

報告書番号 ; P N C Ⅰ J 1 6 3 5 9 6 - 0 0 1

本資料は 〇/年 6月 20日付けで登録区分、
変更する。

[技術情報室]

顆粒粉末の特性評価試験 (Ⅱ)
研究報告書

平成 8 年 3 月
長岡技術科学大学・化学系
植松敬三

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:
Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)



N-1からN-9までの9種類の試料につき以下の項目について評価を行った。

1. 粉末としての特性評価
 1. 1 粉末X線回折
 1. 2 熱天秤による加熱減量評価
 1. 3 X線回折ピーク半値幅の定量解析
 1. 4 比表面積測定
 1. 5 粒度分布計による評価

2. 顆粒の特性
 2. 1 タップ密度
 2. 2 SEM観察
 2. 3 SEM解析による顆粒寸法の分布
 2. 4 超音波破碎時間と粒径の関係
 2. 5 水銀圧入法

3. 圧粉体特性
 3. 1 圧力-変位曲線の測定
 3. 2 圧粉体の水銀ポロシメトリ
 3. 3 圧粉体破面のSEM観察

4. 焼結特性 (予備試験)
 4. 1 緻密化挙動
 4. 2 破断面のSEM観察

評価結果概観：

全ての試験法において熱分解温度に関してはかなり強い相関関係を示すが、原料溶液濃度についてはあまりはっきりした関係は認められない。

3.1節の圧力-変位曲線の測定については、評価していない試料についても系統的に評価する必要がある。3.3節の圧粉体破面のSEM観察および4節の焼結特性については予備試験の段階であり、今後詳細に検討を進める予定である。



1. 粉末としての特性評価

1. 1 粉末 X線回折

- ・使用装置：理学電機
- ・測定条件：管球CuK α ，40 kV，40 mA，
掃引速度4° (2 θ /min)，時定数0.5sec
- ・結果：存在する結晶相は酸化セリウム (CeO $_2$) 単相である。

1. 2 熱天秤による加熱減量評価

- ・使用装置 島津 DTG-50
- ・試料量：約50mg
- ・試料容器：アルミナ
- ・参照物質： α -アルミナ
- ・測定条件：室温より1000℃，昇温速度毎分10℃，大気雰囲気。

- ・結果： 重量減少率を図1にまとめる。
図2は顆粒調製条件

試料No.	N-1	N-2	N-3	N-4	N-5	N-6	N-7	N-8	N-9
試料重量 (mg)	49.7	50.9	48.3	48.9	48.9	49.9	50.8	49.2	48.9
重量減少 (mg)	3.153	0.914	3.336	1.944	1.245	0.782	4.888	0.726	2.255
減少率 (%)	6.34	1.80	6.91	3.98	2.55	1.57	9.62	1.48	4.61

重量減少1000℃付近と300-500℃で生じる。

1000℃の重量減少は水分の脱離。300-500℃のものは硝酸根の脱離によると考えられる。

最終的な重量減少は、噴霧熱分解温度の上昇とともに減少する。しかし、減量溶液のセリウム濃度とは相関を持たない。

TG/DTAデータを参考資料1として添付。

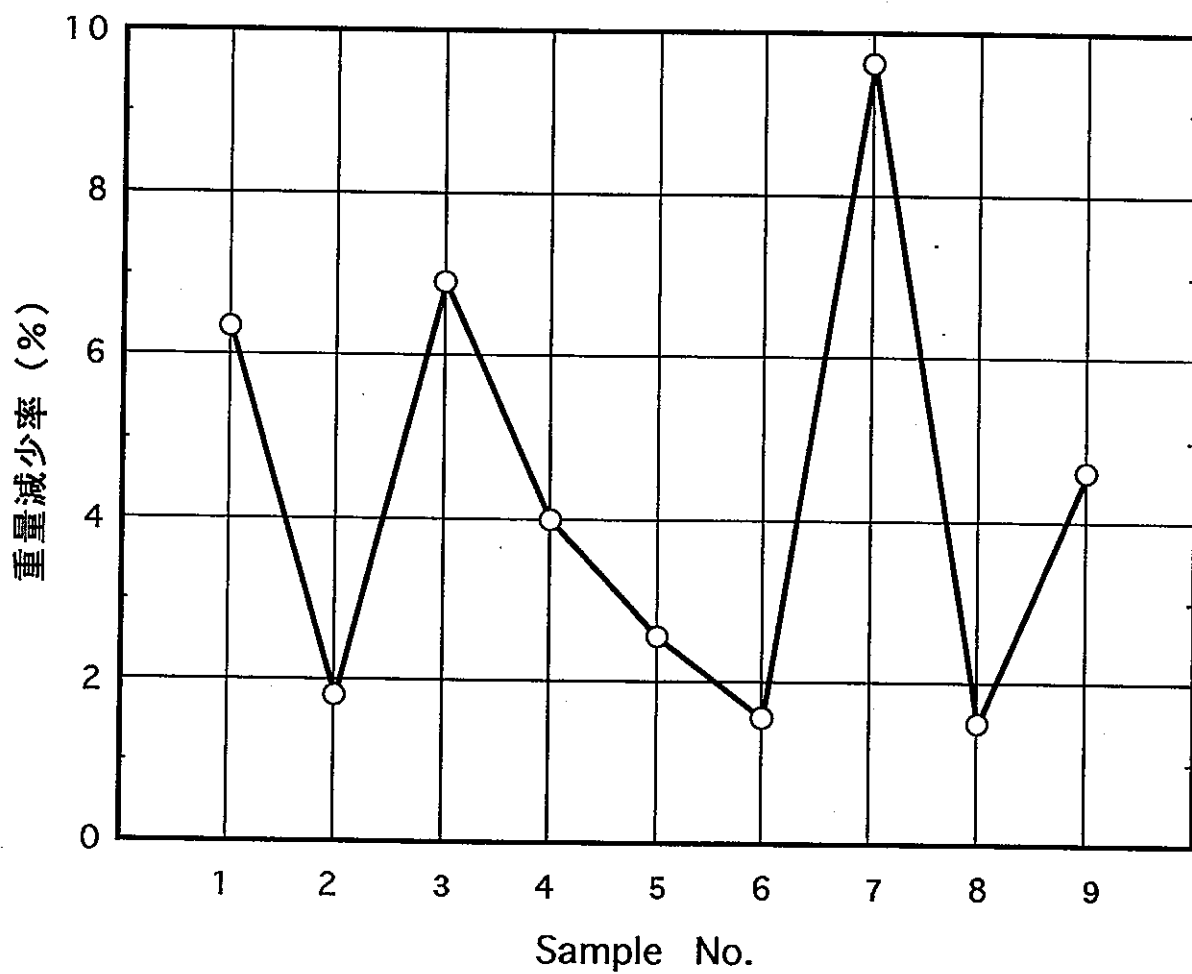


图1 重量減少率

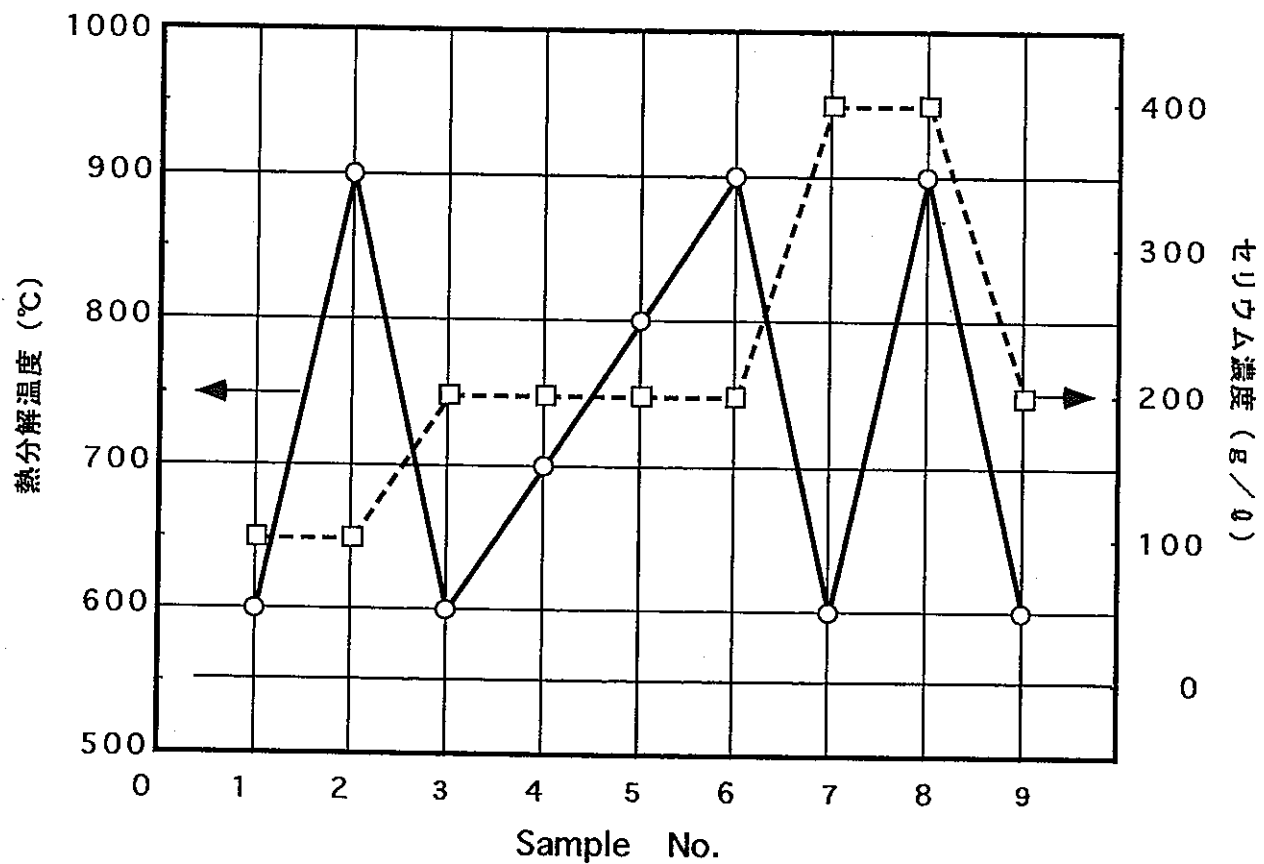


図2 顆粒調製条件

1. 3 X線回折ピーク半値幅の定量解析

回折線のピークの半値幅よりScherrerの式を用いて結晶子の大きさを決定する。

$$D_{hkl} = K \lambda / \beta \cos \theta$$

D_{hkl} : hkl 面に垂直な結晶子の大きさ ()

K : 定数 (半値幅のときは0.9)

λ : x線の波長 (15.405)

β : 回折線幅 (rad)

θ : 回折角 (°)

・対象回折線 : (2 2 0) 23.7°

・測定条件 : 管球CuK α , 40 kV, 40 mA,
チャートスピード5mm/min, 掃引速度1/4° (2 θ /min),
時定数0.5sec

・結果 : 図3参照

試料No.	N-1	N-2	N-3	N-4	N-5	N-6	N-7	N-8	N-9
D_{hkl} ()	797	1682	797	946	1377	1682	757	1893	891

結晶子の大きさは加熱温度と強い相関を示し、加熱温度の低下とともに減少する。原料溶液のセリウム濃度とは相関を持たない。

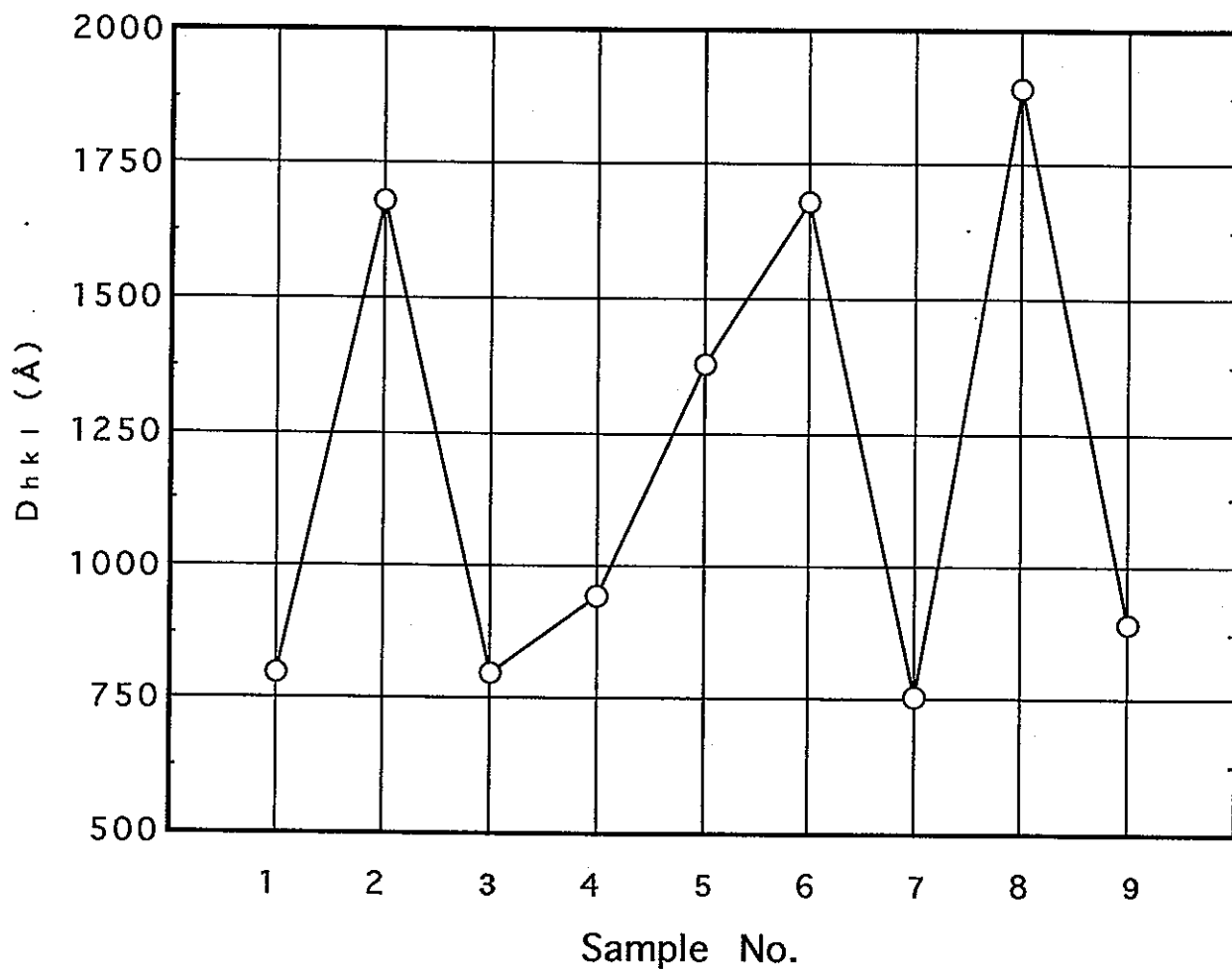


図3 結晶子の大きさ

1. 4 比表面積

- ・使用装置：島津 マイクロメリティックス フローソープ 2300形
流動式比表面積自動測定装置
三回の測定を行っての平均
- ・結果：図4参照

試料No.	N-1	N-2	N-3	N-4	N-5	N-6	N-7	N-8	N-9
比表面積 (m ² /g)	28.39	16.19	30.17	27.16	21.99	15.22	38.64	15.94	72.02

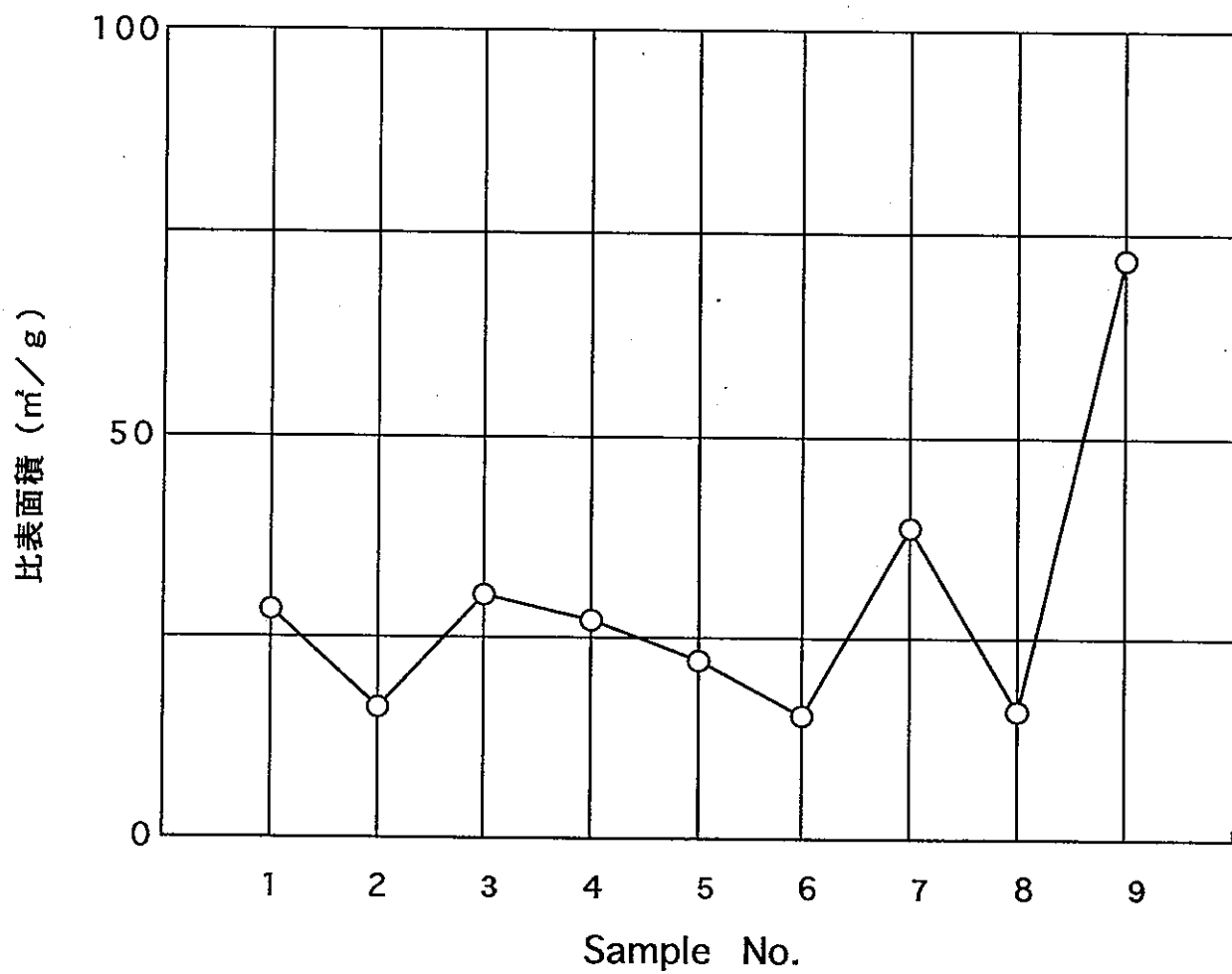


图4 比表面積

1. 5 粒度分布計による評価

- ・使用装置：島津 Centrifugal Particle Analyzer SA-CP3
- ・標準分散媒：0.2wt%ヘキサメタリン酸ナトリウム 蒸留水水溶液
(NaPO₃)₆ 昭和化学（株）製

試料の解砕：・メノウ乳鉢に試料を取る。
 ・乳鉢内側全面を使用し、大半の試料が乳鉢の壁面に付着するまで数分間強い力ですりつぶす。
 ・ヘラなどを用い壁面に付着した試料を底にかき集める。
 ・同じ操作を3回繰り返す。

母液調製：・標準分散媒60ml中に、適正濃度となるよう試料を懸濁させ母液とする。

ホモジナイザーによる超音波照射攪拌

- ・超音波を1分間（約300 μ A）照射する。

測定：・同じ母液から分取した試料で2度測定を行い、メジアン径の平均を取る。

結果：図5および6参照

試料No.	N-1	N-2	N-3	N-4	N-5	N-6	N-7	N-8	N-9
粒径(μ m)	0.37	1.35	0.29	0.64	0.68	0.86	0.41	0.78	0.77

N-1については試料の解砕の繰り返し回数による違いも調べたが、3回の繰り返し以降差は無くなるので、他の試料も解砕操作を3回とした。

乳鉢解砕の平均粒径は熱分解温度とともに増加し、原料溶液の濃度とともに減少した。

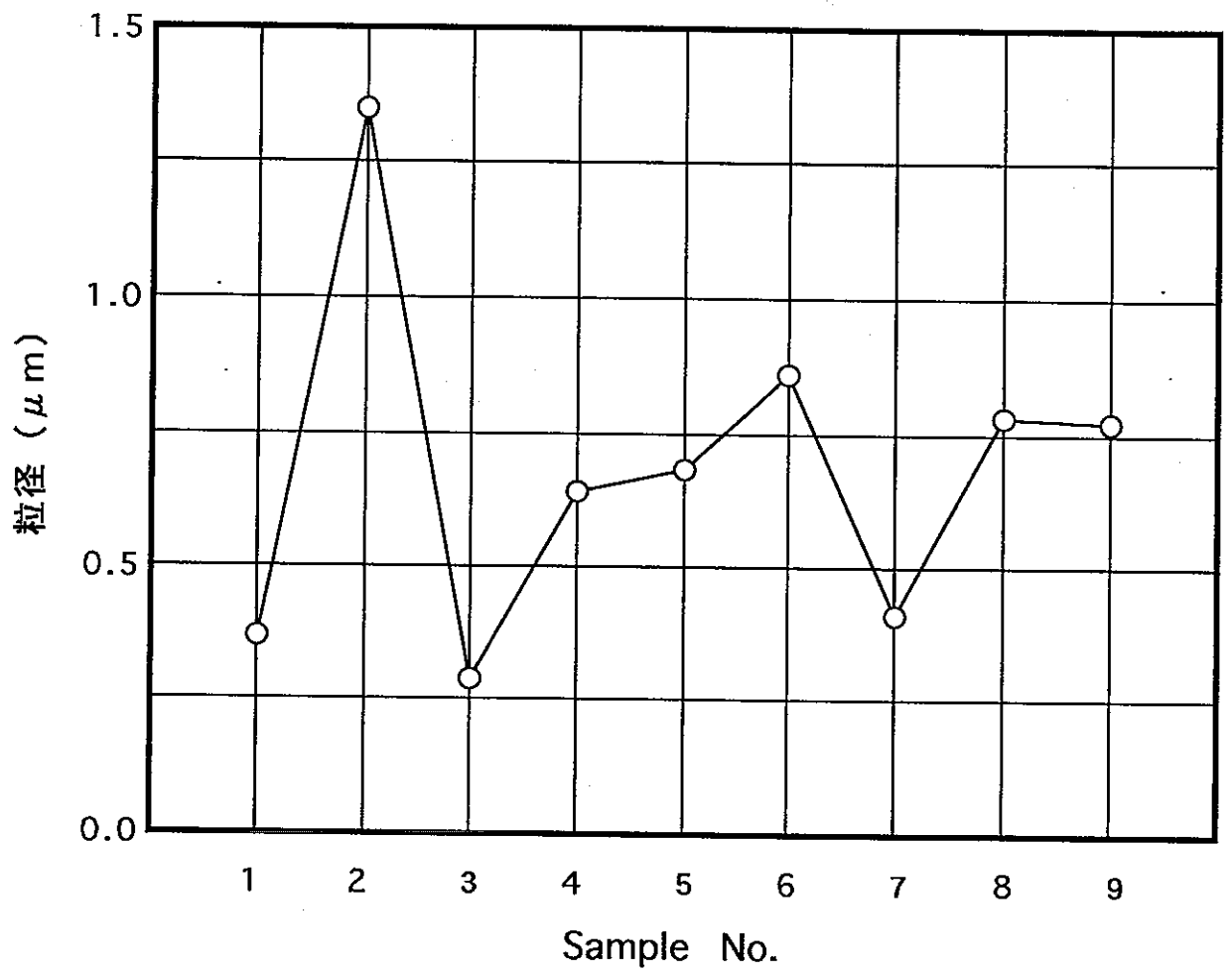


图5 平均粒径 (乳鉢解碎)

