

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4201099号
(P4201099)

(45) 発行日 平成20年12月24日(2008.12.24)

(24) 登録日 平成20年10月17日(2008.10.17)

(51) Int.Cl.

G O 1 N 9/00 (2006.01)

F I

G O 1 N 9/00

Z

請求項の数 11 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願平11-213326	(73) 特許権者	000003067
(22) 出願日	平成11年7月28日(1999.7.28)		T D K株式会社
(65) 公開番号	特開2001-41872(P2001-41872A)		東京都中央区日本橋一丁目13番1号
(43) 公開日	平成13年2月16日(2001.2.16)	(74) 代理人	100081606
審査請求日	平成18年5月15日(2006.5.15)		弁理士 阿部 美次郎
		(74) 代理人	100117776
			弁理士 武井 義一
		(72) 発明者	田村 純悦
			東京都中央区日本橋1丁目13番1号 テ
			ィーディーケイ株式会社内
		(72) 発明者	小野 雅啓
			東京都中央区日本橋1丁目13番1号 テ
			ィーディーケイ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 圧粉体成型密度の測定方法及びその測定装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一定量の液体を容器に収容しはかりに載置して計量しながら、圧粉体のみ沈められていない状態で第1の計量値を得、

前記液体に圧粉体の全体を容器に接触しない状態、かつ、圧粉体の自重をはかりに計量されない状態で沈め、圧粉体を前記液体に沈めた時点を基準時点とする時間の経過と、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の計量値を得、

前記複数の計量値が時間の経過に関連付けて示す変化の傾向を前記基準時点に遡り推定して第2の計量値を得、

前記第2の計量値から前記第1の計量値を差し引き第3の計量値を得、

前記第3の計量値を前記液体の比重で除して前記基準時点に遡り圧粉体の体積に相当する前記液体の体積推定値を得て、圧粉体の重量を前記体積推定値で除して圧粉体の密度を得ること

を特徴とする圧粉体成型密度の測定方法。

【請求項2】

圧粉体を前記液体に沈めた時点を基準時点とし、予め定める所定の時間を経過してから、あるいは、はかりの計量が振れない状態になったことを判断してから、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の計量値を得る請求項1に記載の圧粉体成型密度の測定方法。

【請求項3】

10

20

計量値は時系列に直前の計量値と差を取り、この差が所定の値より負になる計量値を選択することで、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の計量値を安定と判定する、請求項 1 または 2 記載の圧粉体成型密度の測定方法。

【請求項 4】

治具と、はかりと、計算機と、ケーブルとを含む圧粉体成型密度の測定装置であって、前記治具は、
液体と、
一定量の前記液体を収容した容器と、
はかりの天秤皿を囲む支柱台と、
前記支柱台に立設し固定された支柱と、
前記支柱の上方から垂下するワイヤーと、
前記ワイヤーに吊り下げられて前記容器内の前記液体中に位置し、圧粉体を受ける網製の受け皿と、
を有しており、

10

前記はかりは、天秤皿を有しており、
前記計算機は、記憶手段を備えており、
前記ケーブルは、前記はかりと前記計算機とを接続し、
前記はかりは、前記天秤皿に載置された重さを測定値として前記ケーブルを介して前記計算機に送信し、

20

前記計算機は、
前記測定値を受信し、一定量の前記液体を収容した前記容器に圧粉体のみ沈められていない状態で第 1 の測定値を得、

前記液体に圧粉体の全体を前記受け皿に載置し沈めたとき、圧粉体を前記液体に沈めた時点基準時点とする時間の経過と、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の測定値を得て、前記複数の測定値が時間の経過に関連付けて示す変化の傾向を前記基準時点に遡り推定して第 2 の測定値を得、

前記第 2 の測定値から前記第 1 の測定値を差し引き第 3 の測定値を得、

前記第 3 の測定値を前記液体の比重で除して前記基準時点に遡り圧粉体の体積に相当する前記液体の体積推定値を得、

予め測定し前記記憶手段に記憶しておいた圧粉体の重量を、前記体積推定値で除して圧粉体の密度を得る、

30

ことを特徴とする圧粉体成型密度の測定装置。

【請求項 5】

前記液体は粘度が水の 50 ～ 200 倍の液体である請求項 4 に記載の圧粉体成型密度の測定装置。

【請求項 6】

前記受け皿は、金網製であり、金網の目の大きさが 1 mm 以上である請求項 4 又は 5 に記載の圧粉体成型密度の測定装置。

【請求項 7】

前記受け皿は、外径に対する中心が球の一部をなして凹みを構成し、（外径 / 凹みの深さ） 3 の関係を満たす、請求項 4 乃至 6 の何れかに記載の圧粉体成型密度の測定装置。

