

平成 16 年度 技術部技術講習会  
「水銀圧入ポロシメータを用いた細孔径分布の測定」

機器・分析グループ 和藤 浩、前田 浩二

1. 実施日時

平成 16 年 12 月 17 日 (金) 13 時 30 分～16 時

2. 講習会場

講義(技術部室)、実習(建築学科棟 1 階・構造材料実験室内・計測室)

3. 参加者

医学部：小川 寛

工学部技術部：中村昇二、岩田剛、中川浩希、田村雅史

4. 講習内容

(1) 講義

(a)水銀圧入ポロシメータとは、(b)装置の構造、(c)装置の原理、(d)装置の仕様、(e)解析モデルの一例、  
(f)コンクリートの測定結果の一例

(2) 実習

(a)測定準備、(b)セル・サンプリングの作製、(c)低圧測定、(d)高圧測定、(e)データ処理

以下に講義で使用した資料の一部を示す。

・水銀圧入ポロシメータとは

水銀圧入ポロシメータは固体中の細孔の大きさや、その容積を測定することによって、その固体の物理的形狀の情報を得ようとするものである。

写真-1 に水銀圧入ポロシメータの装置を示す。水銀圧入ポロシメータの原理は、大抵の物質と反応せず、漏れもない水銀に圧力を加えて固体の細孔中へ圧入し、その時に加えた圧力と、押し込まれた(侵入した)水銀容積の関係を測定することにある。もちろんその前に固体細孔中の空気等の気体は完全に脱気されている必要である。

加えられた圧力と、その圧力で水銀が侵入可能な細孔径の関係は、下記の Washburn の式で導かれる。

$$D = -4\gamma \cos\theta / P$$

ここで、 $P$  は加える圧力、 $D$  は細孔直径、 $\gamma$  は水銀の表面張力 ( $480 \text{ dyne cm}^{-1}$ )、 $\theta$  は水銀と細孔壁面の接触角で通常  $140^\circ$  である。 $\gamma$ 、 $\theta$  は定数であるから Washburn の式から、加えた圧力と  $P$  細孔径  $D$  の関係が求められ、その時の侵入容積を測定することにより、細孔径とその容積分布が導かれる。

さらに PoroWin データ解析ソフトでは、この基本データをもとに、各種の解析モデルを用いて固体材料表面のナノ (nm) 領域からマイクロ ( $\mu\text{m}$ ) 領域まで 6 桁の広範囲にわたる細孔の大きさを統計的に解析することができる。

