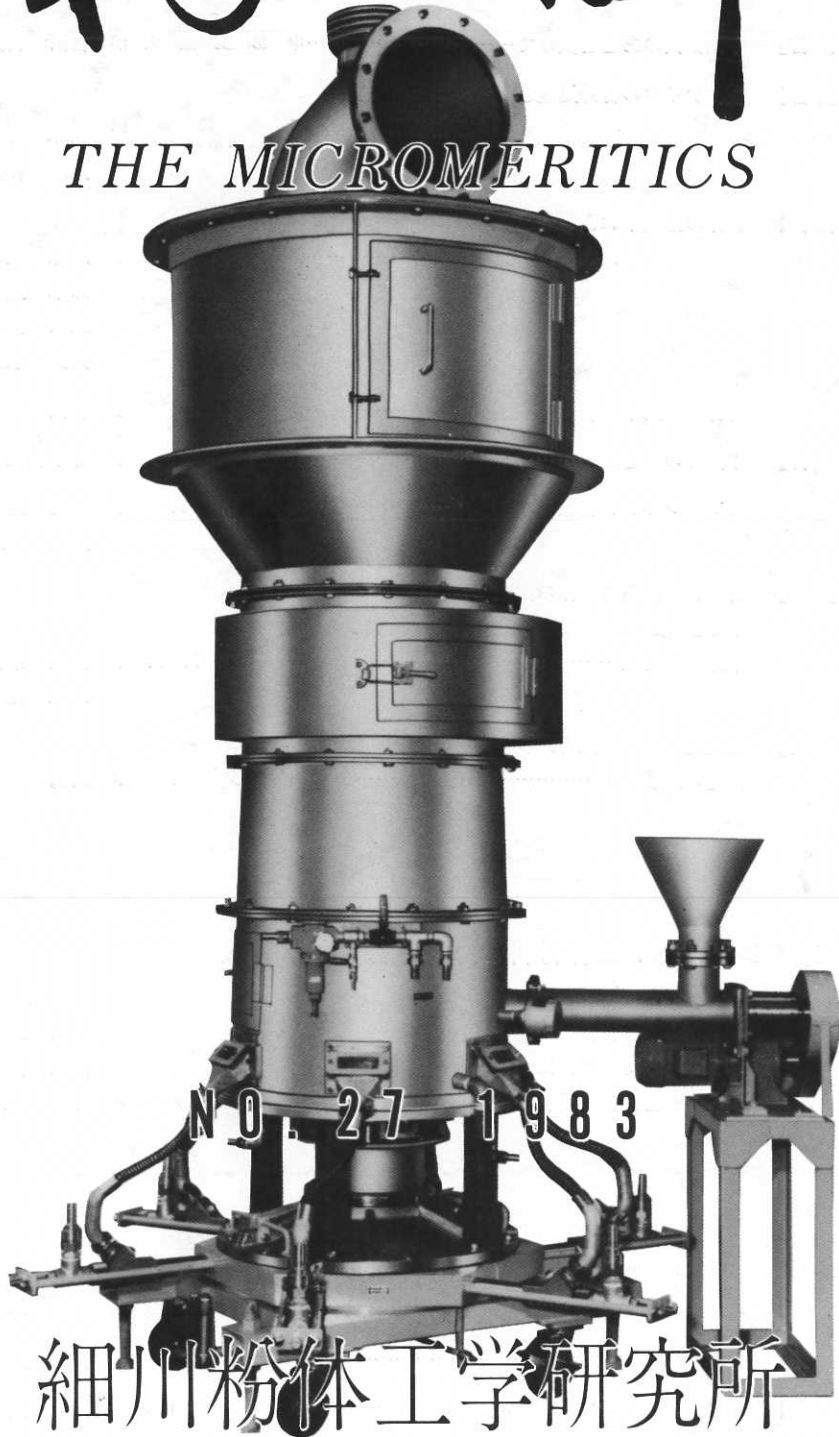


粉 碎

THE MICROMERITICS



細川粉体工学研究所

【巻 頭 言】	中川会長のあとを受けて……………中 部 工 業 大 学	吉田 哲夫………… (2)
【研 究 報 告】	窒化ケイ素の粉碎処理と 結晶構造の乱れ……………工 業 技 術 院 名古屋工業技術試験所	桑原 好孝………… (4) 鈴木 和夫
【研 究 報 告】	粉体の空間率および安息角 におよぼす温度の影響……………姫 路 工 業 大 学	藤原 英二………… (11) 鈴木 道隆 広田 満昭 大島 敏男
【研 究 報 告】	部分分級効率の新しい測定法……………東 京 大 学	菅沼 彰………… (16)
【紀 行】	中国での二週間……………大 阪 府 立 大 学	寺下敬次郎………… (21)
【寄 書】	セファレキシソ結晶の吸湿性……………昭 和 大 学	金庭 延慶………… (26) 大塚 誠
【参 考 資 料】	貯槽容器からの粉体の流出を促進 する空気圧および妨害する付着力に関する 最近の研究例……………足 利 工 業 大 学	湯浅 泰伸………… (34) 山城 光雄
【総 説】	光透過法による微粉体の粒度分布 測定の進歩……………山 形 大 学	高坂 彬夫………… (42)

＜特集＞ 新しい粉体材料と粉体物性

新材料と粉体特性……………京 都 大 学	荒川 正文………… (54)
ニューセラミックスについて……………三 重 大 学	作花 済夫………… (65)
高分子複合材料の現状……………関 西 大 学	井本 三郎………… (74)

【参 考 資 料】	クリーンルーム・パイオクリーンルームの 計画について……………ホ ソ カ ワ 環 境 エンジニアリング 関	環境事業部………… (81)
【随 筆】	アヘマ'82に参加して……………関 西 粉 体 工 学 研 究 所	横山 豊和………… (89)
【新製品紹介】	ホソカワミクロン ミクロンジェット……………ホソカワミクロン 関	東京事業本部… (93)

【参考資料】 マイクロトラックによる粒度分布測定……………榎 細川粉体工学研究所 南 孝和……(98)

【参考資料】 PET 連続式固相重合システムについて……………ホソカワミクロン 榎 枚方事業本部……(102)
ホソカワ ニュース……………(105)

豆 ニ ュ ー ス 第16回粉体工学に関する講演討論会の開催……………(3)

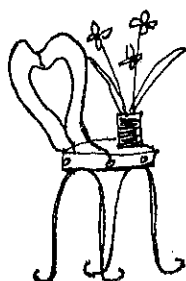
特 許 一 言 メ モ 意匠デザインとは…(No.37)……………(33)
INID コードとは…(No.38)……………(53)
特許庁長官……………(No.39)……………(64)
特許でよくいう「ホウタイ」とは…(No.40)……………(64)
特許でよくいう「イ号」とは……………(No.41)……………(73)
優先権主張……………(No.42)……………(80)
意匠と著作権の違い(No.43)……………(101)

Original Reports :

- Effect of Grinding an X-Ray Line Broadening of
Silicon Nitride Powder……………Y. Kuwahara……………(4)
K. Suzuki
- The Effect of Temperature upon the Void Fraction
and the Angle of Repose of Powder……………E. Fujiwara, M. Suzuki……………(11)
M. Hirota and T. Oshima
- A New Method of Partial Classification Efficiency
Measurement……………A. Suganuma……………(16)

【表 紙】 超微粉砕機ホソカワミクロン ミクロンジェット (MJ-7-4U)
(詳細は93頁参照)

93



中川会長のあとを受けて



粉体技術談話会
会長 吉田 哲夫
Tetsuo Yoshida

昭和44年4月に発足した粉体技術談話会の初代会長として京都大学名誉教授中川有三先生は爾来13年間にわたり、粉体に関する工学、技術の発展に尽力され、57年3月御高齢のため辞任されました。高名の先生のあとを受けて、この非才の吉田に何ができるのかと考えるにつきましても、先生を会長の座におしただいて、安心して今日まで歩みえてきたことが今更のように思い出されます。

そこで会長を引き受けてまず何を考えねばならぬかということですが、それは粉体技術談話会の体質と発足精神とを、十分わきまえて仕事をしてゆくことだと思います。すなわち、この技術談話会は私企業である細川粉体工学研究所を母体としていることと、発足の精神は企業が得た利益を談話会の活動を通じて社会へ還元し、粉体工学、技術の進歩発展に寄与しようとするにあるということです。

これらのことを念頭において、本会によってなされて来た仕事は毎年1回の“粉砕”誌発行への援助と、1回の粉体工学講演討論会の開催であり、すでに粉砕誌は26号を重ね、講演討論会は16回を数えてきました。(粉砕誌第1号は昭和32年細川永一氏(前社長)の紫綬褒章の受章記念号として発刊され、今日まで25年を経過しています。)

ここに日本粉体工学史の25年を振り返りますと、この

四分の一世紀の間の日本の粉体関連学界、同業界の動きはどうでありましたでしょうか。まず特筆すべきことは、世界に類例のない組織化が偉才井伊谷鋼一氏を頂点に行われたことでしょう。すなわち粉体工学会、および社団法人日本粉体工業技術協会の誕生と、その後の確固たる活動です。そして世界の注目を集めつつあることです。一方談話会の母体である細川粉体工学研究所さらにその本体であるホソカワミクロン株式会社の発展は“粉砕”誌発刊当時の昭和32年頃に比べると、まさに隔世の感があり、今や世界のホソカワの基盤を築きつつあります。この25年の日本の産業の延びに乗じてというよりも、その進歩の一画を荷負って進んできたと思います。

企業で得た利益を社会に還元する、それがやがて企業に戻ってくる、これが世の縁(えにし)というものでしょう。そうだとすれば我々の粉体技術談話会の活動も、やはり企業活動の一環の宿命を背負っていることになります。それだから他に比較して伸びが少ないのだと言う人もいるでしょうが、しかしひるがえって考えれば、この技術談話会も15年間の努力によって、今日では日本の粉体工学の第一級の人々がなんの屈託もなく、忽ちにして一堂にお集まり願える態勢を整えるにいたっている様に思います。これは前述の奉仕精神に徹し、なんの利益も求めないからでありましょう。こんなにユニークな会は何処にもない、誠に不思議な存在と言えるのではないのでしょうか。粉体工学界の頭脳を何の抵抗もなく集めるとすれば、こんな素晴らしいことはないでしょうし、このように智力あって、しかも経済的裏付けがあるとすれば、まさに鬼に金棒で、唯我々は活動の場作りをやればよいことになります。これは一寸言い過ぎた表現かも知れませんが、今日確かに我々の談話会はこれに近いことをやりうる状態にある様に考えられます。

[筆者紹介]

大阪府立大学名誉教授、大阪市立大学名誉教授、
現在中部工業大学教授
主なる研究は二十数年間、微粉体の捕集、乾燥に関する研究に従事、現在は省エネルギーに関する仕事に従事している。

さて、今日の日本にとって最も欠けているのは経済力でも軍事力でもない、日本人は人類の文化に貢献するところの多い尊敬される価値ある人間だという文化的威信であり、今日、日本の国際的行動があまり受けられていない大きな原因の一つも文化的威信の欠如にあり、とも言われているようですが、しかし私は必ずしもそうだとは思いません。日本にも世界の文化に貢献しうる、二番煎じではなく自分で本質を探するような仕事もなされているが、十分に世界に押し出されて、知られて、利用されていないのではないかと思います。そこで、日本で生まれているオリジナルな学問、技術をもっともっと広

く世界中に知ってもらい、かつ使ってもらうための一助となる様な活動をしてみてはと考え、本会はまず昭和58年度を期して、日本で生まれた粉体に関する秀れた学術を世界に紹介するために欧文誌発行の計画を進めています。上述のように 斯界の諸賢の 協力をうる 態勢のもとに、努力を重ねてゆけば、必ずや世界の文化の発展に貢献しうるものと自負するものです。

以上、会長としての考え方と抱負を述べさせていただきましたが、会の将来の発展のために、読者諸賢の一層の御叱正、御援助をお願いするものであります。

(昭和57年10月記)

豆ニュース

第16回粉体工学に関する講演討論会の開催

毎年、粉体技術談話会の主催で開かれている「粉体工学に関する講演討論会」が、昭和57年8月20日(金)ホソカワミクロン株式会社事務所5階会議室で開催された。

今回は近年非常に注目を集めている新材料に焦点をあて、「新しい粉体材料と粉体物性」をテーマとして採り上げたところ、反響が大きく、参加希望者は予定を大幅に超え、100数名に達した。

まず、前会長、中川有三先生の後任として、昨年4月から粉体技術談話会の会長となられた吉田哲夫先生より、開会の挨拶を頂き、荒川先生、作花先生、井本先生の講演(詳細な内容については本誌特集に掲載)へと続き、神保先生の名司会により活発な討論が行なわれた。最後に、細川社長の「1年後の成果を期待しつつ来年の講演討論会で会いましょう」の言葉で結ばれた。

テーマ：新しい粉体材料と粉体物性

プログラム

◎開会挨拶

中部工業大学 教授

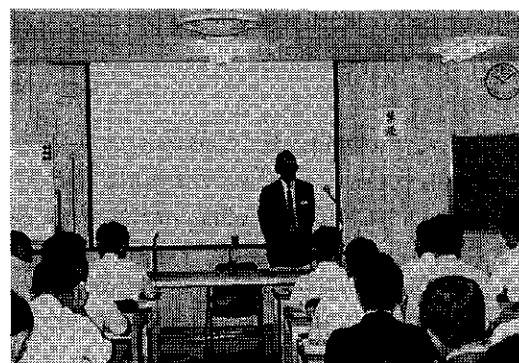
粉体技術談話会々長

吉田 哲夫氏

◎講演

「新材料と粉体特性」

京都大学化学研究所 助教授 荒川 正文氏



◎講演

「ニューセラミックスについて」

三重大学工学部 教授

作花 済夫氏

◎講演

「高分子複合材料の現状」

株式会社クラレ 開発部長

井本 三郎氏

◎総括討論

司会 名古屋大学 教授

神保 元二氏

◎閉会挨拶

株式会社細川粉体工学研究所 社長

粉体技術談話会 副会長

細川 益男氏

窒化ケイ素の粉碎処理と結晶構造の乱れ

Effect of Grinding an X-Ray Line Broadening of Silicon Nitride Powder

桑原 好孝* 鈴木 和夫*

Yoshitaka Kuwahara, Kazuo Suzuki

Abstract

The silicon nitride powder was ground with a fluid energy mill (Jet-O-Mizer 202) and a vibration mill, the amplitude and frequency of which are 0.3 cm and 1800rpm, respectively. The ground behavior of silicon nitride powder was characterized mainly by the relationship between the specific surface area and the lattice imperfection of ground product. The lattice imperfection was estimated by the line broadening of X-Ray diffraction pattern. Main results obtained were summarized as follows; 1) The lattice imperfection of ground product with the fluid energy mill was much larger than that with the vibration mill. 2) The degree of lattice imperfection increased proportionally with the increase of specific surface area of ground product.

著者摘録

窒化ケイ素粉末を気流式粉碎機 (Jet. O. Mizer 202型) と振動ミル (振幅が 0.3cm. 振動数 1,800 rpm) を用いて粉碎し、粉碎産物の比表面積と結晶構造の乱れとの関係を中心として、窒化ケイ素の被粉碎特性を調べた。なお、結晶構造の乱れは X 線回折線の積分強度から推察した。得られた結果は以下の通りである。

- 1) 気流式粉碎機による粉碎産物の結晶構造の乱れは、振動ミルによる粉碎産物に較べて大きい。
- 2) 結晶構造の乱れの度合いは粉碎産物の比表面積の増加に伴って増加する。

1. ま え が き

粉碎とは固体粒子に機械的・物理的エネルギーを与えて粒子を細分化し、粒子径の減少と固体表面積の増加をはかる単位操作である。粉碎機内において粒子に機械エネルギーが加えられ、そして仮りに、そのエネルギーが粒子を破壊するには不十分な大きさであったとしても、投入されたエネルギーは粒子内部あるいは表面に何等かの形で蓄積されることが予想される。例えばそれが、粒子表面の結晶構造の乱れを発生させて粒子表面の性状を変化させ、粒子表面の活性化を促進するかも知れない。

このように、粉碎操作は粒度の減少と表面積の増大という効果以外に、粉体の活性を高めるメカノケミカルな効果も期待できる。

そこで、共有結合性が強く、熱的に極めて安定で難焼結性物質であると言われている窒化ケイ素粉末を主な試料として用い、高速気流によって加速された粒子同志が互いに衝突し合う粉碎機構である気流式粉碎機、そして粉碎媒体が試料粉体を噛み込んで、単位時間当たりに小さな衝撃エネルギーで数多く衝突し合う粉碎機構である振動ミルの二種類を使用して、粉碎実験を行なった。そして粉碎産物の粒度分布及び比表面積の粉碎時間に対する変化、さらに粉碎の進行に伴う結晶構造の乱れといった粉体の被粉碎特性について調べたので、その結果について報告する。

* 工業技術院名古屋工業技術試験所
(〒462 名古屋市北区平手町1丁目1番地)
Tel. (052) 911-2111 内

2. 実験方法

i) 気流式粉砕機による粉砕実験

使用した気流式粉砕機は Fluid Energy 社製 Jet-O-Mizer 202型である。実験はキャリアーガスとして圧縮空気を用い、試料装入側プレッシャー・ノズルの空気圧を 6.8 Kg/cm^2 、及びグラインディング・ノズルの空気圧を 6.5 Kg/cm^2 一定に保ち、行なった。この実験に用いた粉砕試料は電気化学工業株式会社製の窒化ケイ素（シリコンの窒化物：#325, α 相率60%及び90%の二種類）、不二研磨材工業株式会社製の炭化ケイ素（シリコンの炭化物：#4000 α 型）、さらにケイ石（シリコンの酸化物：韓国産）である。

なお、粉砕機を通して得た微粉（粉体粒子に衝撃力が加えられている）と、分級機によって生成する微粉（衝撃力が加えられていない）の両者を比較するために、窒化ケイ素の分級実験も合わせて行なった。この実験に用いた分級機は強制渦形の遠心式分級機であり、日本ドナルドソン社製、アキュカットA-12型である。

ii) 振動ミルによる粉砕実験

使用した振動ミルは川崎重工業株式会社製 SM-0.6 であり、振幅が全幅で 0.3 cm、振動数 1,800 rpm の振動台の上に内容積が 1.1 l のアルミナポットを2個取り付けけるものである。実験条件は、粉砕媒体として直径が 1.5 cm のアルミナボールを用い、ボールの見掛け体積がミル内容積の70%の量（ミル充填率 $J=0.7$, 1,530 g）を充填した。また使用した試料は電気化学工業株式製の窒化ケイ素（#325, α 相率90%）であり、試料のチャージ量はミルに充填したボールの空間体積と等量の見掛け体積分（ボール空間充填率 $U=1.00$, 300cc, 270 g）である。

実験は乾式（空气中）と湿式によって行なったが、湿式粉砕の実験に用いた媒液はフレオン 113 とエチルアルコールの二種類であり、それぞれ 400cc 充填した。これらの媒液の特性値を Table 1 に示す。

なお、i) ii) の実験で得られる粉砕産物の粒度分布はセイシン企業株式製の光透過式粒度分布測定機を用い、また比表面積の測定には BET 法によるカルロ・エルバ社

Table 1 Properties of liquid used

	Freon 113	Ethanol
Structural formula	$\text{CF}_2\text{Cl CFCl}_2$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
Boiling point [$^{\circ}\text{C}$]	47	78.3
Density [g/cc]	1.556(30°C)	0.789(20°C)
Viscosity [$\text{kg}\cdot\text{sec/m}^2$]	0.63210^{-4}	1.2010^{-4}

製ソーフトマチックを用いた。そして、粉砕の進行に伴う X 線回折パターンの変化については、理学電気株式会社製 X 線回折装置（管球電圧・電流が $35 \text{ KV} \cdot 15 \text{ mA}$ 、スリット幅が 1° – 1.5 mm^{-1} 、時定数を 4 sec とした）を使用して記録した。また各結晶面の回折積分強度の測定はフィリップス社製の X 線回折装置を用いて、Fixed Count 10,000 までに要する時間から単位時間当たりのカウント数を求め、 0.05° のステップスキャンを行なって、バックグラウンドを考慮して求めた。

3. 実験結果

i) 気流式粉砕機による実験

気流式粉砕機を通過した粉砕産物はサイクロンで捕集されるが、ここで捕集されなかった微粉は次のバグフィルターによって回収される。

Fig. 1 及び Fig. 2 に窒化ケイ素の、Fig. 3 には炭化ケイ素、さらには Fig. 4 にはケイ石のサイクロン捕集物とバグフィルター回収物の粒度分布を、原料粉体のそ

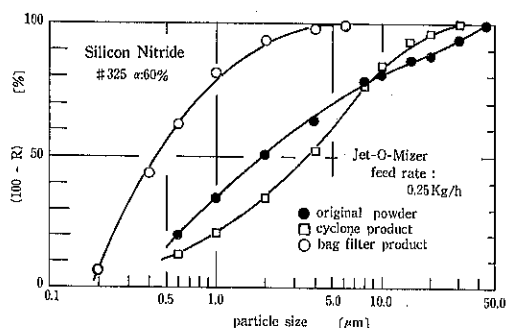


Fig. 1 Particle size distribution of ground silicon nitride powder (α : 60%) with fluid energy mill

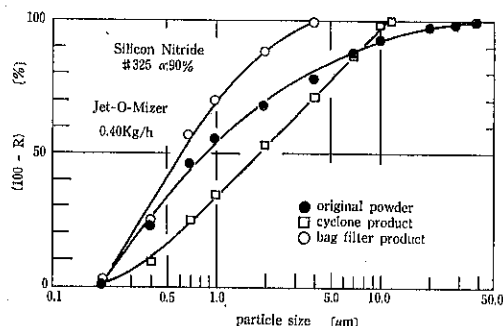


Fig. 2 Particle size distribution of ground silicon nitride powder (α : 90%) with fluid energy mill

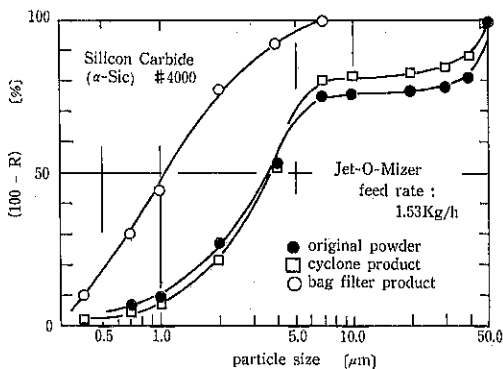


Fig. 3 Particle size distribution of ground silicon carbide powder with fluid energy mill

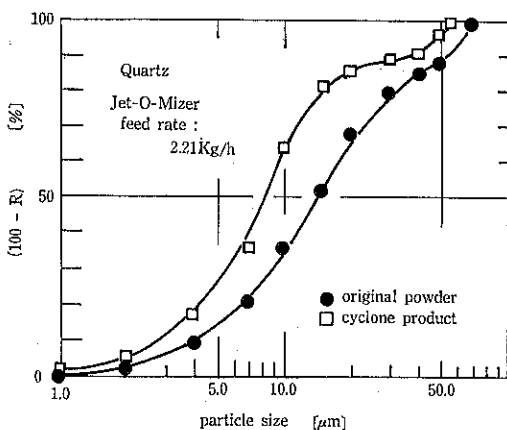


Fig. 4 Particle size distribution of ground quartz sand with fluid energy mill

れと合わせてそれぞれ示す。窒化ケイ素及び炭化ケイ素の硬度は非常に大きく、粉碎抵抗も大きい。Fig. 1～3で明らかなように、これら硬度の高い粉体では、サイクロンで捕集された粉碎産物は粗粒域で粉碎の進行が認められるものの、細粒部では原料粉体より逆に生成量が減少しており、全体的に粗な粒度分布を形成している。これは粉碎生成物のうちの細粉の一部がサイクロンで捕集されずに、バグフィルター側へ流れ込むために生じた結果であると推察し得る。

粒子の比表面積は粒子径に反比例し、粒子径が小さいほどその粒子の比表面積は大きくなる。また、粒度分布を形成する粉体では、粗粉の存在する割合にはあまり関係することなく、微細な粒径域に存在する割合が、その粉体の比表面積の大きさを決めることになる。Fig. 1～3の場合、サイクロン捕集物における微粉の存在する割合は、原料粉体のそれに比べて少ない。この場合一般には原料粉体の比表面積はサイクロン捕集物の比表面積より

り大きい値を示すことになるが、実測値はその傾向と逆になっており、Fig. 1においては原料粉体の $3.19 \text{ m}^2/\text{g}$ に対してサイクロン捕集物の $3.84 \text{ m}^2/\text{g}$ と大きく、また Fig. 2 では $4.28 \text{ m}^2/\text{g}$ に対して $6.08 \text{ m}^2/\text{g}$ 、Fig. 3 では $1.17 \text{ m}^2/\text{g}$ に対して $1.84 \text{ m}^2/\text{g}$ と、いずれも原料粉体よりサイクロン捕集物の方が大きな値となっている。これは粉碎処理を受けた粒子の表面性状が原料粒子のそれと異なることに起因する現象とも考えられる。

ケイ石の場合、ケイ石の硬度も比較的大きいが、窒化ケイ素及び炭化ケイ素に比べて小さく、Fig. 4の結果から明らかなように、ケイ石の粉碎の進行は窒化ケイ素・炭化ケイ素と比較して大きい。

先に、粉碎操作の前後においては粒子の表面性状に差異が生ずるであろうことを述べたが、これを確かめる1つの手法として、原料粉体及び粉碎産物のX線回折パターンを調べた。一例としてFig. 1の粒度分布曲線で示した窒化ケイ素の原料及び粉碎産物の、回折角度 (2θ) が40度付近のX線回折パターンの比較をFig. 6に示す。こ

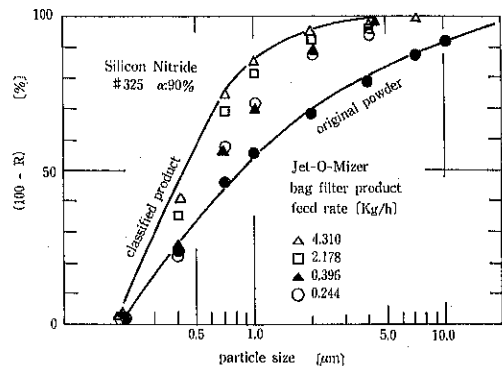


Fig. 5 Particle size distribution of ground silicon nitride powder collected into bag filter of fluid energy mill and of collected fine product by air classifier

の図より、原料に比較して粉碎産物のX線回折強度は低下してブロードになっており、粉碎産物においては結晶構造の乱れが生じていることが分かる。特にバグフィルターで回収された粉碎産物はその傾向が顕著である。

窒化ケイ素を用いて、粉碎機への試料供給速度を変化させたときのバグフィルター回収物の粒度分布と、分級機によって得た細粉側の粒度分布とを合わせてFig. 5に示す。この図から明らかなように、図中の△印の粉碎産物と、実線で示した分級による微粉の夫々の粒度分布は偶然にも極めて良い一致を示している。そこで、粉碎操作によって生成した微粉体と、分級操作によって得た微粉体の両者をX線回折強度を用いて比較するために、△

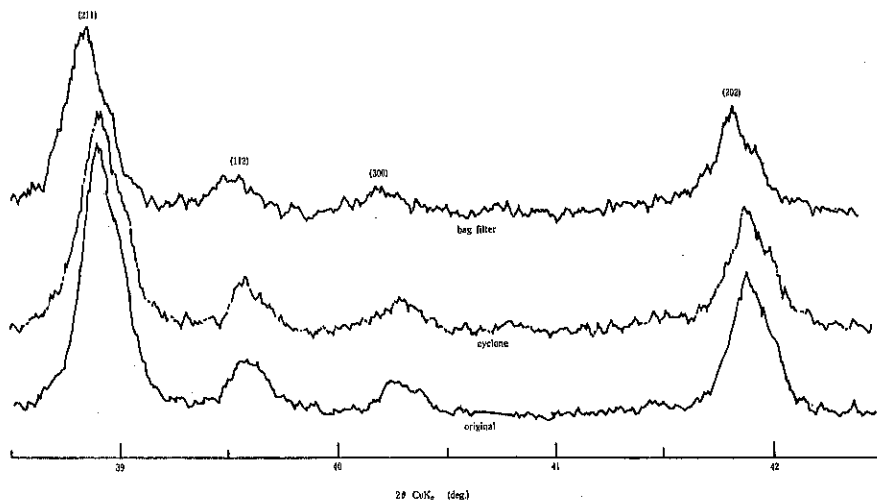


Fig. 6 X-Ray diffraction pattern of ground product of silicon nitride powder with fluid energy mill

印の粉砕産物と分級操作によって得た微粉について、〔322〕結晶面 ($2\theta=69.52^\circ$) における回折積分強度を求めた ($68.75^\circ\sim70.75^\circ$ の範囲について 0.05° のステップスキヤニング, f. c.=10,000). その結果, 原料粉体の回折積分強度を 100 で表わした場合, Δ 印の粉砕産物は 84.6 と低下しているのに対し, 分級操作によって得た微粉のそれは 100.2 であった. 一般に X 線回折強度の低下ならびに回折パターンの広がり (半価幅) の増大は, 粒度の微細化と構造不整の発生の両者に起因するとされている. しかし, 本実験で扱った粒度の範囲では, 粒径の減少のみ (分級操作) では粉体の X 線的な変化が生ずることはなく, 粉砕の進行はあまり認められなかったものの, 粒子に衝撃力, 剪断力が加えられることによって, 粒子内部に構造不整が生ずるために回折積分強度が低下したことが理解できる.

つぎに窒化ケイ素, 炭化ケイ素, ケイ石の原料粉体及

び粉砕産物について CHN 分析を行なった結果を Table 2 に示す. この分析は 20 mg の試料を 920°C の燃焼炉中に 5 分間保持し, 炉中に生成する CO_2 , H_2O , N_2 の各ガスをそれぞれの吸着材に通して吸着させ, 吸着材の熱伝導率の変化から, 生成ガス中の炭素, 水素, 窒素の量を調べるものである. Table 2 によれば, 比表面積が増加して X 線回折強度が低下する (結晶構造の乱れが大きくなる) にしたがって, 窒化ケイ素の場合は窒素が, 炭化ケイ素の場合は炭素が増加している. これらのことは, 粉砕によって生ずる新しい表面においては, 粒子を構成する原子の結合状態が, 一部のものは不安定になっており, 外的なエネルギーによって遊離し易い状態にあることを示している.

ii) 振動ミルによる実験

窒化ケイ素は非常に硬い物質であり, 粉砕容器及び粉

Table 2 Results of C H N analysis

material		—	C	H	N[%]	S [m^2/g]
Silicon Nitride	Si_3N_4 $\alpha: 60\%$	original	0.04	tr	0.30	3.19
		cyclone	0.06	0.03	0.50	3.84
		bag filter	0.05	0.05	0.98	9.39
Silicon Carbide	SiC #4000	original*	0.30	0.02	tr	1.17
		cyclone	0.22	0.02	tr	1.84
		bag filter	0.65	0.03	0.01	5.68
Quartz	SiO_2	original	tr	tr	tr	
		cyclone	tr	tr	tr	

(500°C 2hr anneal)

Table 3 Weight loss of alumina pot and ball by vibration milling of silicon nitride powder (α : 90%)

	dry	wet	
	(in air)	(in Freon 113)	(in Ethanol)
Grinding time (Hour)	200	200	300
weight loss of pot (g)	4	0	7
weight loss of ball (g)	0	1	60
Total weight loss (g)	4	1	67

砕媒体として用いたアルミナに比較しても硬い。粉碎実験は 200 時間まで（エチルアルコールによる湿式粉碎の場合は 300 時間まで）行なった。なお、乾式粉碎の場合では試料がポット内壁にコーティングするため、3 時間おきにコーティングした粉を掻き落す作業を繰り返しながら、実験を続けた。

実験時間内に生じたアルミナのポット及びボールの摩耗量を調べた結果が Table 3 である。これによると、エチルアルコールを媒液とした湿式粉碎ではボールの摩耗は著しいが、同じ湿式粉碎のフロン 113 を用いた場合、あるいは乾式粉碎の場合においては摩耗は殆ど認められていない。これは、エチルアルコールの有極性である程度の粘性のため、窒化ケイ素粉体が懸濁して運動し、アルミナボールをラッピングする如くに摩耗させるために生じた結果と考えられる。これに対し、低粘性で極性のないフロン 113 の場合には、互いに衝突するボール間に粒子を噛み込んでも粒子が逃げ易い状態になるため、あるいはまた、乾式粉碎ではボール表面及びポット内壁に窒化ケイ素粉体がコーティングするために、アルミナの粉碎媒体及びポットの摩耗が妨げられるものと考えられることができる。

200 時間 粉碎したときの粉碎生成物の粒度分布を Fig. 7 に、また Fig. 8 には粉碎時間に対する比表面積の値の変化を示した。これらの図においては、エチルアルコールを媒液とした湿式粉碎が、他の場合と比較して粉碎の進行が著しいと解釈できる。しかし、Table 3 に示したように、実際にはポット及びボールの摩耗によって生じた微細なアルミナの混入による影響を受けて、粒度分布では細かく、また比表面積の値も大きくなっているものと思われる。アルミナの混入の少ない乾式粉碎あるいはフロン 113 を媒液とした湿式粉碎においては、長時間の粉碎処理にもかかわらず、微粒化はあまり進行していない。

つぎに、粉末 X 線回折装置を用いて、粉碎生成物の結晶構造の乱れについて調べた。なお、この測定はアルミナの混入の少ない乾式粉碎とフロン 113 による湿式粉

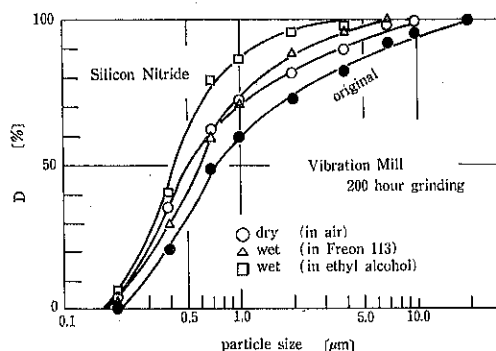


Fig. 7 Particle size distribution of 200 hr ground product of silicon nitride powder (α : 90%) with vibration mill

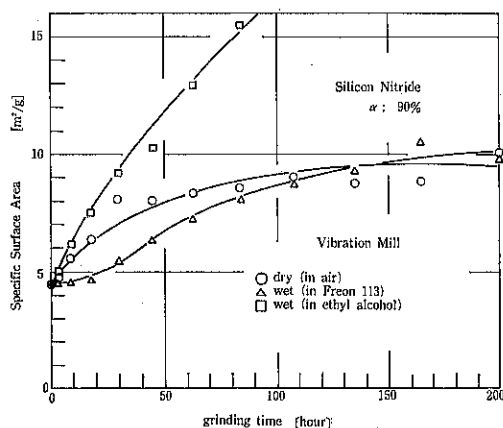


Fig. 8 Relationship between specific surface area and grinding time on vibration milling

砕の粉碎生成物について行ない、エチルアルコール湿式粉碎での生成物については、この測定から除外した。

Fig. 9 に 200 時間の乾式粉碎処理による生成物の X 線回折パターンを、原料のそれと合わせて示すが、長時間の粉碎処理にもかかわらず、回折強度の大きな低下は認

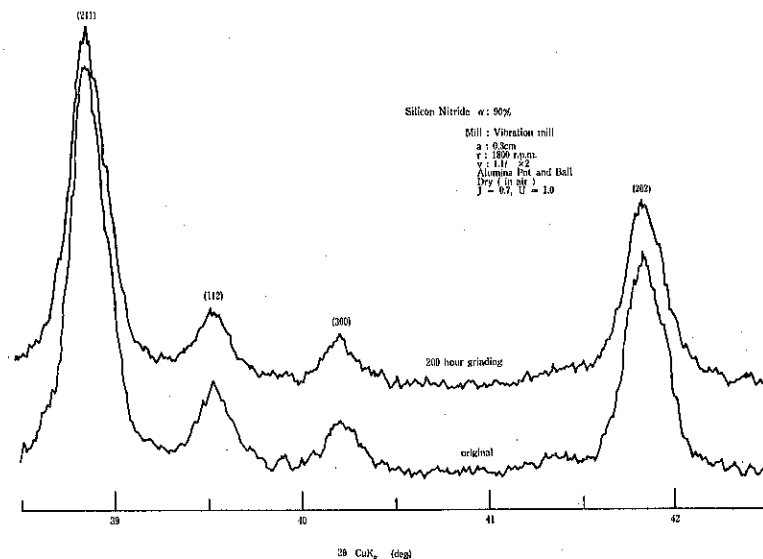


Fig. 9 X-Ray diffraction pattern of 200 hr ground silicon nitride powder with vibration mill

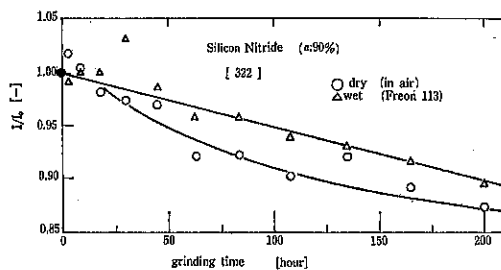


Fig. 10 Relationship between [322] integral intensity of X-ray diffraction and grinding time

められていない。気流式粉砕機による粉砕生成物と比較すると、Fig. 5 に示すバグフィルター回収物と Fig. 9 の 200 時間粉砕生成物の比表面積の値はほぼ同一であったが、両者の回折パターンでは、気流式粉砕機の方が回折強度の低下が顕著に見られる。このことは、振動ミル粉砕に比べて、粒子同志が高速で衝突し合う気流式粉砕機の方が、粉砕生成物の結晶構造の乱れが大きいことを示しており、生成粒子の結晶性の乱れが粉砕のメカニズムに影響されることが理解できる。

つぎに、[322] 結晶面を代表例にとり、先に述べたステップスキニング法によって求めた X 線回折強度の、粉砕時間に対する変化を Fig. 10 に示す。Fig. 10 では、原料粉体の回折積分強度を I_0 として、各粉砕時間毎の

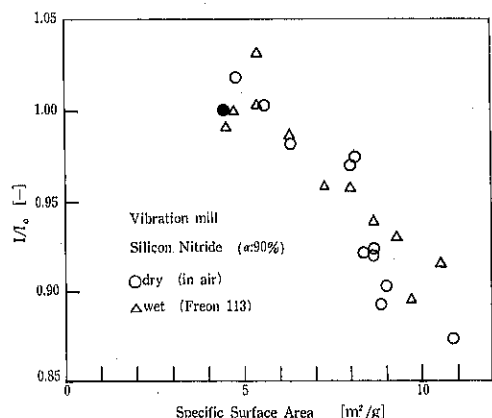


Fig. 11 Relationship between [322] integral intensity of X-ray diffraction and specific surface area

粉砕生成物の強度 I との比を縦軸にプロットしており、粉砕時間が増加するにしたがって粉砕生成物の回折積分強度が徐々に低下していくことが分かる。また、回折積分強度と比表面積との関係を Fig. 11 に示すが、回折積分強度の低下と比表面積の増加量との間に強い相関性が認められる。

稲垣らは粉体の結晶構造の歪みを表わすパラメーターとして、以下の関係で求められる有効デバイパラメーターの適用を提案している¹⁾。すなわち、粉末 X 線回折図形における [hkl] 結晶面回折線の観測強度 $I_{obs}(hkl)$ は

次式で表わされる。

$$I_{obs}(hkl) = k \cdot F(hkl) / \lambda^2 \cdot m \cdot A \cdot L_p \cdot T \quad (1)$$

ここで、 k ：定数、 $F(hkl)$ ：構造振幅、 m ：多重度、 A ：吸収因子、 L_p ：ローレンツ偏光因子、 T ：温度因子である。そして構造振幅、多重度、吸収因子、ローレンツ偏光因子はいずれも試料粉体の組成、結晶構造、面指数 (hkl) 及び試料粉体の密度から計算し得る値である。そこで、これらの因子をまとめて理論強度、 $I_{calc}(hkl)$ とする。

$$I_{calc}(hkl) = F(hkl) / \lambda^2 \cdot m \cdot A \cdot L_p \quad (2)$$

一方、温度因子は次の関係で表わされる。

$$T = \exp\{-2B \sin^2 \theta / \lambda^2\} \quad (3)$$

ここで B はデバイパラメーターと呼ばれるもので、原子の正規格子点からの変位の二乗平均値と関係づけられるものである。そこでデバイパラメーターの有効値、 B_{eff} 、を考慮し、この B_{eff} 値の相対的な比較により、粉体の結晶構造の歪 (欠陥) 量の変化が分かることになる。

(1), (2), (3) 式より次の関係式を得る。

$$\begin{aligned} I_n \{I_{obs}(hkl) / I_{calc}(hkl)\} \\ = I_n k - 2B_{eff} (\sin^2 \theta / \lambda^2) \end{aligned} \quad (4)$$

そして B_{eff} の値は $I_n \{I_{obs}(hkl) / I_{calc}(hkl)\}$ を、各 hkl 回折線の $(\sin^2 \theta / \lambda^2)$ の値に対してプロットした直線の勾配の $1/2$ で求められる。

そこで、本実験で得た各粉碎時間の粉碎生成物と原料粉体の各 hkl 回折線の X 線回折強度 (I_{obs}) を、先に述べたステップスキャニング法にて求め、また窒化ケイ素の原子座標²⁾を基にして、計算によって求めた各 hkl 回折線の理論強度 (I_{calc}) とから、(4) 式の関係を図示したのが Fig. 12 である。この図においては、原料と 63 時間粉碎生成物及び 200 時間粉碎生成成分の場合を一例として示したが、すべてに対して (4) 式の関係がほぼ成り立っていた。そこで、Fig. 12 中の直線の勾配の $1/2$ から有効デバイパラメーター (B_{eff}) を求め、得られた B_{eff} の値と、その粉体の比表面積の値との関係を示したのが Fig.

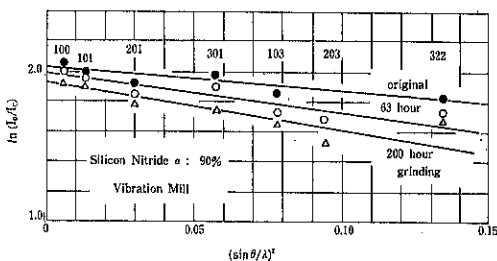


Fig. 12 Relationship between $\ln(I_0/I_c)$ and $(\sin \theta / \lambda)^2$

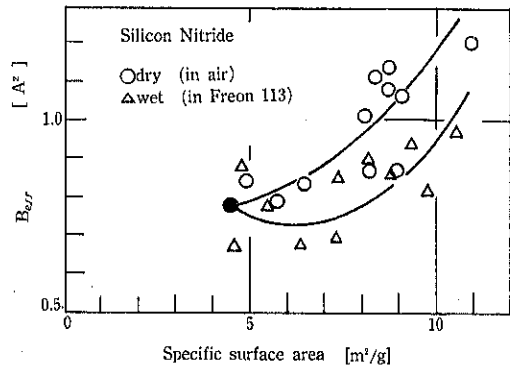


Fig. 13 Relationship between effective Debye parameter, B_{eff} , and specific surface area

13 である。 B_{eff} の値が大きいことは、原子の正規位置からのずれが大きいこと、すなわち粉体の結晶構造の歪みが大きいことを表わす。そして Fig. 13 から明らかなように、粉碎が進行して比表面積が増加するにつれて B_{eff} の値も大きくなり、粉体の結晶構造の乱れが大きくなることが分かる。そしてこの傾向は、Fig. 11 ではその差が明らかではなかったが、フロン 113 の媒液による湿式粉碎に較べて、乾式粉碎の方が顕著であることを示している。

4. ま と め

耐熱構造材料として、今後に期待が寄せられている窒化ケイ素粉体を主な試料として、気流式粉碎機及び振動ミルによる粉碎実験を行ない、粒度分布、比表面積の変化、さらには粉碎によって生ずる結晶構造の乱れについての測定結果を述べた。

本研究においては、窒化ケイ素の結晶構造及び X 線回折理論強度に対して、名古屋工業技術試験所第五部、田端英世氏から有益な助言を頂いた。また X 線回折の測定においては同所第五部、水野正雄氏の、また CHN 分析においては同所第六部、堀尾正和氏の御協力を得た。ここに付記して感謝の意を表わす。

なお、本研究は科学技術庁特別研究振興調査費によって行なわれたものである。

引用文献

- 1) 稲垣道夫, 中重治: 材料, 27, 604 (1978)
- 2) Kato, K. et al: J. of Am. Ceramic Soc., 58, 90 (1975)

粉体の空間率および安息角におよぼす温度の影響

The Effect of Temperature upon the Void Fraction and the Angle of Repose of Powder

藤原 英二*, 鈴木 道隆*, 廣田 満昭*, 大島 敏男*

Eiji Fujiwara, Michitaka Suzuki, Mitsuaki Hirota, Toshio Oshima

Abstract

The experimental device which is possible to measure the physical properties of powder beds in the range from room temperature to 600 °C was made. By using this device, the aerated void fraction, the packed void fraction and the angle of repose were measured.

In addition to these measurements, differential thermal analysis was done and particle size distribution and density of heated powder were measured because the powder properties may be changed by heat.

Experimental results showed that the packed void fraction linearly increased with increasing temperature, however, the aerated void fraction and the angle of repose decreased in the range from room temperature to about 150 °C, and in temperature above 150 °C, linearly increased with increasing temperature.

Particle size distribution and density did not change remarkably at room temperature and at 600 °C.

著者摘録

室温から 600 °C の温度範囲で、粉体物性の測定が可能な実験装置を試作し、粉体のゆるみの空間率、固めの空間率、および安息角の測定を行った。また、粉体の熱による変質が考えられるので、示差熱分析を行い、600 °C まで加熱した試料粉体の粒度分布、密度の測定も行った。

実験結果より、固めの空間率は、室温から直線的に増大するが、ゆるみの空間率と安息角は、室温から 150 °C 付近までは減少し、150 °C 以上では、ほぼ直線的に増大することがわかった。また、粒度分布と密度は、室温と 600 °C ではほとんど変化がなかった。

1. 緒言

高温廃ガス中の粉塵除去や高温反応における触媒などのように、高温下で粉体を取り扱う場合も多い。したがって、高温下における粉体物性の研究が重要な課題であり、特に比較的簡単に測定でき、粉体の物性をより直接

的に示すゆるみ見掛け比重・固め見掛け比重・安息角などに対する温度の影響を知ることが大切である。すでに荒川ら¹⁾によって、常温から 300 °C までの範囲でゆるみ見掛け比重・安息角などが測定されており、温度の上昇とともに付着、凝集性が変化することが報告されている。本研究では、高温下でも粉体物性が測定可能な実験装置を試作し、上記の物性に加えて、安息角測定時の空間率ならびにタッピング充てん時の空間率を求め、さらに温度範囲を常温から 600 °C まで広げて測定を行った。これらの結果をここに報告する。

* 姫路工業大学産業機械工学科
(〒671-22 姫路市書写2167)
Tel. (0792) 66-1661 化学工学協会姫路大会にて
一部発表(姫路1982年7月)

2. 実験装置および実験方法

本研究に使用した実験装置の概略をFig. 1に示す。この実験装置は、粉体物性の測定に広く用いられているパウダスタ（ホソカワミクロン社製）とできるだけ装置条件が同一になるように設計されており、材料にステンレス鋼等を用いることにより、室温から600°Cまでのゆるみ、すなわちフルイ充てん時の空間率と、固め、すなわちタッピング充てん時の空間率および安息角の測定を可能にしたものである。電気炉本体③は、275×275×510mmの直方体で、正方形底面の対角線上で左右に開閉できる。側面の4枚のヒーター④は、温度調節計⑤で温度調節を行った。実験は、まず、パイプレーター②に取り付けた目開き710 μ m（フライアッシュの場合は250 μ m）のフルイ⑦に試料粉体を入れ、その中央部に熱電対⑥をそう入する。ヒーターにより、本体内部の温度

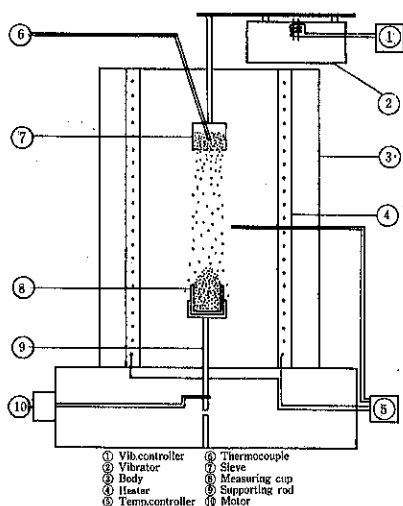


Fig. 1 Schematic diagram of apparatus

を上昇させ、粉体層内部の温度が所定温度になったことを確認した後、パイプレーター②を振動させ、振幅をコントローラー①で調節し、粉体をフルイから落下させて充てんあるいは堆積させた。

i) ゆるみの空間率 ϵ_a

内容積100 ccの計量カップ⑧を受棒⑨の上にセットし、試料粉体をフルイから落下させ充てんし、測定温度下ですり切った後、重量を測定して求めた。

ii) 固めの空間率 ϵ_t

計量カップ⑧に円筒形のタッピングカバーをのせ、試料粉体をフルイで充てんした後、モーター⑩でクランクを介し、受棒⑨とともに粉体を20 mmの高さから180回自由落下させる。その後、タッピングカバーをはずし、測定温度下で粉体をすり切り、重量を測定して求めた。

iii) 安息角 ϕ と空間率 ϵ_r

パウダスタでは、フルイの下にロートを取り付け、それを通じて粉体を堆積させているが、高温下では粉体の流動性が悪くなり、ロートが閉塞してしまう場合が生じた。そこで、本実験では、ロートを通さず、フルイから直接粉体を落下させる方法を用いた。すなわち、受棒⑨の代わりに直径20 mmのステンレス棒を取り付け、その上にフルイから落下する粉体を堆積させた。そして写真撮影することにより、安息角 ϕ を求めた。同時に、写真から体積を計算し、また、堆積した粉体重量を測定して、これらのデータから、安息角測定時の空間率 ϵ_r も求めた。

本実験に使用した試料粉体の50%平均粒径と粒子密度をTable 1に示す。これら4種類の試料粉体を1日以上、120°Cで乾燥させた後、目開き500 μ mのフルイを通し、大きな凝集粒子をのぞいてから使用した。50%平均粒径は、アンドレアゼンピペット法により求め、粒子密度は柴田科学製P-600型BET表面積測定装置を用い、ヘリウムガス置換法で測定した。また、示差熱分析は理学電機製PTC-10Aを使用した。

3. 実験結果

Fig. 2は、温度Tに対するゆるみの空間率 ϵ_a の変化を示したものである。どの試料粉体においても、温度の

Table 1 Properties of test powders

		CaCO ₃	Silica Powder	Talc	Flyash
50% mean particle diameter [μ m]	Room temp.	3.3	5.2	5.5	20.0
	600 °C	3.5	5.3	5.5	17.0
Particle density [g/cm ³]	Room temp.	2.55	2.65	2.81	2.30
	600 °C	2.69	2.58	2.81	2.29

上昇とともに空間率が減少し、100°C付近で最小になり、100°Cを越えると、再び空間率は増大し、ほぼ150°C以上では、直線的に増加するが、比較的空間率の小さいフライアッシュや珪石粉については、空間率の変化が大きい。軽質炭酸カルシウムは、温度による空間率の変化がほとんど出なかった。これは、他の3種類の試料粉体と比較して、軽質炭酸カルシウムの凝集性が非常に強く、フルイの振動により、フルイの中で凝集し、フルイから凝集粒子となって落下したためだと思われる。なお、他の3種類の試料粉体は、充てん時間が30秒前後であるのに対し、軽質炭酸カルシウムは凝集するため、フルイの振幅を大きくしても、充てんに30分近くかかった。

Fig. 3 は、温度 T に対する固めの空間率 ϵ_t の変化を示したものである。ゆるみの空間率の場合と異なり、室温からほぼ直線的に空間率が増加している。特に、軽質炭酸カルシウムは、ゆるみの空間率変化がわずかであるのに対し、固めの空間率変化が顕著に現れている。フライアッシュは、450°C 付近で空間率が最大になり、600°C になると空間率が減少した。

Fig. 4 は、温度 T に対する圧縮度 C の変化を示したものである。圧縮度 C [%] は、 $C=100 \times (\text{固め見掛け比重} - \text{ゆるみ見掛け比重}) / (\text{固め見掛け比重})$ で定義され、ゆるみ充てん時と固め充てん時との空間率の差が大きいほど大きな値を示す。Fig. 4 の結果より、3種類の

試料粉体については、温度の上昇とともに圧縮度は減少するが、100°C 付近を越えると再び増大する。しかし、軽質炭酸カルシウムは、200°C 付近からまた減少する。

ここで、4種類の試料粉体のうち、軽質炭酸カルシウ

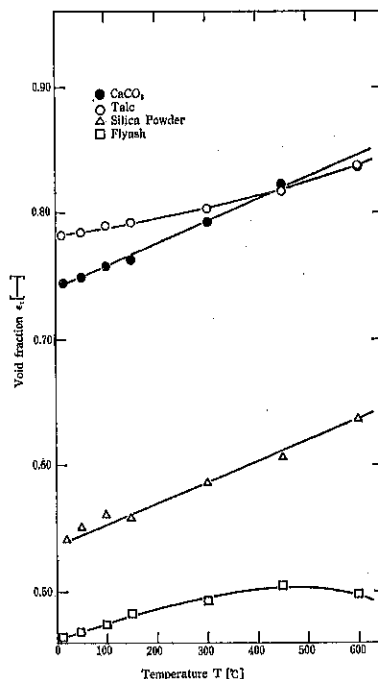


Fig. 3 Relation between temperature T and packed void fraction ϵ_t

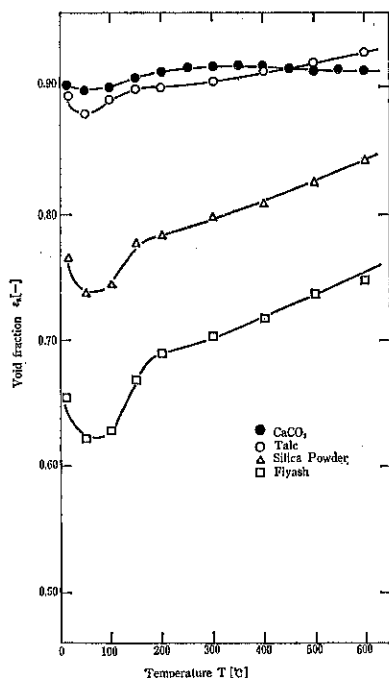


Fig. 2 Relation between temperature T and aerated void fraction ϵ_a

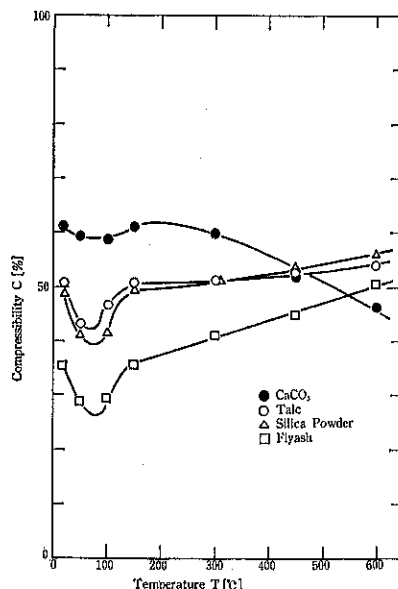


Fig. 4 Relation between temperature T and compressibility C

ムは、凝集性が非常に強く、フルイ（目開き710 μ m）からなかなか落下せず、他の3種類の試料粉体と実験条件が異なってしまうので、以下の実験は、この軽質炭酸カルシウムを除き、フライアッシュ・タルク・珪石粉の3種類について行った。

