

細孔径分布の簡易測定技術に関する研究 (第2報)

河瀬剛、関範雄

Studies on Easy Measurement for Pore Size Characteristics (II)

Takeshi Kawase and Norio Seki

本研究では、バブルポイント法による細孔径分布測定法を基に、市販の空気圧機器とコンピュータを組み合わせた簡易測定に必要な技術要素について追求した。その結果、測定部の圧力を保持する透気抵抗がある試験片に対して、圧力制御に電空レギュレータや比例制御弁の使用が有効であることがわかった。

1. はじめに

紙は多孔質材料であり、この特性を活かし各種フィルタや包材として利用されている。このフィルタ特性を評価する一法としてバブルポイント法による細孔径分布測定がある。しかし、測定装置が高額であるために、細孔径分布測定による品質管理は中小企業で行われることは少ない。

バブルポイント法による最大細孔径測定 (ASTM F316-03, JIS K3832) は、試験液に完全に浸せきした紙に対して空気圧を加え、気泡の出現が認められたときの圧力 (バブルポイント) から最大細孔径を算出する。表面張力がわかっている試験液を用いることで、最大細孔径 d は次の式を使って計算できる。

$$d = C \gamma / P$$

γ : 試験液の表面張力、
P : 差圧、C : 定数

バブルポイント法による最大細孔径測定に必要な装置は、測定用ガス源、気体圧力調整器、圧力計などで構成される。一方、細孔径分布は、紙を浸せきした状態と乾燥した状態で測定した圧力-流量曲線から、同じ圧力における透過流量の比較と流量変化量の割合から求めるため、流量計が必要となる。

本研究では、市販の空気圧機器とコンピュータを用いた簡易な細孔径分布測定装置を試作し、その測定に必要な技術要素を追求するため、気体圧力調整器として、電気信号により圧力を制御する電空レギュレータと空気流量を制御する比例制御弁を用いることで、連続的に圧力を制御することを検討した。

2. 実験

2.1 測定装置の構成

電空レギュレータ等を用いた測定装置の構成を図1に示す。エアコンプレッサから空圧制御部を介しフィルタホルダーに加圧され、流量センサにより計測する。また、電空レギュレータ (SMC 製 ITV1050、設定圧力範囲 5~900kPa)、比例制御弁 (コガネイ製 KFPV050、オリフィス径 3.0mm) と流量センサ等は、A/D コンバータ (CONTEC 製 AIO-160802AY-USB) を介しコン

ピュータと接続され、空圧装置の制御および測定を行う。

また、試験片を透過する空気流量が大量になると高出力のコンプレッサが必要となるため、試験片装着部には有効面積 380mm² (直径 22mm) の小さいフィルタホルダーを設定した。

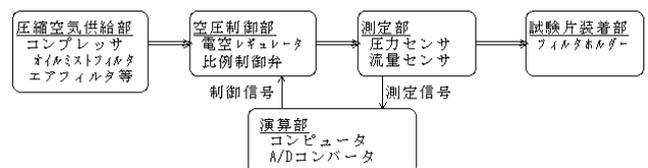


図1 本研究で試作した測定装置の構成図

2.2 プログラムの概要

この空圧装置をコンピュータから制御および計測を行うプログラムを作製した。試験手順は ASTM F316-03 の B 法に準じ、試験片の装着後に加圧し測定範囲の圧力-流量曲線を記録する制御計測プログラム、乾燥/浸せきした試験片のそれぞれの圧力-流量曲線から平均流量細孔径や細孔径分布を求める演算プログラムを実装した。

電空レギュレータは設定圧力、比例制御弁は開口率を電気信号に変換し空気圧機器に伝えるプログラムを実装した。また、圧力および流量の計測は、空圧制御部の圧力設定を行い 10 秒後に、計測間隔 0.1 秒で 10 回計測した値の平均を測定値とした。

