

基礎からわかるふるい分けと粒子径分布測定

二宮 苗央, 佐藤 浩二

1 はじめに

砕石、木質ペレットの様なバルク材から小麦粉、顔料の様な微粉末に至るまで、試料の大きさ（粒子サイズ）は cm サイズから nm サイズの広範囲の領域に渡る。粒子サイズは溶解性、流動性、強度、表面反応性など試料の物理的または化学的な材料特性に多岐に渡る影響を与える。したがって、粒子を一定範囲の粒子径で整える「分級」、並びに粒状試料や微粉試料がどのような状態で分布するかを把握する「粒子径分布測定」は工業製品の受入検査、製造工程の管理、品質管理や商品開発に必要不可欠である。

粒子径・粒度分布を測定する手法としては、試験ふるいを用いたふるい分け法、粒子径測定装置を用いたレーザ回折・散乱法、動的光散乱法、動的画像解析法、及び光学・電子顕微鏡、のぎす測定などが挙げられる。どの測定法を用いるかは対象試料の粒子径、及び測定目的（粒子径分布測定、形状測定などに）に応じて適切な方法を選択する事が懸念である。本稿ではふるい分け法と粒子径測定装置を用いた分析法に焦点を絞り、分析技術の概要を説明し、信頼性の高い結果を得るための必要な手順を説明する。

2 ふるい分け分析とは

適宜に積み重ねた試験ふるい（網ふるい、板ふるい）に手で、又は機械的に振動を与えて試料を分級し、試験ふるいを通過した試料（ふるい下）、及び残った試料（ふるい上）の重さの百分率から粒子径分布を算出する方法がある。手動によるふるい分けは、電力供給が利用できない場合や迅速な抜き取り検査において、規格外サイズ（過大・過小）の有無を確認する場合などで用いられる。おおよそどの程度の粒子径であるかの予測を立てる際などには手動によるふるい分けは簡便で適しているが、作業者による差異が生じる問題を伴うので再現性を重んじるふるい分析は機械的ふるい振とう機を用いて行われる。

ふるい分けは乾式と湿式の二つの方法を選択できる。ほとんどのふるい分け工程は乾燥材料で行われる。しか

し、試験対象物質が既に懸濁液として存在する場合や、凝集しやすい極微細な試料をふるい分けしなければならない場合などには湿式法を用いる。振とうと最上段ふるい上部に設置されたノズルからの水の連続に噴霧により、試料の分級を促す。ふるい分け液がふるい最下段の排出口から流出する際に固体粒子による濁りがなくなるまで続ける。

乾式によるふるい分けは一般的に 40 μm から 125 μm の粒子に適している。湿式によるふるい分けは 20 μm まで測定範囲が広がる。湿式分級が行えない場合は、気流式のふるい機を用いる事で 10 μm までの分級が可能になる。しかしふるい分け効率は凝集性、密度、静電気など試料の特性により大きく左右されることを認識する必要がある。

ふるい分け分析の利点には操作の容易さ、大きなコストがかからない、正確で再現性のある結果が比較的短時間で得られる、スケールアップが可能、および粒子を分級できるなどのメリットが挙げられる。一方、物理的に試験ふるいを積み上げて粒子径分を測定するため、分画数には最大 20 程度と制限がある。より緻密な粒子径分布を主目的とする場合は粒子径測定装置も候補として考える余地がある。

ふるい分け分析で高い再現性と信頼性を確保するためには、必要に応じた適切な前処理（乾燥・縮分など）、適切なふるい機を選択、並びにふるい機、試験ふるい、秤量する天秤ひょうりょうの校正が必須となる。

以下、前処理方法と適切なふるい機を選択、及びふるい分けの手順について解説する。

3 前処理（縮分）

混合試料はもちろん、単一試料であっても試料は不均質であることが多い。これは粒度、比重、形状等、物性の違いにより偏析してしまう場合があるからである（図 1）。

縮分とは元の試料から化学分析に使用する代表性のある試料を分取することである¹⁾。再現性のあるふるい分析における最も重要な要件は、試験対象となるバルク材料全体から代表的な部分試料を採取することである。