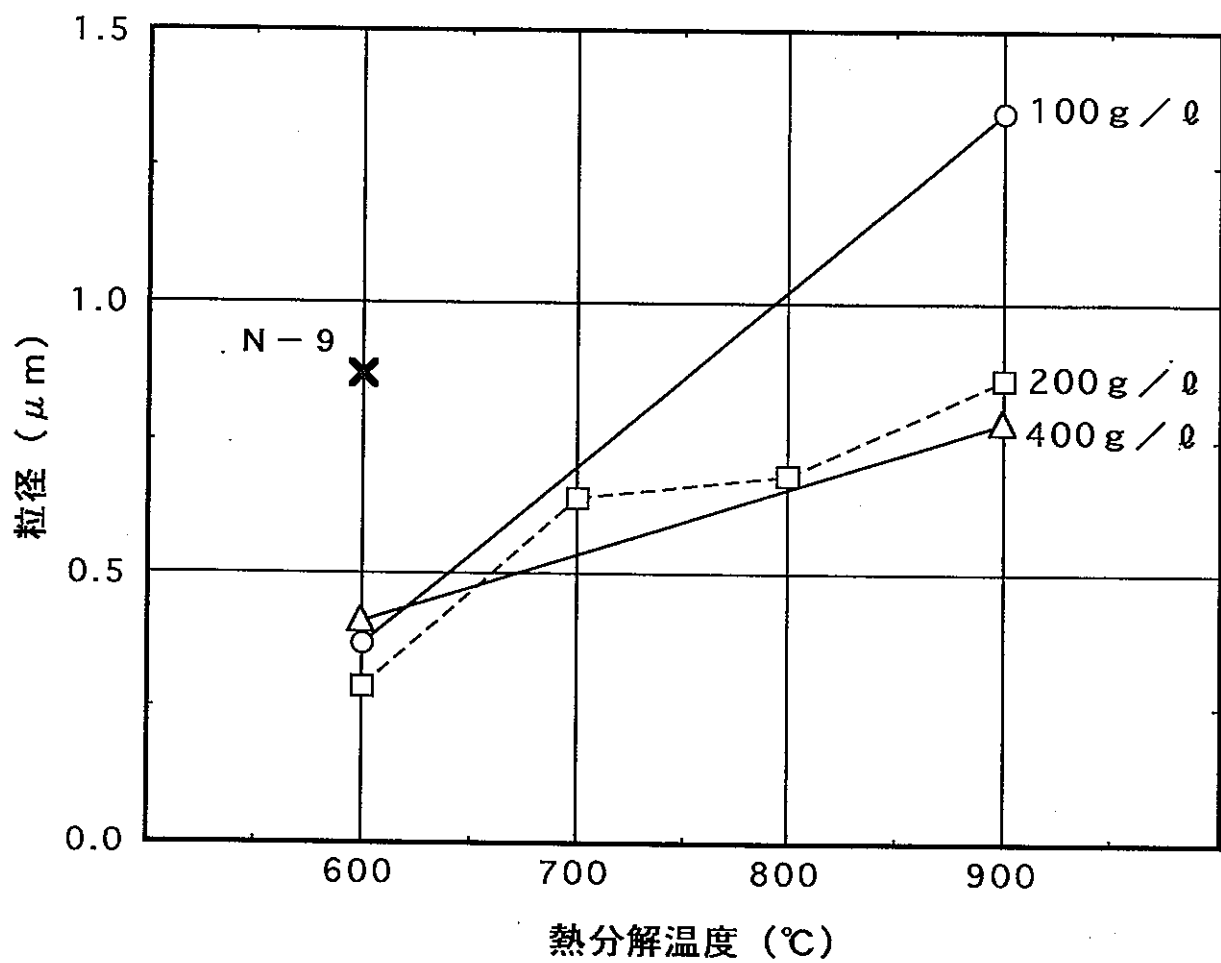


図6 平均粒径 (乳鉢解砕)

2. 顆粒としての評価

2. 1 タップ密度

- ・ 10mlのメスシリンダーに試料5.0gをいれ、1cmの高さより所定の回数落下させ、そのときの体積より密度を求める。

・ 結果

タップ回数	タップ密度 (g/cm ³)					
	0	10	20	30	50	100
N-1	1.00	1.11	1.77	1.24	1.32	1.43
N-2	1.25	1.39	1.47	1.53	1.61	1.74
N-3	0.89	0.98	1.04	1.09	1.14	1.23
N-4	1.00	1.09	1.21	1.25	1.38	1.47
N-5	1.22	1.41	1.48	1.58	1.66	1.75
N-6	1.19	1.32	1.40	1.48	1.56	1.63
N-7	0.86	0.98	1.05	1.12	1.18	1.24
N-8	1.21	1.37	1.41	1.52	1.60	1.72
N-9	0.72	0.92	1.00	1.06	1.11	1.15

タップ密度は熱分解温度と強い相関を示し（図7）、原料溶液濃度には依らない。前年の試料の場合2種類のタップ挙動が見られたが、今回のタップ挙動は1種類のみでタップ回数とともに一様に密度が増している（図8）。

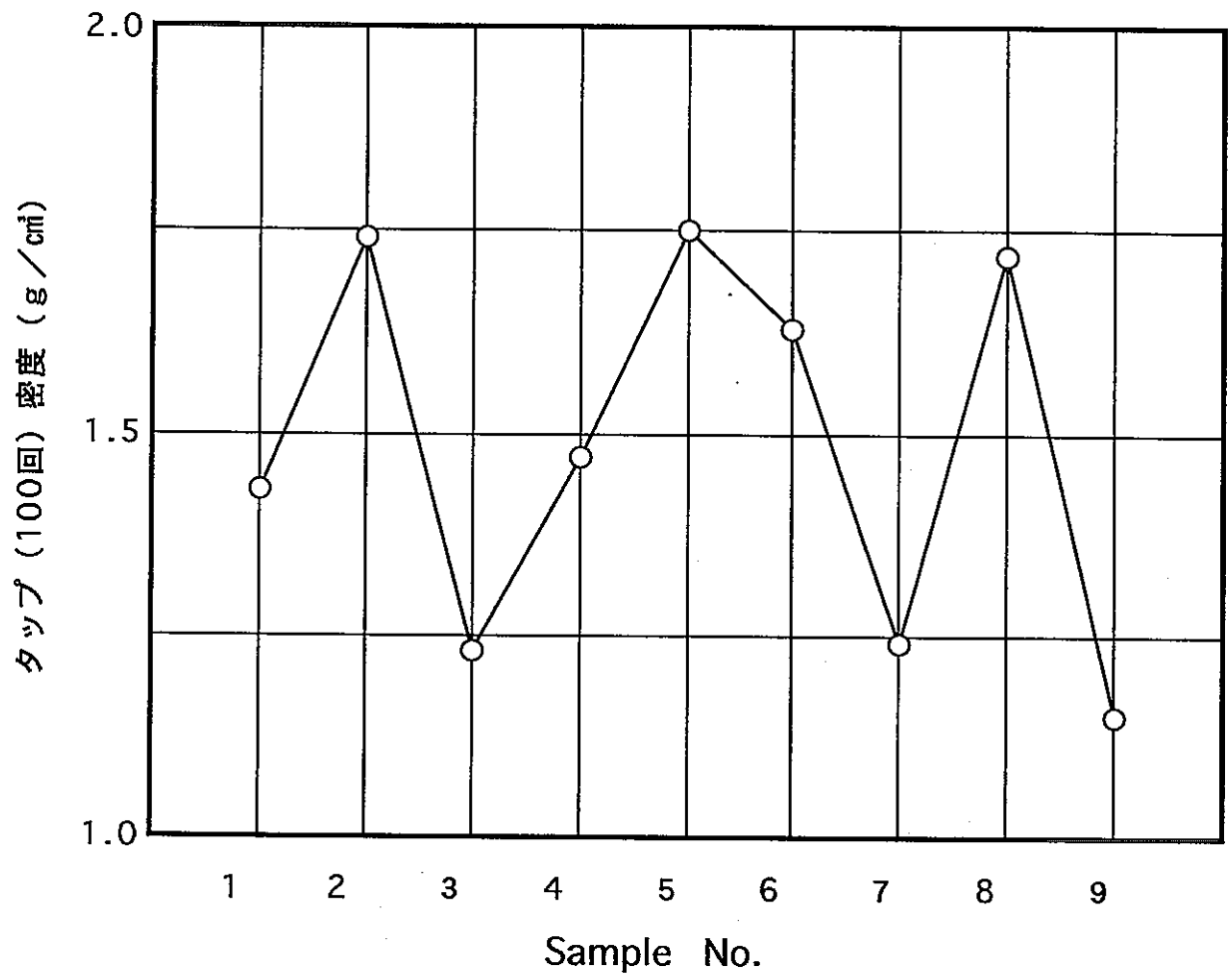


図7 タップ密度

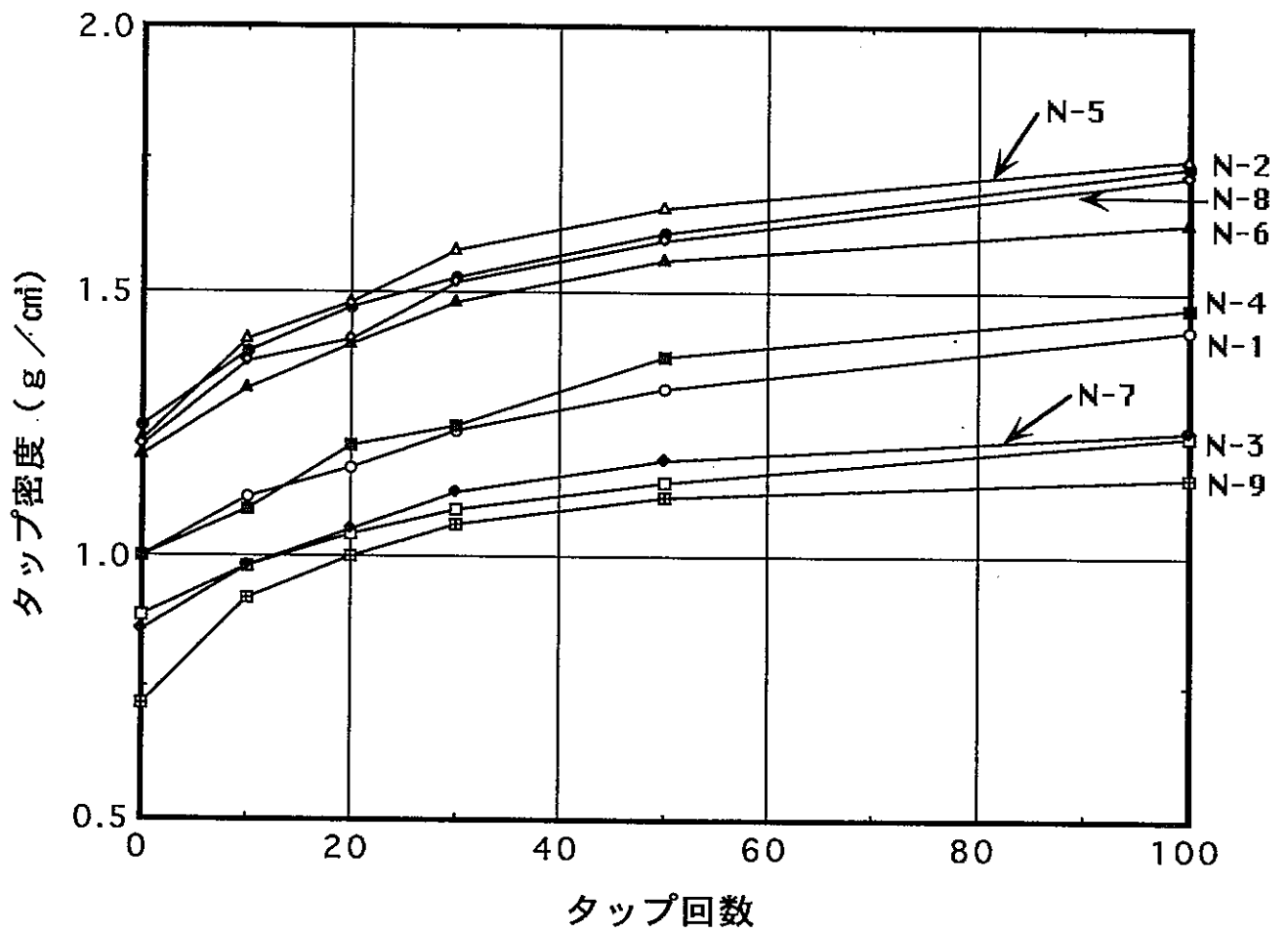


図8 タップ密度の変化

2. 2 SEM観察

- ・SEM写真では、顆粒はくぼみ、穴をもち、一部は断片状であるなど、異形である。顆粒径にばらつきが大きい。(写真別添. 参考資料2)

2. 3 SEM解析による顆粒寸法の分布

- ・SEM写真より顆粒径分布を評価した。

・結果：

試料番号	評価個数	平均粒径(μm)	中央粒径(μm)	最大粒径(μm)
N-1	819	1.76	1.39	16.7
N-2	898	1.35	0.83	12.5
N-3	958	2.90	1.39	17.2
N-4	968	2.78	1.39	18.6
N-5	1022	2.22	1.39	8.3
N-6	1021	2.18	1.39	8.3
N-7	1103	2.37	1.39	32.0
N-8	984	1.16	0.56	13.9
N-9	1055	1.84	1.11	13.9

平均粒径(図9)、中央粒径、最大粒径(図10)は熱分解温度の上昇とともに減少した。原料濃度の違いに関しては強い相関があるとは言い難い。

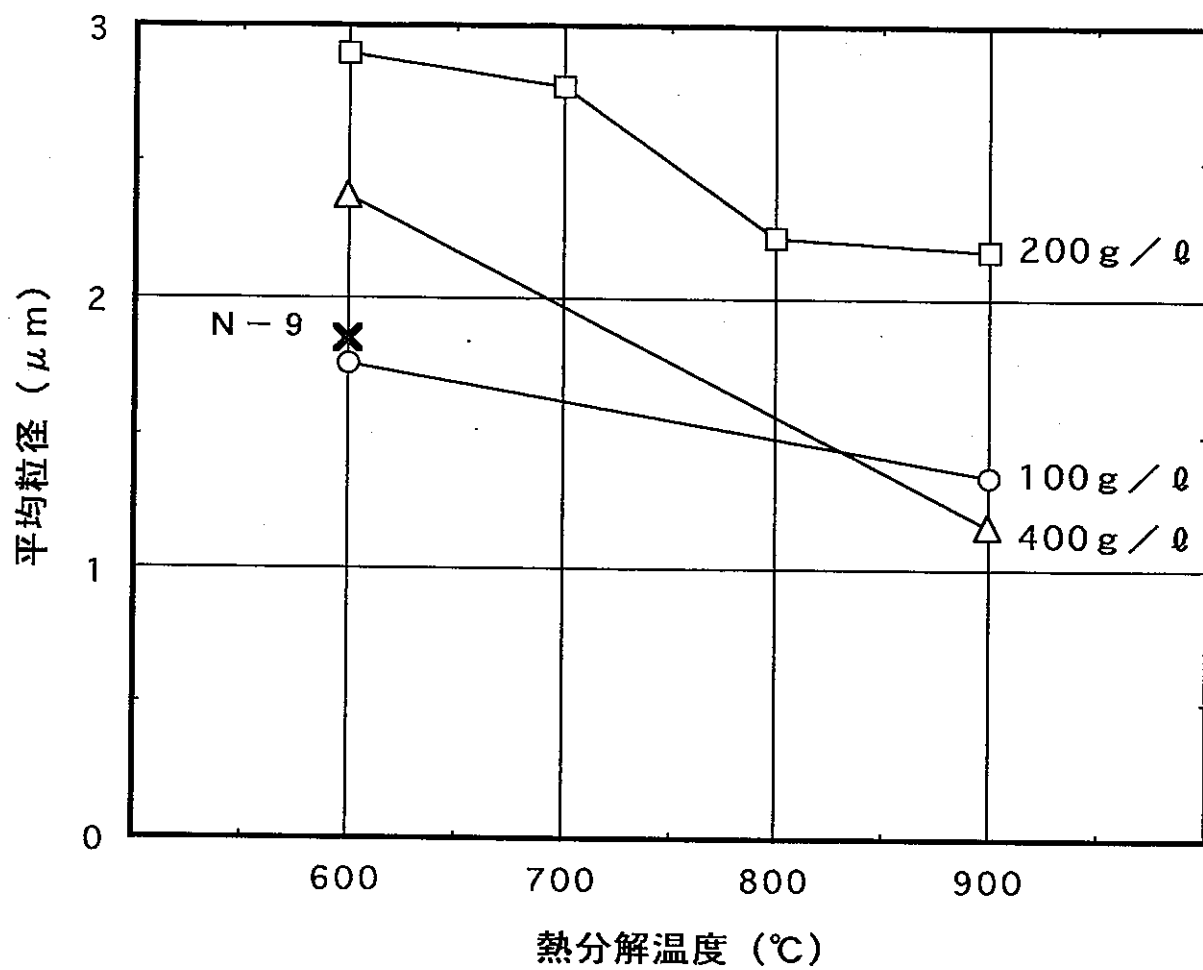


图9 平均粒径

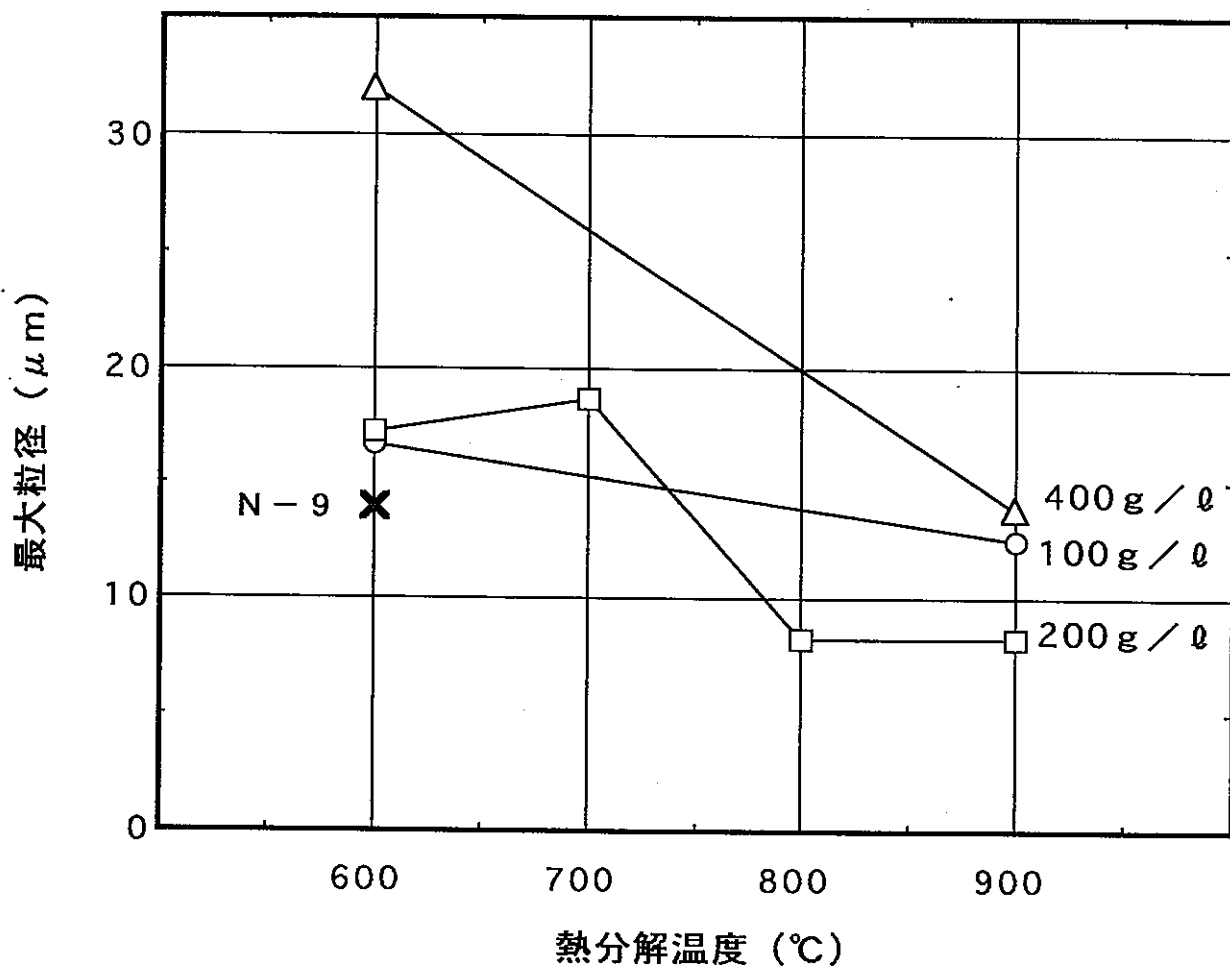


図10 最大粒径

2. 4 超音波破碎時間と粒径の関係

母液調製： ・標準分散媒60ml中に適正濃度となるよう試料顆粒を懸濁させ母液とする。

a) ホモジナイザーの超音波照射による破碎

・超音波を1分間（約300 μ A）照射する。

b) 超音波浴の併用

・ホモジナイザーで超音波を1分間（約300 μ A）照射する。

・超音波浴に10分間浸す。

・再度ホモジナイザーで超音波を1分間照射する。

結果：図11および図12参照

試料No.	N-1	N-2	N-3	N-4	N-5	N-6	N-7	N-8	N-9
粒径(μ m)									
a	1.17	3.15	0.46	2.95	2.25	4.56	0.47	3.77	0.84
b	0.93	2.72	0.40	2.02	2.60	3.87	0.51	4.01	0.98

破碎力の弱いホモジナイザーでも、平均粒径は熱分解温度とともに増加し、原料溶液の濃度とともに減少した。超音波浴とホモジナイザーを追加しても粒径が大きくなるケースもあり、これらによる破碎効果は大きくないものと考えられる。