Fig. 5 は、温度 T に対する安息角 ϕ の変化を示したものである。ゆるみの空間率の場合と同じように、室温から温度の上昇とともに、安息角は減少し、150 $^{\circ}$ C 付近で最小になった後、再び増大する。特にフライアッシュはこの傾向が大きくでている。

Fig. 6 は、温度 T に対する安息角測定時の空間率 ϵ_r の変化を示したものである。定性的には、ゆるみの空間率、安息角の温度による変化と似ており、やはり、フライアッシュの温度による空間率の変化がいちばん大きく、次に珪石粉、タルクの順となっている。

これまで空間率と安息角について別々に温度の影響をみてきたが、次にこれら両者の相互関係を検討するために、各温度における安息角 ϕ と安息角測定時の空間率 ϵ_r をプロットしたものが Fig. 7 である。各試料粉体は、室温から 150 $^{\circ}$ C ぐらいまでは空間率がほとんど変化せず、安息角のみが変化し、150 $^{\circ}$ C 以上では温度の上昇とともに空間率と安息角の両方が増大している。この図から、安息角が同一でも、空間率の異なる場合があること

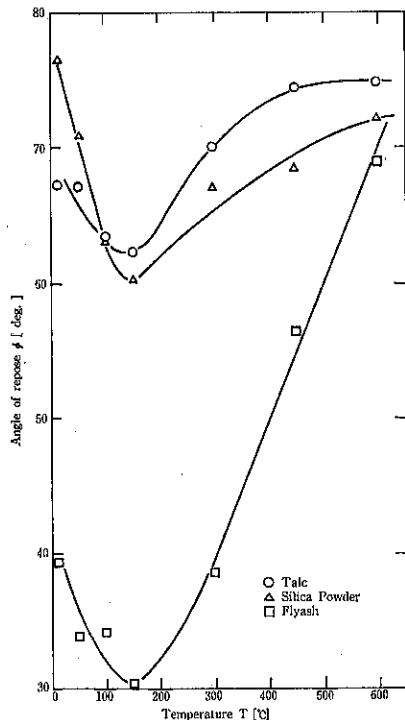


Fig. 5 Relation between temperature T and angle of repose ϕ

がわかる。たとえば珪石粉の場合、50 $^{\circ}$ C と 600 $^{\circ}$ C とでは、安息角はほぼ 71 $^{\circ}$ で同じであるが、空間率は 50 $^{\circ}$ C

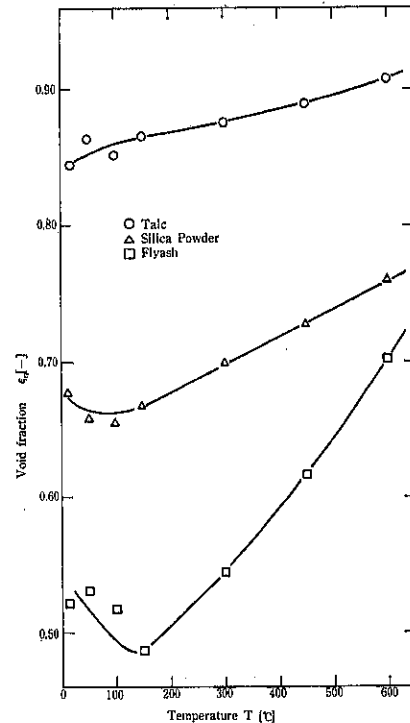


Fig. 6 Relation between temperature T and void fraction ϵ_r at the angle of repose

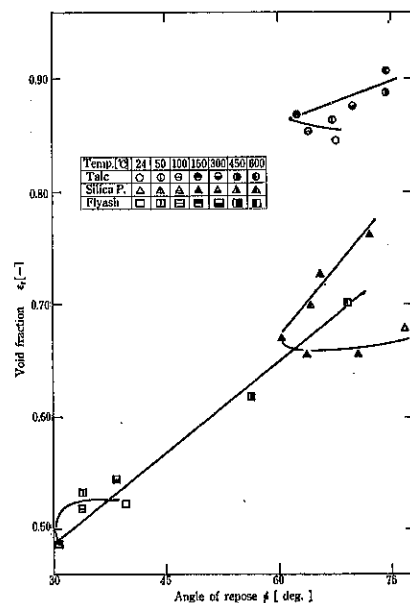


Fig. 7 Relation between angle of repose ϕ and void fraction ϵ_r at the angle of repose

の場合 0.65, 600°C の場合 0.76 と 0.1 ほど違うことは興味深いことである。

4. 考 察

以上の実験結果から、空間率、安息角のどちらも温度の上昇とともに変化している。この原因として考えられるのは、室温から 150°C ぐらいの温度範囲では、空気中の湿度または粉体の含有水分の変化による液架橋力の減少、150°C 以上では、熱による粉体粒子表面の変質あるいは溶融、ファンデアワールス力のような分子間引力の温度による変化、粒度分布の変化、密度の変化などがある。そこで熱による粉体の変質の有無を調べるために、軽質炭酸カルシウム、珪石粉、タルクの 3 種類の試料粉体について、示差熱分析を行ったが、大きな構造変化は認められなかった。しかし、珪石粉は、400°C ぐらいから変色が認められ、温度の上昇とともに変色の度合を増し、また、熱を加えた軽質炭酸カルシウムに水とフェノールフタレインを加える²⁾と温度の上昇とともに赤色の度合が強くなることから、試料粉体は特定の温度で急激な構造変化を起こしているのではなく、温度の上昇とともに少しずつ粉体粒子表面が変質あるいは溶融しているものと思われる。これが温度による空間率や安息角の変化の一因と考えられるが、どの程度影響をおよぼしているのかはわからない。次に、室温試料といったん 600°C ま

で加熱した試料の粒度分布と密度を 4 種類の粉体について測定し、50% 平均粒径と密度とを Table 1 に示した。50% 平均粒径は、600°C 加熱によっても室温とほとんど変わっていないが、フライアッシュは 600°C 加熱で 3 μm ほど小さくなっている。フライアッシュの粒度分布を Fig. 8 に示す。粗粒側が少し多くなっているが、このわずかな変化のために空間率や安息角が大きく変化したとは考えられない。また、他の 3 種類の試料粉体の粒度分布はほとんど変化していない。密度は、軽質炭酸カルシウムと珪石粉が 600°C に加熱した場合少し変化している。しかし、密度変化のいちばん大きい軽質炭酸カルシウムの 600°C において、室温での密度 2.55 [g/cm³] を用いてゆるみの空間率 ϵ_a を計算すると 0.913, 600°C に加熱した後での密度 2.69 [g/cm³] を用いると 0.918 で、Fig. 2 のプロット 1 個分ほどの差しか出ない。したがって、空間率や安息角の温度による変化は、室温から 150°C ぐらいまでは水分の減少による液架橋力の低下、150°C 以上では熱による粉体粒子表面の変質あるいは溶融、分子間引力の変化などのために生じたと考えるのが妥当と思われる。

5. 結 言

室温から 600°C までの温度範囲で空間率および安息角が測定できる実験装置を試作し、4 種類の試料粉体を用いて測定を行い、次の結果を得た。

ゆるみの空間率は室温から 100°C、安息角は 150°C まで温度の上昇とともに減少し、それ以上の温度では両者とも増大する。固めの空間率は室温から温度の上昇とともにほぼ直線的に増大する。

また、示差熱分析を行い、室温試料といったん 600°C まで加熱した試料の粒度分布と密度も測定したが、本実験温度範囲内では、あまり変化は見られなかった。したがって、空間率や安息角の温度による変化は、粉体表面の微かな変化や水分などが影響を与えているものと考えられる。

【謝辞】 本研究は、文部省科学研究費（課題番号 5775 0805）の助成を受けた。ここに付記して謝意を表します。

使用記号

C : 圧縮度	(%)
T : 温度	(°C)
ϵ_a : ゆるみの空間率	(—)
ϵ_t : 固めの空間率	(—)
ϵ_r : 安息角測定時の空間率	(—)
ϕ : 安息角	(degree)

参 考 文 献

- 1) 西野操, 荒川正文, 水渡英二: 材料 18, 585 (1969)
- 2) 荒川正文: 材料 30, 878 (1981)

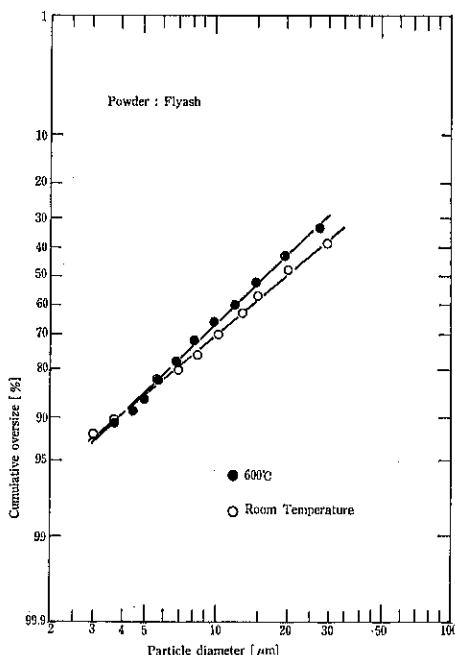


Fig. 8 Particle size distribution of test powder at room temperature and heated to 600°C (Flyash)

部分分級効率の新しい測定法

A New Method of Partial Classification Efficiency Measurement

菅沼 彰*

Akira Suganuma

Abstract

A new measurement method of partial classification efficiency, $\eta(x)$, is theoretically derived. In this method, the ratios of sample size reduction, α_F and α_C , in the particle size analysis must be measured respectively for feed material, F, and for classified product, C.

If the numerical value of $\beta = \alpha_F / \alpha_C$ is known by the measurement, $\eta(x)$ can be directly calculated by

$$\eta(x) = \beta g_C(x) / g_F(x)$$

In the above equation, x denotes particle diameter and $g(x)$ denotes observed value of particle quantity in a sample of particle size analysis. $g(x)$ may be on arbitrary basis and needs not to be converted into mass basis. Furthermore, any modification of observed value of $g(x)$ for the sensitivity of particle size analysis like the photo-extinction coefficient is not required, because effects of sensitivity are perfectly cancelled between the numerator and the denominator. As far as partial classification efficiency measurements by the new method are concerned, sensitivity coefficients like the photo-extinction coefficient may be unknown and non-uniform. Normalization of $g(x)$ by the integration over the full range of particle size distribution is not necessary.

The numerical value of partial classification efficiency at $x = x_0$ can be calculated from the data of particle size analysis at $x = x_0$, that is $g_F(x_0)$ and $g_C(x_0)$ only. any additional information of particle size distribution at $x = x_0$ is not required. Therefore, any particle size analysis within a limited size range gives correct partial classification efficiency for that range without any assumption.

著者摘録

部分分級効率 $\eta(x)$ の新しい測定法を理論的に導出した。この測定法においては、分級原料 F、分級産物 C それぞれについて、粒度分布測定の際の試料縮分率 α を測定しなければならない。

$\beta = \alpha_F / \alpha_C$ の値が測定されていれば、 $\eta(x)$ は次式によってただちに計算できる。

$$\eta(x) = \beta g_C(x) / g_F(x)$$

ここに x は粒径、 $g(x)$ は粒度分布測定試料中の粒子量の観測値である。粒子量 $g(x)$ の基準は任意であって、質量基準に換算する必要はない。更に、 $g(x)$ の観測値に対してたとえば吸光係数のような、粒度分布測定の際の感度に関する補正を加えることも必要でない。何故ならば、感度の影響は分子分母間で完全に相殺される。新しい測定法による部分分級効率測定に関するかぎり、吸光係数のような感度係数は不明であっても一様でなくても支障はない。 $g(x)$ を全粒径範囲にわたる積分値で規格化することも

* 東京大学工学部化学工学科 (〒113 東京都文京区本郷 7-3-1) Tel. (03) 812-2111, 内線 7345

不要である。

$x=x_0$ における部分分級効率の値は、 $x=x_0$ における粒度分布測定データ、すなわち $g_F(x_0)$ と $g_C(x_0)$ だけから計算できる。 $x \neq x_0$ における粒度分布に関するいかなる情報も必要としない。したがって、任意の限定された粒径範囲内の粒度分布測定によって、その粒径範囲内における部分分級効率を正確に、何の仮定も無しに求めることができる。

結 言

分級成績を本格的に解析したり評価したりするためには、部分分級効率を測定しなければならない。ところが、部分分級効率は粒度分布、それも頻度分布の比に相当するため、粒度測定に際してのごく僅かな誤差であっても大きく拡大されて部分分級効率に影響することがある。カットサイズが $10\mu\text{m}$ 程度の分級実験でさえ、正確な部分分級効率を測定するためには、相当な熟練と細心の注意とを要する。カットサイズがより小さくなるにつれ、自信を持って公表できるような部分分級効率を求めることは一層困難になってくる。粒度分布測定技術の飛躍的な進歩をまたなければ、 $1\mu\text{m}$ 前後ないしはサブミクロン領域での部分分級効率測定は不可能に近いとみるむきさえもある。

この論文では、部分分級効率を求めるために必要かつ十分なデータとは何と何であるかを検討し、部分分級効率に対する粒度分布測定の誤差や不完全さ（たとえば測定粒径範囲の制約）の反映を最小限度にとどめるためには、どのようなデータ処理、演算をおこなうべきかを考察した。導き出されたデータ処理法、演算法は大変簡明なもので、公式自体はほとんど自明に近い。しかしながら、この公式を利用することによって、不完全な粒度分布測定データから質の良い部分分級効率を算出できるという利点は、積極的に利用すべきものと考えられる。

1. 部分分級効率の定義式

粒径を $x[\mu\text{m}]$ であらわし、分級機に供給する原料を添字 F 、粗粒側を添字 C 、微粒側を添字 P で区別する。部分分級効率は粗粒側への分配率で定義し、 $\eta(x)$ であらわす。 $M_F[\text{kg}]$ の粉体を分級して粗粒側に $M_C[\text{kg}]$ の粉体、微粒側に $M_P[\text{kg}]$ の粉体を得たものとし、質量基準の粒径分布頻度関数を $f(x)$ であらわすことにする。全体としての物質収支により、

$$M_F = M_C + M_P \quad (1)$$

任意の粒径成分に関する物質収支により、

$$M_F f_F(x) = M_C f_C(x) + M_P f_P(x) \quad (2)$$

ただし $f(x)$ 正しく規格化されていて、全粒径範囲にわたって積分した値は 1 でなければならない。

$$\int f_i(t) dt = 1, \quad i = F, C, P \quad (3)$$

粗粒側への分配率で定義した部分分級効率は、原料中の着目粒径成分が粗粒側に分配された割合であるから、

$$\eta(x) = \frac{M_C f_C(x)}{M_F f_F(x)} \quad (4)$$

これが部分分級効率の最も標準的な表現であろう。この論文の出発点は、Eq. (4) におく。

Eq. (4) に Eq. (1) と Eq. (2) のいずれか一方または双方を適当に変形して代入すると、部分分級効率 $\eta(x)$ の表現として Eq. (4) 以外の形がいろいろと導き出される。たとえばフィーダーのホッパーに大量の原料粉体はいっていて、各回の実験における M_F が測定しにくいような場合には、Eq. (4) に Eq. (1) を代入して、

$$\eta(x) = \frac{M_C f_C(x)}{(M_C + M_P) f_F(x)} \quad (5)$$

とすればよい。Eq. (4) に Eq. (2) を代入すると、

$$\eta(x) = \frac{M_C f_C(x)}{M_C f_C(x) + M_P f_P(x)} \quad (6)$$

が得られる。測定誤差が無い場合には Eq. (4) と Eq. (6) とは等価であるが、実際には M や $f(x)$ に測定誤差がともなう。そのために、実際に M_F , M_C , $f_F(x)$, $f_C(x)$ の測定値を Eq. (4) に代入して部分分級効率を求めようとすると、 $\eta(x)$ が 1 に近い領域ではしばしば 1 を越える観測値が得られてしまう。 M_C , M_P , $f_C(x)$, $f_P(x)$ の観測値を Eq. (6) に代入して求める $\eta(x)$ は決して 1 を越えることはないで、 $\eta(x)$ を確率紙にプロットする場合などには便利である。Eq. (4), Eq. (5), Eq. (6) 等の優劣比較、利害得失の検討はこの論文の目的外であるが、この論文の内容は Eq. (4) のみならず、Eq. (5) や Eq. (6) のように Eq. (4) のみならず、Eq. (5) や Eq. (6) のように Eq. (4) を Eq. (1) 及び Eq. (2) を利用して変形した任意の式に対して、ほとんどそのまま適用できることを指摘しておきたい。

2. 従来の標準的な部分分級効率測定法

従来からおこなわれてきた標準的な部分分級効率測定法は便宜上 Eq. 4 の表現に準拠して記述すると、 $M_F[\text{kg}]$, $M_C[\text{kg}]$ を秤量し、一方では適当な粒度分布測定機を用いて原料粉体の質量基準粒径分布関係 $f_F(x)$ と

粗粒側粉体の質量基準粒径分布関数 $f_c(x)$ とを測定する。粒度測定の際は一般に M_i [kg], ($i=F, C$) 全量が測定の対象になるのではなく、その一部が粒度測定用の試料になる、縮分率を α_i ($i=F, C$) であらわすことにすると、 $\alpha_i M_i$ [kg] が粒度分布測定の対象になる。

$$0 < \alpha_i \leq 1 \quad (7)$$

$\alpha_i=1$ は、全量が粒度分布測定の対象となる例外的な場合に対応する。通常は $\alpha_i M_i$ の値は特に測定はされず、測定されたとしてもたとえば粒子懸濁液濃度など粒度測定条件の管理などに利用されるだけで、部分分級効率の計算に積極的に活用されるようなことはない。単なる粒度分布測定ならばそれでよいが、部分分級効率測定のための粒度測定の際には縮分率 α_i ($i=F, C$) が有力な情報になる、というのがこの論文の眼目であり、後に詳しく論じる。

一般に粒度分布測定操作によって得られるデータの性質は、被測定試料中の粒径別粒子量である。得られるデータをできるだけ生データに近い状態で、しかも一般性を失わない形で表現するとすれば、

$$g_i(x) = \alpha_i M_i k^* h(x) f_i(x) \quad (8)$$

となる。ここに、 $g(x)$ は粒度分布測定操作によって得られる測定データであって、粒径 x の粒子の量である。これは質量であるとはかぎらず、面積（たとえば光透過法の場合）であったり、個数（たとえばコールターカウンターの場合）であったりする。また $g(x)$ は粒径 x 以上または x 以下の粒子量というような積算粒子量ではなくて、まだ規格化していないから全粒径範囲で積分しても1にはならないが、頻度分布的な粒子量である。以上の説明でわかるように、粒度分布測定操作の生データがそのまま $g(x)$ に相当する場合もあるが、ピペット法や沈降天秤法などでは生データにある種の微分演算をほどこした段階で $g(x)$ が得られる。また、光透過法では粒子量と透過光減衰量とが比例しないので、 $g(x)$ を得るためには線型化演算も必要になる。

次に Eq. (8) の右辺である。 $g(x)$ はまだ規格化していないので、被測定試料の質量 αM に比例することは明らかである。ここで注意すべきことは、 $g(x)$ が質量であっても質量でなくてもこの比例関係が成立するという点である。 k^* は使用する粒度分布測定機の感度定数とも呼ぶべき比例定数である。たとえば光透過法の場合、光ビームが測定セル断面の一部にしかあたっていない装置では、セル中の粒子の一部だけが実際の測定対象になる。沈降天秤法の場合、沈降皿の直径は沈降容器の直径よりも小さいので、沈降容器中に供給された αM の粒子のうちには観測対象にならないものもある。このような因子の影響の中で粒径 x によらない部分を一括して

k^* で評価し、粒径 x の関係になる可能性のある部分を $h(x)$ で評価する。光透過法の吸光係数は測定感度が粒径に依存する有名な例であるが、これはもちろん $h(x)$ に含まれる。

コールターカウンターで粒度分布を測定する際に攪拌が不十分であると、沈降速度の大きな粒子は測定細孔に吸引されにくく、一種のサンプリング誤差を生ずることがある。この影響は当然粒径に依存するので $h(x)$ に含めて考える。一方、コールターカウンターで実際に細孔から吸引測定する液量の影響は、 k^* か α で評価すればよい。どちらにするかは単なる表現上の問題である。以下この論文では、測定のたびごとに変わるものは α 、変わらないものは k^* で評価する。

$h(x)$ は、 $g(x)$ が質量以外の粒子量である時に必要な換算関数であって、 $g(x)$ が質量ならば1である。

$$h(x) = \begin{cases} x^{-3} & g(x) \text{ が個数の時} \\ x^{-2} & g(x) \text{ が長さの時} \\ x^{-1} & g(x) \text{ が面積の時} \\ 1 & g(x) \text{ が質量の時} \end{cases} \quad (9)$$

Eq. (8) の $g(x)$ から質量基準の粒径頻度分布関数 $f(x)$ を算出する演算は、次の i) と ii) である。

i) $h(x)$ による感度の補正及び $h(x)$ による換算によって、質量基準の粒子量 $g^*(x)$ を計算する。

$$g_i^*(x) = \frac{g_i(x)}{h(x) \cdot (x)} \quad (10)$$

Eq. (8), Eq. (10) により、

$$g_i^*(x) = \alpha_i M_i k^* f_i(x) \quad (11)$$

すなわち $g_i^*(x)$ は質量基準粒径頻度分布関数 $f_i(x)$ に比例する数値ではあるが、まだ規格化されていない。一般に従来の粒度分布測定では Eq. (11) の比例定数 $\alpha_i M_i k^*$ は不明であるから、規格化は ii) の演算によって実行される。

ii) $g_i^*(x)$ を全粒径範囲にわたって積分した値を用いて $g_i^*(x)$ を規格化することにより、質量基準頻度分布関数 $f_i(x)$ を算出する。

$$f_i(x) = \frac{g_i^*(x)}{\int g_i^*(t) dt} \quad (12)$$

念のために書けば、Eq. (12) の規格化は Eq. (13) を利用する演算である。

$$\begin{aligned} & \int g_i^*(t) dt \\ &= \int \alpha_i M_i k^* f_i(t) dt \\ &= \alpha_i M_i k^* \int f_i(t) dt \\ &= \alpha_i M_i k^* \end{aligned} \quad (13)$$

部分分級効率 $\eta(x)$ を求めるためには、粒度分布測定
のデータ $g_i(x)$ に上記 i), ii) の演算をほどこして $f_i(x)$
を算出した上で、Eq. (4) に代入する。このような手順は
結局のところ、Eq. (14) の演算である。

$$\eta(x) = \frac{M_C g_C(x) \int \frac{g_F(t)}{k(t)h(t)} dt}{M_F g_F(x) \int \frac{g_C(t)}{k(t)h(t)} dt} \quad (14)$$

部分分級効率を求めるために従来から用いられてきた標
準的な手法、すなわち Eq. (14) の演算結果が正確である
ためには、 $g_i(x)$, $k(x)$, $h(x)$ の正確な値が、被測定粉
体の全粒径範囲にわたって与えられる必要がある。別の
表現をすれば、被測定粉体の全粒径範囲のどこか一部分
で $g(x)$, $k(x)$ などに誤差があったとすると、その影響
は $g(x)$ や $k(x)$ が正確に求められている領域にも及ぶ
のである。極端な場合、粒度分布測定装置の技術的な制
約から被測定粉体の全粒径範囲にわたる測定を実行する
ことは不可能であるが、部分分級効率の主要範囲すなわ
ち $\eta(x)$ が 0.1 から 0.9 程度になると予想される粒径範
围の粒度分布測定自体は十分な精度で実施できる……と
いうような状況に直面することがある。粒径測定範囲が
狭いコールターカウンターなどで起りがちな状況であ
る。Eq. (14) の演算に頼るかぎり、このような状況下にお
いては、粒度分布測定すなわち $g_i(x)$ の測定自体は十分
正確になされているような粒径範囲においてすら、 $\eta(x)$
の算出はできないことになる。これほど極端でなくとも、
使用した光透過法粒度分布測定機のサブミクロン領
域の吸光係数 $k(x)$ に不安があるとか、コールターカウ
ンターで測定した粒径分布の上限近くの粗大粒子のカウ
ント数が少なくてバラツキがひどい、など測定範囲の一
部に精度の悪い部分があるのはむしろ普通のことであ
る。限定された粒径範囲での精度の低さ、誤差の影響が
他の粒径範囲にまで波及してしまうようなデータ処理法
は、できるだけ改善すべきである。

3. 改良された部分分級効率測定法

従来の標準的な演算 Eq. (14) の欠点は、分子分母に被
測定粉体の全粒径範囲にわたる積分、

$$\int \frac{g_i(t)}{k(t)h(t)} dt \quad (15)$$

がはいっていることである。分母では $i=C$ 、分子では
 $i=F$ であって、分級原料と分級産物の粒径分布は非常
に違っている筈であるから、Eq. (15) の積分値の誤差が分
子分母で相殺されることは期待できない。さらに、ある
粒径範囲の $g_i(x)$ が測定されていない場合には、仮定や
推測にもとづいてその部分を補完しても Eq. (15) の積

分値を定めなければならない。

Eq. (15) の積分値が Eq. (14) にはいりこんできた経過を
考えてみると、前節で示したように $g_i^*(x)$ を規格化す
る際に導入されたものである。すなわち Eq. (11) から
 $\alpha_i M_i k^*$ を消去する手段として Eq. (15) の積分値を利用
しているに過ぎない。そこで仮に、 $\alpha_i M_i k^*$ を途中で消
去することはせず、最終段階まで進んでみても残るよう
なら改めて処置を考えることにするとどうなるかを検討
してみる、Eq. (11) を変形すると、

$$f_i(x) = \frac{g_i(x)}{\alpha_i M_i k^*} \quad (16)$$

Eq. (4) の $f_i(x)$ に Eq. (16) を代入してみると、

$$\eta(x) = \frac{M_C \frac{g_C^*(x)}{\alpha_C M_C k^*}}{M_F \frac{g_F^*(x)}{\alpha_F M_F k^*}} = \frac{\alpha_F g_C^*(x)}{\alpha_C g_F^*(x)} \quad (17)$$

k^* は分子分母で相殺されて消滅した。更に、Eq. (17) の
 $g_i^*(x)$ に Eq. (10) を代入してみると、 $k(x)h(x)$ は分子
分母で相殺されるので、

$$\eta(x) = \frac{\alpha_F g_C(x)}{\alpha_C g_F(x)} \quad (18)$$

となる。大変驚くべきことに、全粒径範囲にわたる積分
値のみならず、 $k(x)$ や $h(x)$ までも完全に消滅してし
まった。すなわち、部分分級効率を測定することが目的
であるならば、たとえば光透過法の吸光係数のような感
度係数は本来必要でない。粒子量を質量基準に換算する
演算も不要であって、 $g_i(x)$ がコールターカウンターな
どで求められた個数表示の値であってもそのまま使える。
更に、被測定粉体の全粒径範囲または主要粒径範囲
にわたる粒度測定ではなくて、ごく限定された範囲、極
端な場合には $g_i(x)$ 1 点でのみ測定されているに過ぎ
ない時でも、 $g_i(x)$ が測定された粒径範囲における部分
分級効率は仮定なしに計算できることになる。

ただし、Eq. (18) で部分分級効率を求めるためには、
従来は特に測定しないのが普通であった縮分率 α_F , α_C
の値が必要である。部分分級効率測定のための粒度分布
測定に際して、縮分率 α_F や α_C を別に測定しておく
ことは、特殊な場合を除いてさほど困難ではないと思わ
れる。その理由としては、 $\eta(x)$ を計算するために必要
なのは、縮分率の比、

$$\beta = \alpha_F / \alpha_C \quad (19)$$

だけであること、更に、

$$\eta(x) = \beta \frac{g_C(x)}{g_F(x)} \quad (20)$$

という単純な係数として利用するだけであるから 2 ケタ
の精度で十分であること、などがあげられる。分級試験

をおこなう際には従来から、原料粉体の質量 M_F [kg] と分級産物の質量 M_C [kg] は測定していたので、この論文で提案された部分分級効率測定法すなわち Eq. (20) を採用するために追加すべき測定は、原料と産物の粒度分布測定をおこなう際に使用する試料の質量 m_F と m_C との比を求めることができるようなデータだけである。

$$\beta = \frac{m_F/M_F}{m_C/M_C} = \left(\frac{m_F}{m_C} \right) \left(\frac{M_C}{M_F} \right) \quad (22)$$

結 言

10 μ m 以下、更にはサブミクロン領域の分級技術に対する需要がたかまりつつあるが、このような期待にこたえて分級機の開発や研究に取り組んでみると、部分分級効率の測定にいろいろな困難がともなう。信頼するにたような部分分級効率を求めるためには、ランダムな誤差変動を処理する統計的な手法の確立も重要な課題であることは言うまでもない。しかしながらこの論文では別の見地から部分分級効率の測定法について理論的な検討をおこない、不完全な粒度分布測定データからでも質の良い部分分級効率が求められる可能性があることを示した。

従来の標準的な手法においては、粒度分布測定のデータを規格化して質量基準の粒径頻度分布関数にのした上で部分分級効率を計算するので、ある粒径範囲での誤差が全域に波及し、欠測粒径範囲があれば全域にわたって部分分級効率の計算が困難になる。

部分分級効率 $\eta(x)$ は本来、分級産物中に存在する粒径 x なる粒子の量と、供給原料中に存在する粒径 x なる粒子の量との比であって、他の粒径成分の量などには無関係に定義できるものである。したがって、仮に粒度分布測定データに欠測粒径範囲があっても、非常に測定精度の悪い粒径範囲があっても、精度良く測定された粒径範囲内では、その点における精度の良いデータだけで正しい部分分級効率の値 $\eta(x)$ が求まり、他の粒径範囲の悪影響が波及してこないような計算法が必ず存在すると考えられる。この論文で提案された、改善された新しい部分分級効率測定法は、粒度分布測定の際に試料縮分率 α_i の比 $\beta = \alpha_F/\alpha_C$ を測定しておくことを眼目とするものである。縮分率比 β が測定されているならば、たとえば吸光係数のような感度関数の補正、たとえば個数基

準から質量基準への換算、全粒径範囲での積分値による規格化などのデータ処理演算は一切不要になり、粒度分布測定操作で得られる生のデータ $g_F(x)$ と $g_C(x)$ から直接的に、

$$\eta(x) = \beta \frac{g_C(x)}{g_F(x)}$$

として部分分級効率を求めることができる。粒径 x における部分分級効率の値は、その粒径における粒度分布測定の生データだけから定めることができるので、たとえば欠測粒径範囲があったとしても、測定を実行した粒径範囲の部分分級効率は確実に求まる。感度関数の補正などは分子分母で完全に相殺されるので本来不要である。たとえば光透過法を吸光係数が完全には求められてはいないような超微粒子領域に適用したとしても、粒度分布測定が部分分級効率測定だけを目的としている場合には、吸光係数が未知ないし不正確であること自体は何の障害にもならないはずである。

この方法による部分分級効率測定の具体的な実施例については、次の機会に報告したい。

記 号

$f(x)$	: 質量基準粒径頻度分布関数	[μm^{-1}]
$g(x)$	: 粒径分布測定で観測された粒径 x の粒子量	
	: (任意単位、ただし粒径幅 1 μm あたり)	
$g^*(x)$	: 質量基準に換算し、感度を補正した $g(x)$	
$h(x)$	: 粒子量表現基準換算関数	
k^*	: 粒径分布測定の感度定数	
$k(x)$	: 粒径分布測定の感度関数	
M	: 分級操作時の粉体質量	[kg]
m	: 粒径分布測定時の粉体質量	[kg]
t	: 粒径、ただし積分変数として	[μm]
x	: 粒径	[μm]
α	: 縮分率	[—]
β	: 縮分率の比	[—]
$\eta(x)$	: 部分分級効率	[—]

(添字)

C	: 分級産物、粗粒側
F	: 分級原料
P	: 分級産物、微粒側

中国での二週間

寺下 敬次郎*

Keijiro Terashita

1. はし が き

中国農業機械化科学研究院の招聘により、昨年11月1日から2週間、中華人民共和国を訪問する機会を得た。招聘内容は粉粒体混合と粉体物性の測定に関する講義である。

昨年10月、総理府より発表された外交世論調査で親しくする国としては、まずアメリカ、ついで中国となっている。日本人が巨大な隣国に対して熱い視線を向けていることは確かである。そのためか最近では観光旅行や学術交流が盛んになり、中国の多方面の情報が伝えられるようになってきた。しかし、真の中国を知るには、耳や活字よりも、己の肌で感じる事が最も確かである、などと勝手な理屈をつけ、ニイハオと再見の国へ単身出かけることにした。

大阪を出発したジェット機は九州を南下し、上海に入り、そこから機首を北に振り北京に向う。1980年1月オープンしたという北京の新空港には大阪から約4時間で到着した。空港から美しい柳とポプラ並木のある直線道路を50分ほど走らせると、北京というより中国を代表する北京飯店に着いた。翌朝、迎えの車で中国農業機械化科学研究院に向った。

2. 中国農業機械化科学研究院にて

中国農業機械化科学研究院は、北京の旧城内の北側にある徳勝門から万里の長城あるいは明の十三陵を見学に行く昌平路沿いにあり、北京飯店（飯店は食堂でなくホテルのこと）からであると、北に車を25分ほど走らせた郊外にある（Photo. 1）。この走行時間などは北京の中心である天安門広場からでもほぼ同じといえよう。中国農機院は、農機部農業機械科学技術研究院（1956年設立）と中国農業科学院農業機械化研究所（1957年設立）が

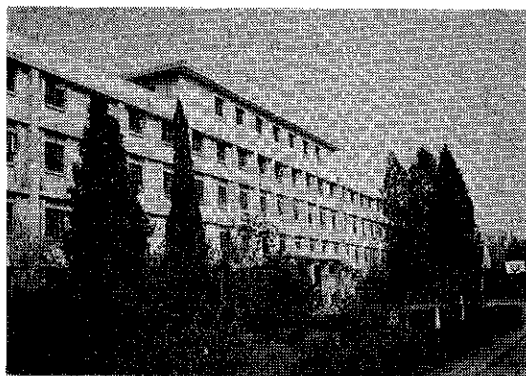


Photo. 1 中国農業機械化科学研究院の本館

1962年7月に併合して設立された政府直轄の研究院であって、各省などにある研究所の頂点に位置する。その中国農機院（日本の機はあちらでは机と書く）の概要はTable 1の通りである。漢字を見るとある程度意味が通じると思うが、それでもという方はその下の英文を参考にしてください。組織的にも非常に充実していることがわかる。しかし、これらの研究所や研究室を見学する機会には恵まれなかった。さらに、この院には中国の農業機械学会の本部も置かれ、かつ、農機院において学位が取得できるようになっているので研究は活発であり、その研究レベルは大学と同等かもしくは高いといわれている。得られた研究成果は、立派な成果展示館内に写真あるいは実物展示などにより要領よくまとめられていた。また館内には研究院の歩みや設備の説明もあった。

なお、農業機械に関する学科および講座は、日本の場合では農学部にあるが、中国においては工業大学にあるといえる。これはソ連の教育制度の影響を受けたことによる。いずれにしても中国農機院のエンジニアなどは、工業大学出身者でほとんど占められている。

華国栓院長先生より頂いた招聘状には、先述のように、粉粒体混合と粉体物性の測定に関する講義と書かれていたが、実際行った講義内容は

* 大阪府立大学工学部化学工学科
 (〒591 堺市百舌鳥梅町4-804)
 Tel. (0722) 52-1161(代)

Table 1 中国農業機械化科学研究院の概要

中国农业机械化科学研究院

中国农机院现有职工1050人, 其中工程师和技术人员588人。占地面积29公顷, 其中科研建筑面积24,000多平方米。固定资产约18,000,000元。

中国农机院管理下列十四个研究试验单位:

- | | |
|--------------|---------------|
| 1. 农业机械化研究所 | 8. 农机仪器与强度研究室 |
| 2. 畜禽机械研究所 | 9. 农机试验技术研究室 |
| 3. 材料工艺研究所 | 10. 能源动力研究室 |
| 4. 耕作机械研究室 | 11. 农机情报研究室 |
| 5. 收获加工机械研究室 | 12. 技术发展研究室 |
| 6. 排灌机械研究室 | 13. 试制工厂 |
| 7. 液压技术研究室 | 14. 农机试验站 |

Chinese Academy of Agricultural Mechanization Sciences (CAAMS)

CAAMS has a staff of 1050 of whom 588 are engineers and technicians. It covers an area of 29 ha and the floor space is about 24,000m². Fixed assets is about 18,000,000 yuan(RMB).

Under the supervision of CAAMS there are fourteen units, namely:

1. Agricultural Mechanization Research Institute,
2. Livestock and Poultry Equipment Reserch Institute,
3. Material and Technology Research Institute,
4. Tillage Machinery Research Division,
5. Harvesting and Processing Machinery Research Divdsion,
6. Irrigation and Drainage Equipment Research Division,
7. Hydraulic Technique Research Division,
8. Strength of Materials and Parts and Instrumentation Research Division,
9. Test and Evaluation Service Division,
10. Energy and Power Unit Research Division,
11. Information Research Division,
12. Technology Development Forecast Division,
13. Experimental Shop,
14. Farm Machinery Experiment Station.

1) 粉粒体混合の基礎. 2) 粉粒体混合機の混合性能に及ぼす操作条件の影響. 3) 各種混合機のパフォーマンスとその比較. 4) 粉粒体の内部摩擦係数の測定とその解析. 5) 粉粒体の流動性とその測定法, などである.

これらのテーマは牧畜機械研究室において配合飼料関係の研究に取り組んでいるエンジニアなどの希望であった。朝7時45分頃、迎えの上海という車で農機院に向い、8時半から11時半まで講義し、そののち昼食のために北京飯店に戻り、また午後1時半から5時近くまで講義をした。私は日本語で黒板とスライドを使い講義をし、通訳は日本に留学したことのある中国農機院の趙和平氏であ

った。

受講者は農機院および全国の十四工場より集ったエンジニアなどと大学の先生方で、23~26名位であった。そのうち女性が3~5名であり、大学の先生は3、4名おられたと記憶している。受講者の中には、北は長春、南は無錫や武漢あるいはそれよりも遠方から来られている大学の先生およびエンジニアが居られた。勿論、これらの方々は中国農機院内の宿泊所などを利用していた。

受講者の全員が混合や粉体物性測定ならびに粉粒体を取り扱うプロセスの専門家であるため、質問は核心をつき、かなり厳しいものであった。粉粒体混合については、

1) 混合度を求めるための基本となる組成分析とその表示法。2) 処理量に応じたサンプル個数とサンプルサイズに関する問題。3) 対流、拡散、剪断のそれぞれの混合機構と混合状態の関係ならびに混合機構から見た混合機の特徴。4) 混合状態を良好にするリボン形状(リボンピッチ、内巻と外巻のリボン幅あるいは面積)。5) 遊星運動型混合機(たとえばミクロンミキサ)の装置的特徴と混合性能。6) 混練状態の評価方法。などに関する質問が多かった。一方、粉体物性測定では、1) 物性測定器の装置的特徴。2) 各測定法で得られる物性値の解釈とその比較。3) Carr の流動性指数とパウダテスト、などの質問が多く出た。さらに、粉粒体混合と物性測定に関する共通的な質問としては、1) 国際的(もちろん日本も含めて)な現状と今後の動向。2) 具体的で、かつ詳細な実験方法、たとえば粉粒体混合では混合度を算出するまで、摩擦係数については剪断応力を求めるまでが知りたいという。まさに実験方法そのものについての質問である。特に、これらの質問は己が本当に汗水を流して実験をやっていないと答えられないほど詳細なところまで続く。

なぜ、混合機および物性測定器の装置的特徴や詳細な実験方法についての質問が多いのかと逆に尋ねてみた。そうすると、基礎実験と研究設備の充実のためだという答えが返ってきた。

以上のような質問は、講義中はもちろんのこと休息時間においても、どんどん飛び込んでくる。日本人よりも討論好きであり、納得した答えが得られるまで質問の手をゆるめることはない。このような質疑討論や意見交換をしているうちに、相互理解と親しみが自然と広がるように思えた。

3. 北京にて

中華人民共和国の面積は約960万km²で、ソ連、カナダについて大きく、日本のおよそ26倍である。また人口は10億5千万を越したともいわれ、世界人口の約1/4を占めている。現在の中国には22の省と5つの自治区に3つの直轄市(北京、上海、天津)がある。短時間であるが、幸いにも、この3つの特別都市を尋ねることができた。中でも首都の北京には10日間ほど滞在した。

北京と一口にいっても、人口850万、面積16,800km²であり、その面積は日本の最も大きい岩手県の1.1倍もある大都会である。

北京について、まず目に飛び込んで来たのは、多くの兵隊さんと種々雑多な乗り物である。日本の戦後から現在までのすべての乗り物の展示場ともいえる。朝夕のラッシュ時には、100人乗り位の2両連結のバス(Photo. 2)

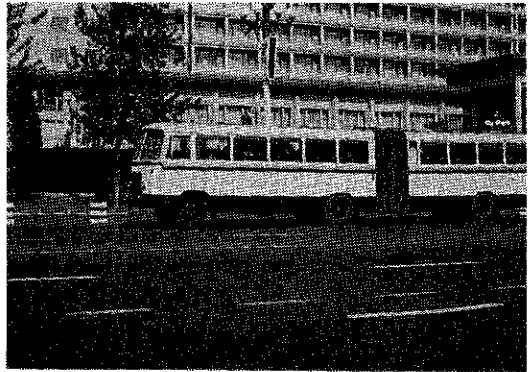


Photo. 2 二両連結の大型バス
(女性の運転手も多く見られた。
うしろの建物は北京飯店の東館)

やトロリーバス、自転車および歩行者などで騒然としている。特に夕方は自動車が車幅灯のみで走り、危険防止のためにクラクションをけたたましく鳴らすので、騒音の音量がいつそうあがる。日本ほどではないが、交通渋滞がしばしば起こる。これは自転車や歩行者などが交通規則をあまり守っていないことも一因であると思う。私を送迎してくれる農機院の運転手さんは、速くの信号が赤に変化しそうになるとエンジンを切って惰力で走り、信号のところでビタリと止める。ガソリンの消費を少しでも少なくするためだそうである。恐らく他の乗用車も同様であろう。「上海」という車で100km走るのに16ℓのガソリンを消費するそうである。

朝もやをついて自転車で通勤する姿は中国の代表的な風景であるが、その走行時間などを聞いて少々驚いた。女性でも通勤のために片道45分～1時間はペダルを踏むという。その自転車の価格は175元前後であると聞いたが、この金額は大学を卒業したばかりの人の3カ月分の給料よりも高い。したがって、どこかの国のように、駅前などに自転車を放置しているような風景は、まず見ら

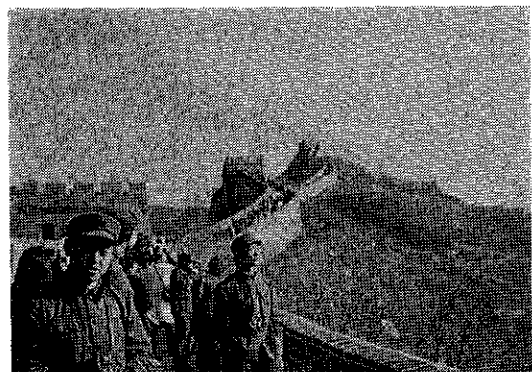


Photo. 3 親しみを感ずる解放軍(万里の長城にて)

れない。

どこに行っても解放軍の姿が自然と目に映る (Photo. 3)。それほど多く見られるが、その姿に威圧感というものがある。私が北京にいた時は丁度冬の野菜確保のために白菜の取り入れと販売の真最中であった。その白菜の運搬などを手伝っている。まさに平和そのものである。この様子を毎日見ていると解放軍というよりむしろ兵隊さんと呼んだ方がピッタリする。軍隊という感じを受けたのは、天安門広場の南側にある毛主席記念堂を巡視している姿を見た時ぐらいであった。解放軍は人気があるらしく、一般市民でも解放軍と同じ例の黄緑色の服を身につけている。

中国の人達は日本人も顔負けするほど写真好きである。観光地のいたるところで記念写真を撮っている。その主流は2眼レフであり、白黒である。勿論、カメラは日本のように普及していないので、記念写真屋の前に列ができる。カラー写真の場合は、日本の会社が品質を保証するので問題がないという看板を立てているところもあった。

前門、毛主席記念堂、人民大会堂、中国歴史・革命博物館、天安門とその広場、故宮(紫禁城: Photo. 4)および景山とほぼ直線状に並ぶ景色は確かに一見に値する。マスコミを通じて人民大会堂や天安門は見なれている。しかし、目の前にするとやはりその荘厳さに圧倒される。これらの全景写真をカメラに納めようとするときかなり足を動かさなければならない。一寸位の後退ではファインダーからはみ出る。やはり小走りでということになる。こんちくしょう、こんなに大きいのかと思い知らされた。故宮博物院の太和殿の所にある竜鳳石もさることながら、保和殿内に展示されている玉器、漆器、置物、彫刻などの出土品や芸術品は魅力的である。北京に来る数日前、大阪の天王寺美術館で故宮展を見た。その時も感激したが、本場で観賞すると一味ちがう。やはり雰囲気

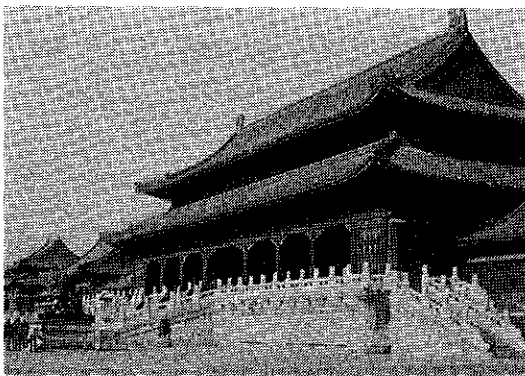


Photo. 4 故宮博物院・太和殿
(門口66m, 奥行33m, 中国最大の木造建築物)

気と器が大切なのだろうか。

今日は日曜日で講義が休みなもので万里の長城と明の十三陵の見学に出かける。前日の雨もやみ晴天で気温も高い。また講義も消化したので気分も良好である。北京飯店を8時に出発した車が八達嶺に到着したのは10時30分頃であった。城壁の高さは7~8m, 上部は5.5m位の幅があり7~8人が並んで歩けそう。数百mごとに敵軍を発見するとノロシをあげ味方の本陣に知らせたという監視塔などがある。登り始めはゆるやかであるが、監視塔に近づくにつれて急勾配となる。石だたみなので滑る。両わきに鉄パイプが設けられているが、老人には一寸気の毒な感じがする。観光客は息をはずませながら列をつくり登る。観光客はそこまでしか行けないという監視塔に立ち (Photo. 5)、遠くの山並みまで続く城壁を見て納得する。出入口にひっかえし、逆方向の長城にアタックする。こちらは人が少ないので、ゆっくりと規模の壮大さを味わうことができた。“月から見える”という世界最大の建造物だけのことはある。

十三陵のうち、長陵と地下宮殿を見ることができるよう定陵を見学し、一般の観光客があまり行かないという十三陵ダムを回って北京飯店に帰ると完全に日は暮れてい

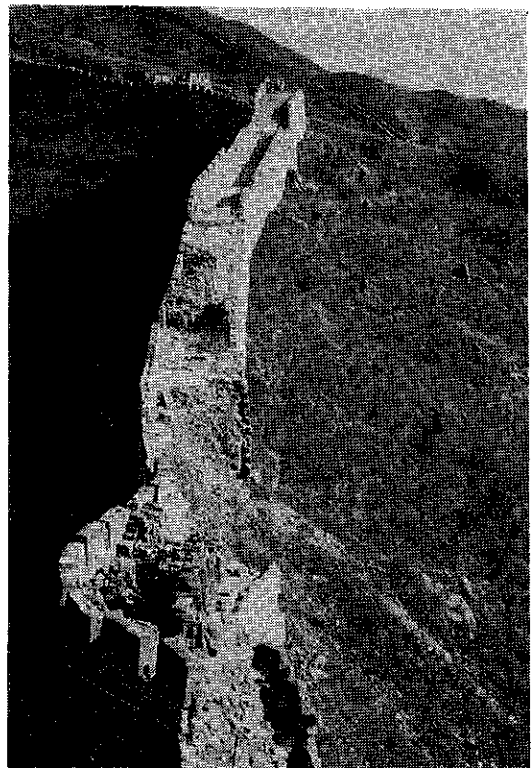


Photo. 5 観光客が行けるのはここまで、この先はご覧の通り長城が崩れているところもある。
(万里の長城一八達嶺)

た。夜、日本の某会社の重役さんと、ホテルの2階（東館）にある“日本食コーナ”ですき焼を口にする。日本食は中華食に比べて一般に倍近いお金を必要とする。

4. 北京から上海へ

上海に行くために中華民航に乗る。日本でいうと男鹿半島（秋田県）から鹿児島県の南端に移動するようなものである。北京を飛び立った時は煉瓦色の建物（北京の多くの建物は煉瓦そのものでできている）に黒色をおびた畑であったが、上海に近づくにつれて沼、川、運河などが多く、緑色の畑の中に白壁の二階建の家が目につく。これで、やっと、昨夜北京で観た杭州の歌劇団が船の櫓をこぎ姿を踊の中にとり入れているのがわかった。なお、北京～上海間は、飛行機では1時間45分であるが、列車（中国では火車という）であると南京経由で約20時間かかるそうである。

街路樹は北京のポプラおよび柳から鈴掛けの木にかわり、服や身につけているものも、どことなしかアカメケし、建物も西洋的なもののがかなり目につく。北京はどちらかというと田舎であるが、上海は都会そのものといえよう。また、中国に来て人口の多いことを肌で感じたの

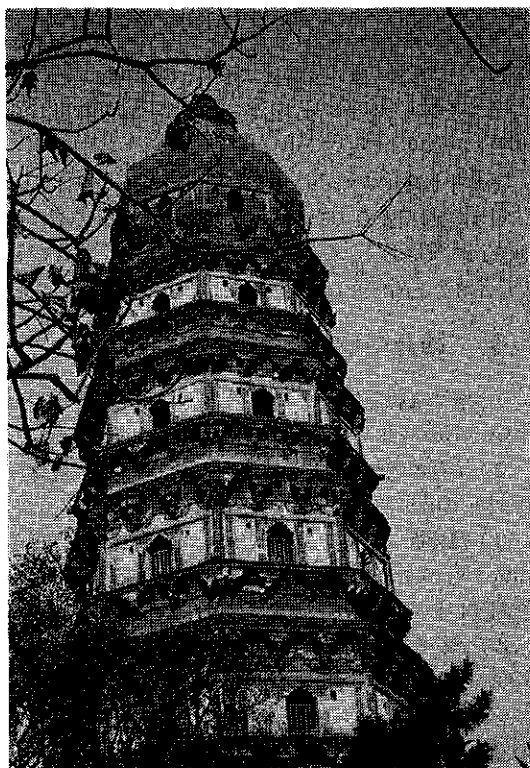


Photo. 6 虎丘の斜塔
（7層の煉瓦作りで60m、15度傾いている）

も上海であった。宿泊は上海で最も大きい錦江飯店であり、ここの蟹料理はとても美味かった。

蘇州観光に出かけるため上海より無錫行の火車に乗る。座席は軟席で、日本でいう一等車。お茶は0.2角であったが、北京のようにジャスミンは入っていなかった。

蘇州は水の都、東洋のベニスである、と観光地を案内してくれた汽車（自動車のこと）の運転手さんが自慢そうにいった。確かに落着いた美しい街であり運河が多い。蘇州は日本人好みの観光地といえる（Photo. 6）。それは太湖石や小池あるいは回廊を用いた比較的小じんまりした庭園がほとんどであり、白と茶色系統を基調とした建物が多いことによると思う。北京は大規模（北海公園、いわ園、故宮など）で紅、緑、黄色などを用いた原色に近い美であるのに対し、蘇州は中間色の美ともいえる。これが日本人の肌にあうのかも知れない。

5. む す び

粉粒体混合に関係して、二つの飼料加工場（月産1000t、4000t）を見学した。これらの工場ではスケールアップとスケールダウンをそれぞれ見事に成功させていた。スケールアップに取り組んだ工場は、日本の配合飼料工場のフロシットとほとんど同じで、設備も立派なものであった。スケールダウンは各地域における小規模の需要に対するものであって、今後も精力的に研究を続けるという。いずれの工場においても粉碎混合と微量混合の重要性を指摘するとともに、粉碎機の騒音対策に力を入れているようであった。

受講者が23～26名位であると、膝をつき合わせて真剣に討論することができる。討論に熱中するとその人の一面が顔に出てくる。そのさいたる者が私であったかも知れないが、単なる講義に終らなかったことはお互いの喜びでもある。質疑討論を通して、中国の方がよく口にする日中友好に微力であるが寄与できたと思う。新しい友人から古い友人になりたいものである。

中国農機院で最後の講義が終った時、院長先生からていねいな挨拶と謝辞をいただいた。受講者の全員が農機院の玄関の両側に並び、暖かい拍手と握手で見送ってくれた。再見//。再見//。この感激は今後とも忘れることはないであろう。日中両国の友好関係は今後ますます深まってゆき、古い友達がふえると確信する。

最後に中国農機院の華国栓院長、王志培主任および何忠玲工程師に謝意を表す。特に趙和平氏には通訳はもちろん在華多方面にわたってお世話になったことに対して、深甚なる謝意を表します。

セファレキシンの結晶の吸湿性

Hygroscopicities of Cephalexin crystals

金庭 延慶* 大塚 誠*

Nobuyoshi Kananiwa, Makoto Otsuka

1. 緒 言

最近結晶性医薬品の吸湿性、溶解性が製剤加工、保存条件等製剤の品質管理上の問題として注目されるようになってきた¹⁾。先に筆者らはセファレキシンの結晶多形、溶媒和物、無晶形等数種を調製し、それらの吸湿性について報告した²⁾。ここではその補足と吸湿による相転移について追加する。

2. 試料の調製

セファレキシンの結晶はラリキシン原末(富山化学工業 K.K.) Lot. No. HJ. 595E を使用した。

1) Phase I (無水物)

原末を特許製法により再結晶し、得た結晶を 130°C で約 24 時間 P_2O_5 デシケーター中で真空乾燥して得た無水物である。Anal. Calcd. $C_{16}H_{17}N_3O_4S$. Mw. 347.39; C, 55.32; H, 4.93; N, 12.10. Found.; C, 54.92; H, 5.12; N, 12.04. Water content, Found.; 0.12% (Karl Fischer 法)。

2) Phase II (2 水和物)

後出の Phase IV を 35°C で相対湿度(以下 RH と略す) 95% のデシケーター中に 2 週間保存して調製した。Water content, Calcd., 9.39%, Found., 9.13% (Karl Fischer 法)。

3) Phase III.