40

【請求項 8】

前記ワイヤーは、複数本であって、それぞれは、前記支柱におけるワイヤー支点から垂下し、下端が前記受け皿における別々の位置に固定され、前記受け皿を三角構造で支持する請求項 4 乃至 7 の何れかに記載の圧粉体成型密度の測定装置。

【請求項 9】

前記受け皿に 50 ～ 300 g のオモリを取り付けた請求項 4 乃至 8 の何れかに記載の圧粉体成型密度の測定装置。

【請求項 10】

前記液体は、シリコンオイルである請求項 4 乃至 9 の何れかに記載の圧粉体成型密度の

50

測定装置。

【請求項 1 1】

前記容器の載置された前記天秤皿に圧粉体を載せ、前記はかりの測定値を連続 3 回以上比較した差が前記はかりの分解能以内であれば安定と判断し、前記容器に圧粉体を加えた重さの測定値とし、

前記天秤皿に圧粉体を載せない状態にして、前記はかりの測定値を連続 3 回以上比較した差が前記はかりの分解能以内であれば安定と判断し、前記容器に圧粉体を加えない重さの測定値とし、

圧粉体を加えた重さの測定値から圧粉体を加えない重さの測定値を差し引いて圧粉体の重量を得る

10

請求項 4 乃至 10 の何れかに記載の圧粉体成型密度の測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は粉体を圧縮成型し、焼成して、所定の形状を得る製造方法に係り、複雑な形状に圧縮成型された、あるいは、圧縮成型された後に所定の個所をサンプルとして分割された、それらの圧粉体の密度の測定方法であり、なかでも取り扱いに特別な注意が不要で無公害な液体を用いること、かつ高い作業能率で測定をしようとする技術に関する。

【0002】

圧粉体を焼成し所定の形状を得ようとする、圧縮成型された圧粉体の密度の大小は焼成後の寸法の大小に影響し、圧粉体の各部分の密度のばらつきは形状を変形させ、形状や寸法の不良を発生させるために、圧粉体の各部分の密度は本技術分野において厳しく管理すべき測定数値となっている。

20

【0003】

【従来の技術】

複雑な形状に圧縮成型した、あるいは、圧縮成型した後に所定の個所をサンプルとして分割した、それらの圧粉体の密度の測定方法として、次のような技術が知られている。

【0004】

1. 液状金属による浮力法：常温で液状の金属である水銀に圧粉体を沈めると浮力を生じる、その浮力は圧粉体と同じ体積の水銀の重量に等しい、圧粉体を計量しながら水銀に沈めると浮力から圧粉体の重量を差し引いた計量値の変化がある、実際は浮力の方が勝るので圧粉体を水銀に押し込む構成とする、水銀に沈める前に計量した圧粉体の重量と計量値の変化の和で浮力が得られる、浮力を水銀の比重で除すと圧粉体の体積が得られる、圧粉体の重量を圧粉体の体積で除すと密度が得られる。しかし、本測定方法で用いる水銀は有毒物質であり、取り扱いや管理に特別な注意や手間を要し、測定に用いた試料の圧粉体は水銀が浸透して再生できないので廃棄しなければならない短所がある。

30

【0005】

2. 浸透法：圧粉体を浸透性の良いオイル（例えば灯油）に沈めて染み込ませる、所定時間経過後に取り出してオイルが染み込んだ圧粉体の重量を測定し、オイルに沈める前に計量した圧粉体の重量を差し引くと染み込んだオイルの重量が得られる、染み込んだオイルの重量を圧粉体の重量で除すと、圧粉体の単位重量あたり染み込んだオイルの重量が得られる（含油率と称することがある）、圧粉体相互で同じ所定時間経過後の含油率を比較し密度の比較に代用する、しかし、密度ではないために圧粉体の形状や材質が異なると密度の比較に代用できないことがある、また、圧粉体にオイルを染み込ませる所定時間が長く、迅速に比較したい製造現場での適用には効率が悪い技術である。

