

ファインセラミックス粉末の 粒子密度測定方法

Testing methods for particle density of fine ceramic powder

1. 適用範囲 この規格は、ファインセラミックス粉末の粒子密度を、ピクノメータ法、懸ちょう（吊）法及び気体置換法によって測定する方法について規定する。

備考1. この規格の引用規格を、次に示す。

JIS K 8101 エタノール (99.5) (試薬)

JIS K 8271 キシレン (試薬)

JIS K 8810 1-ブタノール (試薬)

JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

JIS R 6003 研摩材のサンプリング方法

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS Z 8804 液体比重測定方法

2. この規格の中で { } を付けて示してある単位及び数値は、従来単位によるものであって、参考として併記したものである。

2. 用語の定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。

- (1) **粒子密度** 粉末粒子の個体の密度。内部に閉じた空間をもつ場合は、その空間も個体の一部とみなす。
- (2) **ピクノメータ法** 比重瓶を使って粒子密度を測定する方法。
- (3) **懸ちょう（吊）法** 試料を入れた容器を液中につるして、その浮力から粒子密度を測定する方法。
- (4) **気体置換法** 気体に関するボイルの法則を利用して粒子密度を測定する方法。

3. 測定の準備

3.1 試料のサンプリング 試料は、測定する粉末を代表するようにサンプリングする。サンプリング方法は、**JIS R 6003** の規定に準じるものとし、縮分が必要な場合には、二分割器を使用するか、又は円すい四分法による。

3.2 試料の乾燥 サンプリングした試料は、200℃程度の空気浴中で十分に乾燥し、デシケータ中で室温まで冷却させる。乾燥に長時間を必要とする粉末の場合には、よく広げ、乾燥途中に一、二度軽くかくはん（攪拌）する。

3.3 浸液又は気体の準備 ピクノメータ法及び懸ちょう法における浸液は、試料と反応、溶解などを起こさないものを選ぶ。

気体置換法に使用する気体は、99.99%以上の純度のヘリウムガスとする。

備考1. 浸液は、JIS K 8271に規定するキシレン（試薬）を標準とする。粉末と反応，溶解などを起こさない場合には，蒸留水，JIS K 8101に規定するエタノール（99.5）（試薬）1級以上，又は JIS K 8810に規定する1-ブタノール（試薬）でもよい。

2. 懸ちよう法における浸液は，粉末が懸濁しないものを選ぶ。

4. 測定方法

4.1 方法の区分 測定方法は，次の三つの方法のいずれかによる。

- (1) ピクノメータ法
- (2) 懸ちよう法
- (3) 気体置換法

4.2 ピクノメータ法

4.2.1 装置・器具 装置及び器具は，次による。

- (1) **測定容器** 測定容器は，薄手のガラス製比重瓶とし，おおよその寸法は，入り口内径 12mm，胴部外径 45mm，胴部高さ 50mm とする（付図 1 参照）。
- (2) **真空容器** 真空容器の大きさは，比重瓶を入れることができるものとし，内部の様子を観察できる構造で，真空ポンプと連結できるものを用いる。
- (3) **真空ポンプ** 真空ポンプは，圧力 666.5Pa {5mmHg} 以下まで減圧できるものを用いる。
- (4) **真空計** 真空計は，0～26.66kPa {0～200mmHg} まで測定できるもので，1.333kPa {10mmHg} 以下の目盛をもつものを用いる。
- (5) **はかり** 使用するはかりの感量は，0.1mg のものを用いる。
- (6) **液体用比重計** JIS Z 8804 に規定する比重瓶又は浮ひようを用いる。
- (7) **温度計** 0.1℃まで読み取れるものを用いる。

4.2.2 測定手順 測定は，次の手順によって行う。質量は，すべて 0.1mg のけたまで量る。

- (1) 測定容器を洗浄し，よく乾燥させ，その質量 m_{p1} を測定する。
- (2) 試料を，測定容器の胴部高さの 3 分の 1 程度まで入れ，そのときの質量 m_{p2} を測定する。
- (3) 測定容器に浸液を静かに入れる。このとき浸液の量は，試料が全部浸るより少し多く入れる。浸液を入れるとき，試料の飛散が起こらないよう十分注意する。
- (4) 試料を浸液で浸した測定容器を真空容器に入れ，圧力 13.33kPa {100mmHg} 以下まで減圧し，脱気を行う。このとき減圧は，浸液が沸騰しない圧力とし，試料から気泡が発生しなくなるまで行う。
- (5) 真空容器から測定容器を取り出し，液温が室温になるまで静置する。
- (6) 測定容器の規定量まで浸液を追加し，そのときの質量 m_{p3} を測定する。
- (7) 測定容器から試料及び浸液を取り出し，洗浄・乾燥後，浸液を規定量入れ，そのときの質量 m_{p4} を測定する。
- (8) 比重計で測定温度における浸液の比重を測定し，有効数字 4 けたまで浸液の密度を求める。