Phase I を 10g とり無水メタノール 50ml を加えてスラリー化し、30 分間攪拌した後、ろ過し無水メタノールで洗浄し、 P_2O_5 デシケーター中常温で真空乾燥して得た。非常に吸湿性強く全行程乾燥箱中で行う。Water content, Found., 0.56% (Karl Fischer 法), Methanol content, Found., 0.15 mol/mol (NMR 法) この残存メタノールは 130°C, P_2O_5 デシケーター中 24 時間真空乾

燥しても脱離しなかった。

4) Phase IV (1 水和物)

ラリキシン原末を特許製法により再結晶して得た。Anal. Calcd. $C_{16}H_{17}N_3O_4S \cdot H_2O$, Mw. 365.41; C, 52.59; H, 5.24; N, 11.50. Found.; C, 52.29; H, 5.31; N, 11.56; Water content, Calcd., 4.93%, Found., 5.50 (Karl Fischer 法)。

5) Phase IV' (無水物)

Phase IV を 35°C の P_2O_5 デシケーター中 2 週間保存し乾燥して得た。Water content, Found. 0.26% (Karl Fischer 法)。

6) Phase V

原末を特許製法に従ってアセトニトリルから再結晶し、40°C で真空乾燥して得た。Water content, Found., 0.21% (Karl Fischer 法); Acetonitrile content, Found., 0.0mol/mol (NMR 法)。

7) 非晶質セファレキシンの (NC)

Phase IV 1.5g を 100ml の蒸留水に溶かし、ろ過、ろ液を活性炭処理し、ろ過、ろ液を凍結乾燥、常温で P_2O_5 デシケーター中 1 夜真空乾燥して得た。

3. 結晶の物性測定

1) 粉末 X 線回折: 日本電子製 Type JDX-7E により Cu, $K\alpha$, 20kV, 20mA, GM 管により測定した。

2) 赤外線吸収 (IR) スペクトル: 日本分光製 IR-2 により Nujol 法で IR スペクトルを測定した。

3) 熱分析: 島津製 DT-20B により昇温速度 10°C/min, N_2 ガス流速 20ml/min. 中で示差熱分析 (DTA) を測定した。

4) 水分含量: 京都電子工業製 Type MK-S により Karl Fischer 法で測定した。吸湿性の強い試料はすべてシリカゲル中を通した乾燥空気乾燥箱中で取り扱い、他の物性測定も同様な条件で行った。

5) 吸, 脱湿試験: 吸, 脱湿及び保存は種々の RH を示す飽和塩類溶液を入れた 35°C のデシケーターを使用

* 昭和大学薬学部

(〒142 東京都品川区旗の台 1-5-8)

Tel.(03)784-1151

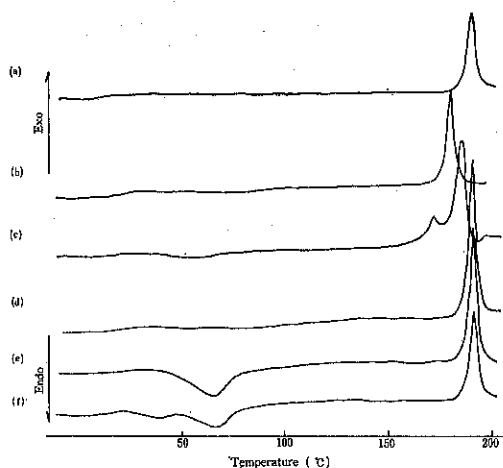
した。

6) 核磁気共鳴 NMR スペクトル: 日本電子製 FX-100 により重水中に試料をトリフルオロ酢酸で可溶化し DSS を内部標準として NMR を測定した。

7) 走査型電子顕微鏡写真: 日立製 HHS-2 により加速電圧 20kV にて測定した。

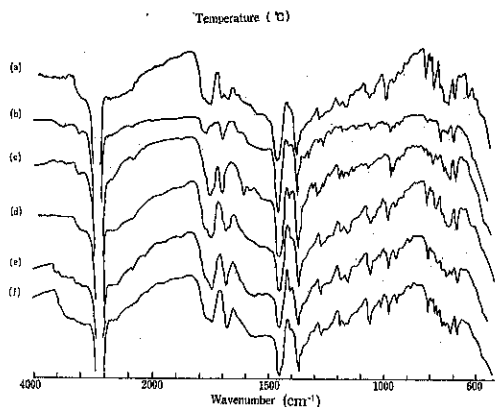
4. 六種のセファレキシシン結晶と非晶質の確認

六種のセファレキシシン結晶について, DTA, IR スペ



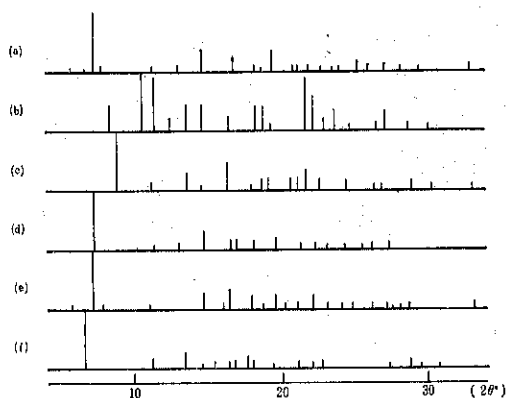
(a) Phase I (c) Phase V (e) Phase IV
(b) Phase III (d) Phase IV' (f) Phase II

Fig. 1 DTA curves of Cephalexin (Heating Rate 10°C/min)



(a) Phase I (c) Phase V (e) Phase IV
(b) Phase III (d) Phase IV' (f) Phase II

Fig. 2 Infrared Absorption Spectra of Cephalexin by Muij Method



(a) Phase I (c) Phase V (e) Phase IV
(b) Phase III (d) Phase IV' (f) Phase II

Fig. 3 X-Ray Power Diffraction Patterns of Cephalexin

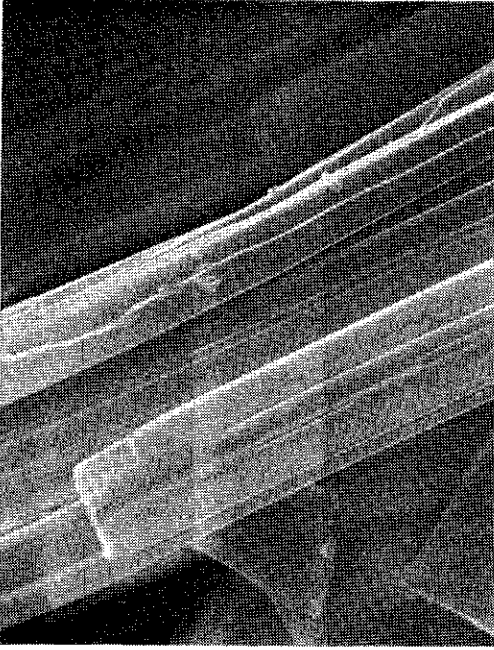
クトル, X線回折の測定結果を Fig. 1, Fig. 2, Fig. 3 に示す。

1) DTA 曲線

DTAの測定結果 Fig. 1 から Phase I と Phase IV' は無水物であるので発熱ピークのみが示され, 分解点は約 190°C であるが, Phase IV は 1 水和物で脱水点は約 50°C にあった。また Phase II は 2 水和物で約 30°C と約 50°C に 2 つの脱水点を示している。脱メタノール型の Phase III は 175°C に分解点を示し, 脱アセトニトリル型の Phase V では 165°C に小さな発熱ピークと 180°C に分解点を示す。また NC では DTA 曲線から求めた分解点は 173°C でどの Phase よりも低い分解点を示した。

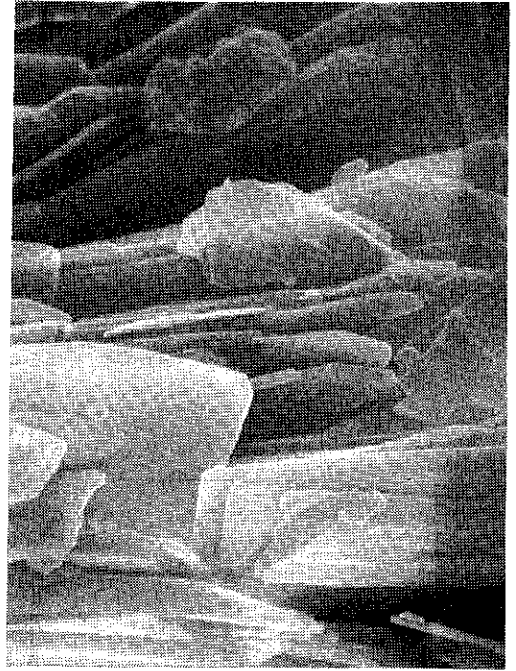
2) IR スペクトル

セファレキシシンの IR スペクトルは 3500cm⁻¹~3000cm⁻¹ に水からの水酸基とアミドのアミノ基のブロードな吸収帯, 1760cm⁻¹ が β ラクタム環のカルボニル基, 1690cm⁻¹ がアミドのカルボニル基, 1600cm⁻¹ のブロードな吸収がカルボン酸, 820~690cm⁻¹ が主骨格の振動による吸収であることが報告されている³⁾。Fig. 2 に示す如く Phase I では 1690cm⁻¹ のアミドのカルボニル基の吸収が, 1698cm⁻¹ と 1667cm⁻¹ にわかれている。この Phase I と全く同様にアミドのカルボニル基の吸収が 2 つにわかれるスペクトルを常圧, P₂O₅ 乾燥によって得られる Phase II の無水物が示す。Phase IV とその無水物の Phase IV' は 1690cm⁻¹ のアミドのカルボニル基の吸収は分離せず 1 つであるが, 3500cm⁻¹ の水酸基の存在を示す吸収帯と 1600cm⁻¹ のカルボキシル基の水分子と水素結合をおこす部分の吸収強度が水和物で著しくなっていることがわかる。



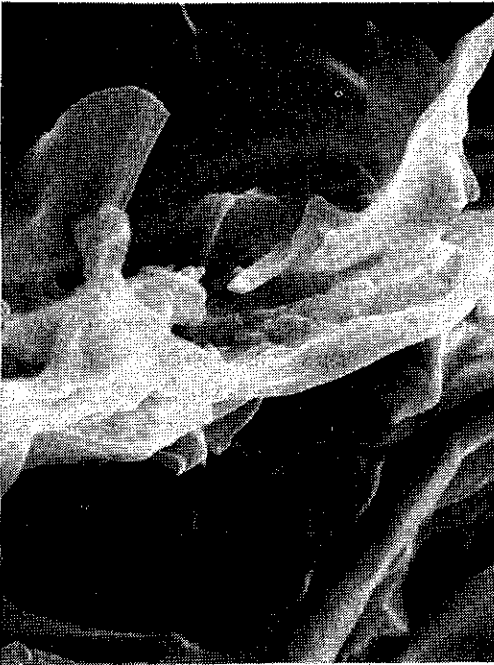
(a)

2 μm



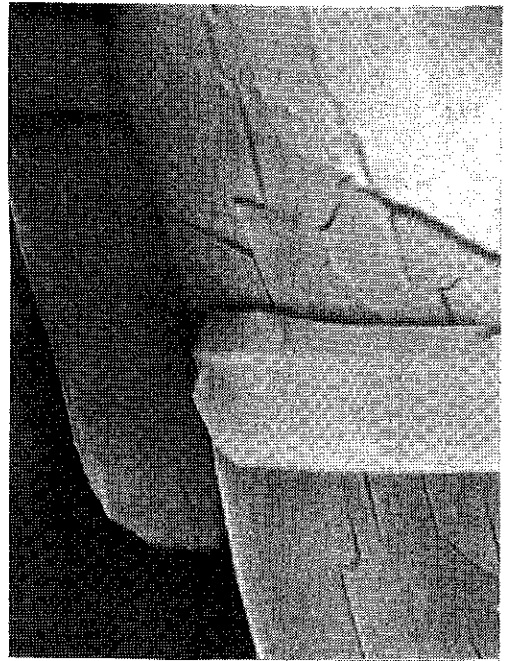
(c)

2 μm



(b)

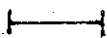
2 μm



(d)

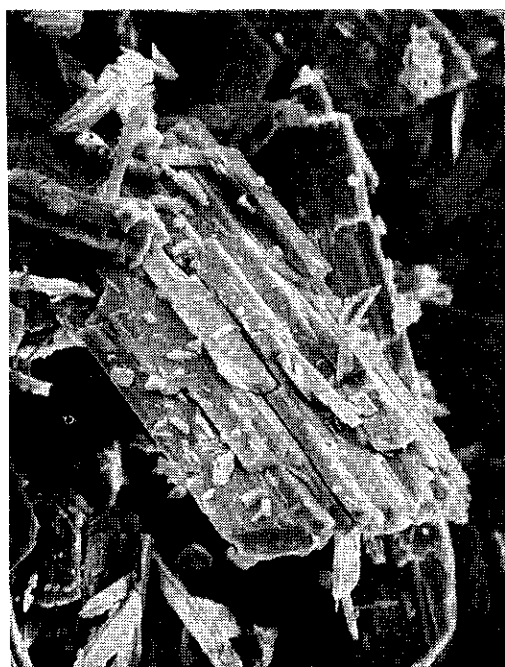
2 μm



(e) 
50 μ m



(g) 
50 μ m



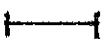
(f) 
50 μ m

Photo. 1 Scanning Electron Microphotographs of Cephalexin
 (a) Phase V- H_2O ; $\times 10000$
 (b) NC- $2H_2O$; $\times 10000$
 (c) Phase III- $1/2H_2O$; $\times 10000$
 (d) Phase IV ; $\times 10000$
 (e) Phase V- H_2O ; $\times 300$
 (f) Phase IV ; $\times 300$
 (g) Phase III- $1/2H_2O$; $\times 300$

Phase III と Phase V には 3500cm^{-1} の水酸基の存在を示す吸収はなく、それぞれ異なる吸収スペクトルを示すことがわかる。NC では Phase IV の 1750cm^{-1} の吸収が 1760cm^{-1} に、 1690cm^{-1} のアミドのカルボニル基の吸収が 1685cm^{-1} に、またカルボキシル基の 1555cm^{-1} の吸収帯が可成明瞭になっている（後出 Fig. 8 参照）。

3) 粉末X線回折

Fig. 3 の測定結果が示す如く、Phase I の回折ピークは 2θ が 7.35° , 14.65° , 19.47° が特徴である。Phase III では 8.42° , 10.62° , 11.42° , 21.7° のピークの強度が著しい。Phase V では 8.90° , 13.60° , 16.40° が特徴的である。Phase IV では 5.70° , 7.25° , 14.6° , 16.4° などが特徴的で特に 5.70° の回折ピークは強度は小さいが、1水和物特有のもののように思われる。Phase IV' にはこのピークはない。Phase IV' ではこれ以外の回折ピークはいづれもわずかに 2θ の大きい方にシフトしているか、シフトの傾向を示す。これは脱水して無水物になることにより格子定数が減少し単位格子が縮小したことを示すものと思われる⁴⁾。このことは無水物 Phase III とその $\frac{1}{2}$ 水和物、無水物 V と RH11~82% での水和物の間にもみられる現象である。勿論 NC の X 線回折図には回折ピークはみられない。

4) 走査型電子顕微鏡写真

Photo. 1 (a), (b), (c), (d), (e), (f), (g) に Phase III $\frac{1}{2}$ 水和物、Phase IV, Phase V 1水和物、NC 2水和物の走査型電子顕微鏡写真を示す。Phase V 1水和物は板状晶、Phase III $\frac{1}{2}$ 水和物は微細な板状晶の集り Phase IV は大きな柱状晶であり、また NC の 2 水和物に相当するものは無晶形の固体であることがわかる。

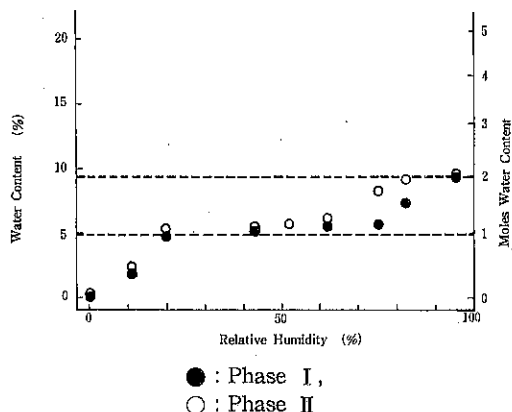


Fig. 4(a) Change of Water Content of Phase I and Phase II under Various Relative Humidity at 35°C

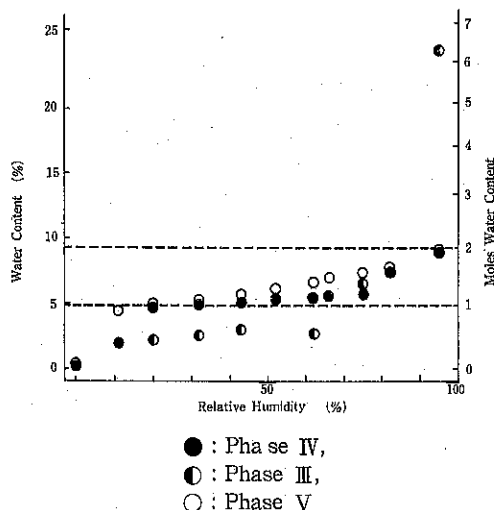


Fig. 4(b) Change of water Content of Phase IV, Phase III and Phase V under Various Relative Humidity at 35°C

5. 吸湿性

Phase I ~ V を種々の相対湿度において 2 週間保存し、吸湿平衡に達せしめ、含水量を測定してプロットしたのが Fig. 4 (a), (b) である。Phase I と Phase II の吸湿、脱湿過程において履歴現象がみられた。Phase I は RH20~75% で 1 水和物となり、RH95% で 2 水和物となった。Phase II では RH75% 以上で 2 水和物であり、RH20~62% で 1 分子の水を脱湿して 1 水和物、RH0% では無水物である。Phase IV の吸湿、脱湿過程では RH20~75% で安定な 1 水和物として存在し、この間で Phase I の吸湿物と同じ状態で存在する。Phase III は RH20~62% で約 $\frac{1}{2}$ 水和物に相当する状態で存在するが、このもの自身は脱メチル型とはいえず、メタノールが完全に除去されたものではなかった。（メタノールの完全除去は極めてむづかしい⁵⁾。また RH95% での吸湿が他の結晶にみられない程多量（23.7%）であったことも注目される。Phase V は RH11% で 1 水和物相当となり、これ以上で RH に比例して含水量が増加し RH95% で 2 水和物相当となった。しかしこの状態で更に保存しても含水量の増加はなかった。NC の吸湿平衡曲線を Fig. 5 に示す。RH20~32% で NC 1 水和物、RH43~66% で NC 2 水和物となるが、RH75% 以上では 40~110% という高い含水量を示した。

6. 吸湿による相転移

Phase I は調製の所で示した如く、Phase IV を 130°C で約 24 時間 P_2O_5 デシケーター中で真空乾燥してもでき

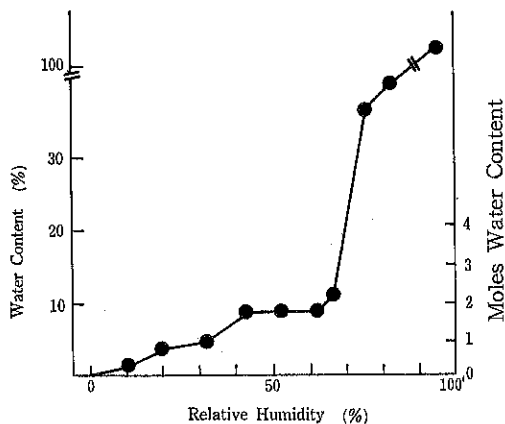
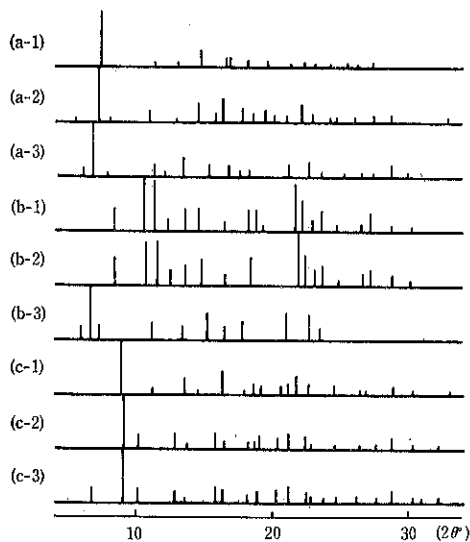


Fig. 5 Change of water Content of NC at Various Levels of Relative Humidity at 35°C

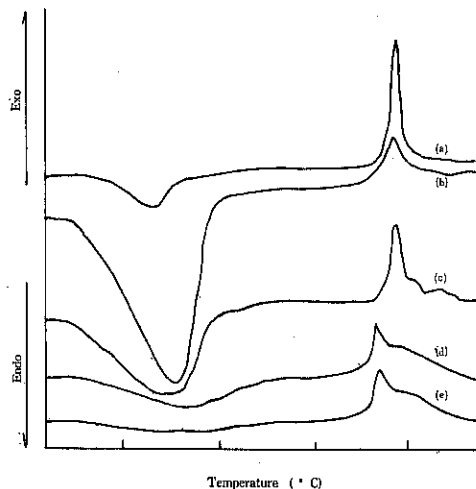


(a-1) Phase IV' (a-2) Phase IV in R. H. 20-75% (a-3) Phase IV in R. H. 95% (b-1) Phase III (b-2) Phase III in R. H. 11-62% (b-3) Phase III in R. H. 95% (c-1) Phase V (c-2) Phase V in R. H. 11-82% (c-3) Phase V in R. H. 95%

Fig. 6 Change of X-Ray Diffraction Patterns of Phase IV, Phase III and Phase V under Various Relative Humidity at 35°C

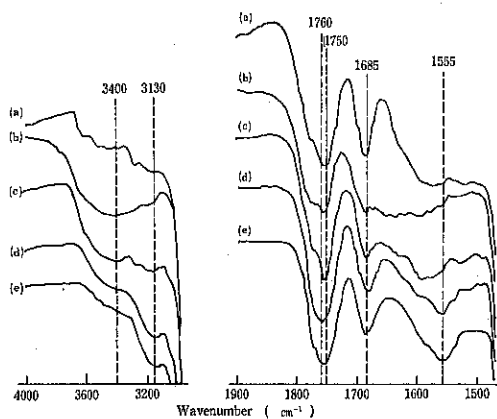
るが、Phase II を 35°C、常圧で P_2O_5 デシケーター中で 2 週間乾燥しても得られる。Phase II は Phase IV から得られるだけでなく、Phase I、Phase IV' からも高湿度

RH95% で保存すると得られる。Phase I から吸湿によって Phase IV、すなわち 1 水和物が得られるが、このものは RH20~75% で最も安定な結晶構造をとる。Phase II の脱湿によるものは RH20~62% で 1 水和物の Phase IV となるが、RH75% で保存の場合は 1 水和物相当より高い含水量を示す。Fig. 6 に Phase IV、III、V の吸湿に



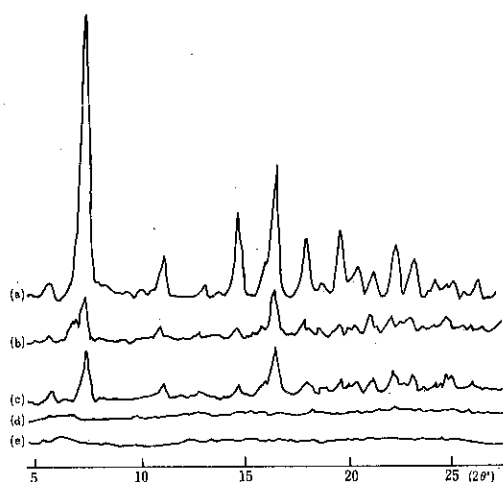
(a) Crystal Phase VI (b) NC at 95% RH (c) NC at 75% RH (d) NC at 66% RH (e) NC

Fig. 7 Change of DTA Curves of NC at Various Levels of Relative Humidity at 35°C



(a) Crystal Phase IV (b) NC at 95% RH (c) NC at 75% RH (d) NC at 66% RH (e) NC

Fig. 8 Change of IR-Spectra (4000-3200 cm^{-1} and 1900-1500 cm^{-1}) of NC at Various Levels of Relative Humidity at 35°C



(a) Crystal Phase IV (b) NC at 95% RH (c) NC at 75% RH (d) NC at 66% RH (e) NC

Fig. 9 Change of X-Ray Diffraction Patterns of NC at Various Levels of Relative Humidity at 35°C

よるX線回折パターンの推移を示す。Phase III は RH11~62%で約 $\frac{1}{2}$ 分子の水を吸湿して安定なX線回折パターンを示すが、これは RH0% での保存物のものとよく似ている。Phase V は RH11~85% で安定なX線回折パターンを示すが、これもまたRH0%で保存したもののX線回折パターンとかなりよく似ている。RH95% で保存した場合 Phase III は Phase II に転移する。Phase V は Phase II 特有の $2\theta = 6.8^\circ$ のピークを示しはじめるが、保存期間3ヶ月後でもピーク強度は余り変化しなかった。NCはRH20~32%でNC1 水和物、RH43~66% でNC2 水和物となるが、NCの吸湿による相変化をD-T A曲線、I Rスペクトル、X線回折パターンの変化で示せば Fig. 7, Fig. 8, Fig. 9 の如くなる。NCの場合2分子相当の水分を吸湿しても、即ち RH66%以下では依然として非晶質のままにとどまることがわかる。したがってセファレキシンの凍結乾燥によって得られる非晶質は湿気に対してかなり安定である。また RH95%で保存したもののX線回折パターンからすれば、多量吸湿しても結晶化はわずかであろう。この場合 Phase IV に転移するものと思われる。以上の結果からセファレキシンの各相の相互転移を図に示せば Fig. 10の如くなる。

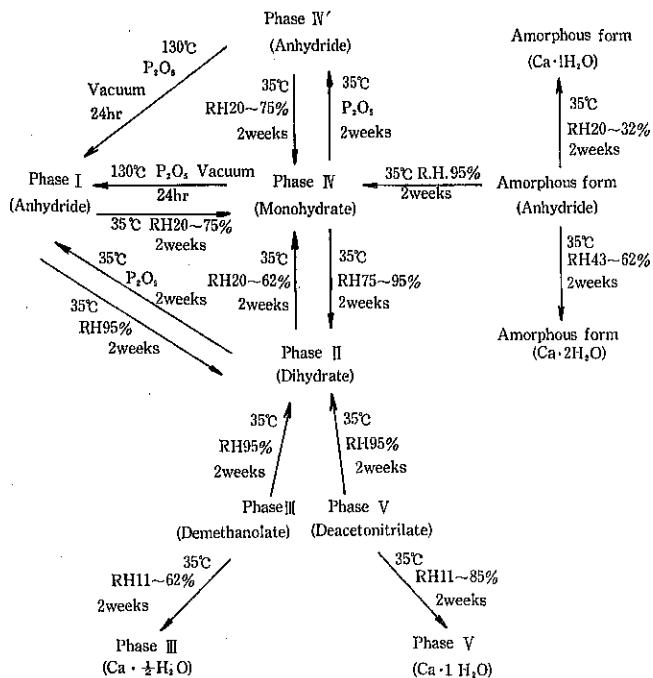


Fig. 10 Mutual Phase transformations in crystalline modifications of cephalexin.

7. おわりに

最後に水和物という言葉について記すことにする。以上の事から Phase I, IV', Vは RH20~75%という一般的な相対湿度の環境下で1分子相当の水を吸湿する吸湿性の強い極めて取り扱いにくい結晶である。また, Phase IIIは $\frac{1}{2}$ 分子の水を吸湿する吸湿性物質であることが明らかとなった。Phase IVのみこの相対湿度で1分子の水分子を保持して1:1の安定な化合物である。Phase IIは RH95%という高湿度下で1:2の結合比の安定な化合物であることが示された。従来の表現をすればPhase IVと Phase IIはセファレキシシン分子と水分子が化学量論的に結合してできた分子化合物で水和物と呼ばれるのにふさわしいかも知れないが, Phase IIIの $\frac{1}{2}$ 水和物, Phase Vの1水和物, NCの1水和物と2水和物は化学量論的に結合してできた化合物とは考え難い。したがって水和物と呼ぶにはふさわしくない。セファレキシシン結晶中でのセファレキシシン分子と水分子の結合様式(存在様式といえるかも知れない。)はPhase II, Phase IVでは結晶構造と深くかかわり合って存在するが, NCの1水和物, 2水和物という状態はセファレキシシン分子内に水分子との相互作用によって結合する強度の異なる2つの結合点が存在する事を示すものと解釈できる。Phase IIIと Phase Vの水和物は上記2つの結合状態とも異なって包接化合物の様式を取るものと思われる⁹⁾。

引用文献

- 1) a) 内海勇, 田中信夫, 長尾祥介; 薬誌, **81**, 1554 (1961); **82**, 32 (1962); b) 堀越勇, 佐野肇; 薬誌, **84**, 851 (1964) 堀越勇, 氷室育三, 佐野肇; **84**, 856 (1964) 堀越勇, 氷室育三; 薬誌, **86**, 319, 324 (1966) 村上正治, 青木勝夫, 松倉義治; 薬剤学, **29**, 115 (1969) 宮崎正三, 中野真汎, 有田隆一, 堀了平, 伊藤圭二, 薬剤学, **34**, 187 (1974) 中川寛, 宮田竜彦, 毛利邦子, 杉本功, 真鍋秀幸; 薬誌, **98**, 981 (1978) 中川寛, 宮田竜彦, 杉本功; 薬誌, **98**, 1305 (1978)
- 2) 大塚誠, 金庭延慶; 薬誌, **102**, 359 (1982)
- 3) L. P. Marrelli; Anal. Profiles Drugs Subst., **4**, 21 (1975)
- 4) I. H. Chapman, J. E. Page, A. C. Parker, D. Rogers, C. J. Sharp and S. E. Staniforth.; J. Pharm. Pharmacol., **20**, 418 (1968), J. S. G. Cox, G. D. Woodard, and W. C. McCrone; J. Pharm. Sci. **60**, 1458 (1971)
- 5) R. Pfeiffer, K. S. Yang, M. A. Tucker; J. Pharm. Sci., **59**, 1809 (1970)
- 6) J. K. Haleblan, W. McCrone; J. Pharm. Sci. **58**, 911 (1969); J. K. Haleblan; J. Pharm. Sci. **64**, 1269 (1975)

特許一言メモ No. 37

意匠デザインとは

工業所有権法でいう「意匠」は英語では「design」と訳されるところから物品や車輛, 建築等のデザインをはじめポスターのデザイン, はたまた絵画や写真にまでとデザインと名のつくあらゆるものに及ぶかというところではなく, これらデザインの一部に対してであり, 主として工業デザインに限定される。

つまり, 意匠法でいう「意匠」とは「物品の形状, 模様若しくは色彩又はこれらの結合であって, 視覚を通じて美感を起させるもの」であると定義されている。このことからすれば, 意匠の対象となるものは, まず物品であること。また, 模様や色彩は物品との結合によってその物品を形成するものであり, 言い換えれば模様や色彩

それ自体は意匠の対象にはならないことである。このことから, 意匠の対象となるデザインが工業デザインであるといえるわけである。

それでは美術工芸品かというと, 意匠の登録要件の中には「意匠は工業上利用できるものでなければならない」とあり, 一般的には熟練と極めて高度な技術を駆使する手作業を主とする美術工芸品などの場合, 量産できないものであるとして意匠の対象とはならない。

では, 量産とは何個位ならよいのかというと, 明確な数字は示されていないが, 英国の判例では50個以上生産できれば工業性有りとなされた例がある。

(技術資料室)

貯槽容器からの粉体の流出を促進する空気圧 および妨害する付着力に関する最近の研究例

山城 光雄* 湯浅 泰伸*

Mitsuo Yamashiro, Yasunobu Yuasa

1. はじめに

本文では、貯槽容器からの粉体の排出に影響を与える空気圧と付着力を中心として、まずそれらを扱った研究を調べ、続いて筆者らの行った研究結果を解説する。

2. 粉体の排出を促進させる空気圧

2.1 空気吹込みを伴う二次元ホッパからの粉体排出量に関する竹下ら¹⁾の研究

本研究は平均粒子径 0.36mm の砂および 0.45mm のガラスビーズを用いて、ホッパの側面に対して吹込角

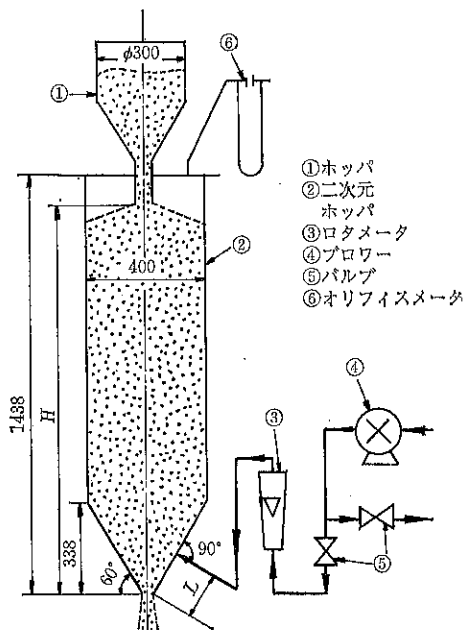


Fig. 1 実験装置 (竹下ら)

* 足利工業大学経営工学科

(〒326 足利市大前町268-1)

Tel. (0284) 62-0605

90°で空気を吹込む実験を行ない、粉体層高、空気吹込量および吹込口の位置をそれぞれ変え、粉体排出量におよぼす影響について調べている。

Fig. 1 の実験装置において本体の主要部は、ホッパ①、アクリル製二次元ホッパ②で、空気はロタメータ③を経て吹込口⑦に吹込まれる。吹込口から粉体層を通して、上層に吹抜ける空気量をオリフィスマータ⑥を経て上部から開放する場合と、密閉する場合に分けて実験している。なお空気吹込口は直径20mm、排出口の形状は幅10mm、奥行50mmの長方形である。おもな結果について述べる。

2.1.1 排出量増加率と空気吹込量および吹込位置との関係

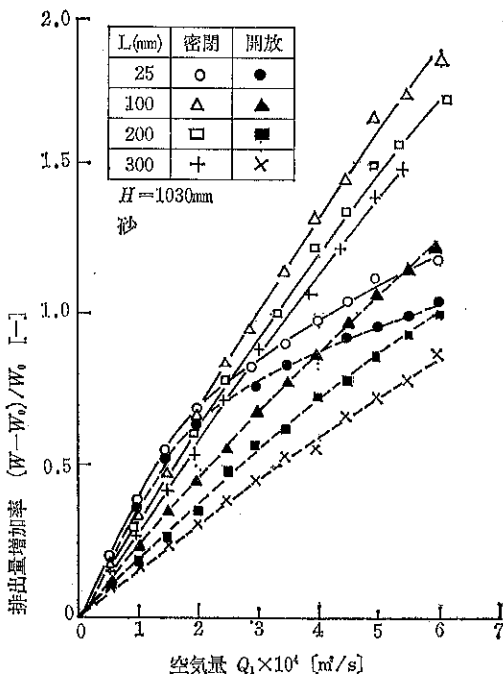


Fig. 2 (a) 排出量増加率と吹き込み空気量の関係 (竹下ら)

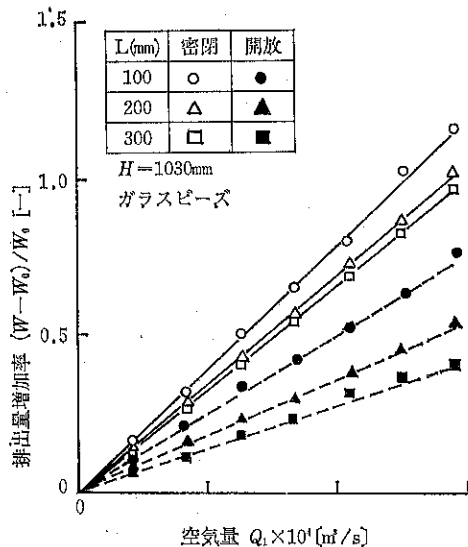


Fig. 2 (b) 排出量増加率と吹き込み空気量の関係 (竹下ら)

空気を吹込まないときの粉体排出量 W_0 と空気を吹込んだときの排出量 W とから、排出量増加率を $(W-W_0)/W_0$ で表わす。Fig. 2 (a), (b) は層高 $H:1030\text{mm}$ のとき、排出口から空気吹込口までの距離 L (以後吹込位置という) の関係を示したもので、また吹込位置が小さく、排出口に近いほど排出量増加率が大きいことがわかる。

2.1.2 排出量の相関

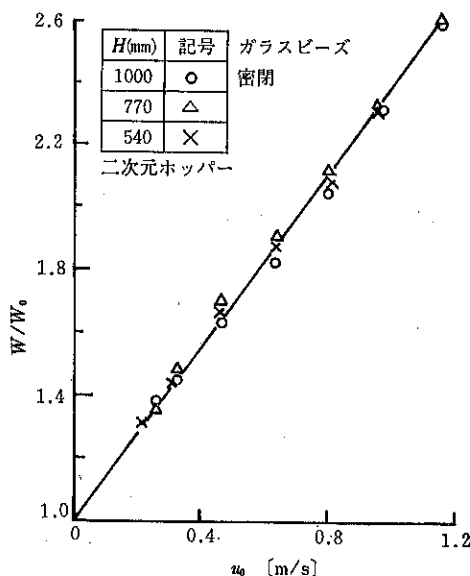


Fig. 3 粉粒体排出量に対する粒子層高の影響 (竹下ら)

Fig. 3 は密閉の場合において粉体の上方から空気圧を作用したときの W/W_0 と排出口通過速度 u_0 との関係を示し、層高の影響は認められない。このことは Ma-kishima ら²⁾の研究結果にも見られ、粉体排出量を Fig. 4 に示すような動的アーチ (高さ h から排出口に向かって自由落下する) から考え、

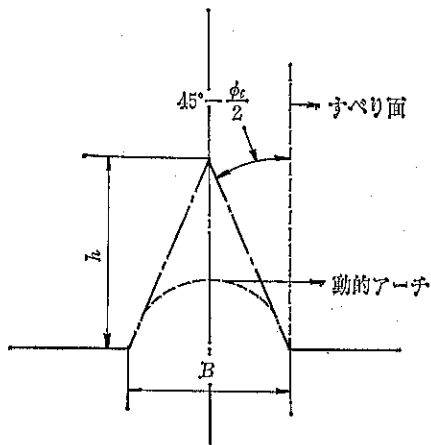


Fig. 4 動的アーチの概念 (竹下ら)

$$W_0 = c\tau_b A_{ef} \sqrt{2gh} \quad (1)$$

ここに

$$h = \frac{B_e \tan(45^\circ + \frac{\phi_r}{2})}{2}$$

$$B_e = B - (2.1 - 0.8)d_s$$

と表わしている。(1)式で c : 比例定数, A_{ef} : 排出口の有効面積, g : 重力加速度, B_e : 排出口の有効幅, B : 排出口の幅, ϕ_r : 粒子の形状係数である。測定値を(1)式に代入し、砂では $c=0.5$ 、ガラスビーズでは $c=0.7$ を得ている。

空気を吹込む場合には、自由落下する粒子に対して流体抗力 F を考え、排出量 W を

$$W = c\tau_b A_{ef} \sqrt{2gh' + \frac{F}{\rho_b}} \quad (2)$$

ここに

$$F = \frac{Nf}{A} = c_R \frac{3}{4} \frac{h' \rho_b \rho_s}{d_s \rho_s} u_r^2$$

$$\sqrt{c_R} = 0.63 + \frac{4.8}{\sqrt{R_e}}$$

$$u_r = \frac{Q_0}{A_{ef}}$$

$$A_{ef} = A(1 - \frac{\rho_b}{\rho_s})$$

と表わしている。(2)式で A : 排出口面積 $N: h'$ の高さにある粒子数, f : 粒子1個の流体抵抗, c_R : 抵抗係数 ρ : 空気密度, u_r : 粒子と空気との相対速度, R_e : レイ

ノズル数である。

(1), (2)両式から

$$\left(\frac{W}{W_0}\right)^2 = \frac{h'}{h} \left(1 + \frac{3}{8} c_R \frac{\rho}{d_s \rho_s g} u_r^2\right) \quad (3)$$

が得られる。(3)式で h'/h を密閉の場合の測定値から求め、これに影響する L , u_r および流動化開始速度 u_{mf} の関係を入れ、

$$\frac{h'}{h} = 1 + \left(0.135 - 0.0096 \frac{L}{h}\right) \frac{u_r}{u_{mf}} \quad (4)$$

を得ている。Fig. 5 は密閉の場合について測定値 W_m と(1), (3), (4)式から計算した W_0 との関係を描いたもので、約±8%の誤差範囲内において相関があることを示している。開放の場合、Fig. 6 に示すように誤差範囲内がやや大きく、±10%になっている。

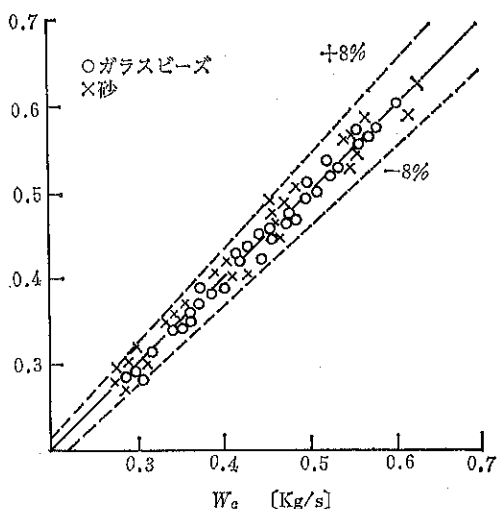


Fig. 5 W_m と W_0 との関係 (密閉の場合) (竹下ら)

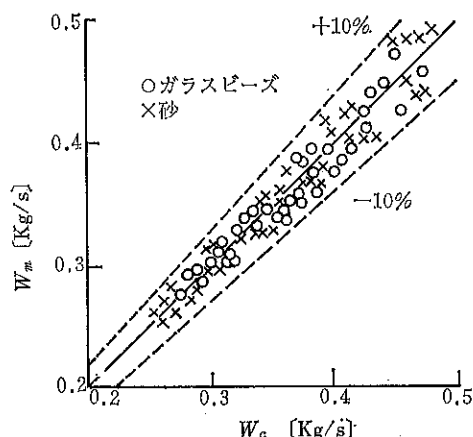


Fig. 6 W_m と W_0 との関係 (開放の場合) (竹下ら)

2.2 空気吹込用ノズルをもつ貯槽より排出する粉体特性に関する内海³⁾の研究

本研究は貯槽下方の壁に水平切線方向に空気吹込用ノズルを設置した装置 (Fig. 7) を用いて、粉体排出特性を調べている。装置はノズル付近を鋼材から削り、その上に同じ内径、高さ 1 m のアクリル円筒を載せてある。試料粉体としてはタルク (密度 2.78 g/cm^3 , 比表面積相

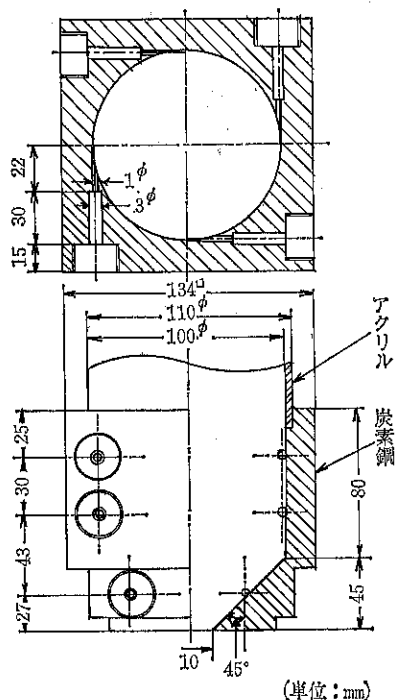


Fig. 7 実験用貯槽 (内海)

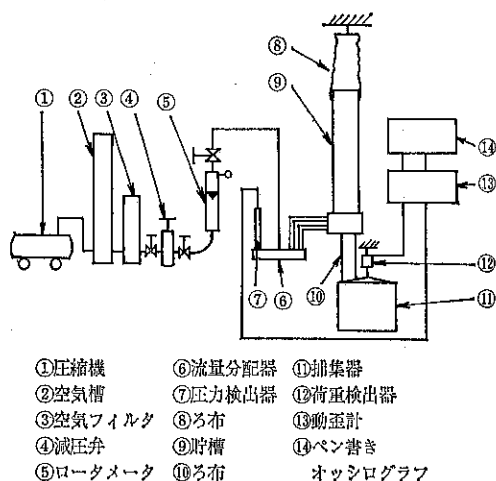


Fig. 8 実験装置 (内海)

当径 $7.3 \times 10^{-3} \text{ mm}$) を用いている。

Fig. 8 に実験装置の略図を示す。落下した粉体が①に入ると、積算重量を②で検出し、動ひずみ計③を通してペン書きオシログラフ④に記録する。また層高の変化は 5 sec 間隔で撮影したフィルムから測定した。

2.2.1 層高の影響

Fig. 9 はノズルから空気を吹込む直前の層高 H_n と粉体の平均排出量 W との関係を示す。

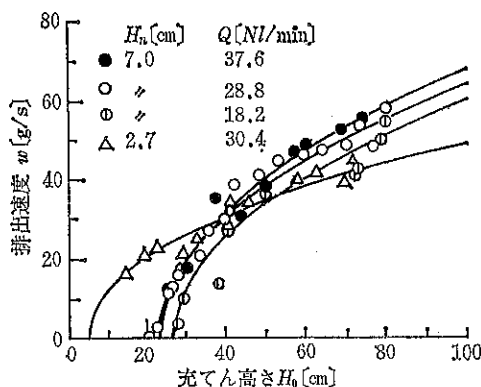


Fig. 9 排出速度と充てん高さの関係 (内海)

2.2.2 空気量の影響

Fig. 10 は排出量 W と空気吹込量 Q_1 との関係を示し、空気量がある限度より多いと排出量はほぼ一定になることを示している。

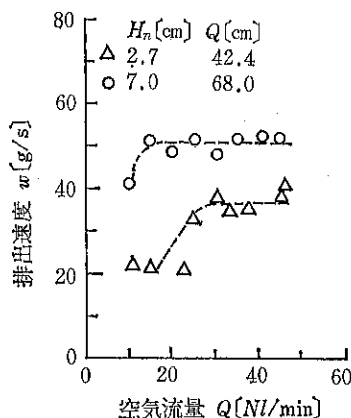


Fig. 10 排出速度と空気流量の関係 (内海)

なお本実験の範囲内ではノズル高さは排出量に明瞭な影響を与えないとしている。

空気を吹込んだ場合には、貯槽内各位置において空隙率分布が異なり、どの位置の空隙率が直接粉体の排出に関係するかわからない。Fig. 11 は排出量 W と排出前の全粉体層の平均空隙率 ϵ_0 との関係を示し、 H_n が 2.7 cm のときは ϵ_0 が大きくても流出し、 H_n が 7.0 cm の

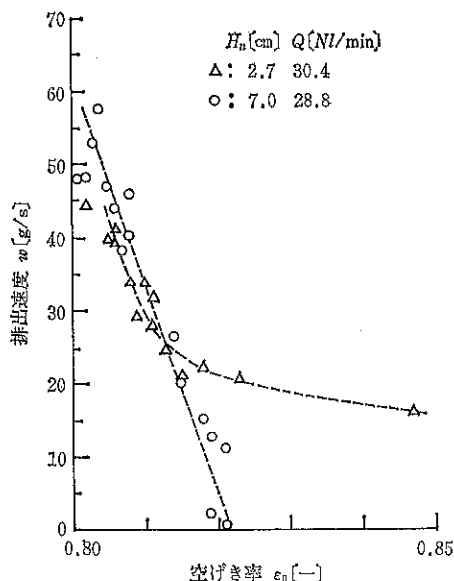


Fig. 11 排出速度と空けき率 (内海)

ときは直線的に減小している。

2.3 空気圧の差がオリフィスからの粉体の流出におよぼす影響に関する

I. R. McDougall ら⁴⁾の研究

本研究では、オリフィスからの粉体の流出についての式は流体の流出についてと同様に考え、 P : 流れの静圧、 r_b : かさ比重量、 u : 流出速度とし、オリフィス前と絞り部とを添字 1, 2 で表わし、ベルヌーイの定理と連続の式とから

$$u_2^2 = \frac{2g}{1 - (D_0/D_c)^4} \cdot \frac{P_1 - P_2}{r_b} \quad (5)$$

を得ている。ここで D_0 はオリフィスの直径、 D_c は容器の径である。

排出量は $W = U_2 r_b A$ (ここに A : オリフィス面積) で、 $D_c \gg 3D_0$ ならば $(D_0/D_c)^4$ を無視できるので、

$$W = A \{ 2gr_b(P_1 - P_2) \}^{\frac{1}{2}} = \phi(P_1 - P_2)^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

(ここに $\phi = A(2gr_b)^{\frac{1}{2}}$ = 一定)

になるとしている。

また粉体の流れのかさ比重量としては Delaplane⁵⁾や Happel⁶⁾と同じように、安定した最疎充てん状態におけるかさ比重量の値をとっている。

実験装置は Fig. 12 の通りで、上方のホッパに入れた粉体はオリフィスを通りガラス壁の容器、銅管および計量ホッパを経て下のホッパへ流出する。装置の高さは 40 ft、ホッパの容量 25 ft³、管の内径は 4 in で約 200 lb/min までの流出量が得られる。

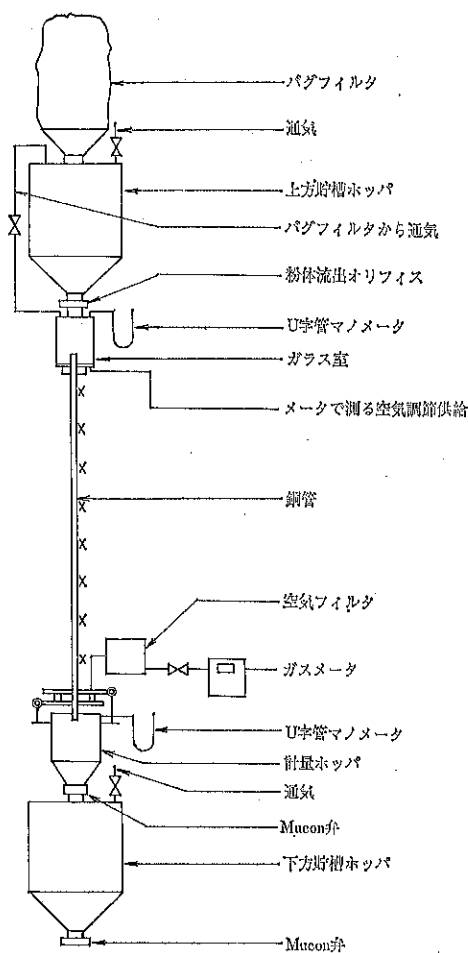


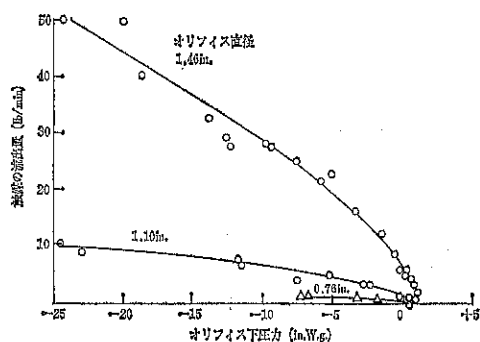
Fig. 12 実験装置 (McDougall ら)

試料としては非付着性の平均粒径が約 0.09 mm の分解触媒と約 0.9 mm のからしの種を用いている。

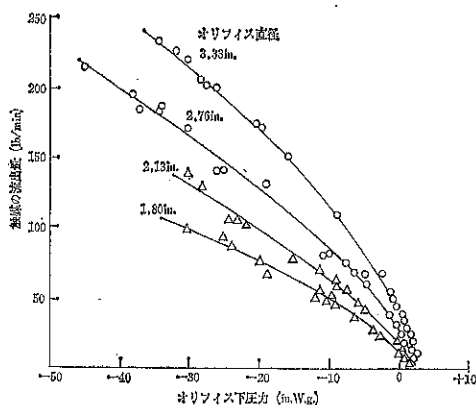
上述の理論から得られる結果と実験結果を比較するため、仮想圧力の値 P_1 を計算し、オリフィスを通る圧力差 ($P_1 - P_2$) を流出量に対してオリフィス直径をパラメータにとり Fig. 13 (a), (b) および Fig. 14 (a), (b) にプロットした。円形オリフィスの場合、オリフィス部分における仮想圧力の最大値に対する式は、McDougall⁷⁾により

$$P_1 = \frac{\rho_B D_0}{4\mu} (1 + 3\mu^2) \quad (\mu: \text{内部摩擦係数})$$

として提案されている。

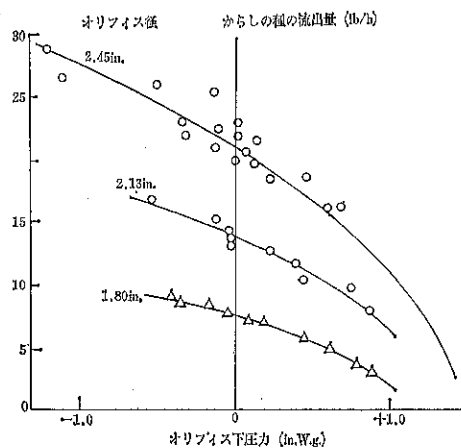


(a) $D_0: 0.76 \sim 1.46$ in



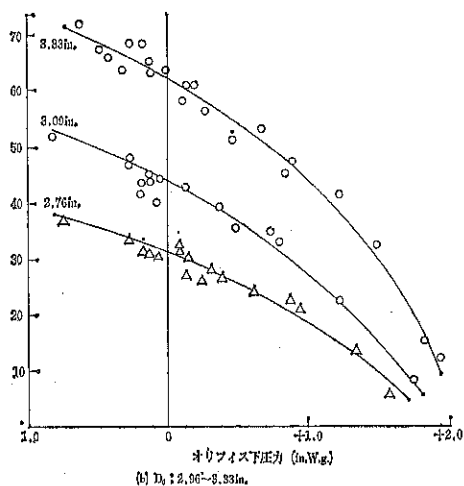
(b) $D_0: 1.80 \sim 3.30$ in

Fig. 13 触媒の流出量のオリフィス下圧力による変化 (McDougall ら)



(a) $D_0: 1.80 \sim 2.45$ in

Fig. 14 (a) からしの種の流出量のオリフィス下圧力による変化 (McDougall ら)



(b) $D_0: 2.96 \sim 3.33$ in

Fig. 14 (b) からし種の流出量のオリフィス下圧力による変化 (McDougall ら)