40

【0006】

3. 体積置換法：圧粉体を浸透性の良いオイル（例えば灯油）に沈めて染み込ませる、十分に染み込む時間が経過してから取り出して表面のオイルを拭き取っておく、一方、容器に同質のオイルを収容しはかりに載置して計量しながら空の吊り下げ網を所定位置までオイルに沈める、このときの計量値を基準値として留めおく、続いてオイルが染み込み表面

50

を拭き取った圧粉体を吊り下げ網に載置して前記所定位置までオイルに沈める、圧粉体は全体がオイルに沈み込む位置とする、このときの計量値から前記基準値を差し引くと圧粉体の体積に相当するオイルの重量が得られる、この重量を予め既知のオイルの比重で除すと圧粉体の体積が得られる、オイルに沈めて染み込ませる前に計量した圧粉体の重量を圧粉体の体積で除すと密度が得られる、圧粉体の比較的正確な密度が得られる利点があるが、圧粉体にオイルを十分に染み込ませて気泡が発生しなくなるまで長時間を要し（例えば半日）、圧粉体の表面を拭き取る手間が要するなど、製造現場では適用しにくい技術である。

【 0 0 0 7 】

4. その他：X線、線を用いる測定方法に、特公平6-23684、特許第2544431号、特許第263174号、特公平6-52230が知られる。電磁波を用いる測定方法に、特開平9-54048、特開平9-89807、特開平6-229984が知られる。振動を利用する測定方法に、特許第2535702号、特開平5-247922が知られる。電気抵抗による測定方法に、特開平9-170992が知られる。いずれも高価な装置であるとか、特定の材質にしか適用できないとか、大掛かりな装置になるなどの短所を有する。

【 0 0 0 8 】

【発明が解決しようとする課題】

液状金属による浮力法は比較的正確な密度が得られるが、常温で液状の金属である水銀を利用することから、この水銀が有毒物質であり、その取り扱いや管理に特別な注意や手間と費用が必要になる、また、測定に用いた資料の圧粉体は水銀が浸透して再生できないので廃棄しなければならない問題がある。浸透法はオイルを利用するので有毒物質でなく取り扱いや管理が容易であるが、圧粉体にオイルを染み込ませるために所定の時間が必要であり、比較的短い所定の時間で行う測定方法はいわゆる含油率であり圧粉体相互の密度の比較に代用する、浸透法に属する体積置換法は圧粉体の比較的正確な密度が得られる利点があるが、圧粉体にオイルを十分に染み込ませて気泡が発生しなくなるまで長時間を要し（例えば半日）、圧粉体の表面を拭き取る手間が要するなどの欠点があり、製造現場で適用すると測定装置などを止めての待ち時間が多く発生し作業能率が低下するなど問題がある。その他の測定方法について、X線、線を用いる測定方法は装置が大きく、高価であり、危険が伴う、電磁波を用いる測定方法は電磁波を吸収する圧粉体しか測定できない、振動を利用する測定方法は装置が大掛かり過ぎるし、電気抵抗による測定方法は電気を通す圧粉体しか測定できない問題がある。

【 0 0 0 9 】

本発明は、上記の点に鑑み、水銀のような有毒物質を利用することなく、取り扱いや管理に特別な注意や手間と費用が必要なく、体積置換法のように比較的正確な密度が得られても長時間を要することなく、浸透法を比較的短い所定の時間で行う測定方法はいわゆる含油率が得られるのみである欠点を改良し、短い測定時間で正確な密度が得られる測定方法及びその測定装置を提供することを目的とする。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために本発明の請求項1に記載の発明は、一定量の液体を容器に収容しはかりに載置して計量しながら、圧粉体のみ沈められていない状態で第1の計量値を得て、前記液体に圧粉体の全体を容器に接触しない状態かつ圧粉体の自重をはかりに計量されない状態で沈め、圧粉体を前記液体に沈めた時点を経験時点とする時間の経過と、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の計量値を得て、前記複数の計量値が時間の経過に関連付けて示す変化の傾向を前記経験時点に遡り推定して第2の計量値を得る、前記第2の計量値から前記第1の計量値を差し引き第3の計量値を得て、前記第3の計量値を前記液体の比重で除して前記経験時点に遡り圧粉体の体積に相当する前記液体の体積推定値を得て、圧粉体の重量を前記体積推定値で除して圧粉体の密度を得ることを特徴とする圧粉体成型密度の測定方法としている。

