

セラミックスの評価法

EVALUATION METHODS FOR CERAMICS



社団法人 日本セラミックス協会

セラミックス基礎工学講座小委員会

委員長

鈴木 由郎 日本セラミックス協会

委員

赤尾 勝 東京医科歯科大学医用器材研究所

黒田 一幸 早稲田大学理工学部

河本 邦仁 名古屋大学工学部

津田 孝一 (株)富士電機総合研究所

中川善兵衛 東京工業大学工業材料研究所

松尾陽太郎 東京工業大学工学部

水谷 孝三 住友セメント(株)研究所

執筆者

赤尾 勝 東京医科歯科大学医用器材研究所

安藤 健 (株)東芝研究開発センター

井川 博行 神奈川工科大学工業化学工学科

石田 洋一 東京大学工学部材料学科

石灰 勲夫 HOYA(株)R & Dセンター光学事業部

岩佐美喜男 大阪工業技術試験所ガラス・セラミックス材料部

魚住 清彦 青山学院大学理工学部物理学科

大木 義路 早稲田大学理工学部電気科

大島 敏男 姫路工業大学工学部産業機械工学科

岡崎 篤 九州大学理学部物理学科

岡田 雅年 科学技術庁金属材料研究所筑波支所

奥山 雅則 大阪大学基礎工学部電気工学科

尾坂 明義 岡山大学工学部精密応用化学科

長川 雅昭 HOYA(株)R & Dセンター光学事業部

尾山 卓司 旭硝子(株)中央研究所研究開発部

香川 豊 東京大学生産技術研究所

菅野 隆志 旭硝子(株)中央研究所

菊池 哲夫 理学電機(株)設計部

岸 証 理学電機(株)熱分析事業部

岸 輝雄 東京大学先端科学技術研究センター

岸尾 光二 東京大学工学部工業化学科

木下 実 大阪工業技術試験所ガラス・セラミックス材料部

桑原 誠 九州工業大学物質工学科

小石 眞純 東京理科大学基礎工学部

後藤 誠史 山口大学工学部機能材料科

逆井 基次 豊橋技術科学大学物質工学系

佐藤 健 日本カーボン(株)研究開発本部

清水 紀夫 千葉工業大学工学部工業化学科

志波 光晴 東京大学先端科学技術研究センター

神保 元二 名古屋大学工学部化学工学科

陶山 容子 (財)ファイナセラミックスセンター

高嶋 廣夫 名古屋工業技術試験所セラミックス応用部

武井 孝 東京都立大学工学部工業化学科

竹中 正 東京理科大学理工学部電気工学科

田島 英身 HOYA(株)R & Dセンター材料研究所

田辺 譲 旭硝子(株)電子商品開発センター

田辺 靖博 東京工業大学工業材料研究所

近沢 正敏 東京都立大学工学部工業化学科

津田 孝一 (株)富士電機総合研究所基礎研究所

寺井 良平 山村硝子(株)ニューガラス研究所

中川 賢司 HOYA(株)R & Dセンター技術管理部

永井 正幸 武蔵工業大学無機化学研究室

西田 俊彦 京都工芸繊維大学工芸学部物質工学科

橋爪 弘雄 東京工業大学工業材料研究所

藤木 良規 科学技術庁無機材質研究所

星 陽一 東京工芸大学工学部電子工学科

松原 覚衛 山口大学工学部電子工学科

丸山 忠司 動力炉核燃料開発事業団原子炉工学研究所

三浦 嘉也 岡山大学工学部精密応用化学科

宮田 昇 京都大学工学部工業化学教室

安田 榮一 東京工業大学工業材料研究所

序 文

我国産業の技術の高度化と多様化に伴い、セラミックス材料もその特徴を生かした応用範囲が飛躍的に拡大をし、またそれぞれの応用分野での必要とされる性能も非常な高度化をしている。このような新規なかつ高性能な用途が増大している中で、セラミックス材料ないしセラミックス製品の価値判断のための評価技術も、益々複雑かつ高度化しつつある。

本講座では以上の背景にかんがみ、セラミックスの用途・用法を念頭にいれながら、セラミックスの評価法についての現状をまとめ、解説する事とした。すなわち、セラミックス材料の評価法は極めて多岐にわたってきており、また新規な用途用法に対して新しい評価項目も次々と発生している。更に用途分野が高度化しているので、評価のための測定法も新しい観点から見直され、測定精度も向上している。このような背景の下、講座小委員会では「セラミックスの評価法」というテーマで、評価項目と材料の種類を組み合わせ、広範囲にわたる評価法についての解説を試みた。

