粉体層内に形成される空間率分布の測定法の改良

東 山 明*, 塚 田 敦 司*
倉 光 鋼 太 郎*, 牧 野 和 孝*

Modification of the Method for the Measurement of the Powder Porosity Distribution Generated in a Powder

by

Akira HIGASHIYAMA[†], Atsushi TSUKADA[†]
Kohtaro KURAMITSU[†] and Kazutaka MAKINO[†]

In this paper, the modification of the measurement method for the powder porosity generated in a powder, which was studied by the authors, is discussed. And the following conclusions were obtained.

- 1) The measurement method on the basis of equal X-ray penetrations of a reference cell for powder porosity and a test cell presented in the last paper, was fundamentally modified and a new method based on any combination of two X-ray penetrations, mentioned above, was presented.
- 2) The new method was checked experimentally by the use of an X-ray radiograph system and was shown to be effective as a method for the measurement of the porosity generated in a powder.
- 3) Any shape of the reference cell for the powder porosity can be applied to the method presented in this paper.

Key Words : Powder Porosity Measurement, X-ray Radiograph, Powder Compact.

緒 言

粉体プロセスにおける粉体の挙動、特に力学的挙動は、空間率分布によって著しい影響を受ける。例えば、貯槽装置の閉塞現象、混合機の所要動力、成形体あるいは堆積粉じん層の力学的強度などを基礎的に解明するには、空間率分布を知る必要がある¹⁻⁴⁾。現在、粉体の空間率分布の測定法は十分確立されているとは言えない¹⁻⁴⁾。これに対して著者らは、X線透視撮影装置、空間率定量用セル、テストセルおよびプレスゲール色濃度計^{5,6)}から構成される空間率分布の定量的

測定法を考案した。この測定法は、求めようとするテストセル内の任意の点の濃淡度(X線写真より測定)と丁度等しい空間率定量用セル内の濃淡度の位置を知ることに基づいている。しかし、対象とするテストセルの条件によっては、これと等しい空間率定量用セルの濃淡度の位置が存在しない場合が出てくる。これは、測定法としての一つの欠点といえる。そこで、本報では、この欠点を克服するために既報の測定法の改良を検討した。その結果、テストセルの任意の位置の濃淡度と空間率定量用セルの任意の厚さにおける濃淡度を測定すれば、テストセル内の任意の空間率を求めることができるという測定法を得た。ここに、この測定法の精度を実験的に検証したので報告する。

1. 測定原理

既報⁶⁾と同様、Fig. 1のように空間率定量用セル(a)とテストセル(b)を作製し、それぞれのセルに同一

昭和61年5月16日受付

*秋田大学鉱山学部資源化学工学科

(〒010秋田市手形学園町1-1)

TEL 0188-33-5261 内線 750

[†]Dept. of Chem. Eng. for Resources, Mining College, Akita Univ., Akita 010

Fig. 1 Conceptual diagram of test and reference cells

Fig. 2 Conceptual diagram of X-ray radiograph system

の供試粉体を充填する。ただし、前者に対しては内部ができるだけ均一になるように充填する。次に Fig. 2 のように、二つのセル背面をそろえて X 線照射ボックス内の所定の位置に設置し、セル背面に X 線フィルムを取り付ける。そして、X 線管電圧と X 線照射時間をそれぞれ所定の条件にセットし、X 線透視撮影を行う⁷⁾。その結果得られた X 線写真の濃淡度、すなわち空間率定量用セルならびにテストセルのそれぞれの X 線透過率をプレスケール色濃度計で測定する。