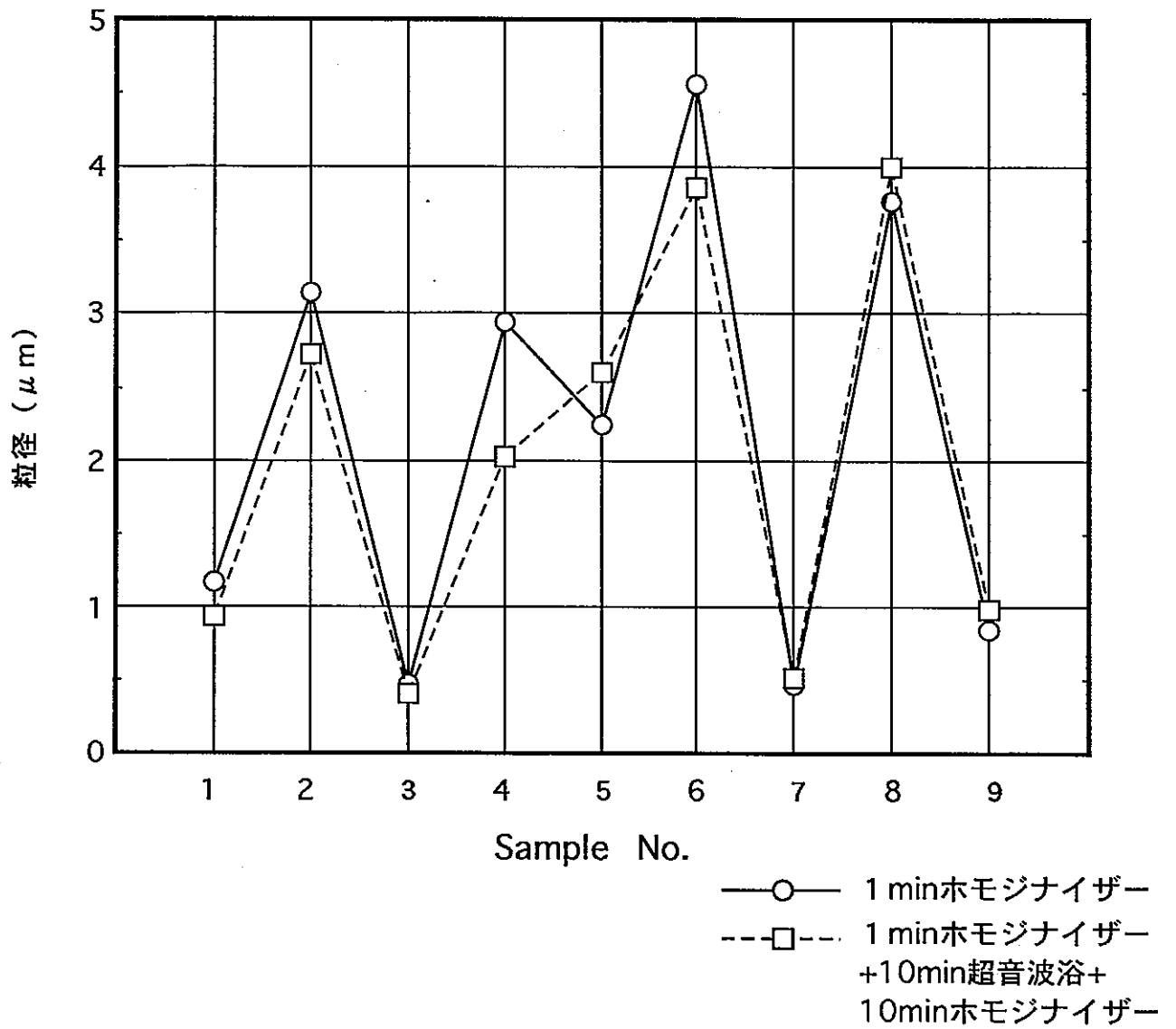
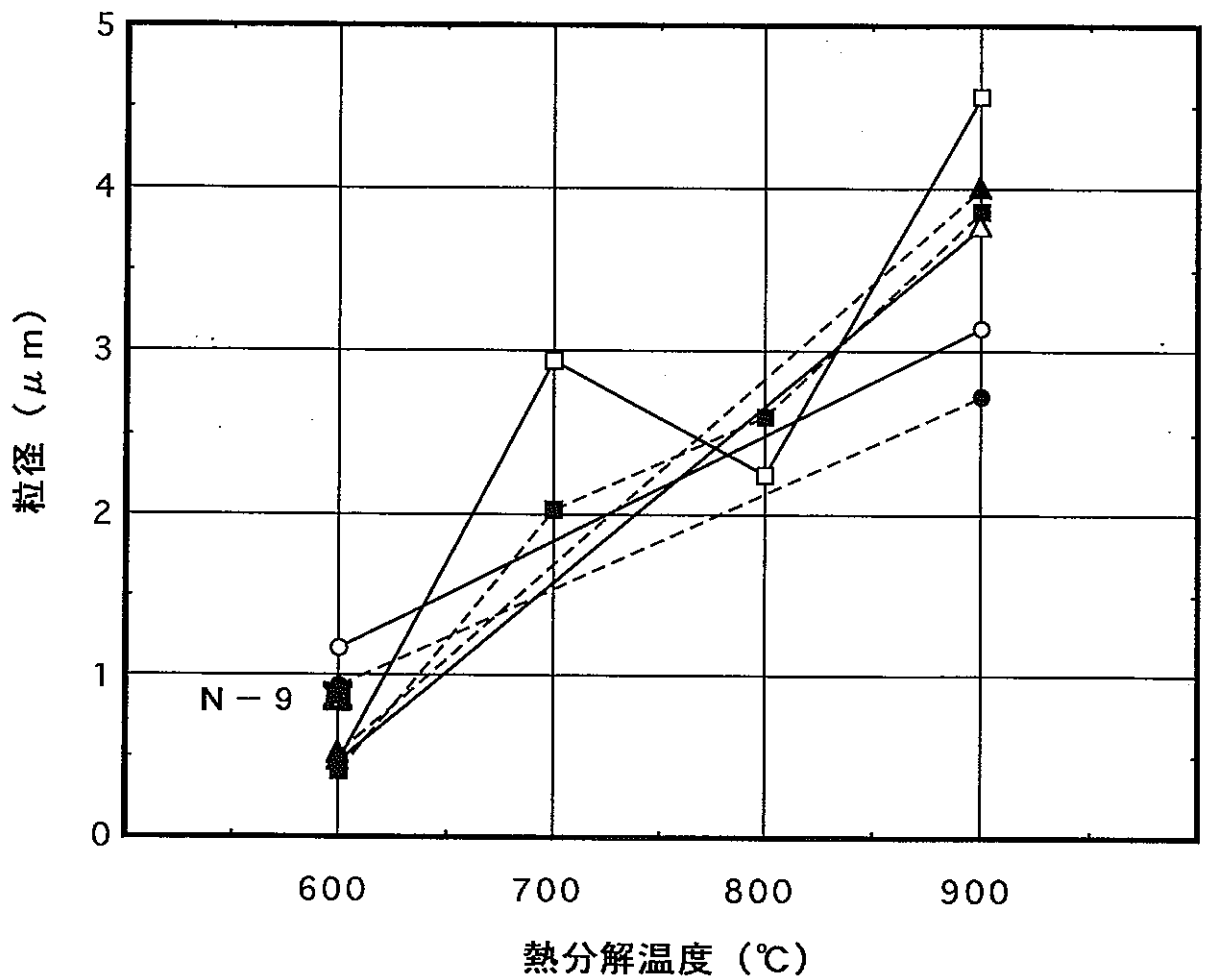


図11 超音波破碎と粒径



—○— 100g/l (HOMO) ---●--- 100g/l (USB)
 —□— 200g/l (USB) ---■--- 200g/l (HOMO)
 —△— 400g/l (HOMO) ---▲--- 400g/l (USB)

HOMO; ホジナイザーのみ、USB; 超音波浴併用

図12 超音波解砕と粒径

2. 5 水銀圧入法

- ・使用装置：島津製作所製ポアサイザ9320-PCにより測定
- ・試料： 100℃24時間乾燥後測定

- ・結果： 図13に顆粒の密度，図14に体積基準のモード径を示す。
3.2節のデータも同時にプロットした。
1 μm から 2 μm 程度に気孔径のピークを持つシングルモードの分布を示す。サンプルN-7およびN-9が他と異なる気孔径分布を見せる。
(データ別添. 参考資料3)

- ・注意： 水銀ポロシメトリによる密度測定は問題を含んでいる可能性があるため，このデータは気孔径分布に重点を置いて評価する方が望ましい。3.2節に付いても同様。

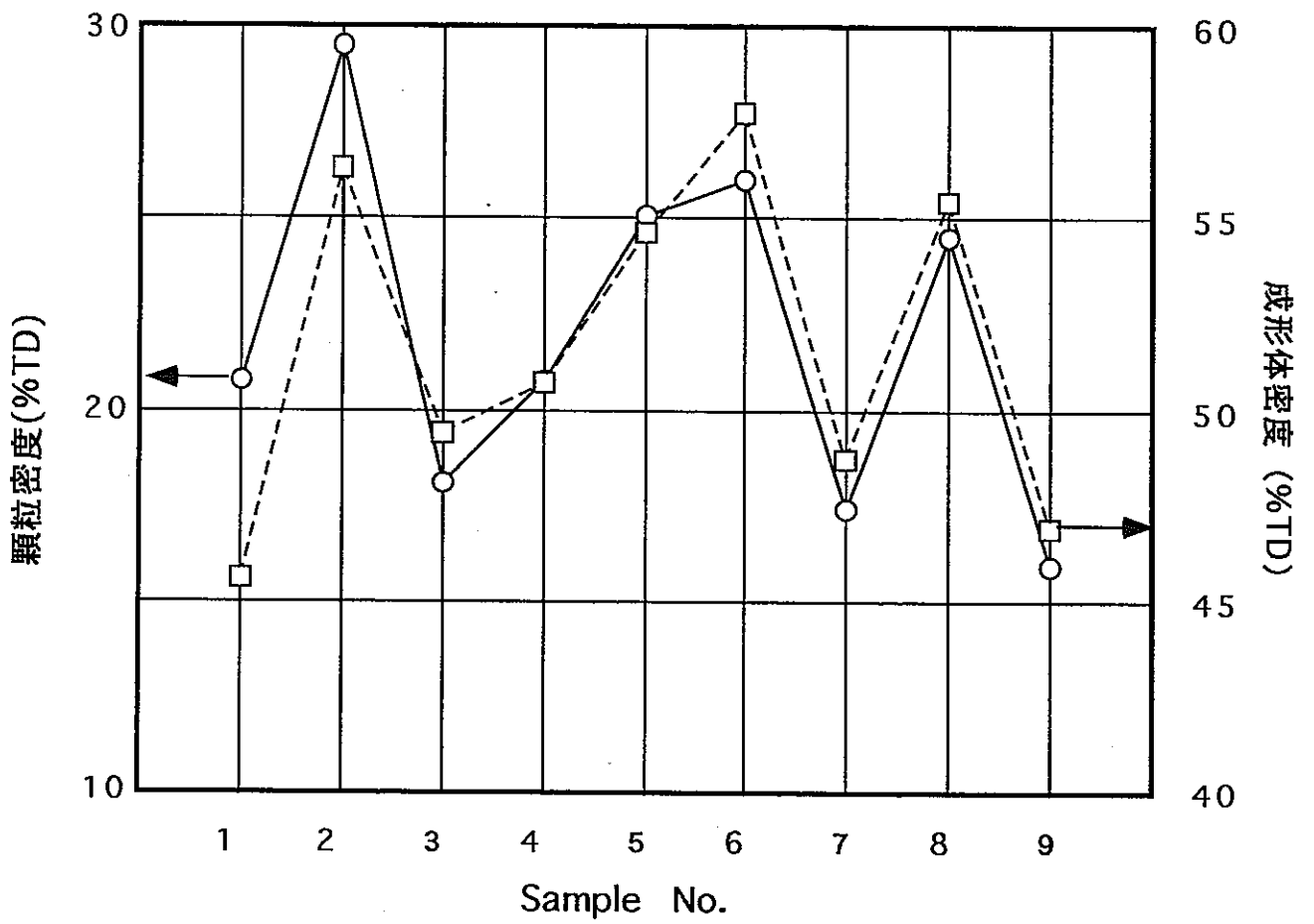


図13 顆粒密度と成形体密度

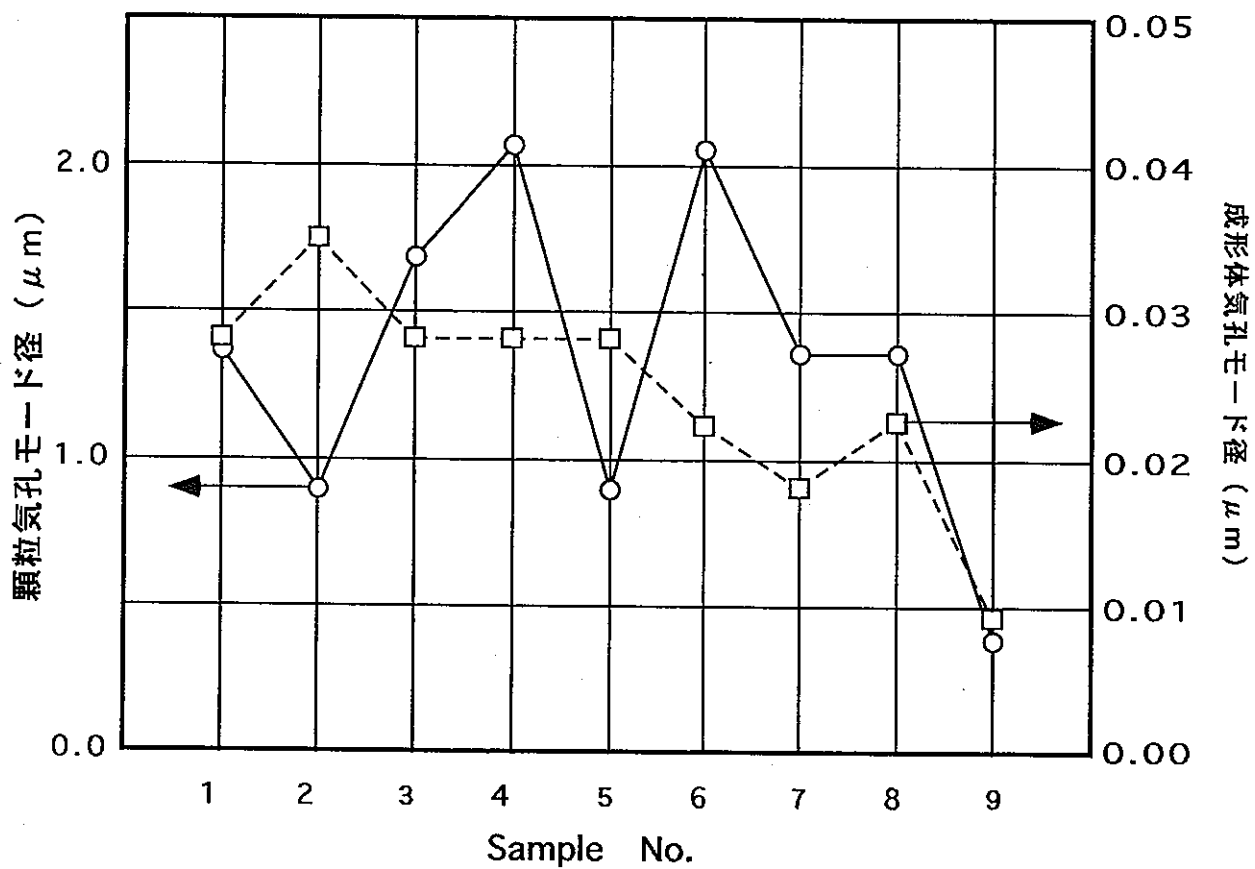


图14 气孔分布

3. 圧粉体特性

3. 1 圧力-変位曲線の測定

- ・試料N-1, N-2, N-3, N-7につき, それぞれ3 gを内径14.3mmの金型に入れ10, 20, 30, 40, 50 MPaの圧力で一軸プレスしたときの試料の厚さを計測した.
- ・得られたペレットの外形より密度を求めた.
- ・結果: 図15, 16参照

サンプル	圧力 (MPa)	試料厚さ (mm)	密度 (g/cm ³)
N-1	10	6.55	2.64
	20	5.79	2.98
	30	5.38	3.17
	40	5.12	3.30
	50	4.92	3.40
N-2	10	6.43	2.64
	20	5.62	3.07
	30	4.72	3.37
	40	4.73	3.54
	50	4.70	3.66
N-3	10	6.55	2.96
	20	5.86	2.96
	30	5.54	3.24
	40	5.32	3.24
	50	5.30	3.23
N-7	10	6.92	2.55
	20	6.12	2.87
	30	5.67	3.10
	40	5.41	3.22
	50	5.14	3.34

- ・この試験については他の試料についても系統的に行う必要あり.

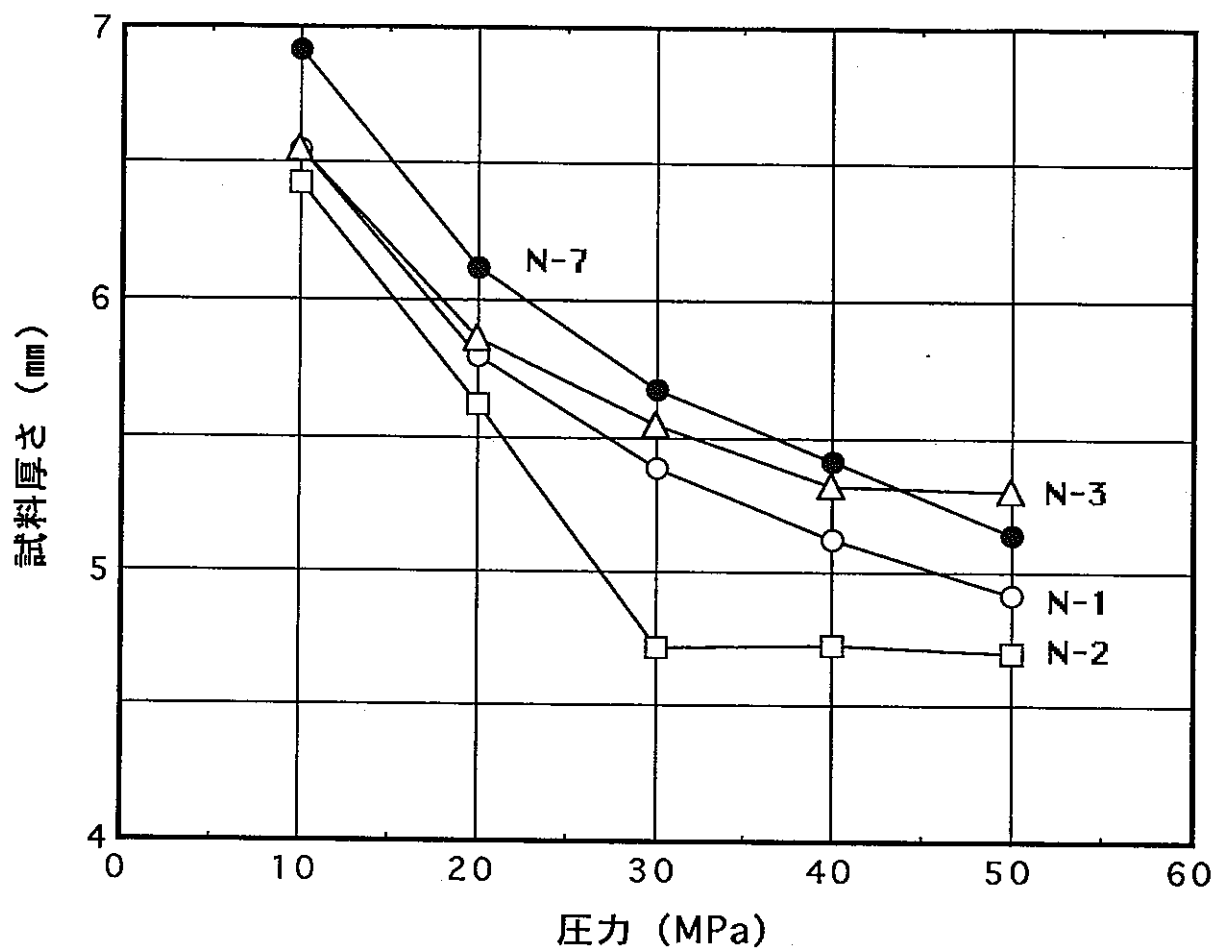


図15 圧力-変位曲線

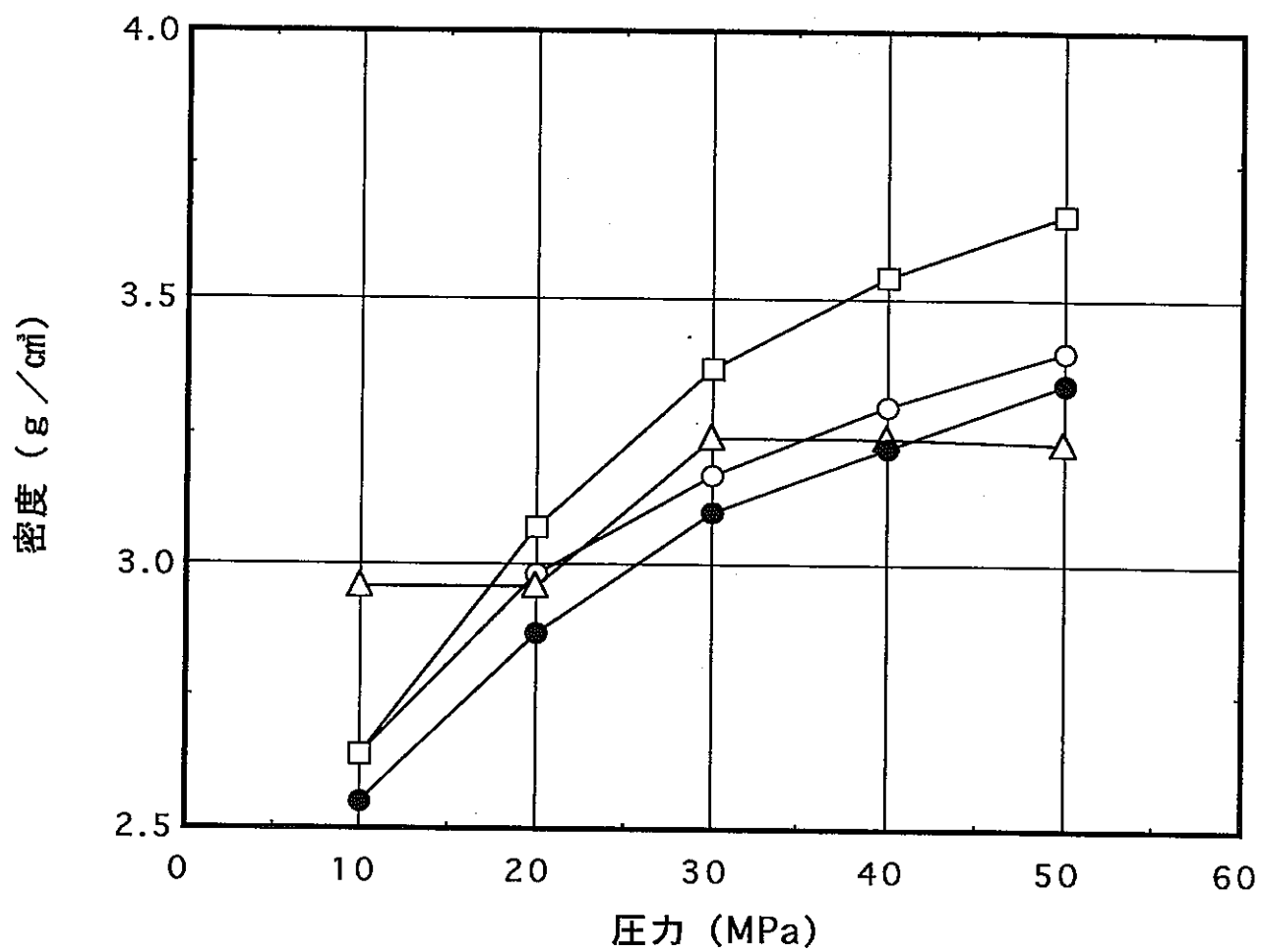


図16 压力-密度曲线

3. 2 圧粉体の水銀ポロシメトリ

- ・使用装置：島津製作所製ポアサイザ9320-PC
- ・試料調製：100℃24時間乾燥させた顆粒を一軸成形（50MPa），CIP（100MPa）により成形体とした。
- ・結果：図3に顆粒の密度，図4に体積基準のモード径を示す。
殆どのものは0.02から0.03ミクロン前後にピークを持ち，そのピークの小さい方にピークあるいはショルダーを持つ分布形状を示したが，サンプルN-9は分布形状が異なり，ピーク径も非常に小さかった。
（データ別添．参考資料4）

3. 3 圧粉体破面のSEM観察（予備試験）

- ・ サンプルN-8につき一軸成形500kgf/cm², CIP 1000kgf/cm²で作製したペレットの破断面をSEMにより観察した。
- ・ 結果：写真別添。参考資料5
微細粒（サブミクロン）と巨大粒（数ミクロン）が見て取られる。

4. 焼結特性 (予備試験)

4. 1 緻密化挙動

- ・ 試料調製：サンプルN-5につき一軸成形500kgf/cm², CIP 1000kgf/cm²でペレットを作製した。
- ・ 焼成条件：大気雰囲気，焼成温度1500℃，昇温速度5℃/min
保持時間1, 3, 9時間

・ 結果：

時間	相対密度(%)
1	84.3
3	87.7
9	88.1

焼結特性はかなりpoorであり，これは粉体特性(3.3節 SEM写真)を反映したものと考えられる。

- ・ 補記：試料ペレットを1600℃で焼結しようとしたところ，試料台にしていた耐火煉瓦と反応し熔融したような穴を生じた。酸化セリウムの融点は2600℃前後とされているが，融点以下でも高温では反応熔融する模様。

4. 2 破断面のSEM観察

・試料： 4.1節で得られたペレットを使用.