材料の一般的評価法は種々の測定法の本に掲載されているが、ここではセラミックス固有の方法に着目した解説を行うこととした。セラミックス材料の原料から製品への製造工程を考えてみると、セラミックス材料には最終製品としての特性の評価もあるが、製造担当者にとっては、出発原料からプロセスの中間状態の材料の特性の評価も非常に重要であるので、これに対応する評価項目も多数取り上げた。

本講座の内容はセラミックスの研究開発や製造、应用到携わる技術者がセラミックスの材料評価を良く理解でき、かつその評価の判断が適切に実行できるようになることを意図している。一般教養程度の基礎知識を有すれば、初心者でもこの講座を読めば特性評価ができるように編集を目指した。執筆者は産・学・官の研究開発に携わる専門の先生にお願いし、正しくかつ平易に解説する事を心がけた。ただ用途用法の高度化のために、評価理論の解説に難解な点はある程度避けられないが、測定の根幹を理解できれば良いと思っている。

本講座のねらいは、セラミックスを粉体、焼結体・単結晶体、ガラス等形態を加味した材料状態で分類をし、それぞれの区分に対して特徴的な特性を例として取り上げてその特性の評価方法を述べ、特に最近の新素材や話題の特性を例として選び、読者が興味を持って内容が理解できるようにしたことである。

なお、本講座では材料状態と特性とをマトリックス的に配置し、材料状態を主体に置いてシリーズが組まれている。本シリーズ全体を通してみれば、通常必要とされる材料の評価項目は一通り解説されることとなっている。もちろん膨大な実態から限られた項目のみを選択する必要上、ある種の特性や性能については取り上げられない場合もあるのはやむを得ない。

マトリックスは以下のように構成されている。

[材料状態]

粉体、焼結体・単結晶、ガラス（アモルファス体）、薄膜、繊維、多孔体、複合材料、生体材料

[特 性]

（基礎物理量）

寸法（粒径、直径、厚み等）、表面形状、比表面積、原子配列

（熱的性質）

熱膨張率、熱伝導率、粘度、結晶化、拡散係数

(機械的性質)

弾性率, 破壊強度, 破壊靱性, 高温力学物性, 摩耗, 密着性, レオロジー

(光学的性質)

屈折率, 透過率, 光散乱, 光学的均質性, レーザー性能, 非線形光学

(電気・磁氣的性質)

電気伝導度, 誘電特性, 絶縁破壊, 半導性, 圧電特性, 焦電特性, 磁気特性

(化学的性質)

耐水性, 界面化学特性, イオン交換, 生体適合性

評価の対象となる個々の特性については,

- (1) その特性の重要性や工学的意義
- (2) 測定方法の原理
- (3) 測定装置の概要
- (4) 測定の実際 (試料の準備, データの表現法, 注意事項を含む)
- (5) データの評価

が解説される。

セラミックス材料の品位を論ずるには, キャラクターゼーションの問題を避けて通れないので, 本シリーズでもいくつかの項目でキャラクターゼーション的な評価を取り上げている. 材料の特性と材料の微視的構造の相関を考えなければならない場合には, 必要に応じて第4次講座を参考にしたら良いと考えられる.

最後に本書の刊行にあたって, 本講座の各項を執筆された諸先生方, 企画を担当した講座小委員会のメンバーの方, 協会セラミックス編集関係者及び出版委員会の委員の方々に深い感謝の意を表す。

(セラミックス編集委員会基礎工学講座小委員会委員長)

