改良型ヘリウム置換法によるグラファイト粉の真密度測定

Density Measurement of Graphite Powder 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]、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】従来、真密度測定に用いられているヘリウム置換法で、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真密度を測定する場合、NPC がヘリウムガスを吸着することにより、正確な真密度を算出することができない [1)]。そこで、本研究室ではこのような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[2)]しており、改良型ヘリウム置換法による真密度測定装置を作製した。この装置で試料の正確な真密度の測定が可能であることを証明するため、グラファイト粉の真密度を測定し、グラファイトの理論密度(2.266 g/cm^3)と比較した。

【実験方法】Figure 1 に示す装置を用いて、以下の手順でグラファイト粉(高純度化学株式会社製、純度 99.7%)の真密度を測定した。試料管にグラファイト粉を充填した後、真空加熱(100Pa、150℃)して 2 時間脱ガスを行った。系全体にヘリウムガスを導入し、試料管圧力(P_2)を測定した。接続弁を閉じてから、導入管のヘリウムガス圧力を 0.1 MPa に調整し、導入管圧力(P_1)を測定した。続いて、接続弁を開放し、試料管と導入管のヘリウムガス圧力が一定になったときの圧力(平衡圧; P_e)を測定した。P_2 を 0.2 MPa から 1.0 MPa の間で段階的に変化させ、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 298 K に設定した恒温水槽内で一定とした。圧力は 0.5 秒間隔で 30 分間測定し、その平均値を代表値とした。測定した圧力(P_1、P_2、P_e)の代表値から各相対圧での密度を算出した。

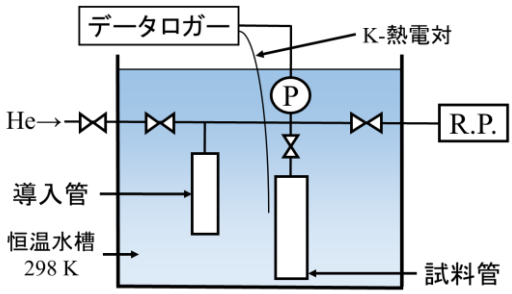

Fig.1 Schematic of the apparatus for measuring density.

【結果と考察】横軸に相対圧、縦軸に算出した密度をプロットしたグラフを作成した結果、Fig.2 に示すように傾きが 0 に近い直線が得られた。改良型ヘリウム置換法における真密度(ヘリウムが吸着しない時の密度)は、この直線において相対圧が 0 の時の密度である。Fig.2 より、グラファイト粉の真密度は 2.256 g/cm^3 である。また、黒鉛密度(2.266 g/cm^3)との差は 0.01 g/cm^3 だった。以上より、本研究室で作製した改良型ヘリウム置換法による真密度測定装置では、±0.01 g/cm^3 以内の精度で正確な真密度測定ができることがわかった。

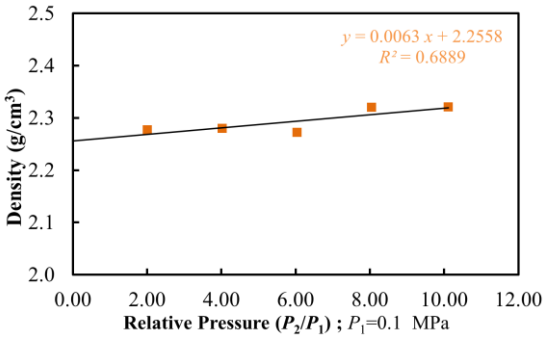

Fig.2 Density value of Pure Carbon at each relative pressure.

1) A. Alonso et al., *Carbon* **44** 441-446 (2006).
2) 工藤 悠人 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会 14a-A36-3(2016).