・設置場所  
工学部・建築学科棟・1 階  
構造材料実験室内・計測室

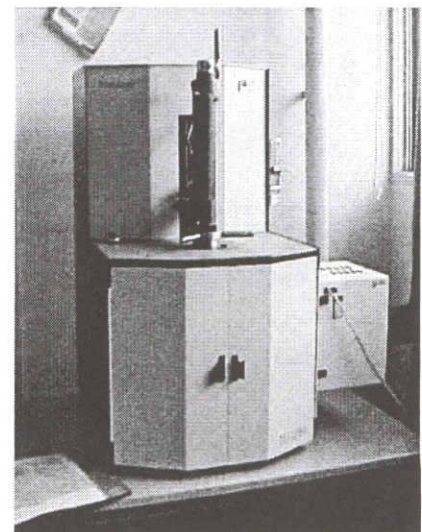
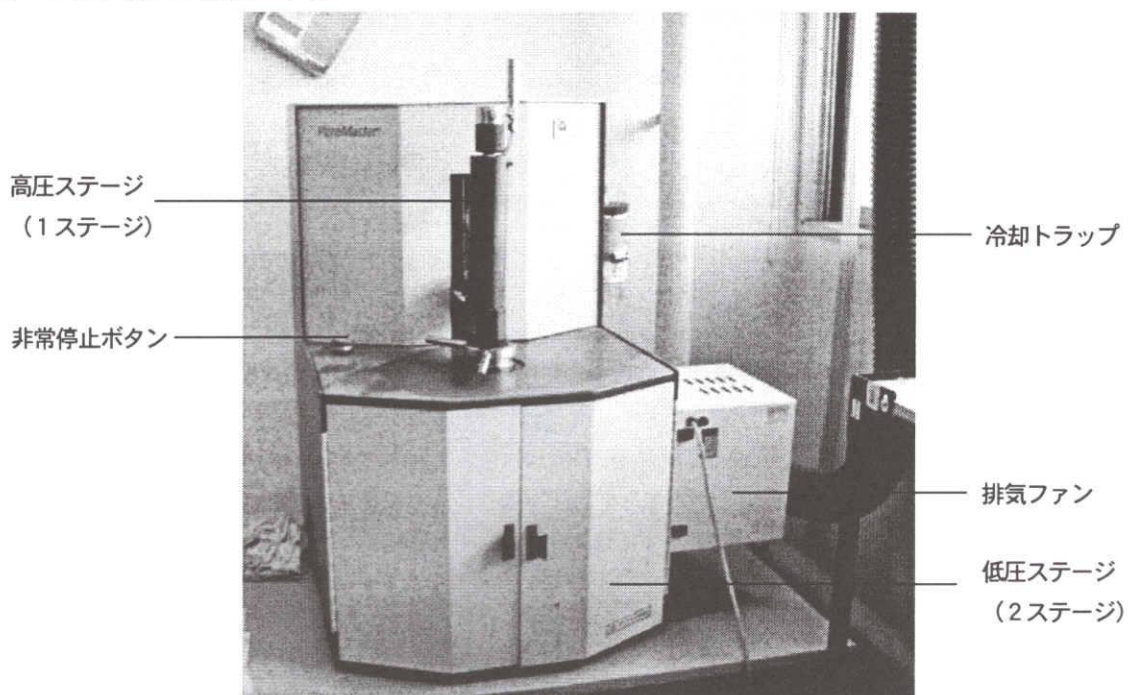
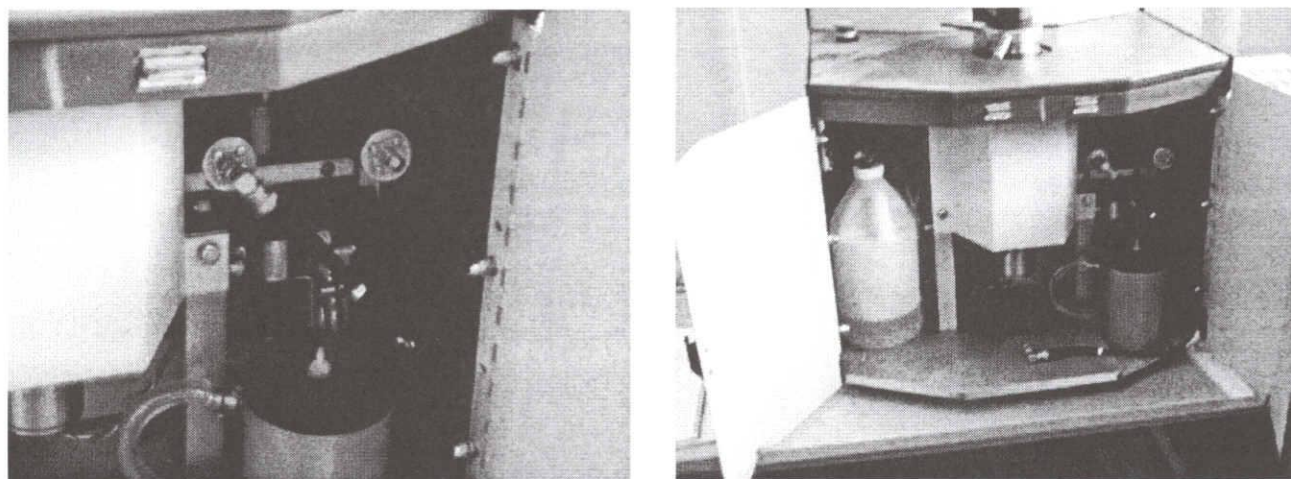


