

【技術資料】 乾燥剤の細孔分布測定

概要

食品などの乾燥剤として用いられるシリカゲルは、細孔を多数有する多孔質材料です。シリカゲルは A 型と B 型に大別され、それぞれ異なる吸湿特性をもっています。吸湿特性は多孔質構造に影響を受けるため、比表面積や細孔分布を解析することが重要となります。

本資料では、吸湿性の異なるシリカゲル A 型と B 型の細孔分布を、2 種類の手法(窒素吸着法と水銀圧入法)で比較した事例を紹介いたします。

窒素吸着法と水銀圧入法の違い

	窒素吸着法	水銀圧入法
装置	BELSORP-mini II (マイクロトラック・ベル(株)製)	Poremaster GT-60 (Quantachrome 社製)
測定範囲 (細孔径)	0.4nm~2nm: マイクロポア解析 2nm~100nm: メソポア解析 ※解析理論が異なる	4nm~950 μm
前処理	真空下で加熱乾燥	真空下で乾燥
試料セル	1.8cm ³ (標準) 0.5cm ³ (小容量)	φ15mm × 10mm 又は 20mm
得られる結果	比表面積、細孔分布、吸着特性	比表面積、細孔分布、空隙率
特徴	ナノレベルの細孔を評価 サンプル回収が可能	短時間で広範囲を測定可能 解析に仮定が少ない
注意点	解析理論に仮定が多い	サンプル回収ができない 高圧測定のため細孔がつぶれる可能性有
モデル図 (原理)	 <p>← 窒素ガス</p> <p>低圧力 → 常圧</p> <p>真空下で徐々に窒素ガスを導入し、表面に吸着させる。細孔径によって異なる窒素分圧で凝縮する。 (凝縮する分圧 細孔径: 小 < 細孔径: 大)</p>	 <p>水銀</p> <p>常圧 → 高圧力</p> <p>水銀は圧力をかけることで細孔内に侵入。細孔径によって水銀を押し込むのに必要な圧力が異なる。 (必要な圧力 細孔径: 大 < 細孔径: 小)</p>

測定サンプル

シリカゲル A 型 低湿度において湿気を吸着する力の強いもの

シリカゲル B 型 高湿度において多量の湿気を吸い、吸着容量が大きいもの

測定結果

【窒素吸着法】

試料の吸着等温線(吸着、脱着)を図1に示しました。A型は相対圧(p/p_0)0.4までただちに立ち上がっていますが、B型は相対圧0.6~0.8で立ち上がっています。この結果から、A型はマイクロポア~メソポアを、B型はメソポアを持っていることがわかります。

吸着等温線の吸着側の結果を用いて、細孔分布を解析しました(図2,3)。マイクロポアの解析ではA型で1.2nmピークがみられ、メソポアの解析では、A型は分布の一部が、B型は7nmにピークを持つ分布が得られました。(解析理論が異なっているため、グラフは重ならない)。この細孔分布の違いが、シリカゲルの吸湿性に影響を与えていると考えられます。

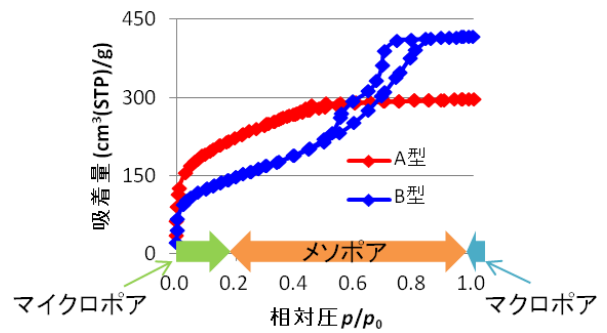


図1 吸着等温線

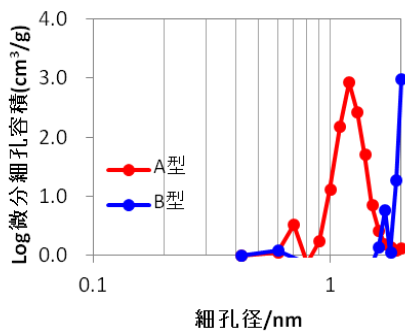


図2 細孔分布(マイクロポア)

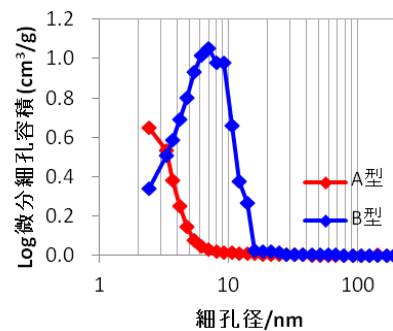


図3 細孔分布(メソポア)

【水銀圧入法】

水銀圧入法による細孔分布の解析結果(図4)から、100nm以上には分布が無いことがわかります。100nm以下を拡大すると、窒素吸着法と同様に、A型はピークの裾が検出され、B型は10nm付近にピークを持つ分布であることが確認されました。窒素吸着法の結果と比較すると、サンプルによらず、細孔分布が広く、大きめに観測される傾向がありました。

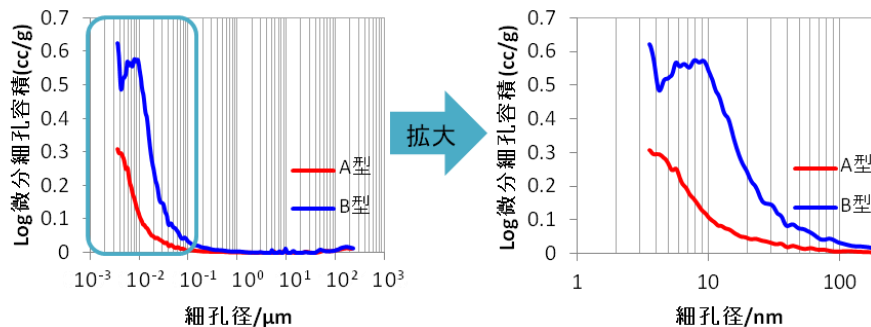


図4 水銀圧入法による細孔分布結果

以上の結果から、A型は小さい細孔を有するため、低圧(低湿度)での吸着が可能であり、B型は大きい細孔を有するため、吸着容量が大きいと推察できます。このような細孔分布の測定から、構造と吸着特性の関係を把握することが出来ました。

TARCでは測定の目的(ナノオーダーの分布を見たい、広い範囲で測定したい、など)に応じて、これらの手法を使い分けることが可能です。

適用分野: プラスチック・ゴム、セラミックス・ゼオライト、その他無機製品
材料キーワード: シリカゲル 多孔質材料 セパレータ 比表面積 粉末