



ふるい分け試験

様々なアプリケーションに適した ふるい分け方法

薬の溶解度、チョコレートの味、コンクリートの固さなどは粒子のサイズに影響を受けます。粒度分布の把握は工業製品の品質管理において非常に重要な部分です。取り扱いが簡単で、投資コストが低く、精度の高いふるい分け試験は現在でも幅広く利用されています。このホワイトペーパーでは、様々なふるい分けの概要の説明や、必要な手順について説明を行います。

ふるい分けは、ふるいの上に試料を乗せ機械的な力をかけることにより、粒子サイズごとにサンプルを分離する作業です。力のかかり方、強度、種類は選択したふるい分け方式によって異なります。試料は水平方向または垂直方向に移動します。タップ式ふるい振とう機ではその両方の力が試料に加わりません。エアジェットふるいは特殊なケースで、回転するノズルから噴出されるエアによって試料が分散します。

適切なふるい分け方法を選択するために必要な要素とは？

- 試料の粒子サイズ

試料の粒子サイズが40 μm ~ 125 μm 間の場合、通常広く行われている乾式でのふるい分けが適用されます。湿式であれば20 μm まで、エアジェットシーブでは10 μm までのふるい分けが可能です。(図1)

AUTHOR

Mike Lucka



Product Manager

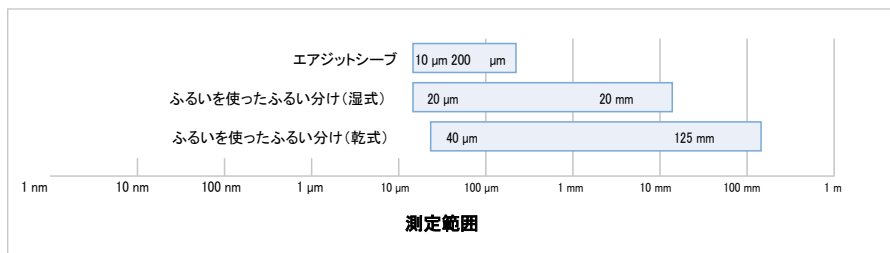
Retsch[®]
Solutions in Milling & Sieving

Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan, Germany

Phone: +49 (0)2104/2333-100 E-Mail:
m.lucka@retschi.com

www.retschi.jp

図1:
異なるふるい分け法による、測定範囲



● 試料の性質

粒子が凝集体を形成するかどうか、試料の密度、静電的に帯電する傾向があるかどうかを考慮する必要があります。

● 規格

ふるい分け方法は、DIN規格66165に記載されています。業界固有のテスト手順または規格が存在する場合、これらの方法も踏まえて決定します。

● 分級数

必要な分級数に応じて様々な見開きの試験ふるいの中から選択します。ある試験ふるいの目開きよりも試料が大きい小さいか単純に分ける場合はsieve cut (シーブカット)と呼ばれます。

様々なふるい分け方法

適切なふるい分け方法を選択していただくための様々な方法について説明します。

ふるい底面の加速度設定

AS 200コントロール、AS 300コントロール、およびAS 450コントロールは、固有振動数で振とうします。これは、ふるい数やサンプル量によって振とう幅が変化することを意味します。ふるい分け結果の再現性を確保するために、振幅設定をふるい加速度設定に切り替えることができます。(等しい加速度で使用するにより同じ強さでふるい分けを行うことが出来る)

レッチェ電磁式ふるい振とう機 AS200コントロール、AS 300コントロール、AS 450コントロールは、振とう運動はマイクロプロセッサによって管理・制御されているので、突然の電圧変動に際しても極めて安定していて、世界中どこでも比較可能で再現性のある分級結果を得ることが出来ます。

電磁式ふるい振とう機(図2): レッチェの電磁式ふるい振とう機はレッチェ独自の3次元運動により、試料が通常の電磁式ふるい振とう機と違い、斜めに振られるため、試験ふるいの上を万遍なく移動し効率的にふるい分けが行われます。レッチェ電磁式ふるい振とう機には、試験ふるいのサイズに応じて、AS200シリーズ(図3)、AS300コントロール、AS450ベーシック、コントロールがあります。レッチェの電磁式ふるい振とう機は乾式の他に湿式でのふるい分けにも対応しており、コントロールモデルは校正も可能で、ふるい底面の加速度"g"を設定することで、世界中どこでも比較可能な分級結果が得られます(左記参照)。



