**3.固体の密度測定**

　固体の密度ρは、その質量Ｍと体積Ｖを何らかの方法で求められれば、ρ=M/Vから求められる。ただ、質量に比べて、体積の測定は、細孔の有無とか、吸気体・液体・固体の有無に影響されて、その精度は低い。つまり、体積測定の精度が、得られた密度の精度を左右する。特にセラミックス分野で見られる結晶体は、数Å～104Åの径をもつ細孔が存在し、よって固体の真密度ρt以外に見かけ密度ρaあるいは嵩密度ρbを知る必要がある。ここでρt、ρa、ρbは次のように定義される。

　図１に示したように、重さＷの試料を本来の固体（その体積Vs）と、表面に向かってあいている細孔（その体積Vo）と、表面に向かって閉じている細孔（その体積Vc）からなるとみるとき

嵩密度  （１）

見かけ密度  （２）

真密度  （３）

図１ バルク体の気孔モデル

のように表される。また、その固体の体積に占める気孔（閉気孔率、開気孔率）をＰで表すと

全気孔率  （４）

閉気孔率  （５）

開気孔率  （６）

**準備と注意**

乳鉢、乳棒、時計皿、をピクノメーター（本体と栓の番号が一致していうるものを用いる）を超音波洗浄し、110℃の乾燥器に入れる。

　真空ポンプを止めないこと。担当者が止める。もし止めることがあったら必ずリークを行うこと。これを怠るとオイルが逆流してポンプが故障する。もしオイルを逆流させたらオイル除去、清掃、補充してもらいます。再始動に３時間要す。

**実験**

**嵩密度測定**

1. 試料を直方体の形にサンドペーパーで加工する。
2. 試料を約110℃の乾燥器中で20分乾燥する。
3. 乾燥器から試料を取り出し５分間空冷する。
4. 試料の重量（**Ｗd**）を天秤で秤量する。
5. 試料の体積はノギスで縦、横、高さを測って式（１）から嵩密度ρb（g/cm3）を求める。

**見かけ密度の測定**

* この実験は天秤の秤量時で水を扱うことになるが、こぼさないように十分に注意すること。こぼした場合は速やかにふき取ること。

1. ビーカーに蒸留水と試料を入れる。
2. ビーカーを真空デシケーターに入れ、20分間脱気する。
3. 図２のようにセットし、天秤のリセットボタンを押す。
4. ピンセットを用いてフックに試料をのせ、水中重量（**Ｗw**）を測る。
5. 水温を温度計で測る。
6. 式（７）を用いて見かけ密度を求める。

  **（*g/cm3*）** （７）

 ***Ｗw***：水中の試料の重量

図２ 水中重量のセッティング

 ***ρw***：その温度における水の密度

表１　水の密度表**真密度測定**

　固体の密度の求め方には種々あるが、本実験では、比重瓶（ピクノメーター）法を用いる。

　ピクノメーター法とは図３に示すピクノメーターの栓の先端まで濃度既知の溶液を入れ、これに固体試料を入れたときに排除された液体の重さを天秤で測定することで、試料の体積、従って密度を測ろうとする方法である。液体としては、１）固体を溶解しない、２）固体表面をよくぬらす、３）密度が既知であることが必要である。ここでは蒸留水を用いる。

図３ ピクノメーター

1. ピクノメーター、乳鉢、乳棒、時計皿を乾燥器から取りだし、試料を110℃で約１時間乾燥する。乾燥後、乳鉢でよく粉砕する（指で触ってもざらつかない程度）。時計皿に移し110℃で20分乾燥させる。
2. ピクノメーターの重量を量る。
3. パラフィン紙を敷き、ピクノメーターに乾燥した試料を入れる。（こぼしたら敷いてあるパラフィン紙で再び試料を入れる）
4. ピクノメーター外部に付いた試料を落とし、重量（ピクノメーター＋試料）を量り、乾燥した試料の重量（**Ｗ2**）を算出する。
5. 蒸留水を試料の高さの倍まで入れ、蒸留水となじませる。
6. 蓋をせずに真空デシケーターに入れ、真空ポンプで約20分脱気し、粉末中に存在する気泡を除去する。この時、急激に減圧すると沸騰して試料が飛散するので、試料の状態をチェックしながら、減圧速度を調整する。
7. ウォーターバスの電源（ヒーター及びスターラー）を入れ、25～30℃に保持する（別のピクノメーターに水を入れ温度計を挿入する。この温度を用いること）。
8. ビーカーに蒸留水を約150ml入れ、ウォーターバスで温める。
9. デシケーターより取り出し、比重瓶の首まで蒸留水を入れ、蓋をして一定温度に保たれたウォーターバスに入れ20分保持する。
10. ウォーターバスから取り出し、栓の上面まで蒸留水を満たす。
11. 再度、ウォーターバスに入れ１分保持する。
12. 取り出して外側をガーゼでよくふき取り重量（**Ｗ3**）を求める。
13. ピクノメーターをきれいに洗って、温めてある蒸留水で比重瓶を満たし、ウォーターバスに入れ５分保持し⑩～⑪の操作を行い、重量（**Ｗ1**）を求める。
14. **Ｗ1**、**Ｗ2**、**Ｗ3**から式（８）を用いて真密度ρtを求める。
15. 器具の後片付け、洗浄、実験台を水拭きする。

  **（*g/cm3*）** （８）

**演習**

演習１

実験方法『見かけ密度の②』のようにポンプで気圧を下げると水が冷える理由を答えよ。

演習２

式（１）、（２）、（３）を用いて、式（４）、（５）、（６）をρb、ρa、ρtからなる式にせよ。

演習３

演習2から求めた式を用いて全気孔率、閉気孔率、開気孔率を求めよ（小数第２まで）。

（気孔率がマイナスになった場合は原因を考察すること。）

演習４

単結晶であれば、Ｘ線解析などの手段で格子定数（***ａ***、***ｂ***、***ｃ***、***α***、***β***、***γ***）単位格子中の分子数Ｚ、モル重量Ｍ、体積Vを知ることで次式から真密度ρtは正確に求められる。

  （９）

 ***NA****：Avogadro数*

4-1

面心立方構造（a=4.087Å）のAg単結晶のρtおよび単位結晶構造図を求めよ。

4-2

六方最密充填構造（a=3.209Å、c=5.211Å）のMg単結晶のρtおよび単位結晶構造図を求めよ。

4-3

体心立方構造（a=5.025Å）のBa単結晶のρtおよび単位結晶構造図を求めよ。

4-4

ダイヤモンド構造（a=5.430Å）のSi単結晶のρtおよび単位結晶構造図を求めよ。

演習５

各記号の大きさを記入せよ。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 記号 | 名称 | 大きさ |  | 記号 | 名称 | 大きさ |  | 記号 | 名称 | 大きさ |
| k | kilo | 　 |  | M | mega | 　 |  | G | giga | 　 |
| μ | micro | 　 |  | d | desi | 　 |  | h | hecto | 　 |
| c | centi | 　 |  | n | nano | 　 |  | T | tera | 　 |
| p | pico | 　 |  | m | milli | 　 |  | f | femto | 　 |

演習６

ピクノメーター法以外の比重の測定法について調べよ。

 添字 *a : apparent b : bulk c : close d : dry*

 *o : open s : solid t : true w : water*