・結果： 写真別添. 参考資料6

焼結前の充填性の悪さを反映しかなり大きな気孔が多量に存在している. 1500℃9時間で焼結がかなり進行しているにも関わらず, 除去できない大きな気孔が存在しているのは4.1節の焼結性の悪さと対応している.

參考資料編

試料生成条件一覧表

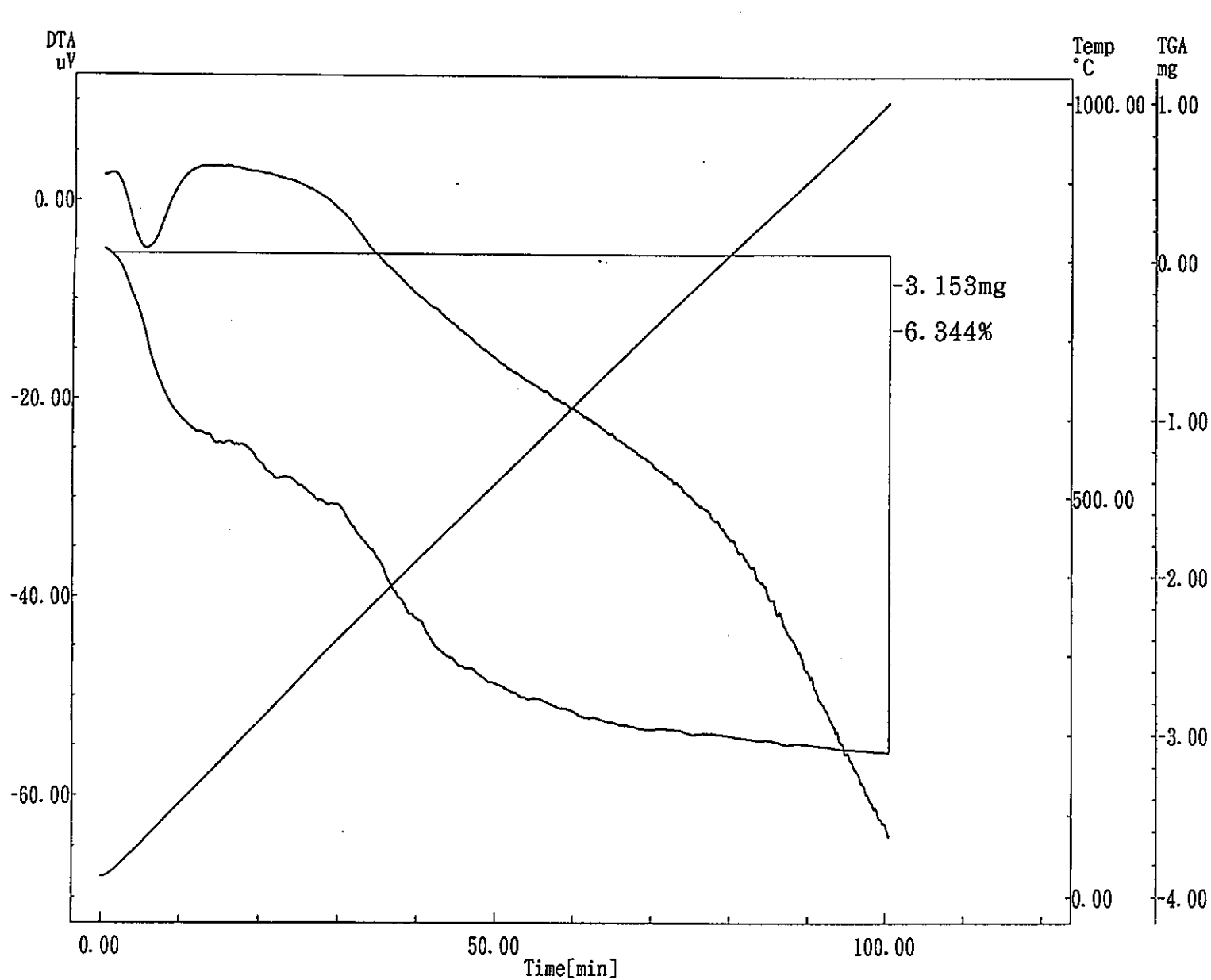
試料番号	原料溶液条件		熱分解温度 (°C)	備 考
	硝酸濃度 (N)	セリウム濃度 (g/g)		
N-1	3	100	600	
N-2			900	
N-3		200	600	
N-4			700	
N-5			800	
N-6			900	
N-7		400	600	
N-8			900	
N-9		200	600	マイクロ波加熱脱硝 後ホ-ルル粉碎粉

参考資料 1

TG / DTA 測定データ

サンプル名の1-9は試料の番号に対応

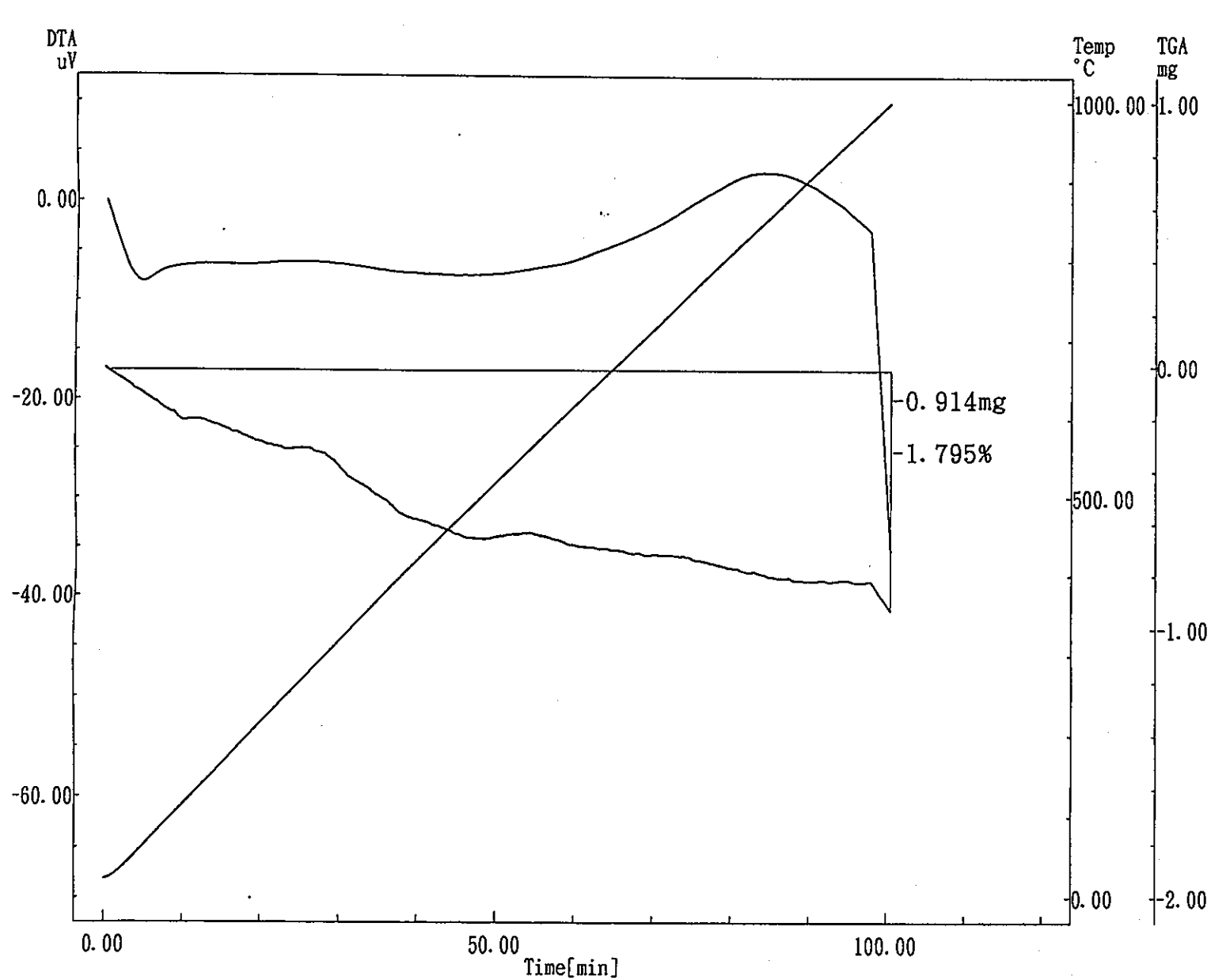
熱分析データ解析



ファイル名: セリー 1.D20
 収集日: 95/10/12
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 49.70 [mg]
 セル: アルミナ
 ガス種類: 空気
 ホールダー: 樋口

温度プログラム
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0

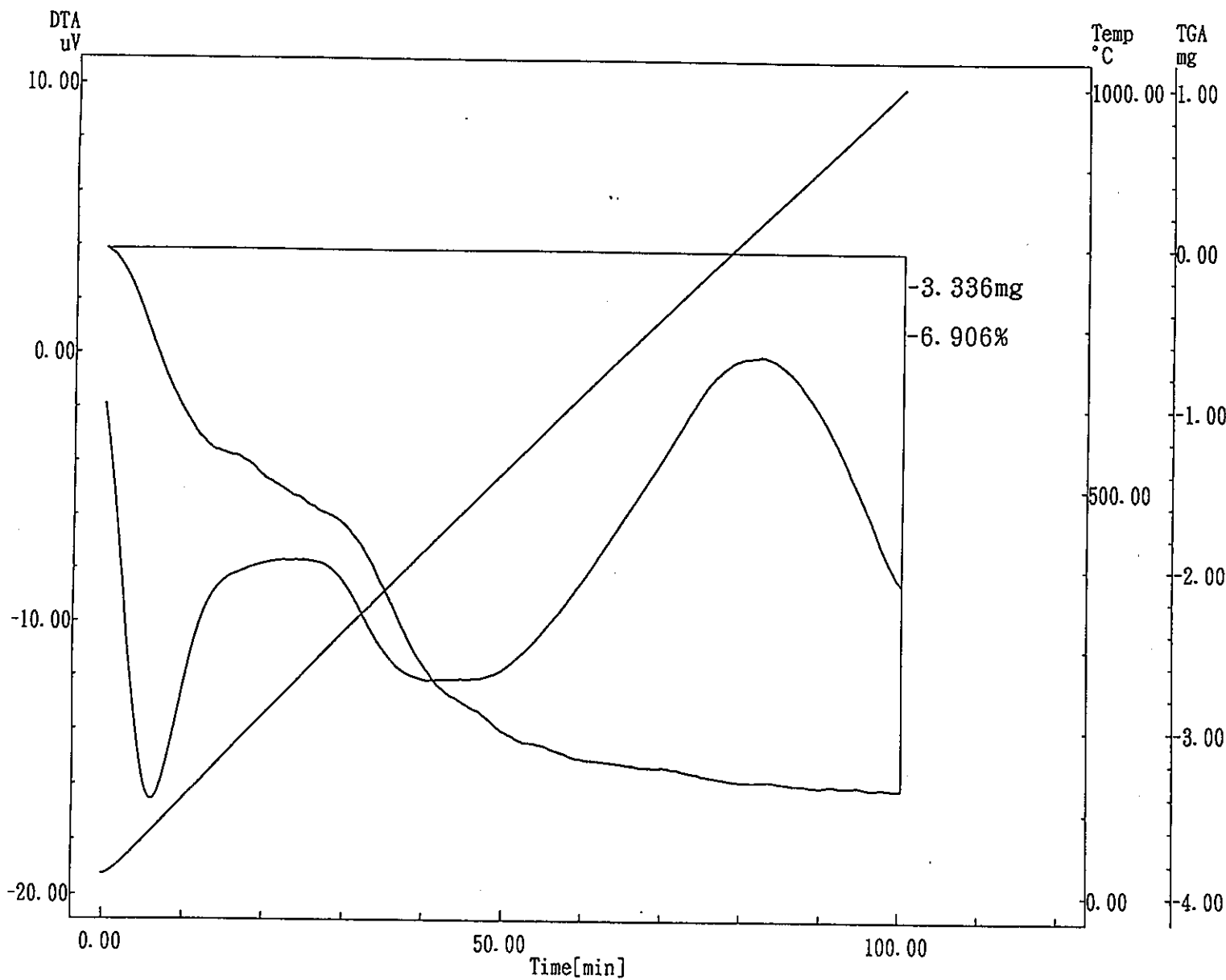
熱分析データ解析



ファイル名: セリー 2.D60
 収集日: 95/10/24
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 50.90[mg]
 セル: アルミ
 ガス種類: 空気
 ホルダー: 樋口

温度プログラム
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0

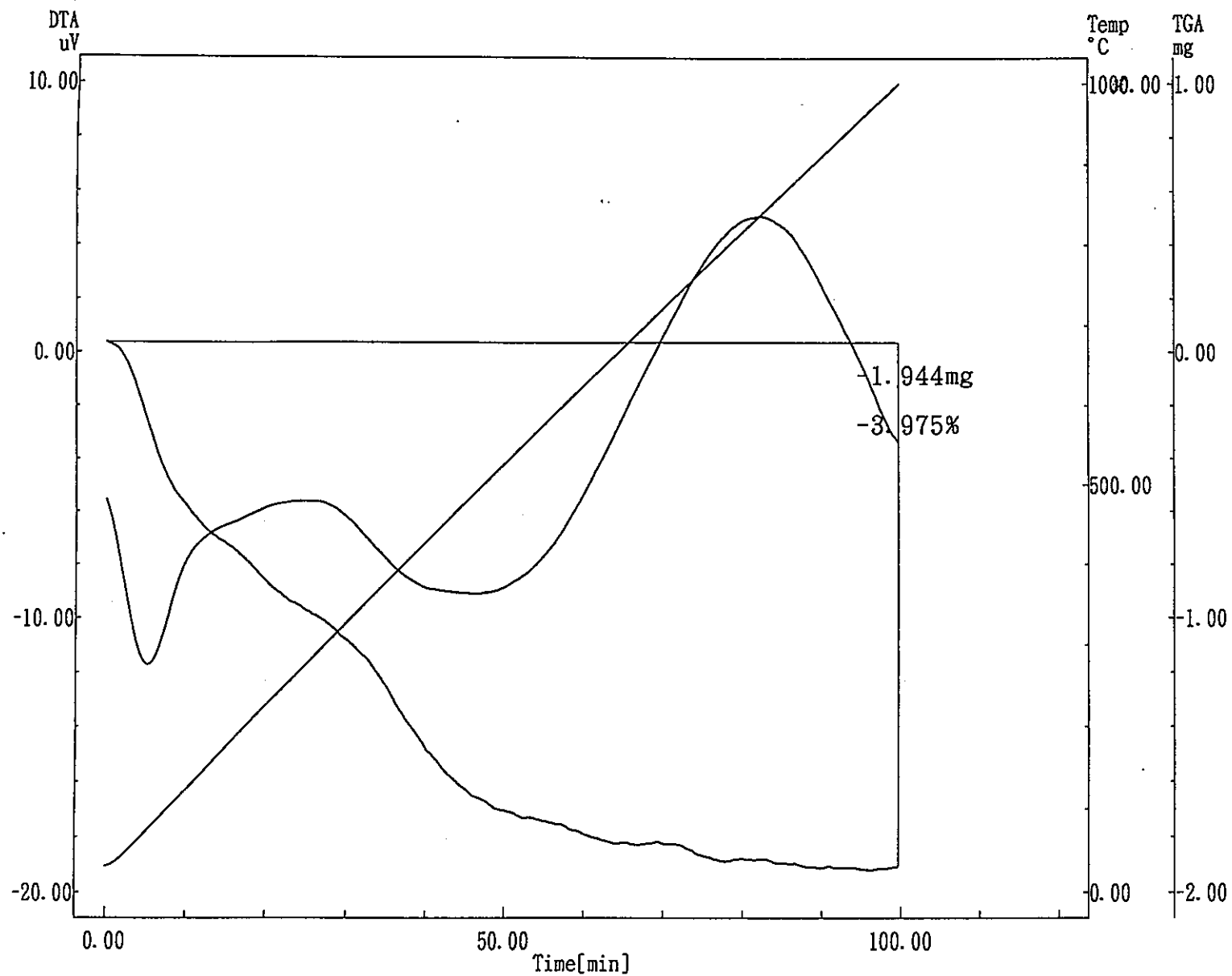
熱分析データ解析



ファイル名: セリー 3.D60
 収集日: 95/10/13
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 48.30[mg]
 セル: アルミ
 ガス種類: 空気
 ホーラー: 樋口

温度プログラム
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0

熱分析データ解析

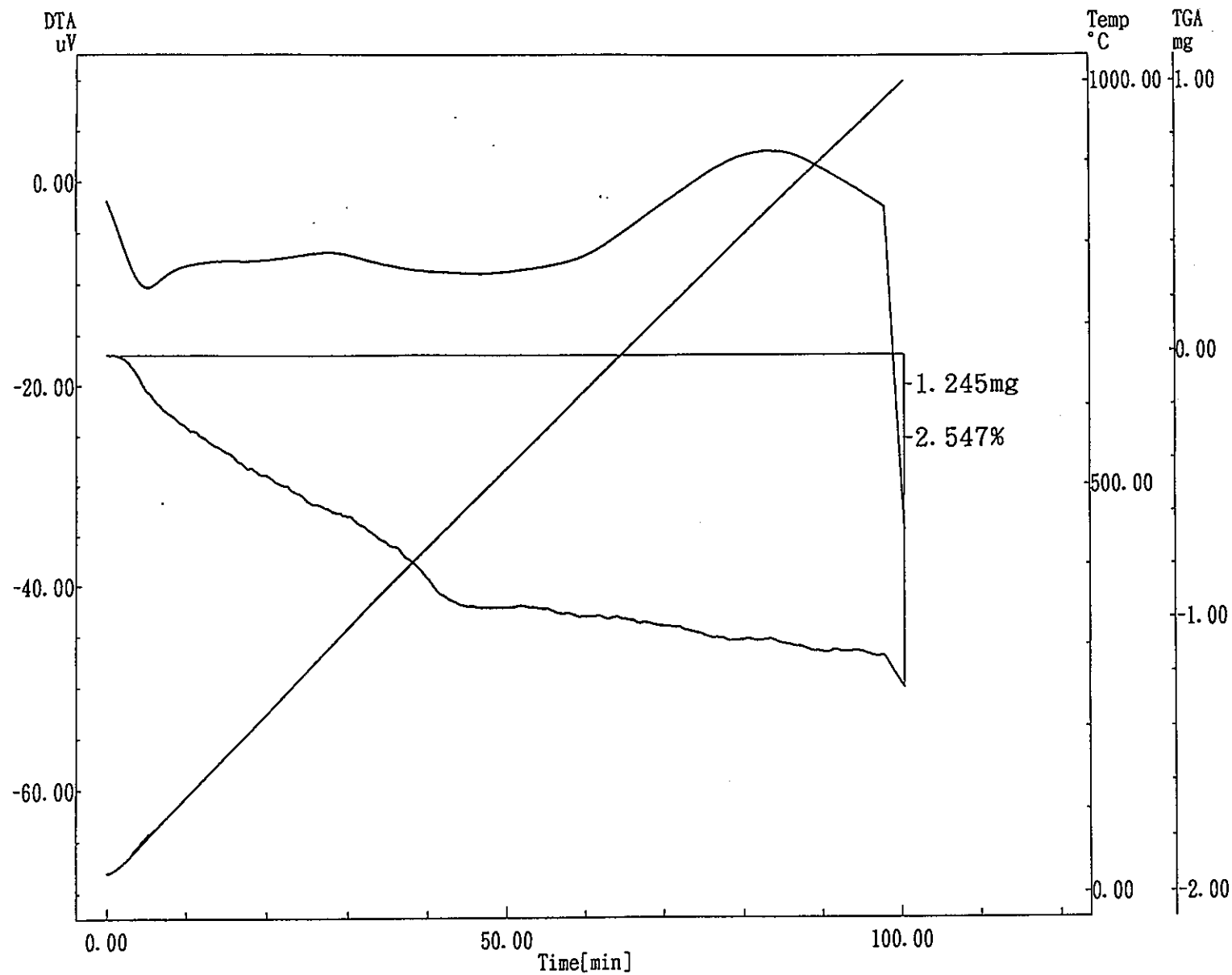


ファイル名: セリ-4.D60
 収集日: 95/10/13
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 48.90[mg]
 セル: アルミ
 ガス種類: 空気
 ホペレーター: 樋口