図2(左):
電磁式ふるい振とう機
振とうイメージ



図3(右):
電磁式ふるい振とう機
AS200シリーズ

	AS 200 ベーシック	AS 200 デジット cA	AS 200 コントロール	AS 300 コントロール	AS 450 ベーシック	AS 450 コントロール
測定範囲	20 μm – 25 mm			20 μm – 40 mm	25 μm – 125 mm	25 μm – 125 mm
対応試験ふるい外径	100 / 150 / 200 / 203 (8") mm			100 / 150 / 200 / 203 (8") / 305 (12") / 315 mm	400 / 450 mm	400 / 450 mm
振とう幅	1 – 100 %	0.2 – 3.0	0.2 – 3.0	0.2 – 2.2	0.2 – 2	0 – 2.2
最大ふるい重量	3 kg			6 kg	15 kg	25 kg
校正証明 / 校正の可否	-	-	○	○	-	○

表1:
電磁式ふるい振とう機 仕様

湿式分級:

多くのアプリケーションで、湿式分級が最善の方法であることがあります。例えば、懸濁液や45 μm未満の微粒子で凝集しやすい試料の場合、湿式分級が最適です。レツチェの電磁式ふるい振とう機AS200、AS300およびAS450は、湿式分級に対応しています。水を噴霧するノズルが付いた保持蓋と排出管付の受器をオプションで用意しています。また、湿式用の中間リングを試験ふるいの間に挿入すると、効率的な湿式分級ができます。

水平回転式ふるい振とう機AS400コントロール(図4):

水平回転運動は特に、粉粒化した穀物や木材チップなどの分級に適しています。例えばDIN53477 では、樹脂ペレットの検査には水平回転式のふるい振とう機を使用するように規定されています。回転数(50 ~ 300rpm)は電子的に制御されており、運転中は設定値を保つように調整されます。対応試験ふるい外径は100 mm / 150 mm / 200 mm / 203 mm (8") / 305 (12") mm / 315 mm / 400 mmで、測定範囲は45μm~63mmです。AS400コントロールは校正が可能です。



図4(左):
水平回転式ふるい振とう機
振とうイメージ



図5(右):
水平回転式ふるい振とう機
AS400コントロール

AS200 タップは、外径200mm の試験ふるいを使った乾式分級に適しています。回転運動とタッピングの併用により、手ふるいの原理が再現されます。機械的に行うことで、信頼性と再現性の高い分級結果が約束されます。
AS200 タップの分級方式は、活性炭、ダイヤモンド、香料、金属粉、研磨剤およびセメントなどの粉度分布分析測定方法として諸規格で定められています。



図6(左): タップ式ふるい振とう機
振とうイメージ



図7(右):
タップ式ふるい振とう機 AS200 TAP

エアジェットシーブ(図8): エアジェットシーブAS200 ジェットは203mmφの試験ふるい用に設計されています。産業用掃除機で機器内部を吸気しながら、試験ふるい下の回転式ノズルからジェット気流を発生させます。ノズルから吹き出された気流で試料を分散させながら、ふるい目より細かな試料は試験ふるいの下から掃除機に吸引されます。

産業用掃除機で発生させたジェット気流は手動で調節できます。オプションで吸引力自動調整装置をつければ、常にモニターでき、エアフローを一定に保つことができるので、再現性の高いふるい分けが可能です。エアジェットシーブには標準で往復回転機能がついています。噴射ノズルが往復回転するので、目詰まりを防止することができ、高い再現性が期待できます。