セラミックスの評価法

目 次

第1章 粉体の評価法

| | | | |
|-----|-------------------------|-----------|----|
| 1.1 | 粉体：微粒子の粒度分布測定——1. 総括・分類 | 神保 元二 | 1 |
| 1.2 | 粉体：微粒子の粒度分布測定——2. 各論(1) | 神保 元二 | 5 |
| | 1. 光を利用する粒度分布測定法 | | |
| | 2. 電気的検知帯法 | | |
| | 3. 篩分け法 | | |
| 1.3 | 粉体：微粒子の粒度分布測定——2. 各論(2) | 神保 元二 | 12 |
| | 4. 沈降法 | | |
| | 5. その他の液中運動法 | | |
| 1.4 | 粉体：超微粒子の結晶学的性質 | 陶山 容子 | 20 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 結晶性 | | |
| | 3. 結晶相 | | |
| | 4. 格子定数 | | |
| | 5. 欠陥・格子歪 | | |
| | 6. おわりに | | |
| 1.5 | 粉体力学物性の測定と評価法 | 大島 敏男 | 31 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 粉体力学物性の測定法 | | |
| | 3. 粉体の流動性の評価 | | |
| | 4. 粉体力学物性値に影響を及ぼす因子 | | |
| | 5. おわりに | | |
| 1.6 | 粉体の表面特性 | 近沢正敏・武井 孝 | 40 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 比表面積 | | |
| | 3. 細孔分布 | | |
| | 4. 化学的特性 | | |
| | 5. 表面電位 | | |
| | 6. 表面エネルギー | | |
| 1.7 | 粉体：超微粒子の不良検出技術 | 小石 眞純 | 53 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 検出のための基礎的技術 | | |
| | 3. 検出のための応用技術 | | |
| | 4. あとがき | | |
| 1.8 | 粉体：焼結体原料としてのレオロジー特性 | 菅野 隆志 | 63 |

1. はじめに
2. レオロジーの基礎理論
3. レオロジー測定法
4. レオロジー測定とその解析法
5. おわりに

第2章 焼結体・単結晶の評価法

- | | | | |
|-----|---|-------------|-----|
| 2.1 | X線による単結晶の方位測定 | 菊池 哲夫 | 72 |
| 1. | はじめに | | |
| 2. | X線による単結晶の面方位測定 | | |
| 3. | 4軸型回折計による単結晶の方位決定 | | |
| 4. | ラウエ法による方位決定 | | |
| 5. | おわりに | | |
| 2.2 | 格子定数の精密測定 | 岡崎 篤 | 80 |
| 1. | まえおき | | |
| 2. | 格子定数測定法概論 | | |
| 3. | 4軸型自動回折計の利用 | | |
| 4. | Bond法 | | |
| 5. | 2結晶回折法による相対測定 | | |
| 6. | まとめ | | |
| 2.3 | 格子欠陥の直接観察——X線トポグラフィー | 橋爪 弘雄 | 87 |
| 1. | X線トポグラフィーの特徴 | | |
| 2. | 主な実験法 | | |
| 3. | 応用例 | | |
| 2.4 | 面状格子欠陥の直接観察——透過型電子顕微鏡 | 石田 洋一 | 98 |
| 1. | はじめに | | |
| 2. | 窒化アルミニウムの面状格子欠陥の観察 | | |
| 3. | 高純度炭化ケイ素双結晶粒界の観察 | | |
| 4. | 高温超伝導 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ 焼結体の結晶粒界の観察 | | |
| 5. | まとめ | | |
| 2.5 | 焼結体・単結晶の熱膨張率 | 井川 博行 | 106 |
| 1. | はじめに | | |
| 2. | 熱膨張の理論の文献紹介と熱膨張係数 | | |
| 3. | 熱膨張の測定法 | | |
| 4. | 熱膨張に影響する因子 | | |
| 5. | 熱膨張データ探索および JIS と ASTM | | |
| 2.6 | 焼結体・単結晶の熱伝導率 | 安田 榮一・田辺 靖博 | 111 |
| 1. | はじめに | | |
| 2. | 定常法 | | |
| 3. | 非定常法 | | |
| 4. | 熱伝導率の表記法 | | |

