



## Matsumae talc の物性(II) : 沈降及び粒度

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 北海道教育大学 公開日: 2012-11-07 キーワード: 作成者: 武田, 文司 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="https://doi.org/10.32150/00001520">https://doi.org/10.32150/00001520</a>

## Matsumae talc の物性（Ⅱ） 沈降及び粒度

武 田 文 司

北海道教育大学函館分校物理学教室

Bunji TAKEDA : Physical Properties of Matsumae Talc (Ⅱ)  
Sedimentation and Powder Size

ヘキサメタリン酸ソーダを分散剤とする水中でのタルクの沈降について、分散剤濃度とタルク濃度との関係を求め、その最適性条件のもとに Matsumae talc の粒度分布を求めた。

### § 1 緒 言

粉体の粒度分布測定では、球形粒子の液中沈降に関する Stokes の法則を近似的に用いることが出来る点で、粒度による沈降速度差を利用する沈降法が便利である。勿論タルクの個々の粒子は、Photo 1 に見られるように無定形薄片であり、Stokes の法則での完全球形粒子とはほど遠いものであるが、あくまでも近似として用いる。粒度分布は個々の粒子の粒度分布であるから、タルクが溶液中で凝集・団粒の状態になく、完全に粒子が独立分散していなくてはならない。又、タルクの濃度が高いと沈降速度の違いと粒子間隔の近接による相互作用が働くから、相互作用を無視出来る濃度であることが必要であり、その面からタルク濃度の低いことが望ましい。然し一面自動沈降粒度測定器を用いる場合、極端に濃度が低いことは、自動記録された階段状沈降グラフの解析が困難となり、最も適当なタルク濃度を求める必要がある。

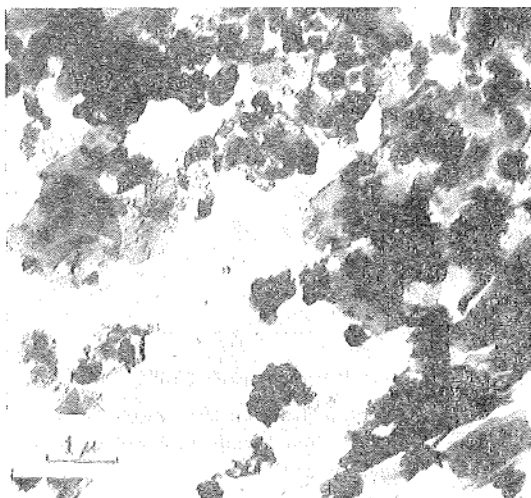


Photo 1. Electron photomicrograph of Matsumae talc.

本稿では、上記理由のもとに、分散剤濃度とタルク濃度との相関適性条件を求め、その条件のもとに Matsumae talc の粒度分布を求め、且つ自動沈降粒度測定器による誤差を論ずる。

## § 2 密 度

Stokes の式に密度を含むからタルクの密度を求めなければならないが、粉体状態での密度測定は困難であり原鉱石より求めた値を用いる。尚タルクの嵩比重を参考のために記載する。

1) 原鉱石密度は、各品質の原鉱石より抜き出した試料20例について、高分子用広口比重瓶によって測定し、次の平均値を Matsumae talc の密度として用いる。

Matsumae talc 密度 2.82 25°C

2) 粉体の密度を求めることは、測定時の気体除去の困難性並びに溶液の除去(煮沸、真空法)の際粘土鉱物自体の変質の可能性から、一般には嵩比重(通称仮比重と呼ばれている)が使用される。本調査では、50cc の容器にタルクを入れ、一般企業体の試験室等で行なうと同様に非圧縮状態での嵩比重を求めた。製造の品質によって次の領域の値を有し、上質粉程嵩比重は小さい。

嵩比重 0.35~0.38 (水分1%以下、室温)

