



室蘭工業大学

学術資源アーカイブ

Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive



## 浮力秤量法による浮上性球形粒子の粒径分布測定におよぼす秤量棒および容器形状の影響

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 公益社団法人 化学工学会 公開日: 2023-10-04 キーワード (Ja): 粒子, 浮上, 粒径分布, 形状, 容器 キーワード (En): Particle, Floating, Size distribution, Shape, Vessel 作成者: 大平, 勇一, 中野, 和哉, Mohd Pa' ad, Khairunnisa Binti, 島津, 昌光, 平野, 博人 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/0002000057">http://hdl.handle.net/10258/0002000057</a>

# 浮力秤量法による浮上性球形粒子の粒径分布測定におよぼす秤量棒および容器形状の影響

大平 勇一<sup>1††</sup>・中野 和哉<sup>1</sup>・Khairunnisa Binti Mohd Pa'ad<sup>2</sup>・島津 昌光<sup>1</sup>・平野 博人<sup>3</sup>

1 室蘭工業大学大学院工学研究科 環境創生工学系専攻, 050-8585 北海道室蘭市水元町 27-1

2 マレーシア工科大学マレーシア日本国際工科院 化学環境工学科, 54100 クアラルンプール, スルタン・ヤーヒャ・ペトラ通り

3 苫小牧工業高等専門学校 創造工学科, 059-1275 北海道苫小牧市錦岡 443

キーワード: 粒子, 浮上, 粒径分布, 形状, 容器

浮力計量法による粒径分布測定におよぼす秤量棒形状と容器形状の影響を実験的に調べた。中空ガラスビーズを浮上性粒子として使用した。秤量棒として円柱棒, 角型棒, 板を, 容器として角型容器またはメスシリンダーを組み合わせて粒径分布を測定した。メスシリンダーを容器として使用した場合, 角型棒や板を使用しても粒径分布の測定が可能であった。角型容器と円柱棒を組み合わせた場合も粒径分布を測定できた。秤量棒の位置は粒径分布に影響を与えない。

## 緒言

これまでに多くの粒径分布測定法が開発され, 様々な分野で利用されている。分散媒よりも密度が大きい沈降性粒子の粒径分布測定法として, 篩い分け法 (JIS Z8815, JSA, 1994), 画像解析法 (JIS Z8827-1, JSA, 2008), レーザー回折・散乱法 (JIS Z8825-1, JSA, 2001c), 電気抵抗試験方法 (JIS Z8832, JSA, 2010), 沈降天秤法 (JIS Z8822, JSA, 2001b), ピペット法 (JIS Z8820-2, JSA, 2001a), 比重計法 (JISA1204, JSA, 2009), 遠心沈降法 (JIS Z8823-2, JSA, 2004) などがある。著者らは新しい沈降測定法である浮力秤量法を開発し検討を進めている。浮力秤量法懸濁液中の粒子移動に伴って生じる懸濁液の密度変化を懸濁液中に吊した秤量棒に作用する浮力として検知し, 秤量棒長さ, 秤量棒のみかけ質量の経時変化から粒径分布を求める。粒径分布測定装置は床下秤量フック付の精密電子天秤, 懸濁液の密度変化を感知するために懸濁液中に吊される秤量棒, データロガー兼解析装置として使用するパソコンで構成される。

これまで JIS 試験用粉体等を用いて沈降性粒子の粒径分布測定を行い, 沈降天秤法やアンドレアゼンピペット法などの沈降法, レーザー回折・散乱法, 画像解析法と同等の粒径分布が得られることを報告した (Obata *et al.*, 2009; Ohira *et al.*, 2010; Furukawa *et al.*, 2010; Tambun *et al.*, 2016; Sawada *et al.*, 2019)。一方, 分散媒よりも密度が小さい気泡や液滴などの浮上性粒子は, 画像解析法 (Ohkawa *et al.*, 1987; Ijichi *et al.*, 1997), レーザー法 (Chatzi *et al.*,

1991), 遠心法 (Fujinawa *et al.*, 1984) などで粒径分布の測定が行われている。我々は浮力秤量法による粒径分布の測定理論が浮上性粒子にも適用できると考え, 浮上性粒子を用いて実験的に検討し, 粒径分布測定が可能であることを報告した (Motoi *et al.*, 2010; Ohira *et al.*, 2011; Tambun *et al.*, 2011, 2012)。これまでの検討で粒径分布測定理論が正しいことは確認できたが, 今後の実装を考えた場合, 浮力秤量式粒径分布測定装置を最適化する必要がある。

