \cos\theta}{\pi r^2} = \rho g H - \rho g h + \Delta P + 8 \frac{\mu \dot{h} \beta^2 h}{r^2} \quad (1)$$

ここで、 $g$  [m/s<sup>2</sup>] は重力加速度、 $h$  [m] は毛管上昇高さ、 $\dot{h}$  [m/s] は毛管上昇速度、 $H$  [m] はセル水深、 $\Delta P$  [Pa] は圧力差、 $\mu$  [Pa·s] は液体粘度、 $\rho$  [kg/m<sup>3</sup>] は液体密度である。密閉粉体セル内の媒液の上昇高さ  $h$  [m] 及び上昇速度  $\dot{h}$  [m/s] は、密閉粉体セル内の圧力  $p$  [Pa] 及び圧力上昇速度  $\dot{p}$  [Pa/s] に変換することができ、(1)式は(2)式に変形できる。

$$\cos\theta = \frac{r}{2\gamma} \left\{ \left( \rho g + \frac{8\beta^2 \mu PL}{r^2} \dot{p} \right) \left( \frac{p-p}{p} L \right) - \rho g H + p - P \right\} \quad (2)$$

本研究では、密閉粉体セル内圧力と圧力上昇速度を実測することで、(2)式から測定時刻ごとの接触角を求める。

## 3. 実験

### 3.1 測定試料

測定には、アルミナ(昭和電工株式会社、丸み状アルミナ AS-50、平均粒子径  $9 \mu\text{m}$ )と炭酸カルシウム(JIS 試験用粉体 1, 16 種、重質炭酸カルシウム、平均粒子径  $6 \mu\text{m}$ )を用いた。媒液にはイオン交換水を使用した。

### 3.2 試料粉体の充填

測定試料をセル内に充填する方法として、タッピング充填とせん断圧密充填を用いた。タッピング充填は、セル内に試料粉体を自然充填した後、セルを一定高さから既定の回数、自由落下させて試料粉体を充填する方法である。せん断圧密充填は、同様に粉体を自然充填した後、粉体層面にピストンで既定の圧力をかけ圧密し、その状態でピストンをひねることで粉体層にせん断を加える方法である。せん断によって粒子の再配列を促すことができるため、タッピング充填よりも均質に充填できると期待される。タッピングは 100 回と 300 回、せん断圧密充填は応力を 0.2 MPa と 0.4 MPa の 2 条件ずつ行い、各条件で 5 回ずつ測定を行った。

### 4. 結果・考察

Figs.2, 3 に、アルミナと炭酸カルシウムの充填条件ごとの圧力上昇速度を測定し、(2)式から各時刻における接触角を算出して時間に対してプロットしたものを示す。

炭酸カルシウムをタッピングで充填した場合、アルミナに比べて再現性が良くないことがわかる。炭酸カルシウムの方がアルミナよりも流動性が悪く、付着力も強かったため、タッピングではセル内に粒子を均一に充填できなかったことが原因であると考えられる。炭酸カルシウムをタッピング 100 回で充填した場合において、接触角の平衡値が大きくばらつくことから、タッピング充填は流動性が悪く付着力の強い粒子には適さない事が示された。一方で、炭酸カルシウムをせん断圧密方式で充填を行うことで、再現性が良くなり、平衡接触角もほとんどばらつきがないことがわかる。これは、タッピングではほぐれなかった凝集体が、ピストンで圧密し、せん断を加えることでほぐれ、粒子を均質に充填することができた結果あると考えられる。これらのことから、浸透速度法で粉体の濡れ性を評価する際の試料粉体の充填方法として、粉体を均質に充填することができるせん断圧密充填の方が、タッピング充填よりも適していることが示された。

一方で Figs.2, 3 からわかるように、同じ試料を測定しているにもかかわらず、充填条件ごとに、すなわち充填率によって接触角の平衡値が異なっている。しかし、同じ粉体であれば粉体層の充填率が変わっても、接触角の平衡値は変化しないはずである。したがって、(2)式では完全には粉体層内の構造をモデル化できないと考えられるため、(2)式の妥当性及び粉体層の構造の影響については今後更に検討していく。

### 5. 結言

従来法の問題をすべて克服した新たな評価装置を作り、新たな評価方法を確立した。

炭酸カルシウムの測定の再現性が向上したことから、試料粉体をセルに充填する方法として、せん断圧密方式による充填が適している結果が得られた。

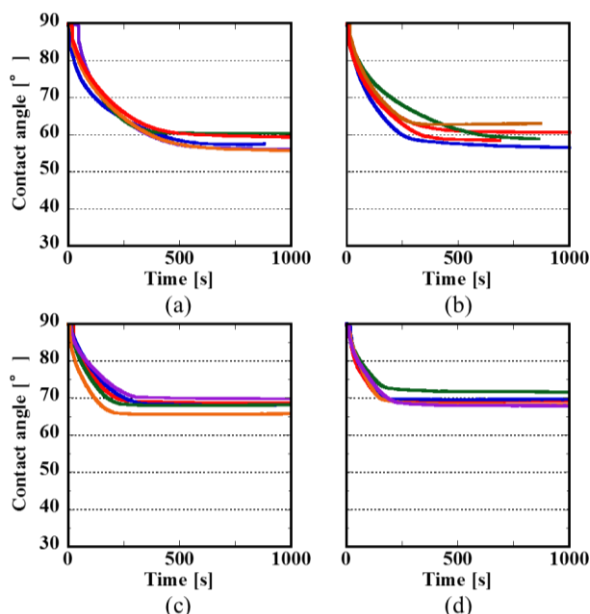


Fig. 2 アルミナの接触角の時間変化

(a)タッピング 100 回 (b)タッピング 300 回  
(c)せん断圧密 0.2 MPa (d)せん断圧密 0.4 MPa

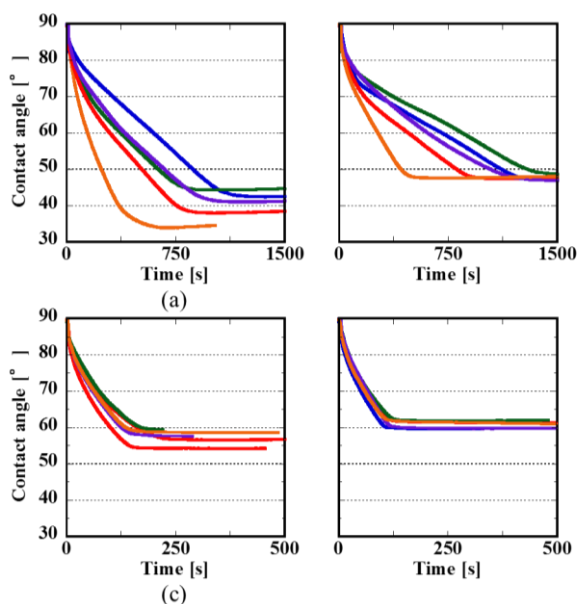


Fig. 3 炭酸カルシウムの接触角の時間変化

(a)タッピング 100 回 (b)タッピング 300 回  
(c)せん断圧密 0.2 MPa (d)せん断圧密 0.4 MPa

### 謝辞

本研究は、研究成果最適展開支援プログラム(A-STEP)・産業ニーズ対応タイプのご支援のもとで実施いたしました。ここに記して謝意を表します。

### 参考文献

- 1) A. Depalo, C. Santomaso, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **436**, (2013), 371–379
- 2) G. Li, X. Chen, Y. Huang, *Journal of Dispersion Science and Technology*, **36**, (2015), 772-777