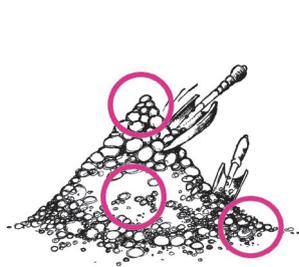


図1 試料の偏析

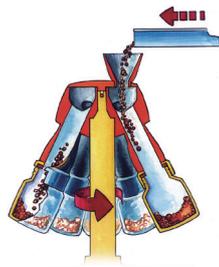


図2 回転分割式縮分法



図4 水平回転式ふるいの原理 写真2 水平回転式ふるい



「代表性」とは、部分試料の特性（この場合粒度分布）が、採取対象となるバルク材料全体の特性と同一でなければならないことを意味する。分析の第一歩は正確な縮分から始まる。代表的な縮分法には二分法や貴金属の分析など標準偏差の少ない精度の高い縮分が求められる場合は、回転分割式縮分法（図2）などがある。適度な流動性と付着性のある試料に対してはインクリメント縮分法などがある。

4 ふるい分けの方式

4.1 振動ふるい（写真1）

試料は振動により上方向に放り投げられ、ふるい網上に落下する。振動の強弱は、ふるい底面を基準とした垂直方向の上下幅を示す振幅の調整により行われる。振動ふるい（電磁式ふるい振とう機）の場合、試料は縦、横、ねじれの3次元で動く（図3）。これにより、試料はふるい網を上下、円方向に均等に動きまわり、ふるい分けが促進される。再現性を求める場合は、振幅と時間をデジタル設定でき、校正対応な機種を選定する事が懸命である。また、湿式によるふるい分けも可能である。

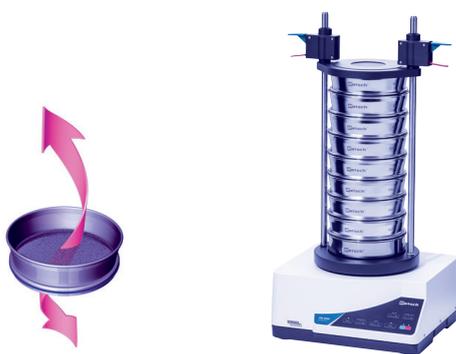


図3 振動ふるいの原理 写真1 電磁式ふるい振とう機

4.2 水平回転ふるい（写真1）

水平回転運動ふるいは平面上で水平方向に円回転する（図4）。縦方向の動きがないので、ほとんどの粒子は上下移動することなく、水平面に移動する。特に針状試料、扁平状試料、長尺試料や繊維試料などの分級に適している。

4.3 タップ式ふるい（写真3）

タップ式ふるい振とう機は水平方向の円運動と垂直方向からのタッピング（連打の相互作用）により、手ふるいの原理が再現される（図5）。タップ式ふるい振とう機はDIN、JIS、ASTMなど国内外の粒度測定に関するいくつかの規格で使用が規定されている。振動ふるいと比較すると粒子とふるい目開きの接触数を少ないので、その分ふるい分け時間が長くなる傾向がある。（タップ式=毎秒2.5回、振動式=毎秒50回）一方ではタッピングの動きにより、試料をふるい目から効率良く通過させる力もある。しかし、低密度の試料の場合はふるい分け効率に劣る場合もある。



図5 タップ式ふるいの原理 写真3 タップ式ふるい

4.4 エアジェット式ふるい（写真4）

エアジェットシーブはふるいを1枚だけ載せて、ふるい分けを行う分級試験機である。外部機器として接続された産業用掃除機で機器内部を吸気しながら、試験ふるい下の回転式ノズルからジェット気流を発生させる。ノズルの狭いスリットから噴き出された強いジェット気流によりふるい上の試料（ふるい面全体）は分散される（図6）。さらに、気流により舞い上げた試料がふるいカバーにあたると、気流は向きを変えるので凝集物は解砕される。また、ふるい目を通じた試料は掃除機に吸引されるので、サイクロンを併用することで試料の回収も可能である。



図6 エアジェット式ふるいの原理 写真4 エアジェット式ふるいの原理

5 ふるい分け分析の流れ

ふるい機を選択した後、実際のふるい分けを開始する。

1. 試験ふるいと受け器を選択する。
2. 試験ふるいと受け器の風袋を秤量する。
3. 試料の重さを秤量し、ふるいの最上段に装入する。
4. 目開きの細かい順にふるいを積み上げる。
5. 試料を秤量し、一番上のふるいに投入する。
6. 振幅、回転数、時間などの条件を設定する。
7. 機器を作動させ、ふるい分けを開始する。
8. 終了後、受け器と各試験ふるいの重さを量る。