## § 3 沈 降

沈降法による粒度分布測定では、試料が溶液中で完全分散していなくてはならない。分散を容易にするために分散剤を使用するが、分散剤の濃度によって粉体粒子の沈降速度が著しく変化する。従って最も沈降速度の小さい状態での分散剤濃度をタルク濃度と共に求めなくてはならない。タルク濃度は高い程測定結果の解析には便利であるが、沈降時の粒子間相互作用のため測定値の再現性に乏しい。従って最も適当な分散剤濃度とタルク濃度との関係を求めなければならないが、沈降速度測定に障害となる現象が一方にある。自然界の周期的現象で、且つ実験室内で観察・測定の容易なものとして、今世紀初期に発見されたゼラチン・寒天等のゲル中に於ける内部電解質と外部電解質との反応時に見られる Liesegang 現象があり、これに類似した註ものとして、溶液中の粉体沈降時の縞模様形成がある。即ち、粉体を液体に分散させ一定温度(対流による攪乱を防ぐため)に放置すると、粒度の小さいものが沈降速度の差によって液体の上部にとりのこされ、この微粒子が沈降する場合に、濁度が下部から上部へ向って連続的に稀薄になるのではなく、分

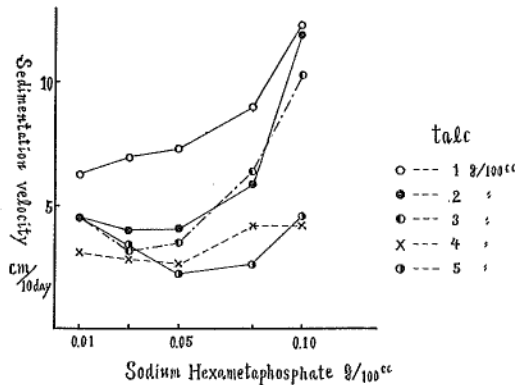


Fig. 1. Relation between the concentration of Sodium Hexametaphosphate and talc for sedimentation velocity.

註：質的には Liesegang 現象とは異なるものであり、別稿で発表の予定。

散微粉粒子の濃度に差を生じ、濃淡の縞模様を形成し、徐々に縞全体が沈降する。従って、本稿でタルクの沈降速度を求める際にもこの点に留意し、微粉体粒子による最上部層の沈降速度を基準にする。

以上の諸点を考慮し、タルク濃度 1, 2, 3, 4, 5g/100cc と分散剤（ヘキサメタ磷酸ソーダ）濃度 0.01, 0.03, 0.05, 0.08, 0.10g/cc との関係において、25°C でのタルクの沈降速度を実験的に求めたのが Fig. 1 である。

Fig. 1 で分散剤濃度が 0.01g/100cc 以下及び 0.10g/100cc 以上は省略したが、いずれもタルク濃度 4g/100cc, 5g/100cc を除いてはかなりの上昇曲線となり沈降速度が大きくなる。

Fig. 1 より次の事項が指摘される。

- 1) タルク濃度 1g/100cc では分散剤効果が他の試料に比べて顕著にあらわれていず、分散剤 0.10g/100cc 以上で急激に沈降速度を増す。
  - 2) タルク濃度 4g/100cc 及び 5g/100cc は、分散剤での濃度影響をうけず、全般に沈降速度が小さい。これは沈降時のタルク粒子の相互作用が抵抗として働いていると考えられる。
  - 3) タルク濃度 2g/100cc, 3g/100cc が最も良く分散剤の効果を敏感に示しており、2g/100cc に分散剤濃度 0.03~0.05g/100cc が、又 3g/100cc に対しては 0.03g/100cc の分散剤濃度が適合条件である。タルク濃度 3g/100cc については、2g/100cc に比べて相互作用の懸念をもつ。
- 以上の結果、本稿ではタルク濃度 2g/100cc に対し分散剤濃度 0.05g/100cc を用いることとする。

一方、水溶液中の分散粘土鉱物の沈降促進に従来広く明礬が使用されるが、明礬のタルク分散溶液の沈降促進に対する明礬濃度と添加後の溶液 PH との関係を図 2 に示す。試料は、タルク濃度 2g/100cc 分散剤濃度 0.05g/100cc で、この試料溶液に濃度 2g/100cc の明礬水溶液を加えたものである。横軸に明礬添加後の溶液 100cc 当りの含有明礬の g 数で濃度を表わし、縦軸にその際の各溶液の pH を示した。添加量 0g の場合の pH は 8.75g であり、明礬実濃度 0.05g/100cc 近傍から溶液の pH は急激な低下を示す。グラフ上の曲線中破線を用いた部分は、沈降速度が大きく明礬による凝集効果の顕著な領域である。