これまで理論に現れない因子である分散剤の種類と濃度 (Obata *et al.*, 2009), 秤量棒材質 (Obata *et al.*, 2009; Furukawa *et al.*, 2010), 秤量棒と容器の断面積比 (Tambun *et al.*, 2012) の影響について実験的検討を行い, 最適化をはかってきた。これまでは秤量棒として円柱棒やスリット付き円管, 容器としてメスシリンダーを用いて容器中央に秤量棒を設置してきたため, 粒径分布測定におよぼす秤量棒や容器の形状, 秤量棒設置位置について未検討である。そこで, 本研究では秤量棒の形状, 容器の形状, 秤量棒設置位置の影響を明らかにするため, 浮上性粒子である中空ガラス球を用いて, 浮力秤量法による粒径分布測定を行った。

## 1. 理論

理論は前報 (Motoi *et al.*, 2010; Ohira *et al.*, 2011; Tambun *et al.*, 2011, 2012) と同様である。粒子が均一分散している懸濁液中に秤量棒を設置すると, 重力と懸濁液の浮力によって秤量棒のみかけ質量は  $M_0$  となる。時間  $t$  の経過とともに粒子が浮上すると秤量棒のみかけ質量  $M$  は小さくなる。すべての粒子が秤量棒上端よりも上まで浮上すると秤量棒の見かけの質量  $M_\infty$  で一定になる。この秤量曲線に対して懸濁粒子の物質収支から導いた Eq. (1) を適用して任意時刻における  $M_R$  を求め, Eq. (2) で積算百分率を求める。

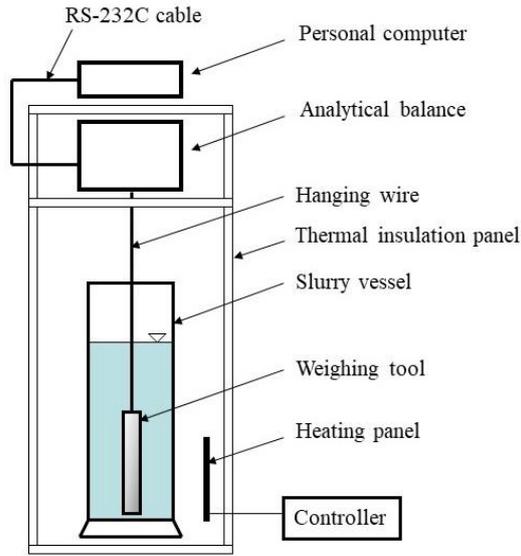


Fig.1 Schematic diagram of experimental setup

$$M = M_R + \left(\frac{dM}{dt}\right) t \quad (1)$$

$$Q_3 = 100 - 100 \times \left(\frac{M_R - M_0}{M_\infty - M_0}\right) \quad (2)$$

ここで、 $M_\infty - M_0$ は最大秤量値差  $\Delta M$ であり、次式から求めることができる。

$$M_\infty - M_0 = \Delta M = V_B \frac{C_0}{\rho_P} (\rho_P - \rho_L) \quad (3)$$

任意時刻に対応する粒径  $x$  は Stokes 式から求められる。

$$x = \sqrt{\frac{18\mu_L h}{g(\rho_P - \rho_L)t}} \quad (4)$$

後述するように粒子径は 10–100  $\mu\text{m}$  である。粒子密度、液密度、液粘度から Stokes の式で浮上速度を計算し、レイノルズ数を求めると 0.0043–0.43 となる。レイノルズ数がおおむね 1 以下であれば Stokes 域である (SCEI, 1988) ことから、Eq. (4) で粒子径を求めることに問題はない。また、粒子体積濃度は後述の通り 1vol% であり、この濃度であれば干渉浮上が起きない。