風袋を差し引き受け器、及び各ふるい上の試料の重量を割り出す。

9. 上記を元に粒度分布比率を計算し、評価。

(*上記、写真5と表1を参照。)



写真5 ふるいを多段積みした状態

表1 ふるい分析の結果

目開き [μm]	ふるい 正味重量 [g]	ふるい分 けの重量 [g]	差異 [g]	比率 P _s [%]	累積分類 Q _s [%]
受け皿	501	505.5	4.5	3	3
45	253	259	6	4	7
63	268	283	15	10	17
125	298	328	30	20	37
250	325	373	48	32	69
500	362	384.5	22.5	15	84
1,000	386	401	15	10	94
2,000	406	412	6	4	98
4,000	425	428	3	2	100
			= 150 g	= 100 %	

質量分率はヒストグラムでグラフ表示する (図7)。

最も大きい分画は250 μm から500 μm の範囲に32%の割合で存在していることが読み取れる。それぞれの分画と測定ポイントの補間を足していくことで、累積分布曲線が得られる (図8)。

粒子径分布の中央値を表すメディアン径 (D50 = 積算の頻度が50%) を調べるには、対応する粒子サイズ (330 μm) をx軸から読み取る。対応する粒子サイズが330 μm ということはサンプルの50%が330 μm 以下、50%が330 μm 以上であるということを表す (図9)。

重要：もし粒子が球形ではなく、例えば細長い形状の場合、振とう中にふるいのメッシュに当たる方向によっては縦方向にふるい目を通してしまう。このため、250 μm と500 μm の間の分画であっても、500 μm よりも大きい (長い) 粒子が入っていることが生じる。

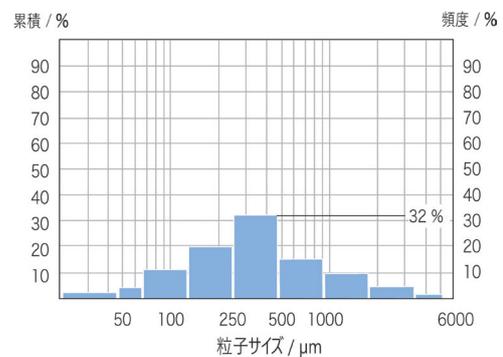


図7 各分画のヒストグラム

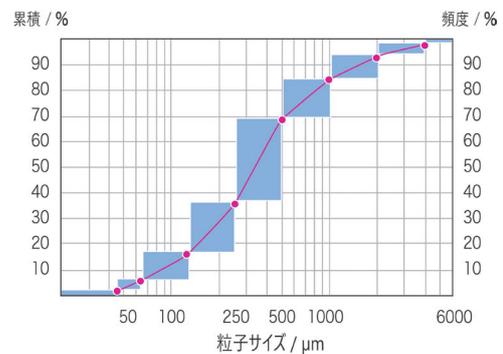


図8 累積分布曲線のヒストグラム

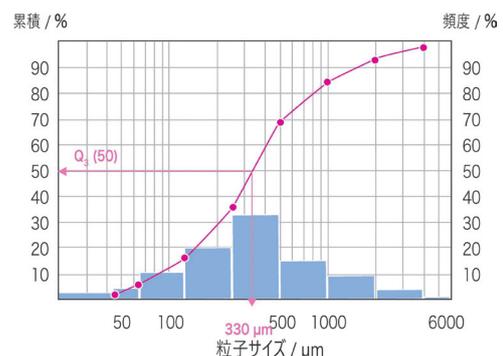


図9 累積分布曲線のヒストグラムとパーセンテージ

このような細長いサンプルの場合には縦方向の動きがない水平回転式のふるい振とう機が有用である。

6 粒子径分布測定装置

粒子径分布を測定する方法には、前述のふるい分け以外に、レーザ回折・散乱法、動的画像解析法、沈降法、電気的検知法、動的光散乱法、遮光法、超音波減衰法など多くの方法がある。ここでは、アカデミック及び産業界の研究開発から品質管理まで一般的に使用されている、レーザ回折・散乱法と動的画像解析法について解説する。

