

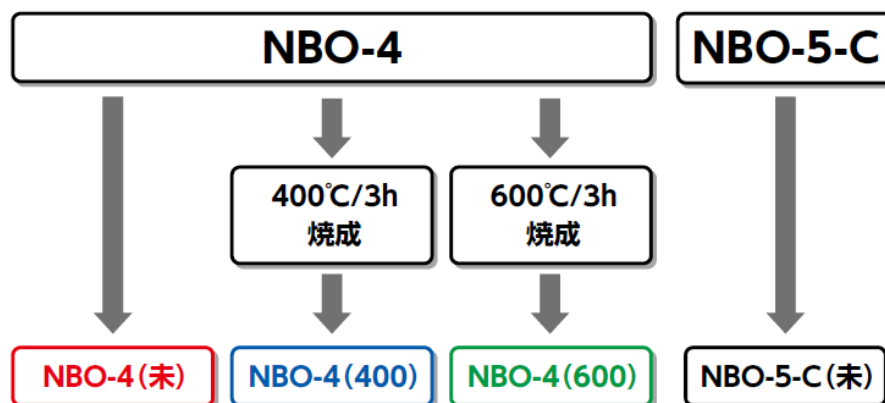
ガス吸着法(比表面積、細孔分布)、He ガス置換法(真密度評価) による水酸化ニオブ・炭化ニオブ(参照触媒)の構造評価

概 要

光学レンズ、電子材料(圧電素子、キャパシタ、SAW フィルタ)、酸触媒や触媒担体などの利用に期待されている、水酸化ニオブ; 参照触媒 JRC-NBO-4、炭化ニオブ; 参照触媒 JRC-NBO-5-C の窒素吸脱着等温線測定ならびに He ガス置換法による真密度測定を行い、各試料の比表面積・外部表面積、細孔容量、細孔径分布による構造評価を行いました。

測定試料及び評価装置

NBO-4 ならびに NBO-5-C はそれぞれ下記スキームにより処理され、以下装置にて粒子径、細孔分布、等電点測定を行いました。



N₂ ガス吸着法

BELSORP-miniX

前処理温度 : 200°C, 3hr in Vac.

測定条件 : N₂, 77K

BET 法・t-plot 法

BJH 法 (〜200nm)



He ガス置換 真密度測定

BELPycno

前処理 : He パージ 10 回

測定条件 : 10 回 精度 0.02%

測定温度 : 25°C

測定結果

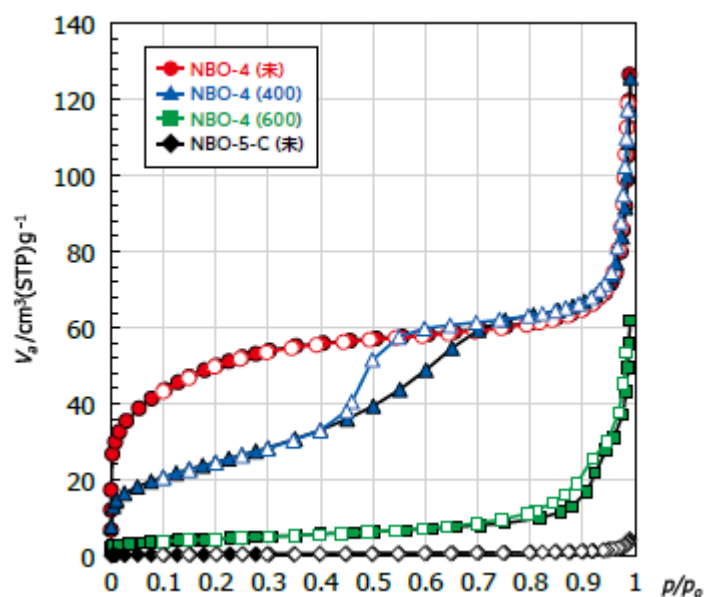


Fig. 1 窒素吸脱着等温線

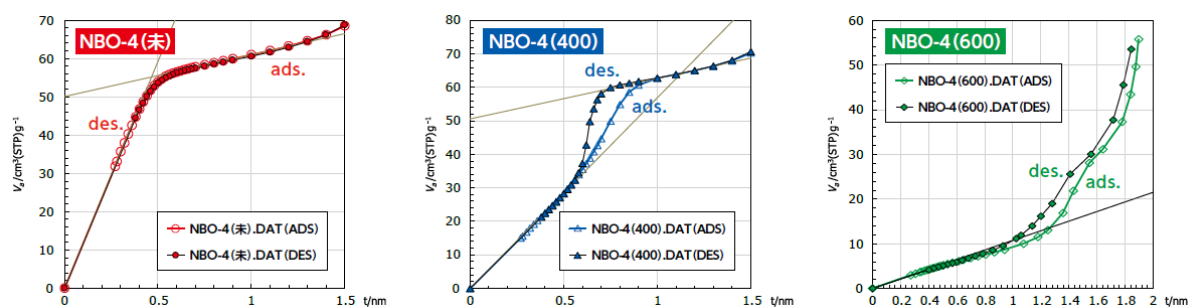


Fig. 2 t-plot (基準 t-curve: Harkins-Jura)