【 0 0 1 1 】

請求項 2 に記載の発明は、圧粉体を前記液体に沈めた時点を基準時点とし、予め定める所定の時間を経過してから、あるいは、はかりの計量が振れない状態になったことを判断してから、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の計量値を得る請求項 1 記載の圧粉体成型密度の測定方法としている。

【 0 0 1 2 】

請求項 3 に記載の発明は、計量値は時系列に直前の計量値と差を取り、この差が所定の値より負になる計量値を選択することで、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の計量値を安定と判定して得る請求項 1 または 2 記載の圧粉体成型密度の測定方法としている。

10

【 0 0 1 3 】

請求項 4 に記載の発明は、液体と、一定量の前記液体を収容した容器と、前記容器が載置された天秤皿を備えるはかりと、前記天秤皿を囲み前記はかりの架台部分に載置される支柱台と、前記支柱台に立設し固定された支柱と、前記支柱の上方から垂下するワイヤーと、前記ワイヤーに吊り下げられて前記容器内の前記液体中に位置する網製の受け皿と、記憶手段を備える計算機と、前記はかりと前記計算機を接続するケーブルとを備え、前記はかりは前記天秤皿に載置された重さを測定値として前記ケーブルを介して前記計算機に送信し、前記計算機は、前記測定値を受信し、一定量の前記液体を収容した前記容器に圧粉体のみ沈められていない状態で第 1 の測定値を得て、前記液体に圧粉体の全体を前記受け皿に載置し沈めると、圧粉体を前記液体に沈めた時点を基準時点とする時間の経過と、時間の経過に関連付けてはかりが計量する複数の測定値を得て、前記複数の測定値が時間の経過に関連付けて示す変化の傾向を前記基準時点に遡り推定して第 2 の測定値を得る、前記第 2 の測定値から前記第 1 の測定値を差し引き第 3 の測定値を得て、前記第 3 の測定値を前記液体の比重で除して前記基準時点に遡り圧粉体の体積に相当する前記液体の体積推定値を得て、予め測定し前記記憶手段に記憶しておいた圧粉体の重量を、前記体積推定値で除して圧粉体の密度を得ることを特徴とする圧粉体成型密度の測定装置としている。

20

【 0 0 1 4 】

請求項 5 に記載の発明は、前記液体は粘度が水の 5 0 ~ 2 0 0 倍の液体である請求項 4 記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

【 0 0 1 5 】

30

請求項 6 に記載の発明は、前記受け皿が、金網製受け皿であり、金網の目の大きさを 1 m m 以上とする請求項 4 記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

【 0 0 1 6 】

請求項 7 に記載の発明は、前記受け皿が、外径に対する中心は球の一部をなして凹みを構成し、（外径 / 凹みの深さ） 3 の関係を備える請求項 4 または 6 記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

【 0 0 1 7 】

請求項 8 に記載の発明は、前記支柱の上方から垂下する前記ワイヤーは、前記支柱におけるワイヤー支点から複数本のワイヤーが垂下し、垂下する複数本のワイヤーが下端で前記受け皿における別々の位置に固定し、前記受け皿を三角構造で支持する請求項 4 または 6 または 7 記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

40

【 0 0 1 8 】

請求項 9 に記載の発明は、前記受け皿に 5 0 ~ 3 0 0 g のオモリを取り付けた請求項 4 または 6 または 7 または 8 記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

【 0 0 1 9 】

請求項 1 0 に記載の発明は、前記液体が、シリコンオイルである請求項 4 または 5 記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

【 0 0 2 0 】

請求項 1 1 に記載の発明は、圧粉体の重量を測定する手段が、前記容器が載置された天秤皿に圧粉体を載せ、はかりの測定値を連続 3 回以上比較した差が該はかりの分解能以内で

50

あれば安定と判断し、前記容器に圧粉体を加えた重さの測定値とし、天秤皿に圧粉体を載せない状態にして、はかりの測定値を連続3回以上比較した差が該はかりの分解能以内であれば安定と判断し、前記容器に圧粉体を加えない重さの測定値とし、圧粉体を加えた重さの測定値から圧粉体を加えない重さの測定値を差し引いて圧粉体の重量を得る請求項4記載の圧粉体成型密度の測定装置としている。