6.1 レーザ回折・散乱法

レーザ回折・散乱法は、少量の試料で測定が可能であり、測定が簡単で精度が高く、そして、再現性の高い測定データが得られることで知られている。但し、測定する試料にサンプリングエラーが無いこと、湿式でも乾式でも前処理の試料分散が適切であることは他の測定方法と同様に最適な測定結果を得る前提となる。

図 10 にレーザ回折・散乱法の代表的な光学系を示す。レーザ発光部、サンプルセル（試料供給部）、散乱光の受光部から構成される。装置メーカーにより様々である

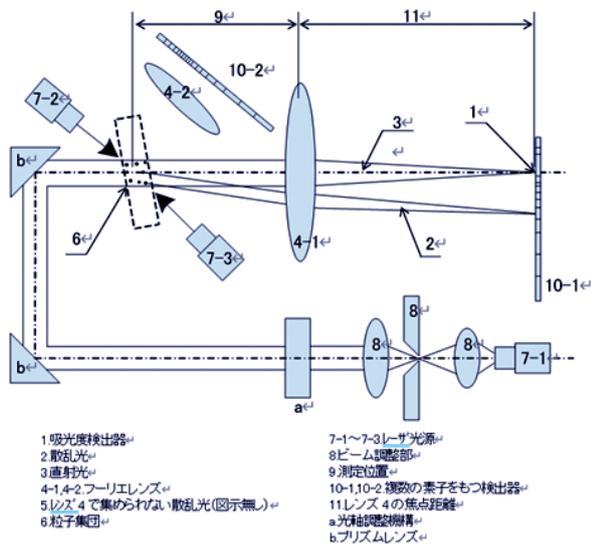


図 10-1 レーザ回折・散乱法の光学系概要①

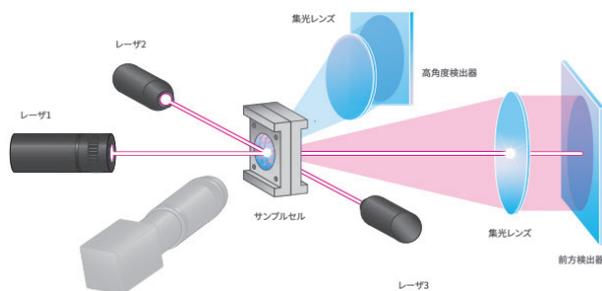


図 10-2 レーザ回折・散乱法の光学系概要②

が、この光学系ではレーザ光源を 3 本搭載し、前方と側方の 2 か所に受光部を持つことで、可能な限り粒子の全周方向からの散乱光を検出する工夫が為されている。

図 11 に粒子径に応じたレーザ光散乱パターンの一例を示す。大粒子からの散乱光は前方に強く、散乱角度は狭いパターンとなり、小粒子からは全周方向に弱い散乱パターンとなる。受光部で検出する散乱光は、大小粒子からの散乱光が合成されている。この散乱光パターンから粒子径分布を得るアルゴリズムは、装置メーカー各社各様であり、製造メーカーが変わるとその測定データが一致しないことはユーザの悩みの種となっている。

図 12 にレーザ回折・散乱法による測定結果の一例を示す。

粉粒体加工プロセスにおける粒子径分布評価には、プ

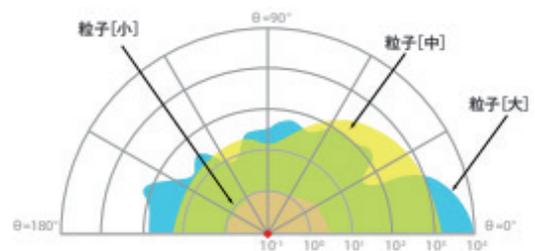


図 11 粒子径と散乱光パターン (イメージ)