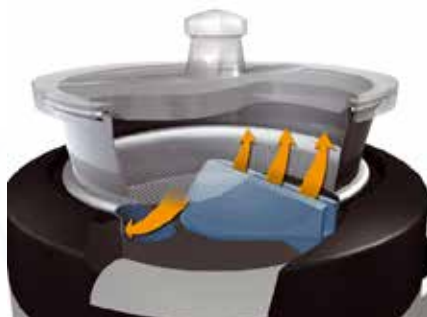


図8(左):
減圧吸引型ふるい分け機
気流イメージ

図9(右):
エアジェットシーブ AS200 JET



ふるい分析の手順

再現性の高いふるい分け結果を得る為には、ふるい振とう機を始めとし、天秤、試験ふるいなどの併用する器具や機器の精度と信頼性も求められます。

- a) サンプルング
- b) 縮分(必要に応じて)
- c) 試験ふるいの選択
- d) 振ぶく幅の選択
- e) ふるい分け
- f) 試料の回収
- g) 測定結果の評価
- h) 試験ふるいの清掃と乾燥

a) サンプルング

代表性のある試料(元のサンプルから採取したサンプルの組成と一致する試料)を得るために重要なこと

- 元のサンプルの代表性を確保するために必要な量
- 試料全体のどの部分からサンプルングを行うか

業界によっては、正しいサンプルングを行うためのガイドラインを提供している場合もあります。例えば石炭業界のDIN51701です。

$$G \text{ [kg]} = 0.07 \text{ [kg/mm]} \times z \text{ [mm]}$$

これは、代表的な量を得るために、最大粒子サイズ「z」のバルクサンプルから抽出する必要のあるサンプル「G」の量を示します。最大粒子サイズが5cmの石炭サンプルを例にとると、次の計算が適用されます:

$$G \text{ [kg]} = 0.07 \text{ kg/mm} \times 50 \text{ mm}$$

$$G = 3.5 \text{ kg}$$

したがって、抽出されたサンプル量は、それが代表的なものであることを確認するために、少なくとも3.5kg必要という事です。石炭以外の試料については、密度を考慮する必要があります。

b) 縮分

サンプル量が多すぎて分析できない場合は、部分サンプルが元の材料を確実に表すような方法で分割しなければなりません。サンプルングには、ランダムに行う方法と、手作業で行うコーニングやクォータリングがあります。しかし、これらの方法では誤差が生じやすく、不正確な分割により標準偏差が10%以上になることもあります(図10のCとD)。レッチェのPT100(図11)やPT200のような自動試料分割機は、より正確で便利な方法です。PT100では、試料はホッパーから分割ヘッドの開口部に直接入ります。粗い粒度の試料でも、各試料容器の量のばらつきはそこまで大きくありません。分割作業は全自動で行われます。6個、8個、10個ある分割ヘッドは、負荷や電源周波数に関係なく、1分間に11回転するように制御されています。つまり、10個の分割ヘッドを使用した場合、1分間に1100回の分割が行われることとなります。このように、可能な限り高い分割精度が統計的に保証されています。



図10:
サンプルディバイダ PT 100

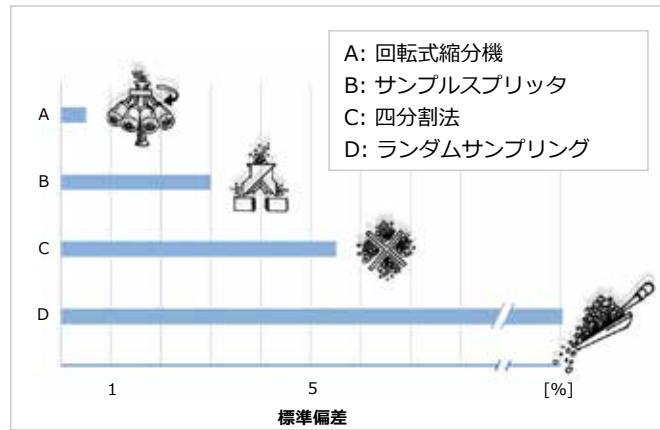


図 11:
サンプリングと縮分方法による
誤差の比較

c) 試験ふるいの選定

試験ふるいを選ぶ際は、仕込み量とふるい分けの試料の粒子サイズ分布を参考にします。分布範囲が広い場合は、それに見合った幅広い目開きのふるいを用意します。規格に基づいたふるい分け試験を行う際は、その手順に準じて下さい。異なるメッシュサイズで許容される最大試料負荷や、最大粒子径は図12をご覧ください。