| | | |
|------|---------------------|----------------|
| 5. | セラミックスの熱伝導に与える要因 | |
| 6. | おわりに | |
| 2.7 | 拡散係数 | 安藤 健 119 |
| 1. | 序論 | |
| 2. | 拡散の数学的取扱 | |
| 3. | 拡散係数の測定方法 | |
| 4. | 拡散係数測定への拡散試料の調製法の影響 | |
| 5. | 自己拡散に与える粒界の影響 | |
| 2.8 | 焼結体・単結晶の弾性率 | 丸山 忠司 129 |
| 1. | 弾性率の定義と相互の関係 | |
| 2. | 弾性率測定法 | |
| 3. | 弾性率に影響を与える因子 | |
| 4. | 高次弾性定数 | |
| 5. | おわりに | |
| 2.9 | 多結晶体の破壊靱性 | 逆井 基次 138 |
| 1. | 緒言 | |
| 2. | 破壊靱性値の評価技術 | |
| 3. | 破壊現象と破壊靱性値 | |
| 4. | 結語 | |
| 2.10 | 高温力学物性 | 西田 俊彦 147 |
| 1. | 弾性的性質と内部摩擦 | |
| 2. | 破壊特性 | |
| 3. | クリープ | |
| 4. | まとめ | |
| 2.11 | セラミックスの欠陥検出・評価法 | 志波光靖・岸 輝雄 155 |
| 1. | はじめに | |
| 2. | 非破壊評価と非破壊検査 | |
| 3. | セラミックスの欠陥の種類 | |
| 4. | 欠陥（マイクロクラック）と破壊靱性 | |
| 5. | 非破壊検査法の種類と特徴 | |
| 6. | 非破壊評価の問題点 | |
| 2.12 | セラミックスの耐摩耗性 | 岩佐美喜男・木下 実 165 |
| 1. | 摩擦・摩耗 | |
| 2. | 摩耗の原因 | |
| 3. | 摺動条件 | |
| 4. | 摩耗の測定 | |
| 5. | 摺動摩耗試験法 | |
| 6. | 摺動以外の摩耗 | |
| 7. | 硬度の測定 | |
| 8. | おわりに | |

| | | | |
|------|--------------------------|-------|-----|
| 2.13 | 遠赤外線放射体の特性とその利用法 | 高嶋 廣夫 | 178 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 放射熱伝達のメカニズム | | |
| | 3. 赤外線放射特性の測定と評価 | | |
| | 4. セラミックス遠赤外線放射体 | | |
| | 5. 赤外線放射ガスバーナー | | |
| | 6. 赤外線放射特性と被加熱体の熱伝導性 | | |
| | 7. おわりに | | |
| 2.14 | 固体レーザー結晶の評価 | 田辺 讓 | 188 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. レーザー結晶の評価 | | |
| | 3. 光学的均一性 | | |
| | 4. 結晶の機械的, 熱的, 光学的性質 | | |
| | 5. 分光学的特性 | | |
| | 6. あとがき | | |
| 2.15 | 非線形光学結晶の評価 | 田辺 讓 | 194 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 非線形波長変換 (第2高調波発生) の基礎 | | |
| | 3. 非線形光学結晶の主要特性 | | |
| | 4. 非線形光学定数の測定法 | | |
| | 5. 粉末法による第2高調波発生の観測 | | |
| | 6. あとがき | | |
| 2.16 | 焼結体・単結晶のイオン伝導性 | 永井 正幸 | 205 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. 電荷担体の決定及び輸率の測定法とその原理 | | |
| | 3. イオン導電率の測定法とその原理 | | |
| | 4. 実際の測定例と注意事項 | | |
| | 5. おわりに | | |
| 2.17 | 超伝導セラミックス | 岸尾 光二 | 214 |
| | 1. 寒剤の入手と利用 | | |
| | 2. 温度測定法 | | |
| | 3. 電気抵抗の測定法 | | |
| | 4. 磁化率の測定法 | | |
| | 5. 臨界電流の評価 | | |
| | 6. おわりに | | |
| 2.18 | 誘電特性 | 桑原 誠 | 222 |
| | 1. はじめに | | |
| | 2. セラミックスにおける誘電特性 | | |
| | 3. 誘電定数とその周波数及び温度依存性 | | |
| | 4. 誘電定数と測定パラメーター | | |

5. 誘電特性の測定法
6. 誘電特性の評価
7. おわりに
- 2.19 絶縁破壊特性.....大木 義路 230
 1. はじめに
 2. 試料及び電極系
 3. 印加電圧
 4. 測定
 5. 機構
- 2.20 半導体セラミックス粒界の電子構造.....津田 孝一 238
 1. 粒界を利用した半導体セラミックス
 2. 粒界電子構造の評価法
 3. C-V法
 4. 赤外反射スペクトル法
 5. 比抵抗法
 6. 熱放出電流の温度依存性
 7. アドミッタンス法
 8. 熱刺激電流 (TSC) 法
 9. 過渡応答法
 10. おわりに
- 2.21 熱電半導体の特性測定.....松原 覚衛 248
 1. はじめに
 2. ゼーベック係数 S の測定法
 3. 電気伝導度 σ の測定法
 4. 熱伝導率 κ の測定法
 5. “Harman” 法による性能指数 Z の直接測定
- 2.22 圧電特性測定法.....竹中 正 254
 1. 圧電現象 (圧電効果)
 2. 圧電振動子の等価回路
 3. 圧電測定法・評価法の実際
- 2.23 焦電特性測定法.....竹中 正 261
 1. 焦電現象 (焦電効果)
 2. 焦電材料に要求される特性
 3. 焦電材料
 4. 焦電特性の応用
 5. 計測法・評価法
 6. おわりに