3. 粉体の流出を妨害する付着力

3.1 粉体の付着力に関する金沢ら⁸⁻¹⁰⁾の研究

金沢らは粉体の付着力について、粉体の表面上の吸着水膜に起因した場合の付着力と、吸着水分が存在しない場合の付着力の誘因として挙げられる van der Waals 力 (分子, 元素, イオン, 粉体粒子などの間に認められる基本的な相互作用力), 固体のブリッジ, 静電引力などに分類して説明している。

粉体の流動には、重力流動, 機械的強制流動, 振動流動, 圧縮流動, 流動化流動などの種類があるが, 流動性の測定方法としては、一般的なのはホッパやオリフィスからの流出法 (重力流動) が用いられる。また, Carr は流動性指数^{11,12)} (①注入法による安息角, ②圧縮度, ③スパチュラ角, ④凝集度あるいは均一度の各測定値に対し最高25点を配点し, その合計値で表わす) を提案した。この指数は圧縮度との間に相関がみられ, したがって圧縮度は流動性に相関のある物性値といわれている。また, 粉体の粒径や二次粒子の形成と粉体物性の粒子形状, 表面形状, 表面の化学的性質や, 粉体のおかれていた状態や環境における温度, 湿度, 圧力, 充てん率などとの関連性についても述べている。

3.2 粉体のタッピング定数と流動度との関係 (湯浅らの研究)

湯浅ら¹³⁾は, 粉体の基礎物性として重要な付着力と流

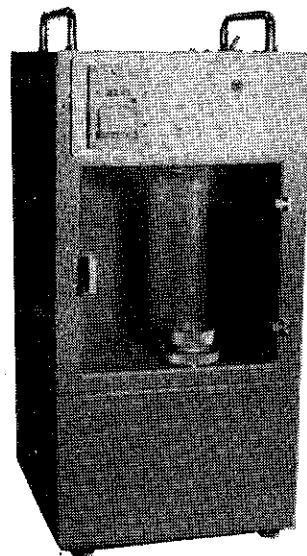


Fig. 15 実験装置

動性の関係のうち, タッピング定数と流動度に関する実験を行なった。実験装置としては, タップデンサー-KYT-1000 (セイシン企業製) (Fig. 15) を用いた。実験方法は, まずメスシリンダ (容積 200cc) の上方から, 粉体の粒径よりやや大きいメッシュのふるいを通して疎充てんし, 上面を棒ですり切る。次に, 予め設定したタッピング回数 N (1~20回) に相当する粉体の容積 V_N (2箇所) の平均値) を読み取り, かさ減り度 C ($= (V_0 - V_N) / V_0$, ここに $V_0 = 200$ (cc)) を求める。他方, メスシリンダ 200cc に相当した粉体の重量を測り, ガラス製の頭を切った円錐ロート (上面の直径 110mm, 底面の直径 13.5mm, 高さ 86mm, 頂角 60°) に入れて, 全

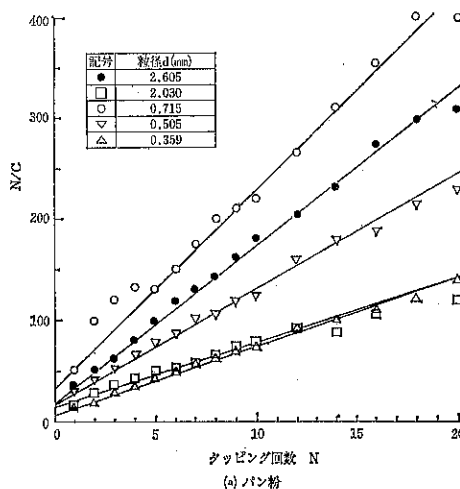


Fig. 16 N/C と N との関係 (湯浅 ら)

Table 1 実験結果および考察の総括表

種 類	平均粒子径 $d(\text{mm})$	a	$1/b$	流動度 $\phi(\text{g/s})$	考 察
脱 脂 粉 乳	1.015	0.03	4.11	8	$d \leq 0.254\text{mm}$ のとき、ロート出口にブリッジを形成し流動しないので、 $d \geq 0.359\text{mm}$ のときよりも、 a 、 $1/b$ 共に大きい。また、 $d \geq 0.359\text{mm}$ のとき、 ϕ は小さくなり、 d が大きいほどオリフィス径の影響を受けることによる。 a も減少している。
	0.505	0.12	1.49	10	
	0.359	0.16	2.44	13	
	0.254	0.26	5.22	0	
	0.180	0.25	7.25	0	
	0.127	0.25	7.25	0	
	0.090	0.29	6.29	0	
	0.069	0.34	8.12	0	
パ ン 粉	2.605	0.06	1.13	0	$d \geq 1.015\text{mm}$ のとき、流動しないのはオリフィス径の影響と粒子同士がからみあうことによる。 $d \leq 0.715\text{mm}$ のとき、 d が小さいほど流動性がよいのは、オリフィス径とからみあう力の影響が少なくなるためである。 a および $1/b$ と ϕ との関係は、 $d \leq 0.715\text{mm}$ のとき、 a が大きくなるほど、 $1/b$ が小さくなるほど ϕ も大となる。
	2.030	0.16	2.22	0	
	1.435	0.12	2.45	0	
	1.015	0.14	2.11	0	
	0.715	0.05	1.68	4	
	0.505	0.09	1.48	7	
	0.359	0.15	0.88	11	
三 温 糖	...	0.40	2.80	0	粘りがあるためと、粒子同士が付着することによって流動しない。 a も大きい。
グラニュー糖	0.505	0.06	3.61	31	さらさらした粒子なので、 ϕ が大きいのは、 a は小さく $1/b$ はやや大きいためである。
澱 粉	...	0.29	5.22	0	なめらかな粒子であるが、流動しないのは d は小さく、 a 、 $1/b$ も共にやや大きいためである。
ム キ 餌	2.030	0.05	1.65	21	d が大きいわりに、粒子間の摩擦が小さいので、 ϕ が大きく、 a と $1/b$ は共に小さい。
	1.435	0.02	1.22	24	
ス リ エ	0.505	0.45	5.61	0	d はやや小さいが、粒子同士が付着しているので流動せず、 a 、 $1/b$ 共に大きい。
	0.359	0.45	4.50	0	
	0.254	0.46	4.61	0	
塩化ビニール	0.254	0.11	2.35	19	d が小さいほど ϕ はやや大、 a 、 $1/b$ も小さい。
	0.180	0.10	1.53	18	
	0.127	0.16	2.03	17	
ス チ ロ ール	0.254	0.05	2.60	29	粒子は球形で、同上。
	0.180	0.06	1.67	25	
カーボランダム	0.127	0.13	2.30	39	d が小さく、比重 (3.17) が大きいので ϕ も大、 a 、 $1/b$ はやや小。
ステアリン酸カルシウム	...	0.24	6.59	0	いずれも非常に d が小さくかつ付着しやすいので流動しない。 a 、 $1/b$ 共に大。
ステアリン酸アルミニウム	...	0.35	6.90	0	
ステアリン酸カルシウム	...	0.37	6.30	0	
タ ル ク	...	0.39	6.08	0	
鹿 沼 土	2.030	0.10	1.96	7	$d \geq 1.015\text{mm}$ のとき、 d が大きくなるにつれて ϕ が小さくなるのはオリフィス径の影響による。 $d \leq 0.715\text{mm}$ のとき、 ϕ はほぼ一定である。 $d = 0.180\text{mm}$ のとき、 ϕ は不規則な流動をし、 $d \leq 0.090\text{mm}$ のとき、粒子同士で付着し流動しない。 a と $1/b$ の ϕ への影響は明確でない。
	1.435	0.12	1.98	11	
	1.015	0.06	2.39	16	
	0.715	0.07	4.39	13	
	0.505	0.09	2.15	11	
	0.359	0.17	1.38	12	
	0.254	0.15	1.79	12	
	0.180	0.31	4.60	6*	
	0.090	0.39	6.15	0	
	0.069	0.32	7.42	0	
$n=43$ $\bar{a}=0.20$ $v_a=0.68$ $(1/\bar{b})=3.63$ $v_{1/b}=0.60$					

*不規則な流れ

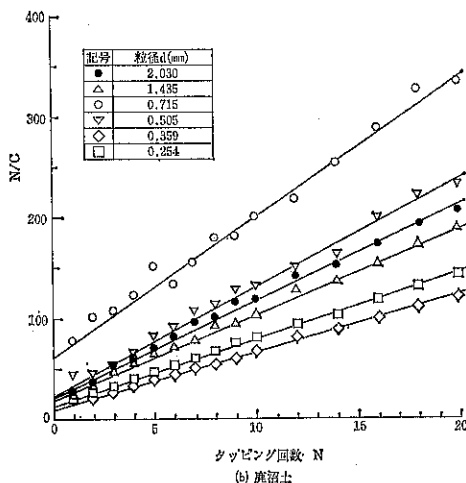


Fig. 17 N/CとNとの関係(湯浅ら)

量が流出する時間から流動度 ϕ (g/sec) を求めた。

Fig. 16 および Fig. 17 は試料中のパン粉と鹿沼土について、 N/C と N の関係を示したもので、この図から圧縮に関する川北の式¹⁴⁾

$$\frac{N}{C} = \frac{1}{a}N + \frac{1}{ab} \quad (7)$$

の関係が成り立つことが認められた。図から勾配 $1/a$ と切片 $1/ab$ を求め、 a と $1/b$ を計算した。 a は圧縮度に、 $1/b$ は付着力に関する定数である。他の粉体についても、 N/C と N の関係は(7)式で表わされることが認められたので、同様にして a と $1/b$ を計算し、これらと流動度との関係を経括し、考察した結果を Table 1 に示した。

4. おわりに

上記のように、粉体層に空気圧を作用させて粉体の流

出を制御する研究を始め、まず流出を妨害する原因の一つと考えられる付着力に関する研究例を調べた。そのうちの5件を選んで紹介した。この他にも、数多くの研究がなされているが、未解決の問題が多く残されており、今後、基礎的な実験を通して、理論的な裏付けのもとで解明していく予定である。

文 献

- 1) 竹下・狩野・渡辺・佐々木・平野：粉体工学会誌，17，11，613. (1980)
- 2) S. Makishima, S. Ohkata & T. Shirai : J. Chem. Eng. Japan, 3, 112. (1970)
- 3) 内海：粉体工学会誌，18，1，10. (1981)
- 4) I. R. McDougall, B. S., C. Eng., & A. C. Evans, Ph. D. : Trans. Instn. Chem. Engrs., 44, 716. (1966)
- 5) J. W. Delaplaine : A. I. Ch. E. J., 2, 127. (1956)
- 6) J. Happel : Ind. Engng. Chem. ind. Edn., 41, 1161. (1949)
- 7) I. R. McDougall & A. C. Evans : Rheol. Acta, 4, 218. (1965)
- 8) 金沢・近沢・次田：石膏と石灰，[171]，79. (1981)
- 9) 同上 : 同上，[172]，114. (1981)
- 10) 同上 : 同上，[173]，165. (1981)
- 11) R. L. Carr : Chem. Eng., 72, [2], 163. (1965)
- 12) R. L. Carr : ibid., 72, [3], 69. (1965)
- 13) 湯浅・山城・川北：粉体工学会，昭和56年度秋期研究発表会講演要旨集，24. (1981)
- 14) 川北：粉体と工業，8，[2]，51. (1976)



光透過法による微粉体の粒度分布測定の進歩

Progress of Particle Size Determination by Photo-extinction Method

高坂 彬夫*

Ayao Takasaka

1. はじめに

光透過法を使用して微粉体の粒度分布を測定しようとする試みは、約50年前から行なわれている。すなわち、米国においては、1933年 Wagner の Turbidimeter が、セメントの比表面積の測定のために ASTM にとり入れられた¹⁾。

英国においては、光透過法による粒度分布測定装置はロンドン大学の Rose によって1951年～1953年に研究された²⁾。その後1964年、Kaye らの遠心力沈降法による基礎研究が行なわれ³⁾、数種の装置が実用化されている⁴⁾。

わが国においては、光電式粒度分布測定器 (OK-II) が、1960年応用理化学工業 K K より発売された⁵⁾。初期の本測定装置は、文部省特別研究費により山形大学工学部に導入され、筆者らが微粉体を対象とした光透過法の基礎研究を行なう糸口となった^{6)~8)}。

一方、東大 森研究室は静興貿易とミクロン・フォト・サイザーを開発⁹⁾、後にセイシン企業からも同種の装置が発売され、改良が加えられ現在に至っている。

さらに、柴山科学器械製作所は、工業技術院 東京工業試験所開発特許をもとに、光束移動式粒度分布測定装置を発売した¹⁰⁾。

1965年、日立製作所は光走査迅速粒度分布測定装置を発売¹¹⁾、1973年島津製作所は筆者らの基礎研究^{6)~8)}を参考にして、遠心沈降式粒度分布測定装置 CP-50¹²⁾ を、1980年これを改良し、マイクロコンピュータ内蔵の SA-C P 2 シリーズ^{13), 14)} を発表した。

1975年、ユニオン技研は粒度分布測定装置 PA-101 形を発売¹⁵⁾、1981年、堀場製作所は遠心式自動粒度分布

測定装置 CAPA-500 形を発売した¹⁶⁾。

このように、わが国における光透過法による粒度分布測定は、エレクトロニクスの進歩、特にマイクロコンピュータの普及とともに定着し、液体沈降法による代表的な測定法の一つとして成長した。

Table 1 に CP-50 および SA-C P 2 の産業界などへの導入の現状を示した。

Table 1 光透過法による粒度分布測定装置の産業界などへの導入の現状

業 種	導入率(%)	業 種	導入率(%)
鉱 業	2.5	金 属	3.2
建 設	1.9	機 械	6.6
食 品	1.6	電 気	7.3
織 維	4.4	精 密	1.0
紙・パルプ	0.3	電力・ガス	0.6
化 学	24.7	大 学	9.8
石 油	1.0	研 究 機 関	9.2
窯 業	7.2	そ の 他	17.1
鉄 鋼	1.6		

2. 光透過法の原理

光透過法による粒度分布測定の原理^{12)~14)} は、流体中での微粒子群の沈降に関する Stokes の法則と吸光度と粒子濃度間の比例関係にもとづいている。

重力の場における沈降速度と粒子の大きさの関係は、Stokes の式で次のように表わされる。

$$V = \frac{H}{T} = \frac{(\rho_s - \rho_l)g}{18\mu} \cdot d_x^2 \quad (1)$$

上式で

d_x : 粒子径 [cm]

V : d_x なる大きさの粒子の沈降速度 [cm/sec]

* 山形大学工学部

(〒992 米沢市城南 4 丁目 3-16)

Tel. (0238) 22-5181

H : 沈降距離 [cm]

T : H を沈降するに要する時間 [sec]

g : 重力の加速度 [cm/sec²]

ρ_s : 粒子の密度 [g/cm³]

ρ_l : 液体の密度 [g/cm³]

μ : 液体の粘度 [g/cm · sec]

g は測定場所, ρ_s , ρ_l および μ はサンプルおよび分散媒, 測定の際の温度条件によって決定される定数であるから(1)式は次のように書き換えられる.

$$T = K \cdot \frac{H}{d_x^2} \quad (2)$$

ただし

$$K = \frac{18\mu}{(\rho_s - \rho_l)g}$$

一方, 遠心力の場合は, 粒子が移動するに従って, 粒子に加わる遠心力が変化するため次のようになる.

$$V = \frac{dR}{dT} = \frac{(\rho_s - \rho_l)R\omega^2}{18\mu} \cdot d_x^2 \quad (3)$$

上式で

dR : 粒子が移動する微小距離 [cm]

dT : dR 移動するに要する時間 [sec]

R : 回転中心から測った粒子の位置 [cm]

ω : 回転角速度 [rad/sec]

(3)式を粒子の移動に従って積分し変形すると

$$T = \frac{1.05\mu}{(\rho_s - \rho_l)N^2} \log \frac{R_2}{R_1} \cdot \frac{1}{d_x^2} \quad (4)$$

上式で

N : セルの回転速度 [r.p.s]

R_1 : 回転中心から測った粒子の初期位置 [cm]

R_2 : 回転中心から測った粒子の移動後の位置 [cm]

(4)式の右辺第一項はすべて定数であるから

$$T = K' \cdot \log \frac{R_2}{R_1} \cdot \frac{1}{d_x^2} \quad (5)$$

ただし

$$K' = \frac{1.05\mu}{(\rho_s - \rho_l)N^2}$$

(2)式, (5)式から粒子の沈降距離を一定に定めておくと, 粒子がその距離を移動するに要する時間を測定すれば粒子径が得られる.

いま, Fig. 1において, d_1, d_2, d_3 の大きさの粒子から構成されている粉体があり, 粒子の大きさは, $d_1 < d_2 < d_3$ の関係があると仮定する. この粉体を適当な分散媒に懸濁させ, 沈降容器(セル)に入れる. そしてこのセル内のどの位置でも, d_1, d_2, d_3 の粒子が同じ割合に存在するように均一に攪拌混合する. 粒子濃度の検出は, 液面下 H の距離のところにある光学系で行なう. 遠心力沈降の回転場では, 液面は回転中心から R_1 のところ, 検出位置は同じく R_2 のところ (すなわち $R_2 - R_1 = H$) にある.

以上の条件を想定して, 重力場, 遠心力場の沈降を考える. 沈降開始時 ($T=0$) では, 検出位置には, d_1, d_2, d_3 の粒子が存在する. 沈降開始後の経過時間が T_1 ($T=T_1$) になったとき, d_3 の粒子すべてが検出位置より下方にあり検出位置には d_1, d_2 の粒子しか存在しないとする. これは液面直下にあった d_3 の粒子が検出位置

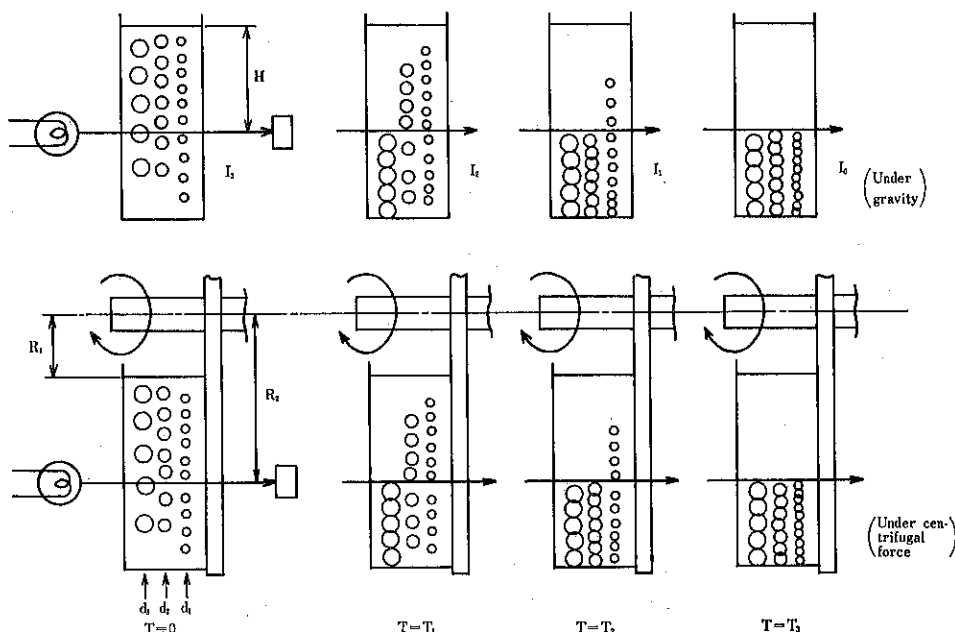


Fig. 1 沈降法による粒度分布測定の実理

まで沈降したことになり、(2)式または(5)式に T_1 を代入して d_3 の大きさを計算できる。すなわち、検出された粒子は d_2 , d_1 の粒子ということになり、光透過量から知られる粒子量は d_3 よりも小さな粒子 (d_2 と d_1) の量となる。

つぎに、経過時間が T_2 ($T=T_2$) になったとき、 d_2 の粒子も検出位置より下になるとする。 d_3 の場合と同様に(2)式または(5)式に T_2 を入れて d_2 の大きさを計算する。この際得られた粒子量は d_2 よりも小さな粒子 (d_1) の量に相当する。

経過時間が T_3 ($T=T_3$) になると d_1 の粒子も検出位置より下に沈降し、検出位置には粒子が存在しないとす。そして(2)式または(5)式より d_1 の粒子の大きさが計算される。

このように、粒子の大きさは沈降時間から、それに対応する粒子の量は、光による検出から得られる。

光透過法は、検出光線中の粒子が光をさえぎり、粒子量の減少とともに透過する光が増加するという現象を利用し、原理的には次のような吸光度と粒子の大きさおよび個数の関係式にもとづいている。

$$I_n \frac{I_0}{I_n} = K_{01} \sum_{x=1}^n K_x N_x d_x^2 \quad (6)$$

上式で、

d_x : 粒子径

K_{01} : セルおよび粒子形状による係数

K_x : d_x なる粒子が光をさえぎる能率 (吸光係数)

N_x : d_x なる粒子の個数濃度

I_0 : 入射光の強さ

I_n : 透過光の強さ

$d_1, d_2, d_3, \dots, d_n$ の粒子が光路中に存在する場合、沈降により d_n の粒子が検出位置より下にしか存在しなくなった場合 (d_n の粒子が光路上にない場合) (6) 式は次のようになる。

$$I_n \frac{I_0}{I_{n-1}} = K_{01} \sum_{x=1}^{n-1} K_x N_x d_x^2 \quad (7)$$

このときの吸光度の変化は(6)(7)式の差をとり、次のようになる。

$$I_n \frac{I_{n-1}}{I_n} = \Delta I_n I_n = K_{01} K_n N_n d_n^2 \quad (8)$$

これは、 d_n の大きさの粒子によって光がどれだけさえぎられるかを示している。逆に吸光度の差 $\Delta I_n I_n$ を測定することで d_n の粒子の量 N_n を知ることができる。

この時の K_{01} , K_n , d_n は既知であることが必要である。 d_n は(2)式あるいは(5)式で計算し、 K_{01} , K_n は既知試料で較正しておくことで得られる。

つぎに、 $d_{n-1} \sim d_1$ の粒子群から d_{n-1} の粒子が沈降

し、光路中に存在しなくなると、吸光度の変化は

$$I_n \frac{I_{n-2}}{I_{n-1}} = \Delta I_n I_{n-1} = K_{01} K_{n-1} N_{n-1} d_{n-1}^2 \quad (9)$$

以下同様に順次 $d_{n-2}, \dots, d_2$ と粒子が沈降してゆき最後に d_1 が沈降し

$$I_n \frac{I_0}{I_1} = \Delta I_n I_1 = K_{01} K_1 N_1 d_1^2 \quad (10)$$

となる。

したがって、吸光度の変化を測定することによって $d_n, d_{n-1}, \dots, d_1$ の粒子の量 N_x を計算できる。

実際に使用される粒度分布は重量基準が多いので、以下重量基準量への変換について述べる。

d_x の粒子について、個数濃度 N_x と重量濃度 W_x の関係は、

$$N_x = \phi \frac{W_x}{d_x^3} \quad (11)$$

この関係を(8)~(10)式に代入すると

$$I_n \frac{I_{n-1}}{I_n} = \Delta I_n I_n = K_{01} K_n \phi \frac{W_n}{d_n} \quad (8')$$

$$I_n \frac{I_{n-2}}{I_{n-1}} = \Delta I_n I_{n-1} = K_{01} K_{n-1} \phi \frac{W_{n-1}}{d_{n-1}} \quad (9')$$

$$I_n \frac{I_0}{I_1} = \Delta I_n I_1 = K_{01} K_1 \phi \frac{W_1}{d_1} \quad (10')$$

$d_n, \dots, d_1$ までの粒子全体について

$$I_n \frac{I_0}{I_n} = \sum_{x=1}^n \Delta I_n I_x = K_{01} \phi \sum_{x=1}^n K_x \frac{W_x}{d_x} \quad (12)$$

したがって、 $d_n, \dots, d_1$ の全粒子の重量に対する d_n の粒子の重量割合 F_{wn} は、(8)' 式と(12)式から

$$F_{wn} = \frac{W_n}{\sum_{x=1}^n W_x} = \frac{(d_n/K_n) \Delta I_n I_n}{\sum_{x=1}^n \{(d_x/K_x) \Delta I_n I_x\}} \quad (13)$$

同様に、 $d_{n-1}, \dots, d_1$ についても

$$F_{wn-1} = \frac{(d_{n-1}/K_{n-1}) \Delta I_n I_{n-1}}{\sum_{x=1}^{n-1} \{(d_x/K_x) \Delta I_n I_x\}}$$

$$F_{w1} = \frac{(d_1/K_1) \Delta I_n I_1}{\sum_{x=1}^n \{(d_x/K_x) \Delta I_n I_x\}}$$

実際の計算では、(13)式の中の d_n, d_{n-1}, d_1 はその次の粒子径との平均値をとる。(Fig. 2 参照)

すなわち、

$$d_n \text{ のときは } (d_n + d_{n-1})/2$$

$$d_{n-1} \text{ のときは } (d_{n-1} + d_{n-2})/2$$

$$d_1 \text{ のときは } (d_1 + d_0)/2$$

ただし、 $d_n > d_{n-1} > d_{n-2} > \dots > d_1$

(13)式を一般化すると

$$F_{wx} = \frac{(d_x/K_x) \Delta I_n I_x}{\sum_{x=1}^n \{(d_x/K_x) \Delta I_n I_x\}} \quad (14)$$

Table 2 遠心力沈降法による粒度分布測定のパログラムとその実行例

```

10 *** PARTICLE SIZE ANALYSIS BY SA-CP2 ***
15 CONSOLE,,0
20 WIDTH 80,25
40 DIM A(20),B(20),C(20),D(20),F(20),K(20),L(20),M(20)
42 DIM P(20),G(150),Y(150)
43 CLS
44 PRINT "*** 99"イマ Kxテ"タ ノ ヨミヨミチヨウ テ"ズ ***"
45 FOR U=1 TO 109
46 READ G(U)
48 NEXT U
50 FOR U=1 TO 109
52 READ Y(U)
54 NEXT U
56 CLS
60 INPUT "TEMPERATURE";T: PRINT
70 INPUT "CHART SPEED";S: PRINT
80 INPUT "DENSITY";P: PRINT
90 INPUT "LIQUID DENSITY";E: PRINT
100 INPUT "DISTANCE OF R1";R1: PRINT
110 INPUT "RPM";N: PRINT
120 PRINT TAB(10);"* CAUTION ! *"
130 PRINT "* IN CASE THERE IS NO DATA ON PARTICLE SIZE AVAILABLE,PUT IN 0(ZERO)
    *"
135 PRINT
140 PRINT "* IN CASE THERE IS NO DATA ON BEAM STRENGTH AVAILABLE,PUT IN 0(ZERO)
    *"
145 PRINT
150 LET I=1
160 INPUT "PARTICLE SIZE";A(I)
170 INPUT "BEAM STRENGTH PERCENT";B(I)
180 IF A(I)=0 THEN IF B(I)=0 THEN GOTO 210
185 PRINT
190 LET I=I+1
200 GOTO 160
210 LET V1=(T-8.435)+SQR(8078.4+((T-8.435)^2))
220 LET V=1/((2.1482*V1)-120)
230 FOR Z=1 TO I
240 LET L1=(6.3E+09)*V*MS
250 LET L2=LOG(B/R1)/2.303
260 LET L3=(P-E)*(N^2)
265 IF A(Z)=0 THEN LET L(Z)=0:GOTO 280
270 LET L(Z)=(L1/L3)*L2/(A(Z)^2)
280 LET C(Z)=B(Z)
290 NEXT Z
295 LET T1=0
300 FOR Z=1 TO (I-1)
310 LET D(Z)=C(Z)-C(Z+1)
320 LET F(Z)=(A(Z)+A(Z+1))/2
325 NEXT Z
327 LOCATE 45,10:PRINT "*** 99"イマ Kxテ"タ ノ ヨミヨミチヨウ テ"ズ ***"
330 GOSUB 2000
340 FOR Z=1 TO (I-1)
360 LET K(Z)=1/P(Z)
370 LET M(Z)=D(Z)*F(Z)*K(Z)
380 LET T1=M(Z)+T1
390 NEXT Z
400 LOCATE 45,12:INPUT "SAMPLE NAME";A$
410 LOCATE 45,13:INPUT "MONTH";M1
420 LOCATE 45,14:INPUT "DAY";D1
430 CLS
450 LPRINT TAB(18);"*** PARTICLE SIZE ANALYSIS BY SA-CP2 ***"
460 LPRINT
470 LPRINT " * DATE " ;TAB(20);"----- 1982";" *";" ";M1;"月 ";D1;"日"
525 LPRINT
530 LPRINT " * SAMPLE " ;TAB(20);"----- " ;A$
540 LPRINT " * DENSITY " ;TAB(20);"----- " ;P;"(g/cc)"
550 LPRINT " * LIQUID DENSITY " ;TAB(20);"----- " ;E;"(g/cc)"
560 LPRINT " * VISCOSITY " ;TAB(20);"----- " ;LPRINT USING "##,#####" ;V;:LP
    RINT"(poise)"
570 LPRINT " * TEMPERATURE " ;TAB(20);"----- " ;T;"(°C)"
580 LPRINT " * N " ;TAB(20);"----- " ;N;"(RPM)"
590 LPRINT " * R1 " ;TAB(20);"----- " ;R1;"(cm)"
600 LPRINT " * CHART SPEED " ;TAB(20);"----- " ;S;"(mm/min)"
610 LPRINT " * AGENT " ;TAB(20);"----- "
620 LPRINT
630 LPRINT TAB(2);"Dx(MICR)";TAB(16);"L(mm)";
640 LPRINT TAB(28);"I";TAB(34);"DELTA I";
650 LPRINT TAB(46);"Dm(MICR)";TAB(59);"Kx";
660 LPRINT TAB(67);"R(%)";
670 FOR Q=1 TO 75
672 LPRINT "-";
673 NEXT Q
675 LPRINT
677 LET T2=0
680 FOR Z=1 TO (I-1)
690 LPRINT TAB(3);A(Z);TAB(13);:LPRINT USING "####.##";L(Z);:LPRINT TAB(26);B(Z)
695 IF Z=1 THEN LPRINT TAB(67);"****":GOTO 707
700 LPRINT;TAB(65);:LPRINT USING "####.##";(M(Z-1)+T2)*100/T1
705 LET T2=(M(Z-1))+T2
707 LPRINT TAB(34);:LPRINT USING "-.###.##";R(7)-B(Z+1);:

```

```

710 LPRINT TAB(47);F(Z);;TAB(57);P(Z)
730 NEXT Z
740 LPRINT TAB(3);A(I);TAB(14);"****";TAB(26);B(I);
750 LPRINT TAB(67);"100"
760 FOR Q=1 TO 75
770 LPRINT "-";
780 NEXT Q:LPRINT
800 END
1000 DATA .1,.15,.2,.25,.3,.35,.4,.45,.5,.55,.6,.65,.7,.75,.8,.85,.9,.95,1.0
1010 DATA 1.25,1.5,1.75,2.0,2.25,2.5,2.75,3.0,3.25,3.5,3.75,4.0,4.25,4.5,4.75,5.0
1020 DATA 5.25,5.5,5.75,6.0,6.25,6.5,6.75,7.0,7.25,7.5,7.75,8.0,8.25,8.5,8.75,9.0
1030 DATA 9.25,9.5,9.75,10.0,10.5,11.0,11.5,12.0,12.5,13.0,13.5,14.0,14.5,15.0
1040 DATA 15.5,16.0,16.5,17.0,17.5,18.0,18.5,19.0,19.5,20.0,20.5,21.0,21.5,22.0
1050 DATA 22.5,23.0,23.5,24.0,24.5,25.0,25.5,26.0,26.5,27.0,27.5,28.0,28.5,29.0
1060 DATA 29.5,30.0,30.5,31.0,31.5,32.0,32.5,33.0,33.5,34.0,34.5,35.0,35.5,36.0,36.5,37.0
1070 DATA .07,.08,.09,.11,.13,.15,.17,.19,.21,.23,.25,.27,.29,.31,.33,.35,.37,.39,.41,.43,.45,.47
1080 DATA .51,.54,.57,.71,.83,.92,1.0,1.07,1.13,1.17,1.2,1.23,1.27,1.28,1.3,1.31
1090 DATA 1.32,1.32,1.34,1.34,1.35,1.35,1.35,1.35,1.35,1.35,1.34,1.34,1.34
1100 DATA 1.33,1.33,1.32,1.32,1.31,1.31,1.3,1.3,1.3,1.29,1.28,1.26,1.25
1110 DATA 1.23,1.22,1.2,1.19,1.17,1.16,1.14,1.13,1.11,1.1,1.08,1.06,1.05
1120 DATA 1.04,1.02,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0
1130 DATA .91,.91,.91,.905,.9,.9,.9,.9,.9,.9,.903,.92,.96,.98,1.0,1.0
1140 DATA 1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0,1.0
2000 ' ** Dx = 77.8 Kx 7.727 7.727 **
2010 FOR Z=1 TO (I-1)
2020 IF F(Z)>100 THEN LET P(Z)=1: GOTO 2110
2030 FOR U=1 TO 109
2040 IF F(Z)=G(U) THEN LET P(Z)=Y(U):GOTO 2110
2050 IF F(Z)-G(U)<.125 THEN IF G(U+1)-F(Z)>.125 THEN LET P(Z)=Y(U):GOTO 2110
2060 IF F(Z)-G(U)<.25 THEN IF G(U+1)-F(Z)>.25 THEN LET P(Z)=Y(U):GOTO 2110
2070 IF F(Z)-G(U)<.3 THEN IF G(U+1)-F(Z)>.2 THEN LET P(Z)=Y(U):GOTO 2110
2100 NEXT U
2110 NEXT Z
2120 RETURN

```

*** PARTICLE SIZE ANALYSIS BY SA-CP2 ***

```

* DATE          ----- 1982# 8 月 5 日
* SAMPLE        ----- XXXXX
* DENSITY        ----- 1.5 (g/cc)
* LIQUID DENSITY ----- .998 (g/cc)
* VISCOSITY      ----- 0.00958(poise)
* TEMPERATURE    ----- 22 (°C)
* N.             ----- 600 (RPM)
* R1             ----- 4 (cm)
* CHART SPEED     ----- 10 (mm/min)
* AGENT          -----

```

Dx(MICR)	L(mm)	I	DELTA I	Dn(MICR)	Kx	R(%)
50	0.40	98.8				****
30	1.12	98.5	0.30	40	.92	3.23
20	2.51	97.5	1.00	25	.92	9.95
15	4.47	95.8	1.70	17.5	1.05	16.96
10	10.05	91	4.80	12.5	1.2	29.32
8	15.70	87	4.00	9	1.3	36.17
6	27.91	78.5	8.50	7	1.34	47.16
5	40.20	70	8.50	5.5	1.35	55.72
4	62.81	57.8	12.20	4.5	1.32	66.01
3	111.66	36.5	21.30	3.5	1.27	80.53
2.5	160.79	12	24.50	2.75	1.17	94.77
0	****	0	12.00	1.25	.71	100

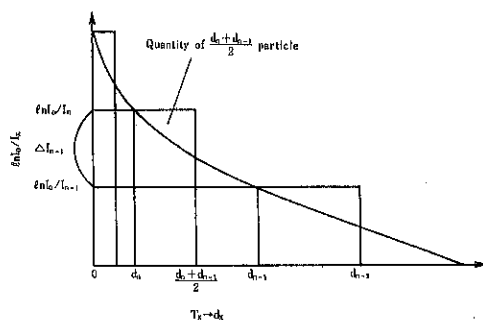


Fig. 2 粒子濃度の計算法

上式で、

d_x : d_x と d_{x+1} との平均値

K_x : d_x なる粒子の吸光係数

普通、粒度分布は積算分布で表現する場合が多く、重量基準の積算ふるい上分率 R_{wx} は次の式で計算できる。

$$R_{wx} = \frac{\sum_{x=1}^n (d_x / K_x) \Delta I_n I_x}{\sum_{x=1}^n \{(d_x / K_x) \Delta I_n I_x\}} \quad (5)$$

上式で、

$x=n, n-1, n-2, \dots, 2, 1$

$(d_n > d_{n-1} > d_{n-2} > \dots > d_2 > d_1)$

以上述べたように、測定に際して得られた吸光曲線を読み取り、その経過時間から(2)式または(5)式で粒子径を計算し、(5)式を使って粒子濃度を計算して粒度分布を得ることができる。これらの計算は、マイクロコンピュータ内蔵の粒度分布測定装置では自動的に行なうことができる。

また、マイクロコンピュータを内蔵しない粒度分布測定装置の場合は、ペンレコーダのチャート紙から測定値を読み取る。これから、マイクロコンピュータ(例えば NEC 8801)で計算する場合のプログラムの List と計算例(Run)を Table 2 に示す。

3. 粒度分布測定装置の構造

光透過法による粒度分布測定装置は、現在 Table 3 に示すようなものが市販されている。その代表的な一つである SA-CP2 形について述べる^{13), 14)}。

Fig. 3 に示すように、SA-CP2 形^{17), 18)}は、遠心力下で粒子の沈降測定を行なうため、速度3段切換えヒステリシスモータを内蔵している。モータは、回転軸が水平方向になるように設置され、この回転軸に回転円盤が取り付けられている。回転円盤には矩形のガラス製セルがセットでき、モータを動かさずにセルを測定位置に停

Table 3 光透過法による主なる粒度分布測定装置

番号	粒度分布測定装置名(発売会社名)
1	Bound Brook photosedimentometer (Goring Kerr Ltd)
2	EEL photosedimentometer (Evans Electroselenium Ltd)
3	Joyce Loebie Disc (Joyce Loebie Ltd)
4	Kaye Disk (Martin Sweeny)
5	Recording turbidimeter (General Electric Co)
6	Sedigraph 5500L (Micromeritics Instrument Corporation)
7	Wagner turbidimeter (La Pine Scientific Co)
8	WASP photosedimentometer (Microscal Ltd)
9	光透過式粒度分布測定器 SKA-5000 (セイシン企業)
10	遠心沈降式粒度分布測定装置 SA-CP2 (島津製作所)
11	光束移動式粒度分布測定装置 (柴山科学器械製作所)
12	粒度分布測定装置 PSA-2 (日立製作所)
13	粒度分布測定装置 PA-101 (ユニオン技研)
14	遠心式自動粒度分布測定装置 CAPA-500 (堀場製作所)

止させておくと自然沈降速度が測定できる。

回転軸には測定位置検出円盤も取付けられており、測定位置検出光学系とこの円盤の組合せで遠心力沈降測定の場合でも、セルが測定位置に来た時だけ同期スイッチが入り、測定光学系から出た濃度信号を取出すことができる。自然沈降の場合は、セルを測定位置のところに停止させておき、常に濃度信号が取出される。

懸濁液濃度を検出するための光学系は、タングステンランプ、熱線吸収フィルタ、レンズ、受光素子各1個と矩形スリット3枚の組合せである。この光学系で矩形ビームがつくれ、これがセルを透過し受光素子に入る。受光素子でつくられた濃度信号は同期スイッチを通り増幅器に入り、さらに対数変換器に入る。

コンピュータを内蔵しない場合は、対数化された濃度信号を別置きのリコーダに送り時間経過に従ってこれを記録する。

コンピュータ内蔵の場合は、濃度信号を A/D 変換した後 CPU に入力する。あらかじめキーボードで設定された測定条件に従い粒度分布を計算しプリントアウトする。

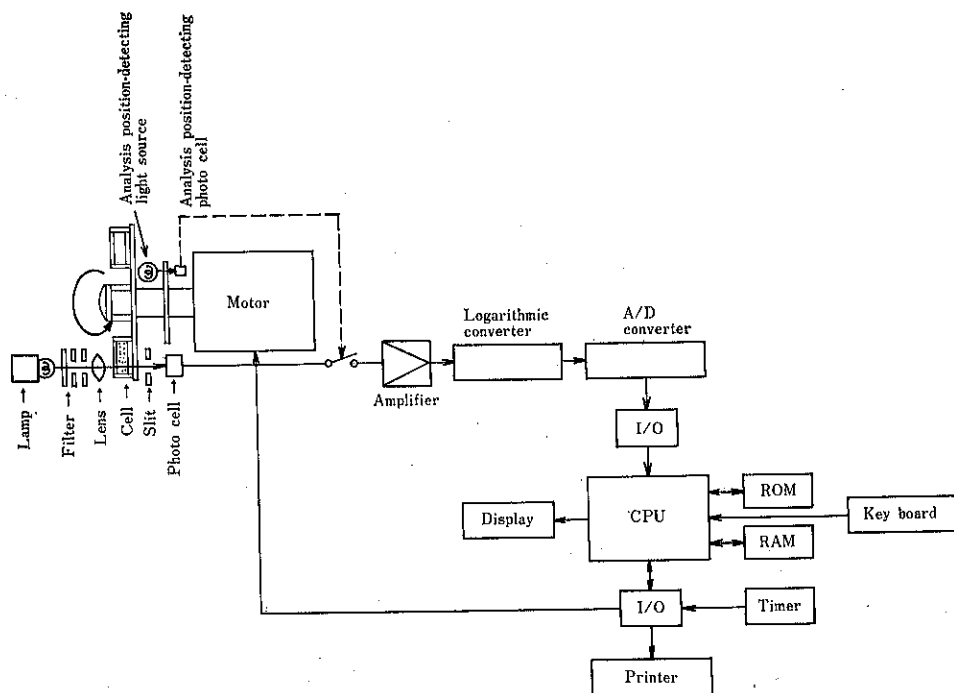


Fig. 3 SA-CP2-20 形の構成

粒度分布測定装置に組込まれているマイコンには、ある程度チェック機能があるが、いったんマイコンが測定条件を受け付けると、後からチェックすることは困難である。

また、コンピュータを信用するあまり、試料調製などコンピュータの機能に関係のない操作までが簡略化され、誤った結果を得てしまうことがある¹⁷⁾。

SA-CP2 形の場合、条件選定用グラフが作成されており、マイクロコンピュータ化に伴う弱点を補う工夫がなされている。

4. 測定の準備

4.1 分散媒と分散剤

光透過法や光散乱法で粉体の粒度分布を測定する場合、分散媒としては一般に脱イオン水か蒸留水が使用される。

分散媒の選定基準としては、測定試料を凝集、溶解、膨潤せず、また、化学反応を起こさないものが必要である。

さらに、粘度および密度などが手頃で、適当な速度で粒子が沈降するようなものを探す必要がある。

分散媒の安定度は、わずかな他物質の存在によって著

しく変化することがあるので、できるだけ純度の高いものを用いる。

水と混和しない有機液体では、微量の水の存在が粒子を凝集させ分散度に大きな影響を与えることが多いので試料とともに充分な脱水処理をする必要がある。

各種粉体に対する分散媒と分散剤²³⁾を Table 4 に示す。分散剤の最適添加量を実験的に判定する手段としては、1) 相対粘度の測定 2) 沈降容積の測定 3) 粒度分布測定法などがある。

すなわち、微粉体—液体系の粘性は、温度および懸濁粒子濃度一定の時は、分散剤の添加量が最適の場合、相対粘度が低くなる傾向がある¹⁹⁾。また、懸濁液の温度および粒子濃度一定の時は、沈降容積が小さいほど分散が良好である²⁰⁾。さらに、分散が良好なほど粒度分布は微粒径側に移行する⁷⁾。

4.2 試料の準備¹³⁾

1) 試料粉体 1~2g 程度を偏析のないようにサンプリングする。試料粉体が 1~2g 以下しかないときは、そのまま使用する。

2) 試料粉体を懸濁させる分散媒を 100cm³ 程度用意する。もし分散剤を必要とする場合は、分散媒に分散剤を適当な濃度(通常 0.1~0.2%)に溶解させる。

Table 4 分散媒と分散剤

粉体名	粒子密度	媒液	分散剤	粉体名	粒子密度	媒液	分散剤
亜鉛粉	7.14	水	Na-H.M.P	石灰石	2.5~2.8	水	Na-H.M.P またはリグ ニンスルホ ン酸ソーダ
亜鉛華	5.6	水	Na-H.M.P				
アランダム	3.95	水	Na-H.M.P				
アルミナ	3.9	水	Na-H.M.P	石こう	2.0~2.3	iso-ブタノール エチレングリコール (ジメチル フタレート)	
アルミニウム	2.7	シクロヘキサノール					
いおう	1.92	水	洗剤	セメント	3.1	フタル酸エチル クロシン エチレングリコール	
塩ビ粉	1.4	水またはエチレン グリコール	水の場合は 洗剤				
エポキシ樹脂	1.2	水	ラウリル酸	セリサイト	2.8	水	Na-H.M.P
カオリン	2.65	水	Na-H.M.P	タルク	2.7	水	Na-H.M.P
カリ長石	2.7	エチレングリコール		炭酸カルシウム	2.78	水	リグニンス ルホン酸ソ ーダ
カーボン ブラック	1.7~2.0	水	ポリビニル				
			ピロンドン	タングステン粉	19.3	50%グリセリン 水溶液	Na-H.M.P
			Na-オレイ ン酸	炭酸 マグネシウム	2.98	水	Na-H.M.P
過酸化鉛	9.4	水	Na-H.M.P	ダイアコン		水	洗剤
ガラス	2.5	水または50%グリセ リン水溶液	水の場合 Na-H.M.P	チタン酸 バリウム		水	Na-H.M.P
木くず		iso-ブチル アルコール		テフロン	2.1	iso-ブチル アルコール	
純銀粉	10.5	水	Na-H.M.P	でん粉	1.4	水	Na-H.M.P
クリスタライト	3.0	エチレングリコール		陶石	2.8	水	Na-P.P
クレー	2.6	水	Na-H.M.P	陶土	1.8~2.6	水	Na-H.M.P
けい砂	2.5	水	Na-H.M.P	ドロマイト	2.84	水	Na-H.M.P
けいそう土	2.3	水	Na-H.M.P	銅粉	8.9		
コークス	1.4~2.0	水	Na-オレイ ン酸	塗料	1.64	水	Na-H.M.P
小麦粉	1.45	iso-ブチル アルコール		土壌		水	Na-H.M.P
酸化チタン	4.2~4.4	水	Na-H.M.P	乳半剤		水	洗剤
酸性白土		水	Na-H.M.P	ニッケル	8.9	水	Na-P.P
酸化銅	5.88	水	Na-H.M.P	粘土	2.8	水	Na-H.M.P
酸化銀	5.2	水	Na-H.M.P	フエライト	4.7	水	Na-H.M.P
酸化クロム	5.7	水	Na-H.M.P	フライアッシュ	2.1	水	Na-H.M.P
三酸化 アンチモン	5.2~5.7	水	リグニンサ ルフオネー ト	ペニシリン	1.24	n-ヘプタン	
				ベンガラ	4.5	水	Na-H.M.P
シリコン・ カーバイド	3.2	水	Na-H.M.P	ほたる石	3.0~3.2	水	Na-H.M.P
ジルコンサンド	4.68~ 4.7	水	Na-H.M.P	骨粉	1.72~ 2.0	水	Na-H.M.P
重曹	2.21	メチルアルコール		ホワイ トカーボン		水	Na-H.M.P
焼結鉍	4.5	エチレングリコール		マイカ	2.6~3.2	水	Na-H.M.P
シリカ	2.64	水	Na-H.M.P	マグネシア	3.2	エチレングリコール	
シリカゲル	2.3	水	Na-H.M.P	モランダム	1.2~1.9	水	洗剤
				モリブデン	10.23	エチレングリコール	
				硫酸バリウム	4.2	水	Na-H.M.P
				リン酸 カルシウム	3	水	Na-P.P
				リン酸 アンモニウム	1.8	メチルアルコール	

注1) Na-H.M.P はヘキサメタリン酸ナトリウムのことで、添加量は水に対して 0.2wt %.

2) Na-P.P はピロリン酸ナトリウムのことで、添加量は水に対して 0.2wt %.

3) 洗剤とは台所で使用している中性洗剤で、添加量は水 100cm³ に対して 1 滴程度である.

4) 他の分散剤についても、添加量は媒液に対して 0.2wt % 程度である.

5) この表で対象となる粒子の大きさは 50~30 μm 以下で、それより大きな粒子については別の粘性係数の大きな媒液が必要.

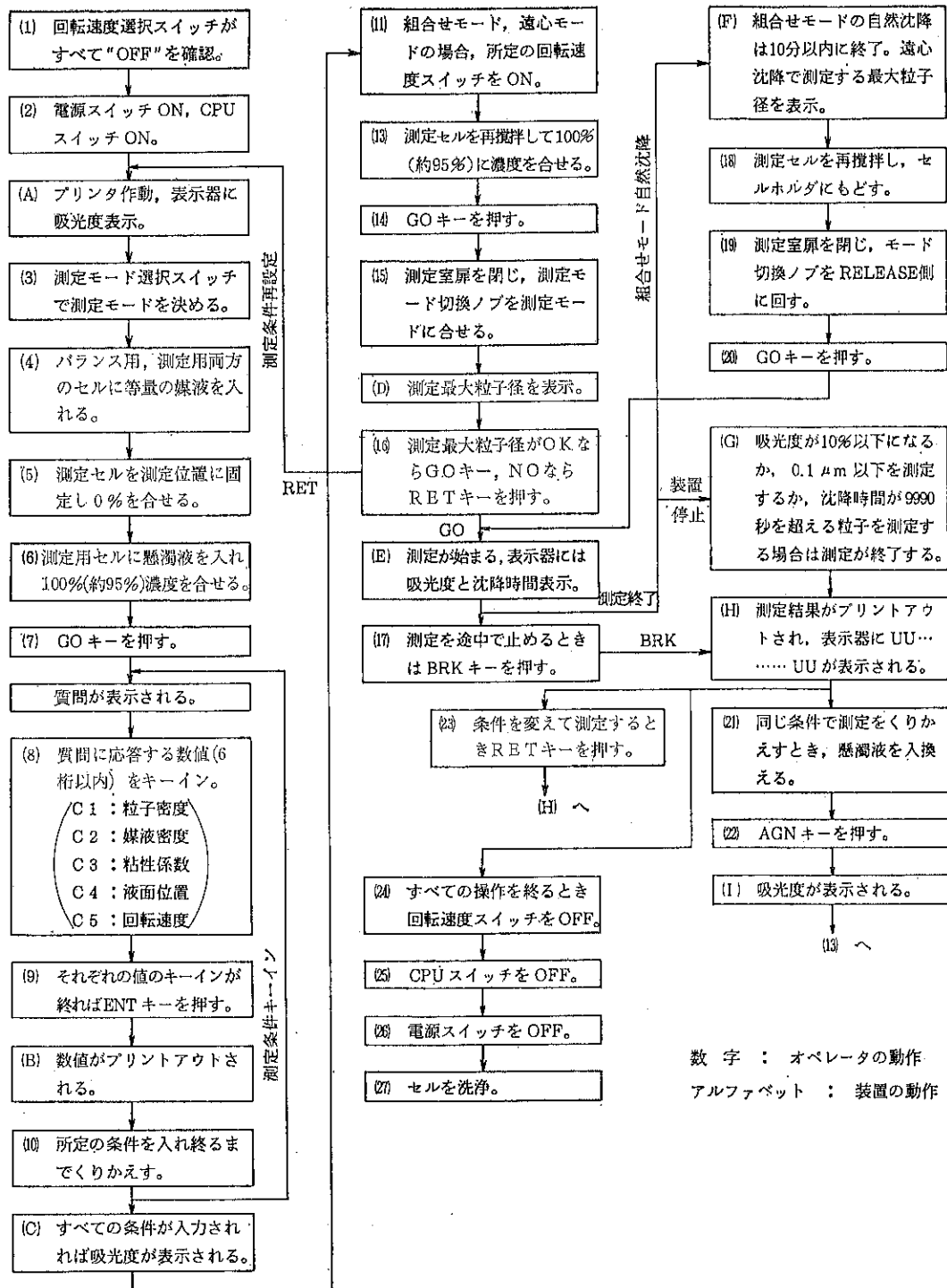


Fig. 4 SA-CP2-20 形の操作の手順

3) 分散媒から50cm³を分取し、これに試料粉体を投入する。その時の濃度は2〜3%程度が適当である。もし試料量が少ないときは、分取する液量を減らす。(濃度は厳密に合わせる必要はない。)

4) 試料を投入した液をミキサー、マグネチックスタラ、超音波照射器、あるいは手によってよく攪拌し粒子を液中に分散させる。ミキサーや超音波洗浄器を使用して攪拌する場合、液温が上昇することがあ

るので注意する。また、試料によっては超音波を照射することで、かえって凝集を生じることがある。

5) 以上で懸濁液の準備は完了。分散媒の残りは、測定に先立っての装置の感度調製用の基準液および懸濁液希釈用として使用する。

4.3 セルの洗浄

光透過法では光学セルを使用しているから、これが汚れていないことが特に重要である。SA-CP2の測定装置の場合

1) めるま湯に台所用洗剤を数滴加えて、この中に測定用、バランス用両方のセルを入れる。

2) やわらかい布あるいはブラシを使用してセルの外部、内部をよく洗う。その際、セル内部のよごれがとれにくい場合、超音波洗浄器に入れて洗浄すると良い。また、同時にセルのふたも洗浄する。

3) 清浄な水またはめるま湯でセルおよびふたを十分にすすぐ。内部に洗剤の泡が残らないように注意する。

4) セルをガーゼなどやわらかい布で拭き水気をとる。この時、汚れが残っていないことを確認する。

5. 測定操作

光透過法による粒度分布測定の方法については、使用する機種取扱説明書を参照するのが一番良い。

ここでは、その一例としてSA-CP2-20形の操作手順の流れをFig.4に示すにとどめる。

6. 測定の例

光透過法によって産業界でどのような粉体の粒度分布測定が行なわれているか興味深い。公表されている文献²¹⁾、資料集^{22), 23)}などからその代表的なものをまとめるとTable5になる。

7. おわりに

筆者は、1965年、光透過法による粒度分布測定の報告²⁴⁾の中で、その問題点として

(1) 光を遮る能力に関する光学的係数 K_s と粒径の関係

(2) 測定時間の短縮化

(3) 測定値から粒度分布計算の迅速化

などについて言及した。

このうち、(1)については、使用する測定機種について、実験的に測定され公表されるようになった。

(2)については、自然沈降の場合は、特殊な光走査法、遠心沈降の場合は遠心力の強化法などが普及し、アンド

Table 5 光透過法による粉体の粒度分布測定例

番号	粉体名	密度 (g/cm ³)	分散媒	分散剤	文献
1	精製カオリン	2.6	水	Na-H.M.P 0.2%	23)
2	カオリン PF	2.65	"	"	"
3	カオリン MC	2.65	"	"	"
4	カオリン GSM	2.65	"	"	"
5	タングステン粉末	19.3	"	"	"
6	けい砂 (JIS 標準3種)	2.65	"	"	"
7	ばれいしょでん粉	1.6	"	"	"
8	二酸化チタン (アナターゼ)	4.2	"	Na-H.M.P 0.1%	"
9	黄色酸化鉄	4.0	"	Na-H.M.P 0.2%	"
10	アルミナ (WA#3000)	3.9	"	"	"
11	マイカ粉	2.84	"	"	"
12	炭酸カルシウム	2.7	"	"	"
13	タルク	2.7	"	"	"
14	ガラス球	2.5	iso-ブチ ルアルコ ール	—	"
15	活性白土	2.93	水	Na-H.M.P 0.2%	"
16	酸性白土	2.93	"	"	"
17	関東ローム (JIS 標準8種)	3.0	"	"	30)
18	フライアッシュ	2.3	"	"	"
19	硫酸バリウム	4.5	"	Na-H.M.P	22)
20	二酸化マンガ	5.2	"	"	"
21	酸化イットリウム	4.84	"	—	"
22	酸化亜鉛	5.6	"	Na-H.M.P	"
23	有機顔料	1.5	"	中性洗剤	"
24	すす	2.07	"	Na-H.M.P	"
25	粉ミルク	1.6	n-ブチ ルアルコ ール	—	"
26	アスピリン	1.37	イソオク タン	—	"
27	DDT粉末	1.5	水	中性洗剤	"
28	チョコレート	1.5	セディス パース W-11	—	31)

レアゼンピペット法などの他の自然沈降法に比べると、かなり短縮化ははかられている。

しかし、プロセスでのオンライン化を^{25)~27)}考えると、温度、圧力、流量のように即時に測定、指示、制御できることが望ましく、今後、光散乱法²⁹⁾による粒度測定法も含めて新しいユニークな測定法の開発を期待したい。

(3)については、マイクロコンピュータ²⁸⁾、グラフィックレコーダなどの普及にともなって測定結果の表示ばかりでなく、図形化も普及するものと考えられる。

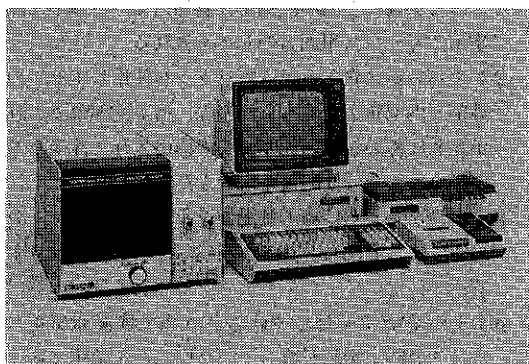


Photo 1 パーソナルコンピュータつき遠心沈降式粒度分布測定装置

例えば、Photo. 1 に示すように光透過式粒度分布測定装置にパーソナルコンピュータを接続することにより、データ処理機能が一段と強化されるようになった³²⁾。

光透過法による微粉体の粒度分布測定の基礎研究、装置の開発、応用研究を行なっているうちに20数年の歳月が流れた。この間、学会活動、装置開発、測定試料などについて多くの方々に大変お世話になった。本測定法について、今後とも種々御助言をいただき、より良い測定法になるよう微力を尽したく考えている。

本稿を作成するにあたり、島津製作所をはじめ、多くの関連会社から提供された資料を参考にさせていただいた。また、粒度測定のためのプログラムの作成については、松田良弘技官の協力を得た。

これらの関係各位に心から感謝の意をあらわす。

文 献

- 1) L.A. Wagner: A rapid method for the determination of specific surface of Portland cement, Am. Soc. Testing Materials. Proc. 33, Part II, 553~570 (1930).
- 2) H. E. Rose: The measurement of particle size in very fine powders, 66 Constable (1953).
- 3) M. J. Groves, B. H. Kaye and B. Scarlett: Size analysis of sub-sieve powders using a centrifugal photosedimentometer, British. Chem. Eng., 9, [11] 742~744 (1964).
- 4) Joyce Loeb: Application reports, Disc centrifuge Mark III
- 5) 応用理化学工業株式会社: 光電式粒度分布測定器取扱説明書
- 6) 高坂彬夫, 篠崎平馬, 遠田保彦, 井上達也, 遠藤二男: 光透過法による微粉体の粒度分布測定, 材料, 13, [133], 315~324 (1964).
- 7) 高坂彬夫, 安部保志: 遠心式光透過法による粘土鉱物の粒度分布測定, 材料, 17, [177], 570~573 (1968).
- 8) 高坂彬夫, 姜 義清: 遠心式光透過法によるカオリン鉱物の粒度分布測定, 材料, 18, [189], 526~530 (1969).
- 9) 静興貿易株式会社: 光透過式粒度分布測定器カタログ
- 10) 柴山科学器械製作所: 光束移動式粒度分布測定装置カタログ
- 11) 日立製作所: 日立粒度分布測定装置 PSA-2 形取扱説明書
- 12) 島津製作所: 島津遠心沈降式粒度分布測定装置 CP-50 取扱説明書
- 13) 島津製作所: 島津遠心沈降式粒度分布測定装置 SA-CP2 形 取扱説明書
- 14) Shimadzu Corporation: Shimadzu centrifugal particle size analyzer SA-CP2 Type Instruction manual
- 15) ユニオン技研: 粒度分布測定装置 PA-101 型 Union letters, 2, [3], (1975)
- 16) 堀場製作所: 堀場遠心式自動粒度分布測定装置 CAPA-500 形 カタログ
- 17) 矢野省三, 竹内 和, 石田昇平: マイコン応用・実施例の現状と問題点, 粒度分布測定装置への導入化学装置, 23, [2], 51~55 (1981).
- 18) 矢野省三, 竹内 和, 石田昇平, 西村哲夫: マイコンコンピュータを内蔵した粒度分布測定装置 島津評論, 38, [3], 207~215 (1981).
- 19) 高坂彬夫, 木村義行: 微粉体-液体系の粘性, 材料, 15, [150], 138~141 (1965).
- 20) 高坂彬夫, 齊藤 蔚: 微粒固体懸濁物の沈降促進, 化学工学, 29, [5], 327~330 (1965).
- 21) 粉体工学研究会編: 粒度測定技術 (1975), 日刊工業新聞社

- 22) 藤原喜延: PSA-2形, 日立光走査迅速粒度分布測定装置による測定法と微粒子の測定例, The Hitachi Scientific Instrument News 10, [1], 13~16 (1967).
- 23) 島津製作所: 島津遠心沈降式粒度分布測定装置データ集 (1982).
- 24) 高坂彬夫: 光透過法による粒度分布測定, 粉体工学, 2, [6], 1225~1231 (1965).
- 25) 高坂彬夫: 微粉体の粒度測定, セラミックス, 8, [8], 599~604 (1973).
- 26) 高坂彬夫, 松田良弘: He-Ne ガスレーザー透過法によるカオリン鉱物の粒度分布測定, 材料, 24, [262], 600~603 (1975).
- 27) 高坂彬夫: 微粉体の粒度測定技術, 粉砕, [21], 40~49 (1976).
- 28) 高坂彬夫: マイクロコンピュータと粉体の粒度測定, 粉砕, [25], 74~87 (1980).
- 29) 高坂彬夫, 高橋健一, 松田良弘, 二階堂清志: He-Ne ガスレーザーによるカオリンおよび底泥の光散乱特性, 材料, 31, [348], 864~867 (1982).
- 30) Shimadzu Particle Technology Instrumentation News No. 17 島津遠心沈降式粒度分布測定装置 SA-C P2 形による粒度分布測定例 No. 1
- 31) Shimadzu Particle Technology Instrumentation News No. 1 マイクロメリテックス 光透過式粒子径解析装置 (セディグラフ) 5500L
- 32) 島津応技ニュース No. 1 島津遠心沈降式粒度分布測定装置, パーソナルコンピュータつき SA-C P2 (1982).