備考 (6)～(8)の測定の許容温度差は，±1℃とする。

4.2.3 計算 粒子密度 ρ は，4.2.2 で得た値を用いて，次の式によって算出する。

なお，計算は，小数点以下 3 けたまで算出し，JIS Z 8401 の規定によって 2 けたに丸める。

$$\rho = \frac{(m_{p2} - m_{p1})\rho_L}{(m_{p4} - m_{p1}) - (m_{p3} - m_{p2})}$$

ここに、
 ρ : 粒子密度 (g/cm³)
 m_{p1} : 測定容器の質量 (g)
 m_{p2} : 測定容器に試料を入れたときの質量 (g)
 m_{p3} : 試料と浸液を測定容器の規定量入れたときの質量 (g)
 m_{p4} : 浸液を測定容器の規定量入れたときの質量 (g)
 ρ_L : 測定温度における浸液の密度 (g/cm³)

4.3 懸ちよう法

4.3.1 装置・器具 装置及び器具は、次による。

(1) **測定容器** 測定容器は、薄手のガラス容器又はガラス管を、次に示す容器 1 又は容器 2 の寸法に切断し、付図 2 に示すように加工して、直径約 0.1mm の細線を結び付けたものを用いる。

容器 1: 直径 20mm, 深さ約 35mm

容器 2: 直径 30mm, 深さ約 40mm

備考1. 容器1は、かさ密度の大きい試料に、また容器2は、かさ密度の小さい試料に適す。

2. 減圧操作時に激しい脱泡を伴う試料については、着脱可能なアダプターを上部に付けた容器(付図 3 参照)を用いてもよい。

(2) **真空容器** 4.2.1(2)と同じ。

(3) **真空ポンプ** 4.2.1(3)と同じ。

(4) **真空計** 4.2.1(4)と同じ。

(5) **はかり** 4.2.1(5)と同じ。

(6) **液体用比重計** 4.2.1(6)と同じ。

(7) **温度計** 4.2.1(7)と同じ。

4.3.2 測定手順 測定は、次の手順によって行う。質量は、すべて 0.1mg のけたまで量る。

(1) 測定容器を洗浄し、よく乾燥させ、その質量 m_{s1} を測定する。

(2) 試料を、測定容器の $\frac{1}{2}$ 程度の高さまで入れ、そのときの質量 m_{s2} を測定する。

(3) 試料が浸るより少し多めに浸液を静かに入れ、軽い振動を与えて気泡を取り除く。浸液を入れるとき、試料の飛散が起こらないよう十分注意する。

(4) 試料を浸液で浸した測定容器を真空容器に入れ、圧力 13.33kPa {100mmHg} 以下まで減圧し、脱気を行う。このとき減圧は、浸液が沸騰しない圧力とし、試料から気泡が発生しなくなるまで行う。

(5) 真空容器から測定容器を取り出し、液温が室温になるまで静置する。

(6) 別の容器(ビーカなど)に入れた浸液中に測定容器をつり下げ、その質量 m_{s3} を測定する。

(7) 測定容器から試料を取り出し、(6)の方法で測定容器だけの質量 m_{s4} を測定する。

(8) 比重計で測定温度における浸液の比重を測定し、有効数字 4 けたまで浸液の密度を求める。

備考 (6)~(8)の測定の許容温度差は、 $\pm 1^\circ\text{C}$ とする。

4.3.3 計算 粒子密度 ρ は、4.3.2 で得た値を用いて、次の式によって算出する。

なお、計算は、小数点以下 3 けたまで算出し、JIS Z 8401 の規定によって 2 けたに丸める。

$$\rho = \frac{(m_{s2} - m_{s1})\rho_L}{(m_{s2} - m_{s1}) - (m_{s3} - m_{s4})}$$

ここに、
 ρ : 粒子密度 (g/cm³)
 m_{s1} : 測定容器の質量 (g)
 m_{s2} : 容器に試料を入れたときの質量 (g)
 m_{s3} : 試料を入れた容器を浸液中につり下げたときの質量 (g)
 m_{s4} : 容器だけを浸液中につり下げたときの質量 (g)