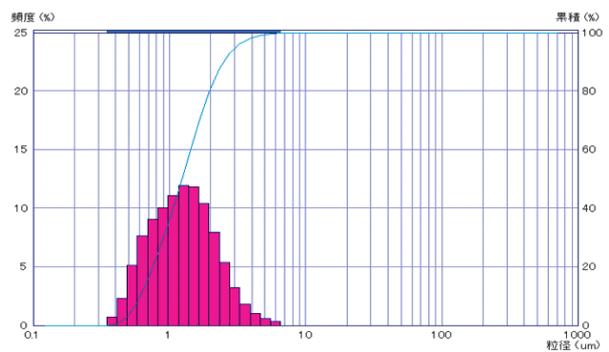
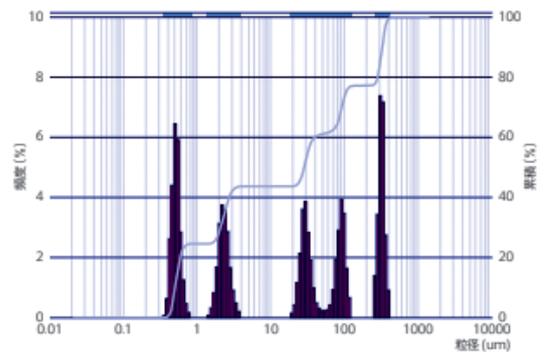


図 12 粒子径分布 (サンプル: 石英粒子)



測定サンプル: シーホスター0.5μm, シーホスター2.5μm, ガラスビーズ20μm, ガラスビーズ100μm, ガラスビーズ400μm

図 13 高分解能 粒子径分布測定

レイクダウン、ビルドアップの双方において、サブミクロンから数百マイクロメートルまでの幅広い測定範囲で高い性能（分解能、再現精度など）が要求されている。図 13 に粒子径の異なる 5 種類の粒子を混合した試料の測定結果を示す。粒子径の異なる五つのピークを分解能高く分離出力している。

近年の粒子形状評価に対するニーズの高まりを受けて、レーザ回折・散乱法に加えて動的画像解析法をも兼ね備えた装置が開発されている。CCD カメラの解像度は次章で述べる動的画像解析法専用装置に及ばないが、粒子径分布に加えて、円形度、アスペクト比のような形状指数が同時に得られる便利な装置である。図 14 に光学系イメージ、図 15 に粒子画像と形状評価散布図を示す。

球形粒子や棒状・円柱状・針状のような形状に特長のある粒子の測定では、想定外の形状をした粒子がどの程度の割合で含まれているかなど画像解析ならではの粒子特性評価が可能である。

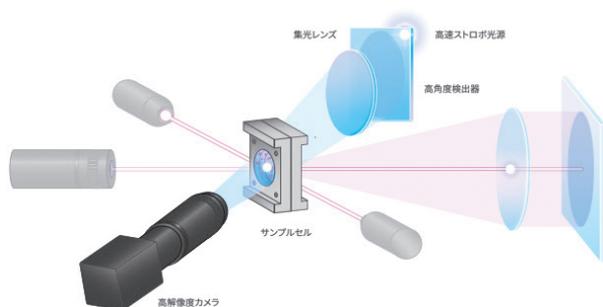


図 14 動的画像解析法の光学系イメージ

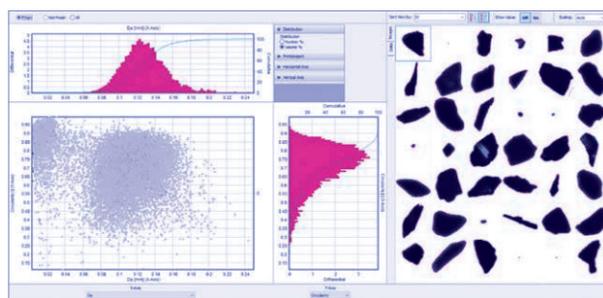


図 15 粒子画像と粒子形状指数の散布図

6.2 動的画像解析法

光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡に代表される静的画像解析法は数 μm 以下の微粒子観察においては有効であるが、数 μm 以上の粉粒体測定には以下の理由により不向きである。

- ・プレパラート上の粒子を上（1 方向）から撮像するため、限られた方向性の測定となる
- ・統計的に意味のある個数（例えば 1 万個）の撮像

に長時間を要する

一方、数 μm 以上の粒子評価において、動的画像解析法は次の利点がある。

- ・粒子の様々な方向から解析できる（全体を代表）
- ・乾式、湿式と試料の特性に合わせた前処理と測定方法の選択が可能である
- ・数分間の短時間で数十万～数百万個の粒子解析が可能である
- ・特に乾式測定では、多量の試料を測定することでサンプリングエラーの影響を受け難い

