

## ●水銀圧入法を用いた細孔分布測定

TN133

### Measurement of Pore Size Distribution by Mercury Porosimetry

#### [概要]

活性炭やセラミックス等の微小な細孔を有する材料では、細孔がそれらの機械的強度、吸着作用や触媒作用などの特性を左右します。そのため、これらの材料の評価項目として細孔分布は欠かせないものになっています。細孔分布測定法として再現性がよく一般的である水銀圧入法の、分析手法と測定例を示します。

Keywords : 多孔質材料、電池材料、カーボンニュートラル、EV、キャラクタリゼーション

#### [手法]

試料が投入された測定セルに水銀を充填し、セル内部を加圧することによって測定を行います (Fig. 1)。その過程での水銀侵入量を静電容量検出器で検知し細孔容積を測定します。また、細孔を円筒形とモデル化することで (Fig. 2)、細孔径、かさ密度、見掛け密度、空隙率そして細孔分布を求めます。

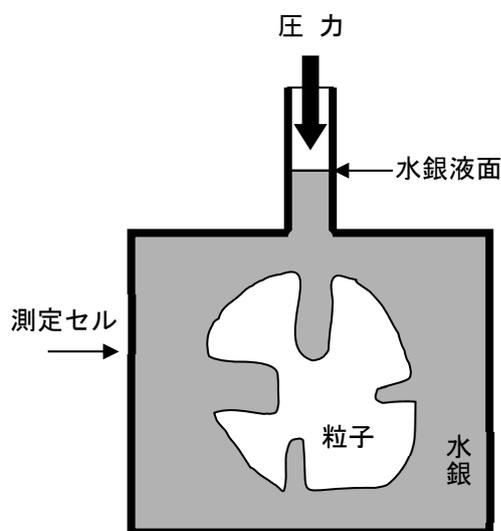


Fig. 1 Schematic cross-section of sample cell

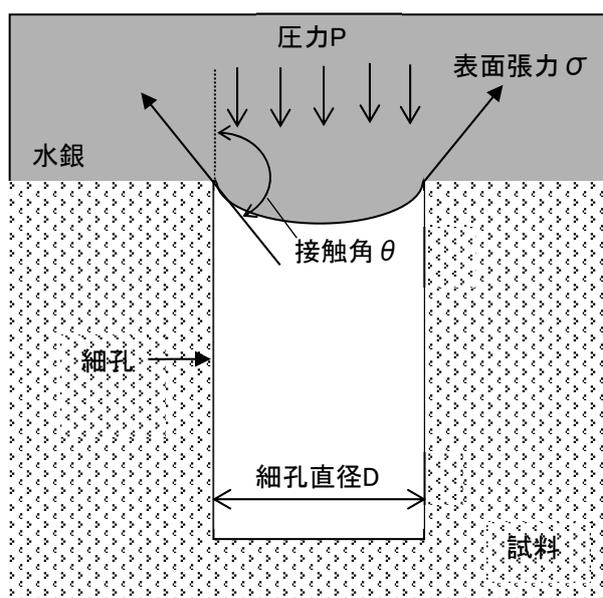


Fig. 2 Principle of mercury porosimetry

細孔径は、ウォッシュバーン式で表される圧力と細孔直径の関係を用いて計算することができます。

$$-4\sigma \cos \theta = PD$$

$\sigma$  : 水銀の表面張力 (N/m)     $D$  : 直径 (m)     $P$  : 圧力 (Pa)     $\theta$  : 接触角 (deg)

#### [特徴]

- ・ 測定圧力範囲 : 0~60,000 psia
- ・ 細孔直径の測定範囲 : 0.0036~200  $\mu\text{m}$
- ・ 再現性が良い。

## [事 例]

水銀圧入法を用いて、アルミナの細孔分布測定を実施しました (Fig. 3)。これにより、一次粒子、二次粒子それぞれの粒子間空隙のサイズが、確認できました。

### 測定結果

全細孔容積 : 0.59 mL/g  
平均細孔直径 : 0.020  $\mu\text{m}$   
かさ密度 : 1.11 g/mL  
見掛け密度 : 3.25 g/mL  
気孔率 : 65.9 %

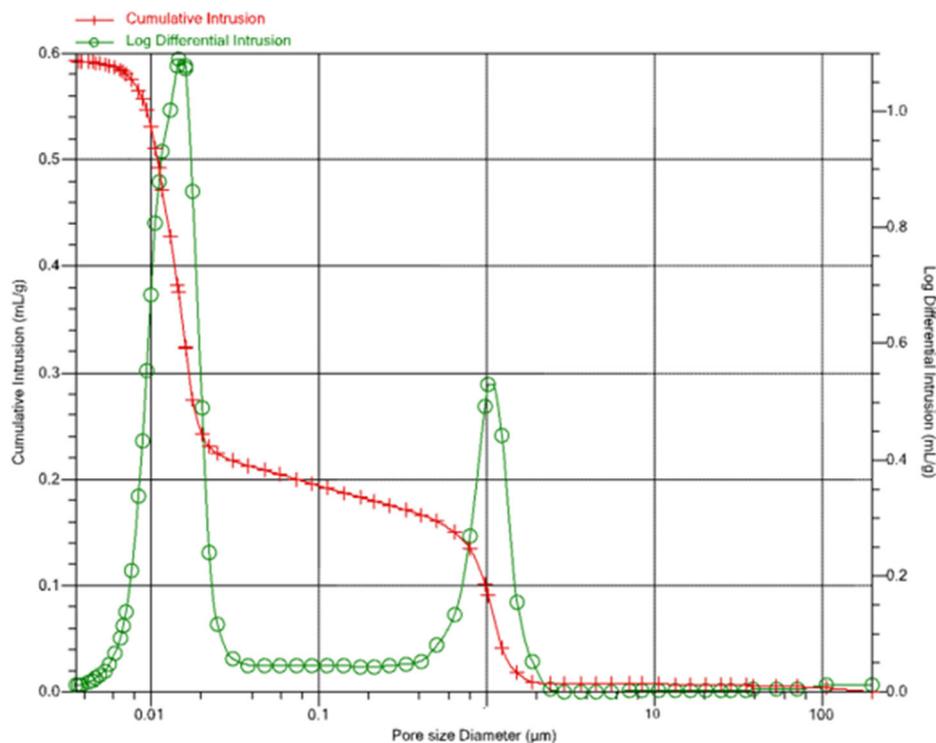


Fig. 3 Pore size distribution and cumulative pore volume

## [さいごに]

細孔径は一般的に、ミクロ孔 :  $< 2 \text{ nm}$ 、メソ孔 :  $2 \text{ nm} \sim 50 \text{ nm}$ 、マクロ孔 :  $> 50 \text{ nm}$  と定義されていますが、水銀圧入法はメソ孔からマクロ孔領域の細孔、ガス吸着法や SAXS 法はミクロ孔からメソ孔領域の細孔、電子顕微鏡法は局所的な細孔の分析に適しています。当社では複数の手法をうまく組み合わせて評価しています。