#### § 4 粒 度 分 布

タルクは、Photo 1 に見られるように無定形薄片であり、沈降の場合形状抵抗が最大となる状態で沈降し、且つ揺動するものと考えてよい。従って Stokes の式の適用はあくまでも近似とし

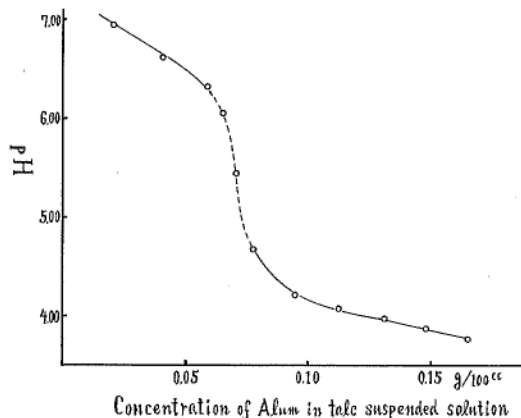


Fig. 2. Relation between pH and concentration of Alum.

ての意味しか持ち得ない。粒度測定の方法として、電子顕微鏡によってペースト法で分散させた試料の実測があるが、電子顕微鏡の無歪倍率が3,000倍以上であって、5 $\mu$ 以上の大きな粒子を含む試料については不可能である。

本報告では、島津製作所の自動粒度測定器 (SA-II) を用いた。但し、誤差の項で述べるように本器の天秤部分の電気接点間隔並びに沈降皿と液面との距離によって分布値が著しく変化するため測定条件を常に一定にしておく必要がある。

i) 測定条件

- a) 試料溶液の容量……………504cc  
     試料溶液のタルク濃度……………10g/504cc  
     分散剤濃度……………0.25g/500cc
- b) 測定温度 (恒温槽) ……………25°C $\pm$ 0.3°C
- c) 沈降容器……………500ccピーカー  
     沈積皿 (測定器付属品) ……………内径4.96cm
- d) タルク比重 (25°C) ……………2.82
- e) 沈降距離……………5.9cm
- f) 測定時間……………5.5時間
- g) 記録ドラム回転速度 (周速度) ……………8.3cm/hour

ii) 測定方法

a) 測定液の調製

タルク 10g を秤量し、分散剤溶液 (25°C) に入れ、三角フラスコで充分振盪分散させる。25°C にセットし測定器を入れてある恒温槽中に30分放置する。

b) 測定

試料を再度充分振盪攪拌して沈積皿の部分に流し込む (サイドから流し込まない) が、全量流し込んだ後3秒放置してから電気を作動させる。この際全量を流し込む時間は5秒以内で行なう。3秒間放置するのは、溶液の流動による沈積皿の動揺からくる回路接続を防ぐためである。5.5時間でスイッチを切り、付属の吸い上げ管で沈積皿の上線まで溶液を採取し、次に沈積皿をとり出す。この両液を濾紙で濾過し、濾紙と共に乾燥器 (70°C $\sim$ 80°C) で乾燥し秤量する。

c) 自記グラフの解析

階段状に記録されたグラフを Stokes の法則から導出される次式を用いて解析する。

$$T = \frac{H}{r^2} \times \frac{9\eta}{2g(d_p - d_w)} \quad \dots\dots\dots (S)$$

式 (S) の記号並びに本稿で使用した数値を次に記す。

- T ……各粒度での粒子の沈降時間
- H ……沈降距離 (5.9cm)
- g ……重力の加速度 (980cm/sec<sup>2</sup>)
- d<sub>p</sub> ……粉体の密度 (2.82g/cm<sup>3</sup>)
- d<sub>w</sub> ……溶液の密度 (0.997g/cm<sup>3</sup>)
- $\eta$  ……溶液の粘性係数 (0.00894poise)
- r ……粉体の粒子半径

Table 1 に白色度78度の上質 matsumae talc の粒度分布測定例を示す。

Table 1. Particle size distribution of Matsumae talc powder by sedimentograph.