第3章 ガラス (アモルファス体) の評価法

- 3.1 ガラスの熱的性質・評価.....三浦嘉也・尾坂明義 268
 1. 粘性

| | | |
|-----|---------------------|--------------------|
| 2. | 軟化点, 徐冷点, 歪点 | |
| 3. | 熱膨張率 | |
| 4. | 結晶化 | |
| 5. | ガラス融液の電気伝導 | |
| 3.2 | ガラスの力学的性質の評価 | 宮田 昇 276 |
| 1. | 弾性的性質 | |
| 2. | 硬度 | |
| 3. | 破壊強度 | |
| 4. | 破壊力学特性 | |
| 5. | 結言 | |
| 3.3 | ガラスの光学的特性評価 (1) | 長川雅昭・田島英身・中川賢司 284 |
| 1. | はじめに | |
| 2. | 屈折率の評価 | |
| 3. | 屈折率の均質度の評価 | |
| 4. | 光散乱の評価 | |
| 3.4 | ガラスの光学的特性評価 (2) | 田島英身・石灰勲夫・中川賢司 291 |
| 5. | 透過率の評価 | |
| 6. | 表面形状の評価 | |
| 7. | おわりに | |
| 3.5 | ガラスの耐水性—その性能評価法— | 寺井 良平 299 |
| 1. | ガラスの耐久性に関する規格 | |
| 2. | MCC 規格 | |
| 3. | ガラスの浸出機構の評価 | |
| 4. | 固体表面分析機器によるガラスの性能評価 | |

第4章 薄膜の評価法

| | | |
|-----|-------------------|-----------|
| 4.1 | 薄膜の膜厚測定 | 魚住 清彦 307 |
| 1. | はじめに | |
| 2. | 膜厚モニター | |
| 3. | 膜厚測定法 | |
| 4.2 | 薄膜の配向性・欠陥及び基板 | 奥山 雅則 318 |
| 1. | 配向性 | |
| 2. | 欠陥 | |
| 3. | 基板 | |
| 4.3 | 薄膜の熱伝導率・熱膨張率測定法 | 岸 証 325 |
| 1. | はじめに | |
| 2. | 薄い材料の熱伝導率・熱拡散率測定法 | |
| 3. | 基板上薄膜の熱膨張率測定法 | |
| 4. | おわりに | |
| 4.4 | 薄膜の密着性 | 岡田 雅年 333 |

1. はじめに
 2. セラミックス皮膜と金属との密着力とその測定法
 3. 引張試験による密着性の解析
 4. 基板-皮膜間の密着性の改善——表面析出の利用
 5. おわりに
- 4.5 薄膜の光学的性質 尾 山 卓 司 340
1. はじめに
 2. 理論的取り扱い
 3. 光学特性の測定法
 4. 現実の薄膜
 5. おわりに
- 4.6 セラミックス薄膜の電気的特性 津 田 孝 一 351
1. はじめに
 2. 抵抗率の測定
 3. キャリア濃度, 移動度
 4. 誘電率
 5. おわりに
- 4.7 薄膜の磁気的性質 星 陽 一 357
1. 磁化過程の測定
 2. 磁気異方性の測定
 3. 磁気ひずみの測定
 4. 磁気光学効果の測定
 5. 磁気抵抗効果の測定
 6. ホール効果の測定
 7. 透磁率の測定
 8. その他の磁気特性の測定

第5章 繊維の評価法

- 5.1 繊維の評価法 清 水 紀 夫 364
1. 基礎物理量
 2. 熱的性質
 3. 電気的性質
- 5.2 セラミックスファイバーの力学的特性とその評価方法 佐 藤 健 372
1. セラミックスファイバーの力学的特性
 2. 評価方法について
 3. 炭化ケイ素繊維の評価方法
 4. あとがき
- 5.3 繊維の化学的性質 藤 木 良 規 380
1. 補強材の耐化学性
 2. イオン交換特性
 3. おわりに

