

島津試験 CSC ニュース No.197

シリカゲルの細孔分布と細孔水の融解の測定

シリカゲルは、表面に多数のシラノール基をもつ多孔性の物質で、吸湿性に富むなどの性質を持っているため、吸湿剤やクロマトグラフィーのカラム充填剤などに広く使用されています。今回、3種類のシリカゲルについて、細孔分布および比表面積をガス吸着法にて測定を行い比較しました。さらに細孔内に吸着した水の融解温度は細孔径によって変化することが知られているため、DSC（熱分析）を用いた吸着水分の融解過程のデータも比較しました。

◆測定装置

- ・自動比表面積／細孔分布測定装置トライスター3000（図1）

3ポート独立同時測定が可能で、窒素ガスで $0.01 \text{ m}^2/\text{g}$ の高感度測定が可能です。また等温ジャケットの採用により約30時間の連続無人運転が可能です。

- ・示差走査熱量計 DSC-60（図2）

$1 \mu\text{W}$ 以下のノイズレベルを実現した高感度DSCです。また、電気冷却機の付加により液体窒素等の冷媒を使わずに $-50 \sim 500^\circ\text{C}$ の範囲で、簡便に加熱、冷却のコントロールが可能です。

1. 細孔分布の測定結果

3種のシリカゲルA、B、Cをトライスター3000で測定したときの細孔分布曲線を図3に示しました。また、測定値を表1にまとめました。



図1 トライスター 3000



図2 DSC-60

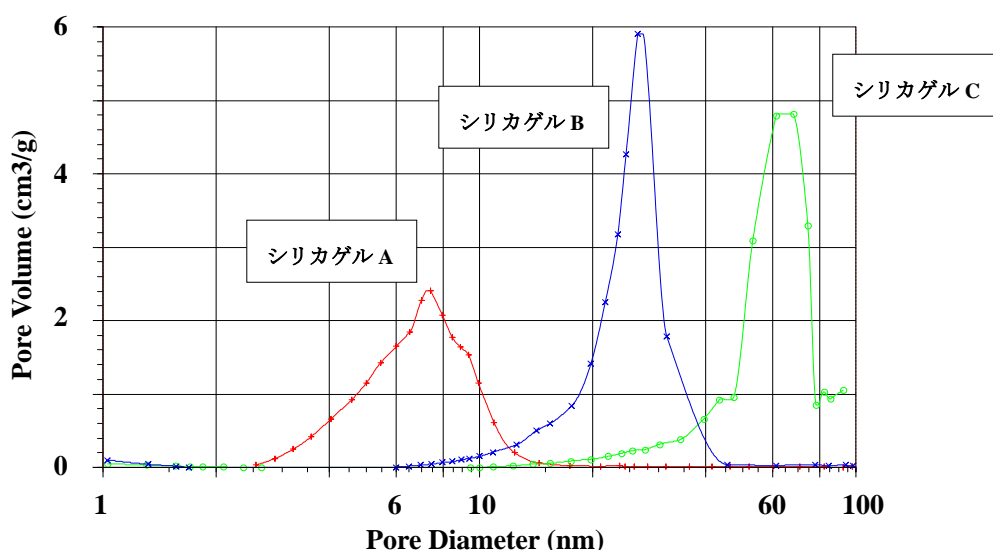


図3 dV/dlogD 細孔分布曲線(吸着側)

表1より3種のシリカゲルでは細孔容積には大きな差はみられませんが、細孔口径のモード値(モード径)はA、B、Cの順に、比表面積はその逆の順に大きくなっていることがわかります。シリカゲルの吸着特性を比較する上で有用な情報を提供します。

表1 測定値

試料名称	全細孔容積 cm ³ /g	比表面積 m ² /g	モード径 nm
シリカゲルA	0.74	378	7.4
シリカゲルB	1.00	180	26
シリカゲルC	0.95	90	65

2. 細孔水の融解温度の測定 (DSC)

細孔分布測定に用いたものと同じシリカゲルA、B、Cに、乾燥重量に対しほぼ同量の水分を吸着させDSC-60で-40℃程度まで冷却後、加熱しました。各試料とも2つの融解ピークが測定されていますが、低温側が細孔内の水の融解、高温側が細孔外の水(表面水)の融解に相当すると考えられます。シリカゲルA、B、Cの順に細孔内の水の融解ピーク温度が高温側に現れています。細孔内の水は細孔径小さくなるほど融点が降下する(低温で観察される)と考えられており、細孔分布測定の結果(モード径)とよく一致しています。このようにDSCで細孔水の融解を測定し、ガス吸着法による細孔分布測定と相関のある結果が得られました。

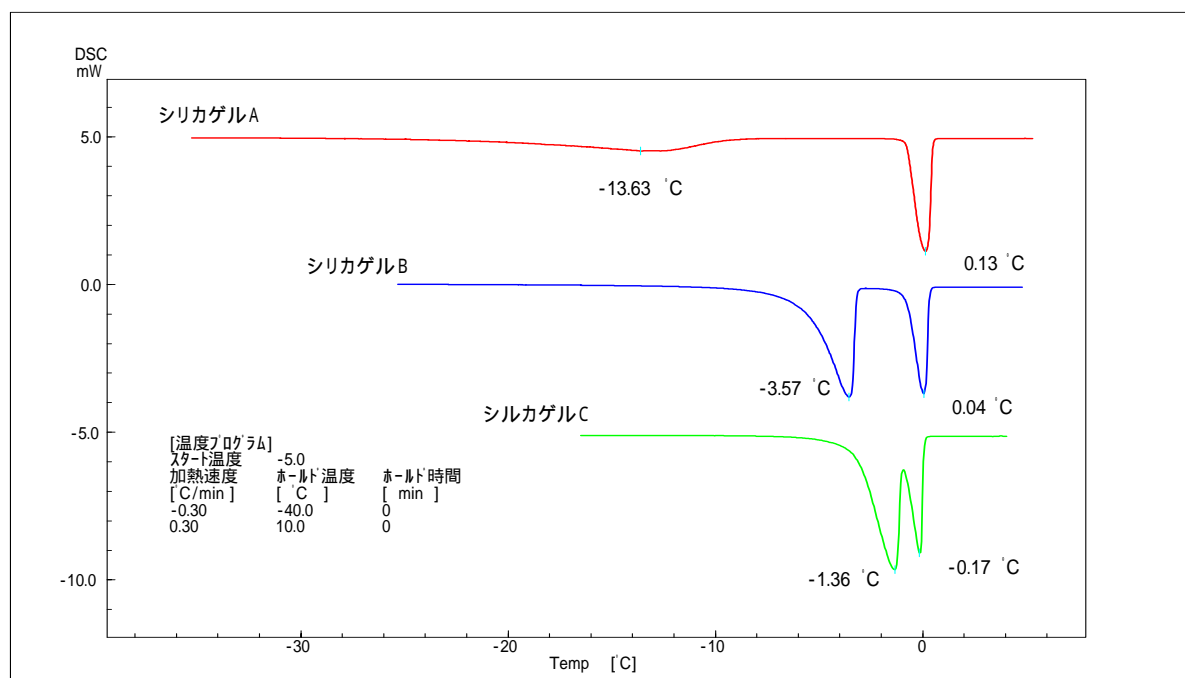


図4 DSC 測定結果