さて、空間率定量用セルならびにテストセルに対する X 線透過率は、それぞれ次式となる⁶⁾。

$$\frac{I_R}{I_0} = \exp \{-K\rho_p l(1-\epsilon_0)\} \quad (1)$$

$$\frac{I_t}{I_0} = \exp \{-K\rho_p L_0(1-\epsilon)\} \quad (2)$$

Eqs. (1) および (2) は、それぞれ次式のように変形できる。

$$-K\rho_p = \frac{\ln(I_R/I_0)}{l(1-\epsilon_0)} \quad (3)$$

$$-K\rho_p = \frac{\ln(I_t/I_0)}{L_0(1-\epsilon)} \quad (4)$$

ここで、 $K\rho_p$ は物質によって決まる定数である。したがって Eqs. (3), (4) より次式を得る。

$$-K\rho_p = \frac{\ln(I_R/I_0)}{l(1-\epsilon_0)} = \frac{\ln(I_t/I_0)}{L_0(1-\epsilon)} \quad (5)$$

Eq. (5) より ϵ を求めると次式となる。

$$\epsilon = 1 - (1 - \epsilon_0) \frac{l \ln(I_t/I_0)}{L_0 \ln(I_R/I_0)} \quad (6)$$

ここで、 ϵ はテストセル内の任意の位置における空間率、 ϵ_0 は均一に充填された空間率定量用セル内の空間率、 L_0 はテストセルの粉体層厚さおよび l は空間率定量用セル内の任意の位置における粉体層厚さである。Eq. (6) は、空間率定量用セル内の任意の位置における粉体層厚さ l の X 線透過率 I_R/I_0 とテストセル内の任意の位置での X 線透過率 I_t/I_0 を測定するだけで、テストセル内の任意の位置での空間率 ϵ を求めることができることを意味している。

以上が本報における X 線透視撮影法による空間率の測定原理である。また、特に両セルの X 線透過率が丁度等しいとすれば、Eq. (6) は次式となる。

$$\epsilon = 1 - (1 - \epsilon_0) \frac{l}{L_0} \quad (7)$$

これは、既報⁶⁾で提出した測定原理であり、本測定原理の特殊な場合に相当する。

2. 本測定原理の実験的検討

本測定原理の妥当性は、Eq. (5) すなわち $\ln(I_R/I_0)$ と $l(1-\epsilon_0)$ の比が常に一定 ($-K\rho_p$) となることを示すことによって検証できる。そこで、これを検証するために、Fig. 1(b) に示すセル厚さ L_0 の相違するテストセルを試作する。そして、それぞれに供試粉体 (本実験においては、珪砂 ($\rho_p = 2.68 \text{ g/cm}^3$, $D_p = 230 \mu\text{m}$)) を均一になるように充填する。次にのおおのテストセルと空間率定量用セル (Fig. 1(a)) を Fig. 2 のように併置して X 線写真撮影を行なう。Figs. 3 ~ 5 には、このようにして得られた X 線写真を示す。これらの写真は、セル厚さ L_0 が 6, 12 および 19 mm のテストセルにおける空間率分布の最も鮮明に写る X 線撮影条件で撮影したものである⁷⁾。これら空間率定量用セルの X 線写真に注目すると、セルは、同一のものであるにもかかわらず、焼き付けなどの諸条件の違いによって濃淡度が異なっていることがわかる。そのため、プレスケール色濃度計で測定された濃淡度をみかけの X 線透過率 (対数値) として取り扱う。この値を縦軸に、横軸には $l(1-\epsilon_0)$ をとり、Figs. 3 ~ 5 の 3 種類の空間率定量用セルに対して整理すると、Fig. 6 の

Fig. 3 X-ray picture obtained by the X-ray radiograph system in Fig.2 (Thickness of test cell 6mm, Akita sand, $\rho_p=2.68$ g/cm³, $D_p=230\mu\text{m}$)

Fig. 4 X-ray picture obtained by the X-ray radiograph system in Fig.2 (Thickness of test cell 12mm, Akita sand, $\rho_p=2.68$ g/cm³, $D_p=230\mu\text{m}$)

Fig. 5 X-ray picture obtained by the X-ray radiograph system in Fig.2 (Thickness of test cell 19mm, Akita sand, $\rho_p=2.68$ g/cm³, $D_p=230\mu\text{m}$)

