

# N115 ゼオライトナノブロックを用いたナノ細孔アルミノシリケートの合成

(関西大工) ○ (学) 中谷 宣仁・(正) 田中 俊輔\*・(正) 三宅 義和

## 1. 緒言

1992年にMCM-41がMobil社によって報告されて以来、メソポーラス材料はZeoliteに比べて優れた拡散性を有するという観点から触媒や吸着剤、分子ふるい等の幅広い分野での応用に期待されている。しかし、メソポーラス材料の欠点として耐熱性や酸強度がZeoliteに比べて乏しい事が挙げられる。そこで、それらを改善するためにメソポーラス構造を形成しているシリカネットワーク内にAl、Ti、Zr等の異種遷移金属の導入や短周期のZeolite骨格の付与などの試みがされている。これらの合成方法はほとんどがSi源およびAl源などをそれぞれ個別に用いたBottom-up法で合成されている。一方、我々はZeoliteを単一源としたTop-down法で合成を試みた。

本研究では、Zeoliteを酸処理してZeoliteのナノブロックを調達する。この際、酸濃度を制御することでZeoliteの溶解をコントロールし、それらを前駆体とした有機鋳型法によりメソポーラス材料の合成を試みたので報告する。

## 2. 実験手順

Na-A型Zeolite 1.0gと2.3-3.0M塩酸溶液 11.2mlを混合し、10分間攪拌し均一な溶液を調製した。その一方で、水 130gに界面活性剤Pluronic F127 0.5gを溶解し、均一な溶液を調製した。これらの溶液を混合し、1時間室温で攪拌後、20時間100°Cで水熱合成を行った。その後、得られた生成物を遠心分離により回収し、純水を用いて洗浄した。最後に5時間600°Cで焼成して界面活性剤を焼却除去した。XRD、SAXS、N<sub>2</sub>吸脱着、EDAX、NMR、FT-IR、SEM、TEMを用いてキャラクタリゼーションを行った。

## 3. 結果と考察

Fig.1に2.3-3.0Mの塩酸溶液を用いて合成したサンプルのSAXSパターンを示した。いずれのサンプルのSAXSパターンもピークを有していることから規則的な構造を有していることが確認できる。また、用いる塩酸溶液の濃度を低下させることでピークが左にシフトしていることから、面間隔の増大が確認された。

Fig.2には塩酸溶液の濃度の違いによるSi/Alと収量の関係をプロットした。用いる塩酸溶液の濃度が低い方がSi/Alは小さく、収量は大きい値を示した。これは塩酸溶液の濃度の低下により、酸処理の際のZeoliteの脱Alが緩和され、Zeoliteナノブロック中にAlが多く含まれていることが考えられる。その結果、最終的に

得られるサンプルのAlの含有量は多くなり、それに伴い収量が増加していると考えられる。また、この結果から、シリカネットワーク内にAlが多く含まれていることでFig.1の結果である面間隔の増大にも影響していると考えられる。

Fig.3に2.3Mと2.4Mの塩酸溶液を用いて調製したサンプルのTEM像を示した。いずれのサンプルも規則的な細孔構造を有していることが確認でき、細孔径はN<sub>2</sub>吸脱着測定と良い一致を示した。

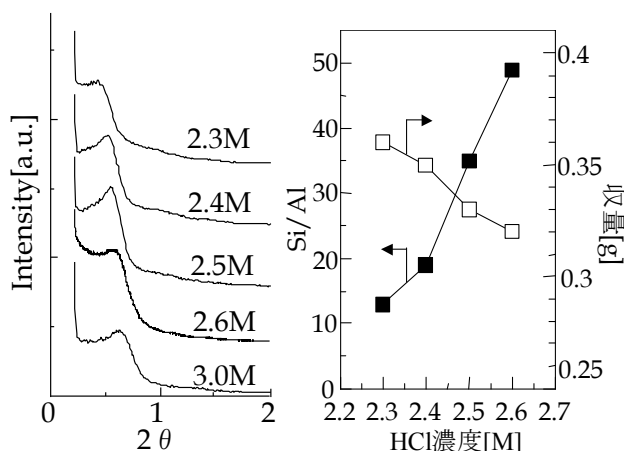


Fig.1 SAXSパターン

Fig.2 Si/Alと収量

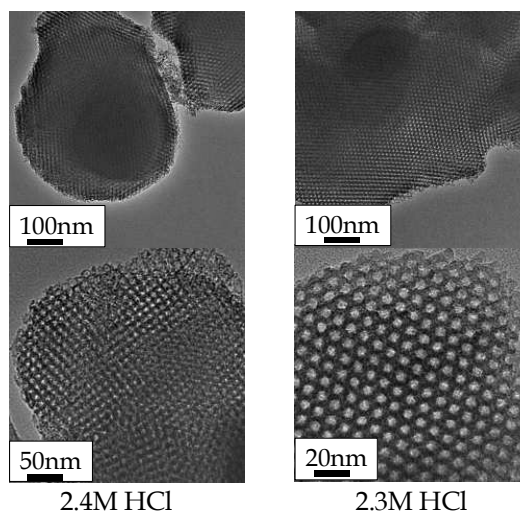


Fig.3 2.4Mと2.3MHClによるサンプルのTEM像

## 参考文献

- [1] Zhengwei Jin, Xiaodong Wang, Xiuguo Cui, *Journal of Colloid and Interface Science*, **307**, 158 (2007).  
 [2] Ryan L. Hartman, H. Scott Fogler, *Langmuir*, **22**, 11163(2006)

\*田中俊輔 TEL : 06-6368-0851

E-mail : shun\_tnk@ipcku.kansai-u.ac.jp