

多孔質材料の比表面積・細孔径分布測定について

1. はじめに

多孔質材料は多数の細孔を有する材料であり、吸着剤や担体、エネルギー関連材料などに広く利用されています。多孔質材料を利用するにはその材料の比表面積や細孔の大きさ・分布を把握しておくことが重要です。細孔はその直径によりマイクロ孔 (<2nm)、メソ孔 (2~50nm)、マクロ孔 (>50nm) に分類されています¹⁾。

2. 細孔の解析方法

細孔の解析方法の一つとして、まず電子顕微鏡による直接観察が挙げられます。この方法では細孔の構造や形状を詳細に観察できますが、局所観察であるために試料全体を把握することが難しいという面があります。そこで、ガス吸着法と呼ばれる方法が細孔解析によく用いられます。この方法では細孔の大きさの分布(細孔径分布)だけでなく、比表面積を求めることも可能です。このガス吸着法は、試料表面にガス分子を吸着させ、その吸着量から比表面積を、ガス分子の凝縮の様子から細孔径分布を求める方法です。0.4~100nm程度の範囲にある細孔の解析に用いられることが多い方法です。

3. ガス吸着法による比表面積・細孔解析

ここでは既報²⁾で合成したメソポーラス材料の比表面積、メソ孔の細孔径分布を、窒素ガスを用いて求めた例を紹介します。吸着温度 77K における試料への窒素ガス吸着量と圧力の関係を表した吸脱着等温線を図1に示します。吸脱着等温線は

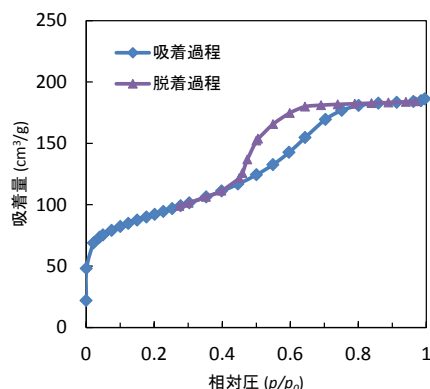


図1 吸脱着等温線

試料の細孔の有無や大きさ、表面特性によって異なり、I~VI型の6種の型に分類されています¹⁾。今回の試料の等温線(図1)は相対圧0.4以上で等温線が立ち上がっており、メソ孔の存在を示唆する、IV型に分類される等温線であることがわかります。また試料に窒素分子が吸着する吸着等温線と、試料から窒素分子が離れる脱着等温線が一致せず、ヒステリシスループを示すこともIV型の特徴です。

BET法¹⁾と呼ばれる方法を用いて試料のBET比表面積を計算すると322m²/gと求められます。

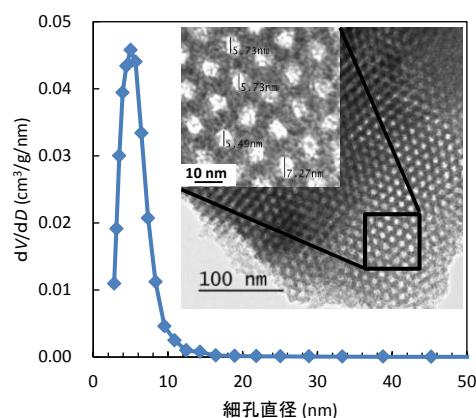


図2 細孔径分布と透過型電子顕微鏡写真

メソ孔の形状がシリンダー状と仮定し、ガス吸着データからBJH法¹⁾により求めたメソ孔の細孔径分布を図2に示します。これより、約5nmを中心とした細孔が存在することがわかります。これは図2に共に示した透過型電子顕微鏡により観察した結果とかなり近い値を示しています。

4. おわりに

産業技術センターで保有する装置(日本ベル(株)製BELSORP-max)では、セラミックス、カーボンなど様々な粉体試料について測定が可能です。是非ご活用ください。

参考文献

- 1) JIS Z 8830, 8831-2
- 2) 梅田, 松原, 高橋, 村井: あいち産業科学技術総合センター研究報告, 1, 30 (2012)



産業技術センター 化学材料室 梅田隼史 (0566-24-1841)

研究テーマ: 電池材料

担当分野: 無機材料