適量の試料を装入する事で
再現性のあるふるい分け結果が得られます。

試料の装入目安

直径200mm の試験ふるいの場合、ふるい分け後のふるい上の最大かさ体積は63cm³ で、直径400mm の試験ふるいの場合、円面積で換算して、252cm³ になります。装入試料の最大かさ体積はふるい分け後のふるい上の最大かさ体積の2倍以下でなければいけません。つまり、直径200mm の試験ふるいの場合、126cm³ 以上の試料を装入する事はお勧めしません。

目開き	装入試料の最大かさ体積	ふるい分け後のふるい上の最大かさ体積
25 μm	14 cm ³	7 cm ³
45 μm	20 cm ³	10 cm ³
63 μm	26 cm ³	13 cm ³
125 μm	38 cm ³	19 cm ³
250 μm	58 cm ³	29 cm ³
500 μm	88 cm ³	44 cm ³
1 mm	126 cm ³	63 cm ³
2 mm	220 cm ³	110 cm ³
4 mm	346 cm ³	173 cm ³
8 mm	566 cm ³	283 cm ³

図 12: 直径200mmの試験ふるいに装入する試料量の目安 (DIN66165)

ふるいにかげられる最大のオーバーサイズは、次の式で概算できます。

$$R = 0.00178 \times D^2 \times w^{0.667} \times \rho$$

ここで、Rは最大許容ふるいオーバーサイズを[g]で表しています。Dはふるいの直径 (200 mm / 300 mmなど)、wはメッシュサイズ ([mm])、ρは材料の密度を表します。規格 66165および上記の例では、密度を1 kg/dm³と仮定しています。また、この規格では、ふるいの最大オーバーサイズDの2倍を超えてはならないという、ふるいごとの最大荷重についても記載されています。

許容される最大粒径は、以下の式で計算できます。

$x_{max} = 10 \times w^{0.7}$ ここで、 x_{max} [mm]は許容される最大粒子径、wは各ふるいの公称メッシュサイズを表します (この値は単位なしで式に使用されます)。開口部の大きさが250ミクロンのふるいにかげられた試料の場合、以下の計算で許容される最大粒子径を求めます。

$$x_{max} = 10 \times w^{0.7}$$

$$x_{max} = 10 \times 0.2500.7$$

$$x_{max} = 3.79 \text{ (単位はmm)}$$

d) 適切なふるい分けパラメータの選択

通常、業界固有の規格や会社固有の規則には、必要なふるい分けのパラメータに関する情報が含まれています。そうでない場合は、実験によってそのパラメータを確認する必要があります。最も重要なのは、ふるいにかける時間と、振動式ふるい振とう機を使用する場合はその振幅です。ふるいの最大荷重を守ることで、ふるいの損傷を防ぎ、すべての粒子が効率よくふるい分けされます。

振幅:

ふるい分けの過程では、ふるいの目開きと粒子の間で連続的なふるい分けが行われます。粒子が開口部よりも小さければ、メッシュを通過します。開口部を通過しなかった場合は、次のふるい底部の上昇とともに上方に投げ出され、長さのある粒子では重要なことですが、異なる方向に移動し、再びメッシュに衝突して新たなふるい分けが行われます。連続的なふるい分けは、粒子がふるいのメッシュを通過する機会を増やします。したがって、ふるい分けプロセスの目的は、与えられた時間内にできるだけ多くのふるい分けを行うことです。理想的には、ふるい底部の振動期間中にちょうど1回のふるい分けが行われ、ふるいメッシュを通過しなかった粒子が次の期間中にまたふるい分けが行われるように加速される場合です。この状態を統計的復元と呼びます（図13の青い曲線）。粒子の加速が強すぎると、網目と試料が接する機会が非常に少なくなり（黄色の曲線）、ふるい分け効率が低下します。また、粒子の加速がほとんどないか、まったくない場合は、試料が方向転換しながらふるい分けをすることができません（赤色の曲線）。粒子の加速率は、設定した振幅に依存します。粒子の加速率は、設定された振幅に依存しますが、特定の材料や量に対する最適な振幅は、経験的に確認する必要があります。ここでいう振幅とは、水平面内での完全な振動を意味し、アイドルポジションの下と上の両方を指します。振幅が1.2mmの場合、アイドルポジションに対して+0.6mmと-0.6mmの動きをしていることとなります。

