

III-371 顕微鏡画像による粒状材料のマクロポア一計測

岐阜大学工学部 正会員 佐藤 健
岐阜大学工学部 学生員〇立松 秀和
NTT 正会員 曾場 昭之

1. まえがき

粒状材料の間隙径分布を水銀圧入式ポロシメーターを用いて測定している¹⁾。一連の計測を通じて、
①通常の成形体に対する測定範囲の上限は $60\mu\text{m}$ であり、円筒を用いて行う筆者らの方法は、端面での試料脱落防止に使用する金網の目開きの関係で $48\mu\text{m}$ 程度まで低下する。
②水銀が侵入する試料表面の間隙径情報が優先され、試料内部に大きな間隙が存在する場合(インクボトル状間隙)には、小さな間隙が多数存在するように近似される。
以上の点が明らかになった。今回の報告は、倍率 $50\sim 400$ 倍程度の光学顕微鏡を用いて、実際の間隙の観察を実施しながら、上記の問題点の解決を計ったものである。なお、標題のマクロポアとは、ここでは $5\mu\text{m}$ 以上の間隙を示し、IUPACで定義されている²⁾範囲($0.05\mu\text{m}$ 以上)とは異なっている。

2. 試料作成方法

水銀圧入式ポロシメーターで間隙径を測定したときに用いたのと同じように、豊浦砂(粒径 $75\sim 420\mu\text{m}$)を粉碎器で $32\sim 53\mu\text{m}$ の粒径にそろえたものを用いた。直径 1cm (内径 8mm)高さ 1cm の銅管に、粉碎砂を所定の密度($\rho_a = 1.5\sim 1.6\text{g}/\text{cm}^3$)になるように詰め、顕微鏡観察ができるように面出し作業を行う。面出しの前にシアノアクリレート系接着剤を間隙に充填し間隙構造を固定することが作成法上のポイントである。間隙固定後、耐水ペーパー(# $1000\sim$ # 2000)を用いて研磨し試料内部の間隙を露出させる。さらに、液体研磨材(ダイヤモンドリキッド)を用いて、完全な面仕上げを行って、観察試料を作成する。

3. 測定結果

光学顕微鏡と画像解析装置(ルーゼックII)を接続させて、間隙面積と等価な円相当半径を計算して、間隙径分布を求めた。画像解析に用いた2値化画像をFig.1に示した。黒い部分が間隙である。中央下部に比較的大きな間隙が確認され、添付したスケールから判断すると、間隙半径は $45\mu\text{m}$ 程度になり、水銀圧入式ポロシメーターの測定範囲の上限値付近の間隙でも容易に測定できることがわかる。顕微鏡倍率 50 倍の時の間隙径分布と水銀圧入による結果の比較をFig.2に示した。顕微鏡による画像解析は、観察位置を数カ所変化させて、なるべく空間平均的な間隙径分布が得られるようにした。なお、各視野での間隙の面積率は、間隙率の理論値($\rho_a = 1.6\text{g}/\text{cm}^3$ の場合、 39.6%)とほぼ対応する値(40.5%)になっていることも確認できた。Fig.2の画像解析結果(実線)と水銀圧入結果(破線)の比較から以下の点が明らかになる。

- ①最大間隙半径は $40\mu\text{m}$ 程度で、顕微鏡画像の解析、水銀圧入いずれの結果も同じ値になる。
- ②間隙半径 $4\mu\text{m}$ 以上の間隙は画像解析による結果の方が多く存在する。
- ③測定範囲の下限は顕微鏡画像で $1\mu\text{m}$ 、水銀圧入方ではその 100 分の 1 以上になる。
- ③は顕微鏡の倍率をあげることで解消できる。顕微鏡倍率を $100, 200, 400$ 倍と大きくしながら、 $1\mu\text{m}$ 以下の間隙径分布を補正した結果をFig.3に、その密度関数をFig.4に示した。

