

## L108

## ラメラ相を利用した層状チタン酸ナノシート複合体の合成と有機化合物の吸着特性

(徳島大院STS研)○(正)中川 敬三\*・(徳島大院先端教育部)○山口 和希・(徳島大工)山田 啓二・(徳島大院STS研) (正)外輪 健一郎・(正)杉山 茂

## 【緒言】

層状化合物を剥離することで得られるナノシートがバルク物質とは異なる性質を示すことから、電極材料や光触媒など様々な分野への応用が期待されている。近年、我々は界面活性剤と金属アルコキッドを利用した水熱合成法により、剥離処理を必要としないチタン酸ナノシート、及びニオブ酸ナノシートの合成を行い、界面活性剤の影響により厚さが数十 nm の薄片状粒子が得られることを報告した<sup>1)</sup>。本研究では界面活性剤が形成するラメラ相中の水層でチタン酸ナノシートを形成させ、界面活性剤層との層状チタン酸ナノシート複合体の合成を試みた。界面活性剤層が疎水空間となり、チタン酸ナノシートと複合化されることで、新たな機能を付与できると期待した。

## 【実験】

金属アルコキッドにチタニウムテトライソプロポキシド (TIPT)、界面活性剤にドデカンジアミン(DDA)、修飾剤としてトリエタノールアミン(TEOA)を用いた。DDA 水溶液は 0.1M、また TIPT:TEOA のモル比を 1:2.5 に調整し、溶液中の pH は調節せずに合成を行なった。これらの混合溶液を 100°C24h、及び 140°C96h で熟成し、その後純水とエタノールで洗浄、乾燥して目的の試料を得た。得られた試料について、メチレンブルーなど有機化合物を用いた吸着特性の評価を行った。

## 【結果と考察】

DDA や TEOA がチタン酸ナノシートの合成に与える影響について検討するため、TIPT+TEOA、TIPT+DDA、TIPT+DDA+TEOA の3種類の条件で合成を行った。得られた試料の XRD 結果を Fig.1 に示す。(a)TIPT+TEOA、(b)TIPT+DDA では主にアナターゼ相に由来する結晶ピークが得られたが、(c)TIPT+DDA+TEOA ではチタン酸塩に由来する結晶ピーク( $2\theta=25, 48, 62^\circ$ )が得られた。また DDA を含む試料では  $2\theta=4.7, 9.5, 14.0^\circ$  に等間隔のピークが得られた。これらのピークは層間隔が 1.8nm の層状構造の形成を示唆しており、これは DDA が形成するラメラ相に起因したピークと考えられる<sup>1)</sup>。Fig.2 に TIPT+DDA+TEOA の条件で合成した試料の SEM 像及び TEM 像を示す。SEM 像より数十 nm の厚みを持つ薄片状粒子が観察された。また TEM 像ではそれら薄片状粒子には層間隔 1~2nm の層状構造が形成していることが確認できた。層状チタン酸塩は酸化層がマイナスに帯電し、その層間にカチオンが存在する。過去の検討において  $\text{NH}_4\text{OH}$  水溶液を用いて pH を調節した場合、 $\text{NH}_4^+$  がカチオンとして作用しチタン酸塩が形成したが、この場合

低角度側にラメラ相は得られなかった<sup>1)</sup>。それに対して、本合成では pH 調整を行わなかったことで DDA がカチオンとして作用したと考えられる。DDA が形成するラメラ相中の水層場において TIPT が加水分解、重縮合反応する際、DDA がカチオンとしても作用したためチタン酸塩が形成し、その結果、界面活性剤層とチタン酸ナノシート結晶層が交互に積層された層状チタン酸ナノシート複合体が形成したと考えられる。

次に得られた試料の有機化合物の吸着特性の評価を行った。メチレンブルーの吸着実験を行ったところ、ラメラ相を含まない試料よりもラメラ相を含む層状チタン酸ナノシート複合体の方が、吸着能が大幅に向上することがわかった。これはラメラ相内に疎水性領域の自由空間が存在しており、疎水性相互作用によりメチレンブルーが取り込まれ、可溶化したと考えられる。以上のように、有機化合物に対して高い吸着能を持つ層状チタン酸ナノシート複合体の合成に成功した。酸化層は光応答性を有することが期待できるため、今後光触媒などへの応用が可能であると考えられる。

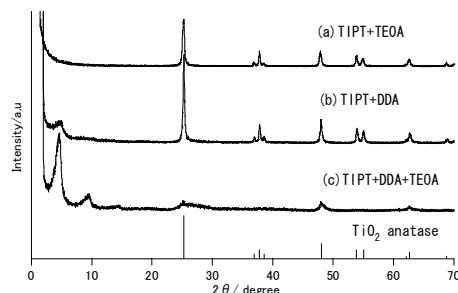


Fig1 合成条件を変化させた時の XRD パターン, (a) TIPT+TEOA, (b) TIPT+DDA, (c) TIPT+DDA+TEOA

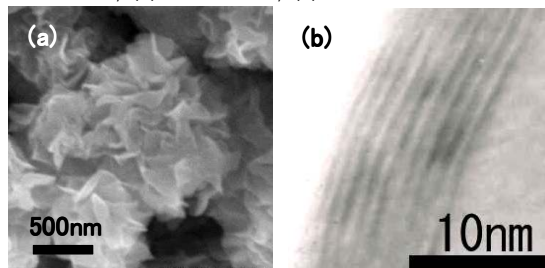


Fig2 TIPT+DDA+TEOA の条件で合成した試料の(a)SEM 像, (b)TEM 像

## 【参考文献】

1) 中川ら, 化学工学会第40回秋季大会講演要旨集, B203, 化学工学会第74年会要旨集, H307

\*E-mail: knakagaw@chem.tokushima-u.ac.jp

TEL&FAX: 088-656-7430