特許一言メモ No. 38

INID コードとは

INID コードとは, 特許公報の検索に関する国際協力のためのデータ項目コード番号のことである。

判り易くいうと, 出願日とか発明者名とか特許公報の表題となるような項目, これを「書誌的事項」というが, この書誌的事項の項目を国際的に取り決めたコード番号で表わし, 各国間の特許情報検索を円滑にしようとするものである。

たとえば, 公報の種類で特許の公開公報は「A」, 公告公報は「B2」, 実案の公告公報は「Y2」とし, コード番号で④は公報番号, ④は発明の名称を示す, といった具合である。

こうすることにより, 判別しにくい外国語の書誌的事項も, そこに付された INID コードによって正確に判るものであり, わが国においても昭和45年以降の公報にはこれらの番号が付与されている。

(例)

INID コード	内 容
11	文献番号
12	文献識別表示
19	文献発行国の国名表示
21	出願番号
22	出願日
24	効力の発生日
32	優先権の出願日
43	未審査分の文献発行日
51	国際特許分類
54	発明の名称
57	要約又はクレームの範囲
71	出願人名
72	発明者名

INID: ICIREPAT Number for the Identification of Data (書誌的事項識別のための国際的合意番号)

(技術資料室)

新材料と粉体特性

荒川 正文*

Masafumi Arakawa

1. はじめに

1980年代は材料の時代の幕開けであるといわれる。もちろん、一夜あけると材料の時代であったというわけではなく、何十年も前から深く静かに進行していたものが、この頃急に世間一般の目に触れだしたということである。

ある。昨年、創造科学技術推進制度が発足し特殊法人「新技術開発事業団」が科学技術庁管轄下でその運営にあたる。時を同じくして通産省工業技術院の次世代産業基盤技術研究開発制度がスタートしたがその半分の6テーマが材料に関するものである。

これらのプロジェクトで採りあげられる材料それ自体

Table 1 創造科学技術プロジェクト（昭和56年度発足テーマ）

テ ー マ	内 容
超 微 粒 子	0.1ミクロン以下の金属化合物粒子の物性を解明し、物理的、化学的な応用への可能性を追求する。
ファイブ ポリマー	ポリアミド、ポリエステルなどの縮合系ポリマーを対象に力学的、分離、電気的機能を持たせて新しい機能材料をつくる。
特殊構造物質	アモルファス物質や層間化合物などの非平衡物質の物性を解明し、応用の可能性を追求する。
完 全 結 晶	完全結晶技術と静電誘導制御理論との結合を基本に、シリコン、ガリウムヒ素を使い、新しい素子の創出の可能性を追求する。

次世代産業基盤技術プロジェクト
（昭和56年度発足12テーマのうち、新材料に関する6テーマ）

テ ー マ	期 間	内 容
ファイブ セラミックス	10年間	セラミックスの実用化を図るため、脆性を克服し、構造材料として満足すべき性能および信頼性を確保する基盤技術を確立する。
高効率分離能 材	10年間	従来、膜分離の適用が困難であった分野においても適用できる革新的な高効率分離膜材料にかかわる基盤技術を確立する。
導電性高分子 材	10年間	金属の導電機能とは異なった機能を有する新規高分子電子材料の実現を図るため、導電性高分子材料にかかわる基盤技術を確立する。
高結晶高分子 材	10年間	構造材料として金属材料に匹敵する力学特性を有する高結晶高分子材料にかかわる基盤技術を確立する。
高性能結晶 制 御 合 金	8年間	合金設計を踏まえ、成形・加工等を行って金属組織を制御する高性能結晶制御合金にかかわる基盤技術を確立する。
複 合 材 料	8年間	異方性を生かし、必要とする方向に高強度、高剛性を持たせることのできる複合材料にかかわる基盤技術を確立する。

* 京都大学化学研究所
（〒611 宇治市五ヶ庄）
Tel. (0774) 32-3111

は決して目新しいものではない。基礎となる物質の特性と材料設計の基本的な考え方が明らかになっているから実用材料として活用する技術の開発が追求できるのである。たとえば Table 1 の中の超微粒子にしても20年も前から名古屋大学のグループを中心にしてキメ細かい研究が連続として続けられている。また、云うまでもなく Table 1 にあるようなプロジェクトは現在のいわゆるニューマテリアルスの中のほんの一部にすぎない。

2. 物質と材料——材料科学とは

まず、材料科学ということについて少し説明しておく。物質が私達人間社会に対して役立つ形態になったときそれを材料という。山に生えている杉、桧は資源ではあるがまだ材料ではない。これが製材されて柱や板の形になったときはじめて建築用木材となる。昔から人間は既存の物質の特性を生かしてそれらをいろいろの目的にあう材料としてきた。科学の発達によってこれらの材料の特性が詳細にしらべられ、その改良がおこなわれた。またそれらの物質の新しい特性も次々に見出された。一方、これらの物質の基礎となる分子、原子の構造が明らかになり物性物理化学が進歩するにつれて物質に特有な機能がそのどのような構造に由来するかが推定できるようになった。たとえばザクロ石 (Garnet) は天然に産出する鉱物であり宝石として知られている。その代表的な紅ザクロ石は $Mg_3Al_2(SiO_4)_3$ の化学組成をもつが、一般に $R_{II}^3 \cdot R_{III}^2 (SiO_4)_3$ または $3R_{II}O \cdot R_{III}^2O_3 \cdot 3SiO_2$ (ここで R_{II} は Ca, Mg, Fe^{2+} , Mn など, R_{III} は Al, Fe^{3+} , Cr, Ti などの元素) の組成をもつ結晶をガーネット形という。この鉱物の磁気的な特性として、いわゆる磁気バブルを生じるので磁気記憶材料として興味がある。このような特性は上述のガーネット形結晶構造に由来する、すなわち固体物性論的な解釈ができると新しい特性をもつ材料が合成され利用されるようになる。

このように材料科学の発展は固体物性論、すなわち物質の構造と性質の関係を原子の電子構造との関連から追求することから生れた。物質の基礎的な構造と性質の関係がわかれば、ある機能をもつ材料を系統的に求めることができる。すなわち機能性材料の予想とその設計が可能になる。こうして天然には存在しなかった、あるいは少なくとも資源の対象にならなかった多くの新物質が生れ、これまでの技術でなし得なかった分野が開拓されている。ところで、これらの材料の大部分は多少とも粉体が関与している。粉体をどのように制御し活用するか、新材料製造のキーポイントであることが多い。その関わり合いを考えるために「粉」のキャラクターゼーションが必要である。

3. 粉体とは

粉体とは微細な固体粒子の集団である。したがって固体が微細化されたときにあらわれる特性——微粒子物性と、多数粒子の集合体としての粉体特性の2つの面があり、この2つの性質をあわせて、粉体が材料科学の分野で重要な役割を果たすことになる。

3.1 微粒子物性について

たとえば、鉄のような強磁性体は Fig. 1 のようにその中に無数の磁区をもつ多磁区構造で、磁場においてはそれが規則的に配列して磁化し、磁場を除くともとに戻る。

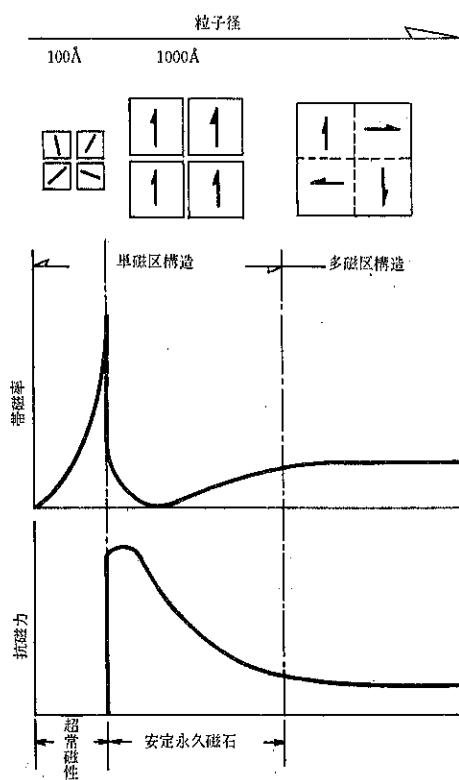


Fig. 1 磁性と粒子径

しかし、鉄が微細化されて磁区の大きさと対応する単磁区構造粒子となると、大きな抗磁力をもち磁場を除いても復元しない。この性質は磁気記録材料として利用できる。さらに粒子が小さくなると磁区を形成できない超常磁性となる。このほか粒子の形状の効果もある。現在、磁気テープに利用される γ - Fe_2O_3 は長軸が $0.3 \sim 0.5 \mu m$ 程度の柱状粒子である。いずれにしてもこのように粒子の大きさだけに限らずに性質が変化し、固体が微細にな

ったためにあらわれる性質を微粒子物性という。

さて、粒子が小さくなると全体を構成する分子に対して表面に存在する分子の割合が増す。一番簡単な単純立方格子の結晶について、その一辺に並ぶ原子の数と表面および全体を構成する原子数、そして全原子数に対する表面原子の数の割合は **Table 2** のようになる。

原子間距離を仮りに $2\text{\AA}$ としたときに、対応する粒度の工業粉体の例もあわせて示しておく。このように粒子が小さくなると全体に対する表面の割合が大きくなり、 $1\mu\text{m}$ 以下位になるとこの効果は無視できない。

表面とはある相の連続構造がとぎれた場所であり、一般には必ず他の相と接しているから界面という。たとえばある結晶の連続構造が破断されたとき、分子間の結合が切れて生成した表面では分子は結晶側では隣接分子と結合しているが、外側には何もないからその結合エネルギーに対応するだけ余分のエネルギーをもっている。これが表面エネルギーで本質的にはその物質の凝集エネルギーにほかならない。結晶の場合、稜や角ではその結合数の変化が面より大きいから表面エネルギーも大きくなり、また結晶面によってその値が変わる。

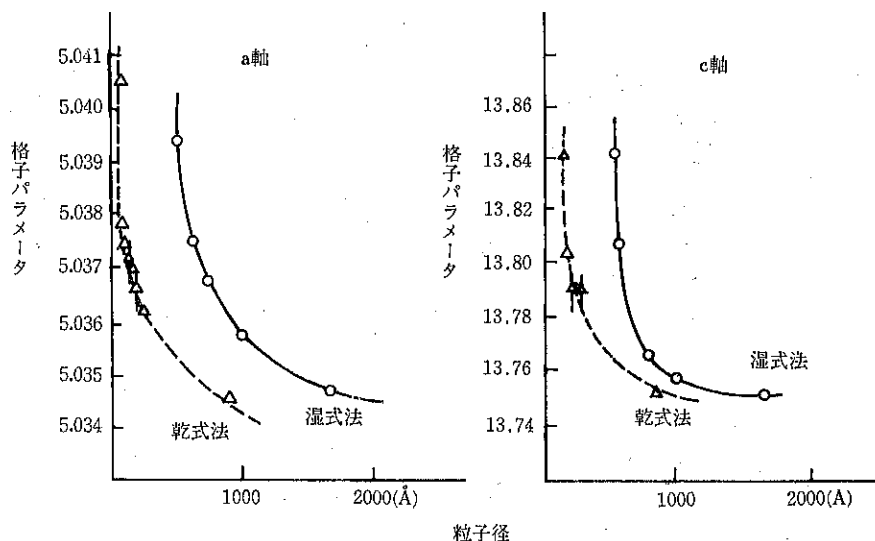
分子、原子の凝集による規則構造は原子の電子構造できまる。結晶でもそれを構成する原子は各格子点に固定されているのではなく、周囲の原子との相互作用による最も安定な位置で熱振動をしながら存在しているから、界面に近いところでは内部のように完全に周囲を取囲ま

れているものと違って電荷の釣合がとれず、格子点から移動してできるだけ安定な位置をとる。すなわち結晶構造に乱れを生じることになる。たとえば石英についてはこの乱れた表面層の厚さは **Table 3** の程度にも達する。また、粉砕でなく化学反応で製造した粉体（表面特性に影響するような機械的エネルギーが加わっていない）でも **Fig. 2** のように粒子径によって結晶の格子定数が変化

Table 2

1辺の原子数	表面の原子数	全体の原子数	表面の全体に対する割合[%]	粒子径と粉体の例
2	8	8	100	
3	26	27	97	
4	56	64	87.5	
5	98	125	78.5	
10	488	1000	48.8	2 nm
100	58800	1×10^6	5.9	20nm コロイダルシリカ
1000	6×10^6	1×10^9	0.6	200nm 二酸化チタン
10000	6×10^8	1×10^{12}	0.06	2 μm 軽質炭酸カルシウム
100000	6×10^{10}	1×10^{15}	0.006	20 μm 、 抹茶、胡粉

(注) $1\text{m} = 10^6\mu\text{m} = 10^9\text{nm}$



乾式法 ($\alpha\text{-FeOOH}$ の熱分解), 湿性法 (沈でん法) (高田他)²⁾

Fig. 2 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の粒子径と格子定数

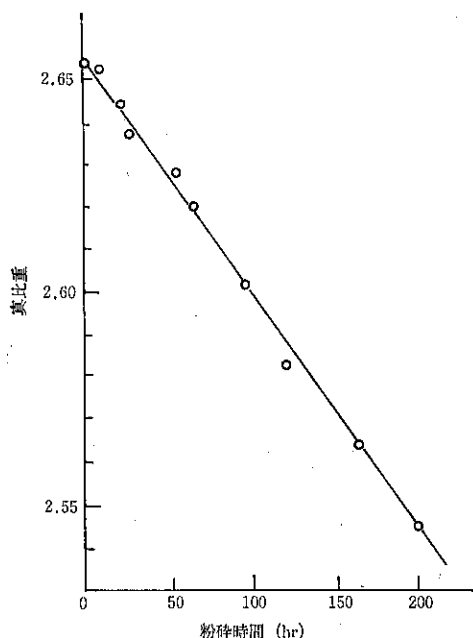
Table 3 石英表面層の平均厚さ

推定方法	平均厚さ (μm)
溶解度	0.02~0.03
"	0.03
X線回析	0.03
密度	0.03~0.05
電子線回析	0.03~0.06
示差熱分析	0.11~0.15

J. G. Gibb 他 J. App. Chem., 3 213 (1953)

ていることが認められている¹⁾。このような構造変化は当然その物性にも影響することになり、たとえば粉碎により石英の真比重が Fig. 3 のように変化した例が報告²⁾されている。

固体材料は構成分子の配列の規則性の程度により結晶（マクロな）と非結晶（アモルファス）に分かれるが、粉体はバルクの固体と異って微細な粒子群なので比表面積が大きいから、結晶と非結晶に限らずその内部構造とかなり違った界面の特性が大きく影響する状態である。これが、界面の関係するいろいろの現象——反応、吸着、濡れなどに対する敏感性となり多くの材料としての特性を生むことになる。

Fig. 3 粉碎による石英の真比重の変化（高橋浩）³⁾

3.2 粉体特性——粒子集合体の特性について

一方、固体材料として重要な加工性に着目すると、粉体は本質的に固体であるのに流動性をもつという特性がある。流動性というのは物質の構成単位がその相対的な位置関係を変えることができる性質で、液体では分子がその運動エネルギーにより動きまわり相対的な位置を変える。

粉体は構成している固体粒子がはるかに大きく、自由な運動はしないが、粒子の周囲に移動できる空間があり隣接する粒子間に作用している付着・凝集力（表面形状による摩擦や粒子のカラミ合いなども含む）以上の外力が加わると移動する。すなわち流動が生じる。この流動性が固体材料を加工するのにきわめて都合がよい。

まず材料を任意の量だけ容易に輸送、供給でき、また多種多様の固体成分を混合し、しかも使用に便利な形態——成型体、錠剤、顆粒剤などに加工することができる。他の媒質中に練り込み、分散させることも可能である。

このように、流動に関係する操作は極めて多いが、液体と違って本質的には静止している固体粒子群だから重力下で安定した堆積構造を破壊するだけの外力が加わったときはじめて崩壊し流動する。すなわち、流動限界付近での流動性の変化が大きいため液体より貯蔵しやすいことが多い。

4. 材料開発に対する粉体特性の意味

粉体の現象に関係する基礎的性質を抽出し整理すること、すなわち粉体材料のキャラクタリゼーションができれば、産業の米として粉体をいろいろの技術の中に生かし、機能性材料を設計することはできない。

粉体材料の機能に関係し、制御できる基礎的性質はせんじつめれば、次のようになってしまう。

(1) 粒度

粉体を構成する粒子の大きさには四つの意味がある。

- (a) 微粒子物性に関する個々の粒子の体積
- (b) 表面特性に関する比表面積
- (c) 粉体の力学現象に関して粒子の質量
- (d) 単位体積中に含まれる運動単位の数、すなわち粒子体積の逆数

(2) 粒子間の相互作用力

粉体は多数の粒子の集合体だから各粒子の間にはなんらかの相互作用力が働いている。

その相互作用力の原因はいろいろのものがあるが、要するに個々の粒子が自由に動く力——粒子の運動エネルギーに対する反力である。したがって粉体操作の目的に

Table 3 粉体の機能と基礎的性質

鉄鋼 ペレット	不定形耐火物	超硬合金	焼結材料	セラミックス製品	セメントコンクリート	充てん材料	塗料	医薬品	農薬	飼料	食品	飲料	廃棄物処理	関連工業 機能	基礎的性質			
															粒度	粒子間作用力	空隙率	表面活性
●	●				●				●	●		●	●	輸送・供給	○	○	○	。
●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●			混 合	○	○	○	○
●	●	●	●	●	●			●			●			成 型	○	○	。	○
●	●	●		●	●	●	●	●	●	●	●			均 質 化	○	○	○	。
●		●	●	●	●	●		●				●		反 応 性	。	○	○	○
											●	●	●	分離・分別	○	○	○	○

(注) 機能と基礎的性質の関係を示す欄における○印の大きさは性質の強弱または量の大小を示す。

よっての粒子運動エネルギーと対応して考える必要がある。

粉体の諸性質に關係する因子は、本質的にはこの二つである。しかし、ある物質が粉体になったとき材料としての初期状態には2次物性ではあるが次の二つを加えておくほうがよい。

まず、粉体粒子の充てん構造であるが、その具体的な表現方法は困難なので通常は見かけ体積(嵩)やその中の固体実質の割合である充てん率、または粒子間隙の占める割合の空隙率などで表示する。

次に粒子表面の性質とくに媒質に対する親和性である。これは表面反応や吸着など、表面改質処理によってかなり広範囲に制御できる。

以上の四つを粉体のいろいろの機能に關係する基礎的特性としよう。

現在、いろいろの工業の中で利用されている粉体の機能とそれらに対する基礎的性質の關係をあわせてまとめるとTable 3 のようになる。

ここで機能と基礎的性質の關係を示す欄における丸印の大きさは性質の強弱または量の大小である。たとえば粒度は大きいほうがよいか小さいほうがよいか、表面の活性は強いほうがよいか弱いほうがよいかということを表わしている。だから、輸送、供給というような粉体の流動性に関する機能では、粒子が大きくて運動エネルギーが大きく、その反力になる粒子間相互作用力は少ないほうがよい、また粒子の動ける空隙は多く、表面活性は弱いほうが都合がよいことになる。

もちろん、このTable 3 は一般的な目安であって例外

も多く、すべての粉体工業に適合するものではない、しかし、目的とする粉体の機能と基礎的性質の關係が明らかになっていれば、あるプロセス全体にわたって粉体材料設計ができることになる。

5. 粉体特性と関連現象——材料製造に關係する2, 3の例

これまで述べてきたように、粉体は材料を製造するのに都合のよい数多くの特性を持っている。これらをことごとく説明することは到底できないので、比較的よく利用される操作を例としてそれに関係する現象をとりあげてみよう。

5.1 成 形

粉体に限ったことではないが、一般に成形といわれる操作には、ある形をつくる成形と、そのままの形を保たせる保形の2つの過程が含まれる。また材料と方法によって、成形に1次成形、つまり目的の製品を直接つくるのではなく、その加工に都合のよい形、たとえば丸棒とかシートにする工程と、それを目的の形に仕上げる2次成形がある。また、保形にも1次保形、すなわち使用目的に要求される強度はないが、つぎの工程まで移動する程度の操作に耐えればよい保形と、それを要求される強さにする2次保形、あるいはさらに高次の処理を含む場合がある。陶磁器における乾燥は1次保形、そのあとの焼成は2次または3次保形操作になる。

粉体材料の成形法には実に多くの種類があるが、根本的にはつぎの2つになってしまう。すなわち、いかに粉

体を流動させるか、そしてそれをどう固めるか——いいかえると構成粒子間の凝集力を何にもとめるかである。

a) 粉体の流動

粉体系では、粒子は重力下においてもっとも安定な位置に静止し、液体分子のように運動しない。静止した粉体層に外力を加えて流動させるには、粒子が移動しうる空隙と、接触している粒子間の付着・凝集力をきるだけの運動エネルギーが必要である。運動量は粒子の質量すなわち径の3乗に比例するが、付着・凝集力は粒子径、また接触面積で作用するとしても径の2乗のオーダーだから粗粒子では運動エネルギーが粒子間相互作用力——ポテンシャルより大きく、サラサラして流動性が良い。微粒子では質量が径の3乗に比例して小さくなるから、粒子間のポテンシャルが大きく、凝集しやすく流動性の悪いフワフワの粉体となる。しかし、運動量の大きい粗粉体は粒子間相互作用力が無視できるので、常に最密充填状態に近く、粒子の自由体積が少なくなるから、容器内での攪拌などでは移動しうる空隙をつくる——体積膨張をさせるのに大きなトルクが必要になる。すなわち、流動に際して必ず体積の膨張を伴うダイラタンシーとなる。

空隙を満たすものは空気に限らない。水その他の液体がその空間を満たしていても意味は同じである。スラリーにおいて、分散媒が多いということは粒子の自由体積が多いということにほかならないのである。Fig. 4は硬質頁岩の粉砕物に適当な分散媒を添加して混練した坯土

Table 4 試料の粒度と P_0 , ϕ_0

試料	フルイ No. (ASTM)	代表粒子径 (μm)	P_0 , Kg/cm ²	ϕ_0
A	40~50	350	330	0.204
B	20以下	300	420	0.200
C	50~100	220	490	0.210
D	100~200	110	700	0.208
E	200以下	30	1,100	0.212

のエクストルーダー押し圧力 P の、分散媒容積分率 ϕ による変化を示したもので、 P は ϕ によって指数関数的に変化し、 ϕ と $\log P$ の関係は直線となる。その勾配はヘキサメタリン酸ナトリウムのような分散剤を加えると大きく、ポリエチレンオキサイドのような凝集剤の添加で小さくなるが、その外挿値は一点に集まる。そのときの圧力を P_0 、容積分率を ϕ_0 とすると式 (3) が得られる。

$$P = P_0 e^{-k_x(\phi - \phi_0)} \quad (3)$$

定数 P_0 は、Table 4 のように粒度が小さいほど大きくなるが、 ϕ_0 は粒度に関係なく一定である。 ϕ_0 はこの試料の最密充填における空隙率であり、このとき粒子は直接に固体同士で接触するから分散剤・凝集剤の効果はあらわれない。 P はエクストルーダーから押し出される際の粒子間の相互作用力だから、粒度が小さいほど接触点数が多く、大きな力を要することになる³⁾。

ϕ の増加は空隙をつくるエネルギーであり、粒子間ポテンシャルは k_x である。すなわち粉体系の流動現象における基礎的な因子が粒度 (運動エネルギーおよび単位体積中における作用単位——粒子数として)、粒子間相互作用力、空隙の存在であることがわかる。

このことは乾いた粉体の流動現象でも同じである。

b) 保形

保形は成形された状態をそのまま保てばよいのだから原理的には簡単である。まず、粒子の流動を防ぐために空隙を減らし、次に粒子間を固結させる条件を、材料と目的に応じて選べばよい。他物質の存在なしで強く保形するのは焼結である。これはいろいろの形があるが、本質的には固体分子の拡散によるものだから、粉体であることは重要な条件であり、その応用分野はきわめて広い。粒子の反応による固結の典型的なものはセメント・コンクリートである。このような反応を伴う場合には、成形から固化までに時間を要するので、流動性を下げて保形をよくするために骨材を加える。保形のプロセス、とくに一次保形では流動化のためだけに施された処理の後始末が多い。水分によって可塑性を与えられていた陶磁器などでは、その形を変えることなく脱水して固化さ

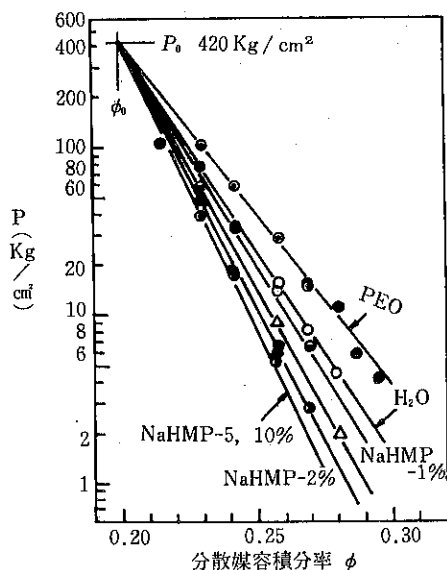


Fig. 4 Hard Shale 坯土の押し圧力 P と分散媒の容積分率 ϕ の関係³⁾

Table 5 粉体の成形法

粉体の状態	成形過程		2次成形 ^{*1}	保形過程		2次保形
	方法	粒子支持力		方法	固結力	
乾燥粉体	振動、タッピング 圧密 ホットプレス	粒子間凝集力 焼結	焼結	加熱乾燥 固結剤 加熱	粒子間凝集力 固結 焼結	加熱 焼結
複合粉体	振動、タッピング 圧密 ホットプレス	結合剤 結合剤、焼結		加熱	結合剤 反応 焼結	加熱 固化 焼結
湿潤粉体	振動 圧密 振動流動化	液膜付着力 チクソトロピー 液膜	機械加工	乾燥 加熱	粒子間凝集力 焼結	加熱 焼結
坯土	機械成形 型押し エクストルーダー インジェクター ロール ドクターブレード	毛管力、表面張力 " " 高分子粘結剤 " "	機械加工	乾燥 加熱	粒子間凝集力 焼結 焼結	加熱 焼結 重合 固化
スラリー	鑄込み 抄造	脱水後毛管力 水和反応 粒子のカラミ合い	接合など 機械加工	乾燥 水和反応	粒子間凝集力 粒子間構造 反応生成物	加熱 焼結 重合 表面処理 固化

* 1 2次成形は1次保形の後で行なうことも多い。

せることが重要なのである。

現在よく用いられる粉体材料の成形法をまとめてみると Table 5 のようになる。

このような成形過程で、とくに無機材料の場合に重要なのは焼結現象である。

c) 焼結

粉体をその融点以下の温度で加熱したときに生じる粒子間の焼付き現象およびその過程を焼結という。焼結は固相間でおこる現象であるが、粒子混合物中に融点の低い相が含まれていたり、相間の共融点が低くて、加熱により少量の溶融物が生成し共存のもとで焼結が進行することもある。この溶融物の量が多くなり数10%にもなるときは磁器化やガラス化であり焼結ではない。

焼結の進行によって粒子間の空隙が減り、系全体が緻密になって成形体は収縮するが、このような過程を支配するのは焼結体の全自由エネルギーの減少であり主として粒子の表面エネルギーの減少である。

焼結の機構には Fig. 5 に示したようなものがあり、要因によってそれぞれ違った速度式があるが、どの場合も焼結の進行は粒子径に逆比例し、時間に比例する。しかし実際には粒子径の効果が支配的で焼結時間をあまり長くしても効果は少ない。また、焼結原料の生成の履歴も大きく影響する。これらの例⁴⁾を Fig. 6, 7 にあげておく。これらは仮焼温度の低い方が結晶構造の乱れが大きく活性であることを示している。同様に、粉碎によってもいわゆるメカノケミカルな効果で粒子構造の乱れが生じ、反応性などに影響を与えることが知られている。このよ

うな効果はいずれも粒子表面エネルギーの問題であり微粒子になるほど強くあらわれることになる。

d) 充填

このように粉体の反応性は微粒子ほど増すが、前に述べたように粉体の力学現象は粒子の運動エネルギーと粒

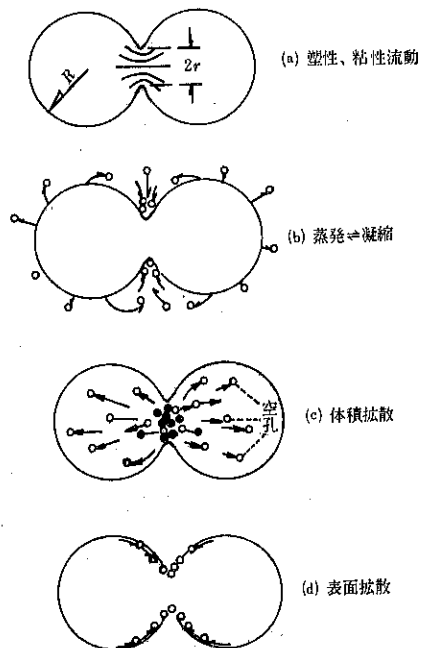


Fig. 5 焼結の機構

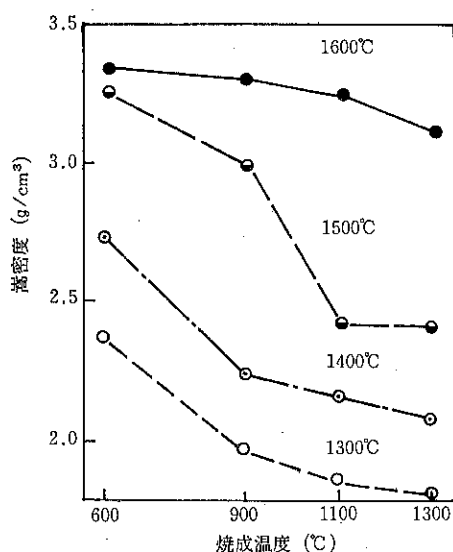


Fig. 6 水酸化マグネシウムの仮焼温度と得られたマグネシアの焼結体かさ密度 (浜野)⁴⁾

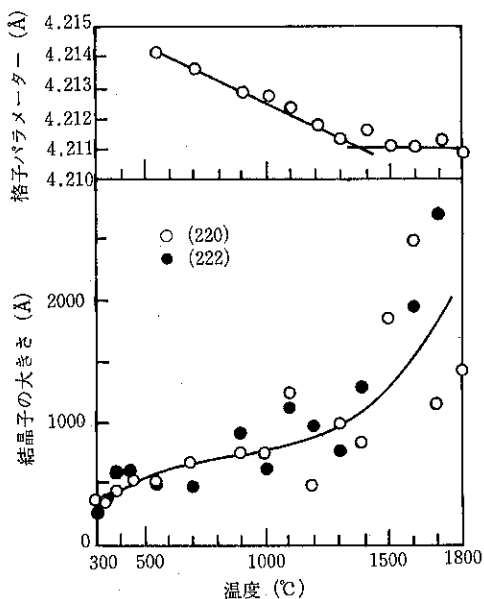


Fig. 7 水酸化マグネシウムの仮焼温度と生成したマグネシアの格子定数およびクリスタットの大きさ (浜野)⁴⁾

子間力に支配されるから、粒子径が小さく質量が減少するほど粒子間相互作用力の影響が強くなり、充填、圧密など粉体の処理操作がしにくくなる。したがって実際の製品をつくるためには丁度適当な粒度の材料が存在する筈で、その値は目的と操作によって当然、異ってくる。

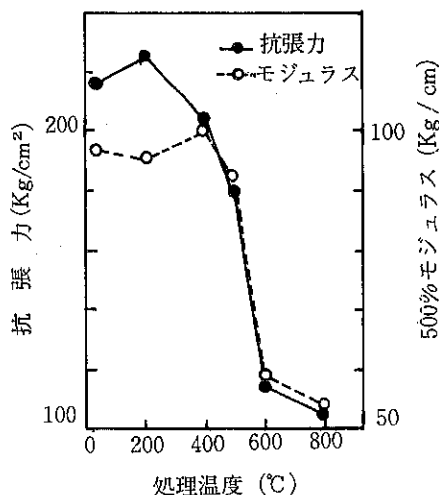


Fig. 8 ハードクレーの熱処理温度と補強性の関係⁵⁾

5.2 高分子材料充填剤

ゴム、高分子材料などに用いる充填剤は粉体材料の大きな応用分野の一つである。補強性充填剤の効果は原理的にはアインシュタインの粘度式に示される分散質の体積効果による粘性の増加と、粒子表面官能基と高分子ラジカルの結合による網目構造の形成である。Fig. 8は合成ゴム(SBR)用の補強性充填剤であるカオリンを熱処理して補強性の変化をしらべた例⁵⁾であるが、約400°C以上の加熱で急に抗張力が低下することがわかる。しかしこのカオリンの粒子形状や比表面積は熱処理によってほとんど変化しないから、この場合の補強効果はカオリン粒子表面官能基 Si-OH とゴム分子の相互作用で、熱処理によって OH が消滅したことがわかる。また、Fig. 9 は同じくカオリンとタルクを摩砕し、メカノケミカル変化を与えて補強性への効果をしらべた例⁶⁾で、ある程度以上比表面積が増すと補強性がかえって低下していることを示している。しかし表面活性の目安である浸漬熱は摩砕により増加しているから表面活性の低下ではなく、摩砕した粒子の凝集性が増し、ゴム中への分散状態が悪くなったことに原因がある。このように粉体材料では処理によって相反する現象が生じることが多く、適当な条件を見出して材料設計をおこなう必要がある。それとともに粉体の粒子を媒質中に分散させる技術が重要であり、粒子表面と媒質の親和性、すなわち広義の“ぬれ”性の機構を理解することが望まれる。

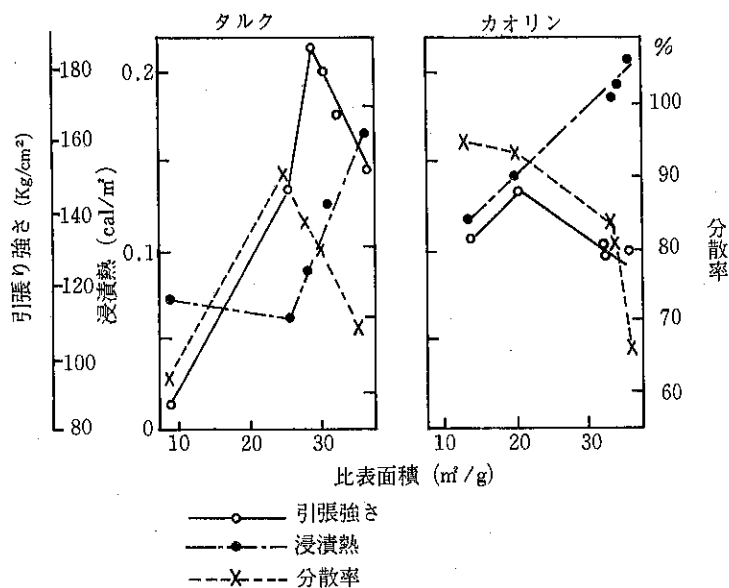


Fig. 9 タルク、カオリンの摩砕による物性の変化⁶⁾

6. ファインな粉体のつくり方

新材料素材として用いられる粉体はいわゆる Fine な粉といわれるものが多い。ここで“Fine”というのは化学組成として高純度であり、微粉体または粒度や形状がよく制御してあるものをいう。このような粉体を得るための方法と、それらによって得られた粉体粒子の性状について少し触れておく。粉体の製法は大別すると次のようになる。

- (1) 固体を細分化する——粉砕
- (2) 分子を集める——反応
- (3) はじめから粉体である——天然物

粉砕は粉体をつくるために最も普通の操作であるがファインな粉体を得るためにはかなり多くの問題を含んでいる。まず、少なくとも $1\mu\text{m}$ 程度以下の微粉体を効率よく得ることと、粉砕時に不純物が混入しない——または不純物を除去できることである。Table 1 に示したように、粒子が小さくなることは粒子の表面エネルギーが全凝集エネルギーに近づくことだから、粉砕という固体の比表面積を増加させる操作では粒度が小さくなるほど効率が低下する。また粉砕機自身の摩耗による不純物の混入があるが、これは耐摩耗性、超硬度の新材料の開発によって解決できるかも知れない。いわゆる同体摩耗を利用することも一つの方角であろう。いずれにしても十分に念を入れた丁寧な粉砕が必要であり現状ではこれらが完全に解決されているとは云えない。

(3) の天然物は特殊のものを除いてそのまま利用できるものはほとんどない。結局、ファインな粉を得るには九分通りは何らかの化学反応によるもの、すなわち原子や分子を集め、組みあげて粒子をつくることになる。

反応開始時の物質の状態によって 2, 3 の例を挙げておこう。

Fig.10⁷⁾ は N_2 、 Ar 、 He などの不活性気体中で金属を蒸発させて凝縮させ、金属超微粉体を製造する装置の原理図である。鉄、ニッケル、鉄・ニッケル合金などの $20\sim 300\text{ nm}$ 程度の微粉体が試験的に数 10 kg の規模で製造され、その材料特性が検討されている。

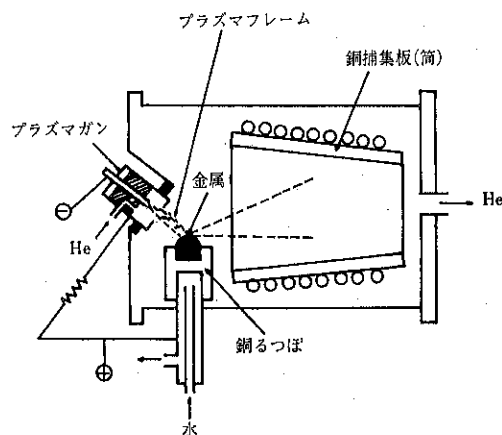


Fig.10 プラズマ加熱超微粉生成実験装置⁷⁾

SiCl_4 や TiCl_4 など金属の塩化物蒸気の熱分解や加水分解によって SiO_2 や TiO_2 を製造する方法は工業プロセスとして定着しているし、この方法で得られた乾式法微粉末シリカは Airosil などの名称でかなり以前から工業粉体として広く使用されている。金属カーボニルやアルコキシドなどの分解によって金属や金属酸化物のファインな粉体が得られる。このように気体——蒸気から微粉体を得るのは広い意味で PVD (Physical Vapor Deposition) とか CVD (Chemical Vapor Deposition) と考えてもよい。

これらの例を **Photo. 1, 2** に示すが、これらの粉体は一般に $0.1\mu\text{m}$ 程度以下の超微粉体が多く不純物は少ないが、見かけ密度が小さく嵩が高いので取扱いが厄介な

ものが多い。

液相中で沈でんとして製造するのは反応条件の制御が比較的容易であり、いろいろの粒度、形状の粒子が得やすいので多くの粉体製造に使用されているが、製法や物質によっては乾燥工程や、微量の不純物の除去に特別の工夫がいる系もある。

固体粒子の分解反応による粉体製造も多く、とくに最近のファインな材料の素材に用いられている各種酸化物にはその例が多い。この場合、主な金属元素はもとの結晶の構成物質としてその格子の中に組込まれているから、固相内で拡散して微粒子が成長することになる。分解して放出される H_2O , CO_2 , SO_2 などの分だけ体積が減少するので **Photo. 3** のようにもとの母塩の形骸をと

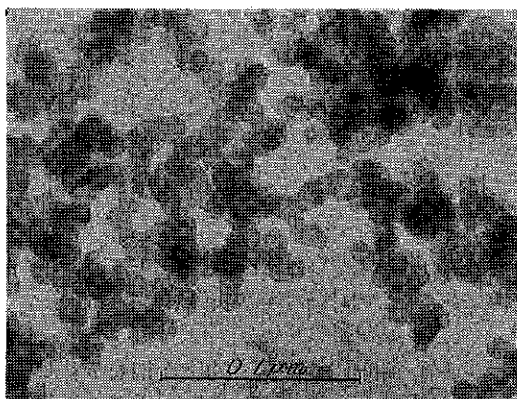


Photo. 1 コロイダルシリカ (乾式法)

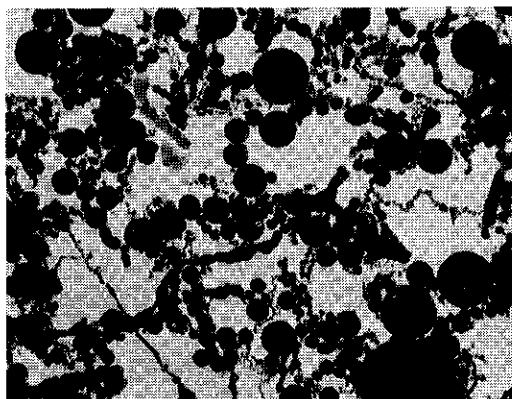


Photo. 2 カーボニル分解鉄

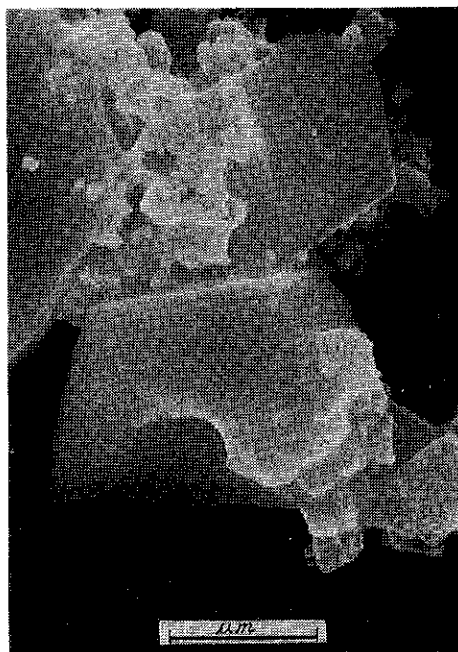
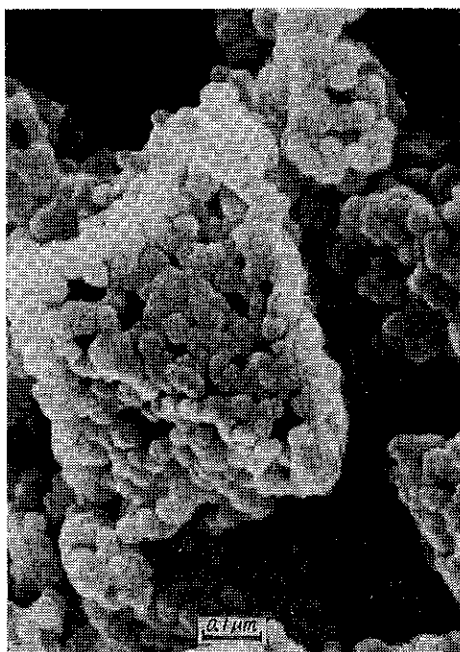


Photo. 3 SnO_2 (分解生成した形骸粒子(左)と焼結生成した単粒子)

どめた微粒子の集合体、いわゆる形骸粒子になることが多い、このような形骸粒子は加熱などにより焼結し、次第に単結晶に生長するが、この経過をあわせて示しておく。

以上のように、粉体材料がファインになるにつれてこれら进行处理する操作、装置もそれに適合する方向に開発、発展してゆかねばならない。粉碎、分散、混合、造粒、輸送といった基礎的な単位操作が、これらの Fine Powder を取扱うプロセス全体の作業性を向上するための条件にあわせて再検討を要求されるわけである。機械技術者としても微粉体物性に対する基礎的な知識の把握が望まれる。

参 考 文 献

- 1) 高田利夫 “第6回粉体セミナーテキスト” p. 38 粉体粉末冶金協会 (1969)
- 2) J. H. Lin, P. Somasundaran, Powder Technol., **6** 171 (1972)
- 3) M. Arakawa, S. Banerjee, W. O. Williamson, Am. Ceram. Soc. Bull., **50**, 933 (1971)
- 4) 浜野建也, 表面, **18**, 276 (1980)
- 5) 水渡英二, 荒川正文, 日本ゴム協会誌, **36**, 704 (1963)
- 6) 貫井, 甲斐田, 古沢, 荒川, 水渡, 日本ゴム協会誌, **49**, 230 (1976)

特許一言メモ No. 39

特 許 庁 長 官

特許庁への差出し書類の宛名は、ふつう長官名とする。だから特許出願する人は、まず、お目にかかるお名前である。

ところで問題は、今、どなたが特許庁長官か判らぬ所で、何かの本で調べたお名前が何代も前のかただったりすると、かえって失礼か、自らの不勉強を世にさらすことになる。

そこでよく判らないとき、さきの宛名は単に特許庁長官殿」としても充分に用が足せる。ただ、特許屋を自負する人は、それでは格好がよくないので特許庁長官のお名前を正しく記入するほうがよい。

特許庁長官は初代の高橋是清氏にはじまり、いま57代目だが、最近では2～3年で交代されている。

(近時 特許庁長官名 ○内は代目を示す)

- | | |
|------------|------------|
| ④⑤ 倉 八 正 | ⑥② 斉 藤 英 雄 |
| ④⑦ 川 出 千 速 | ⑥③ 片 山 石 郎 |
| ④⑧ 山 本 重 信 | ⑥④ 熊 谷 善 二 |
| ④⑨ 荒 玉 義 人 | ⑥⑤ 川 原 能 雄 |
| ⑤⑩ 井 土 武 久 | ⑥⑥ 島 田 春 樹 |
| ⑤⑪ 三 用 幸 夫 | ⑥⑦ 若 杉 和 夫 |

昭和57年6月より現在に至る)

(技術資料室)

特許一言メモ No. 40

特許でよくいう「ホウタイ」とは

特許屋は特許独特の用語を平気で使い、一般の人からいよいよ難しがられる要因となる。

その一つに「ホウタイ」というのがある。これは字で書くと包袋となり、特許庁に提出された出願書類と、特許庁が応対した書類など、出願毎にすべての関係書類を入れたひとつつみの包袋を示しており、その中味を閲覧

することで出願から審査、公告から特許登録になった経過がよく判る。

そこで特許調査に多忙な特許屋は、きょうも、あしたも「ホウタイ」、「ホウタイ」といって走りまわっている始末、悪しからず。

(技術資料室)

ニューセラミックスについて

On New Ceramics

作花 済夫*

Sumio Sakka

1. はじめに

ここではセラミックスの研究者の立場からニューセラミックスの紹介をしたい。金属アルコキシドの加水分解によってセラミックスの原料粉末をつくる問題に触れるが、それ以外ここでは粉体材料を取扱うことはしない。その点御諒承下さるようお願いする。このニューセラミックスの紹介が粉体を専門に扱っておられる方の御参考になれば幸いである。

さて、陶磁器、ガラス、ホウロウ、耐火煉瓦、セメントなどの伝統的なセラミックスは高温でつくられ、高温まで耐える容器、不燃性の建築あるいは土木材料として知られている。しかしこれらのセラミックスは耐熱性を必要としない用途にもよく使われている。陶磁器製の食器、ガラス製の食器、びん、眼鏡、セメント、コンクリートなどはふつう常温またはそれに近い温度で使用される。そのようなセラミックスは他の金属あるいはプラスチック材料にない特殊の機能をもつわけではないので、価格が低いという利点がなければ金属や高分子で代用できるものが多い。

これに対して、ニューセラミックスはそれぞれ他のもので代えることのできない電気的、磁氣的、あるいは光学的機能を持ち、また極端に高い高温強度をもつという特徴を有しており、エレクトロニクス、通信、エネルギー、ライフサイエンスなどの技術の発展になくはならないものになっている。そこで、伝統セラミックスの場合とは逆に、従来から使われていた金属材料、高分子材料に代って新しく使用されようとしている。

ニューセラミックスとは何かという定義の問題があるが、ここでは独特の機能を有する無機材料と考えておく。セラミックスであるからプラスチックにくらべて耐熱性があるのは当然で、それだけでは独特の機能があ

るとは言えない。耐熱性と機械的強度、耐熱性と絶縁特性を兼ね備えているような場合は独特の機能を有すると考えてニューセラミックスの部類に入りたい。

2. ニューセラミックスの種類

いくつかが剥落したために有名になったスペースシャトル用のタイル(SiO_2 ガラス繊維の集まり)とセラミックエンジン用のセラミックス(窒化ケイ素および炭化ケイ素)だけがニューセラミックスではない。このほかに多種多様のニューセラミックスがある¹⁾。その大部分は単にセラミックスと呼ばれている。