写真-1 水銀圧入ポロシメータ

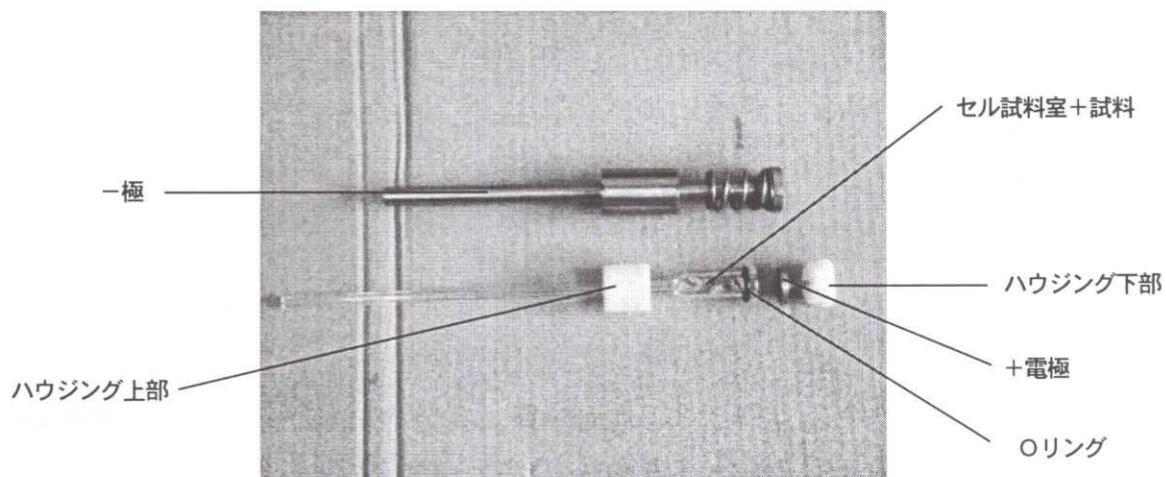
・水銀圧入ポロシメータの構造  
 写真-2に本装置の構造を示す。



(a) 全体の構造



(b) 低圧ステージ



(c) セル・アッセンブリー

写真-2 水銀圧入ポロシメータの構造

・装置の原理

図-1に水銀圧入法の原理を示す。

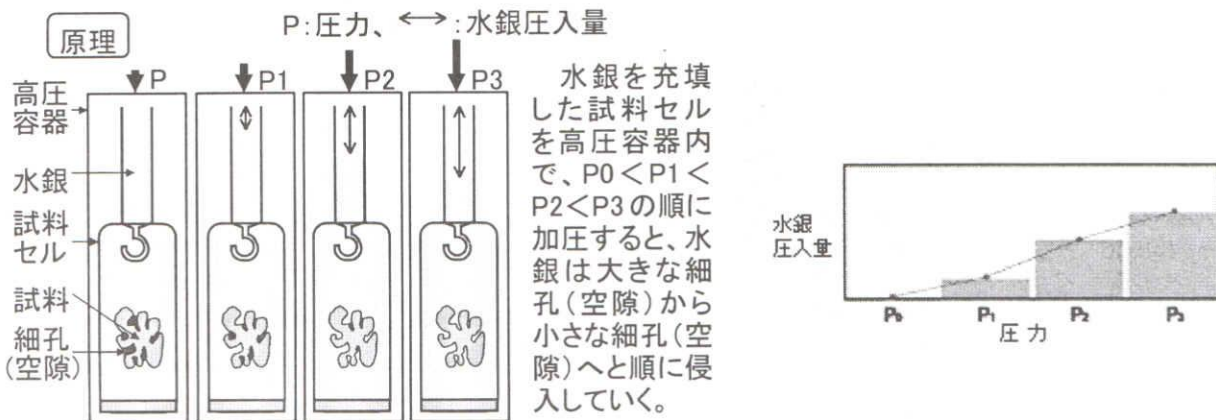


図-1 水銀圧入法の原理

・機器の仕様

測定ステーション数 低圧：2、高圧：1

測定範囲 細孔直径：3.6nm ~ 426 $\mu$ m、圧力：3.5kPa ~ 420MPa

圧力トランスデューサー 低圧レンジ、中圧レンジ、高圧レンジ

容量分解能 0.03 $\mu$ l(0.003 $\mu$ l/g)0.5ml セルシステム使用時、0.09 $\mu$ l(0.009 $\mu$ l/g)2.0ml セルシステム使用時

測定データ数 最大2,000点/回の測定

試料セル 粉末、顆粒、ペレット、成形・焼結体、有機膜、ディスクなど、全ての試料に対応

試料サイズ：最大10mm  $\phi$ ×65mm 容積3~6.5ml

：最大25mm  $\phi$ ×25mm 容積18ml (オプション)