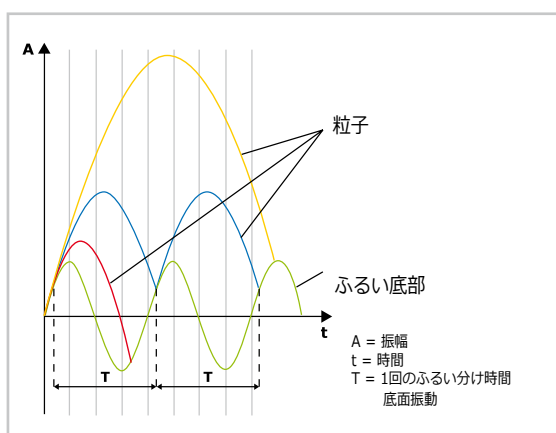


図13:
振動式ふるい振とう機の
ふるい底面に対する粒子の動き

青い曲線：粒子がふるいの底と統計的に共鳴している状態。赤の曲線：粒子が十分に移動していない状態。黄色の曲線：粒子が高く投げ出されている状態。

ふるい分けの時間

DIN 66165によると、1分間のふるい分けの後、供給量の0.1%未満がふるいを通過した場合に、ふるい分けプロセスが終了したとみなされます。アンダーサイズが大きい場合は、ふるい分けの時間を延長する必要があります。これまでの経験から、3次元の振動式ふるい機は、短時間でシャープな分級を行うのに適しています。

e) 粒度分布測定の手順

パラメータを選択した後、実際のふるい分けを開始します。以下のステップは、時系列に沿って実行されます。

1. 試験ふるいと受け器を選択します。
2. 試験ふるいと受け器の風袋を測定します。

3. 試料の重さを秤量し、ふるいの最上段に装入します。最大かさ体積に注意して下さい。
4. 受け器、目開きの細かいものから順にふるいを積み上げていきます。(図14)。
5. サンプルを計量し、一番上のふるい(最大のメッシュサイズ)にかけます。; ふるい振とう機にふるいセットを載せ、クランプで固定します。
6. 振幅、回転数、時間などのふるい分け条件を設定します。
7. ふるい振とう機を作動させ、ふるい分けを開始します。
8. ふるい分けが終了したら、受け器とそれぞれの試験ふるいの重さを量り、風袋を差し引いて受け器、及び各ふるい上の粉末の重量を割り出します。
9. 上記を元に粒度分布比率を計算し、評価します。



図14:
ふるいを多段積みした状態

f) 試料回収率

ふるい分け(粒度分布測定)が終わったら、各ふるいから試料を回収します。光学的な粒度測定と違い、ふるい分けによる粒度分布測定は、分画された試料をそれぞれ回収できるのが大きな特長です。

g) データ評価

それぞれのふるい上の重さを秤量した後は、測定結果を評価します。この作業は手作業でも行えますが、レッチェの分級評価ソフトウェアEasySieve[®]を使うとより効率良く行えます。(表2)。

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

表2:
ふるい分析の結果

質量分率はヒストグラムでグラフ表示します。(図15) 最も大きい分画 (P3) は250 μm から 500 μm の範囲に32% の割合で存在している事が分かります。それぞれの分画と測定ポイントの補間を足していくことで、累積分布曲線Q3 が得られます。(図16)

図17の累積分布曲線は以下のように解釈できます。: Y軸上で粒子サイズ250 μmに対応する数値は36%です。これが何を意味するかと言うと、サンプルの36%は250 μmよりも小さいということです。メディアン径Q3(50) を調べるには、対応する粒子サイズ(330 μm) を x 軸から読み取ります。対応する粒子サイズが330μmということはサンプルの50%が330μm以下であるということです。同様な読み取りを行うことで、x μm以下が全体の何%あるか (x (Q3))、または全体のx %以下(Q3(x)) に対応する粒子サイズは何μmかを決定することができます。

