

Title	脂肪族アルコールを用いたモルデナイト単結晶の合成とそのキャラクタリゼーション
Author(s)	若林, 伸悟
Citation	
Issue Date	2001-03
Type	Thesis or Dissertation
Text version	none
URL	http://hdl.handle.net/10119/2780
Rights	
Description	Supervisor:佐野 庸治, 材料科学研究科, 修士

脂肪族アルコールを用いたモルデナイト単結晶の合成とそのキャラクタリゼーション

若林 伸悟 (佐野研究室)

【緒言】 大きなゼオライト単結晶は精密な構造解析に有効であるばかりでなく分離膜やホスト物質等に期待されており、盛んに合成が試みられている。その中でモルデナイト (MOR) 単結晶の合成には溶解度の異なる 2 種類のシリカ源を用いる方法が提案されているが、その合成には長時間を要する。ところで当研究室では脂肪族アルコール存在下でのゼオライト合成について検討しており、種々のゼオライトが得られることを見出し既に報告した。本研究では脂肪族アルコール存在下でのゼオライト合成について検討している過程で比較的大きな MOR 単結晶が得られることを見出し、その水熱合成条件および得られた MOR 結晶のキャラクタリゼーションを詳細に行ったので報告する。

【実験】 ゼオライトの合成は、以下の組成を有する水性ゲル混合物 (0.4 ROH (脂肪族アルコール): 0.1-0.6 M₂O (M: アルカリ金属): 0.002-0.02 Al₂O₃: SiO₂: 40-80 H₂O) をステンレス製オートクレーブに仕込み、160℃で所定時間水熱処理をすることにより行った。得られた生成物のキャラクタリゼーションは XRD、SEM、XRF、FT-IR、²⁹Si MAS NMR、²⁷Al MAS NMR 及び窒素吸着により行った。

【結果および考察】 本水熱合成条件を詳細に検討した結果、脂肪族アルコールとしてエタノール、1-プロパノール及び 1-ブタノールを用いた場合に比較的短時間で大きな MOR 単結晶が容易に得られることがわかった。Fig. 1 に 1.5 1-BuOH : 0.35 Na₂O : 0.014 Al₂O₃ : SiO₂ : 40 H₂O の組成の水性ゲルを 72 時間水熱処理することにより得られた合成直後の MOR の SEM 像を示す。結晶サイズは 40 μm 以上であり、XRD よりその結晶性は高いことがわかった。Fig. 2 に合成直後及びプロトン化後の MOR の窒素吸着等温線を示す。合成直後の MOR では窒素の吸着は殆ど起こらなかったが、プロトン化後の MOR は I 型の吸着等温線を示した。合成直後の MOR の熱分析及び FT-IR 測定からゼオライト細孔中には 1-BuOH は存在していなかった。以上の結果より 1-BuOH 存在下で合成した MOR は細孔の一部が閉塞したスモールポット MORであることを明らかとなった。

[Keywords] MOR、単結晶、脂肪族アルコール

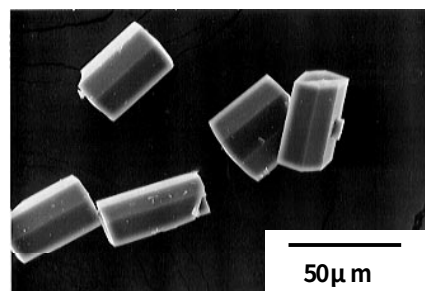


Fig. 1 SEM image of MOR crystals synthesized at 160 °C for 72 h using synthesis mixture with 1.5 1-BuOH : 0.35 Na₂O : 0.014 Al₂O₃ : SiO₂ : 40 H₂O .

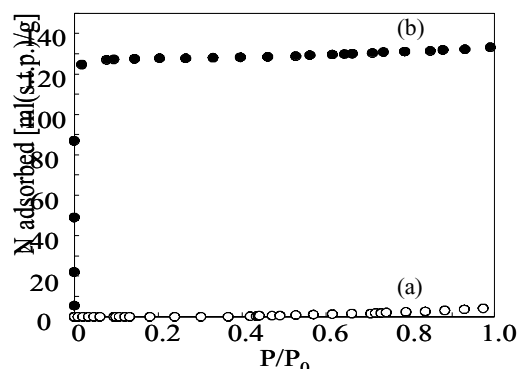


Fig. 2 N₂ adsorption isotherms on (a) the as-synthesized and (b) the protonated MOR prepared using 1-BuOH .