

Title	シリカライト膜の浸透気化特性に及ぼすシリル化の影響
Author(s)	山田, 清
Citation	
Issue Date	1997-03
Type	Thesis or Dissertation
Text version	none
URL	http://hdl.handle.net/10119/2398
Rights	
Description	Supervisor:佐野 庸治, 材料科学研究科, 修士

シリカライト膜の浸透気化特性 に及ぼすシリル化の影響

山田 清 (佐野研究室)

1. 緒言

ゼオライトの耐熱性・耐薬品性ならびに最大の特徴の一つである分子ふるい作用に着目してゼオライトを分離膜素材に応用しようとする研究が盛んに行なわれている。当研究室においてもシリカライト膜が、アルコール/水系および酢酸/水系の浸透気化分離において高い有機物選択透過性を示すことを見出しこれまで報告してきた。しかし、シリカライト膜は多結晶体であるため、分離は主に結晶粒界を通して起こっていると考えている。そこで、本研究ではシリカライト膜中に存在する結晶粒界の制御ならびに結晶表面の改質の観点からシリカライト膜をシリル化し、膜の浸透気化特性に及ぼす影響について検討した。

2. 実験

シリカライト膜は、水性ゲル混合物 ($\text{SiO}_2 \cdot 0.05\text{Na}_2\text{O} \cdot 0.05\text{TPA}_2\text{O} \cdot 80\text{H}_2\text{O}$) を内容積 300ml のオートクレーブを用いて、ステンレススチール製多孔質基板存在下、無攪拌で $170^\circ\text{C} \cdot 48$ 時間水熱処理することにより調製した。シリカライト膜のシリル化は CVD 法により行なった。シリル化処理前後のシリカライト膜の浸透気化特性は供給液に 5vol% エタノール水溶液および 15vol% 酢酸水溶液を用いて浸透気化法により評価した。

3. 結果と考察

はじめに、シリカライト粉末を用いて種々のシリル化剤によるシリル化処理条件の検討を行なった。図 1 にシリル化処理前後のシリカライト粉末の FT-IR スペクトルを示す。

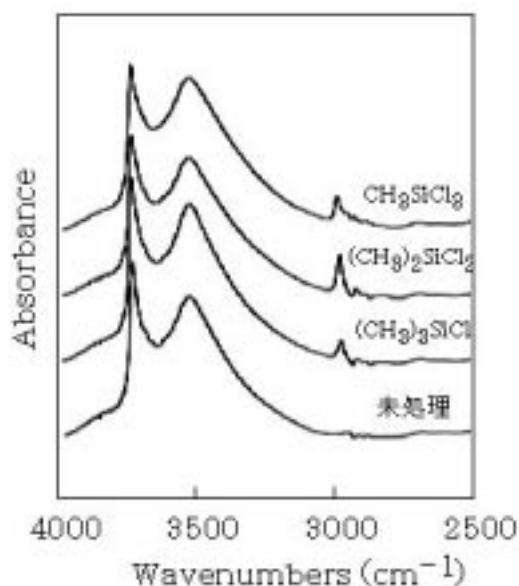


図 1: シリカライト粉末のシリル化
処理前後の FT-IR スペクトル

シリル化処理条件: 573K , 3h, $P(\text{シリル化剤})=100\text{Torr}$

いずれのシリル化処理の場合においてもシリル化剤のメチル基に基づくピークが 3000cm^{-1} 付近に観測された。これは本処理条件下でシリル化が進行していること示している。末端シラノール基に基づく 3740cm^{-1} 付近のピーク強度の減少量から、シリル化剤としては $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ より $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$ および CH_3SiCl_3 の方が有効であると思われる。なお、シリカライト粉末の窒素の吸着量はシリル化処理前後においてほとんど変化しなかったが、水の吸着量はシリル化処理後に著しく減少した。シリル化剤の分子径がシリカライト固有の細孔より若干大きいことおよびシリル化処理後のシリカライト粉末の FT-IR スペクトルにおいて末端シラノール基に基づくピーク強度の減少量が少ないことを考慮すると、このことは、シリル化がシリカライト結晶の外表面で進行し、シリル化によりシリカライトの疎水性が向上したことを示している。

以上の結果をもとに、次にシリカライト膜のシリル化処理を行ない、その浸透気化特性に及ぼす影響について検討した。なお、シリル化剤には CH_3SiCl_3 を用いた。シリル化処理により膜透過流束は著しく減少したものの、透過液の酢酸濃度は増加した。この結果から、シリル化処理はシリカライト膜の酢酸/水系における分離性能を向上させる有効な方法であることが明らかとなった。この分離性能の向上はシリル化処理によりシリカライト膜表面の疎水性が向上したことに起因するものと思われる。

keywords

シリカライト膜、結晶粒界の制御、シリル化、浸透気化特性