2.3 実験の概要

実験で測定するサンプルとして、ろ水度や坪量を変えた NBKP の手漉きシート、県内企業から提供いただいたフィルタ原紙並びに包材原紙等を用意し、当所が所有している細孔径分布測定装置 (PMI 製 Perm-Porometer、以下「パームポロ」と称す) で細孔径分布を測定した。また、併せて透気度 (JIS P 8117) を測定した。

次に、空圧制御部と試験片装着部の間にある測定部の圧力は試験片の通気性に依存するため、透気度の異なる試験片により圧力がどのように変動するか予備実験を行った。制御に電空レギュレータと比例制御弁それぞれを圧力制御に使用し。前者は、圧力 5~50kPa を 5kPa 毎に

加圧し、計測された圧力の挙動を調べた。後者は、元圧を 50kPa に設定し、比例制御弁の流量を比例制御する制御電圧 0~10V を 1V 毎に増加させた。

最後に、県内企業から提供いただいたサンプルを用いて試作した測定装置で細孔径分布を測定した。圧力制御に電空レギュレータまたは比例制御弁を用いた場合について実験を行った。

3. 結果及び考察

3.1 サンプルの特性

パームポロによる細孔径分布と透気度の測定結果を表 1 および表 2 に示す。「細孔径分布」欄の「最大」はバブルポイントから導かれる最大細孔径、「平均」は平均流量細孔径、「最小」は最小細孔径を示す。

表 1 から坪量が大きくなるほど、ろ水度が低くなるほど透気度は高い値を示す。県内企業から 1.3 秒以下から 40 秒を超えるものまで 20 種弱のサンプルを提供いただき、その中の 5 つについて特性を表 2 にまとめた。

表 1 手漉きシートの特性

シート		細孔径分布			透気度 (秒)	
No.	ろ水度	坪量 (g/m ²)	最大 (μm)	平均 (μm)		最小 (μm)
01	500ml	40	27.2	6.8	1.9	1.9
02		60	12.3	3.8	2.1	8.9
03		100	7.5	3.0	2.0	17
04	257ml	100	7.1	1.7	0.3	57
05	156ml	100	3.7	1.0	0.3	220

表 2 提供サンプルの特性

シート		細孔径分布			透気度 (秒)
No.	坪量 (g/m ²)	最大 (μm)	平均 (μm)	最小 (μm)	
11	47	50.2	19.5	18.7	<1.3
12	40	57.5	25.3	24.9	<1.3
13	50	114.9	41.4	32.0	<1.3
14	34	22.7	4.3	0.9	1.8
15	40	16.8	2.1	1.9	8.9

3.2 試験片の通気性と圧力制御の関係

表 1 に示す手漉きシートに対する予備実験の結果を図 2、図 3 に示す。圧力制御に電空レギュレータを用いた結果である図 2 では、透気度の小さい試験片では設定圧力より小さい圧力が測定されるが、設定圧力に対して比例して変化していることがわかる。しかし、設定圧力範囲から外れる 5kPa 前後は動作していない。

一方、比例制御弁を用いた結果である図 3 では、電空レギュレータを用いた場合と同様に透気度の小さいサンプルでは最大の制御電圧にしても元圧の 50kPa には届かない。また、透気度が大きいサンプルは制御電圧が小さ