ようになる。これより、各空間率定量用セルの結果は、それぞれ互いに相違していることがわかる。これは、次式で与えられる量をプレスケール色濃度計で測定していることによる⁶⁾。

$$(\text{Turbidity by prescale})_R = \ln(I_R/I_0) + \ln k \quad (8)$$

ただし、 k は空間率定量用セル側の幾何学的条件（主としてX線透過方向のセル材料の厚さ）、X線撮影、現像および焼き付け条件などによって決まる定数である。したがって空間率定量用セルとテストセルのX線透過方向のそれぞれのセル材料厚さを等しくすれば、 k は両セルに対して同一の値となる。また、添字 R は、空間率定量用セルを意味する。

Eq. (1) と Eq. (8) より次式を得る。

$$\begin{aligned} \ln(I_R/I_0) &= (\text{Turbidity by prescale})_R - \ln k \\ &= -K\rho_p l (1 - \epsilon_0) \end{aligned} \quad (9)$$

ここで、プレスケール色濃度計の読み(Turbidity by prescale) $_R$ を $\ln(I_R/I_0)_A$ と便宜的に表現すれば、

$$\ln(I_R/I_0) = \ln(I_R/I_0)_A - \ln k = -K\rho_p l (1 - \epsilon_0) \quad (10)$$

プレスケール色濃度計の読み $\ln(I_R/I_0)_A$ から、真の値 $\ln(I_R/I_0)$ 、および空間率 ϵ_0 を得るためには、二つの定数 $K\rho_p$ と k を知る必要がある。これらは、各空間率定量用セルに対してあらかじめ **Fig. 6** のようなデータを得れば求められる。すなわち、直線の傾きから $-K\rho_p$ を、縦軸切片から k を決定することができる。たとえば、**Fig. 6** から、 $L_0=6, 12$ および 19mm の時、それぞれ $K\rho_p = 0.40, 0.36$ および 0.41 , $\ln k = 1.76, 2.42$ および 3.14 となる。ここで、 $K\rho_p$ は、多少ばらついているが、テストセル厚さ L_0 によらず、ほぼ一定であるとみなせる。これは、既報⁶⁾と矛盾していない。

さて、次に本測定法の妥当性を別の面から検討する。

Fig. 6 Relation between turbidity by prescale and $l(1 - \epsilon_0)$

Eqs. (6), (10)より次式を得る。

$$\ln(I_R/I_0) = \ln(I_R/I_0)_A - \ln k$$

$$= \frac{(1-\epsilon_0)}{(1-\epsilon)} \frac{l}{L_0} \left\{ \ln(I_t/I_0)_A - \ln k \right\} \quad (11)$$

ここで、 $\ln(I_t/I_0)_A$ は、テストセルの任意の位置でのプレスケール色濃度計の読みである。Eq. (11)は、空間率定量用セルとテストセルのそれぞれのX線写真の任意の位置の濃淡度(プレスケール色濃度計の読み)の組み合わせより、テストセルの任意の位置での空間率 ϵ を求める基礎式を意味している。これにより、既報⁶⁾の欠点が克服できる。

次に、Eq. (11)の妥当性を実験的に検討するために、Eq. (11)をEq. (12)のように変形する。

$$\ln(I_R/I_0)_A = \frac{(1-\epsilon_0)}{(1-\epsilon)} \frac{l}{L_0} \left\{ \ln(I_t/I_0)_A - \ln k \right\} + \ln k \quad (12)$$

Figs. 3～5の測定結果に対して、テストセルの任意の位置でのプレスケール色濃度計の読み $\ln(I_t/I_0)_A$ を用いて、Eq. (12)より計算した空間率定量用セルの見かけの透過率 $\ln(I_R/I_0)_{A,E}$ (添字Eを付して区別)と直接の測定値 $\ln(I_R/I_0)_A$ をプロットすれば、**Fig. 7**のようになる。これによれば、両者の関係は、勾配が1の原点を通る直線によって表現できることがわかる。このことより、Eq. (11)がプレスケール色濃度計の読みから空間率を求める測定法の基礎式として有効であると結論できる。