【0021】

【発明の実施の形態】

以下、本発明に係る圧粉体成型密度の測定方法及びその測定装置の実施の形態を説明する。

【0022】

図1は測定装置1の概要を示す。測定装置1は計算機11とケーブル12と精密天秤13と治具14で構成する。計算機11は記憶手段を備えるいわゆるパソコンであり、ケーブル12を介して精密天秤13と接続する、精密天秤13はその測定値を電気的なデジタル情報に変換しケーブル12を介して計算機11に送信する、計算機11は精密天秤13からその測定値を電気的なデジタル情報として受信する、また、ケーブル12を介して、計算機11は精密天秤13からの測定値を電気的なデジタル情報として受信するタイミングを選択でき、計算機11の操作画面30から操作者が操作すると計算機11に精密天秤13の測定値を受信し、所定の計算処理を実行して計算結果である圧粉体の密度を操作画面30に表示する、計算結果は印刷したり他の計算機に送信することも可能である。

【0023】

図2は治具14とその周辺の構成を示す、すなわち、天秤皿15を囲んで支柱台17が精密天秤13の架台部分に載置される、支柱台17と天秤皿15は所定の間隔を有し干渉しない、支柱台17を円周に沿って3等分する3個所に支柱16が上下方向に立設し固定する、この3個所の支柱16は同一形状をしており、上部は円形の天秤皿15の中心軸方向に直角に曲げ、その曲げた部分にワイヤー留め穴19を有する。一方、天秤皿15の上面に板18を載置し、板18の上面に一部を断面図にして中が見えるように示す容器20を載置する、板18を介して容器20が天秤皿15に載る構成である、板18は突出部分181を有し、かつ板18は支柱台17や支柱16と干渉しない、突出部分181に圧粉体を載置すると圧粉体の重さが天秤皿15に伝わり計量することができる、容器20には液21を所定の量に収容する、液21は例えばシリコンオイルが適しているが他のオイルでもよい、容器20に収容する液21中にオモリ25と金網製受け皿23を一体に吊り下げる、オモリ25は例えば50～300gとするのがよい、前記ワイヤー留め穴19にワイヤー24の上端を固定し、各々2本ずつ垂下する下端をオモリ25の円周に複数設けた留め具26に固定する、各々のワイヤー留め穴19から垂下する各々2本のワイヤー24は、下端で距離を広げて別々の留め具26に固定する、記号Wを付して示す説明用の点線が示すごとくワイヤーの三角構造を構成する、ワイヤー24はオモリ25と金網製受け皿23を容器20の底に平行かつ所定の距離を保ち支持する、ワイヤーの三角構造はオモリ25と金網製受け皿23の揺れを防ぐ構造である。

【0024】

図3は計算機11の操作画面30を示す。操作画面30には次の表示窓がある、液の温度を表示31と作業指示表示窓33と入力データ表示窓36と出力表示窓38とである。また、画面上でカーソルを合わせて操作できる次の操作ボタンがある、液温の調整ボタン32とスタートボタン34と中止ボタン35と終了ボタン37とである。

【0025】

上記した本発明の測定装置1が課題を解決する方法を説明する、従来はオイルを利用すると測定に長時間を要する圧粉体の体積が短時間で得られることにある、すなわち、圧粉体をオイルに沈めて十分に染み込ませるには長時間を要する、それは、圧粉体をオイルに沈めると圧粉体の有する空隙にオイルが浸透するが、空隙には空気が存在しオイル中に気泡となって排出し、そこにオイルが浸透し空隙を満たすのに長時間を要するからである、このことは圧粉体の全体を一定量のオイルに沈めると、オイルは圧粉体の容積に相当する量

10

20

30

40

50

が増えたようになる、しかし、圧粉体の有する空隙にオイルが浸透するに従って圧粉体の容積に相当する量が減少するようになる、そこで、一定量のオイルを容器に収容しはかりに載置して計量しながら、そこに圧粉体の全体を沈めるが圧粉体自体は容器に接触しないようにする、そうすることによって、圧粉体の容積に相当するオイルの量が容器の中で増えたのと等価の状態が生じる、その結果、はかりは圧粉体の容積に相当するオイルの量が増えた計量を示すことになる、ところが、圧粉体はオイルに沈めると直後から気泡を出して一旦増やしたオイルの量を減少するようになる、知りたい圧粉体の体積はオイルに沈めて気泡が出る直前のオイル増量等価分に示されるはずであるが、圧粉体をオイルに沈めた時点はその衝撃ではかりの計量が振れてしまう、とても計量できる状態ではない、はかりの計量が振れない状態になるころにはすでにオイルの減少が始まっている、そこで、圧粉体をオイルに沈めた時点からの時間の経過と、はかりの計量が振れない状態になったことを判断してから、オイルの減少を示すはかりの計量を時間の経過に関連付けた複数の計量値として得る、この時間の経過に関連付けた複数の計量値から回帰分析の手法を適用し、圧粉体をオイルに沈めた時点のオイル増量等価分を推定する、このオイル増量等価分こそ圧粉体の外形が示す体積である、オイルに沈める前に測定した圧粉体の重量を体積で除すと密度が得られる、この方法は圧粉体にオイルが浸透する始めの段階で適用でき正確な密度が短時間で得られる。