ニューセラミックスを構成物質の化学組成に基づいて分類すると Table 1 のようになる。大別すると酸化物と非酸化物に分けられる。まず酸化物について調べてみる。伝統セラミックスはほとんどすべてケイ酸塩であるが、ニューセラミックスではケイ酸塩は主役ではない。アルミナ(Al_2O_3)などの高融点単純酸化物、チタン酸バリウム(BaTiO_3)などの非ケイ酸塩複合酸化物が記してあるが、これらとともに Table 1 にあげてあるケイ酸塩はガラスと結晶化ガラスだけである。酸化物の特徴は、イオン結合性で、陽イオン(金属イオン)は必ず一定の割合で酸素イオンと結合していること、またすでに酸素の化合物となっているので高温空气中で酸化による変化をうけないことである。

非酸化物もニューセラミックスの主役である。フッ化物はガラスとしてこの仲間に入る。酸化物と同様化学的にはイオン結合性である。これに対し、他の多くの非酸化物ニューセラミックスは共有結合性の強い物質である。単体およびカルコゲン化物では共有結合性に由来する半導性、光伝導性が利用される。共有結合性の物質は、蒸着膜やガラスにするのは容易であるが、バルクの多結晶体として緻密なものにつくりあげるのはむづかしい。これは粉末を多結晶体に焼き固めるための焼結(シタリング)がイオン性材料よりもおこりにくいからで、そのため高温で強い材料になるように焼結させるた

* 三重大学工学部工業化学科
(〒514 津市上浜町)
Tel. (0592) 32-1211(代)

Table 1 化学組成によるニューセラミックスの分類

組 成	主要組成の例	結合性	特 徴	ニューセラミックスの例
酸 化 物	単純酸化物			
	Al_2O_3	イオン結合	絶縁性	IC基板, 人工骨
	SiO_2	"	低膨張	スペースシャトルのタイル, 光ファイバー
	複合酸化物			
	BaTiO_3	"	高誘電率	コンデンサー
	$\text{PbO-ZrO}_2\text{-TiO}_2$	"	圧電効果	ガスの点火
	$\text{ZrO}_2\text{-CaO}$	"	酸素イオン伝導	センサー
	$(\text{Zn, Mn})\text{Fe}_2\text{O}_4$	"	磁性	録音テープ粉
	$\text{K}_2\text{O-MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-F}$	"	鋸で切れる	磚 子
	$\text{Na}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2(\text{AgBr})$	"	フォトクロミック	可変サングラス
非酸化物	フッ化物			
	$\text{Al}(\text{PO}_3)_3\text{-AlF}_3\text{-NaF-MgF}_2$ $\text{-CaF}_2\text{-SrF}_2\text{-BaF}_2$	"	屈折率小	核融合レーザー
	$\text{ZrF}_4\text{-ThF}_4\text{-BaF}_2$	"	赤外透過	近赤外光ファイバー
	単 体	共有結合	半導性	太陽電池
	Si	"	光伝導性	ゼロックス光電膜
	Se	"	光伝導性	テレビカメラ
	カルコゲン化物	"	光伝導性	As-Se-Te
	窒化物, 炭化物	"	高温で強い	Si_3N_4 , SiC
				エンジン用セラミックス

めの研究がさかに行なわれている。

Table 2 はニューセラミックスを組織構造および形状によって分類したものである。組織に基づいて分けると、単結晶体、多結晶体および非晶質（またはガラス）がある。単結晶体は結晶全体にわたってFig. 1 (a)に示すように原子が規則正しく配列しているものである。多結晶体は同じく規則正しい原子配列をもつ微結晶粒子が集まったものである。これにたいし、非晶質の原子配列はFig. 1 (b)に示すように不規則である^{2,3)}。

単結晶体と非晶質体には粒界はないが、Fig. 2に示すように、多結晶体には粒界がある。このため粒子の寸法、粒界の構造、粒界の組成、表面の状態などが多結晶性のニューセラミックスの機械的強度、電磁気特性、光学特性に影響する。粒界構造があるために始めて必要な特性があらわれるものもある。たとえばバリスター特

性、非線形サーミスター特性、鋸で切れる機械加工特性などがそうである。多結晶体のニューセラミックスにはとくに重要なものが多い。

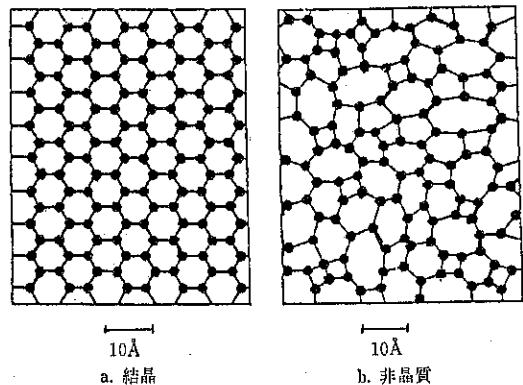


Fig. 1 結晶ならびに非晶質(ガラス)の原子配列

Table 2 組織構造および形状による材料の分類

組 織	原子配列	註
単結晶体	規則的	粒界なし
多結晶体	規則的	粒子と粒界
非晶質(またはガラス)	不規則	粒界なし
形 状	説 明	
バルク		
織 維		
膜	シート, コーティング	
多孔体	ハネカム状	

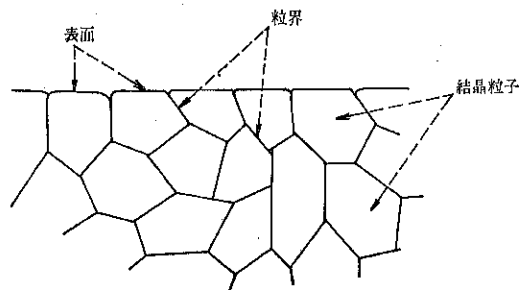


Fig. 2 多結晶体の組織を示す模型図

Table 2 に示すように、ニューセラミックスはバルク、薄膜（シートまたはコーティング）、繊維、ハネカム、多孔体のいずれかの形で使用されるので製造にあたっては組織の調整とともに成形の工夫も重要である。

Table 3 は材料の機能（はたらき）によってニューセラミックスを分類したものである。大きくは、電磁気材料、光学材料、機械材料、生体材料、触媒担体材料、センサー材料の6つに分けられる。このうち電磁気材料は開発が最も早く、また、現在ニューセラミックスとして実際に大きな偉力を発揮している材料である。光学材料としてのニューセラミックスには透明アルミナ多結晶体、光通信用ファイバー、レーザー、フォトクロミックガラスなどがあるが、このなかには電子工業の進展とともに研究が進み、その性能が一応の目標に到達して実用化されているものが多い。機械材料としての応用は比較的新しい。現在活発に研究が進められているセラミックエンジンがある。生体材料、触媒担体材料はプラスチック材料との競争が激しく、また一朝一夕に実用に踏み切れない面がある。着実に進歩しているが、個々の材料について実用の予測はむづかしい。センサー材料としてのニューセラミックスはその特性と効用が認められてきわめて活発に研究が進められ、実用されているものも多い。センサーは雰囲気中の温度、酸素ガスなどを感じる

もので、これらのガスの分圧によってたとえば $ZrO_2 : CaO$ を用いてつくった電池の起電力が変化することを利用してガスを検出する。

Table 3 の第2欄にはそれぞれの分野について重要な機能が記してある。それに対応する材料の例を第3欄に、応用例を第4欄にあげる。

3. ニューセラミックスの作成

ニューセラミックスの発展の動機は電子工業やライフサイエンスの発達、エネルギー問題や環境問題の発生が新しい性能をもつセラミックスの出現をうながしたことにある。これに呼応して従来の方法が改善され、新しい製造技術が考案された。以下に発達した製造技術を2、3の例について説明する。

3.1 焼 結

セラミックスを作成する方法にはいろいろあるが、焼結はそのなかで最も重要である。多結晶体セラミックスをつくるのにもっとも基本となる操作が焼結である。その技術の進歩を示すニューセラミックスの一つが透明アルミナ多結晶体である³⁾。粉末の焼結によってつくられる多結晶セラミックスはFig. 2に示すような構造をもつが、よく焼結させても一般に粒子間に空隙が残る、ま

Table 3 機能によるニューセラミックスの分類

分 野	機 能	材 料 の 例	応 用 例
電 磁 気 材 料	絶 縁 性	アルミナ マイカ結晶化ガラス	集積回路基板 機械加工のできる碍子
	誘 電 性 圧 電 性 イオン伝導性 半導性(光電性)	チタン酸バリウム チタン酸ジルコン酸鉛 ベータアルミナ シリコン ヒ素セレンテルルガラス	コンデンサー 点火器 電池隔壁 太陽電池 テレビ撮像管素子
	磁 性	フェライト	磁気記録
光 学 材 料	透 明 性	透明アルミナ	ナトリウムランプ発光管
	蛍 光 性 光 伝 達 性 感 光 性	レーザーガラス 光ファイバー フォトクロミックガラス	核融合用レーザー 光の電話線 可変サングラス
機 械 材 料	超 硬 性 耐 食 性 高 強 度 性	アルミナ、炭化ケイ素、窒化ケイ素	酸を抜かうポンプ、磁気テープ編集用はさみ、ガスタービン、旋盤
生 体 材 料	高 強 度 性 生 体 適 合 性	アルミナ、リン酸カルシウム	人工骨、歯
触媒担体材料	表 面 特 性	多孔性酸化物	固定酵素
センサー材料	雰 囲 気 感 受 性	酸化亜鉛、安定化ジルコニア	湿度センサー、酸素センサー

た、粒子内に体積で1~2%以下の気孔が残存し、これが光を散乱するので、ふつうは不透明である。そこで、次の工夫をして透明なアルミナをつくる。

(1) アルミナ粉末原料を微細で活性の高いものにして焼結反応を促進し、粒間の空間をなくする。このためには熱分解によって Al_2O_3 にかわる前の原料の Al の塩（たとえば硫酸塩）をよく選り、その加熱処理を工夫して微細な粉末にする⁹⁾。Al のアルコキシドを加水分解してつくる Al_2O_3 粉末も活性を有する。

(2) 0.05%程度の微量の MgO を加え、結晶成長を抑えて粒子を小さく保つことによって粒界を通して気孔（原子空孔）がアルミナ系外に拡散して除かれるのを助ける。

(3) 焼成雰囲気として H_2 として酸素の欠陥をつくって気孔中の気体の拡散を促進する。

(4) 原料の純度を 99.99%以上に高くして粒界に光を散乱する不純物が残存するのを防ぐ。

ホットプレス（熱間加圧焼成）も透明なアルミナをつくるのに役に立つ。こうしてつくられた透明アルミナは照明用ナトリウムランプの発光管として利用される。

透明多結晶は光を透過耐熱材料として重要であるのはもちろんであるが、空隙や気孔が極端に少なく粒界の析出物もなく、理論密度の 100%近くになるように焼結されたものであるから、同じ組成の多結晶中で最高の機械的強度、化学的耐久性を示す優れた材料である。最近粉末成形体を $1000^\circ\text{C}\sim 1800^\circ\text{C}$ で 1000気圧~2000気圧に達する高圧を Ar のような不活性ガスによって加える熱間静水圧圧縮法（HIP）が緻密な材料をつくるのに使われている⁹⁾。

3.2 精製（純粋化）

材料の純度を極限まで高める努力を行なって得られたニューセラミックスの例に光通信用ガラスファイバー（光ファイバー）がある⁹⁾。光ファイバーは実用されているが、実用化に成功するに至ったのはガラス中にあって光を吸収する Fe, Cu, Ni, Mn などの遷移金属と水分を ppm または ppb の程度にまで徹底的に低下させた結果である。このためには分析、精製の技術を駆使して原料の純度を向上させ、溶融過程で不純物が空気中から入らないようにする努力が積重ねられた⁹⁾。最高品質の光学ガラスでも 100m の厚さにすると光の強さは百万分の一に減少するのにたいし、石英ガラス系の光ファイバーでは 1km さきまで 30~90%の光が失なわれずに伝わる^{10,11)}。このような光ファイバーではほとんど理論的限界まで損失が少なくなっている。すなわち、ガラスの製造欠陥はもとより不純物による損失がなく、残るの

は、ガラスの組成によってきまってしまう密度のゆらぎによる固有の光散乱だけである。

電電公社茨城電気通信研究所で開発され、性能がもっとも優れた石英系光ファイバーをつくる VAD 法（Vapor Phase Axial Deposition, 気相軸付け法）と呼ばれる方法を例としてどのようにして不純物のない光ファイバーがつくられるかを考えてみる^{10,11)}。このファイバーの長さ方向に垂直な断面をみると中心に近いところでは SiO_2 ガラス中の GeO_2 濃度が高く、外側に行くほど GeO_2 が少なくなっている。このガラスをつくるために原料としては常温で液体の SiCl_4 と GeCl_4 を使用する。これらの化合物は常温で液体であるから、蒸溜を繰返して精製することができ、それによって遷移金属を去除することができる。これを高温でアトマイザーから吹き出し、気相で酸素素焼で加熱して酸化させ、できた酸化物粉末を石英ガラスにくっつけて上にひきあげると、粉末の集まりの棒ができる。原料が塩化物であるからこうしてできたガラス粉末の凝集体に含まれる水分の量は酸素素炎を使用するにもかかわらずふつうのガラスをつくる時に比べて極めて少ない（数十 ppb）が、これをさらに少なくする（数 ppb 以下にする）ためにガラスを塩化チオニル中で加熱処理する。この処理によって



の式によってさらに OH が除去され、その値は数 ppb 以下になり、0.5 dB/km (1km で 90%の光が残る) ~ 2dB/km (1km で 60%の光が残る) の極端に低損失の光ファイバーができる。ガラス中にハロゲンが若干残るはずであるが、これは光吸収をおこさないから光ファイバーの特性に影響しない。

3.3 成 形

ハネカムセラミックスと呼ばれるニューセラミックスがある。これは、たとえば 0.2mm 厚の薄いセラミックの壁でしきられた 4 角形や 6 角形の貫通孔が 1cm^2 あたり数十個もあけられた素子である。単位体積あたりの表面積が大きいので、これをアルミナでつくると高温用触媒担体となり、孔表面に触媒をつけて排気ガスの処理に使うことができる。またこれを半導体のチタン酸バリウムでつくると、多量の熱を発生させるための発熱体素子としても役に立つ¹²⁾。たとえばこれに電気を流し空気を送ると空気が加熱多孔体中を通して暖められるから、効率のよい乾燥機（たとえばヘアドライヤー）に使うことができる。貫通孔があり、壁が薄くて熱をとり出すのが容易であるためである。

これをつくるには、薄い壁をつくるための原料の調整、バインダーの選択、真空土練機による混練操作、押

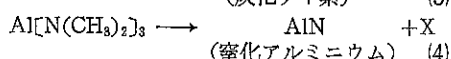
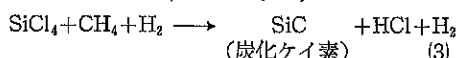
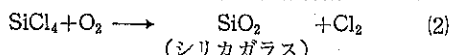
し出し成形、焼成条件の選択などの一つ一つに従来の技術を総合して求められた新しい技術を必要とする。この新しい技術を使って薄いのに強度の大きい焼結体ができ上るようになったわけである。

3.4 薄 膜

ニューセラミックスの発展に大きく寄与しているものに薄膜コーティングの技術がある^{13)~16)}。Table 4 に例を示すように、これは基体（サブストレート）に薄膜を施こして基体の機械的強度、耐摩耗性、耐酸化性を向上させたり、特殊の光学特性、電気特性をあたえるのに使われる。薄膜をつけるには物理蒸着（略称PVD）と化学蒸着（略称CVD）がある¹⁸⁾。

セラミック薄膜の作成によく使われるスパッタリング¹⁴⁾は物理蒸着の一つで、イオンを蒸着用原料固体の表面にあてて原料の原子、分子またはその小さい集合体をとび出させこれを基体上に凝着させる方法である。原料がいったん原子、分子あるいは分子のオーダーのクラスターに分けられたのち基体表面に凝着するので、緻密で強固な膜ができる。

化学蒸着も同様に緻密な膜をつくるのに適している。この方法は原料ガスを流し、高温の基体表面で反応させて不揮発性の固体に変えて凝着させるものである。固体を生成させるための化学反応には、次式で表わされるように、酸化、還元雰囲気での反応、熱分解などがある。



化学蒸着は薄膜コーティングだけでなく、焼結や溶融で

作りにくいバルク材料を合成するのにも利用される¹⁶⁾。たとえば(2)式のような反応を利用してシリカ-チタニア系 (SiO_2 - TiO_2 系) の零膨張ガラス体が作られる¹⁷⁾。グロー放電は反応ガス混合物をグロー放電で励起させて反応させるものである。

なお、機能材料とガラスの粉末からできているペーストを焼きつけて基体に種々の電気特性を与える厚膜もニューセラミックスの活用に欠かせないものである¹⁹⁾。電極となる銀-パラジウム (Ag-Pd) 厚膜、抵抗体やサーミスター¹⁹⁾ となる酸化ルテニウム (RuO_2) 厚膜、コンデンサーとなるチタン酸バリウム (BaTiO_3) 厚膜、バリスター²⁰⁾ となる酸化亜鉛 (ZnO) 厚膜などがその例である。セラミック多層配線基板²¹⁾の作成にはアルミナペーストが重要な役割を果たしている。

3.5 有機物原料からの作成

最近注目されている製造法に金属の有機化合物からセラミックスをつくる方法がある。矢島ら^{22), 23)} はケイ素 (Si) の有機化合物を分解する方法で、高温強度の大きい炭化ケイ素 (SiC) の繊維をつくった。彼らはドデカメチルシクロヘキサシランをオートクレーブで 400°C において48時間処理することによってポリカルボシランポリマーに変え、そのうちの分子量が約1500以上のものをベンゼンに溶かして粘性溶液とし、この溶液から繊維をひいた。これを真空中で加熱すると 1000°C で黒い SiC 繊維になり、 $1200\sim 1500^\circ\text{C}$ で加熱すると $30\sim 70\text{\AA}$ の β - SiC 粒子から成る強い繊維となった。Yoldas²⁴⁾ はアルミニウムブトキシド $\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$ の加水分解によって透明な多孔質アルミナ (Al_2O_3) をつくった。これは60%の開口気孔を含み、そのため優れた触媒担体となる。

金属アルコキシド溶液に水を加え、加水分解と重合反

Table 4 ニューセラミックスへの薄膜技術の応用^{13), 14)}

目 的	基 体	薄 膜	作 成 法	応 用
特 性 改 善				
強 度	炭素繊維	ホウ素、炭化チタン	化学蒸着	複合材料
耐 摩 耗 性	鋼	炭化タングステン、炭化チタン	化学蒸着、スパッタリング	機械部品、切削工具
耐 酸 化 性	グラファイト	炭化ハフニウム	化学蒸着	高温容器
耐 雰 囲 気	シリカガラス	窒化ケイ素	化学蒸着	表面保護
特 性 付 与				
光 学 特 性	シリカガラス管	ドーブしたシリカガラス ($\text{SiO}_2 : \text{Ge}$, $\text{SiO}_2 : \text{B}$)	化学蒸着	光ファイバー
導 電 性	板ガラス	酸化錫インジウム	化学蒸着、スパッタリング	透明電極
光 伝 導 性	ガラス	ヒ素セレンテルルガラス	スパッタリング	テレビ撮像管
光 起 電 力	ガラス	水素ドーブシリコン	グロー放電	太陽電池

応をおこさせてゲルとし、それを加熱すると低温の加熱でガラスをつくることができる²⁵⁻²⁷⁾。板ガラスやびんガラスをつくる従来のガラス製造法では原料粉末を1600°Cや2000°Cの高温まで加熱、溶融する必要がある。この方法では溶融する必要がなく、シリカガラスでも800°C~900°Cまでの加熱でつくることができる。低温の加熱で済むので、従来の溶融法ではつくりえない新しい組成のガラスをつくることもできる。このような非溶融法（アルコキシド法とも低温合成法とも呼ばれる）でシリカ-チタニア系（ SiO_2 - TiO_2 系）ガラスを作る過程をFig.3に模式的に示す。アルコキシド混合溶液に水と酸のアルコール溶液を加えて加水分解を起こさせてゲルとし、これを加熱してガラスとする。加水分解の途中で繊維状に引き加熱すると、ガラス繊維ができる。

金属アルコキシド溶液を原料としてガラス薄膜でコーティングすると基体を高温まで加熱することなく膜を付着させることができる²⁸⁾。ガラスを基体とすると、化学

的耐久性の増大、光学的特性の付与、着色が可能である。ガラス以外のセラミックス、たとえばアルミナをガラスでコーティングして表面特性を変化させることもできる。金属を基体とすると、腐食、酸化の防止、絶縁性の付与が可能である。プラスチックの表面の保護および反射率の減少も目的の一つとなる。

金属アルコキシドの加水分解によってできる酸化物粉末をセラミックスをつくるための原料として使うと、種々の利点があり、優れたセラミックスをつくることができる。すなわち、低温で焼結が行なえるし、多成分系の場合は酸化物粉末とした時点ですでに混合あるいは異なる成分の間の結合が起っているので均一な組成のセラミックスが得られる。Mazdiyasnîら²⁹⁾はバリウムビスイソプロポキシド $\text{Ba}(\text{OC}_3\text{H}_7)_2$ とチタンテトラキスターシャリ-アミロキシド $\text{Ti}(\text{OC}_5\text{H}_{11})_4$ の混合物をつくり、同時に加水分解して1 μ 以下の微細なチタン酸バリウム粉末をつくり、その粉末成形物を1300°Cで焼結させた。そうすると均質な構造の高密度の半透明体が得られた。Brown and Mazdiyasnî³⁰⁾はまた鉛イソアミロキシド $\text{Pb}(\text{OC}_5\text{H}_9)_2$ 、ランタンイソプロポキシド $\text{La}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ 、ジルコニ-アミロキシド $\text{Zr}(\text{OC}_5\text{H}_{11})_4$ およびチタン-アミロキシド $\text{Ti}(\text{OC}_5\text{H}_{11})_4$ の溶液混合物を加水分解させて高純度の鉛ランタンジルコニ-オチタネ-ト（PLZT）粉末をつくり、その粉末成型物を1050~1175°Cで焼結させた。これにより均一な構造をもち、粒子の微細な高密度透明焼結体が得られた。同様にアルコキシド混合溶液から出発して加水分解による方法で原料粉末を調製し、これを加熱焼結させる方法で Y_2O_3 - ZrO_2 系の緻密なセラミックス³¹⁾、 LiAlO_2 セラミックス³²⁾などが得られている。これらはふつうの酸化物粉末を原料とする場合よりも低い焼成温度で緻密で理論密度に近い焼結体となる。したがってこの方法は電磁気用ニューセラミックスや電気光学用ニューセラミックスをつくるのに適した方法であることがわかる。最近尾崎ら³³⁾は金属アルコキシドの加水分解によって $(\text{Ba}, \text{Sr})(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ 、 RFeO_3 、 $\text{R}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ （Rは希土類元素）、 ZrFe_2O_4 、 CoFe_2O_4 、 NiFe_2O_4 、 MgFe_2O_4 その他の電磁気材料としてのニューセラミックスの焼結用原料をつくるための研究を総合的に行なっており、この方法で粉末をつくと微細粒子となり、多成分では成分の混合が均質に行なわれていることを確かめた。成分の金属アルコキシドの加水分解の速度が異なる場合にも成分の混合が分子かまたはコロイド粒子のレベルで行なわれていることが確かめられた。

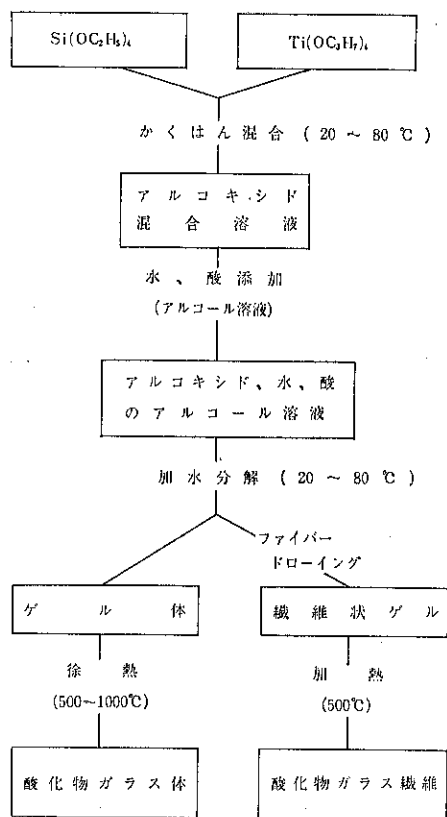


Fig. 3 アルコキシド法によるガラス体およびガラス繊維の調製。 SiO_2 - TiO_2 ガラスの場合を示してある。

4. ニューセラミックスの例

これまでに開発され、すでに実用されていたり、今後実用されると思われるニューセラミックスのうち前節までにとくに詳しく解説しなかったものに次の材料がある。

- (1) フェライト磁性体³⁴⁾：酸化物の磁石で磁気記録テープおよび磁気ヘッドの材料となる。
- (2) 強誘電体・圧電体³⁵⁾：コンデンサー材料、自動点火素子となる。
- (3) 核融合用 ガラスレーザ—³⁶⁻³⁸⁾：ネオジウムを含むガラスで波長 $1.06\ \mu\text{m}$ の光を出し、三重水素—重水素混合物に核融合反応を起させる。
- (4) フォトクロミックガラス³⁹⁾：ハロゲン化銀微粒子を含み太陽光で可逆的に黒化する。
- (5) 太陽電池用シリコン⁴⁰⁾：結晶質または非晶質で太陽光を電気に変える。
- (6) スペースシャトルのセラミックタイル⁴¹⁾。
- (7) 人工骨・人工歯材料^{42,43)}：アルミナおよびリン酸塩の結晶体やガラスで骨、関節、歯根の代用となる。
- (8) 触媒および酵素用担体材料^{44,45)}：多孔性ガラスおよび結晶体で、利用できる表面積が大きい。
- (9) センサー材料⁴⁶⁻⁴⁸⁾：湿度、温度などに感応して特性（電導度など）を変えるセラミックスが使われる。
- (10) セラミックエンジン：エンジンの作動温度を上昇させるためにエンジンをセラミックスでつくる⁴⁹⁻⁵¹⁾。これらのいくつかについて以下に簡単な説明を加える。

スペースシャトル

昨年と本年に2回にわたってスペースシャトルが地球と宇宙空間の間を往復し、その表面にニューセラミックスのタイルがつけられているというニュースはセラミックスにたいする人々の関心を高めた。このタイルは石英ガラス繊維を綿菓子のように集めてその中に多量の空気の隙間が含まれるようにしてくっつけたもので、スペースシャトルの大気圏突入時に発生する熱からスペースシャトルの本体を守るはたらきをする。熱を伝えないように空気の隙間を多くし、急熱急冷によってわれないうように熱膨張係数の小さい石英ガラスを使う。タイル自身は 1260°C までの温度に耐える。

人工の骨

セラミックスは人工の骨としてライフサイエンスの分野でも新しい優れた材料となると期待されている^{43,44)}。病気やけがで自然の骨やひざ関節の骨頭が欠けたときに、これを補うために、これまで使われてきた金属や

プラスチックに代るもので、現在主としてアルミナが用いられている。これにより、人体中でこれまでより5年も10年も長く保たせようと考えられている。

センサー

センサーにはニューセラミックスでつくられるものが多い⁴⁶⁻⁴⁸⁾。センサーとは人間の目、耳、鼻にあたる役割を果たす装置で、煙の中の酸素を感じる酸素センサー、湿度を感じる湿度センサーなどがある。たとえば酸素センサー⁴⁸⁾は酸素イオンが移動できる $\text{ZrO}_2:\text{CaO}$ 固体電解質の両側に電極をつけ、内側には大気を入れ、外側には測定すべき雰囲気と触れさせて酸素の濃度の違いによって生じる起電力を測定し、雰囲気中の酸素濃度を求める。

セラミックエンジン

熱機関の熱効率は

$$\eta = (T_1 - T_2) / T_1 \quad (5)$$

で表わされる。ここで T_1 は作動温度、 T_2 は熱を放出する温度（室温に近い）である。この式から、作動温度が高いほど熱効率がよく、省エネルギーとなることがわかる。そこで高温で作動させるためにエンジンのガスタービンをセラミックスでつくる発想が生まれた。しかしたとえば、温度を 1000°C から 1300°C まで上げると腐蝕しやすい金属材料を使うことはむづかしく、耐食性が高く高温強度の高いセラミックス材料が必要となる⁴⁹⁻⁵¹⁾。

これまで窒化ケイ素 (Si_3N_4) と炭化ケイ素 (SiC) が材料の候補に選ばれているが、それはこれらの材料がセラミックスの中で最高の特性を示すものと考えられるからである。しかし、これらの材料にとってもガスタービンの部品として耐えなければならない条件は非常に厳しい。ガスタービンのブレード（翼）がさらされる条件は次の通りである。

- (1) 温度が高い。
- (2) 局所的に温度差があり、熱応力が生じる。
- (3) 熱膨張差によりタービンブレードに応力が加わる。
- (4) 回転ブレードは高速で回転するので高い遠心力を受ける。
- (5) 高温で腐食性ガスにさらされる。

このような条件をセラミックスにあてはめると、高温で強度が高い材料と考えられているセラミックスにも次のような欠点があることがわかる。

- (1) 破壊エネルギーや破壊靱性値 K_{Ic} が低い。
- (2) 塑性変形しないのできずの部分の集中応力の緩和が起らない。
- (3) 強度のばらつきが大きい。

Table 5 各種材料の降伏応力および K_{Ic} の比較 (高原北雄, 松末勝利¹⁴⁹⁾による)

材 料	降伏応力(MN/m ²)	K_{Ic} (MN/m ^{3/2})
炭素鋼 (低強度)	235	>210
マルエジ鋼 (300 KSI 級)	1670	93
耐熱合金 (Inco 718 80K)	981	77
アルミ合金 (2024-T3)	392	34
Si ₃ N ₄ セラミックス (ホットプレス)	490	8.3
Si ₃ N ₄ セラミックス	160	2.0

Table5 はセラミックスの強度特性を金属のそれと比較したもの (高原, 松末) である。

セラミックスをタービン材料として使用するためには, 材料強度を高くし, そのばらつきを小さくするとともに, 弱い材料を破棄して強く寿命に信頼性のある材料を選び出す方策を考案することが必要である。 K_{Ic} が低いからきずが発生すると致命的であり, 従ってきずが発生しないような設計をすることも必要である。あるいは K_{Ic} を高めるためにセラミックスと金属の複合体 (サメット) を考えてみる必要もある。

5. おわりに

以上, ニューセラミックスに種々のものがあること, 製造にあたって原料の調製が重要であることなどが理解していただけたと考えている。また, この機会にニューセラミックスも従来のセラミックスがもっている欠点を有しており, したがってこれを一般の期待にこたえられる材料として完成させるためにはセラミックスの特性の基本をよく理解し, 新しい発想をとり入れることが必要であることを記しておきたい。

文 献

- 1) 作花済夫編, セラミックスを知る事典, アグネ (1982)
- 2) 作花済夫, 化学と工業, **32**, 653 (1979)
- 3) S. Sakka, Research Reports of Faculty of Engineering, Mie University **4**, 84 (1979)
- 4) 宗宮重行, セラミックス作成法, 実験物理学講座13 (中村輝太郎, 中田一郎編) 共立出版 (1981) 181—196
- 5) 宮内克己・戸田堯三, セラミックス, **12**, 13 (1977)
- 6) 加藤修三, セラミックス, **11**, 1101 (1976)
- 7) 小泉光恵, 島田昌彦, セラミックス, **16**, 835 (1981)
- 8) R. D. Maurer, J. Non-Cryst. Solids, **42**, 197 (1980)
- 9) 今川宏, 荻野直彦, セラミックス, **12**, 3 (1977)
- 10) 木村隆男, 化学の領域, **36**, 38 (1982)
- 11) 中原基博, 電子材料, **20**, 86 (1981)
- 12) 山本登, 和田重孝, セラミックス, **12**, 37 (1977)
- 13) 杉山幸三, セラミックス, **16**, 155 (1981)
- 14) 和佐清孝, 早川茂, セラミックス, **12**, 639 (1977)
- 15) 瀬高信雄, セラミックス, **11**, 630 (1976)
- 16) 平井敏雄, 新原皓一, 林眞輔, セラミックス, **13**, 861 (1978)
- 17) P. C. Schultz and H. T. Smyth, Amorphous Materials (R. W. Douglas 編, John Wiley and Sons, New York and London, p. 453 (1972)
- 18) 池上昭, セラミックス, **16**, 253 (1981)
- 19) 小田大, セラミックス, **14**, 215 (1979)
- 20) 池上昭, 有馬英夫, セラミックス, **14**, 220 (1979)
- 21) 福浦雄飛, 白水久晴, セラミックス, **16**, 273 (1981)
- 22) S. Yajima, J. Hayashi and M. Omori, Chem. Letters, 931 (1975)
- 23) S. Yajima, K. Okamura, J. Hayashi and M. Omori, J. Amer. Ceram. Soc., **59**, 324 (1976)
- 24) B. E. Yoldas, Am. Ceram. Soc. Bull., **54**, 286 (1975)
- 25) S. Sakka and K. Kamiya, J. Non-Cryst. Solids, **42**, 430 (1980)
- 26) 作花済夫, 表面, **19**, 430 (1981)
- 27) S. Sakka and K. Kamiya, J. Non-Cryst. Solids, **48**, 31 (1982)
- 28) 山本雄二, 神谷寛一, 作花済夫, 窯協誌, 328 (1982)
- 29) K. S. Mazdhyasni, R. T. Dolloff and J. S. Smith, J. Amer. Ceram. Soc., **52**, 523 (1969)
- 30) L. M. Brown and K. S. Mazdhyasni, J. Amer. Ceram. Soc., **55**, 541 (1972)
- 31) K. S. Mazdhyasni, C. T. Lynch and J. S. Smith, J. Amer. Ceram. Soc., **50**, 532-537 (1967)

- 32) S. Naka and Y. Suwa, 窯業協会年會要旨集, p. 81 (1972)
- 33) 尾崎義治ら, 窯業協会年會要旨集, p. 107, 108, 109, 110, 111, 112 (1982)
- 34) J. Smit and H. P. J. Wijn, Ferrites, Philips Technical Library (1959)
- 35) 岡崎清, セラミックス, 11, 622 (1976)
- 36) 穂坂公作, 泉谷徹郎, セラミックス, 10, 979 (1975)
- 37) M. J. Weber, J. Non-Cryst. Solids, 42, 189 (1980)
- 38) S. E. Stokowski, W. E. Martin and S. M. Yarrow, J. Non-Cryst. Solids, 40, 481 (1980)
- 39) 作花済夫, 化学工業, 189 (1978)
- 40) 浜川圭弘, セラミックス, 15, 89 (1980)
- 41) 曾我直弘, セラミックスを知る事典(作花済夫編), p. 263, アグネ (1982)
- 42) 加藤一男, 青木秀希, セラミックス, 15, 418 (1980)
- 43) 作花済夫, 小久保正, セラミックス, 17, 342 (1982)
- 44) 作花済夫, 化学と工業, 33, 549 (1980)
- 45) 作花済夫, 科学朝日, (1981年1月号) 53~57頁
- 46) 新田恒治, セラミックス, 15, 346 (1980)
- 47) 安達宏, 池田正義, セラミックス, 11, 198 (1976)
- 48) 黄木正美, セラミックス, 17, 19 (1982)
- 49) 高原北雄, 松末勝利, セラミックス, 15, 967 (1980)
- 50) 古浜庄一, セラミックス, 17, 34 (1982)
- 51) 浜野義光, セラミックス, 17, 39 (1982)

特許一言メモ No. 41

特許でよくいう「イ号」とは

「イ号」というと、イ号潜水艦を思い浮べる人もあろうが、特許屋は全く別な意味で侵害事件が勃発すると「イ号」を連発することになる。

これは特許権の実体が、その公報に記載された技術思想であるのに対し、侵害事実というのは対象とされる方法なり、物品を指すのでこれらを「イ号」方法とか、「イ号」物件とか、単に「イ号」品とかいっている。そしてこれは特許法第101条に規定された「侵害とみなす行為」に基づく侵害方法なり、侵害物件のことを指している侵害訴訟実務上の慣用語である。

もっとも一訴訟事件中に侵害対象物件が複数ある場合は、ロ号とかハ号とか呼ばれることになる。

こうして侵害事件が起ると特許を守る側は、「イ号」の正体をあばこうと追い求めるし、「イ号」呼ばわりされた方は懸命になって「イ号」をばかしたがるし、「イ号」からののがれようとする。そして、どうしても「イ号」からののがれられないときは特許権自体に噛みつく、「お前のものは特許じゃない!」と。

(技術資料室)

高分子複合材料の現状

井本 三郎*

Saburo Imoto

1. 高分子複合材料への期待

昭和48年、54年の石油危機による原料、エネルギーの価格の高騰を契機にし、省エネルギー関連の技術開発と社会的ニーズの多様化に対応した高機能性材料の開発が1980年代の高分子化学工業の大きな柱となっている。

Table 1 に示す通りプラスチック成形品の容積当たりの製造エネルギーは金属成形品より低い。強度材料としては、弾性率の高い鋳鉄、鋼板成形品が有利で、ダイキャストと強化樹脂はほぼ見合ったエネルギー量である。

成形品は容量因子と剛性因子を考慮し、目的に合わせた設計が必要（容量因子の大きなもの、ダイキャストなどはプラスチック代替が有利）となる。

自動車部品のような輸送用途の製品では、軽量化は燃費減少のような省エネルギー効果が達成される。

以上の如き省エネルギー材料としてのプラスチックの使用推移をTable 2 に示す。

石油の価格上昇は10倍に達しているにもかかわらずプラスチック成形品は競争力を発揮しており、今後ともプラスチックの1つの代替目標はアルミ・ダイキャスト、または鋳物であろう。

一方社会的ニーズよりの材料革新としては、燃焼効率を向上させる耐熱素材・情報・通信の高度化（IC→LSI、超LSIと高密度化するエレクトロニクス技術、情報メディアとしての光通信）のための電気的、光学的特性を備えた素材、医療の高度化（医療機器、生体の代替材料など）のための新材料といった機能性材料開発が進められている。このような高度な機能性は異種の材料を組合わせ、それぞれの長所を生かした複合材料にたよらざるを得ない。

このような材料開発は、中核的役割を果たし加工技術と密接に関連している場合が多い。プラスチックの軽さ、成形の容易さは最大の特長であり、それを利用し機能性を発揮する物質を複合化する方法は、益々必要とな

Table 1 一般成形品の全製造エネルギー⁽¹⁾

成 形 品	密 度 (g/cc)	剛 性 (鋼=1.0)	重量当たり (10 ³ kcal/kg)	容積当たり (10 ³ kcal/ℓ)	剛性当たり
鋳 鉄	7.8	1.0	8.8	68.6	68.6 ⁽¹⁾
鋼 板 成 形 品	7.9	1.0	7.9	62.4	62.4
亜 鉛 ダイキャスト	6.6	1.5	16.2	106.9	160.4
アルミ・ダイキャスト	2.7	1.45	23.0	62.1	90.0 ⁽²⁾
アルミ板成形品	2.7	1.45	41.2	111.2	161.9 ⁽³⁾
ガラス繊維強化 PET (30%)	1.6	3.0	28.4	42.6	127.8
ファイバー強化ナイロン 66 (30%)	1.3	4.0	30.7	39.9	159.6
S M C	1.8	2.6	19.2	34.6	89.9
ポリオレフィン成形品	0.9	6.6	26.2	23.8	157.4
エンブラ成形品	1.4	4.0	40.8	57.1	228.4

(注) (1) スクラップ70%投入 (2) 再生アルミ80%投入 (3) 再生アルミ20%投入

* 株式会社クラレ開発部

(〒530 大阪市北区梅田1丁目12-39 (新阪急ビル))

Tel. (06) 348-2111

Table 2 プラスチックと競合材料の価格・生産量推移¹⁾

材 料 製 品	全 製 造 エネルギー (10 ³ kcal/ℓ)	市 価 (円/ℓ)			生産量 (10 ³ トン)		
		昭 47	昭 55	55/47比	昭 47	昭 54	54/47比
粗 銅	46.8	510	790	1.5	100×10 ³	110×10 ³	1.1
亜 鉛	88.4	1,320	1,320	1.0	840	770	0.9
アルミ	135.3	485	1,510	3.1	1,600	1,700	1.1
ポリオレフィン	21.6	100	270	2.7	2,100	3,000	1.4
エンブレ	45.0	770	910	1.2	70	180	2.6
鋳物	68.6	760	1,250	1.6	4,000	4,500	1.1
鋼板	62.4	510	790	1.5	2,800	2,000	0.9
亜鉛・ダイキャスト	106.9	2,800	5,610	2.0	63	60	1.0
アルミ・ダイキャスト(鋳物)	62.1	1,260	2,125	1.8	370	580	1.6
ポリオレフィン成形品	23.8	770	1,200	1.6	13	33	2.6
エンブレ(ガラス繊維補強)成形品	39.8	1,400	2,100	1.5	10	23	2.3
S M C	34.6	540	900	1.7	300	500	1.6

Table 3 プラスチックの添加副原料の消費予測²⁾ (アメリカ)

(単位千トン)

原 料	1980年	1985年	1990年	年成長率(%)
増量/性能向上剤	1,610	2,585	4,170	11~12
(繊維)	513	1,100	2,550	15
強化剤(非繊維)	150	375	880	20
可塑剤	801	1,006	1,275	4~5
防炎剤	267	528	1,147	12~24
着色剤	159	206	268	5~7
配合用高分子	59	92	145	10
熱安定剤	51	73	107	7
酸化防止剤	17	21	26	4~5
帯電防止剤	2.5	3.9	6.2	9~10
紫外線安定剤	2.2	2.5	2.7	7

Table 4 プラスチックの増量/性能向上剤消費量³⁾ (アメリカ)

(単位:千トン)

原 料	1977年	1978年
炭 質	975	1,065
ク レ ー	91	100
コ ル ク	1.1	1.2
ガラス(球, 中空球, 繊維含まず)	8	9
パ ー ラ イ ト	3.3	3.6
穀(くるみ, ピーナツ, 米, 大豆)粉	3.1	4.5
シリカ(砂, 石英等)	35	38.5
でん粉, セルロース系	52	56.5
木 粉	42.5	46
合 計	1,211.0	1,324.3

ってくる。

過去量産化を追求してきた汎用素材の多くは、その市場の飽和化、国際競争力の低下により収益力の大幅低下を招いており、従って技術集約的な新素材を中心としたスペシャリティー製品への指向が強い。すなわち高分子材料においてはエンジニアリングプラスチック（以下エンプラと略す）の導入、および汎用樹脂の改質、複合化、加工技術の進歩により時代のニーズに即した新用途を指向している。

2. 高分子複合化材料の推移

米国におけるプラスチック添加副原料（加工助剤を除

く）の消費予測を Table 3 に示す。

増量／性能向上剤の内容はほぼ Table 4 に示す通り、特に増量／性能向上剤、強化材、防炎剤は成長率、量ともに大きい。

強化材として最も使用されているのはガラス繊維（GF）である。プラスチックのGF強化は不飽和ポリエステルにおいて最初に多量生産にはいり（1943年）、米国においては1960年までに製造技術が確立された。

日本においては、1955年技術導入により工業化が始まり、60年代後半以後販路が拡大された。

従って現在高分子複合材としては不飽和ポリエステル樹脂を主体とした熱硬化性FRP（他にフェノール樹

Table 5 プラスチック用添加フィラー消費推定量（日本）（昭和56年）
（単位：トン）

炭	カ	ル	51,000	（ゴム用 79,000）
タ	ル	ク	24,000	
酸化	マグ	ネシウム	800	（ゴム用 2,000）
ガラス	繊維		90,000	

Table 6 強化材の形状的分類と特長

分 類	強化材名	強化PP（強化材30%添加）の性質	
		引張強さ (kg/cm ²)	曲げ弾性率 (10 ⁴ kg/cm ²)
	な し	550	2.5
1 次元 { 繊維 針 状 }	ガラス繊維	1,300	8.2
	ガラスミルドファイバー	600	4.4
	ワラストナイト	600	4.5
2 次元・フ レ ー ク	マ イ カ	760	8.2
	タ ル ク	580	6.0
	ガラスフ レ ー ク	680	5.4
3 次元・ビ ー ズ	ガラスビ ー ズ	560	4.0

Table 7 主要プラスチックにおけるフィラーの種類と使用比率¹⁾

汎用プラスチック	フィラー名と使用比率 (%) (100%)						
PS及び(HIPS)	ガラス繊維 60.0	ゴ ム	40.0				
PP	ガラス繊維・ワラストナイト 25.0	タ ル ク	20.5	アスベスト 18.5	炭 カ ル 12.5	マ イ カ 7.5	硫酸バリウム 5.5
PVC	炭 カ ル 29.0	ガラス繊維 28.5	アスベスト 14.5	ワラストナイト 13.0	他(鉛、石コウ、マイカ) 15.0		
ABS	ガラス繊維 55.5	アスベスト 20.5	金 属 粉 7.5	他樹脂 コンパウンド 16.5			
AS	ガラス繊維 57.0	アスベスト 20.0	金 属 粉 8.0	他 コンパウンド 15.0			

エラプラ名	フィラー名と使用比率 (%) (100%)					
乾式ポリエステル成形材料	ガラス系 (ガラス繊維・チョップ) 100.0					
中高級フェノール成形材料	ガラス繊維 (ガラス基材・マット) 70.0	アスベスト 15.0	布 10.0	セルロース 5.0		
DAP	ガラス繊維 70.0	タルク 15.0	炭カル 10.0	炭 5.0		
PBT	ガラス繊維 65.0	ガラスビーズ 10.0	帯電防止 5.0	マイカ 7.5	他 12.5	
メラミン成形材料	パルプ 40.0	人絹 30.0	ガラス繊維 20.0	他 10.0		
メラミンフェノール成形材料	人絹 40.0	パルプ 30.0	ガラス繊維 25.0	他 5.0		
エポキシ	ガラス繊維 45.0	炭カル 32.0	シリカ粉末 15.0	カーボンブラック 5.0	他 3.0	
PC	ガラス繊維 80.0	炭カル 12.0	カーボンブラック 5.0	フッ素樹脂 2.0	その他 1.0	
PA	ガラス繊維 75.0	ミネラル 10.0	二硫化モリブデン 7.0	カーボン繊維 5.0	フッ素樹脂 2.0	他 1.0
POM	ガラス繊維 78.0	カーボンファイバー 15.5	フッ素短繊維 5.0	他 1.5		
PPS	ガラス繊維 55.0	炭素繊維系 35.0	フッ素樹脂 7.0	他 3.0		
フッ素	ガラス繊維 (布) 55.5	炭素繊維 35.5	プラスチックアロイ 9.0			

Table 8 各種強化繊維

繊維	性質			マトリックス		
	比重	強さ (kg/mm ²)	弾性率 (10 ³ kg/mm ²)	樹脂	金属	セメント
G F	2.4~2.5	250~350	7.7~8.9	○		○
炭素繊維	1.7~1.8	200~330	20~40	○	△	○
炭素ケイ素繊維	2.5~3.4	250~350	18~45		△	
アルミナ繊維	2.5~4.0	100~250	10~46		△	
ボロン繊維	2.6	350	40	○	△	
アラミド繊維	1.4~1.5	280	6.4~13.3	○		

(注) ○実用中, △開発中

脂, DAP 樹脂, エポキシ樹脂など) が量的に最も多い。しかし最近では PP, ナイロン, PBT などの熱可塑性樹脂をベースにした GF 複合材も出現, 広く使用され始めた。

当初からシリカ, 炭カルなどの無機粒子は増量材的に用いられてきたが, 単にコスト低下のみではなくその性能向上剤としての効果が認められ, 最近ではミネラル強化樹脂として注目されている。この開発は米国に比し日本

の開発は立遅れている。

強化材を特にその形状的なものについて分類 (Table 6) し, 主要プラスチックにおける強化材使用の現状を Table 7 に示す。

(1) 繊維強化

GF 強化樹脂を第 1 世代の繊維強化材料とすれば, 80 年代は炭素繊維を始めとする第 2 世代の繊維強化材料の実用化期といえる。

Table 9 各種強化材の物性・添加効果と市場性⁴⁾

フィラー名	比 重	粒 度 μ	形 状	色調	効 果	有望度
						A 現有望
						B 将来有望
						C あまり有望でない、(現在)
フィラー名	比 重	粒 度 μ	形 状	色調	効 果	有望度合
アルミナ	3.7~3.9	30~150	板 状	白 色	寸法安定, 誘電性電気抵抗	↗A
カーボンブラック	1.8	0.01~40	球 状	黒 色	ピグメント, 熱電気伝導, 充填用	↗A
グラファイト	2.26	5~45	薄片状	黒 色	電気伝導, 寸法安定, 滑材作用	↗A
カオリンクレー	2.58	0.5~50	六角板状	白 色	剛性, ピグメント, 寸法安定, 耐薬水性, 充填, 滑材作用	→C
タルク	2.6~2.8	0.1~50	板 状	灰 色	剛性, 寸法安定, ピグメント, 化学抵抗, 充填, 滑材作用	→A
チタン酸バリウム	5.52	—	—	—	絶縁抵抗	↗B
炭酸マグネシウム	2.8	40~150	—	白 色	—	↗B
炭酸カルシウム	2.7	1~50	不定形	白 色	ピグメント, 寸法安定, 充填, 強化用	→A
石英粉	2.6	50~800	不定形	白 色	電気伝導, 寸法安定, 電気抵抗, 充填用	→C
パーライト	4.4	—	板柱状	白 色	化学抵抗	↗B
マイカ	2.8~3.1	10~80	薄片状	—	電気抵抗, 誘電, 絶縁抵抗, 化学抵抗	↗B
石膏(無水)	2.96	10~50	不定形	白 色	寸法安定, エクステンダ	→C
ガラス球	2.48	—	—	—	寸法安定, 耐摩耗, 化学抵抗	↗B
ガラス・ マイクロパール	0.16~0.22 かさ比重	10~250	中空球	白 色	軽量化	↗B
シラスパール	0.14~0.32 かさ比重	30~600	〃	—	〃	→B
シリカパール	0.04~0.35 かさ比重	100~1000	〃	白 色	〃	→B
アルミナパール	0.5~0.8 かさ比重	100~8000	中空体	—	〃	→B
炭化珪素	3.1	—	—	—	寸法安定, 絶縁抵抗	↗B
二硫化モリブデン	4.8	0.5~40	板 状	黒 色	滑剤作用	→C
酸化アンチモン	5.62	—	—	—	耐燃性	→C
スレート粉	2.89	40~80	—	暗灰色	—	→B
水酸化マグネシウム	2.38	40~80	—	白 色	熱伝導, 電気伝導, 耐熱性, 耐薬水性	↗A
水酸化アルミニウム	2.4	0.5~60	板 状	〃	難燃化, 熱伝導, 電気伝導, 耐熱性, 化学抵抗	↗B
ロウ石クレー	2.7	40~80	〃	〃	ピグメント, 熱伝導, 充填用, 滑剤作用	→C
珪酸カルシウム	2.8~2.9	5~20	針 状	〃	剛性, 寸法安定, 電気抵抗, 充填用	↗A
微粉珪酸	2.3	0.015~0.02	球 状	〃	チキソトロピー	→C
珪藻土	1.98~2.02	40~80	不定形	クリーム色	—	→C
酸化鉄	5.2	0.5~50	板針状	褐色~黒色	—	→C
酸化チタン	4.26	0.2~50	球 状	白 色	ピグメント, 誘電作用, 充填, 強化用	↗B
長石粉	2.5~2.6	40~80	不定形	〃	—	→C

特に炭素繊維強化樹脂、アラミド繊維強化樹脂は、金属並の強度、弾性を実現した軽量化素材として注目される。炭素繊維を例にとれば、80年代はFig. 1の如く、民間航空機、一般産業資材（特に最大のターゲットは自動車部品）の開発期として期待される。（80年の世界需要800トンに対し日本の生産シェアは約70%）。

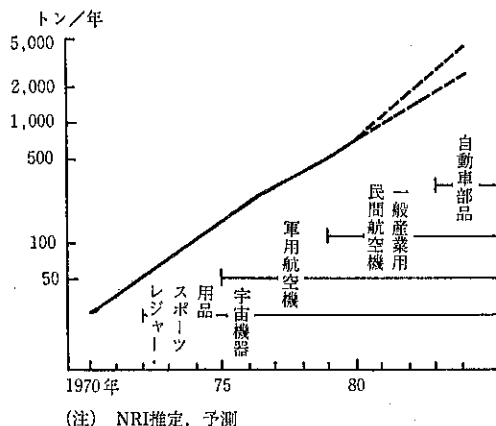


Fig. 1 炭素繊維需要見通し

(ii) ミネラル強化

強化熱可塑性樹脂の出現により、ミネラル強化材が注目され開発が進められるようになった。

複合材料は目的意識の強い材料であり、それに使用される強化材もその目的に合致したキャラクターゼーション

ンをもたなければならない。強化材としての研究開発が日が浅くまだ十分でないだけに、そのキャラクターゼーションは今後もっと明確にされねばならない。すなわち、

- ① 粒度、粒度分布、アスペクト比を任意にコントロールし、分離・分級し得る技術の確立
- ② 複合工程におけるマトリックス・ポリマー中への強化材の均一分散するための混合技術の確立
- ③ 成形加工性の基礎となる個々の強化材分散系におけるレオロジー特性の研究集積
- ④ マトリックス・ポリマーとの親和性向上のための表面処理加工法の研究（例えばカップリング剤の開発）。
- ⑤ 強化材の特性にマッチしたマトリックス・ポリマーの改質

以上解明、確立されるべき課題は多いが、高分子複合体の解明と共にその特性に合致した成形加工法の開発が同時に進められねばならない。

(iii) ハイブリッド系

強化材も形状の因子、物性によりそれぞれ機能が異なる。従って性能の調和、多機能性の付与には2種以上の強化材を併用する必要がある（Hybrid）。例えばGFにミネラルを添加することにより、曲げ弾性率、熱変形温度を向上した上にソリ防止、表面光沢の向上を発揮する。