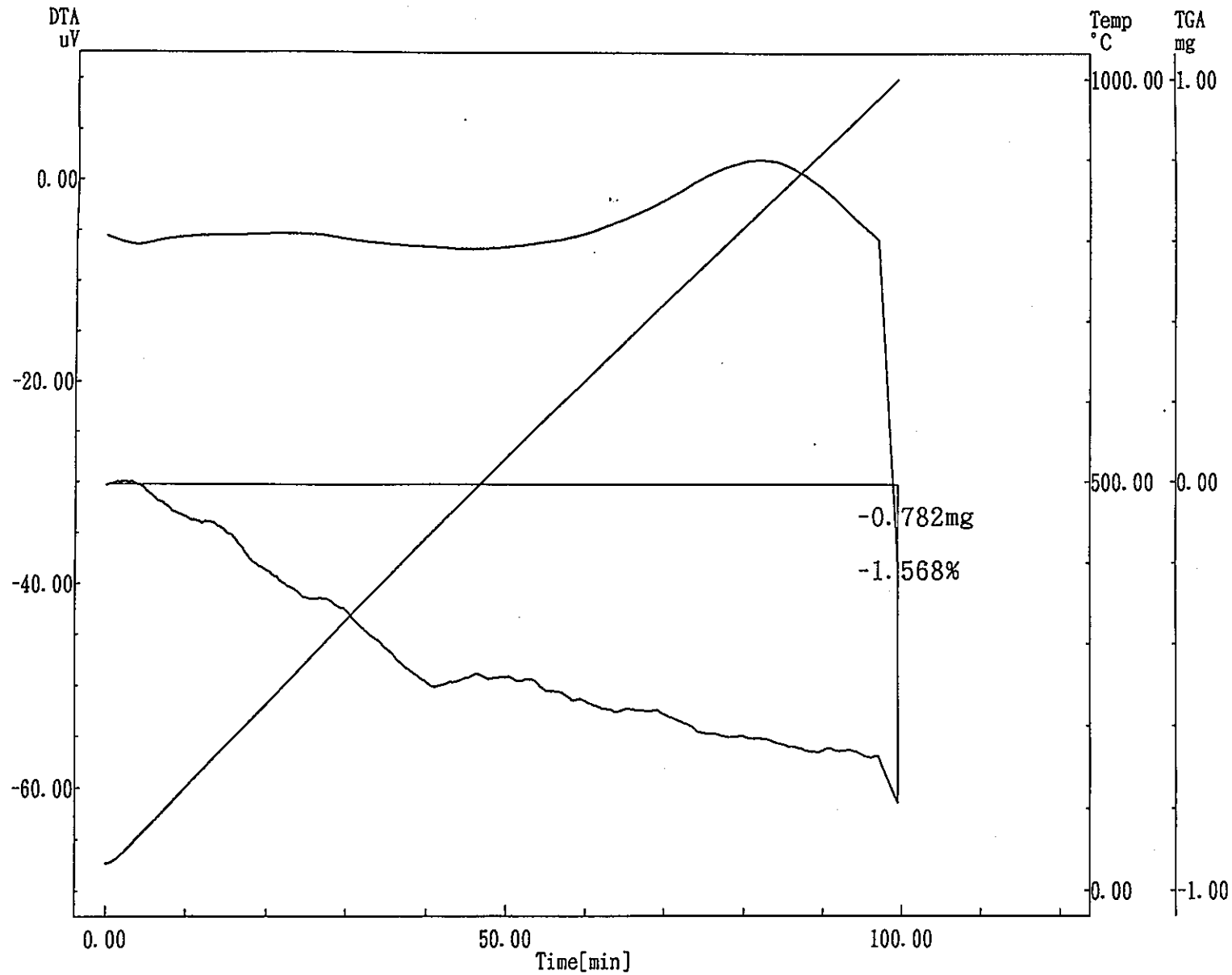
温度プログラム
 加熱速度: ホルト 温度 ホルト 時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0

熱分析データ解析

ファイル名: セリ-5.D60
 収集日: 95/10/16
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 48.90[mg]
 セル: アルミ
 ガス種類: 空気
 ホルダー: 樋口



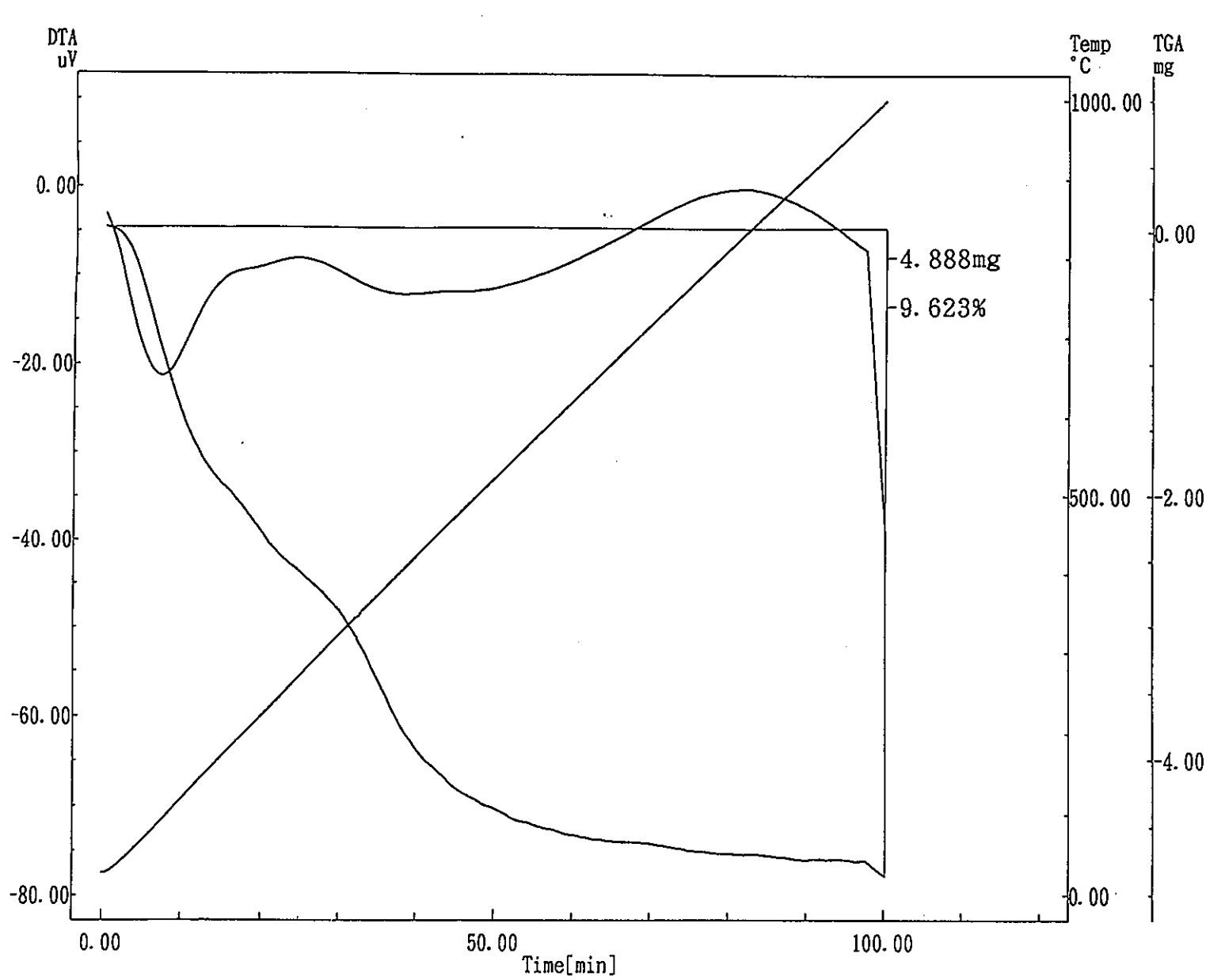
熱分析データ解析



ファイル名: セリー 6.D60
 収集日: 95/10/16
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 49.90[mg]
 セル: アルシ
 ガス種類: 空気
 ホペレーター: 樋口

温度プログラム
 加熱速度 ホット 温度 ホット 時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0

熱分析データ解析



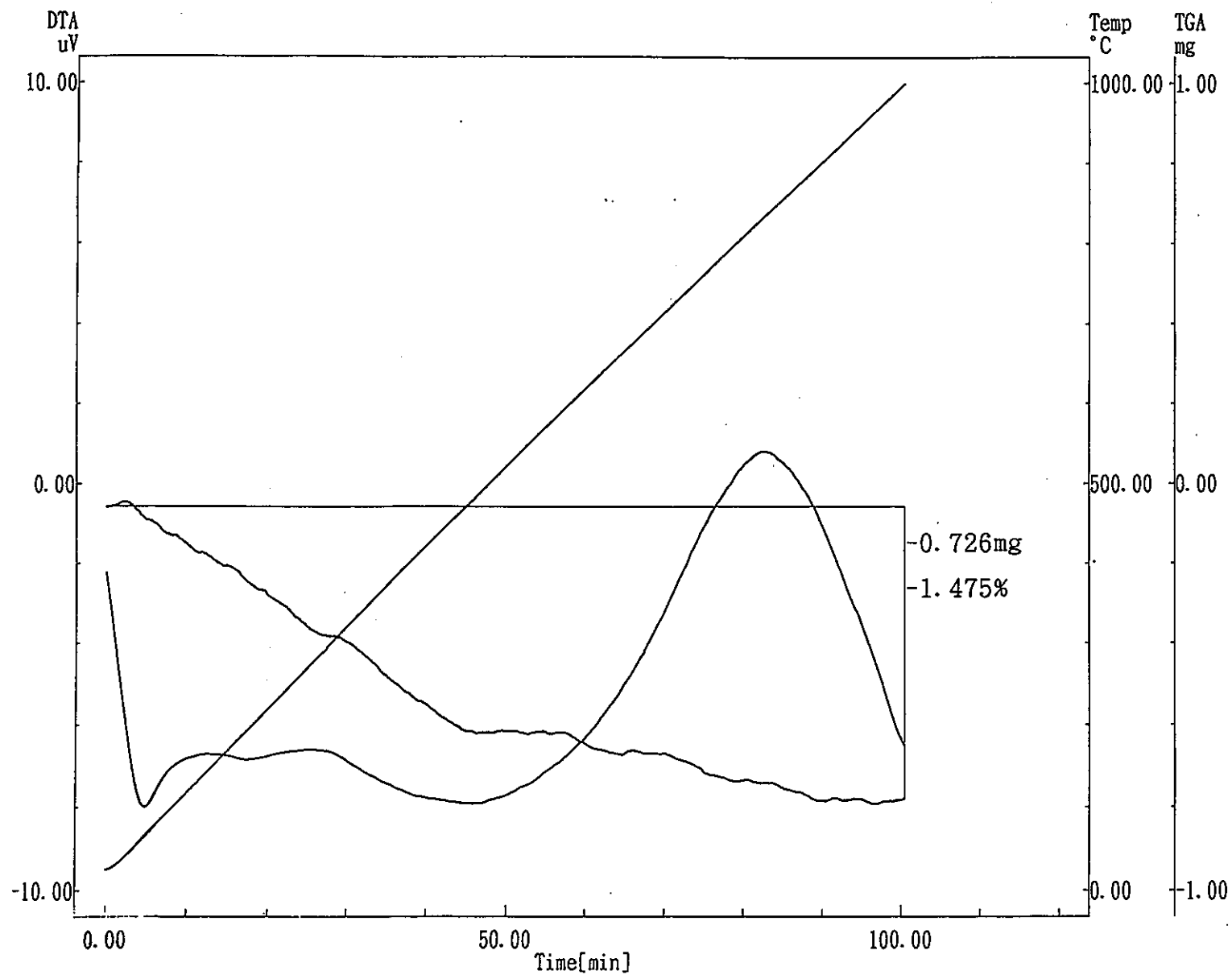
ファイル名: セリー7.D60
 収集日: 95/10/17
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 50.80[mg]
 セル: アルミ
 ガス種類: 空気
 ホールダー: 樋口

温度プログラム
 加熱速度 ホールド温度 ホールド時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0

熱分析データ解析

ファイル名: セリ-8.D60
 収集日: 95/10/18
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 49.20[mg]
 セル: 7ルミ
 ガス種類: 空気
 ホペレーター: 樋口

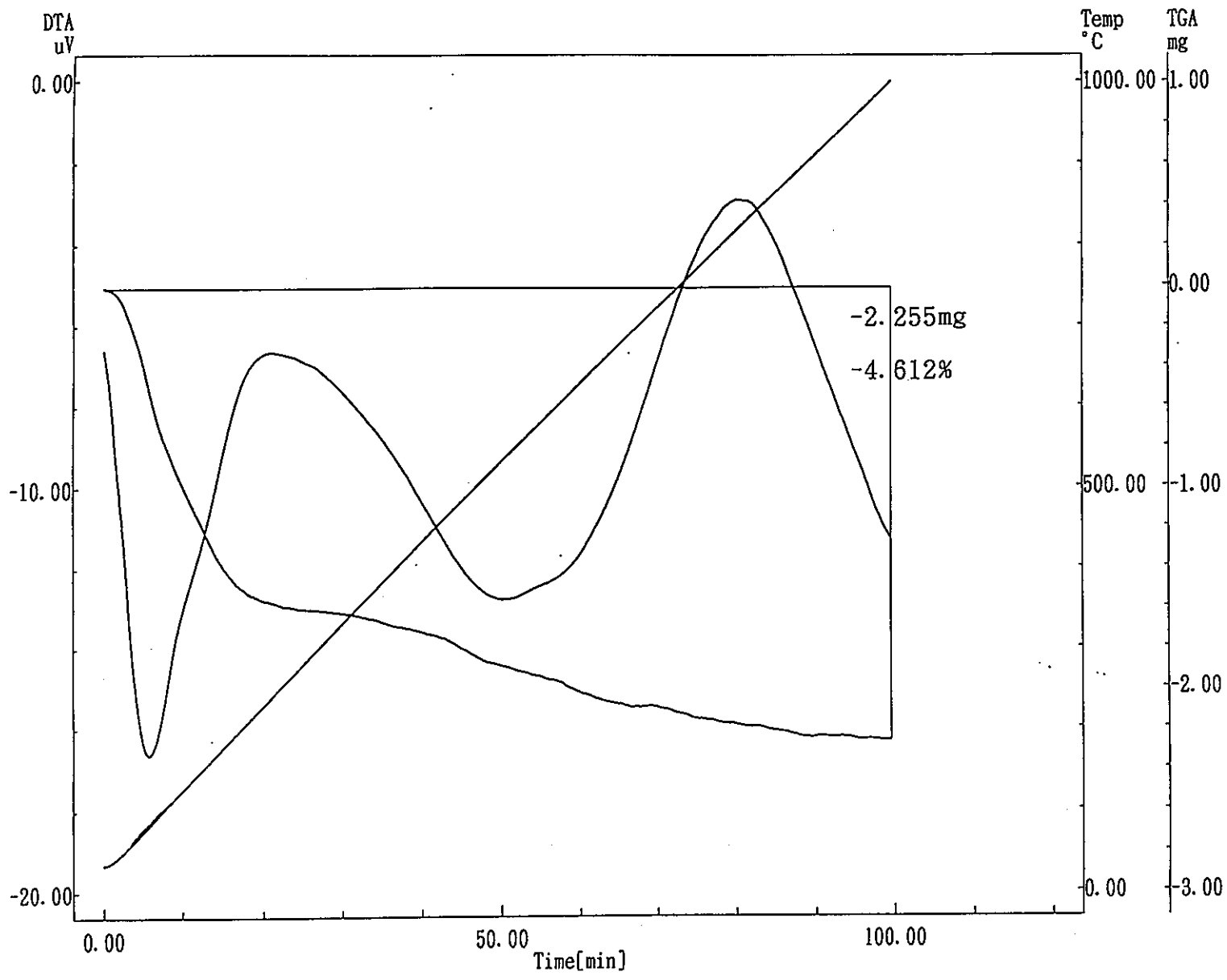
温度プログラム
 加熱速度 ホルト*温度 ホルト*時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0



熱分析データ解析

ファイル名: セリー9.D60
 収集日: 95/10/18
 試料名: 酸化セリウム
 試料量: 48.90[mg]
 セル: アルミ
 ガス種類: 空気
 ホールダー: 樋口

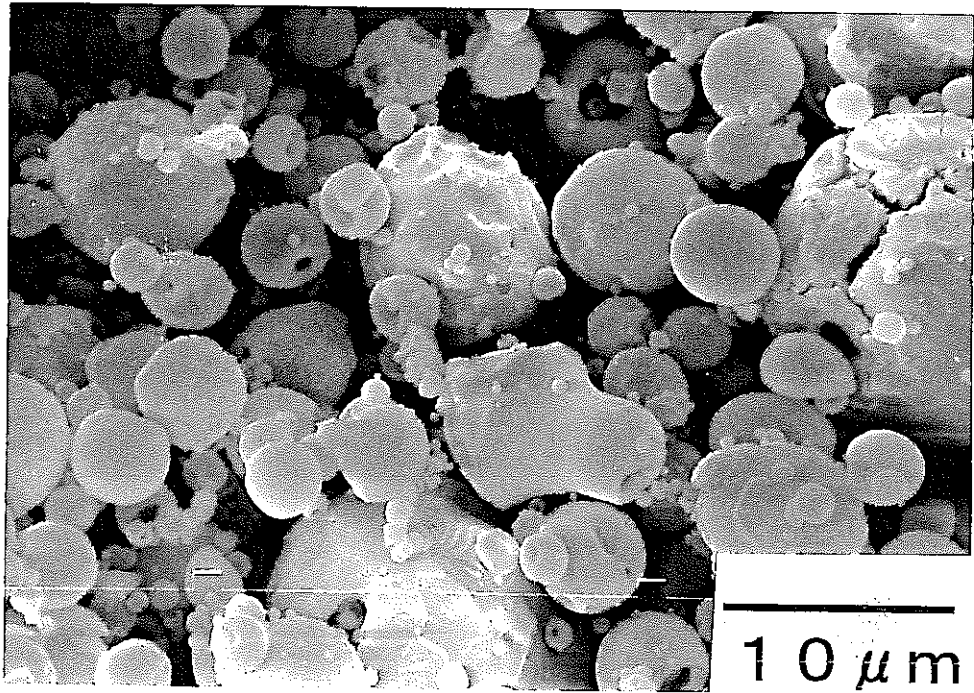
温度プログラム
 加熱速度 ホール温度 ホール時間
 [°C/min] [°C] [min]
 10.0 1000.0 0.0