10

【 0 0 2 6 】

具体的な測定の手順を説明すると、まず、測定装置 1 の治具 1 4 の容器 2 0 に液 2 1 としてシリコンオイルを所定量になるまで収容する、続いて、計算機 1 1 を起動し操作画面 3 0 が表示された状態にする、次に精密天秤 1 3 を起動する、精密天秤 1 3 は天秤皿 1 5 に載置された板 1 8 や容器 2 0 や液 2 1 の重量を測定し、その測定値を電氣的なデジタル情報として計算機 1 1 に送信する、計算機 1 1 はケーブル 1 2 を介して精密天秤 1 3 から 0 . 1 秒間隔で測定値を受信する、計算機 1 1 の操作画面 3 0 では測定装置 1 が送信する測定値を計算機 1 1 で受信する操作ができ、操作画面 3 0 の表示窓から測定値や設定値や推定計算値を見ることができる、始めに手作業で温度計を液 2 1 に挿入して温度を測定する（常時測定し計算機 1 1 に送信してもよい）、操作画面 3 0 の液の温度を表示 3 1 に液 2 1 の温度が表示されるよう、液温の調整ボタン 3 2 の上矢印と下矢印を操作して測定した液 2 1 の温度に一致させる。作業指示表示窓 3 3 に「試料を板の上に置き、Start ボタンを押す」表示が出る、圧粉体を板 1 8 の突出部分 1 8 1 に載置しスタートボタン 3 4 を操作すると、作業指示表示窓 3 3 に「待ちなさい」の表示が出る、精密天秤 1 3 は板 1 8 や容器 2 0 や液 2 1 の重量に圧粉体の重量を加えた測定値を送信し、計算機 1 1 は 0 . 1 秒間隔で受信した測定値と過去 3 回の計 4 個の測定値を比較し、受信した測定値と過去 3 回の測定値との差が 1 m g 以内であれば安定と判定する（精密天秤 1 3 の分解能 1 m g 以内を安定と判定する）、この計算と判定を計算機 1 1 は作動中に 0 . 1 秒間隔で実行する、そうして、受信し安定と判定された測定値を第 1 の測定値として計算機 1 1 の中の記憶装置に記憶する。

20

30

【 0 0 2 7 】

次に、作業指示表示窓 3 3 に「試料を持ち上げなさい」の表示が出る、圧粉体を板 1 8 の突出部分 1 8 1 から持ち上げると、作業指示表示窓 3 3 に「待ちなさい」の表示が出る、精密天秤 1 3 は板 1 8 や容器 2 0 や液 2 1 のみの重量の測定値を送信し、計算機 1 1 は 0 . 1 秒間隔で受信した測定値と過去 3 回の計 4 個の測定値を比較し、受信した測定値と過去 3 回の測定値との差が 1 m g 以内であれば安定と判定する、この例で 1 m g は精密天秤 1 3 の分解能に相当する、この計算と判定を計算機 1 1 は作動中に 0 . 1 秒間隔で実行する、そうして、受信し安定と判定された測定値を第 2 の測定値として、計算機 1 1 の中の記憶装置に記憶する。続いて、計算機 1 1 は記憶装置に各々記憶した第 1 の測定値から第 2 の測定値を引き算する、この引き算で得られた値が圧粉体の重量であり、計算機 1 1 の中の記憶装置に圧粉体の重量として記憶する。