本稿では、上記の特長から特にモノづくりにおいて有効な動的画像解析法について解説する。

図 16 に動的画像解析法による光学系の例を示す。粉粒体を動的に検出部（CCD カメラ）の前を通過させる方法には三つの方法がある。乾式自由落下、乾式空気圧分散、そして、湿式循環方式である。それぞれの概略を図 17 に示す。

動的画像解析法では、一度の測定で粒子径分布と粒子

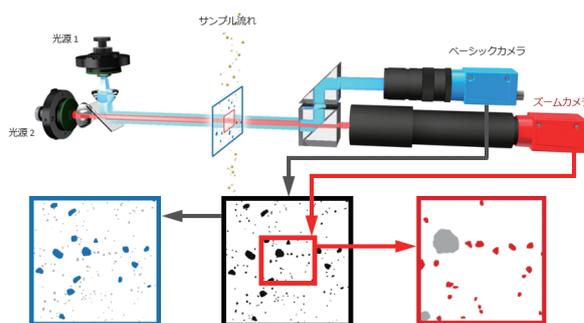


図 16 動的画像解析法 光学系イメージ



図 17-1 乾式測定 自然落下



図 17-2 乾式測定 圧縮空気により凝集粒子を分散

形状の測定が可能である。更に粒子径分布は図 18 に示す通り、短径・円面積相当径・長径の切り口でデータの表現が可能であり、粒子形状も図 19 の通りアスペクト比・円形度・対称度・凸度・コンパクト度など様々な切り口で評価することができる。



図 17-3 湿式測定

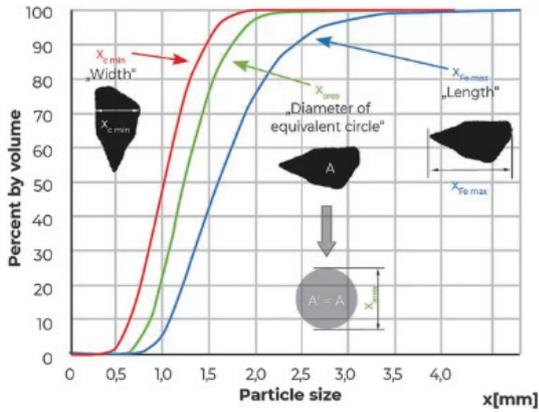


図 18 短径，円面積相当径，長径の粒子径分布

り口で評価することができる。

図 20 に粉末冶金で使用される金属粉 10 種類の測定結果を示す。短径の粒子径分布とアスペクト比による形状評価を実施している。例えば金属粉を用いた 3D プリンターでは、金属粉の流動性や緻密性が求められることから、粒子径分布に加えて球形度を評価することは重要である。

