

気孔構造の評価方法のご紹介

はじめに

原料や焼結体の気孔または充填構造物の空隙は、強度や反応性、熱伝導性、通気性など様々な性質に関与します。そのため気孔や空隙がどのような構造かを調べることは重要であり、弊社では関連技術を数多く扱っております。

今回は水中浸漬法（水法、真空パック法）、水銀圧入法およびX線CTによる気孔径分布の評価方法をご紹介します。これらの測定で対象とする気孔径は、図1に示すようにそれぞれ異なります。

水中浸漬法による見かけ密度（気孔率）測定

水中浸漬法では、水中に試料を漬け、アルキメデスの原理により試料の見かけ体積を求めます。また、見かけ体積と質量との比から見かけ密度を求めます。真密度については、粉碎して気孔が無いような状態の試料に対し、同様にアルキメデスの原理で測定し、式(1)の見かけ密度(ρ)と真密度(ρ_0)の関係をj用いて気孔率(ε)を求めます。

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho}{\rho_0} \quad (1)$$

見かけ体積は、測定方法によって対象とする体積が異なり、次の方法が用いられます。

①試料を真空パックして水に漬ける（真空パック法：全体積の測定）、②試料を水に漬けて減圧脱泡する、③試料をそのまま水に漬ける（水法：約1mm以下の気孔を含む体積の測定）。

①②③の順番で見かけ体積は小さく、①と③の差を取ることで、約1mmより大きい気孔の体積を測定することも可能です。これら以外にも見かけ体積の測定方法があり、定義の仕方や試料形状によって測定方法を選択できます。なお、見かけ密度測定は非破壊ですが、真密度測定は試料を粉碎・破壊します。

水銀圧入法による気孔径分布測定（気孔径範囲：3nm～175μm）

水銀圧入法では、図2に示すように試料を水銀に浸漬後、加圧することで、各気孔径に対しての水銀の浸入体積（図3の青いプロット）を得ます。原理としてはまず、水銀の圧力(P)と水銀が試料へ浸入した体積を測定します。続いて式(2)から、圧力によって水銀が浸入できる気孔径(D)を求め、最終的に、各気孔径に対しての水銀の浸入体積を求めます。なお、測定後の試料は別の試験に用いることはできません。

$$PD = -4\sigma \cos\theta \quad (2)$$

X線CTによる気孔観察（気孔径範囲：20μm～）

数十μmの気孔を観察する場合、マイクロフォーカスX線CTを用います。10mm程度の試料に対しては20μm程度の気孔を観察することができます。測定例を図4に示します。測定原理は図5に示すように、微小スポット(4μm)のX線源から円錐形のX線を試料に照射し、透過X線強度を2次元検出器で測定して、2次元のX線透過像を得ます。ゴニオメータを用いて試料を鉛直軸方向に360°自転させ、各角度での透過像を撮影し、CT像への変換を行います。

当社では、独自に画像処理プログラムを開発し、これまで測定することのできなかった20μm以上の気孔径分布の測定を可能にしました（図3の赤と橙のプロット）。

おわりに

当社では、この他にも比表面積や通気率など気孔構造解析に係わる数多くの試験を実施しております。また、X線CTの画像処理方法に挙げたように、お客様のニーズに合わせた解析方法の開発を行っております。

お問い合わせ窓口

富津事業所 資源・プロセスソリューション部
印波 真之
TEL 0439-80-2822
FAX 0439-80-2767
E-mail: inba-masayuki@nsst.jp

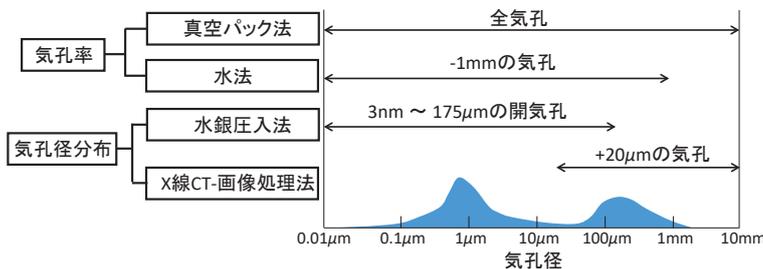


図1 気孔率と気孔径分布の測定範囲

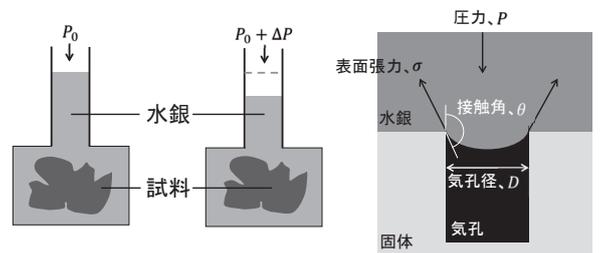


図2 水銀圧入法による気孔径分布の測定

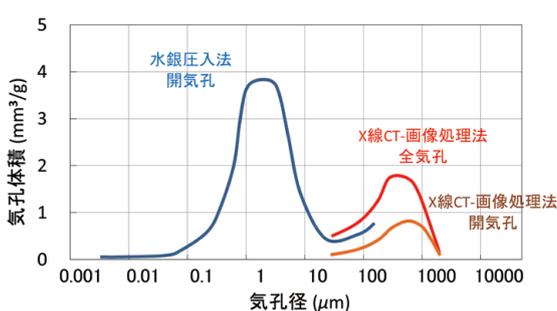


図3 水銀圧入法およびX線CT-画像処理法による気孔径分布の例

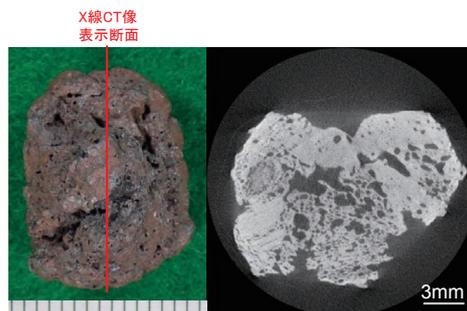


図4 焼結鋳の写真とX線CT像

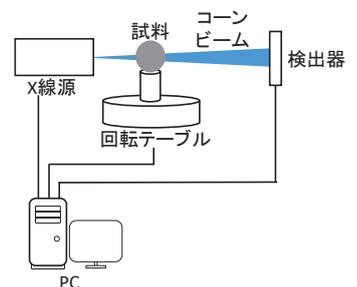


図5 X線CTの測定原理