次に、**Fig. 8**に示す単軸圧縮成形体のX線写真について既報⁶⁾の測定法と本測定法を用いた結果との比較を行なう。ここで用いた単軸圧縮成形体は、次のようにして作成されたものである。まず、**Fig. 9**に示す圧縮成形用セル(b)内に供試粉体(テフロン；粒径 $D_p = 650 \mu\text{m}$ 、粒子密度 $\rho_p = 2.27 \text{ g/cm}^3$)を口径15 mmの

Fig. 7 Relation between measured and estimated penetrations

Fig. 8 X-ray picture obtained by the X-ray radiograph system in Fig. 2 (Compressibility 8.3%, Teflon, $\rho_p = 2.27 \text{ g/cm}^3$, $D_p = 650 \mu\text{m}$)

Fig. 9 Conceptual diagram of reference and test cells in the case of powder compact measurement (Fig. 10)

ロートを用いて一点充填し、上面をへらでならす。そして、これにプランジャをセットし、材料試験機によって所定量(圧縮率8.3%)圧縮する。この圧縮成形体に対して、本測定法を適用した。この結果を既報⁶⁾の測定法によるものと比較し、縦軸に空間率 ϵ を、横軸に底面からの無次元長さをとって、**Fig. 10**に示す。ここで、○印は、既報⁶⁾による結果を、△と▽印は、本測定法による結果を示している。これによると両者は、ほぼ良好に一致しているといえる(この場合のパラッキは $\pm 0.5\%$ 以内)。また、他の空間率定量用セルを用いても、これに近い結果が得られることを確認している。

以上により、本測定法は、十分測定法として有効であると結論できる。

Fig. 10 Relation between estimated value by the previous method and this method (Dimensionless distance is defined on the basis of the height of powder compact)

結 言

本報においては、既報⁶⁾で提出している空間率分布測定法の改良という観点から、その測定原理について基礎的ならびに実験的に検討した。その結果、以上のような知見を得た。

1) 空間率定量用セルの任意のセル厚さ l の位置で

の濃淡度とテストセルの任意の位置の濃淡度を測定することにより、テストセルの任意の位置での空間率が求められることを基礎的および実験的に明らかにした。

2) 単軸圧縮成形体の空間率分布に対して、本測定法の結果と既報⁶⁾の測定法の結果が良好に一致することを明らかにした。

Nomenclature

D_p : mean particle diameter	[μm]	L_0 : thickness of test cell	[cm]
I_0 : X-ray intensity of incidence	[R]	l : thickness of reference cell at a specified position	[cm]
I_R : X-ray intensity penetrated through reference cell	[R]	ϵ : porosity of powder in test cell	[-]
I_t : X-ray intensity penetrated through test cell	[R]	ϵ_0 : porosity of powder in reference cell	[-]
K : absorption coefficient	[g^{-1}cm^2]	ρ_p : particle density	[g cm^{-3}]
k : constant	[-]		

References

- 1) Cutress, J. O. and R. F. Pulfer : *Powder Technology*, **1**, 213 (1967)
- 2) Blair-Fish, P. M. and P. L. Bransbry : *J. Eng. Ind.*, **95**, 17 (1973)
- 3) Lee, J., S. C. Cowin and J. S. Tempteton : *Trans. Soc. Rheol.*, **18**, 247 (1974)
- 4) Michalowski, R. L. : *Powder Technology*, **39**, 29 (1984)
- 5) Kuri, I. and H. Kuno : *J. of the Soc. of Powder Technology, Japan*, **18**, 95 (1981)
- 6) Makino, K., A. Higashiyama, M. Yamada and K. Kuramitsu : *J. of the Soc. of Powder Technology, Japan*, **22**, 526 (1985)
- 7) Makino, K., K. Kuramitsu, M. Yamada and J. Hidaka : *J. of Soc. of Powder Technology, Japan*, **23**, 3 (1986)