

## ●ガス吸着測定装置による真密度測定

TN498

### True Density Measurement with Gas Adsorption Measuring Device

#### [概要]

定容法によるガス・蒸気吸着測定は、一定温度下における吸着前後の圧力差によって、試料表面に対するガスの吸着量や脱離量を求める手法です。吸着前後の圧力差は、開閉バルブに接続された容積既知の2容器間内でガスを拡散させることで取得します (Fig. 1)。試料管部分の容積は、試料管のサイズや試料量によって変化します。このため、吸着測定を行う度にヘリウムガスを用いて容積を計測します。この容積を計測する工程を利用することで、試料を大気に曝露させずに粉体の真密度または見かけ密度を測定することが可能です。本手法では、最大 4cm<sup>3</sup>分の試料量で測定することができます。

なお、本稿における真密度と見かけ密度の定義は、次の通りです。真密度とは、質量と物質自身からなる体積から求められる密度値とし (Fig. 2 ( a )), 粉体に閉鎖孔といったヘリウムガスが侵入できない領域が存在すると思われる場合は、見かけ密度とします (Fig. 2 ( b ))。

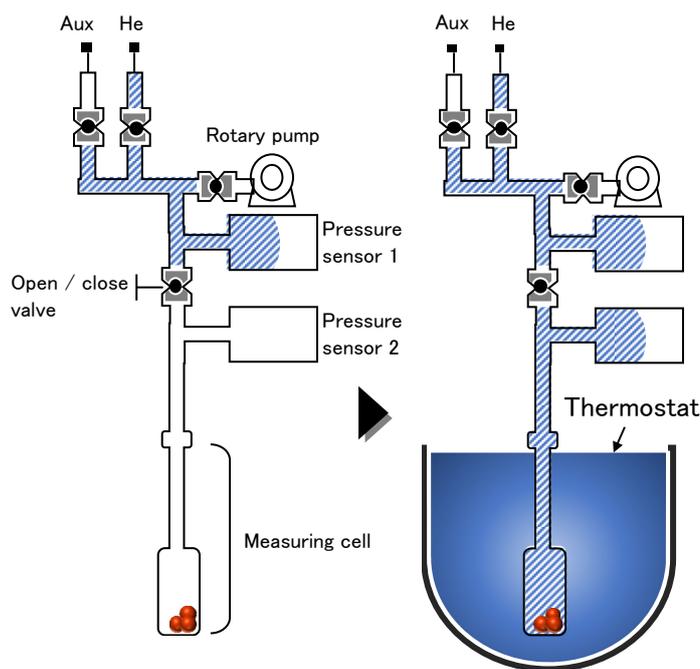


Fig. 1 Schematic diagram of adsorption measurement

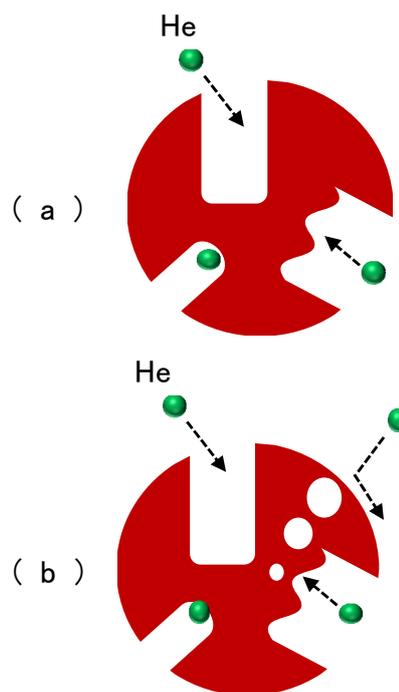


Fig. 2 Definition of true density in the article

#### [手法]

ヘリウムガスを用いて測定セルのみの容積を 40 °Cに制御された水槽内で測定します。その後、容積を計測した測定セルに試料を充填し、測定セル内の容積を測定します。空の測定セルのみの容積から試料が充填された測定セルの容積を差し引いて試料の体積を算出し、使用試料重量を試料の体積で割ることで真密度を計算します。

試料表面に水分などが残存している場合は、予め加熱真空乾燥を行います。測定セルへ試料を充填する際、外気と遮断された状況での作業が可能となるように設計された密栓容器 (グローブボックス) を使用すると、不活性雰囲気を保った状態で測定することが可能です。

## [事 例 1]

### ガス吸着測定装置を用いた真密度測定の妥当性確認

真鍮は、亜鉛と銅の合金で、その比率によって密度値は異なります。亜鉛の密度が  $7.134 \text{ g/cm}^3$  で、銅は  $8.96 \text{ g/cm}^3$  です<sup>1,2)</sup>。真鍮球をガス吸着測定装置 (BELSORP-Max) で測定した結果、真密度が  $7.75 \text{ g/cm}^3$  となりました。この値は、ピクノメータを使用したヘリウム置換法による結果と水銀圧入法による測定結果とも同程度の値です (Table 1)。本装置を用いた測定の再現性を考慮すると、本測定結果は妥当であると判断できます。



Fig. 3 Appearance of brass balls

Table 1 Comparison of three methods for true density of brass balls

Measuring method	Number of measurements	True density ( $\text{g/cm}^3$ )	Average value ( $\text{g/cm}^3$ )
Gas adsorption	N=1	7.75	7.75
	N=2	7.74	
Helium substitution	N=1	7.67	7.68
	N=2	7.69	
Mercury intrusion	N=1	7.76	—

## [事 例 2]

### 測定セルの容積を変えた真密度測定

密度  $7.7 \text{ g/cm}^3 \sim 7.9 \text{ g/cm}^3$  のステンレス球を  $4 \text{ cm}^3$  の測定セルに 8 割程度充填して測定した結果、 $7.76 \text{ g/cm}^3$  という結果が得られました。 $2 \text{ cm}^3$  や  $0.5 \text{ cm}^3$  の測定セルに最大容量分の試料を充填して測定した場合は、 $4 \text{ cm}^3$  のセルを用いた結果に比べ、わずかながら低い値となりました (Table 2)。この結果から、供試料が多いほど、測定誤差は小さく、測定セルのみの容積と試料充填時における測定セルの容積差が小さいほど測定誤差は小さくなることが考えられます。

Table 2 Effect of cell volume changes on true density

Measuring method	Measuring cell capacity ( $\text{cm}^3$ )	True density ( $\text{g/cm}^3$ )
Gas adsorption	4	7.76
	2	7.62
	0.5	7.61



Fig. 4 Measuring cell for gas adsorption method

## [文献]

- 1) Royal society of chemistry : Periodic Table, available from <https://www.rsc.org/periodic-table/element/30/zinc>, (accessed 2020-9-30).
- 2) Royal society of chemistry : Periodic Table, available from <https://www.rsc.org/periodic-table/element/29/copper>, (accessed 2020-9-30).

## [キーワード]

かさ密度、窒素吸着、粒度分布、粒子密度、気体置換法、凝集体、粉体、品質、多孔性、微細構造