第6章 多孔材料の評価法

- 6.1 多孔材料 後藤 誠史 388
1. はじめに
 2. 機械的性質
 3. 熱及び電気伝導率と空隙
 4. ガスの流動, 拡散
 5. イオンの拡散
 6. おわりに

第7章 複合材料の評価法

- 7.1 セラミックス基複合材料 香川 豊 394
1. はじめに
 2. 複合効果
 3. 構造に敏感な特性
 4. 複合効果に影響する素材以外の要因
 5. おわりに
- 7.2 長繊維強化複合材料の強度と破壊挙動の評価法 逆井 基次 400
1. はじめに
 2. 長繊維強化セラミックス複合材の微視破壊過程と破壊機構
 3. マトリックス破壊に対する破壊靱性値評価
 4. 繊維架橋とR曲線挙動の実験的評価
 5. 繊維の引き抜きと破壊エネルギーの実験的評価
 6. 結論

第8章 生体材料の評価法

- 8.1 生体材料の評価 赤尾 勝 409
1. 生体材料の定義
 2. 毒性学の基礎
 3. 安全性試験の規準
 4. 一般毒性試験
 5. 特殊毒性試験
 6. 生体適合性

索引 417

第 1 章 粉体の評価法

1.1 粉体：微粒子の粒度分布測定

1. 総括・分類

神保 元二

粉体原料から出発することを一つの特徴としているセラミックス製造では、粉体粒子の粒度測定は欠かすことのできないものである。特に最近サブミクロン域以下の測定が重要になっている。一方、新しい測定原理が次々にこの分野に導入され、測定方法は極めて多様になった。そのためかえて各方法間のくい違いなどが目につき混乱もたらされている面も否定できない。ここではまずその多様性に目を向け、多様性を必要とする粉体の一番基本的な特性を考えてみることから「粒度測定」のシリーズを始めてみたい。

何を評価するのか

粉体粒子の大きさ、つまり粒度を測定する方法は多種多様で、実に多くの方法がある。その分類方法についてまだ定説はないが、ここではとりあえず筆者がしばしば勝手に使っているものを表1に示す。その内容については次回から逐一御説明していくことになるが、今回はなぜこれほどたくさんの方が存在し、かつそのうちの多くのものが現に用いられているのかを考えてみたい。

これにはいろいろな理由が考えられるが、もっとも根本には粒度評価というものが一義的に決まらず、多面的である、ということがある。もともと粉体とは筆者の定義によれば(1)固体の限定された存在様態であって、(2)その特性は基本的に確率的であって、(3)かつ固体の表面の特性が全体の特性のコントロールングな因子である、ということになるが、この中でまず(2)の確率な存在から粉体粒子の特性は統計的にしか求められないことが分かる。

例えば、2次元的な画像にすると図1のような粒子

群(粉体)があったとする。このときまず問題になるのは、この粒子群の何をもって“大きさ”とするかということである。一つ一つの粒子の“大きさ”(代表径)(図2)を測定してそれをそのまま何らかの方法で表しておくのか、それから統計的処理によって何らかの平均的値を求めておくのか、あるいは1個ずつの大きさを測ることをしないで、直接に全体的な特性を示す平均的なもの(例えば比表面積など)を求めてしまうか、いろいろな選択肢が考えられる。

ところが、その前にもう一つ難問があった。それは個々の粒子の代表径といっても、球(2次元的には円)のように直径など一義的に決めることが容易な場合を除いてはその定義はまた多様である。表2に主な代表例を分類して示した。現在実際に用いられているのは、この中で長さ径の一部のほかは狭義の円相当径、ストークス径及び篩分け径ぐらいのものであろうが、新しい原理が導入されると実は新しい定義が導入されたことになる例は少なくない。そういう新しい定義は多くの場合ここにあげた相当径のいずれかに近似できるわけである。

