粉体層内に形成される空間率分布の実用的な測定法

A practical measuring system of the porosity distribution generated in powder bed

塚 田 敦 司*, 佐 藤 伸*

Atsushi TSUKADA, Shin SATOH

倉 光 鋼 太 郎*, 牧 野 和 孝*

Kohtaro KURAMITSU, Kazutaka MAKINO

Key Words : Powder Porosity Measurement, X-ray Radiograph, Powder Quality Control

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。たとえば, 貯槽装置内の閉塞現象や成形体の力学的強度などの基礎的解明には, 空間率分布を知る必要がある。著者らは, これまでに, 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ケール色濃度計^{1,4)}からなる空間率分布の非接触測定法^{1,2)}を検討してきた。この測定法^{1,2)}は, 空間率定量用セルとテストセルを同時に1枚の写真に撮り, 定量用セル側の情報(空間率, セル厚さ, 濃淡度など)とテストセル側の情報(濃淡度など)から, 空間率を求めるものである。しかしながら, 実際の粉体プロセスに適用する場合, 必要量の供試粉体が得られず, 両セルを同時に作成できないときがある。

そこで, 本資料では, これまでの測定法を簡単に解説しながら, テストセルのみを使用して空間率分布を測定する方法を提案し, その妥当性を2,3の具体例に対して実験的に検証したので報告する。

1. 測 定 原 理

均一に充填された粉体層の厚さとX線透過率(写真の濃淡度と置き換えることができる)の関係が, Lambert-Beerの法則に従う範囲内では, 空間率 ϵ_0 を一定にして厚さ l のみを変えた空間率定量用セルを用意して

おけば, このセルとテストセルを同時に1枚の写真に撮り, テストセル写真の濃淡度とちょうど等しい位置での粉体層厚さ l を求めれば, 次式からテストセル空間率 ϵ_1 が求められる¹⁾。

$$\epsilon_1 = 1 - (1 - \epsilon_0) \frac{l}{L_0} \quad (1)$$

ここで L_0 はテストセル側の粉体層厚さである。

しかし, ϵ_0 と ϵ_1 の差が大きいなど両セルの充填条件によっては, 直接比較によって濃淡度の等しい位置を見出せない場合がある。しかし, テストセルの任意の位置の濃淡度 $\ln(I_t/I_0)_A$ と空間率定量用セルの任意の粉体層厚さ l のときの濃淡度 $\ln(I_R/I_0)_A$ を測定すれば, 次式によってテストセルの空間率 ϵ_2 が求められる²⁾。

$$\epsilon_2 = 1 - (1 - \epsilon_0) \frac{l \ln(I_t/I_0)_A - \ln k}{L_0 \ln(I_R/I_0)_A - \ln k} \quad (2)$$

ここで, k はセルの幾何学的条件(主としてX線透過方向のセル材料の厚さ), X線撮影(X線管電圧, 照射時間など), 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。これは, 写真の濃淡度 $\ln(I_R/I_0)_A$ と空間率 ϵ_0 との間の関係,

$$\ln(I_R/I_0)_A - \ln k = -K\rho_p l (1 - \epsilon_0) \quad (3)$$

を用いて, ϵ_0 を一定にして l を変化させながら $\ln(I_R/I_0)_A$ を測定し, 縦軸に $\ln(I_R/I_0)_A$, 横軸に $l(1 - \epsilon_0)$ をとってプロットすると, その傾きより $K\rho_p$, 切片より k を求めることができる。

さて一般に測定対象として与えられる粒子密度 ρ_p のテスト試料は, 嵩密度 ρ_b を測定することによって次式から平均空間率 ϵ_{av} を計算できる場合が多い。

$$\epsilon_{av} = 1 - \frac{\rho_b}{\rho_p} \quad (4)$$

昭和62年7月16日受付

化学工学協会第52年會にて発表(1987年4月, 名古屋)

*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)

TEL0188-33-5261 内線750

また、撮影されたセルの写真の全面にわたっての平均的な濃淡度を測定すれば、平均見かけX線透過率 $\ln(I_t/I_0)_{A.av}$ が求められるから、式(2)中の ε_0, l および $\ln(I_R/I_0)_A$ の代わりに ε_{av} 、平均粉体層厚さ L_{av} および $\ln(I_t/I_0)_{A.av}$ を用いて次式を得る。ただし、 L_{av} は、写真中の粉体層厚さを平均したものであり、本資料のような L_0 一定の場合には、 L_{av} は、 L_0 と等しくなる。

$$\varepsilon = 1 - (1 - \varepsilon_{av}) \frac{L_{av} \ln(I_t/I_0)_A - \ln k}{L_0 \ln(I_t/I_0)_{A.av} - \ln k} \quad (5)$$

ここで k は次式によって決定できる。

$$k = \exp\{\ln(I_t/I_0)_{A.av} + K\rho_p L_{av}(1 - \varepsilon_{av})\} \quad (6)$$

なお、式(6)中の $K\rho_p$ は、粉体層厚さが連続的に変化する形状のセル(例えば、クサビ形のセル)や厚さの異なる複数個のセルのX線写真より、前述式(3)と同様にして求めることができる。この手法によれば、空間率定量用セルとテストセルを同時に撮影する必要がなく、テストセル単一の撮影で空間率の測定が可能となる。

2. 本測定法の実験的検証

本測定法の妥当性は、次の3種類のテスト試料の空間率を本測定法(式(5))と従来の測定法^{1,2)}(式(1)、(2))を用いて測定し、両者がどの程度一致するかを比較して検討する。