## 2. 実験装置および方法

浮力秤量式粒径分布測定装置は Figure 1 に示すように、前報 (Motoi *et al.*, 2010; Ohira *et al.*, 2011; Tambun *et al.*, 2011, 2012) とほぼ同様で、精密電子天秤 (GR-300, 最小読み取り質量 0.1mg)、データロガーであるノート型パソコン、秤量棒、懸濁液を入れる容器、縦 500 mm, 横 500 mm, 高さ 1200 mm のアルミニウムアングル製のフレーム、気流や温度変化等の外乱を防止するためのアクリル樹脂製の風除板および実験温度を 298 K で一定に維持するためのヒーターからなる。Figure 2 に使用した秤量棒および秤量板の形状を示す。(a) は前報 (Tambun *et al.*, 2012) でも用いたアルミニウム製円柱棒 ( $\phi 10 \text{ mm} \times 109 \text{ mm}$  or  $210 \text{ mm}$ , 密度  $2.70 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ , ニラコ製), (b) はアルミニウム製角型棒 ( $12 \text{ mm} \times 12 \text{ mm} \times 210 \text{ mm}$  or  $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ , 密度  $2.70 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ , ニラコ製), (c) はアルミニウム製板 ( $1.5 \text{ mm} \times 25 \text{ mm} \times 210 \text{ mm}$ , 密度

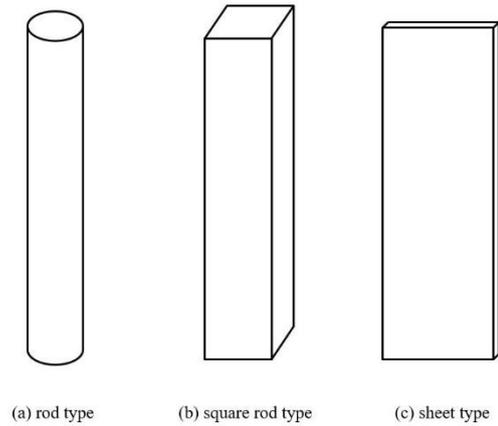


Fig.2 Schematic diagram of weighing tools

$2.70 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$ , ニラコ製) である。また、容器として 500 mL メスシリンダー (直径 47 mm, SIBATA 製), 1000 mL メスシリンダー (直径 65 mm, SIBATA 製), 自作のアクリル樹脂製角型槽 ( $100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm} \times 170 \text{ mm}$ ) を用いた。精密電子天秤は RS-232C を介してノート型パソコンに接続し、精密電子天秤付属のソフトウェアを用いて自動計測ができるようにした。秤量棒等は完全水没させ、下端が容器の底から 10 mm の位置になるように設置した。脱気ならびに粒子分散を目的として超音波洗浄機 (AU-308CB, 東京理化工機製) を用いた。使用粉体として、前報と (Tambun *et al.*, 2012) 同じく、密度のカタログ参考値が  $0.37 \times 10^3 \text{ kg m}^{-3}$  の中空ガラス球 K37 (ガラスバブルズ K37, 住友 3M 製) を、分散媒としてイオン交換水 (密度  $997 \text{ kg m}^{-3}$ , 粘度  $0.89 \text{ mPa s}$ , 298 K) を用いた。また、レーザー回折・散乱法 (MT3000EX, 日機装製) によって粒径分布を求め、浮力秤量法によって測定した粒径分布の比較対象とした。中空ガラス球 K37 の濃度は  $3.7 \text{ kg m}^{-3}$  (体積分率で 0.01, 体積濃度で 1vol%) とした。イオン交換水の密度はピクノメーターを、粘度はウベローデ粘度計を用いて測定した。

懸濁液を調製して測定用容器に入れた。この測定用容器を温度 298 K の恒温水槽に入れた。このとき、秤量棒も懸濁液中に入れ、温度が同じにした。懸濁液温度が 298 K になったら超音波洗浄機で脱気した。空気を巻き込まないように攪拌棒で懸濁液を攪拌し、直ちに精密電子天秤より吊るされた秤量棒を懸濁液の中に入れた。この時点を実測開始時刻 0 s として秤量棒のみかけ質量  $M$  を精密電子天秤に付属するソフトウェアを用いて 3 s 間隔でノートパソコンに記録した。原則として実験開始から 2 h 経過した時点で測定を終了し、理論に基づく計算処理で粒径分布を求めた。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 秤量棒形状の影響