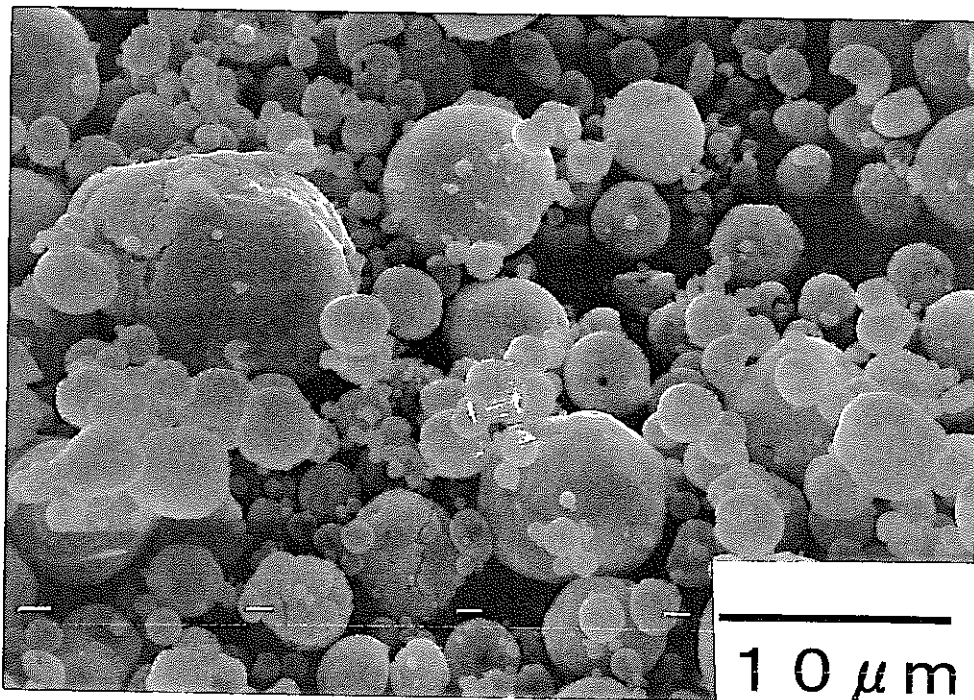
参考資料 2

顆粒SEM写真

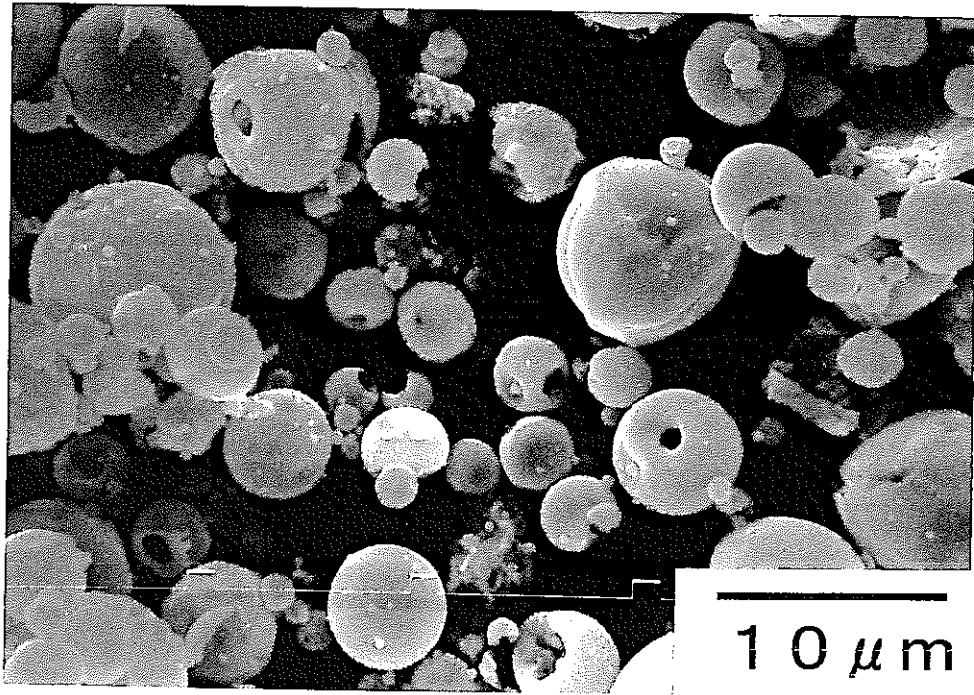
サンプル名の1-9は試料の番号に対応



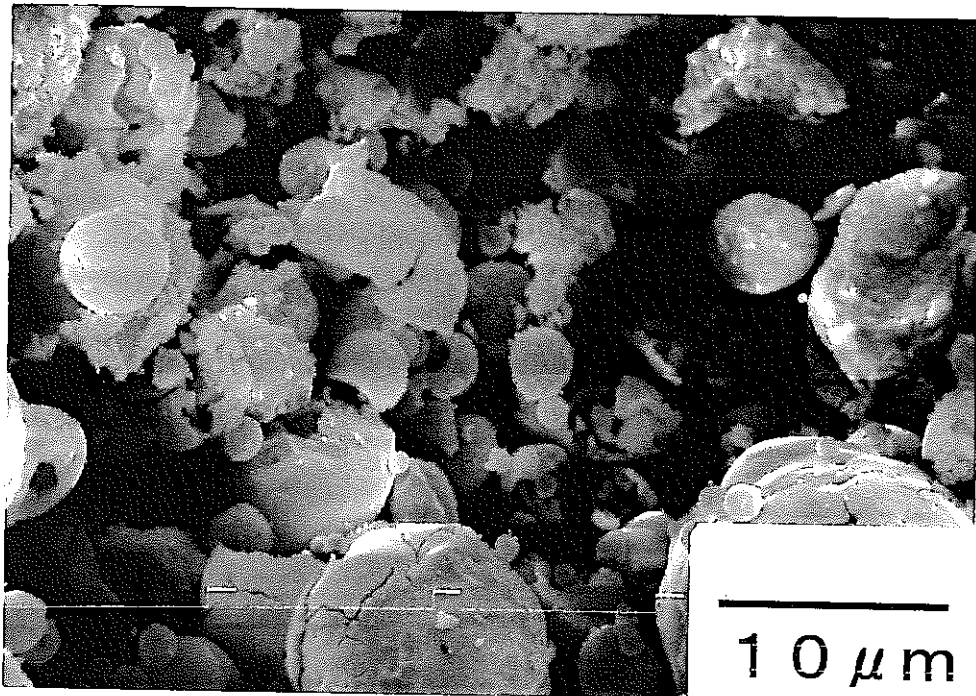
Sample No. N-1



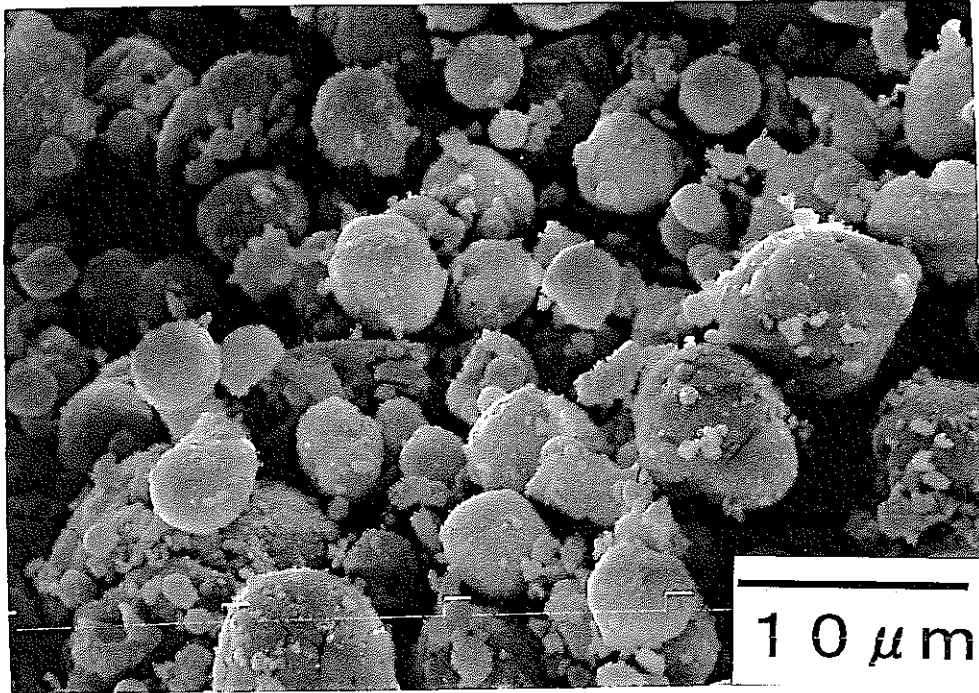
Sample No. N-2



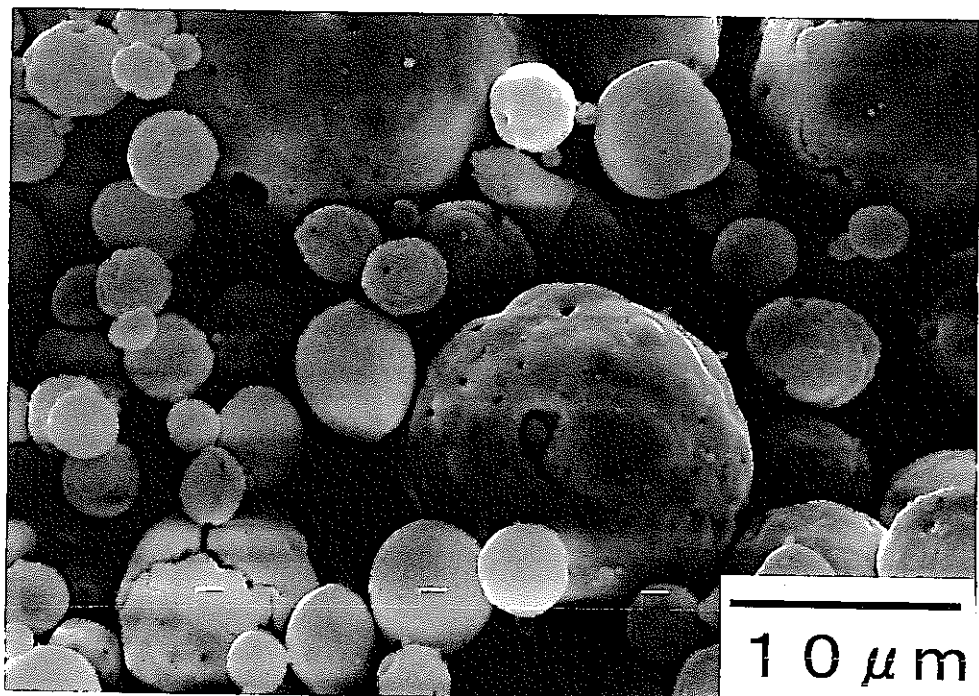
Sample No. N-3



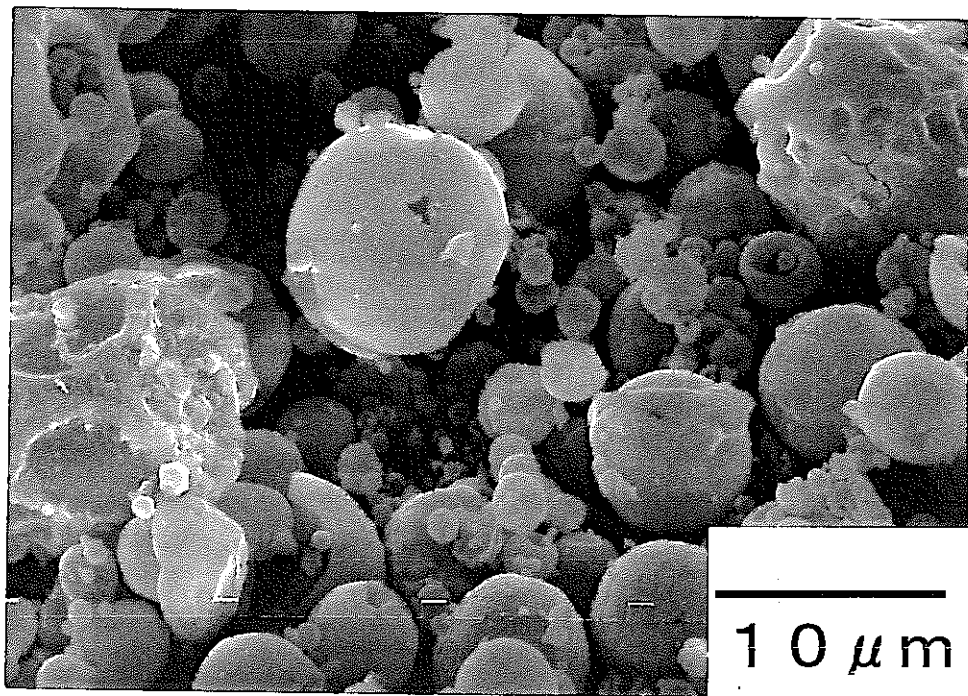
Sample No. N-4



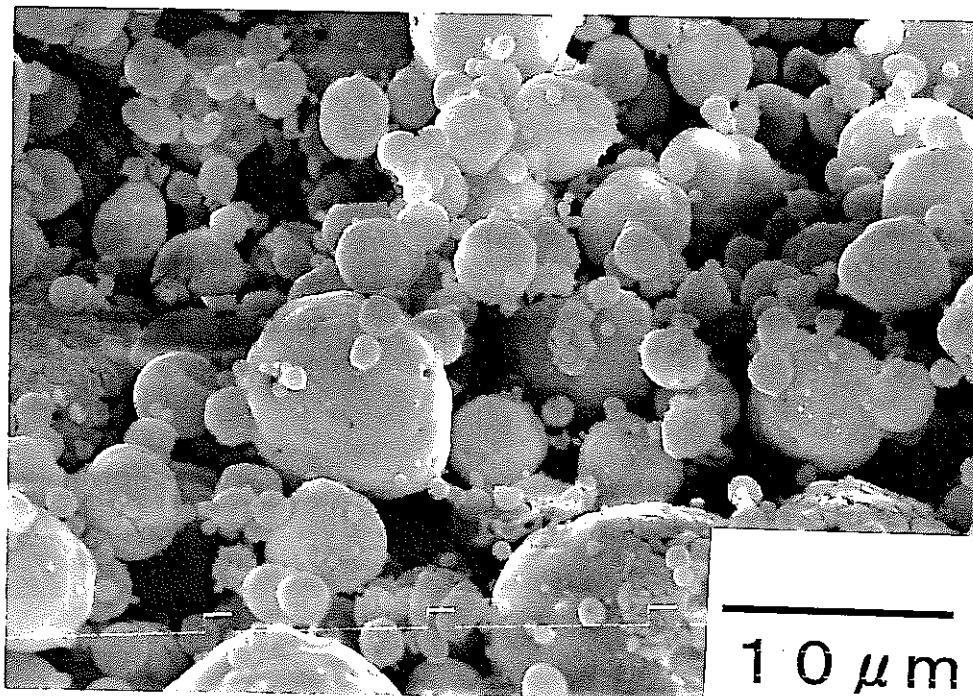
Sample No. N-5



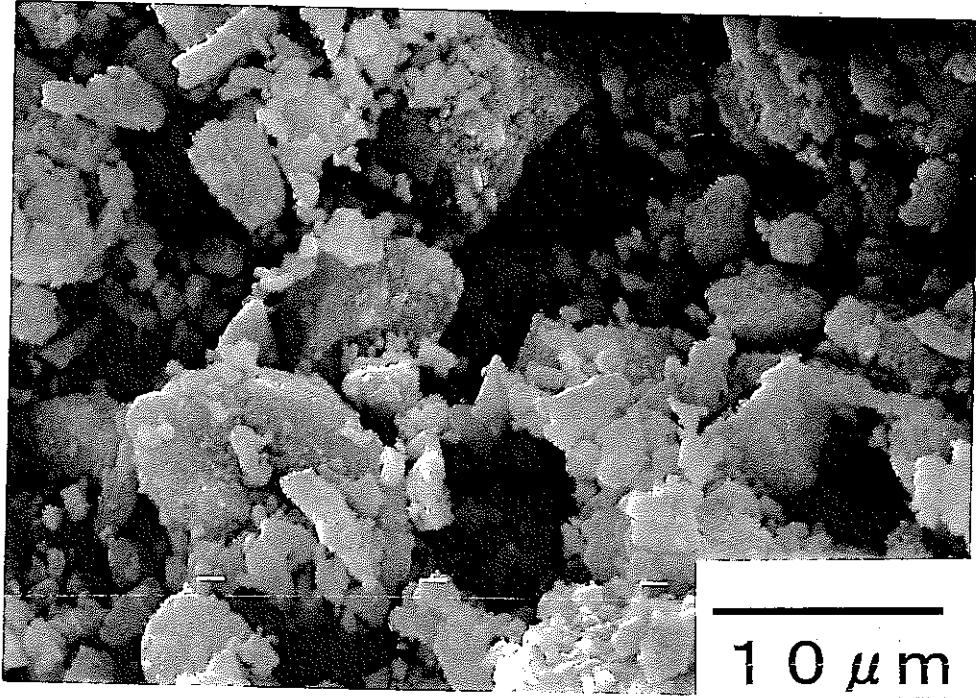
Sample No. N-6



Sample No. N-7



Sample No. N-8



Sample No. N-9

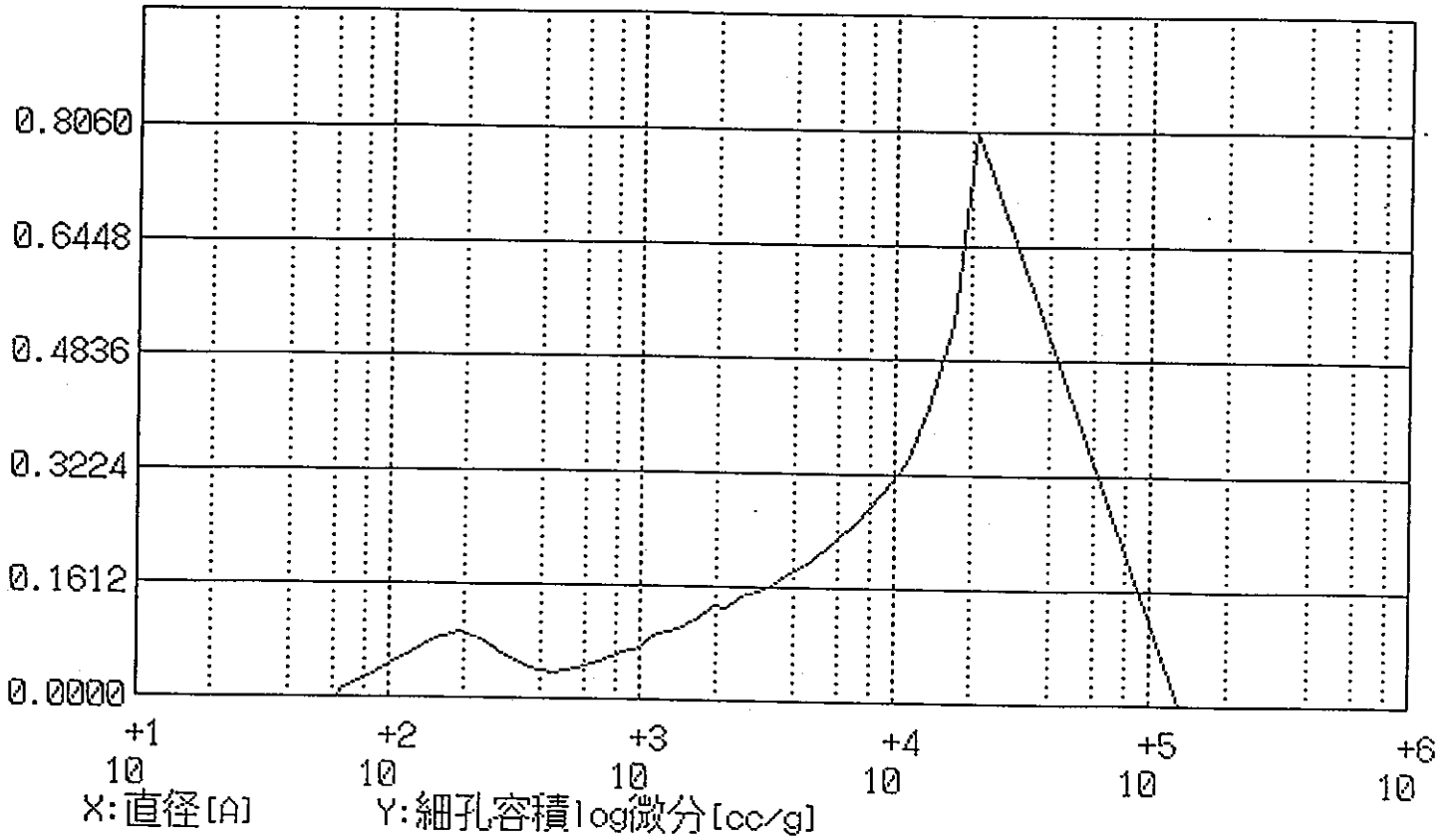
参考資料 3

酸化セリウム顆粒の特性 —水銀圧入法—

顆粒 100℃で24時間乾燥させたものを使用
サンプル名の1-9 は試料の番号に対応

[96/02/13]

— NN4



ファイル名 : NN4

サンプル名 : NN4
 サンプルNO. : NN4

測定 : 96年 2月 13日
 19時 42分

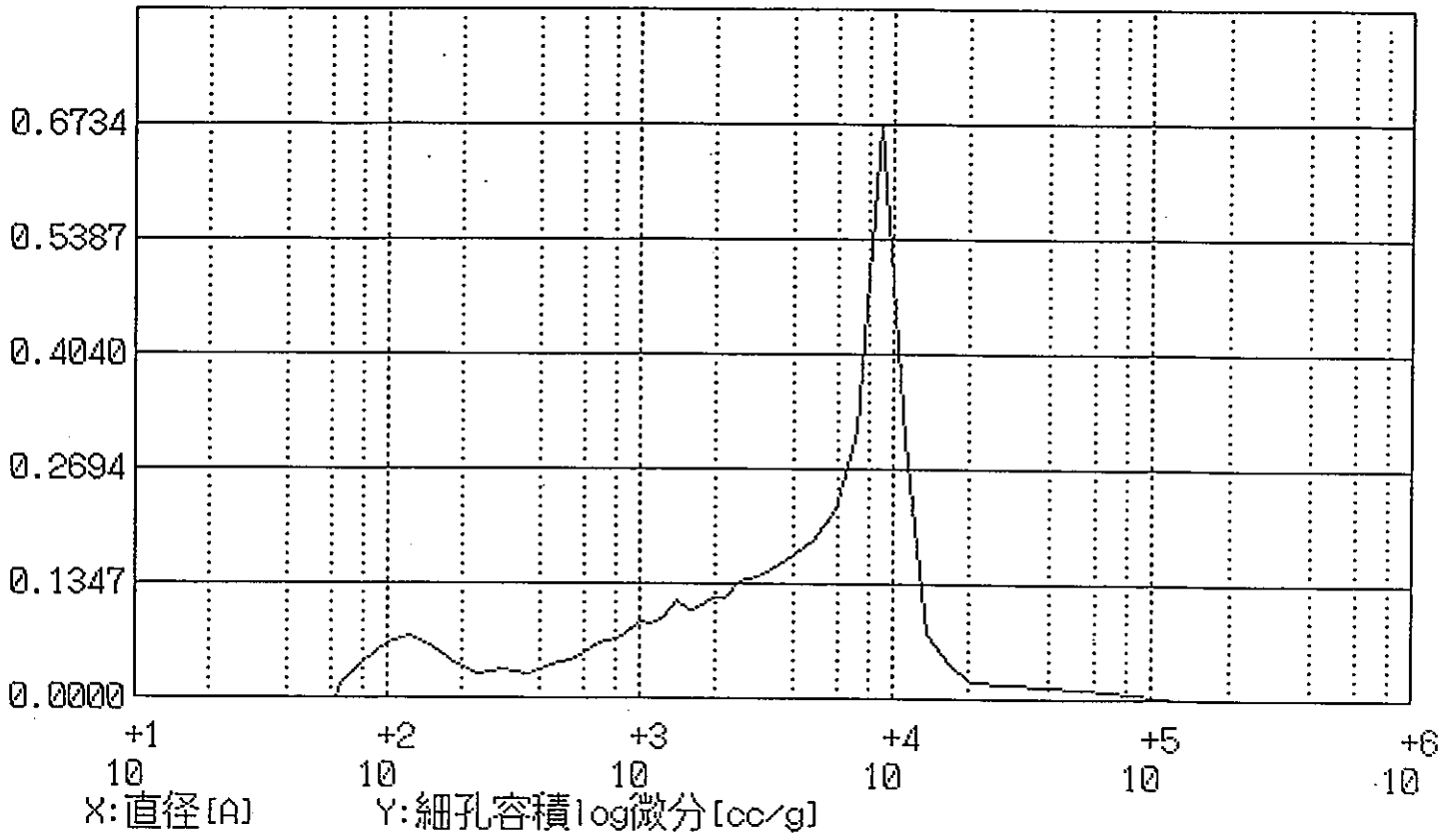
サンプル重量	=	0.4870 g	セル定数	=	10.7900 μl/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	71.3290 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	109.2990 g	初期圧力	=	0.6778 psia
セル容積	=	3.1230 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
ステム容積	=	0.3870 cc	ステム使用率	=	59.8047 %

全細孔体積	=	0.7149 cc/g	< 測定モード > 低圧 : 2 高圧 : 4
全細孔表面積	=	16.0612 SQ-m/g	
メディアン径 (体積基準)	=	1.8655 μm	
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0180 μm	
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.1780 μm	
モード径 (体積基準)	=	2.0746 μm	
モード径 (表面積基準)	=	0.0152 μm	
かさ密度 (比重)	=	1.5219 g/cc	
真密度 (比重)	=	1.0000 g/cc 7.7	
気孔率	=	108.7990 %	

R.D 20.8

[96/02/13]

— NN5



ファイル名 : NN5

サンプル名 : NN5
 サンプルNO. : NN5

測定 : 96年 2月 13日
 21時 11分

サンプル重量	=	0.5000 g	セル定数	=	21.6300 μl/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.6010 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	147.8050 g	初期圧力	=	0.6218 psia
セル容積	=	6.0470 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
ステム容積	=	1.0570 cc	ステム使用率	=	15.9725 %

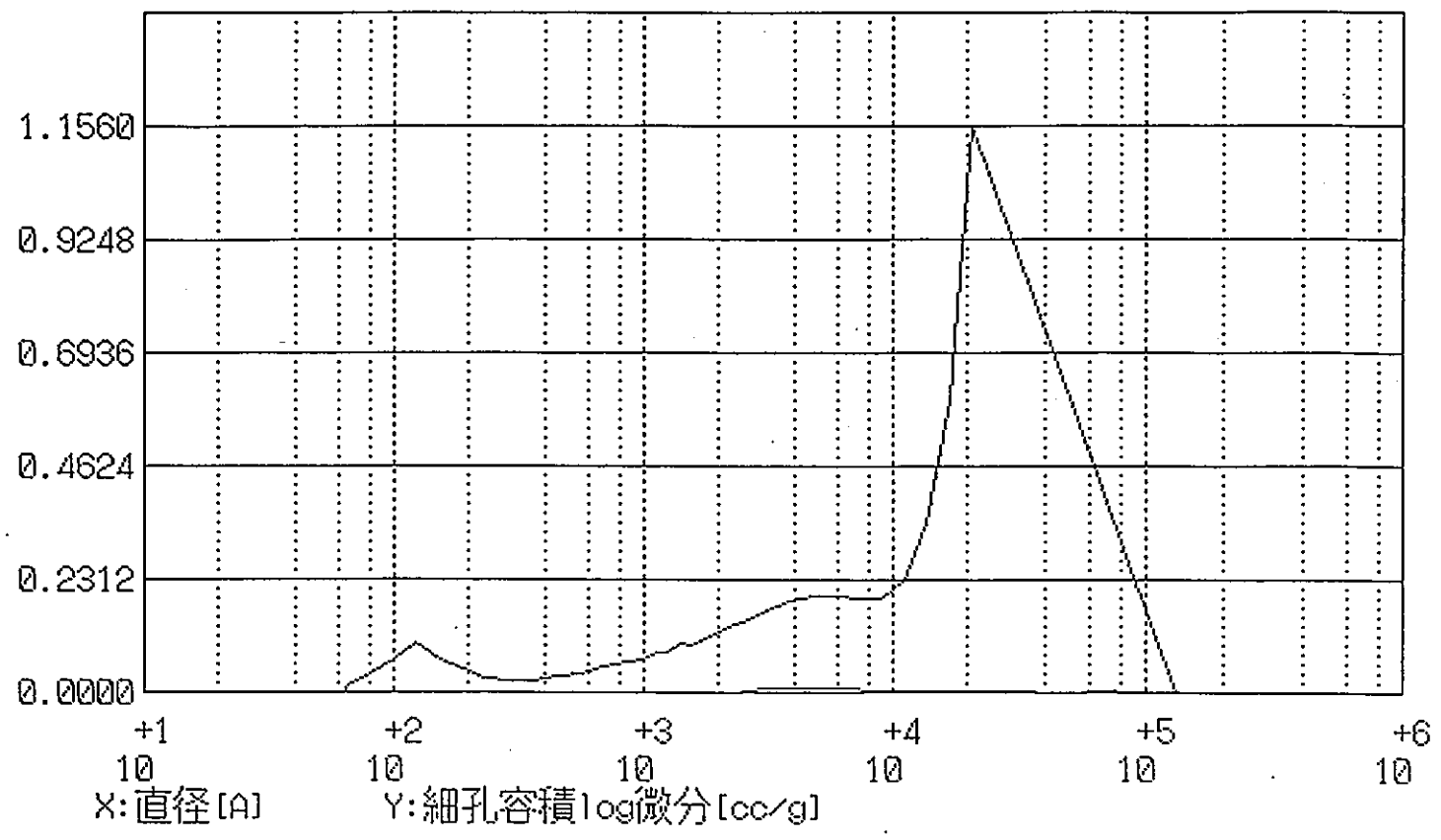
全細孔体積	=	0.3148 cc/g
全細孔表面積	=	14.5520 SQ-m/g
メディアン径 (体積基準)	=	0.5515 μm
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0136 μm
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0865 μm
モード径 (体積基準)	=	0.8950 μm
モード径 (表面積基準)	=	0.0100 μm
カサ密度 (比重)	=	1.8257 g/cc
真密度 (比重)	=	4.2934 g/cc 7.3
孔率	=	57.4763 %