ρ_L : 測定温度における浸液の密度 (g/cm³)

4.4 気体置換法

4.4.1 装置 装置は、次による。

- (1) **測定装置** 測定装置の基本構成は、付図 4 に示すものとする。測定容器の容積は、10～150cm³とする。試料室の大きさは、測定容器を収納できる程度とし、膨張室の大きさは、試料室と同じ又はやや小さいものとする。圧力計は、0～150kPa(1)まで測定できるもので、0.01kPa(1)の目盛をもつものとする。

注(1) ゲージ圧とする。

- (2) **はかり** 4.2.1(5)と同じ。

- (3) **鋼球** 測定容器に収納でき、試料室の容積の 10%以上の大きさを持ち、かつ、その体積が有効数字 4 けた以上既知のものとする。

4.4.2 試料室及び膨張室容積の決定

- (1) 測定容器を洗浄し、十分に乾燥させる。
- (2) ガス供給弁を閉じ、測定容器を試料室へ入れる。
- (3) ガス供給弁を開き、接続弁及び排気弁を閉じ、試料室内の圧力が 100～150kPa(1)になるまでガスを導入した後、ガス供給弁を閉じ接続弁及び排気弁を開く。この操作を 5 回以上繰り返し、装置内をガスで置換する。
- (4) ガス供給弁を閉じ、圧力計の読みを 0 にした後、直ちに接続弁及び排気弁を閉じる。
- (5) ガス供給弁を開き、圧力計の読みが 100～150kPa(1)になるまでガスを導入し、ガス供給弁を閉じる。
- (6) 圧力の指示が安定したらその圧力 p_{1c} を 0.01kPa(1)まで読み取る。
- (7) 接続弁を開き、圧力の読みが安定したらその圧力 p_{2c} を 0.01kPa(1)まで読み取る。
- (8) 排気弁を開き、測定容器に鋼球を入れ、再び試料室に入れる。(3)～(7)の操作を繰り返し、ガスを導入したときの圧力 p_{1s} 及び膨張したときの圧力 p_{2s} を求める。
- (9) 次の式によって、測定容器を入れたときの試料室の空間容積 V_1 、及び膨張室の空間容積 V_2 を計算する。

$$V_1 = \frac{V_{cal}(p_{1s} - p_{2s})}{p_{1s} - \frac{p_{1c} \cdot p_{2s}}{p_{2c}}}$$

$$V_2 = V_1 \left(\frac{p_{1c}}{p_{2c}} - 1 \right)$$

ここに、
 V_1 : 試料室に測定容器を入れたときの空間容積 (cm³)
 V_2 : 膨張室の空間容積 (cm³)
 V_{cal} : 鋼球の体積 (cm³)
 p_{1c}, p_{2c} : 測定容器が空の状態における圧力 [kPa(1)]
 p_{1s}, p_{2s} : 測定容器中に鋼球を入れた状態における圧力 [kPa(1)]

備考 測定装置内及び鋼球の温度は、測定を通じて一定でなければならない。

4.4.3 測定手順 測定は、次の手順によって行う。質量はすべて 0.1mg のけたまで量る。

- (1) 測定容器を洗浄し、十分に乾燥させて、その質量 m_{G1} を測定する。
- (2) 試料を測定容器中に $\frac{2}{3}$ 以上入れ、そのときの質量 m_{G2} を測定する。
- (3) ガス供給弁を閉じ、試料を入れた測定容器を試料室に入れる。
- (4) ガス供給弁を開き、接続弁及び排気弁を閉じ、測定室内の圧力が 100～150kPa(1)になるまでガスを導入した後、ガス供給弁を閉じ接続弁及び排気弁を開く。この操作を 5 回以上繰り返し、装置内をガスで置換する。

- (5) ガス供給弁を閉じ、圧力計の読みを 0 にした後、直ちに接続弁及び排気弁を閉じる。
- (6) ガス供給弁を開き、圧力計の読みが 100~150kPa(1)になるまでガスを導入し、ガス供給弁を閉じる。
- (7) 圧力の指示が安定したら、その圧力 p_1 を 0.01kPa(1)まで読み取る。
- (8) 接続弁を開き、圧力の読みが安定したら、その圧力 P_2 を 0.01kPa(1)まで読み取る。