6.3 まとめ

表 2 にふり分け，レーザ回折・散乱法，動的画像解析法について，代表径（相当径），分布基準，測定物

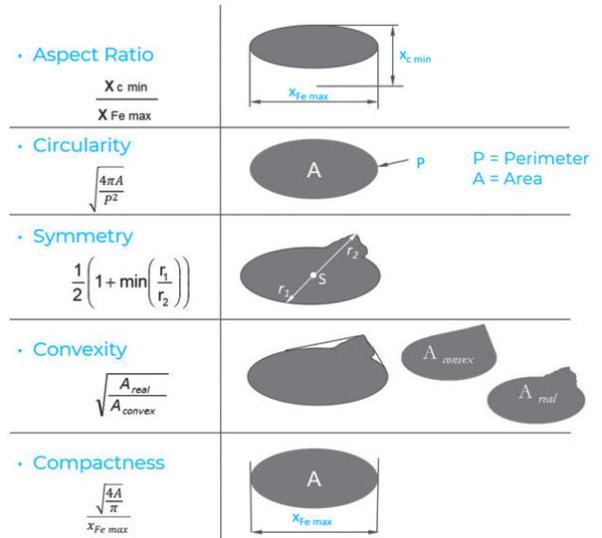


図 19 様々な形状指数

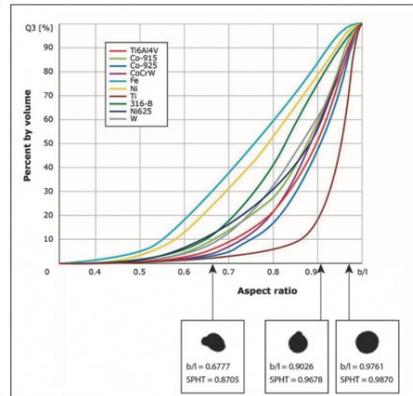
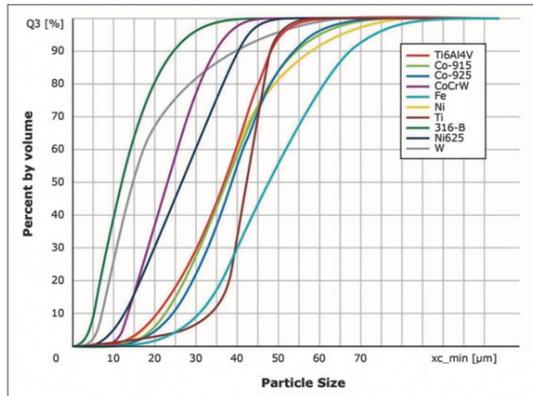


図 20 粉末冶金に用いられる金属粉の粒子径分布と粒子形状

表 2 各測定原理とその概要

測定原理	代表径（相当径）	分布基準	測定物理量	分解能	粒子径分布の分解能
動的画像解析式	幾何学径	個数	粒子画像	◎	粒子画像を取得後、瞬時に行われる個々の粒子解析結果を積算することで粒子径分布を得る
レーザ回折・散乱式	光散乱相当径	体積	散乱光パターン	○	粒子径に応じた散乱光パターンを基に、得られた粒子全体の散乱光から粒子径分布を演算で求める
ふるい分け	ふるい目相当径	体積（重量）	粒子重量	△	ふるい分画による

理量、及び、粒子径分布の分解能比較を示す。

使用者にとって何れの測定原理が適しているのかは、本表には記載のない事項（装置価格、操作性、再現性、業界内での納入実績等）も考慮して判断する必要がある。何れの原理も ISO/JIS 規格であり、様々な業界、アプリケーションの特性評価に活躍している。歴史的には、ふるい分け⇒レーザ回折・散乱法⇒動的画像解析法の順番であるが、新しい動的画像解析法が必ずしも最適とは限らない。粒子径分布に高い分解能を求めたり、粒子径分布に加えて粒子形状も評価したりするニーズがあるのであれば、迷わず動的画像解析法が適している。粉碎・分級・造粒・乳化・晶析などの粉粒体加工機メーカーは、レーザ回折・散乱法装置を使用していることが多く、粉粒体加工機ユーザは、そのデータ継続性、互換性を重視する場合もあろう。また、手軽、堅牢、安価なふるい分けは、あらゆる分野・業界でこれからも重宝されると思われる。連名の筆者が所属するヴァーダー・サイエンティフィック株式会社とマイクロトラック・ベル株式会社はグループ会社である。ヴァーダー・サイエンティフィックグループは、ふるい分け、レーザ回折・散乱法、動的画像解析法の全ての装置について、多くの取扱経験と納入実績を持っている稀有な存在である。粉

粒体の粒子径分布測定にどの装置が適しているか悩まれている読者がおられたら、気軽に相談頂ければ幸いです。

文 献

- 1) 粉体工学会編：“粉体工学用語辞典”，第2版，p.147（2000），（日刊工業新聞社）。



二宮 苗央 (NINOMIYA Nao)
ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社 (レツチェ) アプリケーションリーダー (〒151-0061 東京都渋谷区初台1丁目46番3号)。《趣味》水泳、落語。
E-mail: ninomiya@verder-scientific.co.jp



佐藤 浩二 (SATOU Koji)
マイクロトラック・ベル株式会社 (〒151-0061 東京都渋谷区初台1丁目46番3号)。《趣味》ゴルフ。
E-mail: k.satou@microtrac-bel.com

会社ホームページ URL： ヴァーダー・サイエンティフィック株式会社 (レツチェ)
<https://www.retsch.jp/>

会社ホームページ URL： マイクロトラック・ベル株式会社
<https://www.microtrac.com/jp/>