Figure 3 にアルミニウム製円柱棒 (a) と直径 65 mm の 1000 mL メスシリンダーを組み合わせた場合 (Tambun *et al.*, 2012), アルミニウム製角型棒 (b) と直径 65 mm の 1000 mL メスシリンダー、直径 47 mm の 500 mL メスシリンダーを組み合わせた場合、およびアルミニウム製板 (c) と直径 65 mm の 1000 mL メスシリンダーを組み合わせた場合の粒径分布測定結果を示す。同図中にはレーザー回折・散乱法によって求めた粒径分布を破線 (上限値), 実線 (平均値), 一点鎖線 (下限値) で示した (Tambun *et al.*, 2012)。

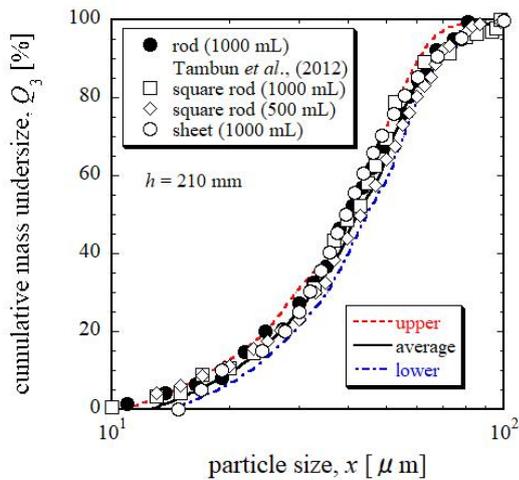


Fig.3 Influence of weighing tool shape on particle size distribution

アルミニウム製角型棒 (b) と 1000 mL メスシリンダーを使用した場合、データはほぼ一致した。直径が小さい 500 mL メスシリンダーとした場合、前述した 1000 mL メスシリンダーを用いた場合とほぼ一致した。アルミニウム板 (c) を用いた場合も同様の結果であった。また、浮力秤量法による粒径分布測定結果はレーザー回折・散乱法で測定した粒径分布とほぼ一致した。このことから、秤量棒の長さ方向の断面積が一定であれば角型棒や板を用いても粒径分布の測定が可能である。

### 3.2 容器形状および秤量棒位置の影響

容器形状の影響を調べるため、Figure 4 に示す角型容器と直径 10 mm の (a) のアルミニウム製円柱棒を用いて中空ガラスビーズ K37 の粒径分布を測定した。懸濁液高さは 140 mm、秤量棒長さは 109 mm である。秤量棒位置は 100 mm×100 mm の正方形断面を持つ角型容器の中心 (50 mm-50 mm) とした。Figure 5 に正方形断面を持つ角型容器を使用した場合の中空ガラス球 K37 の粒径分布を示す。同図中の実線はレーザー回折・散乱法で測定した粒径分布である。角型容器中心で測定した粒径分布は 1000 mL メスシリンダーを用いた場合 (Tambun et al., 2012)、レーザー回折・散乱法の場合とほぼ一致した。このことから角型容器を用いても粒径分布の測定が可能であることがわかった。

続いて、秤量棒位置の影響について検討した。円柱型秤量棒を角型容器壁に意図的に接触させた場合、秤量曲線が得られなかった。そのため粒径分布の測定はできない。前報 (Tambun et al., 2012) の実験条件を見直すと、メスシリンダー壁から円柱型秤量棒表面までの距離は 1.5-30 mm であり、そのうち粒径分布の測定が可能であった容器壁から秤量棒表面までの距離は 15 mm 以上であった。これは壁の影響を受け、粒径測定が困難になったためと推定される。そこで、円柱型秤量棒を角型容器の中心からずらし、円柱型秤量棒の中心が容器壁から 20 mm の位置 (20 mm-20 mm、壁から秤量棒表面までの距離 15 mm) に設置して実験を行った。この場合の中空ガラス球 K37 の粒径分布を Figure 5 中に示した。秤量棒設置位置が中心から多少外れても粒径分布の測定が可能であり、秤量棒を角型容器中心に設置して測定した場合、前報 (Tambun et al., 2012) のメスシリンダーの場合、レーザー回折・散乱法で測定