40

【 0 0 2 8 】

続いて、作業指示窓 3 3 に「試料を投入しなさい」の表示が出る、圧粉体を容器 2 0 に収

50

容した液 2 1 の中に投入し金網製受け皿 2 3 の上に載置する、圧粉体を液 2 1 の中に投入する作業は慎重を要する、圧粉体を液 2 1 の液面にそっと置くようにしてから離すようにする、圧粉体は液 2 1 の中に自重で沈み金網製受け皿 2 3 の上に載る、しかし、圧粉体が液 2 1 の液面に与える衝撃、圧粉体が液 2 1 の中を通過するときの液面の揺らぎ、圧粉体が金網製受け皿 2 3 に当接し安定した姿勢で載置するまでの衝撃、そうした不安定な状態は正確な測定値を得られない、計算機 1 1 は圧粉体が液 2 1 の中に投入された時点と判断するが、時系列に 3 個の測定値と現在の測定値の差を取り、時系列に差が 1 m g 以下に連続し始めた時点基準時点とする、基準時点から 3 秒間 (0 . 1 秒間隔で 3 0 個) の測定値は回帰分析に使用しない。また、3 秒経過すると測定値を回帰分析に使用すべく計算機 1 1 の中の記憶装置に記憶するが、圧粉体が金網製受け皿 2 3 に安定した姿勢で載置しても、液 2 1 の揺らぎによる測定値の変動があり常に回帰分析に使用できるかどうかを判断する、すなわち、時系列に直前の測定値と受信した測定値の差を取り、時系列に差を一時記憶し、そして、一時記憶した差が直前に記憶した差と 1 m g より負になる連続した測定値について、計算機 1 1 の中の記憶装置に回帰分析に使用する測定値として記憶する。

10

【 0 0 2 9 】

計算機 1 1 は基準時点から 3 秒以上 1 0 秒までの回帰分析に使用する測定値を記憶する、全部で 7 0 個の測定値が得られ、回帰分析に使用するかどうかを判断されるので、実際は回帰分析に使用する測定値として約 6 0 ~ 7 0 個の測定値が計算機 1 1 の中の記憶装置に記憶される、その後、時間の経過を基準にして測定値を配列し、配列した測定値の変化の傾向を計算し、変化の傾向を基準時点に遡り推定値を得る回帰分析を行う、この推定値が圧粉体を液 2 1 に沈めて気泡が発生する前の液 2 1 増量等価分が加わった測定値を推定していると考えられる、推定値から板 1 8 や容器 2 0 や液 2 1 のみの重量測定値を示す第 2 の測定値を計算機 1 1 の記憶装置から呼び出し差し引くと、基準時点に遡り気泡が発生する前の液 2 1 増量等価分の重量推定値が得られる、この液 2 1 増量等価分の重量推定値を液 2 1 の比重で除すと液 2 1 増量等価分の体積推定値が得られる、これがすなわち圧粉体の体積推定値と見なすことができる、液 2 1 の比重は液の温度を表示 3 1 の温度における比重が使われる。そうして、圧粉体の重量を計算機 1 1 の記憶装置から呼び出し圧粉体の体積推定値で除すると圧粉体の密度が得られる。

20

【 0 0 3 0 】

ここで精度の高い圧粉体の密度を得るためには良い測定値を得る必要があり、良い測定値を得るためには、圧粉体を液 2 1 に投入直後の液面の動きを早く静めること、圧粉体が液面や金網製受け皿 2 3 に当接した衝撃を早く減衰させる必要があり、圧粉体の姿勢が金網製受け皿 2 3 上で早く安定する必要がある、そこで、圧粉体投入直後の液面の揺れを早く減衰させるために液 2 1 は粘度が水の 5 0 ~ 2 0 0 倍の液体を用いるのがよい、液 2 1 の粘度が低ければ早く減衰しないし、液 2 1 の粘度が高いと測定後に圧粉体に付着し液 2 1 から取り出すときに垂れ下がってしまう。また、圧粉体の金網製受け皿 2 3 の金網の目が大きい方が圧粉体投入直後の液 2 1 の動きを妨げず早く減衰した、このため金網製受け皿 2 3 の金網の目の大きさを 1 m m 以上とするのがよい、また、金網製受け皿 2 3 はオモリ 2 5 と接する外径を備え、外径に対する中心は容器 2 0 の底の方向に球の一部をなして凹みを構成する、この形状は圧粉体が当接し姿勢を安定するために重要である、すなわち、(外径 / 凹みの深さ) 3 が最適な構成である。さらに、支柱 1 6 からワイヤー 2 4 で吊り下げられ圧粉体を載置する金網製受け皿 2 3 について、上下運動、ねじれ運動、前後左右の揺れがあると、液 2 1 が動かされ正確な測定ができず圧粉体の密度の精度が悪くなる、金網製受け皿 2 3 の上下運動を少なくするために、金網製受け皿 2 3 に 5 0 g 以上のオモリ 2 5 を取り付け、予め金網製受け皿 2 3 を下向きに引っ張ることで上下運動を少なくできた、ねじれ運動、前後左右の揺れで金網製受け皿 2 3 が揺れ難いように、支柱 1 6 から吊り下げるワイヤーが記号 W を付して示す説明用の点線が示すごとく三角構造を構成すると揺れ難くなった。