テスト試料は、粉体初期充填、粉体成形体およびホッパとした。供試粉体の種類、平均粒子径および粒子密度を表1に示した。

図1には、初期充填状態を得るための粉体供給法とセルを示した。粉体は落下高さ300mm上方から奥行30mmのセル中央に供給された。図2には、代表

表1 供試粉体の物性値(平均粒子径および粒子密度)

物性	平均粒子径 [μm]	粒子密度 $\times 10^3$ [kg m^{-3}]
供試粉体		
硅砂	230	2.67
石炭	254	1.34
アルミナ(ホワイト)	100	3.08
テフロン	650	2.27

粉体層厚さ30mm, セル材厚さ2mm

図1 粉体初期充填テスト試料作成法

例として硅砂、石炭およびアルミナ(ホワイト)についての充填状態のX線写真を示した。写真中左側はいずれも空間率定量用セルである。

図3は矩形の単軸圧縮成形セルの概略である。供試粉体にテフロン粒子を用い、材料試験機で所定の空間率になるよう圧縮した。図4には、代表例として、 $\varepsilon_{av} = 0.610, 0.540$ および 0.510 に成形したテスト試料

図2 粉体初期充填テスト試料のX線写真

図4 粉体成形体のX線写真(テフロン, $V=40\text{kV}$, $i=5\text{mA}$, $T=3.5\text{min}$)

図3 粉体成形セルの概念図

図5 ホッパーの概念図

(a) 初期充填状態

(b) 26.5% 排出後

図6 ホッパーのX線写真(石炭, $V=32.5\text{kV}$, $i=5\text{mA}$, $T=1.5\text{min}$)

(a) 珪砂
($\epsilon_{av}=0.533$)

(b) 石炭
($\epsilon_{av}=0.510$)

(c) アルミナ(ホワイト)
($\epsilon_{av}=0.681$)

図7 粉体初期充填の場合の本測定法(ϵ)と従来の測定法(ϵ_1 , ϵ_2)の比較

のX線写真を示した。

図5には、ホッパーの概略を示した。これに供試粉体(石炭)をできるだけ均一に充填し、つぎに排出口を開き、

所定量粉体を排出した。図6(a), (b)は、それぞれ初期充填時と26.5%排出後のX線写真である。

以上のX線写真について、全画面を $5 \times 5\text{mm}$ 区画

図8 粉体成形体の場合の本測定法(ϵ)と従来の測定法(ϵ_1, ϵ_2)の比較

図9 ホッパの場合の本測定法(ϵ)と従来の測定法(ϵ_1, ϵ_2)の比較

に分けて、それぞれの区画の $\ln(I_t/I_0)_A$ をプレスケール色濃度計(スポット径 3 mm)で測定した。また、これらの値を用いて $\ln(I_t/I_0)_{A,av}$ を求めた。それぞれの区画について、定量用セルと同じ濃淡度の位置から求めた空間率 ϵ_1 と定量用セルの任意の位置での濃淡度と粉体層厚さを用いて求めた ϵ_2 をそれぞれ縦軸にとり、また、テストセルの平均空間率 ϵ_{av} を用いて求めた ϵ を横軸にプロットして比較したのが図 7 ~ 9 である。これらによれば、いずれの場合も両者は良好に一致しており(±2%程度)、本測定法も妥当であると結論できる。

結 言

本資料では、空間率定量用セルとテストセルを同時に使用する X 線透視撮影法による空間率測定法^{1,2)}の解説と、テストセルのみを用いる実用的な測定法の提案をした。そして、粉体初期充填、粉体成形体およびホッパを用いた実験によって新しく提案した測定法の妥当性を確かめた。

本測定法は、実際の粉体成形体チップなどの均質性管理にも容易に適用できるものと考えられる。

使 用 記 号

D_p : average particle diameter	[μm]	position	[cm]
I_0 : X-ray intensity of incidence	[R]	L_0 : thickness of test cell at a specified position	[cm]
I_R : X-ray intensity penetrated through reference cell	[R]	l : thickness of reference cell at a specified position	[cm]
I_t : X-ray intensity penetrated through test cell	[R]	T : X-ray radiating time	[min]
i : X-ray anode electric current	[mA]	V : X-ray anode voltage	[kV]
K : absorption coefficient	[g^{-1}cm^2]	ϵ : porosity of powder at a specified position in a test cell	[-]
k : experimental constant	[-]	ϵ_0 : porosity of powder at a specified position in a	
L_{av} : average thickness of test cell at a specified			

reference cell	[-]	ρ_b : bulk density	[kgm ⁻³]
ε_{av} : average porosity of powder in a test cell	[-]	ρ_p : particle density	[kgm ⁻³]

引用文献

- 1) 牧野和孝, 東山明, 山田昌治, 倉光鋼太郎: 粉体工学会誌, **22**, 526 (1985)
- 2) 東山明, 塚田敦司, 倉光鋼太郎, 牧野和孝: 粉体工学会誌, **24**, 291 (1987)
- 3) 牧野和孝, 倉光鋼太郎, 山田昌治, 日高重助: 粉体工学会誌, **23**, 3 (1986)
- 4) 栗功, 久野洋: 粉体工学会誌, **18**, 95 (1981)

新しい言葉

古い言葉

リポソーム (I)

リポソームは、主としてレシチン等のリン脂質より成る二分子膜を有し、その内部に水層を有する閉鎖小胞のことである。1965年 Bangham によりリポソーム (liposome) と呼ばれるようになった。ベシクル (vesicle: 小胞) と呼ばれることもある。

リポソームは、図に示すように、多重リポソーム (MLV), 小さな一枚膜リポソーム (SUV), 大きな一枚膜

リポソーム (LUV) の三種類があり、各々の水層部分に薬物を包含させることができる。

(大日本製薬㈱ 中村康彦)

(238ページへ続く)