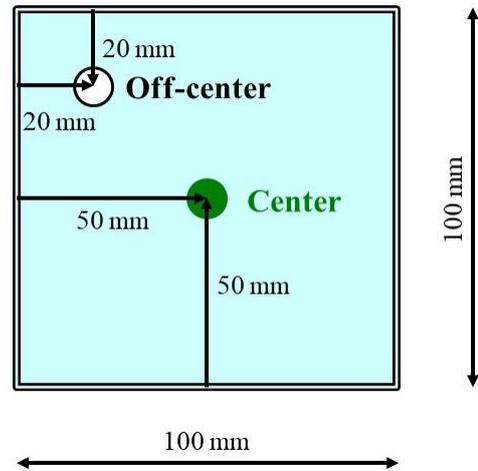


Fig.4 Weighing tool position in the square vessel

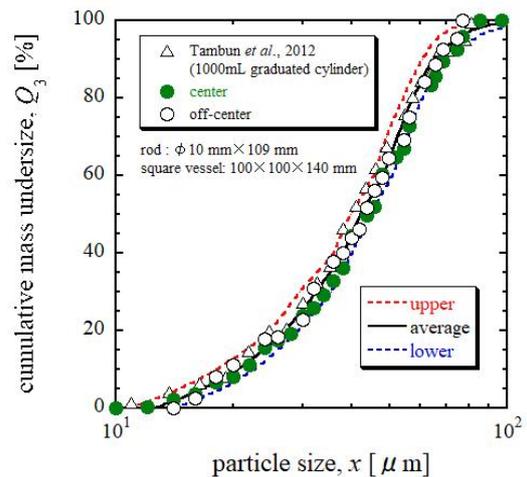


Fig.5 Particle size distributions measured in the square vessel

した場合とも一致した。

### 3.3 秤量棒等と容器の断面積比の影響

前報 (Tambun et al., 2012) で、アルミニウム製円柱棒の直径とメスシリンダーの直径をそれぞれ変化させ、秤量棒と容器の断面積比が粒径分布測定結果に与える影響について検討した。その結果、アルミニウム製円柱秤量棒とメスシリンダーの断面積比  $a/ac$  が 0.02-0.2 であれば粒径分布測定に支障がないことを報告した。今回取得した中空ガラス球 K37 のデータについても秤量棒等と容器の断面積比  $a/ac$  の影響について検討する。Figure 6 に浮力秤量法で測定した粒径分布から求めた中空ガラス球 K37 の 10%径、50%径、90%径を示す。横軸は秤量棒等と容器の断面積比  $a/ac$  である。また、同図中には破線、実線、一点鎖線でレーザー回折・散乱法で測定した粒径分布の上限値、平均値、下限値を示している。また、前報のデータ (Tambun et al., 2012) も同図中に白抜きキー

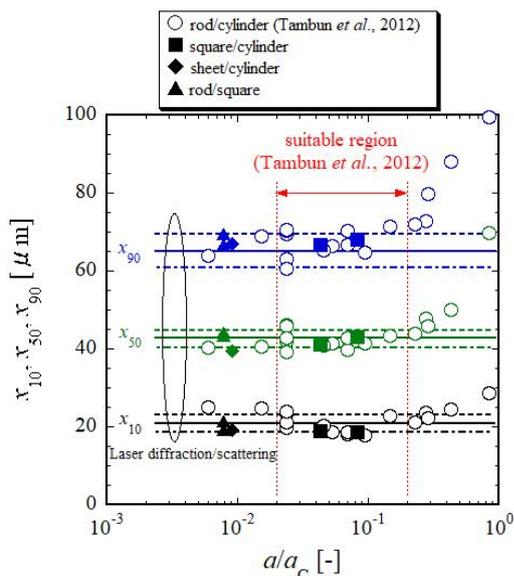


Fig.6 Particle sizes as a function of sectional area ratio

で示した。今回の実験で用いた秤量棒等と容器の断面積比  $a/a_c$  は 0.0078–0.083 であり、データは塗りつぶしキーで示している。各粒径はレーザー回折・散乱法で測定されたものに近い値であった。前報 (Tambun *et al.*, 2012) では、円柱型秤量棒とメスシリンダーの断面積比  $a/a_c$  が 0.02 未満の場合は測定に適さないとしていたが、その判定基準となったのが直径 5 mm ( $a/a_c = 0.0059$ ) および 8 mm ( $a/a_c = 0.0151$ ) の細い円柱型秤量棒を用いた場合に 10%径が大きめに測定されたためであった。今回のように直径が 10 mm のアルミニウム製円柱棒と角型槽を組み合わせるなど、秤量棒を取り扱いやすいサイズに維持しつつ容器を大きくした場合は粒径分布の測定が可能である。