Particle size d( $\mu$ )	%
10 ~	17.3
5 ~ 10	15.8
4 ~ 5	10.2
3 ~ 4	12.7
2 ~ 3	11.1
1 ~ 2	12.9
0. ~ 1	21.0

### iii) 測定誤差

Stokes の式 (S) を用いる場合、完全球形を対象とした式を近似として薄片粉体に適用するのであるから、粒度分布値が絶対的なものでなく、相対的意味しか持ち得ない。原鉱石の組成及び粉碎機の種類が違えば、顕微鏡下で同じ扁平面積を持ちながら、薄片の形態、厚みの変化により分布値を異にする。又、同一試料について同一装置で測定を行なっても、測定条件並びに解析者の経験度合や個人差によって著しく値を異にする。理由は、沈降法による測定値誤差が意外に大きいことに起因するものであり、本稿での測定条件下に於ける誤差の概略を以下に求めてみる。

#### 1) 式 (S) による誤差

測定後の階段グラフ解析に当たって式 (S) より計算された (T) によって各 (r) に対応する ( $T \times V_d$ ) の線を、スタートラインを基準原線として引くが、この (T) 即ち式 (S) に誤差が入っている。尚  $V_d$  はドラムの回転周速度である。g は測定場所が一定していれば、その変動は無視出来る。(d<sub>p</sub>-d<sub>w</sub>) は、d<sub>p</sub> の値がその時々々の原鉱石の品質及び粒子径による変動がないものとする(現実には不純物のため粒子径によって異なる)温度誤差から  $\pm 0.7\%$  の誤差で押えることが可能である。(η) は、25°C で  $\pm 3^\circ\text{C}$  として  $\pm 0.7\%$  の誤差、(r) は直接数値を入れて計算するのであるから考える必要はない。従って、(S) の式のうち (H) 以外の文字に関する誤差の合計は、 $\pm 0.8\%$  となる。

(H) の誤差は、(T) の誤差の大半を占める。測定器の接点間隔は、セット時の揺れや、溶液流動の揺れによる接点接触の記録ミスを防ぐためには少なくとも 2mm を要する。従って、本実験条件下では (H) の誤差が  $\pm 1.6\%$  である。ドラムの回転周速度は、電圧の変動をうけ、実測誤差は  $\pm 0.1\%$  である。

以上総計して、( $T \times V_d$ ) の誤差は、 $\pm 2.5\%$  となる。

#### 2) ( $T \times V_d$ ) 線記入誤差

グラフ上に ( $T \times V_d$ )cm をノギスで記録する。本測定条件で、各 (r) についての誤差は Table 2-(A) となる。

#### 3) 階段状グラフの曲線化での誤差

技術習得程度や個人差があり、この誤差はスタートラインでの 100% 沈降の長さに対する誤差として出てくるもので、(r) の小さいところ程大となる。曲線が正確に画かれたとして「ズレ」のみについてみると、「ズレ」は  $\pm 0.2\text{mm}$  以内で記入出来るから、 $r=1\mu$  の点で最大  $\pm 0.3\%$  となる。

#### 4) 沈降曲線の切線誤差

100% 沈降の場合、本測定条件ではペンの落下総距離が 70mm であり、各 (r) について種々切線を引いてスタートラインでの「ズレ」を調べ、全長に対する誤差を計算すると Table 2-(B) となる。

Table 2. Errors of measurement in iii)-2), 4), 5).

$\mu(r)$	$l=(T \times V_d)$ cm	(A) %	(B) %	(C) %
20	0.0765	$\pm 13.1$	$\pm 0.2$	$\pm 16.1$
15	0.1359	7.4	0.3	10.5
10	0.3061	3.3	0.4	6.5
5	1.2243	0.8	0.7	4.3
4	1.9129	0.5	0.7	4.0
3	3.3973	0.3	0.7	3.8
2	7.6515	0.1	0.9	3.8
1	30.6062	0.03	1.0	3.8

(A)... iii)-2)

(B)... iii)-4)

(C)... iii.)-5)

### 5) 総合誤差

定量可能なもののみについて(1)から(4)まで各項目ごとに得た誤差を総合すると Table 2-(C) となる。尚  $\pm 0.1\%$  未満は四捨五入した。

以上の結果を出すに当たって種々の事項を無視して行なった。例えば、沈積皿の上下動による所謂ボイコット効果等がある。従って、Table 2-(C) の誤差は最小の値であり、実際の誤差はかなり大きなものとなる。然し、一定条件下で、特定の解析者によって測定及び解析する限り、再現性については極めて可能である。