

島津試験 CSC ニュース No.260

混合試料の比表面積/細孔分布測定

ガス吸着法は、比表面積や、メソポア（開口部 2nm～50nm）からマイクロポア（同 2nm 以下）領域の細孔分布の測定手法として、また水銀圧入法は、メソポアからマクロポア（同 50nm 以上）領域の細孔分布の測定手法として、それぞれ普及しています。

今回はこのガス吸着法、水銀圧入法で比表面積/細孔分布の異なるシリカアルミナとカーボンブラックの単体と、両者の混合試料の測定を行い、その定量性について評価してみました。

1. ガス吸着法による比表面積・細孔分布測定

測定装置としてトライスター3000（図1）を使用しました。

シリカアルミナ、カーボンブラック、混合試料(混合比 1 : 1)の測定結果を図2、図3、表1に示します。図2の吸着等温線から混合試料が2種類の試料のほぼ中間値を示し、図4の細孔分布では混合試料が2種類の試料の特徴を重ね合わせた分布となっているのがわかります。表1の比表面積や全細孔容積でも、混合試料のそれは、2種類のそれぞれのほぼ平均値になっています。



図1 トライスター3000

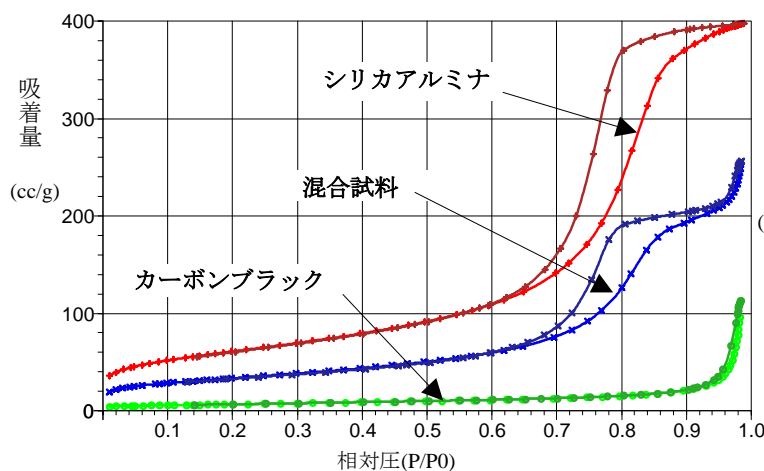


図2 吸脱着等温線

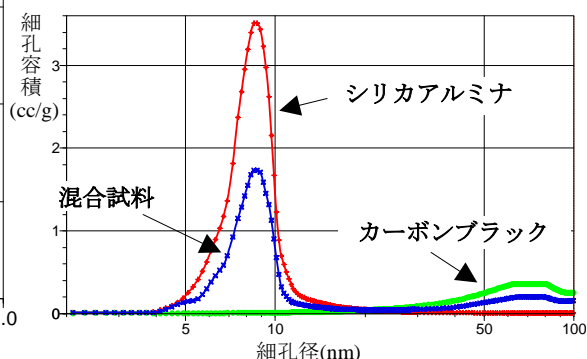


図3 dV/dlogD 細孔分布

表1 トライスター3000による測定結果

試料名称	全細孔容積 cc/g (相対圧約 0.98)	比表面積 m ² /g (BET 多点法)	モード径 nm (BJH 法脱着側)
シリカアルミナ	0.613	217	8.6
カーボンブラック	0.130	24.2	72
混合試料	0.367	119	8.6、72

2. 水銀圧入法による細孔分布測定

オートポアIV9520 (図 4) による細孔分布測定結果を、図 5、図 6、表 2 にそれぞれ示します。こちらの結果でも、混合試料の細孔分布が 2 種類の細孔の中間値を示していることが図 5 の圧入状況から見て取れます。図 6 も同様に 2 種類の特徴を重ね合わせたものになっています。混合比は、ガス吸着の時と同様に 1:1 です。気孔率も 2 種類の平均値に近い結果となりました。

水銀圧入法による測定では 3nm~90 μm までの広範囲の測定を行っています。また比表面積計算においては、圧入体積を円筒細孔モデルにしたがって側面積として計算し積算していますので、細孔容積にしても比表面積にしてもそのままでは (ガス吸着法のそれとは) 一致しません



図 4 オートポアIV9520

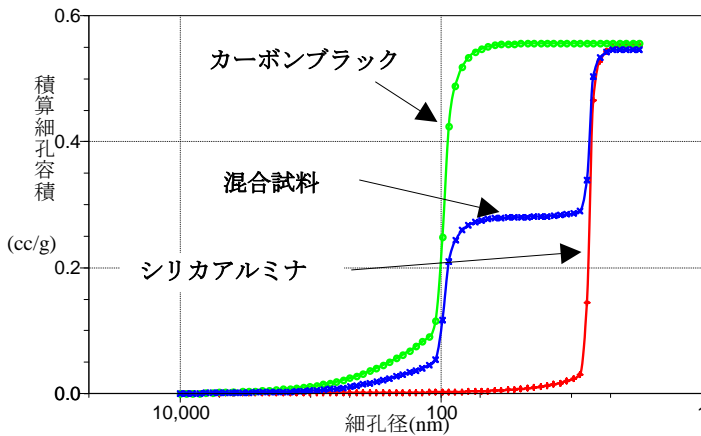


図 5 積算細孔分布

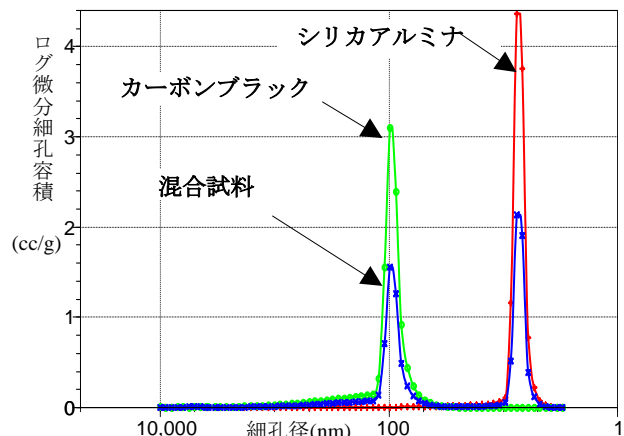


図 6 dV /dlogD 細孔分布

表 2 オートポアIV9520 による測定結果

試料名称	全細孔容積 cc/g	細孔比表面積 m ² /g	モード径 nm	気孔率 %
シリカアルミナ	0.55	300	7.5	61.7
カーボンブラック	0.56	22.5	96	49.0
混合試料	0.55	15.9	7.5、96	52.7

3. まとめ

トライスター3000 (ガス吸着法)、オートポアIV9520 (水銀圧入法) いずれの装置であっても、細孔径の異なる 2 種類の試料とその混合試料を正確に測定することが出来ました。このことは、両方の手法が、例えば“多孔体における細孔径の制御・細孔容積の制御”や“使用前後の細孔容積の変化の比較”、“混合試料の挙動予測”などの目的に、充分有効に機能することを示しています。

*本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の島津 Web で閲覧できます。
初版発行: 2006 年 10 月