いうちに圧力の立ち上がりが早く、透気度が小さくなるにつれて立ち上がりが鈍くなっている。

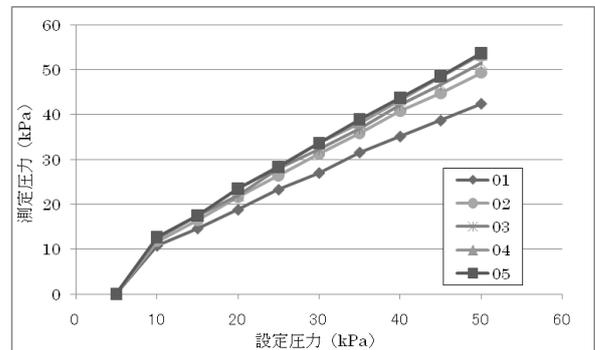


図 2 電空レギュレータによる圧力制御

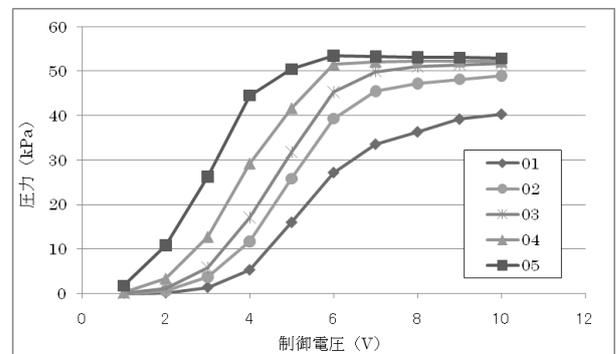


図 3 比例制御弁による圧力制御

3.3 簡易測定装置の結果

試験片の透気度により圧力の挙動が異なることを踏まえ、試作した簡易測定装置を用いて提供サンプルを測定していく。まず、表 2 の最大/最小細孔径とフロリナーの表面張力 (16mN/m) からこれらの測定に必要な圧力範囲を算出し図 4 に示す。

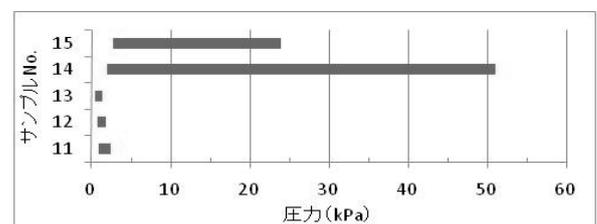


図 4 測定に必要な圧力範囲

図 4 からサンプル 11~13 は 5kPa 以下の圧力範囲を設定する必要がある。そこで簡易測定装置を使った実験を 2 つ行った。①サンプル 11~13 を対象に比例制御弁による圧力制御を用いて細孔径分布測定が可能か検証した。②サンプル 14、15 を対象に電空レギュレータまたは比例制御弁を用いた測定の可能性を検証した。