< 測定モード >
 低圧 : 2
 高圧 : 4

Rd 25.1

[96/02/13]

— NN6



ファイル名 : NN6

サンプル名 : NN6
 サンプルNO. : NN6

測定 : 96年 2月 13日
 21時 52分

サンプル重量	=	0.4930 g	セル定数	=	10.7900 μl/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	71.0230 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	109.8110 g	初期圧力	=	0.6218 psia
セル容積	=	3.1230 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
ステム容積	=	0.3870 cc	ステム使用率	=	54.4561 %

全細孔体積	=	0.8265 cc/g
全細孔表面積	=	15.4419 SQ-m/g
メディアン径 (体積基準)	=	2.5411 μm
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0135 μm
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.2141 μm
モード径 (体積基準)	=	2.0593 μm
モード径 (表面積基準)	=	0.0123 μm
かさ密度 (比重)	=	1.8990 g/cc
真密度 (比重)	=	1.0000 g/cc 7.3
気孔率	=	156.9410 %

< 測定モード >
 低圧 : 2
 高圧 : 4

RD 26.0

参考資料 4

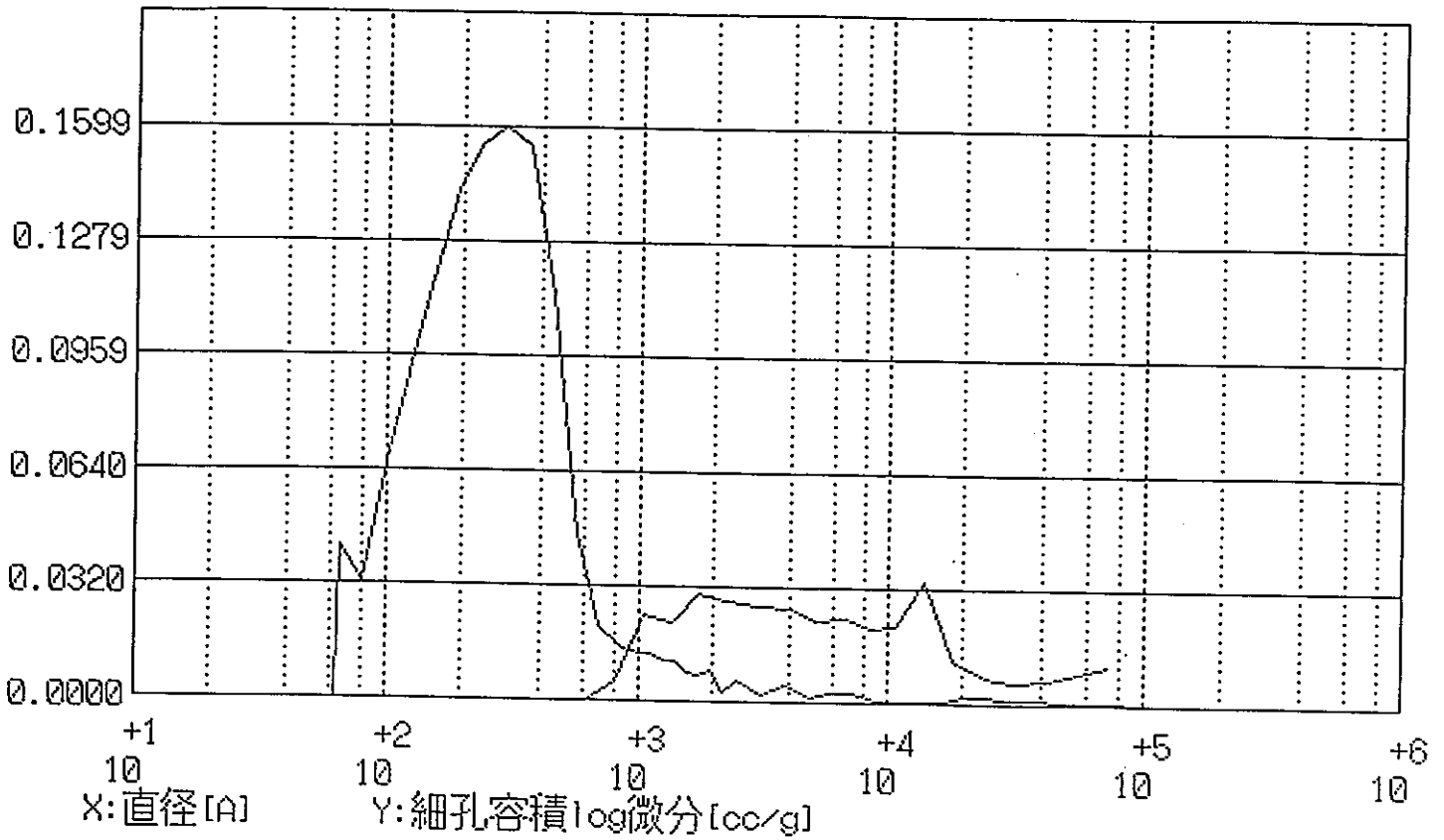
圧粉体特性

—水銀ポロシメーター—

成形体 100℃で24時間乾燥させたものを一軸成形 (50MPa)
CIP (100MPa) して作製
サンプル名の1-9は試料の番号に対応

[96/02/14]

— SNN3



ファイル名 : SNN3

サンプル名 : SNN3
 サンプルNO. : SNN3

測定 : 96年 2月 14日
 12時 17分

サンプル重量	=	0.8450 g	セル定数	=	10.7900 μ l/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.6340 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	116.6260 g	初期圧力	=	0.7048 psia
セル容積	=	3.7030 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
システム容積	=	0.3870 cc	システム使用率	=	26.0741 %

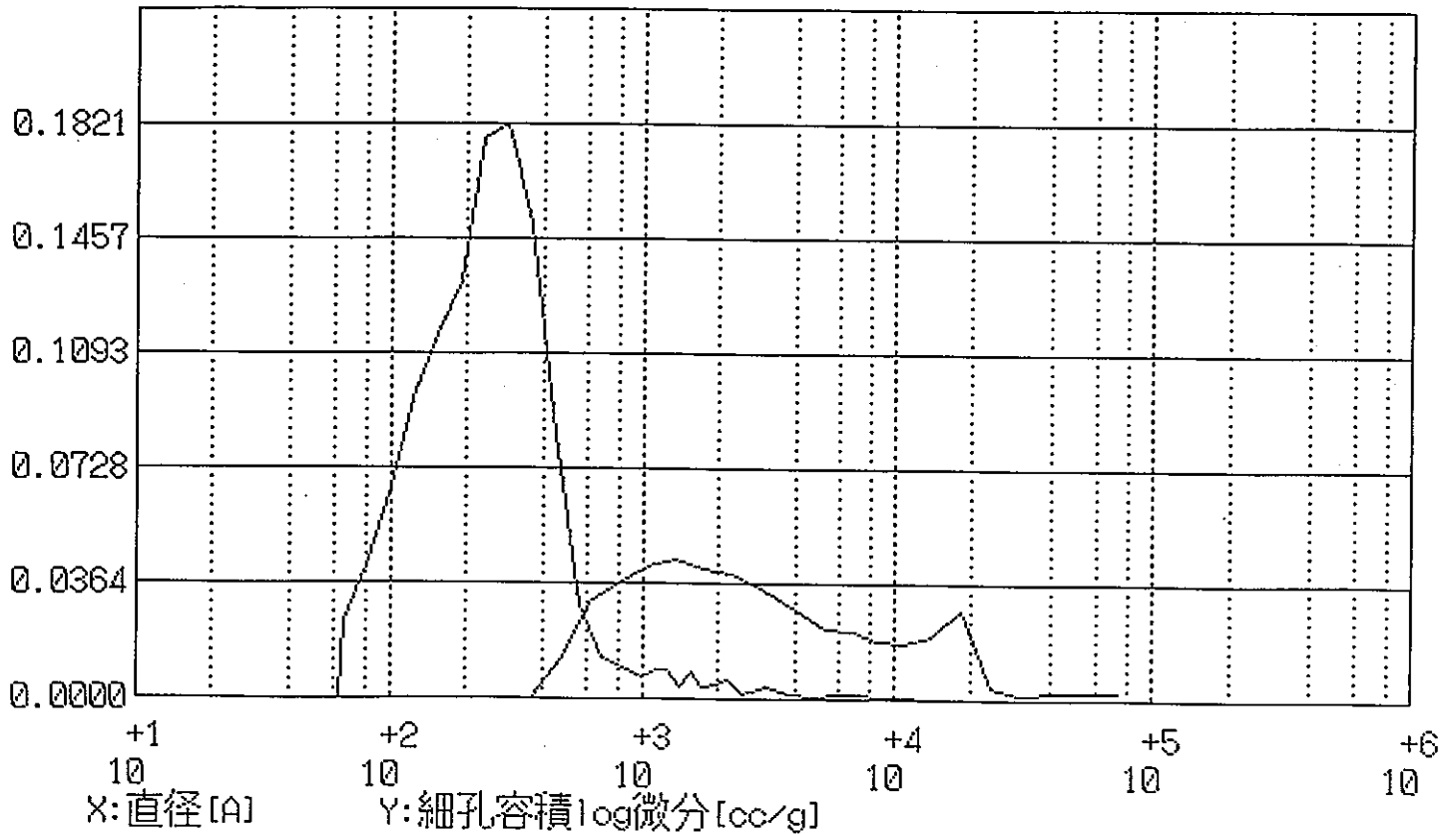
全細孔体積	=	0.1140 cc/g
全細孔表面積	=	22.0941 SQ-m/g
メディアン径 (体積基準)	=	0.0252 μ m
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0164 μ m
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0206 μ m
モード径 (体積基準)	=	0.0290 μ m
モード径 (表面積基準)	=	0.0152 μ m
かさ密度 (比重)	=	3.6114 g/cc
真密度 (比重)	=	0.1972 g/cc 7.3
気孔率	=	41.1562 %

< 測定モード >
 低圧 : 2
 高圧 : 4

RD 49.5

[96/02/14]

— SNN4



ファイル名 : SNN4

サンプル名 : SNN4
 サンプルNO. : SNN4

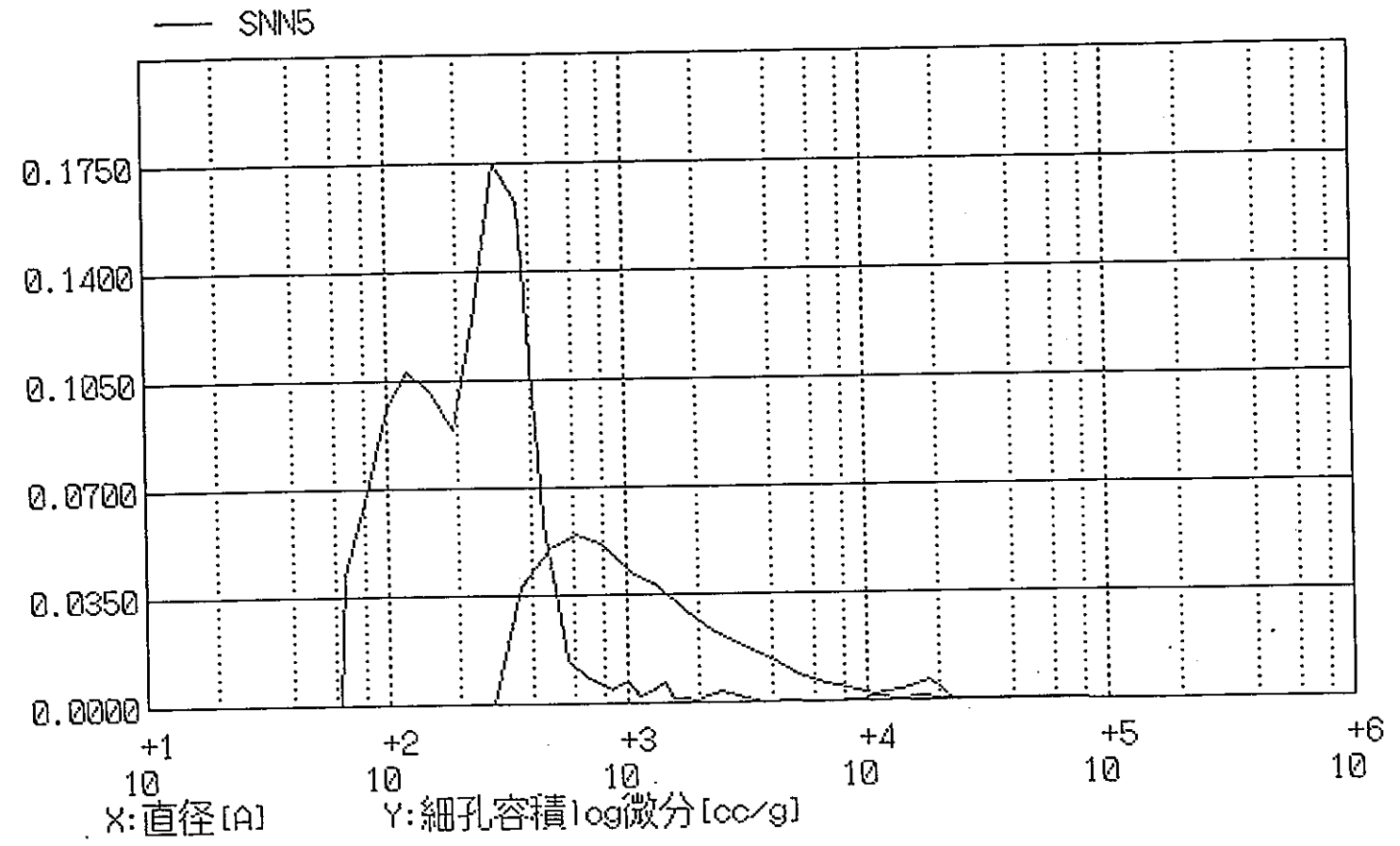
測定 : 96年 2月 14日
 15時 5分

サンプル重量	=	0.9780 g	セル定数	=	10.7900 μ l/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.8390 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	116.4320 g	初期圧力	=	0.7990 psia
セル容積	=	3.7030 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
ステム容積	=	0.3870 cc	ステム使用率	=	28.4702 %

全細孔体積	=	0.1077 cc/g	< 測定モード >
全細孔表面積	=	21.6866 SQ-m/g	
メディアン径 (体積基準)	=	0.0241 μ m	低圧 : 2
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0165 μ m	高圧 : 4
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0199 μ m	
モード径 (体積基準)	=	0.0290 μ m	
モード径 (表面積基準)	=	0.0123 μ m	
サ密度 (比重)	=	3.7125 g/cc	
真密度 (比重)	=	6.1867 g/cc	
真孔率	=	39.9931 %	

7.3 RD50.8

[96/02/16]



ファイル名 : SNN5

測定 : 96年 2月 16日
13時 37分

サンプル名 : SNN5
サンプルNO. : SNN5

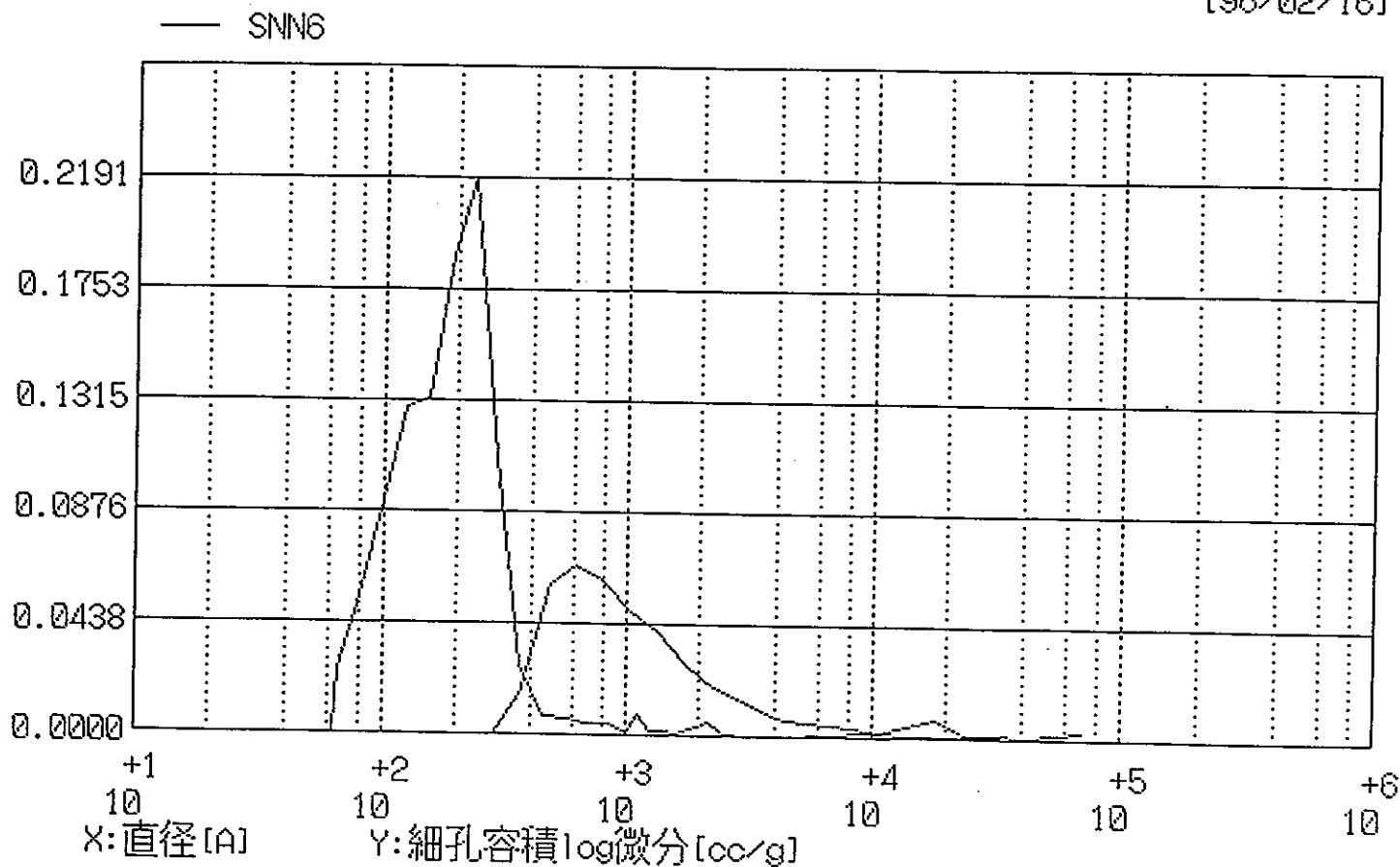
サンプル重量	=	0.8590 g	セル定数	=	10.7900 μ l/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.6480 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	116.8930 g	初期圧力	=	0.7682 psia
セル容積	=	3.7030 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
システム容積	=	0.3870 cc	ステム使用率	=	23.3690 %

全細孔体積	=	0.0996 cc/g
全細孔表面積	=	22.7272 SQ-m/g
メディアン径 (体積基準)	=	0.0227 μ m
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0133 μ m
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0175 μ m
モード径 (体積基準)	=	0.0290 μ m
モード径 (表面積基準)	=	0.0100 μ m
カサ密度 (比重)	=	3.9897 g/cc
真密度 (比重)	=	6.6208 g/cc 7.3
気孔率	=	39.7401 %

< 測定モード >
低圧 : 2
高圧 : 4

Rd 54.7

[96/02/16]



ファイル名 : SNN6

サンプル名 : SNN6
 サンプルNO. : SNN6

測定: 96年 2月 16日
 14時 50分

サンプル重量	=	0.7670 g	セル定数	=	10.7900 μl/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.5770 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	117.2740 g	初期圧力	=	0.8489 psia
セル容積	=	3.7030 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
システム容積	=	0.3870 cc	システム使用率	=	20.0683 %