備考1. 測定装置内及び試料の温度は、測定を通じて一定でなければならない。

2. 試料が飛散しやすい場合は、導入圧を 100kPa(1)より低く設定してもよい。

4.4.4 計算 試料の体積 V_s を、次の式によって計算する。

$$V_s = V_1 - \frac{V_2}{(p_1 / p_2 - 1)}$$

ここに、
 V_s : 試料の体積 (cm³)
 V_1 : 試料室に測定容器を入れたときの空間容積 (cm³)
 V_2 : 膨張室の空間容積 (cm³)
 p_1 : 試料室にガスを導入したときの圧力 [kPa(1)]
 p_2 : 接続弁を開いたときの圧力 [kPa(1)]

粒子密度 ρ は、次の式によって小数点以下 3 けたまで算出し、JIS Z 8401 の規定によって 2 けたに丸める。

$$\rho = \frac{m_{G2} - m_{G1}}{V_s}$$

ここに、
 ρ : 粒子密度 (g/cm³)
 m_{G1} : 測定容器の質量 (g)
 m_{G2} : 測定容器に試料を入れたときの質量 (g)
 V_s : 試料の体積 (cm³)

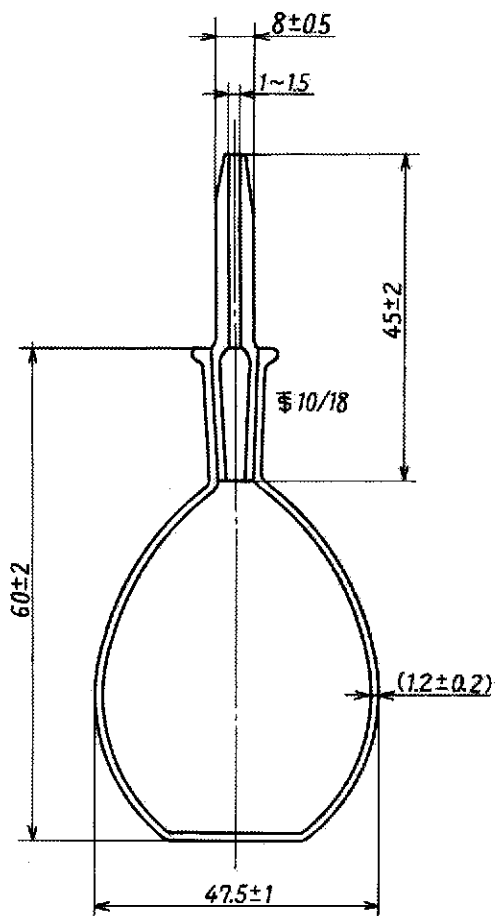
5. 報告 次の項目を報告する。

- (1) 測定方法
- (2) 浸液名 (ピクノメータ法又は懸ちよう法の場合)
- (3) 粒子密度測定値

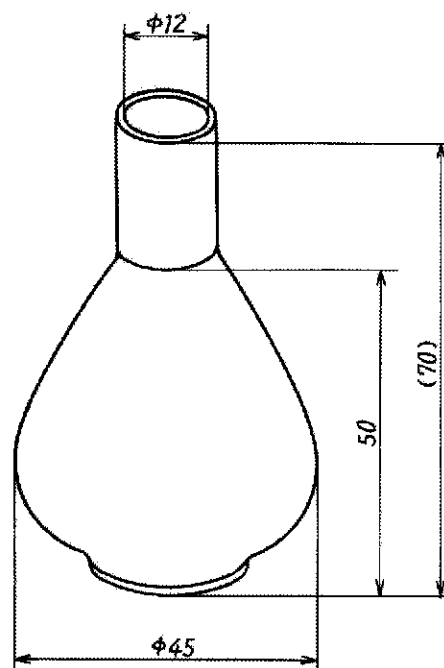
付図1 ピクノメータ法の測定容器の形状例

単位 mm

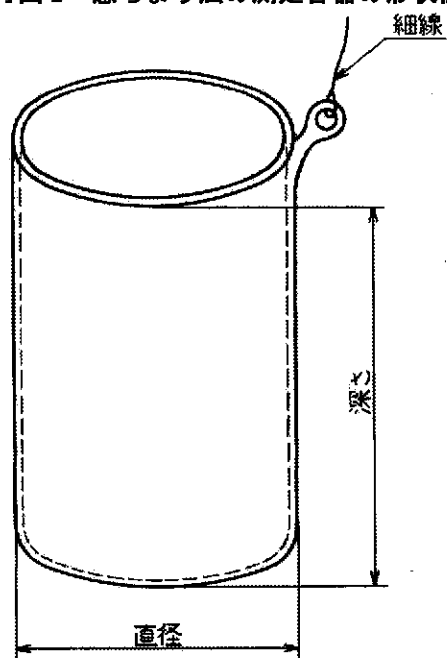
(1) 一般的比重瓶(JIS R 3503の
ゲーリュサック形比重瓶50 ml)