強化材ブレンドの開発は最近目覚しく、米国では強化

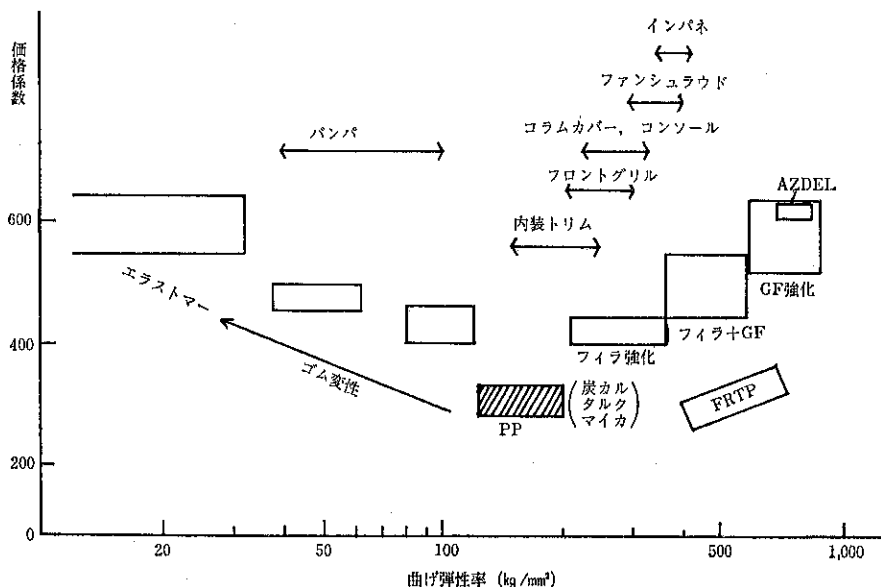


Fig. 2 PP複合材の展開と市場

導電性プラスチックの分類

導電性の表面コーティング	メッキ, 蒸着, 塗布, 溶射
導電材の混合 (複合材)	粒子混合 (金属粒, カーボン粒) 薄片粉混合 (金属) 繊維混合 (金属または炭素繊維, メッキガラス繊維)

Table 10 フィラーの種類

形 状	種 類
粉 状	導電性カーボン グラファイト 銀・銅・ニッケル・ステンレス粉 酸化スズ系 銅-銀・ニッケル-銀複合粉 銀コートガラスビーズ カーボンパルーン
フ レ ーク	アルミニウムフレーク ステンレスフレーク ニッケルフレーク
繊 維 状	カーボンファイバー アルミニウムリボン アルミニウムコートガラスファイバー

樹脂の中で最大の伸びが予測されている。

汎用熱可塑性樹脂の中で強化材ブレンドによりエンブラ的性能をもち用途を伸ばしつつある PP を Fig.2 に示す。

特許一言メモ No. 42

優先権主張

特許公報の中に、外国人の出願によるものの殆んどすべてのものは、その出願日に並べて「優先権主張 ○年○月○日……」と記載されている。

これは同じ内容の第1の出願をどの国で、いつ行なったか、ということを示し、その出願日にさかのぼって当該公報発行国においても出願がなされたものと見なす、との国際条約加盟国どうしの取り決めによるもので

3. 機能性複合材 (導電性複合体)

用途範囲

- ① 帯電防止用 (体積抵抗率 $10^4 \sim 10^8 \Omega \text{cm}$)
カーボンブラックが主体 (フィラーとして昭和55年600~700トン)。容器 (52%), 袋 (18%), フォーム (15%), フィルム 5%, など, IC 関連製品が多い。
- ② 体積抵抗率 $10 \sim 10^4 \Omega \text{cm}$ の導電性プラスチック
ケーブルのシールド材 (電氣的ストレスの解消, ケーブル間の電磁遮蔽効果), 加温用プラスチックエレメント (面状発熱体…屋外設備の保温等)
- ③ 導電性塗料
- ④ 透明導電プラスチック
PET フィルムをベースとし, 酸化スズ系を使用した透明導電フィルム。太陽電池の電極, 液晶の透明電極に使用。
- ⑤ 電磁波シールド用導電プラスチック
現在まだ国内では研究開発中と考えてよい。用途は広いと思われるが, まず必要なのはコンピューターハウジング材料である。(アルミニウムコートの GT 混合 PP などが上市されつつある。)

参 考 文 献

- 1) 化学経済1982年7月号 p. 54
- 2) Plast. Eng., 25, (1), 25, 35 (1979)
- 3) Mod. Plast. Intern., 9, (7), 43 (1979)
- 4) (株)フオーチュンリサーチセンター; 1982年3月

あり, 第1出願国とその出願日, 出願番号の記載がある。

この条約は1883年の「パリ条約」に起因し, この条約加盟国の国民には相互に内国民待遇を与えようとするのが骨子となっている。参考に, 我が国は明治33年 (1899年) にこの条約に加盟している。

(技術資料室)

参考資料

クリーンルーム・バイオクリーンルーム の計画について

環境事業部*

まえがき

クリーンルーム・バイオクリーンルームの効用は一言で言って、工場では製品の品質の確保と向上、病院の手術室、特殊病室治療室では感染による死亡率の減少と全治期間の短縮と言う事ができる。

クリーンルーム設備の計画に当っては、用途や目的に応じてのシステムの構成、機器や使用材料の選択がポイントであり、運転稼動して十分な効果を上げるためには適切な運営と維持管理がその効果を左右する。これは、何れも経済性に直結する。

システムや設備機材の計画検討に入る前に各目的や用途に共通して最も重要なのは、清浄域の大きさ即ち面積と最少限度の有効高さ、清浄域内の温湿度条件、排気の有無、そして必要な清浄度である。この条件によりコストは勿論、システムの構成、設備占有スペース、清浄室の構造、工事期間等が異ってくる。また、生産性の向上のためには、物と人の動線の検討も避けられぬ項目である。

以上の諸項目を検討するに当たり、また以上の条件が決定し具体的にシステムを計画するに当たっての参考例として、以下クリーンルーム・バイオクリーンルームの構成について分類し概要を述べてみよう。

1. クリーンルームの構成要素

- (1) クリーンルーム内（清浄域）に送り込む空気を十分に除塵する。
- (2) クリーンルーム内で発生、あるいはやむをえず持ち込まれた塵埃は速やかに回収し、室外に運び出す。
- (3) クリーンルームは隣室に対して陽圧とし、汚染空気の流入を防止する。陰圧クリーンルームについて

は必ずエアロックの可能な前室を設ける。

- (4) クリーンルーム内には、人、物品等による塵埃の持ち込みを極力防止する。
- (5) クリーンルーム内は塵埃が堆積しない様にする。堆積のおそれのある箇所は、常に清掃可能な構造とする。
- (6) クリーンルーム内は要求に応じた温湿度制御、騒音防止など室内環境を快適な状態に維持する。

2. クリーンルームの構造

2.1 構造用材料

空気の漏洩が生じない気密構造となるため温湿度の変化による膨張収縮の少ない材質が望ましい。また風圧や衝撃による振動と摩擦に影響されない強固な材質の選定が必要である。表面の清掃、再塗装等保守上の費用も考慮の要があり、材料の選択は用途に照らして設備費と維持費の両面からの検討が肝要となる。

2.2 壁、天井、床、建具

- (1) 壁、天井面は凸凹を避け塵埃の附着を防止する。
- (2) 構造的振動や作動による汚染物の発生がないように堅固な構造とする。
- (3) 仕上材の接合箇所は入念にシールされ気密構造とする。
- (4) 全ての壁はできる限り、出っぱりやうねりやその他の不規則性のないものであること。
- (5) 全てのコーナーは清掃容易な丸み構造にする等サニタリーコーナーとする。
- (6) 仕上材としては、表面に塵埃が附着し難い材料で塵埃堆積を防ぐため亀裂など発生せず、表面剝離を起さない材料を選定し、また静電気障害を起すような材料は避けること。
- (7) 湿気を通しにくく、消毒に耐える材質であること
- (8) 扉及び窓の枠は室内圧力の上昇によるクリーンル

* ホソカワ環境エンジニアリング㈱ 環境事業部
(〒552 大阪市港区市岡2丁目14番15号)
Tel. (06) 574-7771 (代)

ームからの空気洩れを防ぐための構造と入念なシールが必要となる。

- (9) 扉は汚染度の高い場所や外部の風の影響を受ける所には設置しない。
- (10) 長時間開放する箇所にはエアーカーテンでエアロックを考慮する。
- (11) 窓は嵌め殺しの構造とする。

備考 現在一般に使用されている壁、天井仕上材として、化粧鋼板サンドイッチパネル（スチール製合板）、化粧アルミ板サンドイッチパネル（アルミ合板）、珪カル化粧板、セラミック化粧板等が用途に応じて選択され、また簡易構造としてクラス100,000程度には、石こう板ビニールシート貼り又は樹脂塗装もコストの面から採用されている。床についてはクラス100垂直層流方式では工場の場合全面格子状床で材質はSUS又は亜鉛鍍金製でプレフィルター付が多く、腰壁吸込の場合の床仕上材は乾式仕様では長尺シート又はコンクリート防塵塗装、湿式では防水コンクリート防塵塗装が一般に採用されている。

3. 空調並に空気浄化システム

3.1 方式

(1) 冷熱源方式

冷熱源機器に関しては、他系統と運転時間が異なる場合や中央の冷熱源機器からの供給が不可能な場合は単独設置となる。容量と室内温湿度条件によってパッケージ型エアコンが対称にできれば経済的である。熱源は、蒸気又は温水の供給が可能であれば加熱コイル組込みのみでよく、この供給が得られぬ場合は、ヒートポンプ型の採

用若しくは電気ヒーターの組込みとなる。

(2) 室内浄化方式（送風方式）

室内をクラス100に維持するためには層流方式の採用となる。層流方式には天井から供給し床面又は腰壁面から吸込む垂直層流方式と壁の一面全面から吹出し、対向の壁面から吸込む水平層流方式の2方式があるが、室全体を清浄域とする場合は垂直層流方式が多く採用されている。詳細なる比較は本稿では省略するが、水平層流方式では風上で作業や器物の配置が生じた場合に風下面では著しく汚染される欠点がある。層流方式では塵埃が発生又は持込まれた場合、浮遊する事なく室外に速かに運び出すのが特徴であり、その為には均一な風速で層流を形成させるだけでなく作業により発生した塵埃の浮遊を防止し押し流す最低の気流速度が必要となる。軽作業（手作業）により発生した塵埃の浮遊防止には0.32 m/secの風速が必要となり、この風速からクラス100の場合の清浄空気の供給量が算定される。Fig.1はホソカワラミマックスシステムクラス100の構成説明図である。

クラス10,000～100,000の対称では、通常非層流方式が経済性の面から採用されている。この場合の清浄空気の供給量は清浄化の為には20回/時以上の換気回数が必要で、空調負荷と照合しての送風量の決定となる。室内の空気分布が効率面に大きく影響するため吹出口と吸込口の配置が効果を左右する。

(3) 局所浄化方式

Fig.2はクラス10,000又はクラス100,000のクリーンルーム内にクラス100の作業域を設けた実施例である。室内供給空気は空調を主体にダクトにて所要のフィルターで浄化された清浄空気を非層流方式で送風され、局所的に要求されるクラス100作業域をクリーンベンチ又はクリーンブースで実現している。これらの浄化ユニット

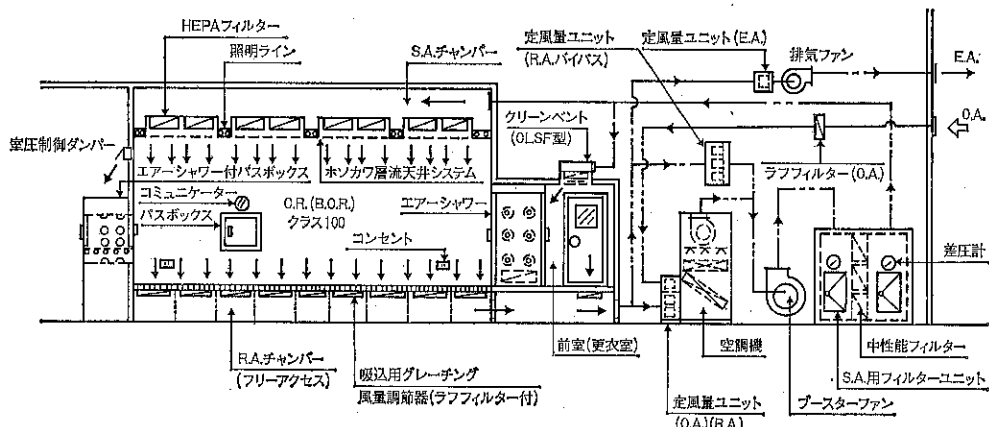


Fig. 1 ホソカワラミマックスシステムクラス100構成図

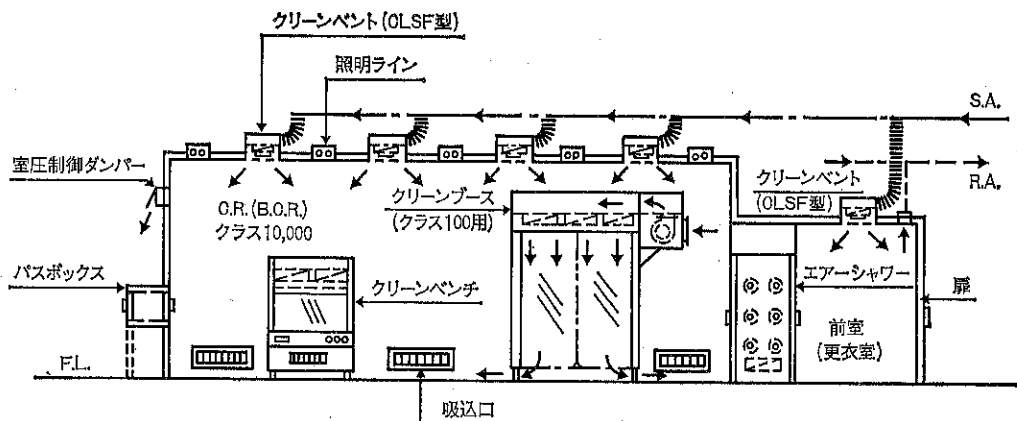


Fig. 2 クリーンルーム (クラス10,000), 局所作業域クラス100システム構成例

は室内空気を吸込み HEPA フィルターにて浄化しユニット外に放出するため、周辺の室内清浄度が上昇する利点がある。反面、ユニット内はファンモーター等により吹出される空気温度は上昇する。クリーンブース内での作業者のためには、空調された空気をブースの吸込側に接続するか、吸込口の近くで室内に吹出す等の配慮が必要である。

Fig. 3 はクラス 10,000~100,000 のクリーンルーム内に、クラス1,000~10,000の清浄域を設けた一例である。清浄を要求される作業域上部の天井面に HEPA フィルター内蔵層流吹出ユニット (ホソカワラミベント) を取付け、作業に支障のない範囲で仕切板又は仕切カーテンを天井面から取付け層流清浄域を形成している。天井内に設置したブースターファンユニットに空調機からの送風ダクトを接続、必要に応じて室内から循環空気を取り入れ混合し、吹出ユニットに供給する。室内温湿度は、室内に取付けた温湿度センサーにより空調機からの送風空気の温湿度を制御維持される。

Fig. 4 は、クラス 10,000~100,000 の作業室内で局所で粉塵が発生する場合のシステム構成の一例である。ダクトでは空調に必要な風量が、室内を陽圧にするために必要な外気を混えて浄化され室内に送風される。室内には清浄度に適応したフィルターを内蔵した移動可能なキャスター付ハイクリーン・ユニットが設置され、室内空気を循環浄化している。粉塵発生箇所は、局所フードにて粉塵を捕集しダクトでハイクリーンコレクターの集塵部に接続されバグフィルターにて集塵の後清浄ユニットに導入し中性能フィルター HEPA フィルターを通過し室内に循環浄化している。小規模のクリーンルームの場合は、パッケージ型エアコンをハイクリーンユニットに直接接続し、室圧保持の必要外気量をパッケージ型エアコンに導入して設置することも可能である。

Fig. 5 は、バイオハザード実験室陰圧クリーンルームシステムの構成例である。実験室内には、クラス II 安全キャビネットが設置され、室内は常時陰圧に保持される。この場合は実験室入口側にエアーロックの前室が必

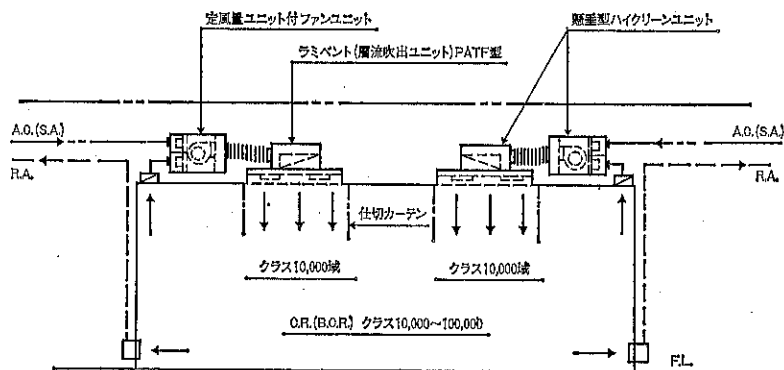


Fig. 3 ホソカワハイクリーンユニットシステム (懸垂型ハイクリーンユニットシステム) 構成例

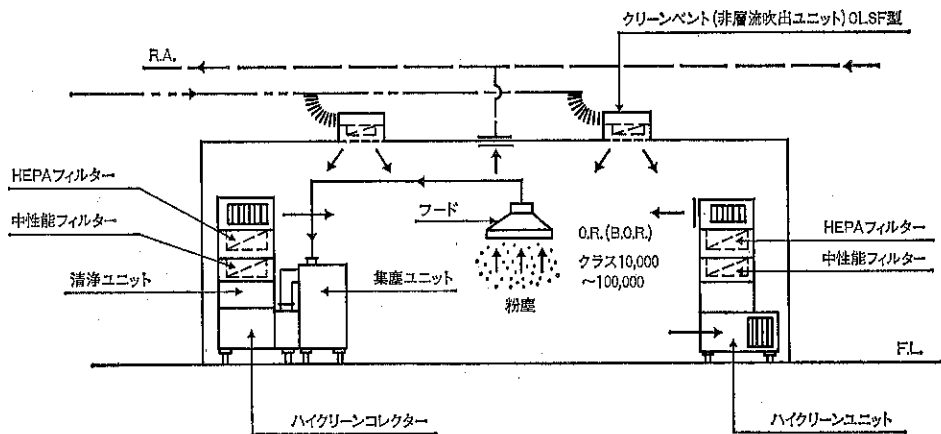


Fig. 4 床置型ハイクリーンユニット、ハイクリーンコレクターシステム構成例

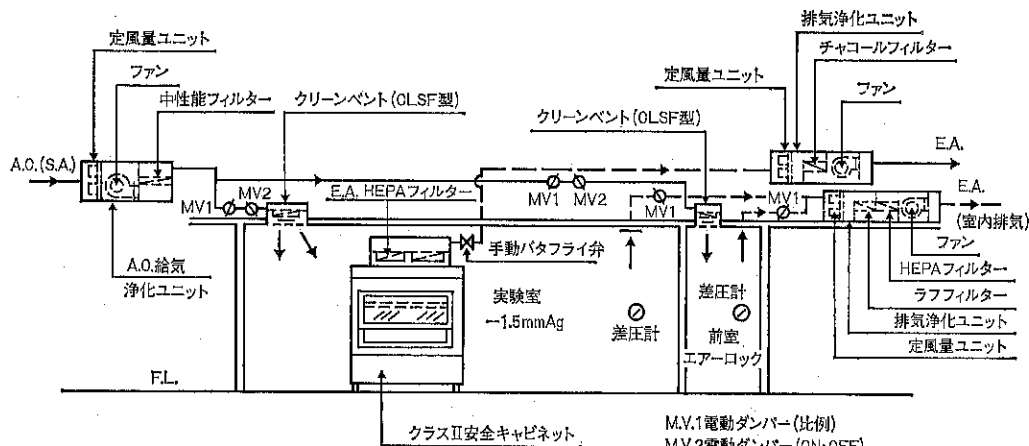


Fig. 5 バイオハザード実験室陰圧クリーンルームシステム構成例

要であり、安全キャビネットの運転停止に即応した室圧制御が必要となる。安全性の面から室内の給排気はHEPA フィルターでの浄化処理を要し、ファン内蔵の浄化ユニットが、給気側、排気側共に設置される。

3.2 システム構成機器

(1) 空調機

ファン、冷却器、加熱器、加温装置を内蔵（パッケージ型エアコンでは圧縮機内蔵）。空調負荷に応じた処理風量を算定。作業対象と室圧保持の両面から必要外気量を決定し循環空気と混合し処理する。

(2) ブースターファン

中性能フィルター、HEPA フィルター、定風量ユニット等の空気抵抗を対象に静圧を決定。空調機からの送風空気と室内循環空気とを混合し必要室内送風量を加圧

し中性能フィルターユニットに供給する。

(3) 中性能フィルターユニット

HEPA フィルターの前置フィルターとして NBS（比色法）90%の透過効率のフィルターを必要数内蔵。フィルターは着脱容易な締付構造でエアリークは完全に防止されている。締付金具他ユニットの材質は防錆、剝離の発生がなく気密型で風圧による振動がない構造となっている。フィルター点検取替用の気密型点検口を強固に取付けフィルターの目詰りを表示する差圧計が確認容易な位置に取付いている。ユニットケーシングの仕上は樹脂焼付塗装。要求に応じて消音装置を内蔵し、剝離飛散防止処理がされている。

(4) 定風量制御ユニット

外気量、排気量、循環空気量を一定に制御するため各ダクト系に定風量制御ユニットを設置し、フィルターの

目詰り等に影響なく室内供給送風量を一定に制御している。

(5) HEPA フィルター内蔵吹出口

クラス 100 ではホソカワ層流天井システムとして照明ラインが組込まれた全面層流吹出型を採用。クラス 1,000, 10,000では目的に応じて層流型吹出ユニット(ラミベント)、非層流型吹出口(クリーンベント)を採用する。何れも HEPA フィルター内蔵多孔板吹出となっている。材質は標準ではラミベントが全アルミ押型成型材アルマイト仕上、クリーンベントは鋼板製樹脂焼付仕上となっているが、要求によってアルミ製、ステンレス製も可能である。

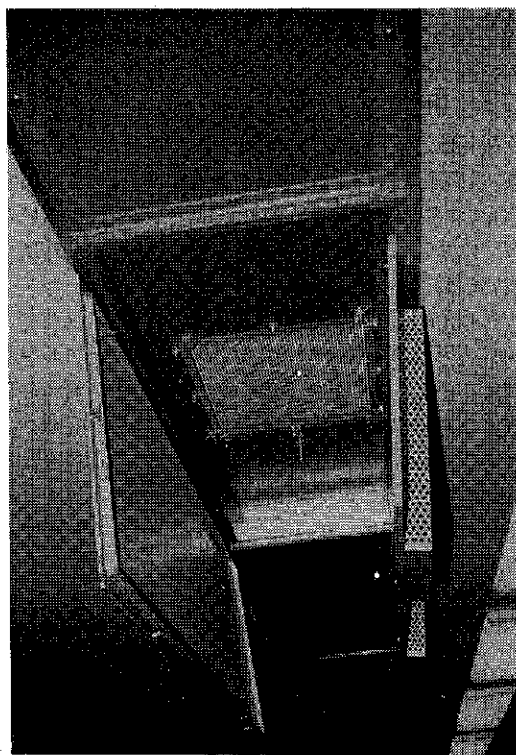


Fig. 8 ラミベント

(6) 吸 込 口

クラス 100 の床面吸込の場合は、格子型(グレーチング)ラフフィルター付を採用、要求により風量調節機構付の製作も可能。床面から容易に取外しが可能となっている。材質は予測される荷重に対しての強度と耐久性を考慮しステンレス又は亜鉛どぶづけ仕上となっている。腰壁取付の吸込口は縦格子型で背面にラフフィルターと風量調節機構を具備し、容易に取除しが可能な構造で、材質は要求により鋼板製樹脂焼付仕上、アルミアルマイト仕上、ステンレス製何れの製作も可能である。

(7) 室圧制御ダンパー

所定の室内圧力を維持する目的で通常壁面に取付けられている。所定以上の室圧となると自動的に開き、外部に余剰空気を排出し、定める圧力に満たない場合や、運転を停止した場合は閉鎖状態を維持し汚染空気の逆流を防止している。材質は標準品の場合鋼板製樹脂焼付仕上。

(8) 排気ファン

クリーンルーム内での有害ガスの発生、燃焼ガスの除去等の目的で局所排気が必要な場合は排気ファンが設置される。排気の種類によってはファンの材質の検討が必要であり、排気量を考慮しての室圧維持の為の外気量の算定となる。排気ファンの吸込側又は排出側に前記の定風量ユニットの設置が望ましい。

(9) ラフフィルター

取入外気の一次汚過と循環空気の一次汚過用として A F I (重量法での汚過効率) 70%以上の製品を取外し容易な構造で設置する。洗滌その他による再生可能な材質の製品が一般に採用されている。

4. 電 気 設 備

4.1 照明器具・コンセント

クリーンルームに使用する照明器具は、塵埃の堆積しない構造が条件となる。クラス 100 の場合は気密構造の埋込型が望ましい。この場合は、天井面とのシールと放熱の関係を考慮した特殊器具となる。クラス 100 以外では直付けの逆富士型が一般に使用されている。コンセントは目的に応じて接地型コンセントとプラグの採用が生じる。分電盤は通常クリーンルーム外に設置する。

4.2 配管・配線

クリーンルーム内の配管・配線は極力避け、特に横走りの水平部分は可能な限り少なくして、天井内や床下から垂直に立ち下げまたは立ち上げる方法をとる。構造体の貫通部は完全にシールにより気密とする事は勿論、配管内の流体による室内の汚染を避けるべく配慮が必要である。

5. クリーンルームの関連機器

5.1 クリーンブース

垂直層流式のクリーンユニットで、ファンモーターを内蔵し、ロック付キャスターが取付いているため横方向への移動が可能である。清浄域の確保は四周の側壁を防塵処理をしたプラスチック製の透明カーテンで床上10~25cm まで仕切っている。クラス 100 用は、天井全面に

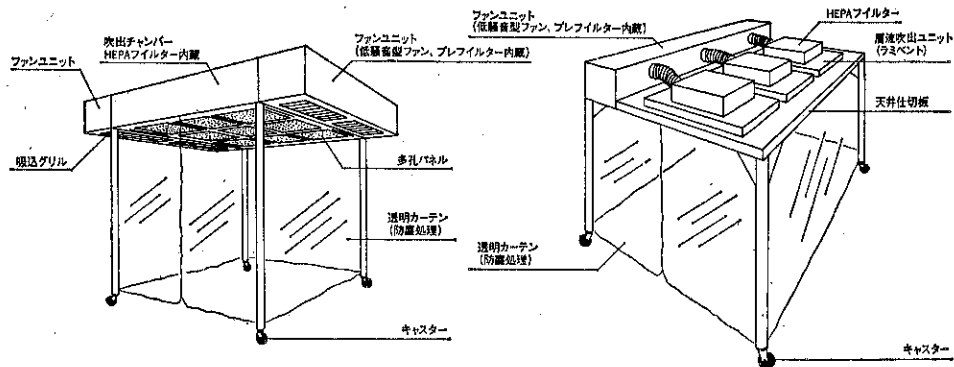


Fig. 7 クリーンプース, クラス100, クラス10,000

HEPA フィルターを内蔵し、室水平断面における気流速度は $0.3 \text{ m/sec} \sim 0.45 \text{ m/sec}$ で層流を形成している。クラス 100 のクリーンプースでは清浄化の所要時間は30秒程度である。ブース内の照度は、ブース内の照明と透明カーテンを通して来る光によって倍増する。温度はクリーンプース内では、ファンモーターの発熱、照明器具の発熱等で吸込まれる周囲温度より $1^\circ \sim 2^\circ \text{C}$ 程度上昇する。ユニットの大きさは作業域に合せての製作が可能。

5.2 クリーンベンチ

垂直層流型と水平層流型の2型式がある。何れも、卓上作業用に局所的な清浄域を作り出す装置と言える。垂直層流型の作業台は作業面に開口30～60%程度の多孔板を使用している。作業面の奥行きは 60～75 cm で製作され、要求によって前面扉付（上下作動）も可能である。開口は 1.2 m～1.8 m が標準で、連結は可能である。ロック付キャスターを取付けているため移動が容易な構造となっている。清浄度は作業域でクラス 100 以下は容易であり、風速は HEPA フィルター（吹出面）から30

cm で $0.45 \text{ m/sec} (\pm 0.05 \text{ m/sec})$ 、作業面で 0.32 m/sec を確保している。作業の内容により全量排気、そして排気系に HEPA フィルター、活性炭フィルター等の組込み型も製作している。附属品としてコンセント、照明器具、差圧計を取付けている。材質は標準として作業面ステンレス製、その他 鋼板製樹脂焼付塗装となっているが、アルミ製、ステンレス製等目的に応じての製作は可能である。

水平層流ベンチは、作業台の作業表面、両側面及び天井面は HEPA フィルターの有効端と同一平面でしかも直角になっている。キャビネット内は均一な層流を形成している。風速は 0.45 m/sec 以上で $\pm 0.025 \text{ m/sec}$ となっている。前面が開放されているので作業面に接近できる利点がある。短時間で自己清浄が可能だが作業台表面は手動で清浄にしないと空気流では清浄にならない。清浄空気を室内に放出するため室全体の清浄度が向上する。材質その他は垂直層流型ベンチと同様である。

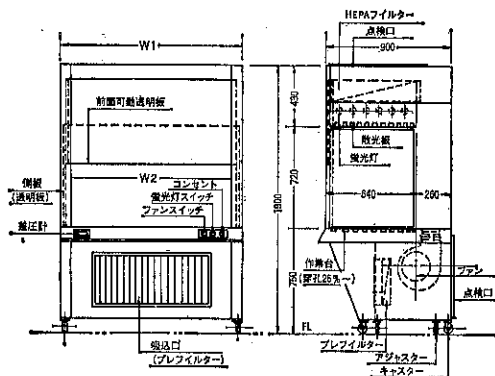


Fig. 8 垂直層流型クリーンベンチ

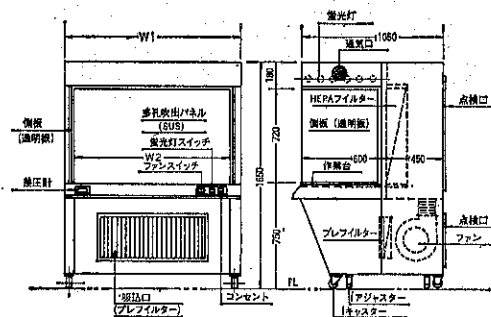


Fig. 9 水平層流型クリーンベンチ

5.3 ハイクリーンコレクター

清浄作業室内で薬塵・粉塵が発生する場合の集塵浄化ユニットである。キャビネットコレクターとハイクリー

ンユニット（空気浄化ユニット）を一体化したユニットで、局所フードで粉塵を捕集し集塵部に導入・通過された後、目的によって内蔵された中性能フィルター、HEPA フィルターを経た清浄空気を室内に循環送風し室内の清浄度を高める機構となっている。機種は風量 $25\text{m}^3/\text{min}$ と $50\text{m}^3/\text{min}$ の2機種となっていて何れもロック付キャスターがついているため、移動は容易である。

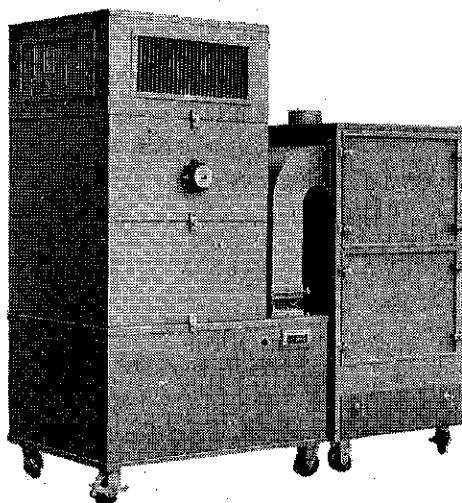


Fig. 10 ハイクリーンコレクター

5.4 ハイクリーンユニット

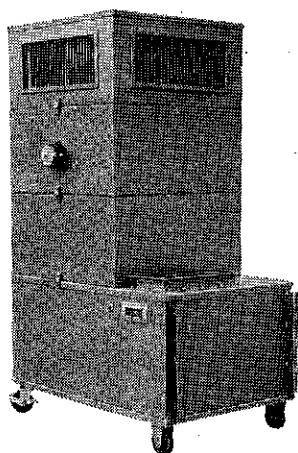


Fig. 11 床置型ハイクリーンユニット

ロック・キャスター付の床置型と天井吊型の2型式があり、吹出ユニット一体型と、ダクト接続型とに分かれている。処理風量は標準として床置型では $25\text{m}^3/\text{min}$ と $50\text{m}^3/\text{min}$ 、天井吊型では $15\text{m}^3/\text{min}$ と $30\text{m}^3/\text{min}$ の各2機種になっているが要求によって大風量型も製作している。ファン、中性能フィルター、HEPA フィルタ

ー、そして循環空気と一次側空気を混合して処理する場合は定風量制御ユニットの組み込みも可能となっている。また低騒音型として消音器内蔵型も製作している。

5.5 エアーシャワー（作業着洗浄ユニット）

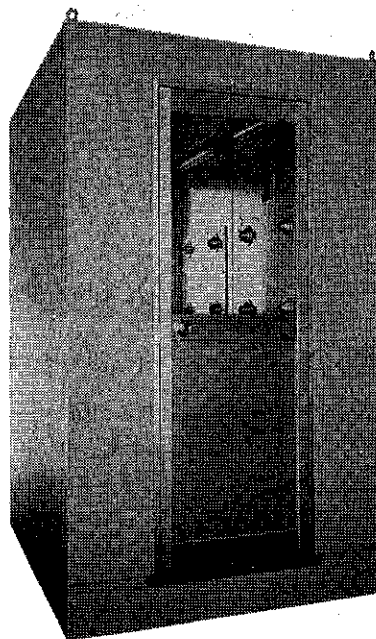


Fig. 12 エアーシャワー

作業者の衣服の外部表面と、露出した皮膚の部分に付着している粒子物質を除去する目的でクリーンルームの入口に設置されるユニットである。汚染された空気が清浄室に流入しないために入口扉と出口扉は同時に開放しないようロックされている。高性能フィルターにより通過された空気を $20\text{m}/\text{sec}$ 以上の風速で吹きつけ汚染された空気を吸込み循環する機構となっている。従来の製品は固定したパンカルーバーで側面から吹きつけ作業者が回転して洗浄する型式が殆んどであるが、等身大の長さのスリット型ノズルを自動駆動で $30^\circ \sim 60^\circ$ 回転させて作業者は固定したままで洗浄する新型式も開発されている（特許出願中）。標準としては1人用と2人用の2型式となっているが、要求に応じて全長を長くした多人数用も製作されている。附属品として、床面に防塵粘着マット、フィルターの目詰り検知用の差圧計を附属している。

5.6 エアーシャワー付パスボックス （物品洗浄ユニット）

標準品としてはクリーンルームへの物品出入口としてのパスボックスに側面と上下の四周から清浄空気を吹き出すエアーシャワー機構を組込んだ製品が製作されてい

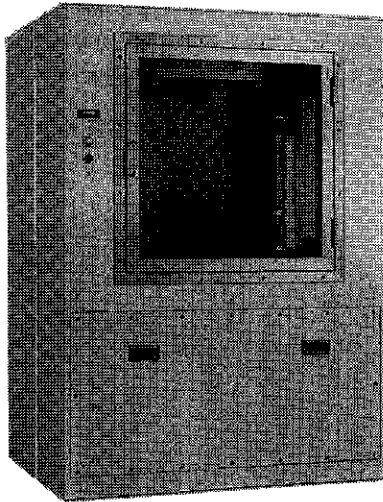


Fig. 13 エアシャワー付パスボックス

る。吹出風速は 20m/sec 以上で、下面はローラーの下部から吹き出している。ファン、高性能フィルター、照明器具、要求によっては殺菌灯、インターホンを内蔵している。

また、保管庫、原料庫等への搬入搬出口を兼ねた物品洗浄ユニットも製作されている。物品に応じた寸法で包装・容器の表面に附着した塵埃の除去が目的で、電動駆動ローラーコンベアー内蔵も可能であり、高速吹出しの空気洗浄だけでなく、物品の外形寸法に合わせてセット可能なブラシ内蔵の剝離洗浄型も製作されている。扉は手動、自動何れも要求に合わせて取付ができ、前後のローラーコンベアーとの連動運転も可能である。物品を連続して搬入するため扉が長時間開放される場合に対処しての入口側出口側へのエアーカーテンの組込みも可能となっている。目的に応じてのフィルター、ファン、ロー

ラーコンベアー、ブラシ、自動又は手動扉、エアーカーテン、照明器具、殺菌灯、作動スイッチ、表示灯、異常警報装置等を内蔵している。

5.7 エアーカーテン

外壁に面した扉に接して取付ける防虫を目的とした強力なエアーカーテンで、上部吹出し下面吸込みと側面吹出し対向側面吸込みの2型式があり、扉の開口寸法に合わせて製作されている。防虫特に蠅の侵入防止を目的としているため開口部全面に亘って最低 10m/sec 以上の風速を確保している。目的に沿ってのフィルターを内蔵し、ラフフィルターは清掃取替容易な構造で、運転は扉の開閉との連動運転が可能な機構となっている。材質は要求に沿って、鋼板、アルミ、ステンレス等何れの製作も可能である。

む す び

クリーンルームの計画に当たって今後の課題は、省エネルギーと経済性である。過度の余裕を見込んだシステムの施工は特にクリーンルームの場合は非常に高価につく。また清浄な環境を作るための動力は極めて大きい。合理的な最少限度の設備で維持管理と運営次第では倍額を費した設備と同等の効果を上げる事も可能である。計画に当たっては過剰設備にならないための充分な打合せと、省エネルギーに徹したシステムの構成と製品の開発が、私達クリーンルームに専門に取組んでいる技術者の今後の課題と云えよう。

参 考 文 献

NASA SP-5076 コンタミネーション・コントロールハンドブック (日本空気清浄協会)

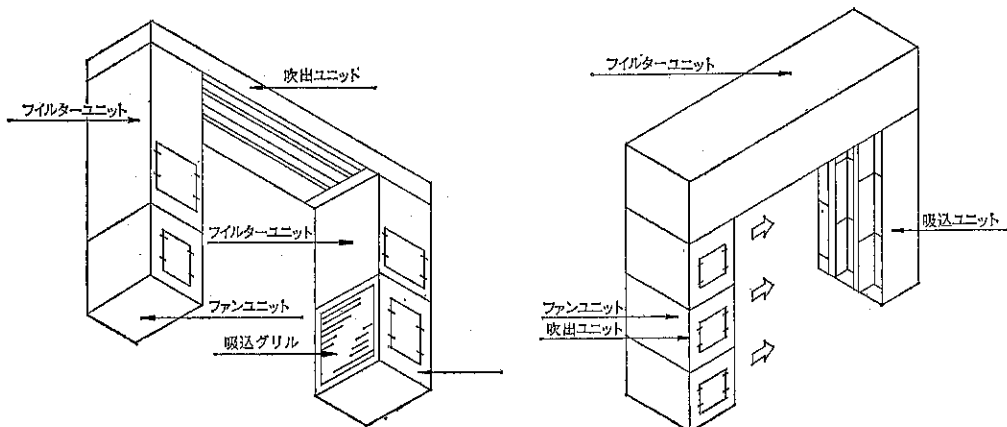


Fig. 14 防虫用エアーカーテン

アヘマ'82に参加して

横山 豊和*

Toyokazu Yokoyama

昨年(1982年)6月6日から12日までの7日間、西独フランクフルトにてアヘマ'82が開かれ、当社は、Hosokawa Europe Ltd. よりミクロンジェット、スーパーセパレータ、ミクロンドライヤーをはじめ6種類の機器を出展しました。それに参加した印象などについて思い出すままに一筆致します。

アヘマの歴史とスケール

アヘマ(ACHEMA)は Ausstellungs-Tagung für Chemisches Apparatewesen からきた略称で既に御存知の方も多いと思いますが、西独化学工学会が主催して3年毎にフランクフルト市で開かれる、化学装置の国際見本市です。1920年に第1回が開かれ今回で丁度20回目になります。細細川鉄工所(現ホソカワミクロン㈱)の創立が1916年ですからアヘマは、ホソカワと同じ位の歴史があるといえます。

アヘマは化学装置の見本市という事ですが、出展内容はTable 1に示されているように、各種化学装置とそのプラント、付属機器および制御機器、あるいは原子力関係から実験技術に到るまでかなり幅広く、講演・技術会議も同時に行なわれています。日本でいえば、ケミカルプラントショーにあたるものですが、アヘマには大学の研究室からの出展もあり、少し趣きの異なるところでしょうか。

フランクフルトの見本市会場には、Fig. 1のように会議場以外に目下大小あわせて14のホールがあり、6号館などは、3階建てまるで百貨店のように“店”が並んでいます。展示を希望する会社はまだ多いようで、これからまた新しいホールを増築する計画が進められています。今回は、ホソカワのコマはメイン通りから少し奥

まった、郵便局と記者会館の建物の隣にある7号館にありました。

Table 1 展示の内容 (ACHEMA REPORTAGENより)

分 類	出 展 社 数
プラント建設	105 (4.2%)
化 学 装 置	
機械的単位操作	326 (13.2%)
熱 的 “	232 (9.4%)
ポンプ、コンプレッサ、弁、継手	402 (16.2%)
包装機、安全装置、原子力技術、付属機器、救助手段、	288 (11.7%)
工作材料、材料検査	225 (9.1%)
計測、制御、オートメーション	260 (10.5%)
実 験 技 術	
実験装置一般	368 (14.9%)
光学、測定技術、天秤	148 (6.0%)
研究、教育、文献、情報	120 (4.9%)
合 計	2,474 (100%)

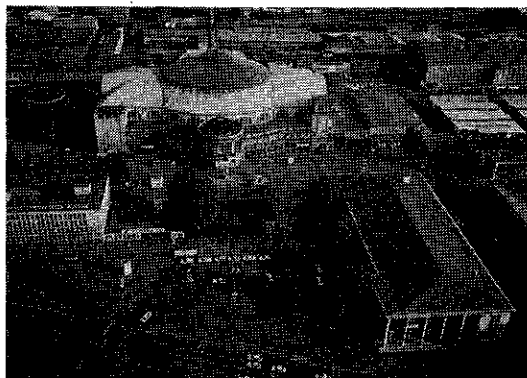


Photo. 1 アヘマの正門ゲートとドーム型の2号館。夕方7時、夏至も近いドイツはまだ昼さがりのように明るい。

* 細細川粉体工学研究所
(〒573 枚方市招提田近1-9)
Tel. (0720) 57-3721

Achema-Kongress-Stadt · Achema-Congress City ·
Cité des Congrès Achema

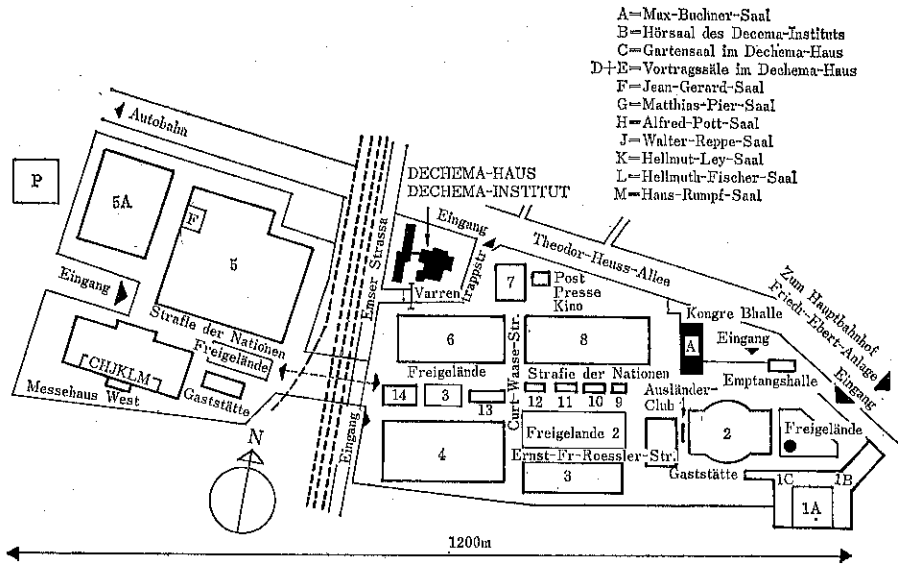


Fig. 1 アヘマ展示会場ホソカワのコマは、郵便局のとなりの7号館にあった。

Table 2 ACHEMA '82 展示会社国別リスト

西 欧	2,143	東 欧	34
西 ド イ ツ	1,662	東 ド イ ツ	11
ス イ ス	150	ハンガリー	10
イ ギ リ ス	132	チェコスロバキア	6
フ ラ ン ス	90	ポーランド	4
オ ラ ン ダ	52	ルーマニア	1
ベルギー	29	ソ 連	2
オーストリア	27	北アメリカ	75
モ ナ コ	1	合 衆 国	70
南 欧	83	カ ナ ダ	5
イ タ リ ア	65	そ の 他	26
ス ペ イ ン	17	日 本	17
ユーゴスラビア	1	イ ン ド	5
北 欧	49	中 国	1
デンマーク	25	イスラエル	1
スウェーデン	14	南アフリカ	1
フィンランド	7	ト ル コ	1
ノルウェー	3	計	2,410

今回の出展社の数は Table 2 のようです。フランクフルトがヨーロッパの真ん中にあるにあって便利なのもあり、欧州の各地からは勿論アメリカやアジアから29カ国、2千4百余の出展会社がありました。その内70%近くが西独の会社あるいは、大学であるにしても750社近い外国企業が出展していましたし、参加者は世界各地から来て

おり、なるほど国際見本市という感じです。アメリカや日本での国際見本市では、なかなかこれだけの国のパリエティを期待することはむずかしいと思いますが、これもヨーロッパには、比較的小さなたくさんの国が、5つの中で一番小さな大陸に雑居しているからでしょう。出展会社の数では3年前の前回に比べるとスイス、日本、イタリアの増加、英国の減少が目立ちます。

ホソカワのコマ

ホソカワでは古くからアヘマに参加出展していますが、前回はコンピュータでコントロールされたスーパーセパレータが新製品として出展されました。今回は、ジェットミルが増え、以前からのパウダテスター、フロメトロンに加えてコヒテスターも展示されました。コマの大きさも次第に大きくなり、今回は間口が10mのスペースをとっていました。今回もおおかたの機械は、Hosokawa Europe Ltd. から運ばれ、日本からは展示用のMDV-1とMJ-3-1が送られました。

ホソカワのコマを訪れた人々もいろいろな国から来ていました。ヨーロッパ各地はもちろん、アメリカ、イスラエル、エジプトやアルゼンチンなどからの客もありました。もう顔なじみの客も増え、「工場であんたこのセパレータを使っているよ」とわざわざ見に来てくれた初対面のドイツ人もいましたし、一方ヨーロッパの某競合会社から何人もがホソカワのコマを見に来るような事

もありました。そういうのをみているとヨーロッパでもホソカワの名前は粉体の分野では3年前、6年前に比べるとずっと知られるようになってきていると思えました。コマには、Hosokawa Europe Ltd. の King 氏、佐藤(功)マネージャーや須原氏らも応援にみえ、コマの立役者佐藤光彦氏、ゲブルティヒ (Geburtig) 氏に加えて、スイスやフランスの代理店も出たり入ったりで、お客との活発な打合せがなされていました。

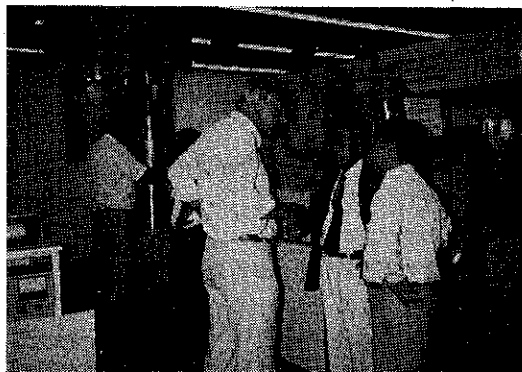
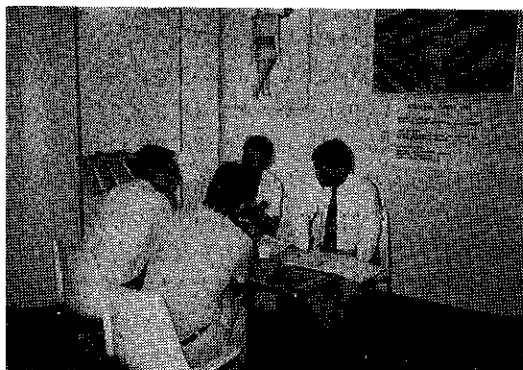


Photo. 2 / 3 ホソカワのコマでは、活発なディスカッションが行なわれた。



もう1つ3年前と比べて大きな違いは、今回は日本人の訪問者もかなり多かった事です。ホソカワのコマの訪問者リストにのった日本人だけでも産学両分野から30人を越していましたが、コマを見たり前を通った日本人の数は3年前の何倍だったのでしょうか。それだけ日本人の西欧進出がこの分野にも浸透してきている感じが強くなりました。出展会社の数では日本は全体の0.7%の17社にすぎずまだまだ少ないようですが、距離の事を考えると訪問者の数はかなり多かったと言えるでしょう。

コマの案内システム

ところで、今回使ってみて便利だと思ったのは、コマのコンピュータによる案内システムです。アヘマには総計すると2,400余の出展会社がありますから、もし仮にそ

のすべてを休みなしでまわってみるとすると1コマ2分として、80時間、およそ10日間かかります。これに、食事をしたりホールとホールを歩いたり、エスカレーターで昇降する時間やトイレに寄る時間、あるいは暑い中誘惑に負けて道端の出店でアイスクリームを買ったり、コマの美しい案内嬢にみとれるようなことでもあれば、コマの内容をみる1コマ当りの正味の時間はもっとずっと減ってしまうでしょう。そこで威力を発揮するのが、2号館にあるサービスセンターの検索システムです。そこにあるキーワードのパンフレットをみて、例えば“風力分級機構を内蔵した回転式ハンマー型の粉碎機のメーカ”のコード番号を頼むと、2分もあればそのメーカリストをプリントしてもらえます。その裏面には、親切に会場全体の経路地図がのっていますし、何回頼んでも無料です。もっともこれも1人1回30マルク(約3,000円)という高い入場料に含まれているのでしょうか。このシステムでいくつかの機種について検索の依頼をしてみても気付いたのは、当然リストアップされるべきメーカがのっていない事がしばしばあった事です。コンピュータを使用する上では、調べやすいキーワード作りと正確なデータ入力が、如何に大切かという事を改めて知りました。これも今後どんどん改良されていく事でしょう。

アヘマ'82の思い出

飛行機の都合でフランクフルトに着いたのは、会期開始日の前々日でした。3年間住み慣れた国に久しぶりに入って、町の家並みや人々の様子、野外の風景が大そう懐かしく感じられました。英国駐在の佐藤光彦氏と西ドイツの駐在員ゲブルティヒ(G)氏に迎えに来て頂き夕食を共にしたのは、11時すぎでそれから3人で会場に行って、準備しました。ホソカワのコマは、この2人の名コンビでもうすでに建具、カーペットがきれいに整い、機械もおおむね、据付けられており、あとはフロアメロン等小型機の組立、照明や機械の配線、ペンキ塗り等でした。その朝は4時前に一旦引き上げましたが、6月末のヨーロッパは夜が短く、車の外から見える黒い野山の影が少しづつ白んでくっきりと浮かんでくるのが印象的でした。

私達は、フランクフルトから約30km離れた、バートホンブルクという田舎町のペンション風のホテルに泊っていました。フランクフルト近辺のホテルはアヘマのような大きな見本市がある時は特に満員で、3年後の予約をしている会社も少なくないとの事です。我々のホテルは、普通の民家とかかわらない大きさの古いがっしりとした建物でしたが、1つの部屋が大きく天井の高いには驚きました。ペンションの主人は、いかにも親切なド



Photo. 4 ペンション風のホテルの前でG氏の来るのを待つ主人とホソカワのスタッフ

イツ人らしい柄の大きな年配の人で、毎朝よい朝食を作ってくれました。このパートホンプルクは古い町で丁度1200年の記念のお祭りをしているところでした。一度帰ってから皆でそのお祭りに行ったところがもう時間が遅くて、その大テントは閑散としていて“後の祭り”で残念だった事もありました。

ホテルから会場までは、ゲブルティヒ氏が車で送ってくれましたが、市内の会場までの30kmを20分で走りました。アオトーパーンでは、G氏は毎時150kmで走りながら後ろを向いて話しかけたりするので、乗せてもらっている者達はひやひやでした。

アヘマの初日が終わってから、機械の配置がもうひとつという事で配置がえをする事になりました。その晩8時ごろに戻ると言っていた家に帰ったG氏が、9時半過ぎに

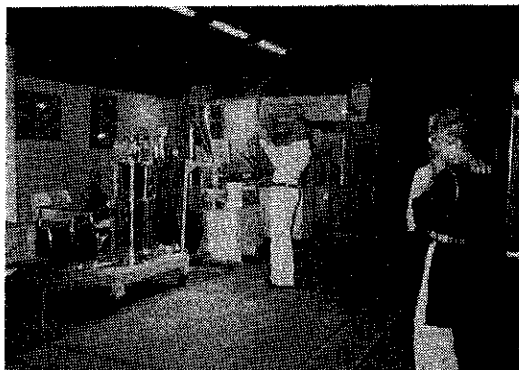


Photo. 5 夜の撮影会は、1時間にわたって続いた。

なっても戻ってきません。会場内の店はとくに閉まり皆腹ペこで待っていると、そこへG氏が三脚や大きなカメラのボックスをかついでやってきました。いっしょにG氏の奥さんが意外にも、日本流の生花を持ってやってきました。それからその飾りつけと、大撮影会が始まったのです。奥さんはプロのカメラマン顔負けにその本格派のカメラをのぞき、G氏を指図して、照明や影にも細かい注意を払って1枚1枚でいねいに、1時間程かけて撮り上げました。その間じっとランプを持って立っているひょうきんなG氏の格好は、漫画の一コマを見ているようでした。それにしても3鉢の生花は奥さんの手によるものとのことでしたが、なかなか見事で美しくコマの雰囲気格調を一段と高め、改めて日本の生花のよさを見直したものでした。11時すぎに会場を出て市内の古い下町のザクセンハウゼンで、閉店間際の居酒屋にとび込んで庶民的な例の豚足の大きなかたまりを煮込んだものと、酢漬けのキャベツ、それに大きなグラスであの何とも酔ばいアップルパイ（りんご酒）の夕食をとりました。今こうして思い出すだけでもつばがたまってくる感じです。

思い出すと懐かしい事がたくさんありますが、最後に今回のアヘマ見本市について、準備で何かと御援助頂きました、ホソカワインターナショナル様および滞在中色々とお世話になりました、Hosokawa Europe Ltd.の皆様方にこの機会に心からお礼申し上げます。

新製品紹介

ホソカワミクロン

ミクロンジェット

東京事業本部*

1. 概 要

ホソカワミクロン ミクロンジェットは高压空気のもつ流体エネルギーを効率的に利用した省エネルギー時代の新しいジェット粉砕機である。(Photo.1)