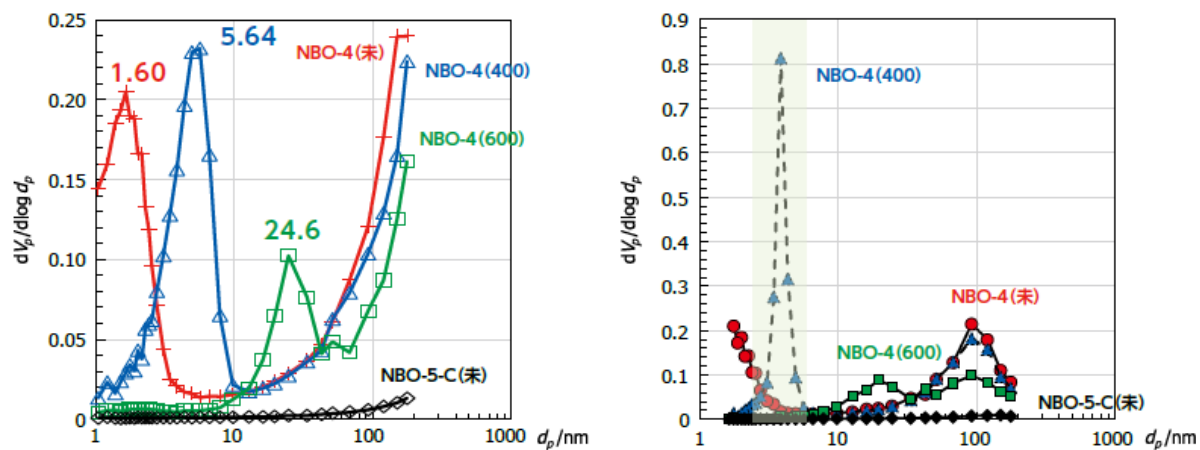


Fig. 3 BJH-plot (左 : 吸着枝、右 : 脱着枝)

Table 1 NBO-4 ならびに NBO-5-C 構造評価結果

サンプル	BET法	t法(基準t-curve: Harkins-Jura)				真密度/g・cm ⁻³
	比表面積 /m ² ・g ⁻¹	全表面積 /m ² ・g ⁻¹	外部表面積 /m ² ・g ⁻¹	細孔容積 /cm ³ ・g ⁻¹	細孔径(2t) /nm	
NBO-4(未)	181	180	16.8	0.077	0.94	2.7
NBO-4(400)	89.2	87.7	18.8	0.078	—	4.1
NBO-4(600)	16.5	16.7	—	—	—	5.1
NBO-5-C(未)	1.71	1.68	—	—	—	7.7

考 察

吸着等温線測定 (N₂/77K) の結果から、NBO-4 (未) はI+IV型、NBO-4 (400) と NBO-4 (600) はIV型、NBO-5-C (未) はII型の等温線であるため (Fig.1)、NBO-4 (未) はマイクロ孔とメソ・マクロ孔を、NBO-4 (400) と NBO-4 (600) はメソ・マクロ孔を有していること、NBO-5-C (未) は無孔性である事がわかります。BET 法、t-plot 法 (Fig.2) により、全表面積、外部表面積、細孔容量を評価しました (Table1)。

また、これらの等温線を t-plot 法による吸脱着枝の評価により、NBO-4 (未) にはマイクロ孔を有する場合の典型的な屈曲が、NBO-4 (400) に吸着枝に毛管凝縮、脱着枝には相対圧 0.42 でのキャビテーションが起こっていることがわかります。このことから、脱着枝からの細孔分布の 2 nm 近辺の細孔径ピークはいわゆるゴーストピーク (Fig.3 内点線) であることに注意が必要です。また、NBO-4 (600) には吸脱着枝に毛管凝縮が得られているため、細孔に凹凸が存在していることが推察されます。BJH 法 (基準 t 曲線 Harkins-Jura) を用い、細孔径分布 (Fig.3) に着目しますと、NBO-4 (未) で見られる 1.6nm 程度の細孔径ピークが、焼成温度上昇とともに徐々に大きな細孔径へシフトしていることが確認できます。これは、NBO-4 (未) の粒子同士が焼成によってシンタリングし、マイクロ孔がつぶれ、メソ孔が形成したためと考えられ、このことは、焼成温度上昇に伴う、BET 比表面積の低下ならびに、真密度の増加からも伺えます。

試料提供：触媒学会参照触媒部会

For further information please contact us at:

www.microtrac.com