4. まとめ

光学顕微鏡の視野の情報を2値化画像にし、間隙径分布を測定した。水銀圧入による結果が3次元的な間隙分布情報を提供しているのに対し、画像解析は2次元平面での情報であるので、場所を変えた数カ所の結果から空間平均的な間隙径分布を得ようとした。今回の計測結果から、水銀圧入法では測定が難しいといわれている $5\mu\text{m}$ 以上のマクロポアの計測に際しては、光学顕微鏡による画像解析結果も、有効に利用できることがわかった。

参考文献

- 1) 佐藤, 曾場, 桑山, 宇野:水銀圧入式ポロシメーターによる粒状材料の間隙径分布の測定, 土木学会論文集, No. 445, III-18, pp. 139-142, 1992.
- 2) Sing, K. S. W.: Characterization of porous solids, Proc. of the IUPAC Symposium (COPII), pp. 1-9, 1991.

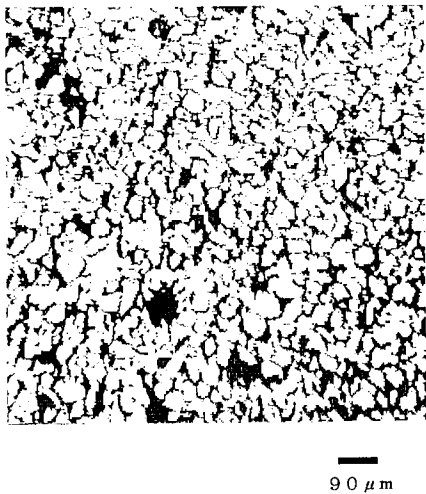


Fig. 1 粉碎砂 (32-53 μm) の2値化画像

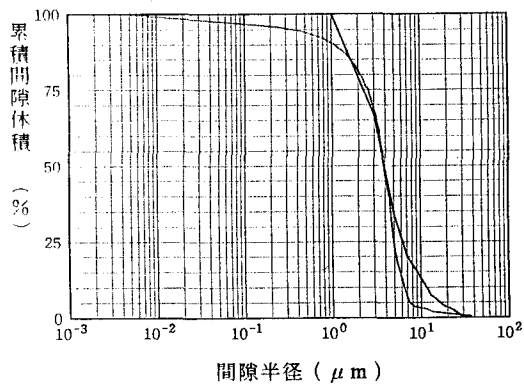


Fig. 2 水銀圧入と画像解析 (50倍) による
間隙径分布

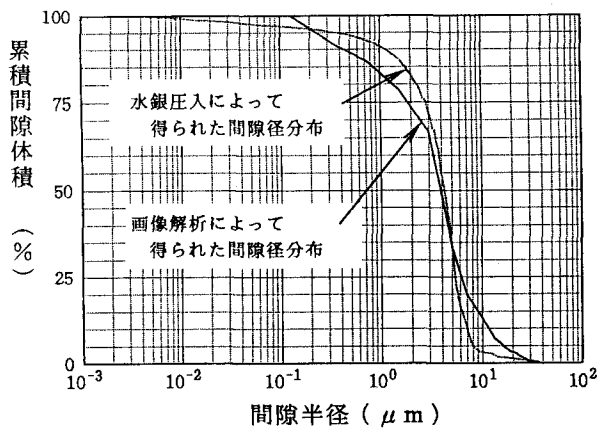


Fig. 3 水銀圧入と画像解析 (50-400倍) による間隙径分布

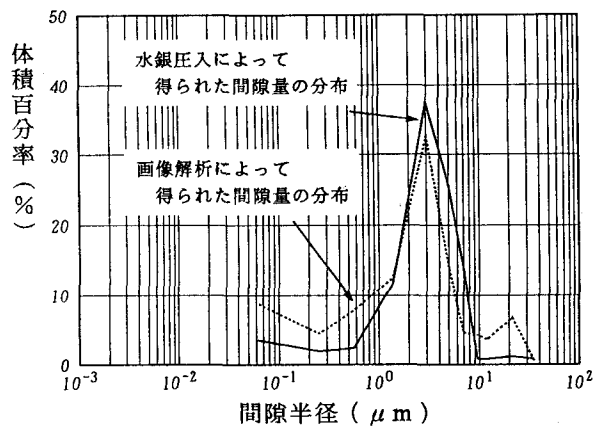


Fig. 4 密度関数