以上のことから、秤量棒等の形状、容器の形状は粒径分布測定に影響をおよぼさないことがわかった。また、秤量棒等の設置位置は中心が望ましいが多少ずれた位置に設置しても粒径分布の測定が可能である。円柱状秤量棒直径が 10 mm の場合、容器を大きくする方法であれば秤量棒等と容器の断面積比  $a/a_c$  が 0.02 未満であっても粒径分布測定が可能である。

## 結 言

秤量棒の形状、容器の形状、秤量棒設置位置の影響を明らかにするため、浮上性粒子である中空ガラス球 K37 を用いて、浮力秤量法による粒径分布測定を行った。その結果、次の知見が得られた。

- (1) メスシリンダーを容器として使用した場合、断面積が一定であれば角型棒や板を使用しても粒径分布の測定が可能である。
- (2) 角型容器と円柱棒を組み合わせた場合も粒径分布を測定できる。
- (3) 秤量棒が容器中心から多少ずれても粒径分布測定に影響を与えない。

【謝 辞】 本実験を行うにあたり小池田佑一君、青山銀河君に協力いただきました。ここに記して謝意を示します。

## Nomenclature

$a$  = sectional area of the weighing tool [  $m^2$  ]

$a_c$	= sectional area of the vessel	[ $m^2$ ]
$Q_3$	= cumulative mass undersize	[ % ]
$M$	= apparent mass of weighing tool	[ kg ]
$M_R$	= intercept of Eq.(1)	[ kg ]
$h$	= length of weighing tool	[ m ]
$t$	= time	[ s ]
$V_B$	= volume of weighing tool	[ $m^3$ ]
$x$	= particle size	[ m ]
$\Delta M$	= apparent mass difference	[ kg ]
$\mu_L$	= liquid viscosity	[ Pa s ]
$\rho_L$	= liquid density	[ $kg\ m^{-3}$ ]
$\rho_B$	= density of weighing tool	[ $kg\ m^{-3}$ ]
$\rho_P$	= particle density	[ $kg\ m^{-3}$ ]
$\rho_S$	= density of suspension	[ $kg\ m^{-3}$ ]