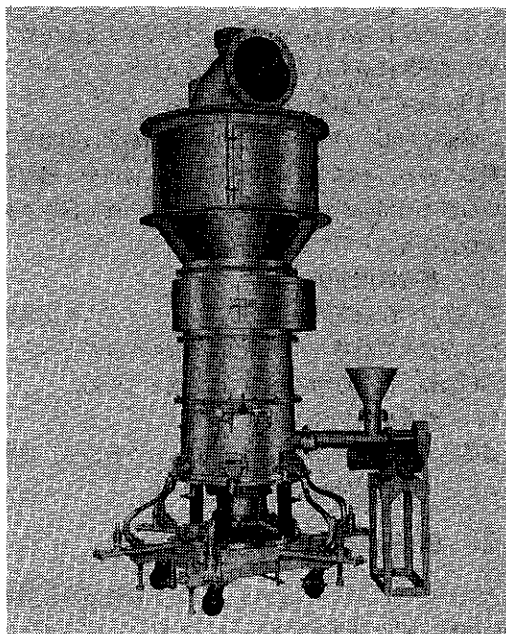


Photo.1 ホソカワミクロン ミクロンジェット

ジェット粉砕は数十年前より知られており、これまで幾種類かの型式が考えられ使用されてきた。

ジェット粉砕はジュール・トムソン効果により、粉砕中の温度上昇が押えられるため、低融点物質、弱熱性物

質の超微粉砕や、凝集性の強い材料の解砕や分散等には他の粉砕方式では得られない特色をもっている。

一方、粉砕に必要な空気源である圧縮機の所要動力が大きく、粉砕品の粒度の調整が困難で、製品の粒度分布の巾も大きく、また機内の摩耗、付着、融着などが生じやすく、その用途は極めて限定された範囲に止まっていた。

近年、ファインセラミック、電子機器、複写機器、医薬品、プラスチックなど先端技術面での超微粉砕の要望が急激に増加し、一方エネルギー節約の面が強調されてきた。

このたびホソカワの粉体技術は、たゆみない研究と開発によりジェット粉砕の機構に多くの改良を加え、ホソカワミクロン ミクロンジェットを生み出した。

ミクロンジェットは砕料を超高速気流によって加速し、緩回転するリング状衝突面に衝突させる「粉砕部」と、分級効率の優れたホソカワミクロン ミクロンセレータを用いた「分級部」を一体に組合わせ、分級粗粉を粉砕部に戻して閉回路粉砕・分級を行う新しいジェット粉砕機である。この繰り返し粉砕によりエネルギーが有効に使われ、効率よく超微粉が得られる。

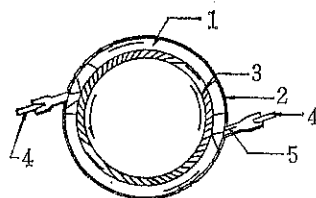
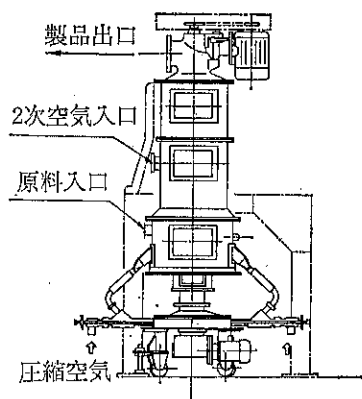
2. 構 造

ホソカワミクロン ミクロンジェットは、高压高速気流で砕料を加速させ、衝突壁に衝突させて粉砕する衝突型の粉砕機である。Fig.1にその構造を示す。

砕料（新原料および分級粗粉）は、ノズル部のエジェクター効果によって吸引供給され、ノズル噴出口から噴出される超高速ジェット気流に乗り、加速管部で高速に加速され、衝突面に衝突する。

砕料はこの衝突と、この間の砕料相互の摩擦によって微粉砕される。衝突面はリング状で下部より駆動され、緩い速度で回転しており、リングの外周全面が衝突面となるので、局部的な摩耗や変形が少く、従って寿命が長

* ホソカワミクロン(株)東京支店
(〒170 東京都豊島区東池袋3丁目1-1
サンシャイン60内)
Tel. (03)986-8661(代)



1. 旋回分級室 4. ノズル(新原料および分級粗粉)
2. 衝突面 5. 加速管部
3. 衝突リング

Fig. 1 ミクロンジェット構造

くまた、良好な粉碎効果を維持することができる。

微粉碎された碎料は「粉碎部」内で旋回気流による分級作用をうけて上昇し、上部の「分級部」でミクロンセパレータにより効率よく分級される。ミクロンセパレータのロータ部で分級された粗粉側は壁内面に沿って降下し、二次分級部で風篩作用をうけて、更に微粉が取り除かれ粗粉のみが再び粉碎ノズル部に戻されて再粉碎れる。

また、一方ロータ部で分級された微粉側は、空気とともにロータ羽根間を通り抜けて、製品出口より排出され捕集装置によって捕集される。

製品粒度は分級部ミクロンセパレータの運転条件の調整により自由に選ぶことができる。

3. 特 長

(1) 所要動力が少ない

粉碎効率のよい衝突面型の「粉碎部」と、分級効率の高いミクロンセパレータによる「分級部」を組合わせ、最も効率のよい閉回路粉碎分級が可能となり、処理量当りの所要動力が少なくなった。

(2) 製品粒度の調整が容易

製品の粒度は分級部のミクロンセパレータの運転条件を調整することにより容易に変えることができ、その範囲は数 μm から $100\mu\text{m}$ まで可能である。ミクロンセパレータの取扱い容易なことは定評がある。

(3) 製品の粒度分布がシャープ

分級部に内蔵されているミクロンセパレータにより粗粉の混入の少ない、粒度分布の巾の狭い製品が得られる。

また粉碎部とホソカワミクロン スーパーセパレータと組合せることもできる。

(4) 摩耗部分の寿命が長い

摩耗の多い衝突面はゆっくり回転するリング構造となっており、全面が使用され、使用材料もセラミック、超硬合金、耐摩耗合金など適切なものを選ぶことができるので、局部摩耗が少なく、寿命が長い。

(5) 機内での固着、付着が少ない

粉碎部衝突面への碎料の固着は衝突面が常に回転して移動しているために少く、凝集性の強い材料や、融点の低い材料でも粉碎が可能である。また機内面に掻取り装置を取付けることができる。

(6) 粉碎温度が低い

高圧空気の断熱膨張におけるジュール・トムソン効果により空気温度が降下するので粉碎部の温度が上らず、弱熱性物質、低融点物質の粉碎にも適している。

(7) 装置がコンパクト

粉碎部と分級部が合理的に組合わされた設計で、装置がコンパクトで据付面積が少なくてすむ。

4. 標準仕様

ホソカワミクロン ミクロンジェット標準型の各型式の仕様を Table.1 に示す。

5. フローシート

ホソカワミクロン ミクロンジェットの標準的フローシートを Fig.2 に示す。

6. 適用例及び粉碎例

ミクロンジェットによる適用例および粉碎例を Table.3 に、又粉碎物の粒度分布の代表例を Fig.3 に示す。

Table.1 ホソカワミクロン ミクロンジェット標準仕様

型 式 名		MJ-3-1U	MJ-4-2U	MJ-5-3U	MJ-6-3U	MJ-7-4U
分 級 部 型 式		MS-1A	MS-2A	MS-3A	MS-3A	MS-4A
使用空気量 (6.0Kg/cm ²) (Nm ³ /min)		1.6~2.0	3.3~5.0	8.0~10	12~15	18~22
適用コンプレッサ (kW)		15	22~37	55~65	75~110	120~150
セ ル 内 径 (m/m)		300	400	500	600	700
ノ ズ ル 本 数 (Max本)		2	3	4	4	6
リング駆動モータ (kW)		0.2	0.2	0.4	0.4	0.4
回 転 数 (50/60Hz RPM)		8.3/10	8.3/10	8.3/10	8.3/10	8.3/10
概 略 寸 法	イ	1300	1500	1800	2000	2200
	ロ	2150	2750	3400	3400	3950
	ハ	400	400	400	400	400
	ニ	300	300	400	400	450
	ホ	1100	1600	2100	2100	2300
	ヘ	350	450	500	500	800

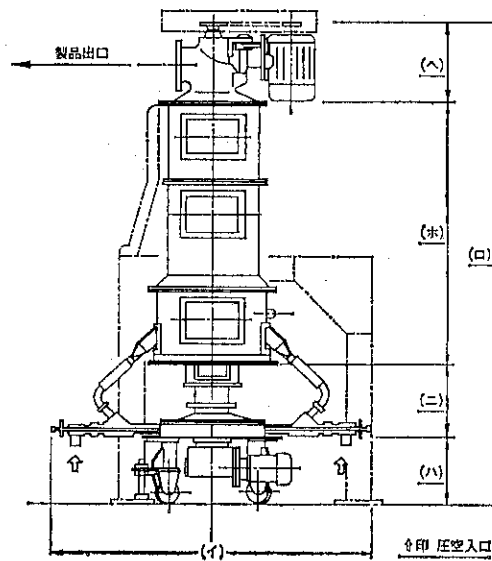
(註-1) 各型式の粉碎部にはC型とH型がある。C型は比較的低融点で付着性の強い材料に適用される。

H型は一般用で、脆性があり、比較付着力は小さいが硬度の高い材料に適用される。

(註-2) 粉碎部と分級部を分離して設置するセパレート型も製作できる。(Sタイプ)

(註-3) 分級部に超微粉の分級が可能なスーパーセパレータMS S型との併設もできる。

(註-4) 粉碎部衝突面材質はセラミック、超硬合金、耐摩耗合金など適切なものを選ぶことができる。



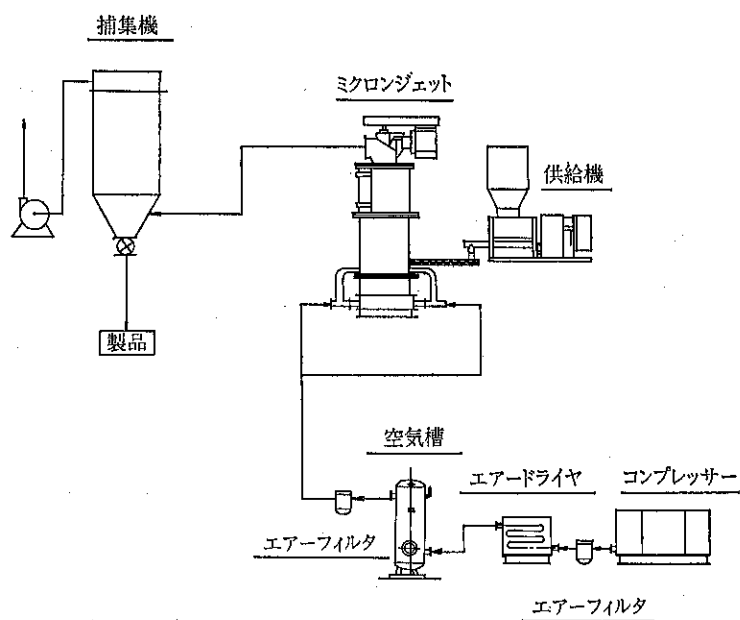


Fig. 2 ホソカワミクロンミクロンジェットの標準的フローシート

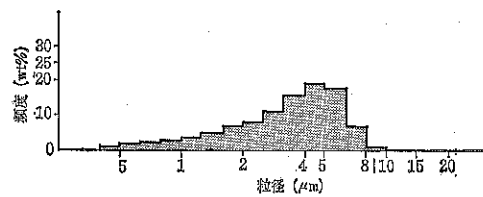
Table. 2 ミクロンジェットの適用例

物質名	適用原料名
低融点物質	各種合成樹脂, ワックス, 高級脂肪酸, 食品添加物, 等
弱熱性物質	ブドウ糖, 抗生物質, コーヒー粉末その他食品, 医薬品, 農薬, 等
付着性物質	トナー, 染料, 顔料, 色素, 油脂, 酸化チタン, 酸化鉛, 酸化鉄, 等
削摩性物質	珪砂, 炭化珪素, タングステン, レンズ用研磨材, 等
繊維性物質	CMC, 生薬, アスベスト, 樹皮, 等
その他	タルク, 炭酸カルシウム, シリカゲル, ガラス粉末, 水酸化アルミ, 珪酸カルシウム, 等

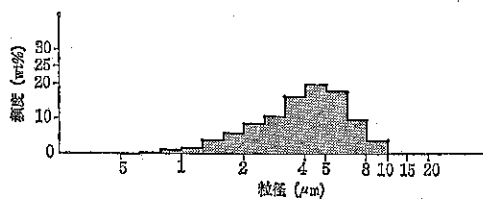
Table. 3 ミクロンジェットの粉碎例

原 料 名	型 式	空気消費量 (Nm ³ /min)	所要動力 (kW)	原料平均粒径 (μ m)	製品平均粒径 (μ m)	処理能力 (kg/Hr)
炭酸ストロンチウム	MJ-3-1	2.2	15	13.8	1.6	8
チタン酸バリウム	MJ-3-1	2.2	15	3.5	1.2	9
シリカゲル	MJ-3-1	2.2	15	20	4.6	34
タ ル ク	MJ-3-1	2.2	15	4.6	2.4	10
タ ル ク	MJ-3-1	2.2	15	8.8	3.3	24
ト ナ ー (1成分系)	MJ-3-1	2.2	15	35	12.0	3.5
ト ナ ー (2成分系)	MJ-4-1	4.0	27	20	10.5	23.8
石 炭	MJ-4-1	4.0	27	100	13.0	29.6
ガラス粉末	MJ-3-1	1.7	11.6	49	4.1	5.5
人 造 黒 鉛	MJ-3-1	2.2	15	45	4.1	5.8

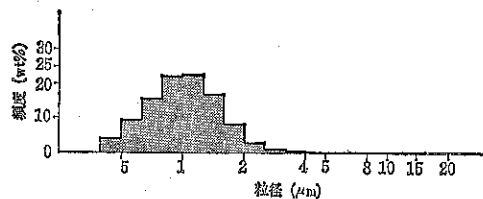
所要動力はコンプレッサーの効率によって異なるため参考値です。



(イ) 研 磨 材



(ロ) 黒 鉛



(ハ) チタン酸バリウム

Fig. 3 ミクロンジェットによる各種粉碎産物の粒度

マイクロトラックによる粒度分布測定

南 孝和*
Takawa Minami

測定室では、昭和54年からコールターカウンター粒度測定器を、研究所で行う開発研究に又試験所で行う試験業務に利用してきたが、昭和57年1月にマイクロトラック粒度測定器を購入した結果、一段と粒度測定が充実してきた。

そこでマイクロトラックの原理および特性についてコールターカウンターとの比較を行いながら紹介する。

〔1〕 原理

マイクロトラックの原理図を Fig. 1 に示す。

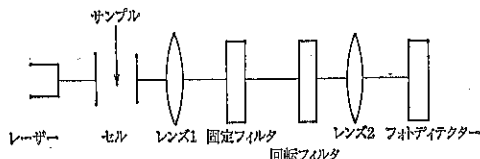


Fig. 1 原理図

He—Ne レーザー光はサンプルに当たると粒子によって散乱する。この散乱した光をレンズ1で集めるとその焦点上にブラウンフォアの回折像が現われる。この回折像の光の強度分布を固定フィルターと回転フィルターの二枚の円形ディスクからなるコンピュマスクに集められる。コンピュマスクでは13区分に光が分離され、レンズ2を通過してフォトディテクターに送られる。フォトディテクターに集められた光は電気信号に変換され、演算部で粒度分布が解析される。

〔2〕 特性

（1） 操作性

マイクロトラックの操作スイッチはコールターカウンターに比較して少ないため簡便である。しかしながら測

定レンジ巾の変更や溶媒の変更等を行う場合はレンズ交換や光軸合わせ等の操作が必要で面倒である。

したがって操作性の面から判断するとマイクロトラックは同一サンプルの測定に向いているが多品種の測定には能率的でない面がある。

（2） 測定時間

粉体のサンプリング後の測定時間はマイクロトラック、コールターカウンターとも約1分間でほとんど差はない。前処理に要する時間（マイクロトラックではレーザー安定時間・ブランク値調整時間等、コールターカウンターではアパーチャーチューブ設置時間等）を考慮した全所要時間はマイクロトラックでは約15～20分、コールターカウンターでは5～10分を要する。

（3） 測定範囲

小レンジでは1.9～176 μ 、大レンジでは3.3～300 μ mである。コールターカウンターではアパーチャーチューブの交換によって0.4～200 μ 程度の測定巾がある。

（4） 測定難・測定容易な粉体について

マイクロトラックの粒度測定はコールターカウンターと比較して測定容易な粉体とそうでない粉体がある。下記にそれぞれの粉体を示す。

測定容易な粉体（コールターカウンターでは測定難）

- 1) 粗粒
200～300 μ 程度の粒子でも測定容易
- 2) 真比重が大きい粉体
鉄粉、鉛粉等の粉体でも測定容易
- 3) 電気伝導性の大きい粉体
電気伝導性に関係なく測定容易

測定難の粉体（コールターカウンターでは測定容易）

- 1) 超微粒
1.9 μ 以下の粒子の測定はできない。
- 2) 水に可溶する粉体
少量サンプルコンディショナを使用すれば測定できなくはないが、我々の測定室のように短時間に種

* 関西川粉体工学研究所
(〒573 枚方市招提田近1-9)
Tel. (0720) 57-3721

々の粉体を測定しなくてはならないような所では少量サンプルコンディショナの交換調整に時間をとるため測定が難しくなる。

(5) 再現性

粒度測定器において測定値の再現性は重要なファクターである。Fig.2 にマイクロトラックの再現性について調べた。使用粉体はタルクである。

Fig.2 に示すように4回の測定値をプロットした良好な再現性が得られた。

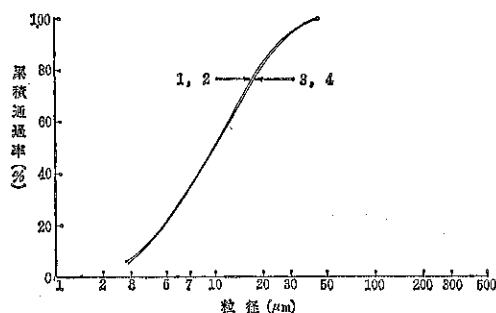


Fig.2 再現性

(6) 粒度分布の比較

Fig.3～6 にマイクロトラック、コールターカウンター、沈降天秤の粒度分布の比較を示す。測定粉

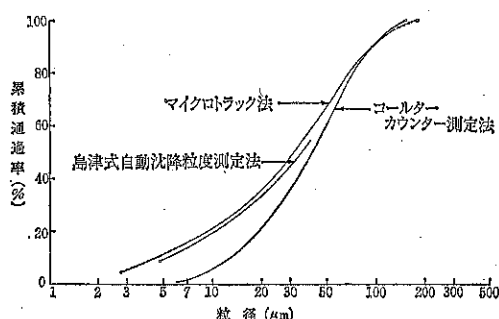


Fig.3 粒度分布の比較 (JIS 2種)

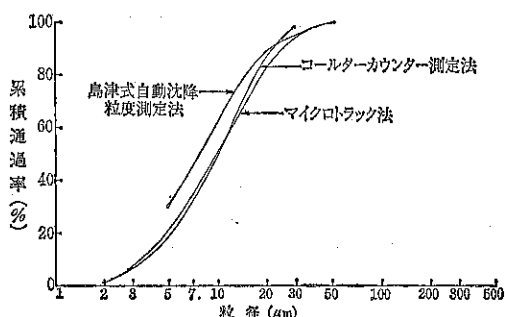


Fig.4 粒度分布の比較 (JIS 4種)

体は JIS 試験用ダスト 2 種 (ケイ砂) 4 種 (タルク) 5 種 (フライアッシュ) 8 種 (関東ローム) である。

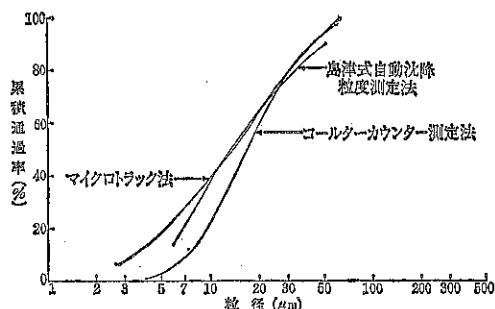


Fig.5 粒度分布の比較 (JIS 5種)

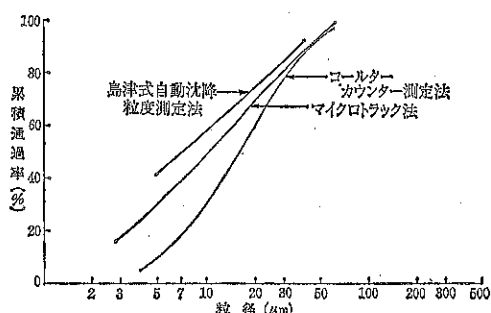


Fig.6 粒度分布の比較 (JIS 8種)

Fig.3～6 から判断するとコールターカウンターは他の2機種と比べて粒度分布が狭くなる傾向にある。即ち累積通過率の曲線の勾配が急になる。マイクロトラックは粒子の粗い2種・5種においては沈降天秤法と同じ傾向を示す。又粒子の比較的細かい4種・8種では沈降天秤法と差異が生じている。この原因は、マイクロトラックでは超微粉の測定は不能のためその分だけ沈降天秤法の方が細かく出る傾向があるともいえる。

(7) 測定データの表示について

・マイクロトラックのプリントアウト (Fig.7)

- ・累積分布
- ・頻度分布
- ・棒グラフ
- ・体積平均径
- ・10%累積径
- ・50%累積径
- ・90%累積径

・コールターカウンターの表示 (Fig.8)

- ・X-Yレコーダーで頻度分布と累積分布を表わす。

実用上、データーの比較検討を行う場合コールターカ

176	-----100	150	--4
125	-----95	106	----7
88	-----88	75	-----12
62	-----76	53	-----13
44	-----62	38	-----13
31	---49	27	-----10
22	--38	19	-----9
16	-29	13	----7
11	-22	9.4	--4
7.8	17	6.6	---5
5.5	12	4.7	-4
3.9	8	3.3	-4
2.8	4	2.4	---4

176	100.0	4.0
125	95.9	7.4
88	88.5	12.4
62	76.1	19.8
44	62.3	13.2
31	49.0	10.1
22	38.9	9.4
16	29.4	7.0
11	22.4	4.9
7.8	17.5	5.0
5.5	12.4	4.0
3.9	8.4	4.0
2.8	4.4	4.4

CS=	0.44
MV=	42.29
X90=	95.12
X50=	31.94
X10=	4.51
DV=	0.2887

Fig. 7 マイクロトラックのプリントアウト例 (サンプル: JIS 2種)

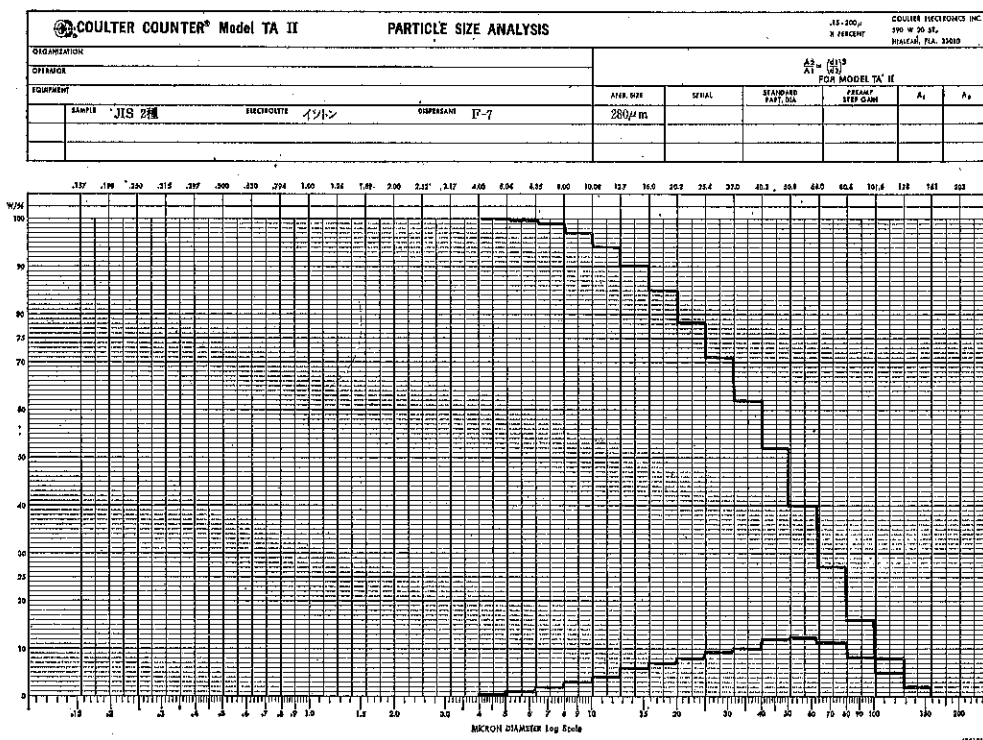


Fig. 8 コールターカウンタのプリントアウト例 (サンプル: JIS 2種)

ウンター方式の方が見易い。

(8) 乾式測定について

- ・大部分の粒度測定器は、分散媒に懸濁させて測定を行わなければならないがマイクロトラックでは乾式測定が可能である。このため空気輸送中の粒度が測定できるためオンライン計測が可能である。
- ・凝集性粉体を乾式測定する場合は分散に気をつけなくてはならない。

〔3〕 あとがき

マイクロトラックの原理、特性等について紹介してきたようにこの機種が得意とする分野が徐々に判明してきた。測定室ではこれらの傾向をつかみ粉体によって測定器の選定を行って、正確なデータを取ることを心掛けていきたい。

特許一言メモ No. 44

意匠と著作権の違い

「意匠」と「著作権」は、どのように違うのか！

まず、意匠は意匠の定義の中に「意匠とは、物品の形状、模様若しくは色彩又はこれらの結合であって、視覚を通じて美感を起させるものをいう。」とあるように総括して物品のデザインに関するものである。しかも、これは工業デザインに限定されると言ってもよい。

これに対し、著作権はその対象となる著作物が「思想又は感情を創作的に表現したものであって、文芸、学術、美術又は音楽の範囲に属するものをいう。」と著作権法に定義づけられているように主として芸術分野に関連するものであると解釈できる。

そして、意匠と著作物、又は意匠権と著作権との異なる点は、

- (1) 意匠は「工業上利用できなければならない」との要件から量産できることという条件があるのに対し、著作物には全くその制約がないこと。
- (2) 意匠の登録要件中には新規性が必要であるが、著作物では創作性のみがあればよい。
- (3) 意匠は特許庁に出願し、登録されてはじめて意匠権の効力が発生するが、著作権は著作物の完成の事実により発生するものであり、登録の手続も不要であること。
- (4) 意匠権の存続期間は登録日より15年間であるのに対し、著作権の存続期間は原則として著作者の死後50年間とされていること。

以上、意匠と著作権との異なる幾つかの点は挙げられるものの、なお両者が「デザイン」という分野において関連を持つために明確に区分し難いと言われる方もおられると思う。しかし、これはデザインに関して意匠と著作

権とがオーバーラップするところから起るものである。

そこでたとえば、ある図柄が著作物である場合、この図柄は家具であろうと著作物であろうとすべての著作権の枠内に該当し、これを侵せば著作権の侵害となる。

たとえば、同じ図柄をポットに用いたデザインで以って意匠登録をすると、この意匠は前記の図柄とポットとが組み合わされた場合には意匠権としての排他的な権利を行使できるが、前記の図柄が他の別の物品と組み合わせられたとしても意匠権の侵害にはならない点である。

つまり、要は著作権は著作物としてのデザインが何に使用されるか否かを問わず、そのデザイン自体に対して与えられる権利であり、他方、意匠は登録された特定の物品に対してのみに限られる。

これは、意匠と著作権のそれぞれの性格上の違いから来るものであると言えよう。

ちなみに、意匠法には「意匠の保護及び利用を図ることにより、意匠の創作を奨励し、もって産業の発達に寄与することを目的とする。」とあり、所轄管庁は特許、実用新案、商標と同じく特許庁で、通産省内にある。他方、著作権法には「著作物並びに実演、レコード及び放送に関し著作者の権利及びこれに隣接する権利を定め、これらの文化的所産の公正な利用に留意しつつ、著作者等の権利の保護を図り、もって文化の発展に寄与することを目的とする。」となっており、所轄管庁は文部省内の文化庁文化部に著作権課がある。

また、著作権には著作者の人格を保護するための権利も明定されているが意匠法にはこうした規定はない。

(技術資料室)

PET 連続式固相重合システムについて

枚方事業本部技術部*

1. はじめに

PET (ポリエチレンテレフタレート) 樹脂を使用したボトルは、国内においてまず醤油容器として出発し、その後化粧瓶、シャンプー容器、酒容器など多種にわたり、その需要を増大してきた。更に、厚生省の認可待ちになっていた清涼飲料水用ボトルとしての需要が現実化となり今後、益々生産が拡大していくことが予測されている。

弊社の連続式固相重合システムは今後の需要に対応すべく高品質、大量生産、Low Running Cost をめざしたシステムである。この稿において、そのアウトラインを紹介する。

2. PET 固相重合とは

従来のプロセスは液相つまり熔融状態において重合度を上げておいてから急冷し、結晶化乾燥して、用途に合わせた重合度を得ていた。しかし、この液相重合では重合度を上げるほどアセトアルデヒド (A. A) の含有量が多くなり、ボトル用としてはその適用が不可であった。そこで開発されたのが固相重合法である。つまり、液相での重合度のある程度までで、押え、A. A の含有量を極力おさえたものを急冷、ペレット化してから結晶化、乾燥昇温することによって重合度を高め、A. A を除去する方法である。固相重合とは、簡単に言うと、PET ペレットの熱処理装置のことで、ペレットを加熱することにより、まず分子配列を変え、その後分子量の増大をはかるものである。前者を結晶化 (Crystallization)、後者を固相重合 (Solid Phase Polymerization) という。

3. 固相重合設備の現状と今後

国内にあっては、現状、回分式 (Batch Type) の設備が大部分を占めているが、前々項で述べたように需要の拡大とともに連続式固相重合システムが脚光を浴びつつある。

欧米諸国、特に北米ではボトル用PETレジンへの供給は大部分連続式設備によってまかなわれている。またその設備の多くは、我が社の技術提携先である Bepex 社のシステムを採用しているのが現状で、日本を含め全世界で Bepex システムの供給能力では、300,000t/year に達しようとしている。

4. 連続式固相重合装置の概要

Fig. 1 に連続式固相重合装置の概要を図示した。結晶化 (1st Stage Crystallization)、乾燥 (Drying)、昇温熟生 (2nd Stage Crystallization)、重合 (Polymerization)、冷却 (Cooling) と一連のプロセスを、その各々の目的に対して最も適している機器を使用し、最終的に用途に合った重合度の製品を得る装置である。各工程の説明を簡単に述べる。

〔A〕 結晶化 (1st Stage Crystallization)

PET樹脂は、熔融状態から急冷すると、透明な非晶質成型品を得ることができる。この非晶質PETを加熱することにより、70°C 近辺から分子鎖の熱運動がさかんになり再配列が始まり、顕熱の上昇に伴い徐々に白濁しながら結晶化が進む。この際、100°C 近辺でペレットの表面にベタツキが生じる。よって、機械表面やペレット間の融着を阻止するために、何らかの攪拌機能を要する。その代表的なものが、ソリッドエア (Solidaire) である。ソリッドエアの特徴は、間接加熱型の乾燥機 (今の場合はむしろ加熱機) としては回転が比較的速度くて総括伝熱係数が大きくとれるということである。従って品温の上昇スピードが速いため、レジンの融着を発生させ

* ホソカワミクロン㈱枚方事業本部
(〒573 枚方市招提田近1-9)
Tel. (0720) 55-2221(代)

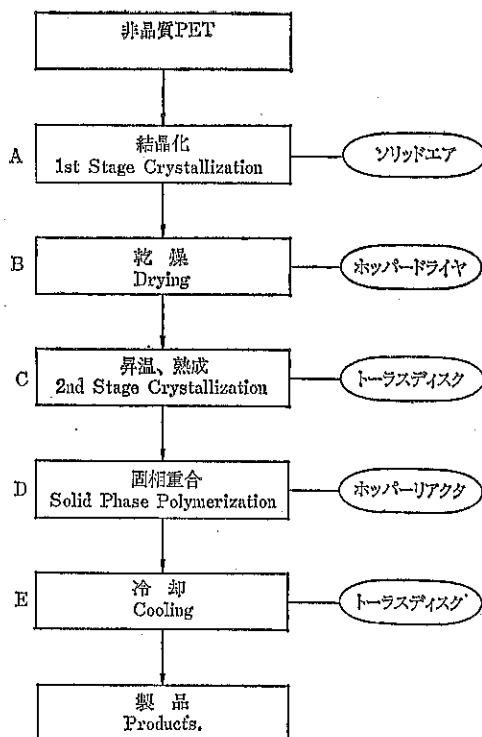


Fig. 1 連続固相重合装置の概要

ず、また、高速回転にあるにもかかわらず、レジンのダメージがなく粉化が少ないのは機内滞留時間が短いためである。

〔B〕 乾燥 (Drying)

PETは湿気を吸収し易く、この湿気が重合をする際のさまたげとなる。従って、固相重合をする場合、この水分の除去が一つの重要なポイントになっている。通常、0.005%WB以下の値が要求される。この値を得るには、ガス接触で所定の滞留時間を必要とする。また、このガスもPETの要求平衡水分に対応するガス中の水蒸気分圧をもつような除湿乾燥ガスを用いる必要がある。弊社の当工程は、ホッパードライヤを採用していて、プラグフロー性および接触ガスが均一に流れるように十分に配慮されたものである。

なお、もともとフィード原料の水分が低い(目的水分に近い)場合、この乾燥工程は不必要となってくる。

〔C〕 昇温、熟成 (2nd Stage Crystallization)

この工程は、次工程のホッパーリアクタにおける重合の前処理的なもので、PETを更に加熱し、結晶化度を進め所定重合温度に達せしめ、ホッパーリアクタに連続

供給する役目をもつ。従って、ここでの装置条件が重合条件を決すると言っても過言ではない。

弊社は予熱機としてトラスディスクを使用している。ソリッドエア同様、間接加熱型の乾燥機であるが攪拌ディスクロータも伝熱ジャケットであるため容量の割に伝熱面積が大きくとれる。従って熟成と言う意味において、ある程度滞留時間を必要とする場合有利と言える。また、低速回転であるため極力微粉の発生を防ぐ効果もある。

〔D〕 固相重合 (Solid Phase Polymerization)

重合温度に達した後、PETはホッパーリアクタに供給されるが、ホッパーリアクタへの供給量は、排出量と同一に保持するようコントロールされている。従ってホッパーリアクタの容量により滞留時間(反応時間)が決まる。ホッパーリアクタ出口における重合度^{*}は、この滞留時間とPET温度(重合温度)によりほぼ支配されている。

また、ホッパーリアクタには重合温度を均一に保持させるため、下部より高温不活性ガス(一般的には N_2 ガス)を吹き込むように設計がなされている。また、PET中に含有されているアセトアルデヒドは、不活性ガスと接触することにより拡散され、不活性ガスとともに系外に排出される。このアセトアルデヒドを含有したガスは、スクラパーに運ばれ洗浄されたのち再びヒートアップされてリアクターに供給され、循環使用される。

〔E〕 冷却

〔A〕～〔D〕までで固相重合装置としての機能(IV値の上昇、AAの除去)を満足しているが、下記の2点の理由により冷却工程を必要とする。

その1) 目的のIV値が得られた時点で余計な反応を停止させるために冷却の必要がある。

その2) 輸送、貯蔵、袋詰めなどの工程上の問題点を除くためにも冷却の必要がある。

当冷却機には、予熱機同様トラスディスクを使用している。

以上の工程が、弊社の固相重合装置のあらましである。各工程において、温度条件、熱ガス量などさまざま

^{*}重合度: 重合度とは分子量の増大度のことであるが、直接的に測定できない。そこで間接的な測定法としてポリマーの固有粘度(Intrinsic Viscosity=I. V.)の測定があり、通常、このIV値が重合度の目安となっている。

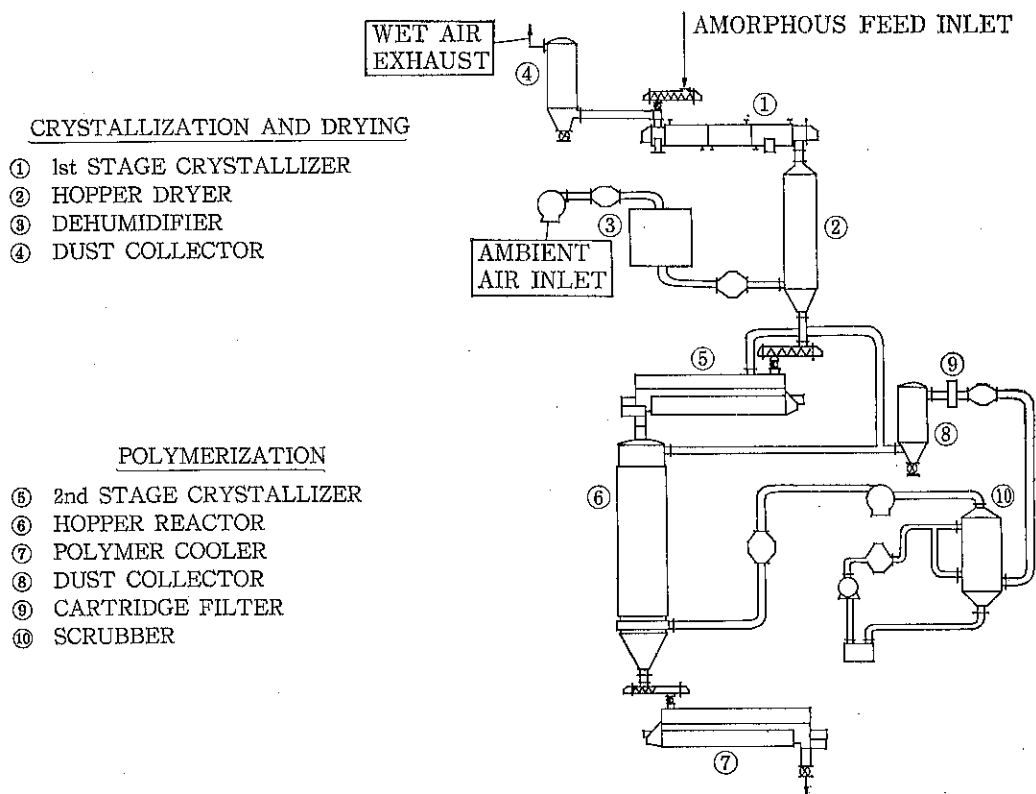


Fig. 2 PET固相重合装置フローシート

な装置条件および附帯設備があるが、この稿ではとどめておく。なお、Fig. 2. に固相重合装置の概略フローシートをかかげてあるので参照されたい。

5. む す び

当PET固相重合装置は、昭和56年春に弊社枚方試験

所にテストプラントを設置して以来、様々なテストを重ねることにより、弊社独自の知見を得、更に Bepex 社の技術ノウハウを加えることにより国内外向けとして十分満足できるものであると確信している。



ホソカワ ニュース

○世界最大級の粉砕分級機メキシコに輸出

当社は技術提携先のパイプスクリュース社（米国）を経由して、メキシコの半官半民企業アルパメックス社から世界最大級の分級機内蔵衝撃式粉砕機「ファインパルベライザ」F P-7型、2台を受注し、昨年12月および本年1月にそれぞれ船積みいたしました。

同機は、大豆（粗割り大豆を圧縮加熱処理したもの）を微粉砕して食料および飼料に利用されるもので、粉砕部動力450kW、分級部動力22kW、全高8.4m、総重量25トンという世界最大級の粉砕分級機です。

○国際販売技術研修会議開催



昭和57年3月29日から31日までの3日間、国際販売技術研修会議が京都市、宝ヶ池畔の国立京都国際会館および当社において開催されました。

この研修会議は、平素より当社製品の販売についてご協力願っている国内、国外販売代理店の実務担当の方達を対象として行われました。海外からは米国、英国、西独、韓国、香港、中華民国、タイ、マレーシア、フィリッピン、インドネシア、等10カ国の参加があり、日英同時通訳で幅広く熱心な討議が行われ、有意義な研修会議でした。

○シンガポール駐在員事務所開設

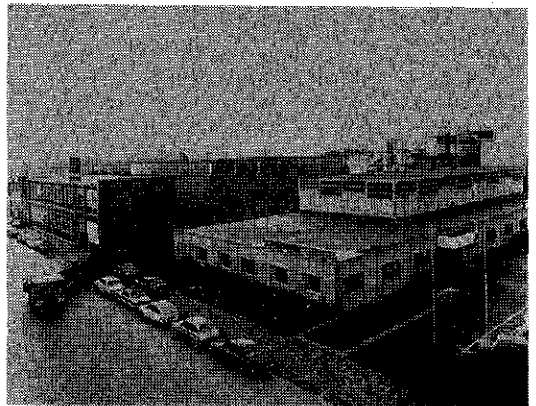
昭和57年6月1日、大阪府の関係機関である大阪商品海外ストックセンター（O・M・C）の共同事務所がシンガポールに設置され、そこに当社の駐在員事務所を開設し、ホソカワインターナショナル山口営業主任が赴任いたしました。6月22日、岸大阪府知事主催の開設披露パーティが現地で行われ、当社からは社長、ホソカワインターナショナル増田営業課長らが出席いたしました。

○西独アヘマに出品

昭和57年6月6日から12日までの7日間、西独フランクフルトで開かれた世界的な化学機械展示会であるアヘマに、当社は関連会社のホソカワヨーロッパを通じて超微粉砕機「ミクロンジェット」、分級機「スーパーセパレータ」、乾燥機「ミクロンドライヤ」、粉粒体流量制御装置「フローメトロン」、粉体特性測定機「パウダテスト」、吊下式粉体層付着力測定機「コヒテスタ」、等を出品しご来場者の関心を集め盛況でした。

○ホソカワナウタ社（HOSOKAWA-NAUTA B. V.）

創設



昭和57年8月、当社はナウタミキサとして著名なオランダの混合機専門メーカーであるナウタミックス社の株式を取得し、経営権を引継ぐことになり、社名もホソカワナウタ社に変更いたしました。

これに伴い、同社工場設備を強化して従来の混合機専業から粉砕、分級、乾燥、集塵、等の全ホソカワ製品を逐次現地生産し、ヨーロッパ一円の市場に総合的な粉体技術を提供してまいります。

○粉体技術講演討論会開催

昭和58年8月20日、粉体技術談話会主催の「第16回粉体工学に関する講演討論会」が当社において開催され盛会でした。主な内容は次のとおりです。

新材料と粉体特性	京都大学化学研究所
	荒川正文先生
ニューセラミックスについて	三重大学工学部
	作花済夫先生
高分子複合材料の現状	倶楽部 開発部長
	井本三郎先生
総括討論（司会）	名古屋大学工学部
	神保元二先生

○オランダでホソカワナウタ社披露パーティ開催

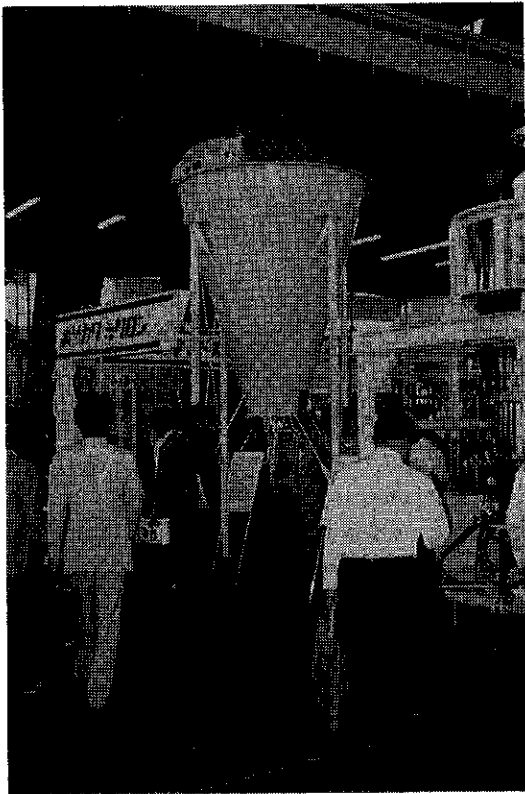
昭和57年9月2日、アムステルダムのホテルオークラでホソカワナウタ社創設披露パーティが盛大に開催さ

れ、地元官公庁、経済団体、金融関係ならびに関連業界から、約300名が列席されました。当社側からは社長、他7名が出席いたしました。

○粉体の各種基礎物性解明と、その実用的な精密測定技術講習会出品

昭和57年9月16日～17日、中部経営開発センター主催の上記講習会が愛知県中小企業センターで開催され、当社より粉体特性測定機「パウダテスト」、吊下式粉体層付着力測定機「コヒテスト」を実演展示し好評でした。

○'82粉体工業展出品



昭和57年9月27日から10月1日までの5日間、'82粉体工業展が東京晴海の国際貿易センターで開催されました。本展示会は昭和51年以来隔年開催されているもので、わが国における唯一の粉体処理機器・装置の専門展示会として内外から高い関心が寄せられています。当社は今回も参加各社の中で最大の22小間に新製品をはじめ、多数の機器を出品いたしました。期間中のご来場者は3,500名以上に達し、展示機を前に活発な商談が行われ盛況裡に終了しました。

(出品機種)

超微粉碎機 ホソカワミクロン ミクロンジェット
MJ-7-4型
微粉碎機 ホソカワ/マイクロ ACMパルペライザ

ACM-30型

分級機 ホソカワミクロン スーパーセパレータ

MSS-1型(実演)

混合機(反応機) ホソカワ/ナウタ ミクロンミキサ
(リアクタ) MX-20型(空転)

” ホソカワ/ナウタ ミクロンミキサ
(リアクタ) NXV-1型(システム展示)

架橋防止機 ホソカワ/パイブラ ビンアクチベータ
BA-3型

定量供給計量機 ホソカワ/パイブラ ウエイベルトフ
ィーダ 2-25型(空転)

供給排出機 ホソカワ/マイクロ ロータリバルブ
RV-20D型(空転)

乾燥機 ホソカワミクロン ミクロンドライヤ
MDH-1型(空転)

” ホソカワ/ビーベックス ソリッドエアー
SJ-10-6型

” ホソカワ/ビーベックス トーラスディスク
TD-12-3型

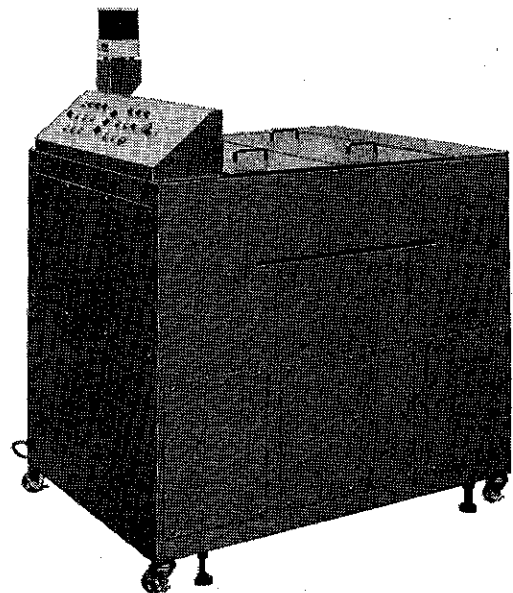
” ホソカワ/フィッツ フルイドベッドドライ
ヤ FA-75型

連続かさ密度測定機 ホソカワミクロン ミクロンチェ
ッカ(実演)

除電装置付クリーナー(空転)

○新製品 除電装置付クリーナー開発

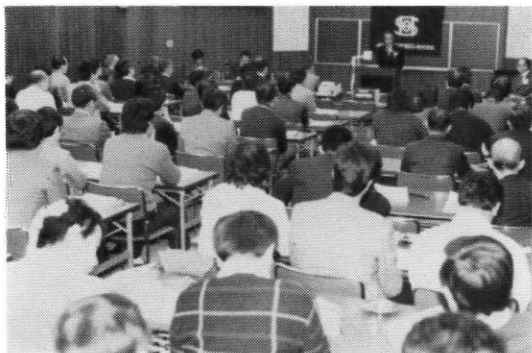
このたび、当社の関連会社であるホソカワ環境エンジニアリングではプリント基板印刷工程での塵埃粒子によ



る障害防止のために、除電装置付クリーナーを開発いたしました。そして、'82粉体工業展に出品して多数の注目を集めました。

同装置は、従来より困難とされていた静電気作用で基板表面上に付着していた微粒子を、特殊ブラシ、除電バ―とクリーンエアーの有効な活用で除去するものです。

○第5回営業技術研修会議開催



昭和57年10月29日～31日、滋賀県守山市のKBSびわ湖教育センターにおいて、大阪、東京両事業本部合同の第5回営業技術研修会議が開催されました。

この会議は、あらかじめ各グループごとに割当てられた諸テーマ（指定、選択）を事前に調査、検討したものを、当日に発表、討論を行う形で進められ多大の成果をおさめました。

“粉砕”誌編集委員会

編集委員会査読委員

査読委員長	大阪府立大学名誉教授	矢野 武夫氏
査読委員	中部工業大学教授	吉田 哲夫氏
“ ”	愛知工業大学教授	井伊谷鋼一氏
“ ”	京都大学教授	吉岡 直哉氏
“ ”	静岡大学教授	狩野 武氏
“ ”	名古屋大学教授	神保 元二氏

（御年令順）

“粉砕”誌投稿規定抜萃

1. 原稿の種類

- 1.1 研究報告
- 1.2 技術報告
- 1.3 総説（解説および講義も含む）
- 1.4 参考資料
- 1.5 文献紹介
- 1.6 随筆
- 1.7 その他

2. 原稿の編集

1) 研究報告および技術報告につきましては査読委員の査読結果に従って訂正を求めることがありますので御協力下さい。

2) 原則として年1回発行します。

3) 抜刷を御希望の場合は編集事務局へ御連絡下さい。実費にてお頒けいたします。

4) 掲載済の原稿は返却いたします。

5) 掲載しました原稿に対しては若干の稿料を送らせていただきます。ただし、研究報告および技術報告は原則として抜刷100部贈呈し、稿料は支払いません。

◎連絡先

〒573 枚方市招提田近1丁目9番地

㈱細川粉体工学研究所

“粉砕”編集事務局宛（Tel 0720-57-3721）

原 稿 募 集

“粉砕”誌の原稿を募集いたします。粉体工学に係る研究報告、技術報告、総説、参考資料、文献紹介、随筆など特徴ある記事をふるって御投稿されるようお願いします。ご一報いただきましたら、原稿用紙をお送りいたします。

次号発行予定 昭和59年1月末日

原 稿 締 切 昭和58年8月末日

編 集 後 記

* 第16回粉体工学に関する講演討論会の講演内容を特集として掲載した。昨今新材料、新素材に対する関心が高く、1980年代は材料の時代の幕開けともいわれている。

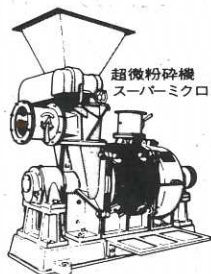
* 粉体をいかに制御し活用するかが新材料製造のキーポイントとなっていて、そのためにも“粉”のキャラクター化が必要であると荒川先生は述べられている。（編集部）

“粉 砕” No. 27 1983年 （非売品）

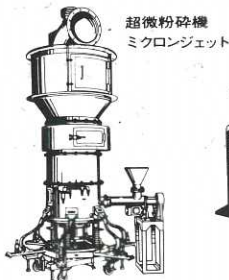
昭和58年1月31日	印刷
昭和58年2月10日	発行
編集発行責任者	横 山 藤 平
発行所	細川粉体工学研究所
	大阪府枚方市招提田近1丁目9
印刷所	ナニワ印刷株式会社
	大阪市北区天満1丁目9-19

確かなあすへ—さらに進歩をめざして。

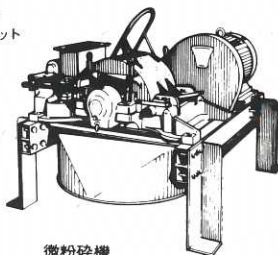
総合粉体処理技術で社会に貢献するホソカワ



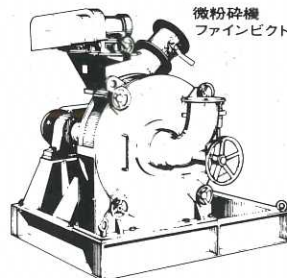
超微粉砕機
スーパーミクロンミル



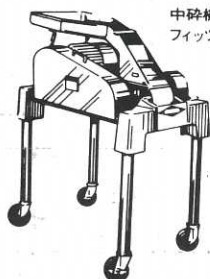
超微粉砕機
ミクロンジェット



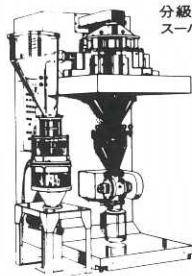
微粉砕機
バルベライザ



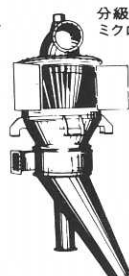
微粉砕機
ファインビクトリミル



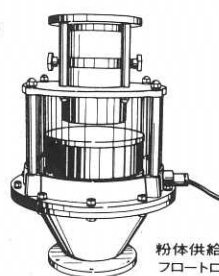
中砕機
フィッツミル



分級機
スーパーセパレータ



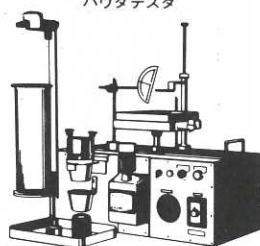
分級機
ミクロンセパレータ



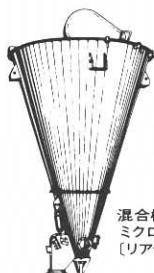
粉体供給排出機
フロートロン



架橋防止機
ピンアクチベータ



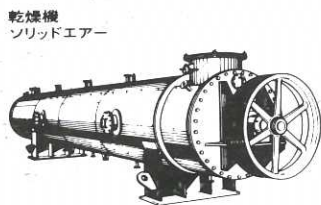
粉体特性測定機
パウダテスト



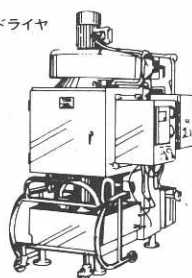
混合機・反応機
ミクロンミキサ
[リアクタ]



乾燥機
ミクロンドライヤ



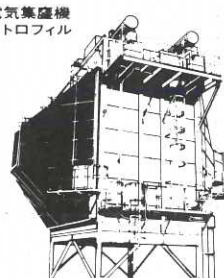
乾燥機
ソリッドエア



流動乾燥機
フルイドベッドドライヤ



炉過式集塵機
バルスエアー



湿式電気集塵機
エレクトロフィル

ホソカワミクロン(株)は、大正5年の創業以来60有余年、粉体技術一筋に歩み、豊かな経験と確かな技術で、粉体化学機械の『専門化』を目指してきました。この経験を生かして、80年代の多様化するニーズに対応するため、粉碎、分級、混合、乾燥、集塵など各粉体処理単一操作技術の総合化によるシステム化を更に推進しております。

粉体技術の

ホソカワ

ホソカワミクロン 株式会社

旧社名 株式会社 細川鉄工所

本社 大阪府枚方市招提田近1丁目9番地
〒573 電話 大阪 (0720) 55-2221 (代)
支店 東京都豊島区東池袋3丁目1番1号(サンシャイン60)
〒170 電話 東京 (03) 986-8661 (代)