実験①は、予備実験の結果を参考に、元圧 25kPa、比例制御弁の制御電圧を 3~10V まで 0.5V ずつ増加させ

圧力を変化させた。図5にパームポロで測定した細孔径分布を、図6に試作した装置で測定した結果を示す。いずれも分布の最高値を100で正規化したものである。

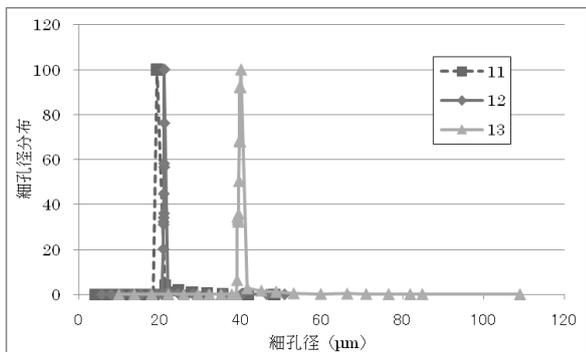


図5 パームポロの測定結果

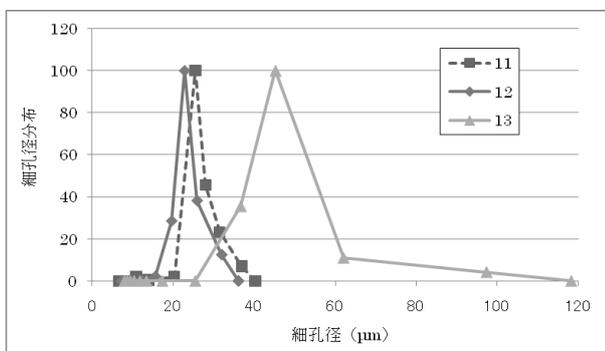


図6 簡易測定装置の測定結果

図5、図6ともに同様な孔径付近で最高値を示しているが、図5では特定の細孔径に狭い最高値を示すに対して、図6では分布に広がりがある。

実験②は、電空レギュレータを用いた装置の圧力制御範囲を6kPa～50kPaとし、加圧の変化量を1kPaと2kPaとした。また、比例制御弁を用いた装置は、元圧を50kPaとし、比例制御弁の制御電圧0～10Vを0.5Vずつ増加させ圧力を変化させた。

まず、サンプル14の測定結果を図7に示す。併せて、パームポロで測定した結果についても示す。パームポロで測定した結果は、ある孔径で最高値を示しているに対して、電空レギュレータ、比例制御弁を問わず簡易測定装置では、分布に広がりを生じている。

次にサンプル15の測定結果を図8に示す。他のサンプルに比べ分布に広がりがあるが、パームポロ、簡易測定装置いずれでも同様な分布図が得られたと考える。

以上から透気度が約10秒の試験片であれば、圧力制御部で設定した圧力を測定部で保持することで、細孔径分布の測定ができたと思われる。透気度が約10秒を切り小さい試験片になるほど分布に広がりが生じるが、分布の最高値や平均流量孔径などの測定はできたと思

れる。

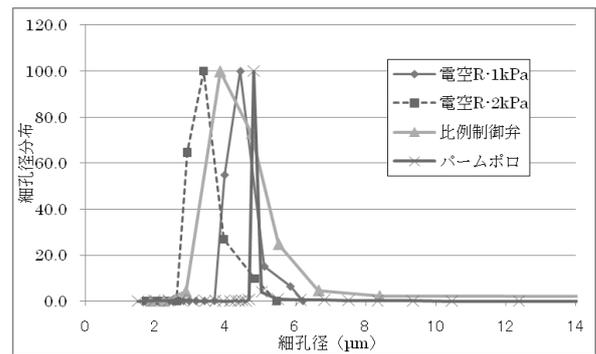


図7 サンプル14の測定結果

この実験では、透気度が小さい試験片ほど細孔径分布はより広がる傾向があった。これは2つの要因が考えられる。①通気性の高い試験片であるため測定部の圧力が不安定になる。②圧力に反比例して孔径が決まり、低い圧力ではわずかな差であっても孔径には大きく影響するためと考える。

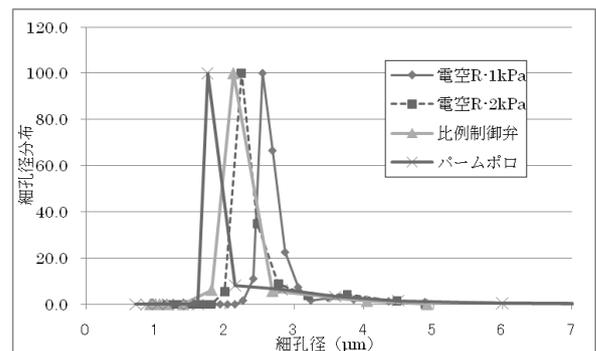


図8 サンプル15の測定結果

4. まとめ

本研究では、市販の空気圧機器を用いた簡易測定に必要な技術要素について追求した。その結果、透気度が約10秒以上あり、測定部の圧力を保持する透気抵抗がある試験片に対して、圧力制御に電空レギュレータや比例制御弁の使用が有効であることがわかった。

【謝 辞】

本研究を遂行するにあたりサンプルを提供していただきましたMOLZA(株)ならびにニシムラ化学(株)に感謝の意を表します。

Abstract

We built an easy measurement using an electronic regulator and a proportional control valve, and tried to work it to measure pore size characteristics. As a result, those are useful for a specimen with air resistance to keep the pressure.