## <Subscripts>

0	initial $t = 0$
$\infty$	infinity $t = \infty$
10	10%
50	50%
90	90%

## Literature cited

- Chatzi, E. G., C. J. Boutris and C. Kiparissides; "On-Line Monitoring of Drop Size Distributions in Agitated Vessels. 1," *Ind. Eng. Chem. Res.*, **30**, 536–543 (1991)
- Fujinawa, K., T. Komatsu, M. Hozawa, N. Imanishi and H. Ino; "Effect of the Size of Water Droplets in W/O Emulsion on the Extraction of Copper by a Liquid Surfactant Membrane Process," *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **10**, 75–81 (1984)
- Furukawa, K., Y. Ohira, E. Obata and Y. Yoshida; "Measurements of Mineral Particle Size Distributions by a Buoyancy Weighing Method," *Journal of MML*, **126**, 577–582 (2010)
- Ijichi, K., H. Yoshizawa, T. Ashikari, Y. Uemura and Y. Hatate; "Preparation of Polymeric Hollow Microspheres," *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **23**, 125–128 (1997)
- JSA; JIS A1204: Test Method for Particle Size Distribution of Soils, JSA, pp.1–14 (2009)
- JSA; JIS Z 8815: Test Sieving – General Requirements, JSA, pp.1–18 (1994)
- JSA; JIS Z 8820–2: Determination of Particle Size Distribution by Gravitational Liquid Sedimentation Methods – Part 2: Fixed Pipette Method, JSA, pp.1–16 (2001a)
- JSA; JIS Z 8822: Determination of Particle Size Distribution by the Mass of Sediment–Particles in Liquid, JSA, pp.1–7 (2001b)
- JSA; JIS Z 8823–2: Determination of Particle Size Distribution by Centrifugal Liquid–Sedimentation Methods – Part 2: Photocentrifuge Method, JSA, pp.1–11 (2004)
- JSA; JIS Z 8825–1: Particle Size Analysis – Laser Diffraction Methods – Part 1: General Principle, JSA, pp.1–34 (2001c)
- JSA; JIS Z 8827–1: Particle Size Analysis – Image Analysis Methods – Part 1: Static Image Analysis Methods, JSA, pp.1–40 (2008)
- JSA; JIS Z 8832: Determination of Particle Size Distributions – Electrical Sensing Zone Methods, JSA, pp.1–52 (2010)
- Motoi, T., Y. Ohira and E. Obata; "Measurement of the Floating Particle Size Distribution by a Buoyancy Weighing–Bar Method," *Powder Technol.*, **201**, 283–288 (2010)
- Obata, E., Y. Ohira and M. Ohta; "New Measurement of a Particle Size Distribution by a Buoyancy Weighing–Bar Method," *Powder Technol.*, **196**, 163–168 (2009)
- Ohira, Y., K. Furukawa, R. Tambun, M. Shimadzu and E. Obata; "Buoyancy Weighing–Bar Method: – A Particle Size Distribution Measurement using New Settling Method –," *Jour. Sed. Soc. Japan*, **69**, 17–26 (2010)
- Ohira, Y., K. Nakano, R. Tambun, M. Shimadzu, M. Ohta and E. Obata; "Size Distribution Measurement of Floating Spherical Particles by the Buoyancy Weighing–Bar Method," *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **37**, 310–316 (2011)
- Ohkawa, A., Y. Kawai, D. Kusabiraki, N. Sakai and K. Endoh; "Bubble Size, Interfacial Area and Volumetric Liquid–Phase Mass Transfer Coefficient in Downflow Bubble Columns with Gas Entrainment by a Liquid Jet," *J. Chem. Eng. Jpn.*, **20**, 99–101 (1987)
- Sawada, A., M. Shimadzu, Ohira, Y. and H. Hirano; "Measurement of Droplet Size Distribution in W/O Emulsion by the Buoyancy Weighing–bar Method," *Kagaku Kogaku Ronbunshu*, **45**, 184–187 (2019)
- SCEJ; Kagaku Kogaku Binran (in Japanese), 5th ed., pp.231–232, Maruzen, Tokyo, Japan (1988)
- Tambun, R., T. Motoi, M. Shimadzu, Y. Ohira and E. Obata; "Size Distribution Measurement of Floating Particles in the Allen Region by a Buoyancy Weighing–Bar Method," *Advanced Powder Technology*, **22**, 548–552 (2011)
- Tambun, R., K. Nakano, M. Shimadzu, Y. Ohira and E. Obata; "Influence of the

## Influence of the Weighing Tool Shape and the Vessel Shape in the Buoyancy Weighing-Bar Method on Size Distribution Measurement of Floating Particle

OHIRA Yuichi<sup>1</sup>, NAKANO Kazuya<sup>1</sup>, KHAIRUNNISA Binti Mohd Pa'ad<sup>2</sup>,  
SHIMADZU Masamitsu<sup>1</sup> and HIRANO Hiroto<sup>3</sup>

*1 Division of Sustainable and Environmental Engineering, Graduate School of Engineering, Muroran Institute of Technology, 27-1 Mizumoto-cho, Muroran-shi, Hokkaido 050-8585, Japan*

*2 Department of Chemical and Environmental Engineering, Malaysia-Japan International Institute of Technology, Universiti Teknologi Malaysia, Jalan Sultan Yahya Petra, Kuala Lumpur 54100, Malaysia.*

*3 Department of Engineering for Innovation, National Institute of Technology, Tomakomai College, 443 Nishikioka, Tomakomai-shi, Hokkaido 059-1275, Japan*

**Keywords:** Particle, Floating, Size distribution, Shape, Vessel

The influences of the weighing tool shape and vessel shape in the buoyancy weighing-bar method for size distribution measurement of floating particles were experimentally investigated. Hollow glass beads were used as floating particles. The floating particle size distributions were measured using different combinations of weighing tools (rod, square rod, or sheet) and vessels (square vessel or graduate cylinder). When the graduated cylinder was used as the vessel, the floating particle size distribution could be measured using the square rod or sheet as the weighing tool. When the rod was used as the weighing tool, the floating particle size distribution could be measured using the square vessel. The location of the weighing tool did not influence the particle size distribution.