

粉体材料の分析手法について

1. はじめに

吸着剤や触媒をはじめとする粉体材料は同じ組成であっても粒子の形状や大きさ、また細孔の分布などが変わると性能が異なってきます。そのため、粉体材料を扱う上で粒度分布や細孔分布を知ることは非常に重要となってきます。粒度分布や細孔分布を測定する手法には図1に示すように、粒子径や細孔径の違いによっていくつかの手法があります。

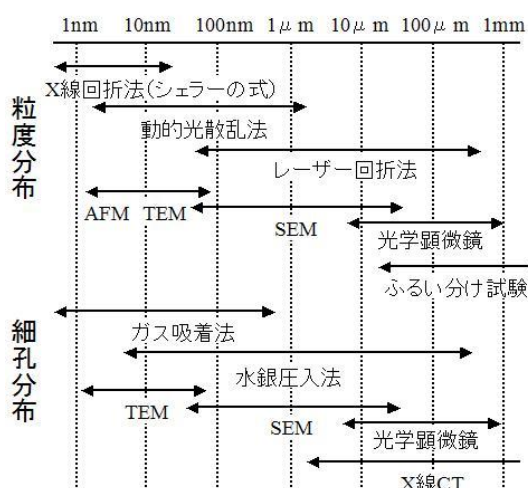


図1 大きさの違いによる測定の種類

2. 粒度分布測定

粒子径を測定する手法には直接粒子を観察する方法と、測定データに理論式を用いて算出する手法があります。直接観察する手法としては、透過電子顕微鏡（TEM）、原子間力顕微鏡（AFM）、走査電子顕微鏡（SEM）、光学顕微鏡などが挙げられます。直接観察することから粒子の形状なども含めた精度の高い情報を得ることができます。しかし、観察している視野のみの極小的な情報しか得ることができません。

理論式を用いて計算する方法としては、レーザー回折法や動的光散乱法といった光を利用した測定法があります。レーザー回折法は、溶液に分散している粒子にレーザー光を照射することで生じた散乱光の強度パターンから粒子径を測定します。動的光散乱法はレーザー回折法で測定できないナノオーダーの粒子径を測定する手法であり、散乱光の揺らぎの自己時間関数から粒子径を算出します。これ

らの手法は溶媒に分散している粒子全体を対象に測定することから、直接観察に比べ、バルク全体の情報を得ることができます。一方で粒子を溶媒に分散して測定するため、適切な分散剤の選定が必要であり、また溶媒と試料の屈折率などの情報も必要になります。得られたデータに理論式を適用し粒子径を算出するため、理論式が適さない系や粘度、屈折率が不明な試料には用いることができません。

その他、ふるいを用いて分級し粒度分布を求める方法や、X線を用いて回折線の半値幅から結晶子サイズを求める方法（シェラーの式）があります。

3. 細孔分布測定

細孔分布の測定法としては、TEM、SEM、光学顕微鏡、X線CT法などによる直接的に観察する方法とガス吸着法、水銀圧入法などによる物理吸着や毛管凝縮といった現象を利用して理論式から算出する方法があります。細孔分布測定においても直接観察する方法は試料全体の細孔分布を把握することが難しい反面、細孔の形状や構造を詳細に観察できる利点があります。ガス吸着、水銀圧入法においては試料全体の細孔分布を把握できる一方で、形状や構造の詳細を把握することは困難です。

4. まとめ

粒径分布や細孔分布の測定では、その径の大きさにより適切な手法を選ぶ必要があります。また測定方法により得られる情報が異なるため、必要としている情報に沿った測定を行う必要があります。

産業技術センターではAFM、SEM、動的光散乱、窒素ガス吸着法による粒度分布測定や細孔分布の測定を行っています。また、あいち産業科学技術総合センター（豊田市）ではTEMやSEMによる観察を、常滑窯業技術センター、瀬戸窯業技術センターではレーザー回折法やふるい分け法による粒度分布測定を行っていますので粉体材料の評価にご利用ください。



産業技術センター 化学材料室 濱口 裕昭 (0566-24-1841)
研究テーマ：液中プラズマによるナノ粒子の作成
担当分野：無機材料