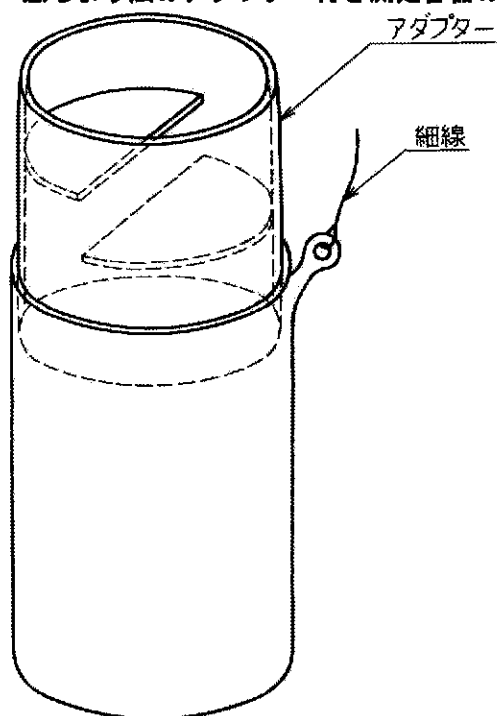
(2) あらかじめ定めた液量を電気計
測するときに使用する比重瓶



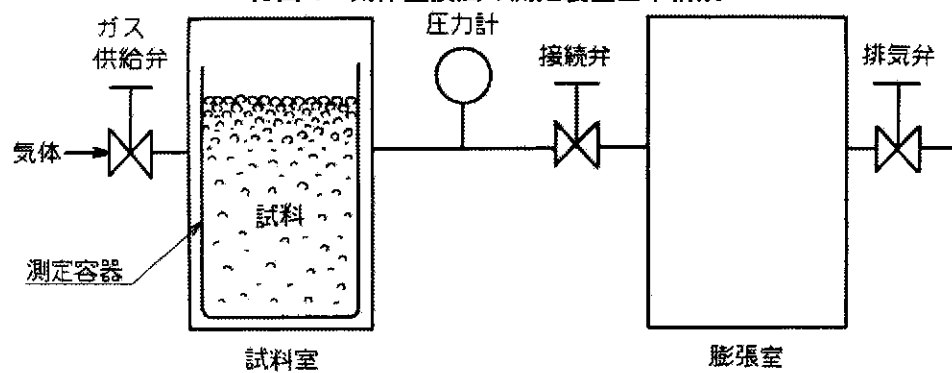
付図2 懸ちよう法の測定容器の形状例



付図3 懸ちよう法のアダプター付き測定容器の形状例



付図4 気体置換法の測定装置基本構成



JIS R 1620 原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	奥 田 博	財団法人ファインセラミックスセンター
	○ 内 海 良 治	工業技術院名古屋工業技術研究所
	○ 井 手 亮 一	電気化学工業株式会社大牟田工場
	○ 長谷川 光	昭和電工株式会社微粉研究センター
	○ 佐々木 良 樹	株式会社セイシン企業荒川計装工場
	○ 鷺 尾 一 裕	株式会社島津製作所試験計測事業部
	○ 谷 重 男	通商産業省生活産業局
	○ 倉 剛 進	通商産業省工業技術院標準部
	山 内 幸 彦	工業技術院名古屋工業技術研究所
	多 島 容 容	日本特殊陶業株式会社中央研究所
	中 筋 善 淳	日本ガイシ株式会社第1研究所
	高 橋 秀 雄	旭硝子株式会社中央研究所
	安 藤 元 英	日産自動車株式会社総合研究所材料研究所
	岡 本 寛 己	日本鋼管株式会社総合材料技術研究所
	○ 菅 野 隆 志	旭硝子株式会社中央研究所
	○ 山 田 貞 夫	社団法人日本ファインセラミックス協会
(事務局)	吉 川 豊 祐	社団法人日本ファインセラミックス協会
	備考	○印は小委員会委員
	文責	小委員会