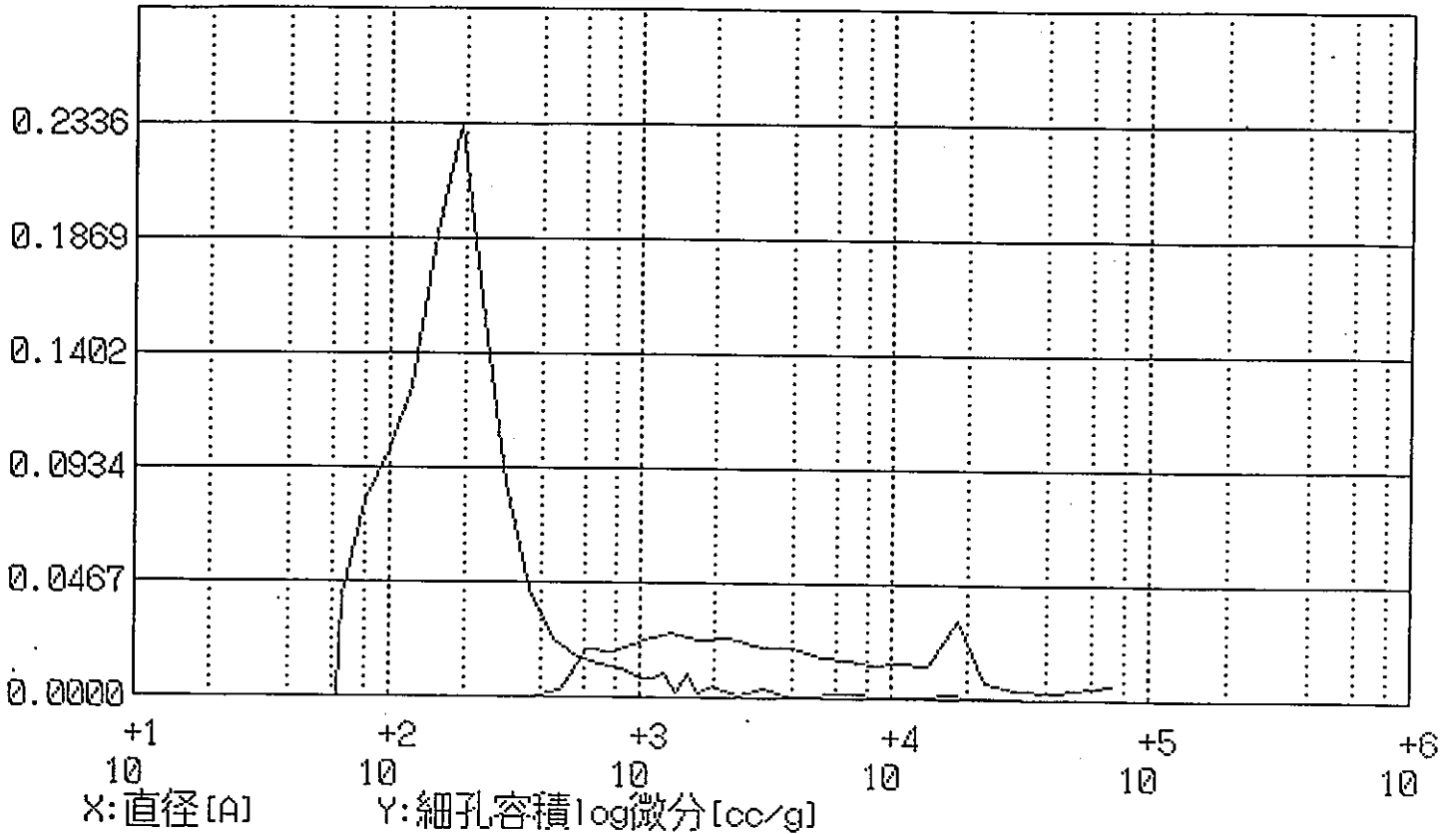
全細孔体積	=	0.0945 cc/g
全細孔表面積	=	23.2855 SQ-m/g
メディアン径 (体積基準)	=	0.0187 μm
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0144 μm
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0162 μm
モード径 (体積基準)	=	0.0234 μm
モード径 (表面積基準)	=	0.0123 μm
かさ密度 (比重)	=	4.2157 g/cc
真密度 (比重)	=	7.0087 g/cc 7.0
気孔率	=	39.8503 %

< 測定モード >
 低圧 : 2
 高圧 : 4

RD 57.8

[96/02/16]

— SNN7



ファイル名 : SNN7

サンプル名 : SNN7
 サンプルNO. : SNN7

測定 : 96年 2月 16日
 16時 0分

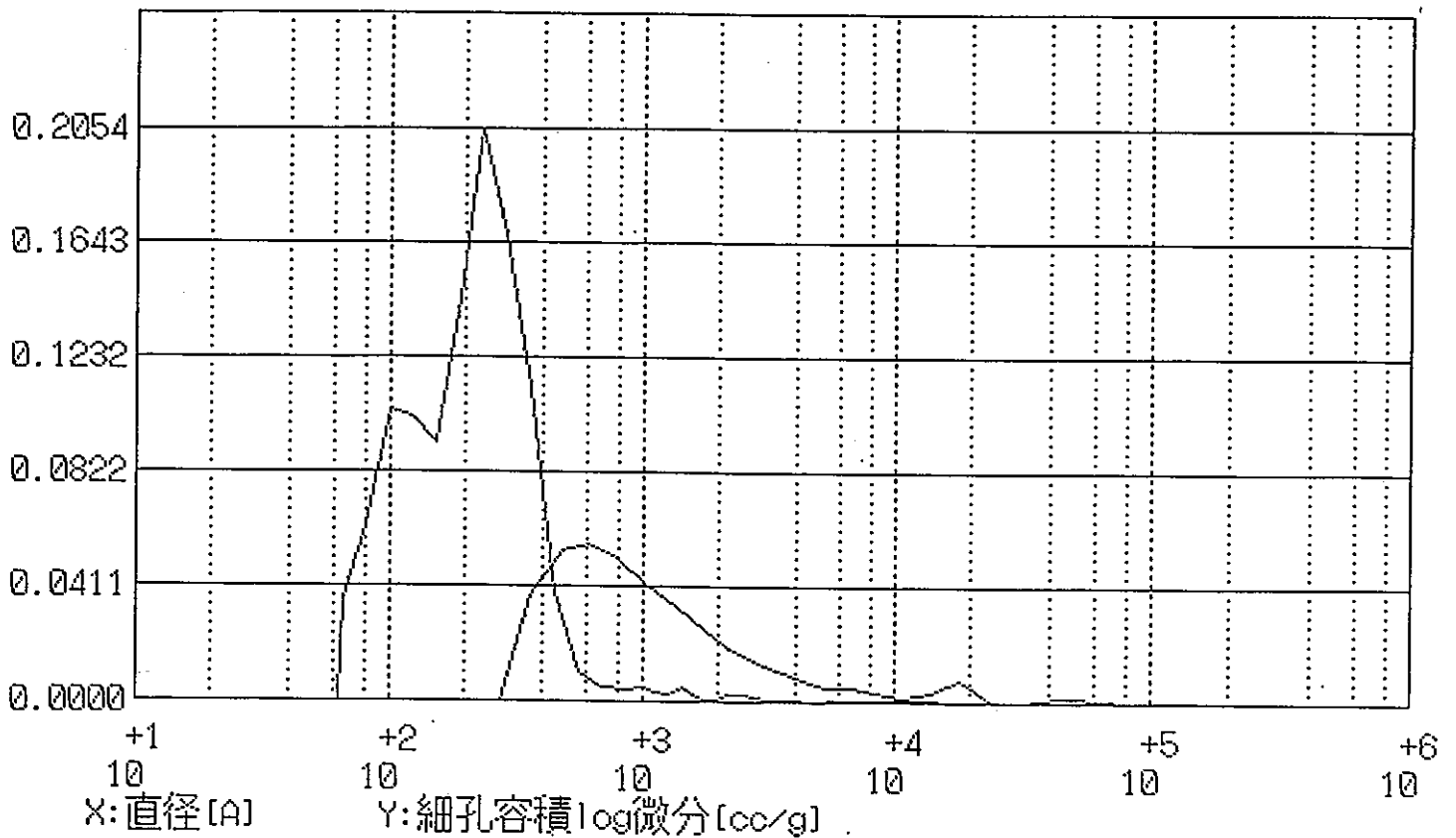
サンプル重量	=	1.0390 g	セル定数	=	10.7900 μl/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.8700 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	116.0830 g	初期圧力	=	0.7758 psia
セル容積	=	3.7030 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
ステム容積	=	0.3870 cc	ステム使用率	=	30.2628 %

全細孔体積	=	0.1084 cc/g	< 測定モード >
全細孔表面積	=	27.1070 SQ-m/g	
メディアン径 (体積基準)	=	0.0179 μm	低圧 : 2
メディアン径 (表面積基準)	=	0.0139 μm	高圧 : 4
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0160 μm	
モード径 (体積基準)	=	0.0189 μm	
モード径 (表面積基準)	=	0.0152 μm	
サ密度 (比重)	=	3.5644 g/cc	
真密度 (比重)	=	5.8100 g/cc 7.3	
気孔率	=	38.6502 %	

RD 48.8

[96/02/17]

— SNN8



ファイル名 : SNN8

サンプル名 : SNN8
 サンプルNO. : SNN8

測定 : 96年 2月 17日
 14時 0分

サンプル重量	=	1.1440 g	セル定数	=	10.7900 μ l/pF
セル重量	=	74.0000 g	接触角	=	130.0000 度
重量 (セル+サンプル)	=	69.9280 g	表面張力	=	484.0000 dynes/cm
全重量 (含水銀)	=	116.2650 g	初期圧力	=	0.6879 psia
セル容積	=	3.7030 cc	水銀比重	=	13.5462 g/cc
ステム容積	=	0.3870 cc	ステム使用率	=	31.5356 %

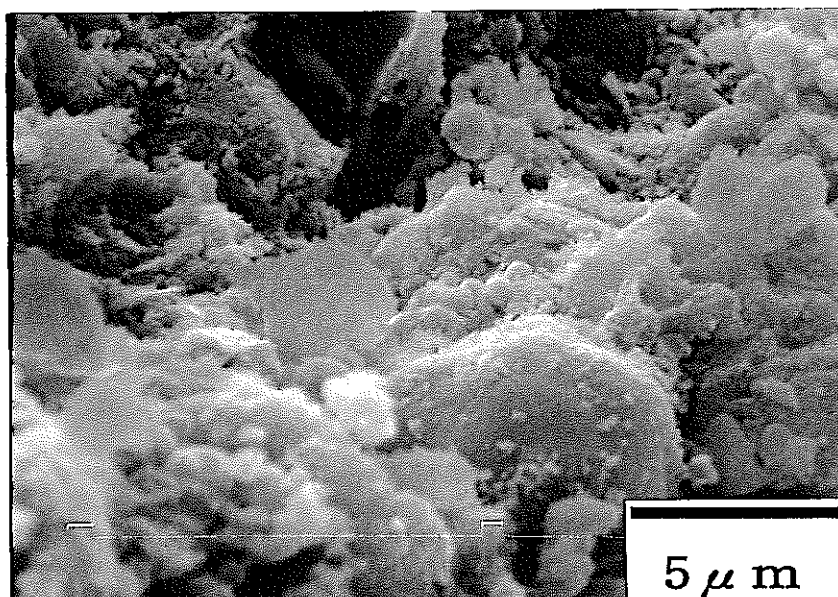
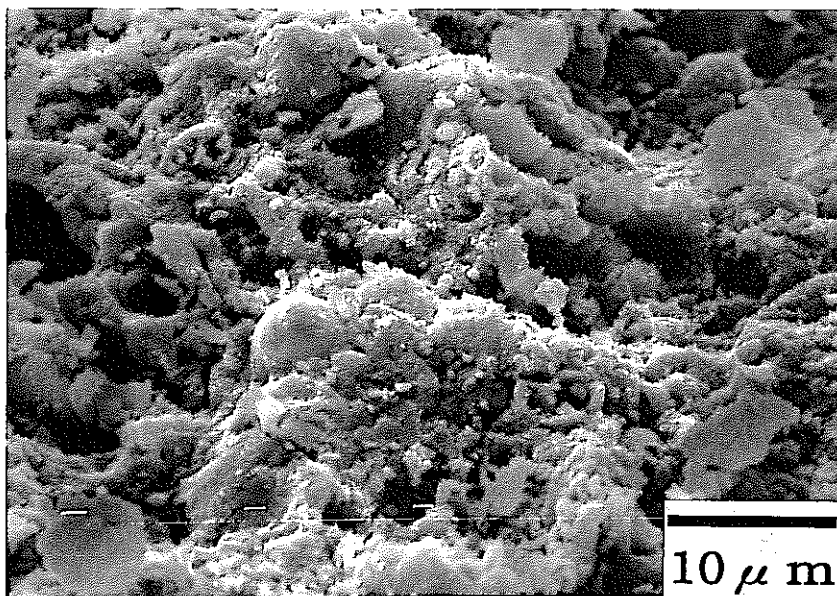
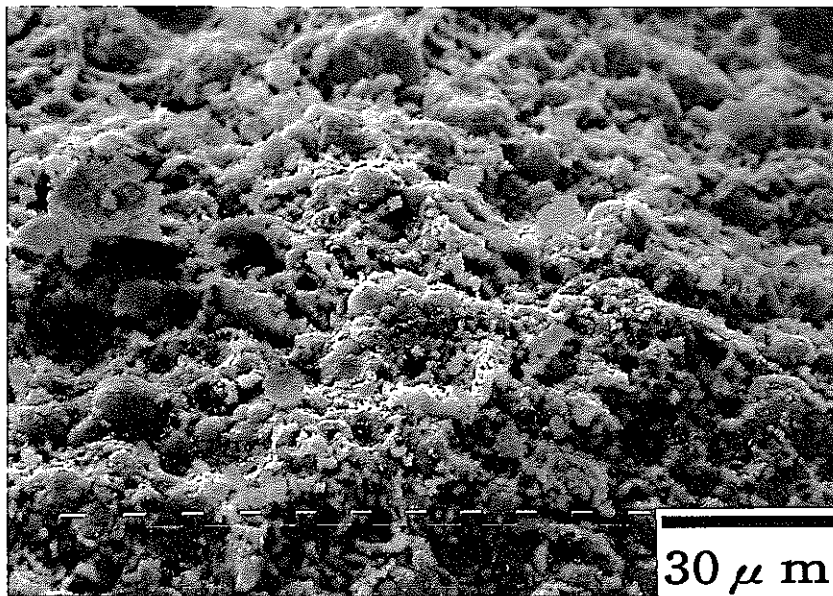
全細孔体積	=	0.1023 cc/g	< 測定モード >
全細孔表面積	=	23.6707 SQ-m/g	
メダイアン径 (体積基準)	=	0.0214 μ m	低圧 : 2
メダイアン径 (表面積基準)	=	0.0142 μ m	高圧 : 4
平均細孔直径 (4V/A)	=	0.0173 μ m	
モード径 (体積基準)	=	0.0234 μ m	
モード径 (表面積基準)	=	0.0100 μ m	
かさ密度 (比重)	=	4.0519 g/cc	
真密度 (比重)	=	6.9198 g/cc 7.3	
真気孔率	=	41.4445 %	

AD55.5

参考資料 5

圧粉体破面 S E M 写真

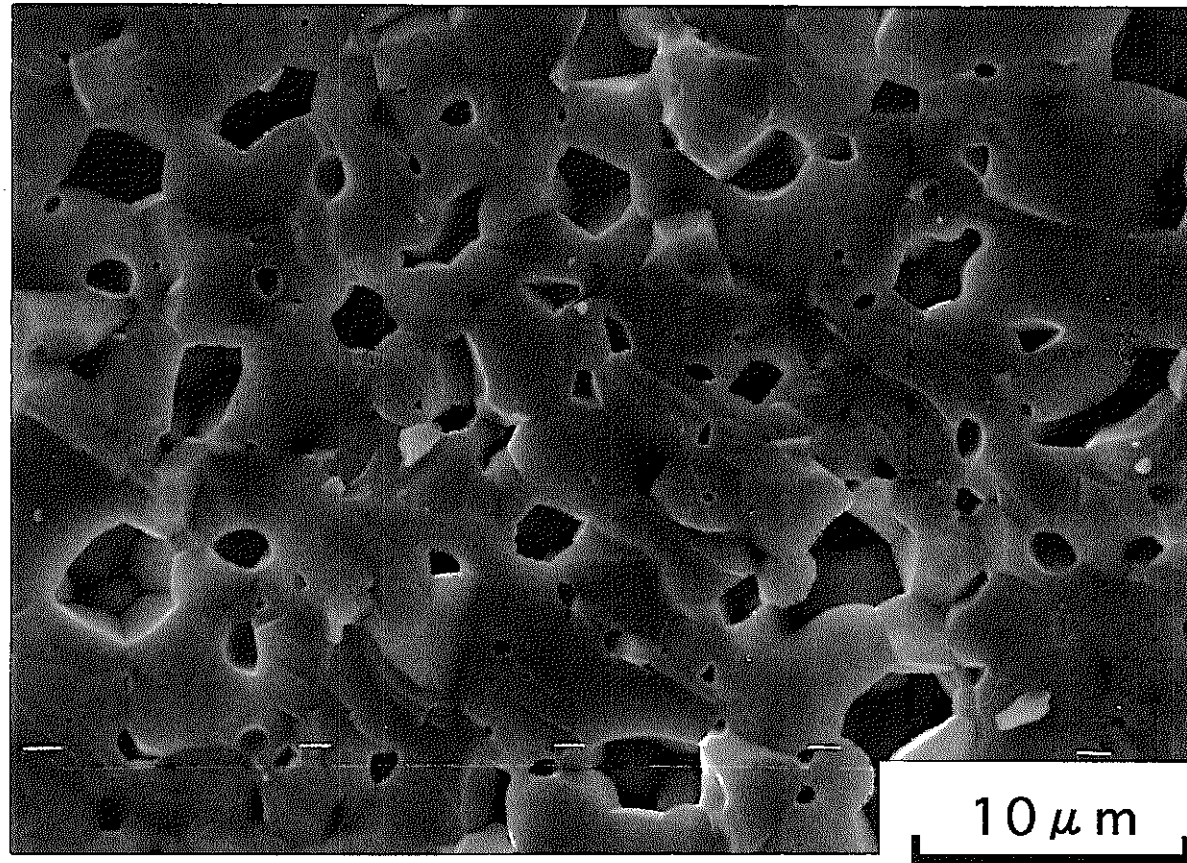
Sample No. N-8



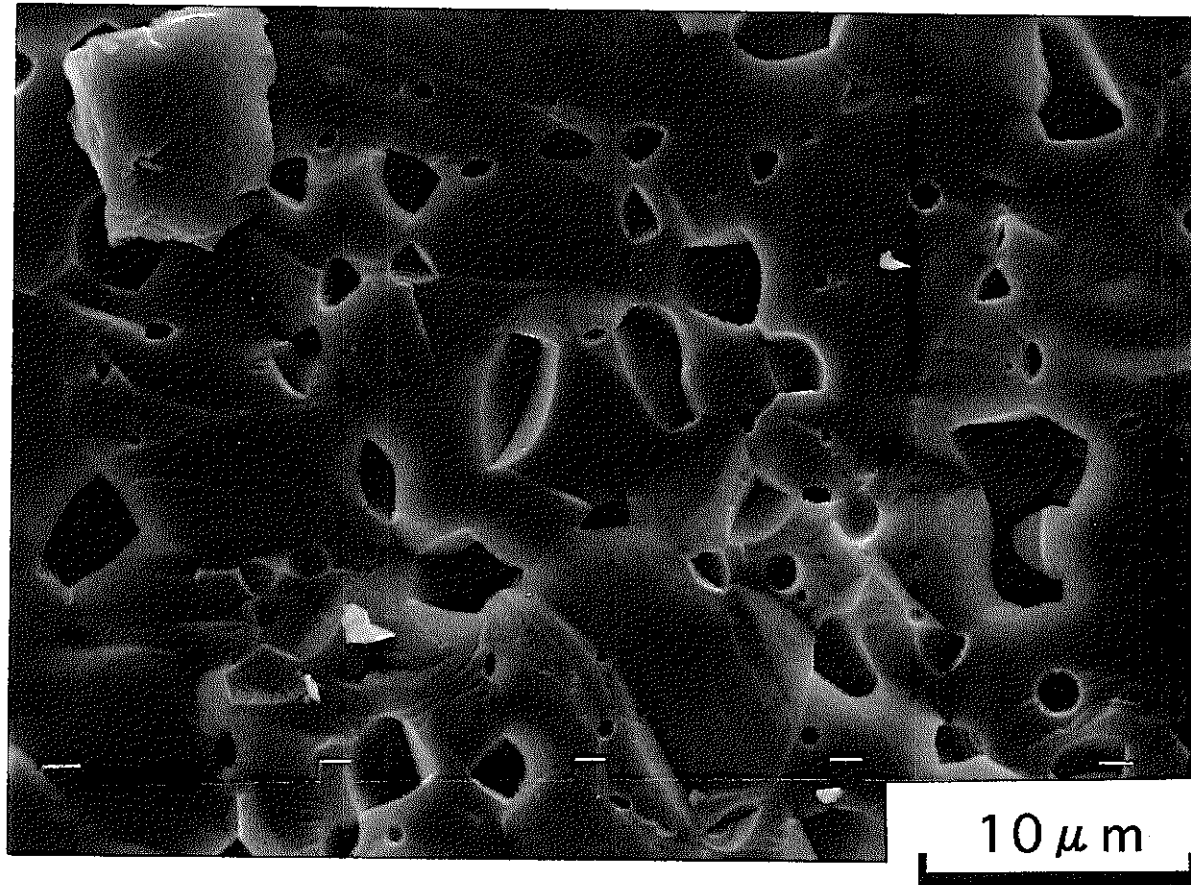
参考資料 6

焼結体破面 S E M 写真

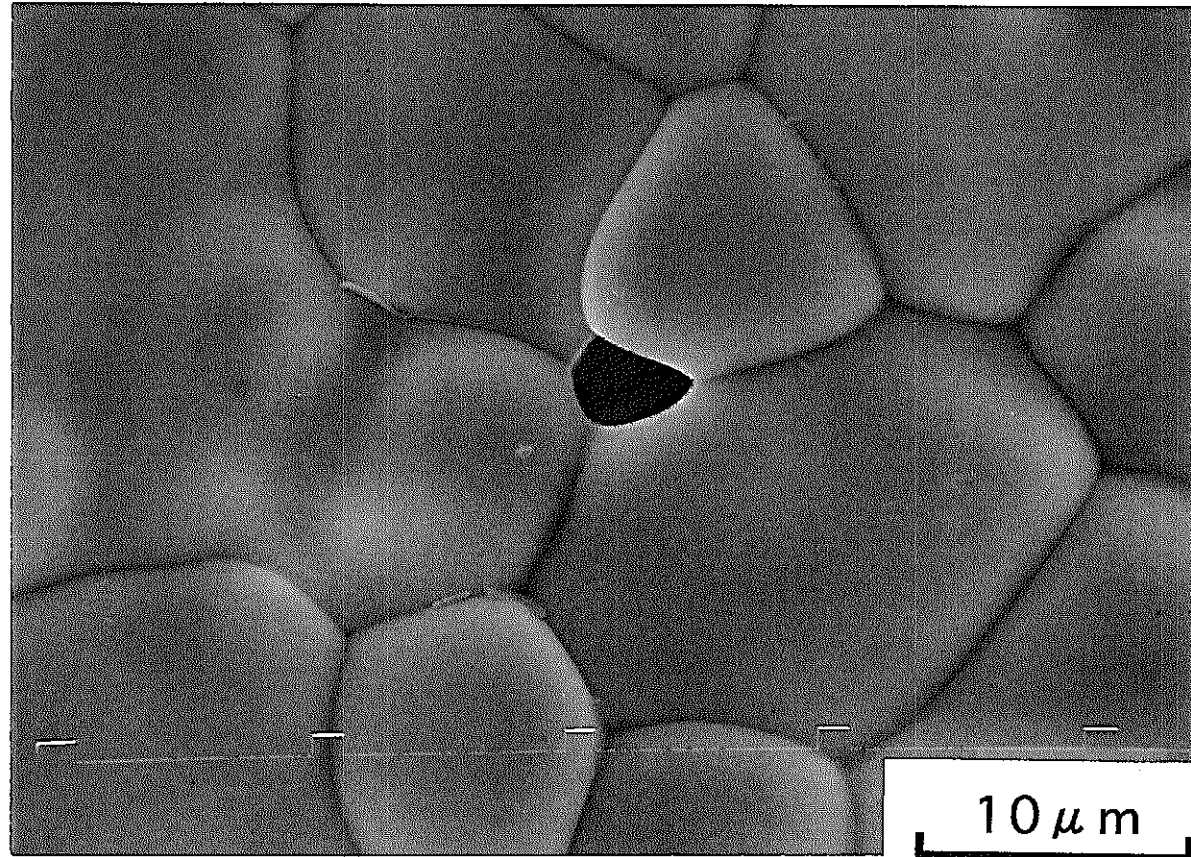
Sample No. N-5



焼結温度 ; 1500℃, 保持時間 ; 1.5時間



焼結温度 ; 1500℃, 保持時間 ; 3時間



焼結温度 ; 1500°C, 保持時間 ; 9時間