重要: もし粒子が球形ではなく、例えば細長い形状の場合、振とう中にふるいのメッシュに当たる方向によっては縦方向にふるいを通過してしまいます。このため、250 μmと500 μmの間の分画であっても、500 μmよりも大きい(長い)粒子が入っていることがあります。このような細長いサンプルの倍は、縦方向の動きがない、水平回転式のふるい振とう機をお勧めします。

EasySieve[®]のようなソフトウェアを使えば、様々なパラメータを迅速かつエラーなく評価することができます。

図 15 (左):
各分画のヒストグラム

図 16 (右):
累積分布曲線のヒストグラム

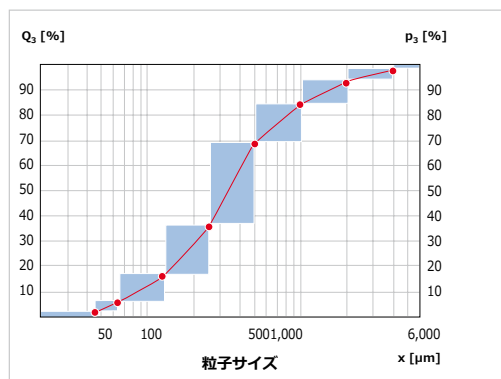
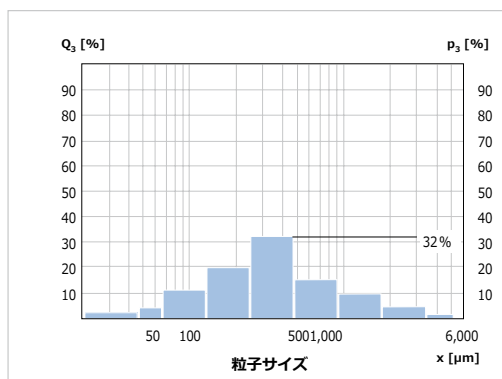
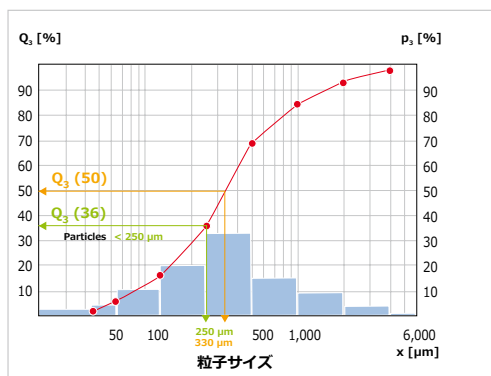


図 17:
累積分布曲線のヒストグラムと
パーセンテージ



h) 試験ふるいの乾燥

乾燥キャビネットは複数の試験ふるいをまとめて乾燥するのに便利です。乾燥は 80℃以下で行う事をお勧めします。特に線径の細い網は温度が高いと、歪みが生じる場合があります。その結果、網の張りも弱まり、ふるい分け効果が著しく低下してしまいます。

レッチェの試料迅速乾燥機 TG200 はφ200mm/203mm の試験ふるいの乾燥にも使用できます。まず、洗った試験ふるいを積み重ねます。下から温風（温度、風量の設定可能）が吹き上げる事で、効率良く、僅か 2~3 分でふるいを乾かします。洗浄、乾燥の前には、必ず O-Ring を取り外して下さい。

試験ふるいは正しく取扱い、清掃、乾燥、保管を適切に行う事で、精度を損なわず、長くお使い頂けます



図 18:
試料迅速乾燥機 TG200

まとめ

ふるい分け分析は、バルク材の粒度分析で最も実績のある方法の一つであり、様々な規格に記載されています。簡単に実施でき、正確で再現性のある結果が得られると同時に、物理的なサイズの画分を事前に把握することができます。さらに、光学式測定システムなどと比較して、投資コストがはるかに低く抑えられます。レッチェのふるい振とう機は、どんなバルク材にも対応できるように、様々な方式を用意しています。レッチェのふるい振とう機は、正確で再現性のある結果を短時間で得ることができ、DIN EN ISO 9000 ffに準拠しています。

エキスパートガイド

粉碎やふるい分けについてより詳しく知りたい方は、弊社のホームページより

The Art of Milling (粉碎はアート) Sieve Analysis (ふるい分け概論) をダウンロードできます。

www.retsch.jp/downloads