このほかごく常識的に考えても我々が測定対象とす

表1 粒度分布測定法の分類(1)

| 原理 | 測定が対象とする特性 | 測定する値 | 測定原理と手段 | その他 | |
|-------------------------|---------------------|-------------------------------------|---|---|---------------------|
| A・光などによる粒子の影像化・信号化・情報化 | I. 粒子の図形 | 2 ①図形上の指定の長さ | 手動、又は半自動操作 | スケール、グラティキュールなどを用いる | |
| | | ②図形の代表長さを始めとする各種情報 | マニュアル入力によるディジタイザーを用いる図形解析など | パソコンを用いる装置などハード、ソフトとも市販 | |
| | | ③同上 | 全自動画像解析装置、各種代表径を始めとする諸ディメンション、形状指数 etc. | 最近専用化の動きサスペンドした粒子の光走査も | |
| | 3 ④多軸投影図形解析 | 蒸着、ホログラフなど利用 | 試みの段階 | | |
| | | ⑤2次X線量測定 | 粒子の厚さを測定 | (Whiteの方法)試みの段階 | |
| II. 粒子による光の吸収散乱の粒径による変化 | ①[遮光法] 粒子による光量変化を測定 | 光束を遮って通過する粒子による光量変化を、1個ないし数個の光素子で測定 | 希薄サスペンション | | |
| | ②粒子による散乱光の強度分布 | レーザー光その他光ビームの粒子による散乱光強度分布のセンサーによる測定 | 1個粒子 粒子分散系 | エアロゾルの測定 (~0.3 μ m レーザ利用~0.1 μ m) サブミクロン粒子の測定 ~0.1 μ m | |
| | | ②粒子による回折パターンの強度分布 | Fraunhofer 現象利用 レーザー・ビームの回折パターンを光素子で計測 | ~1 μ m まで しかし~0.1 μ m までも可能 | |
| A' X線 | 散乱の粒径による変化 | X線の散乱強度分布 | X線小角散乱法 | (装置化はされていない) | |
| A'' 音波を利用する方法 | 粒子による音波の吸収、反射現象 | ①粒子からの反射波の信号解析 | | 主にモニタリング用、又はサスペンションの連続測定用 | |
| | | ②粒子分散系による音波吸収係数 | 波長の異なった二つ以上の音波の各々の減衰を測定 | | |
| B・容積・かさ特性 | I. 粒子固体容積のかさ特性 | 固体粒子が篩目、孔などを通過するときの抵抗差(目開き→代表径) | 織網篩 多孔板篩 | 機械的シェーキング ジェット気流を網目に | ロータップなど (セメント規格) |
| | II. 1個粒子の流体中のかさ特性 | サスペンション液の電気抵抗の変化(小孔中の固体粒子の割合) | 電氣的成形篩 | 乾式 超音波 湿式 超音波 | マイクロ・シーブ etc. |
| | | | 電極間を遮断するガラス壁に小孔。そこにサスペンションを流す | コールター法、エルゾーン etc. | |

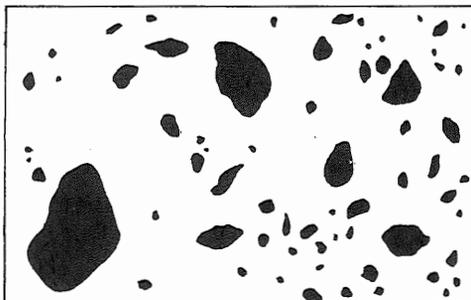


図1 典型的な粉体粒子の影像パターン

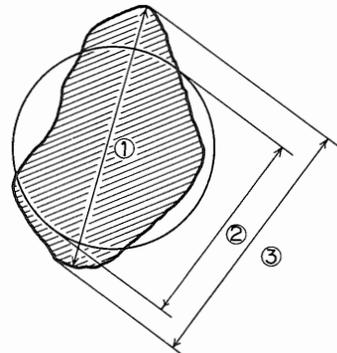


図2 代表径の例(図1中の一最大粒子を例にとって、①長軸径、②円相当径、③定方向径を示す)

表1 粒度分布測定法の分類(2)