水銀蒸気対策 水銀トラップ

標準装備 排気ファン

設置条件 電源：AC100V、50/60Hz、1kVA、周囲：温度10~45 $^{\circ}$ C、湿度10~95%

大きさ：W520×D650×H780、重さ：180kg

・コンクリートの測定結果の一例

図-2に真空処理を行ったコンクリートの細孔径分布の測定結果を図-3にコンクリートの空隙の種類を示す。

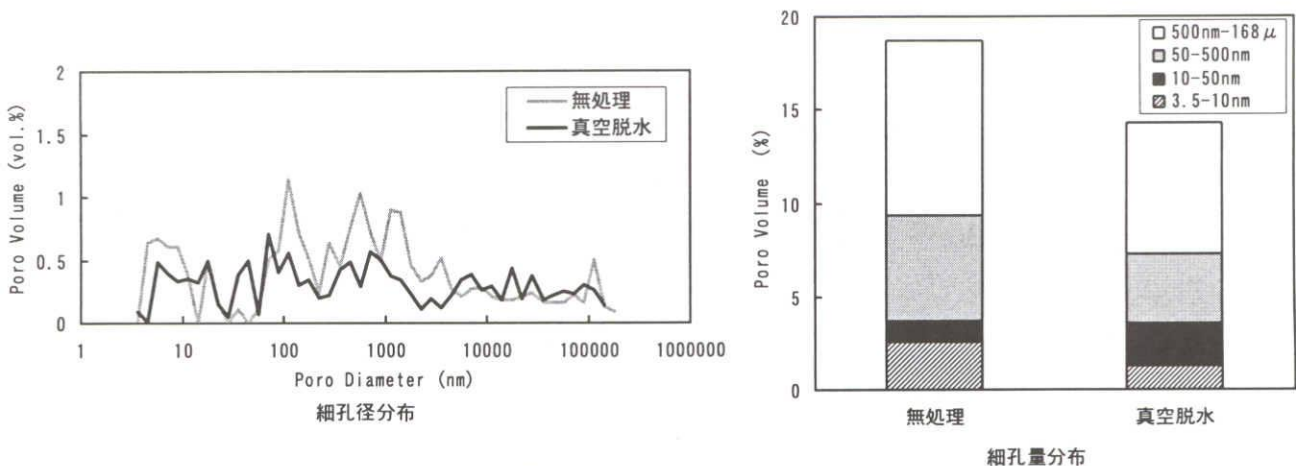


図-2 真空脱水処理を行ったコンクリートの細孔径分布

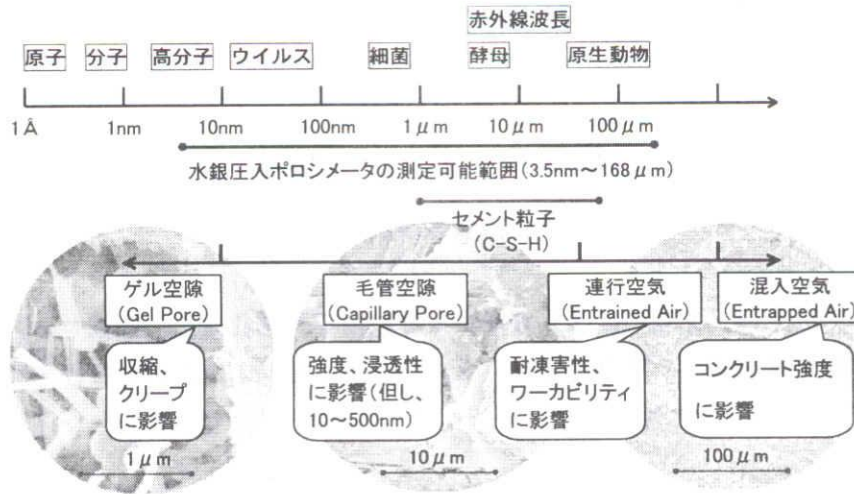


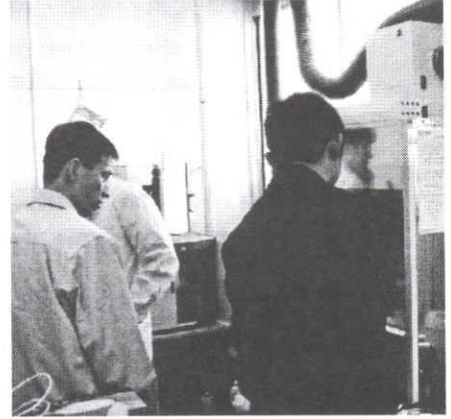
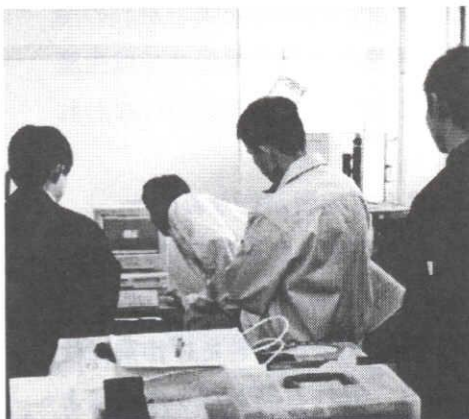
図-3 コンクリートの空隙の種類

### 5. 講習会風景

写真-3に講習会の風景を示す。



(a) 講義の風景



(b) 実習の風景

写真-3 講習会の風景