改良型ヘリウム置換法によるナノポーラスカーボンの密度測定のための空管容積の温度補正

Temperature Calibration of Empty Tube Volume for Density Measurement of Nanoporous Carbon by Improved Helium Pycnometry

長岡技科大(院)[1]、ヒューズ・テクノネット[2]
°(M1)工藤 悠人[1]、(M2)菅間 由紀乃[1]、小松 啓志[1]、津田 欣範[1,2]、齋藤 秀俊[1]
Nagaoka Univ. Tech.[1], Fuse Technonet.[2]
°Yuto Kudo[1], Yukino Kanma[1], Keiji Komatsu[1], Yoshinori Tsuda[1,2], Hidetoshi Saitoh[1]
E-mail: hts@nagaokaut.ac.jp

【緒言】本研究室では、ナノポーラスカーボン(NPC)のような極めて高いガス吸着性を有する多孔質材料の正確な真密度を測定する新しい方法として、改良型ヘリウム置換法を提案している [1)]。従来真密度測定に用いられるヘリウム置換法で NPC の体積を求める場合、NPC がヘリウムを吸着することにより正確な密度を算出することができていない [2)]。また、ヘリウム置換法で測定する密度は、空の試料管容積(空管容積)および試料の体積が温度の微小変化により変化するため、真密度とは異なる値になる。より真密度に近い値を測定するために、体積測定時の温度の微小変化が空管容積や試料体積に及ぼす影響を補正し、恒温下で体積を測定する方法を確立する必要がある。本研究では、ヘリウム置換法を用いて恒温条件で測定した圧力から空管容積を算出する際、同時に測定した温度の項を式に組み込むことで空管容積の温度補正を試みた。

【実験方法】Figure 1 に示す装置を用いて、以下の手順で空管容積を測定した。空の試料管にヘリウムを導入し、30 分間試料管圧力(P_2)を測定した。接続弁を閉じてから導入管のヘリウム圧力を 0.1 MPa に調整し、30 分間導入管圧力(P_1)を測定した。続いて、接続弁を開放し、30 分間平衡圧(P_e)を測定した。試料管に導入するヘリウムの圧力は 0.4、0.5、0.6、0.8、1.0 MPa と変化させ、各相対圧(P_2/P_1)での測定を 3 回ずつ行った。測定温度は 313K に設定した恒温水槽内で一定とし、圧力測定と同時に温度測定も行った。測定した圧力、温度から空管容積を算出し、各相対圧における平均値をその圧力における温度補正後の空管容積とした。

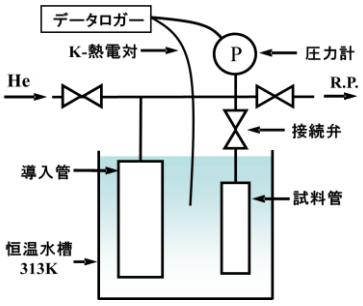

Fig.1. Schematic of the apparatus for measuring density.

【結果と考察】測定した圧力には±0.0006 MPa、温度には±0.5 K の微小変化があった。圧力、温度の測定値の微小変化はどちらも正規分布に従うことから、30 分間の測定の平均値を測定値の代表値として選択し、空管容積の算出に用いた。改良型ヘリウム置換法による密度測定では、NPC のヘリウム吸着による影響を考慮するため、ヘリウム置換法で空管容積、試料体積を求めるときの導入圧を段階的に変化させる。その結果、Fig.2 に示すように相対圧が高いほど空管容積が小さくなる傾向が得られた。ボイルの法則に従う結果が得られたことから、空管容積をより正確に測定することができたと思われる。

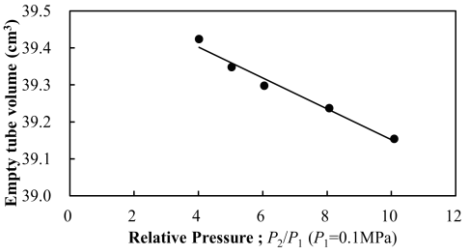

Fig.2. Empty tube volume value at relative pressure

1) 朱 傑他、第 76 回応用物理学会秋季学術講演会 15p-2K-7(2015).
2) A. Alonso et al., *Carbon* **44** 441-446 (2006).

© 2016年 応用物理学会