| 原理 | 測定が対象とする特性 | 測定する値 | 測定の原理と手段 | その他 | |
|-------------------------|------------------------------|--------------------------------|---|--|--------------------------|
| C. 液体中の固体粒子の運動(移動速度)の測定 | I-1 重力場 (+遠心力) | ①液体中粒子の沈降速度・加速度の直接測定 | 最近ではレーザー・ドップラーを用いる方法 | | |
| | | ②沈降管内の沈積粒子重量 | 天秤などによる粒子沈降量の自動測定 | 沈降天秤法 ★遠心(沈降天秤法, アンバランス法) | |
| | | ③沈降管中の粒子の個数変化 | 均一分散サスペンションの沈降によるある深さでの粒子の量的変化。あるいは一定時間後の高さ方向の分布を種々の方法で測定 | (向阪の方法) | |
| | | ④沈降中の濁度(断面積濃度)変化 | ★光透過 | X線 etc. | 我が国で広く利用。数種の装置が市販 |
| | | | | | |
| | | ⑤★粒子の重量基準濃度の変化測定 | a. 比重測定 | 現在多くの方法が遠心を併用, ストークス径を求める キュベット法と回転ディスク法がある | 差圧法, 比重計法, 比重天秤法, 遠心差圧法★ |
| | | | b. 直接測定 | | アンドレアゼンピペット 遠心ピペット法★ |
| | c. 重心移動 | | アンバランス法★ | | |
| | ⑥粒子の溢流, とび出し速度 | | 風篩器(セメント etc.) | | |
| | I-2 慣性力 | ①衝突分離粒径 | 慣性力を利用した粒子分離法に基づく粒径識別 | カスケードインパクト, アンダーセン・エア・サンプラー(真空にして微粒子へ) | |
| | | ②気流分流型分級径 | | バーチャル・インパクト | |
| | | ③十字流分級の分離 | | | |
| | | ④加速レーザー・ドップラー法 | ジェット噴流で粒子を加速 LDV で速度測定 | 主として気流中のエアロゾル | |
| | I-3 遠心場 | ①遠心分級の分離径 | サイクロン | 各種の分級機を用いて分離径を求め粒度を推定 | サイクロサイザー etc. (多段) etc. |
| | | | 向流分級 | | |
| | | ヘリカル管内沈降分離 | | | Stöber 法 |
| | I-4 拡散特性 | ①液流中の濃度分布 | 円管内流動で, 乱流渦による壁近傍の濃度変化を測定 | (オンライン用のアイディア) | |
| | | ②拡散沈着粒子数 | 円管内層流気流よりの拡散沈降 | ディフュージョン・バッテリー, ディフュージョン・チューブ | |
| | | ③光子相関法(動的散乱現象による) | ブラウン運動をしている粒子の速度変動を, 動的散乱法によって測定(レーザー使用)光子相関法によって平均粒径とその分散を推算 | 数 μm ~ 1 nm オーダーまで | |
| | I-5 静電分離 | 集塵分離捕集量 | 拡散電荷法で荷電されたエアロゾル粒子の集塵量 | その他 | |
| II | クロマトグラフ法 | カラム中で粒子を分離, その量で量る | (10 nm ~ 1 μm のオーダー) | HDC 法(主として latex 用) | |
| III | ★ Field Flow Fractionation 法 | 遠心力, 静電気力など粒子を移動させ, 直角方向に液流で流す | 10 nm ~ 1 μm | SF ³ 法(デュボン) など | |

(★印は遠心力利用)

る粒子は極めて広い粒度範囲にわたっており, 例えば 1 mm から 1 μm と考えても 10^3 のオーダーであるが, このオーダーは表面積や重量で考えれば 10^6 , 10^9 という大きいものになる。加えて物質としては無機, 有

機, 金属にわたる極めて多様な組成, 構造, 性質を持ったもので, こうしたすべてに対応するためには, 実に多種の測定方法が必要であることも当然といえようか。

表2 代表径の分類

| | | | |
|--------|--------|-----------------------------|---|
| 1. 長さ径 | 代表長さ径 | 長軸径①, 短軸径などの一つを径とする | |
| | 軸平均径 | 上の代表長さ径各種の平均. 平均の取り方も各種 | この中のある種のものは外接直方体相当径など, 相当径にもなる |
| | 定方向径 | 全部の粒子について同じ方向のある種の代表径を取る③ | 定方向平行切線の間隔をとるフェレ径などその一例 |
| 2. 相当径 | 円相当径 | 投影面積円相当径 | 狭義の円相当径, ハイウッド径などとして最も多く用いられる |
| | | その他投影周長円相当径, 外接円相当径など | |
| | 球相当径 | 等体積球相当径 | 上記のハイウッド径に対応 「比表面積径」 ストークス径として最も多く用いられている |
| | | 等表面積球相当径 | |
| | | 等沈降速度球相当径 その他等慣性モーメント径など | |
| 3. その他 | 篩分け径など | 篩の目開きとの関連で決める | |

①, ③は図2参照.

<お試し版はここまで>
ご購入お申し込みお待ちしております