30

40

【 0 0 3 1 】

以上に説明した測定装置 1 の構成と、測定装置 1 を用い説明した測定方法により、回帰分

50

析に使用するかどうかを判断された測定値から回帰分析され計算された密度は、十分に信頼にたえる精度の高い密度のデータになった。また、一般的に重量を測定するときは事前にはかりの目盛りを 0 にして、それから試料を載せて重量を測定しているが、測定のたびに目盛りを 0 にする手間がかかる、しかし、能率よく作業をしようとするために、ここに測定装置 1 を用い説明した測定方法は測定のたびに目盛りを 0 にする手間は不要である。液 2 1 はその温度変化により比重が変化するが、液 2 1 の温度を測定し圧粉体の体積推定値を計算するときに温度補正を組み込み、さらに、液 2 1 は温度と比重の相関関係が明確であり、かつ温度に対して比重が変化しにくい例えばシリコンオイルを使用して、温度変化、経時変化の影響を少なくした。

【 0 0 3 2 】

10

【発明の効果】

以上説明したように、従来、液状金属による浮力法である水銀を用いる測定方法は比較的短い測定時間と比較的高い精度が得られ、例えば、圧粉体の密度を得る所要時間は 30 秒～1 分程度であり、精度は圧粉体により多少異なるが $\pm 1.35\%$ 程度であった、しかし、本発明の測定方法及びその測定装置によれば、水銀を使わないので取り扱いや管理に特別な注意や手間と費用を必要としない液体を利用でき、しかも、水銀を用いる測定方法より短い測定時間と高い精度が得られる、例えば、圧粉体の密度を得る所要時間は 10 秒程度であり、精度は圧粉体により多少異なるが $\pm 0.5\%$ 程度である、所要時間は $1/6 \sim 1/3$ に短縮でき、精度はより良いという効果がある。また、従来の浸透法や体積置換法は取り扱いや管理に特別な注意や手間と費用を必要としない液体を利用するが、浸透法は所要時間を短くすると圧粉体相互で含油率を比較し密度の比較に代用する程度であり、体積置換法はある程度の精度が得られるが、圧粉体の密度を得る所要時間は例えば半日と長く、また、圧粉体の表面に付着した液体を拭き取る手間が要る、しかし、本発明は体積置換法と同じかより良い精度が得られ、しかも、圧粉体の密度を得る所要時間は 10 秒程度であり、体積置換法の所要時間が半日であることと比べものにならないくらい短いという効果がある。また、本発明は従来その他に知られる手段と比較して高価な装置でなく、圧粉体の特定の材質にしか適用できないこともなく、大掛かりな装置になることもない効果がある。

20

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の測定装置の構成図。

30

【図 2】 治具 1 4 とその周辺の構成図。

【図 3】 計算機 1 1 の操作画面 3 0 を示す。

【符号の説明】

- 1 測定装置
- 1 1 計算機
- 1 2 ケーブル
- 1 3 精密天秤
- 1 4 治具
- 1 5 天秤皿
- 1 6 支柱
- 1 7 支柱台
- 1 8 板
- 1 8 1 突出部分
- 1 9 留め穴
- 2 0 容器
- 2 1 液
- 2 3 金網製受け皿
- 2 4 ワイヤー
- 2 5 オモリ
- 3 0 操作画面

40

50

フロントページの続き

(72)発明者 平林 啓

東京都中央区日本橋1丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

審査官 高 見 重雄

- (56)参考文献 実開昭63-063750(JP,U)
特開昭62-235541(JP,A)
特開平04-364441(JP,A)
特開昭62-134541(JP,A)
特公平06-023684(JP,B2)
特許第2544431(JP,B2)
特公平06-052230(JP,B2)
特開平09-054048(JP,A)
特開平09-089807(JP,A)
特開平06-229984(JP,A)
特許第2535702(JP,B2)
特開平05-247922(JP,A)
特開平09-170992(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 9/00