

課題番号 : F-18-WS-0008  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名(日本語) : 層状ケイ酸塩 RUB-15 の薄層化とその層間縮合によるゼオライトの合成  
 Program Title(English) : Preparation of zeolites from layered silicate RUB-15 through reduction of the number of layers and subsequent interlayer condensation  
 利用者名(日本語) : 小池正和<sup>1)</sup>  
 Username(English) : M. Koike<sup>1)</sup>  
 所属名(日本語) : 1) 早稲田大学大学院先進理工学研究科  
 Affiliation(English) : 1) Graduate school of Advanced Science and Engineering, Univ. of Waseda  
 キーワード/Keyword : 層状ケイ酸塩、ゼオライト、形状・形態観察、分析

## 1. 概要(Summary)

層状ケイ酸塩は、 $\text{SiO}_4$  四面体のみからなる結晶性の 2 次元シートが積層した物質である。その層間には交換可能なカチオンが存在し、層表面には反応性の  $\text{SiO}^-/\text{SiOH}$  基を有する。この官能基が層間で縮合し  $\text{Si-O-Si}$  結合を形成することで、結晶性の 3 次元多孔体 (ゼオライト) へと構造転換する。この手法では、従来の水熱合成法では得られない組成・構造・形態を有するゼオライトを得ることができる。<sup>[1]</sup> 層間縮合により構造転換したゼオライトの形態が異方性の高い板状形態であることに注目すると、その板状結晶の薄さを活かした透過性の高い膜分離材料として有用であると期待される。一方で、層状ケイ酸塩は縮合する前であればインターカレーション反応を利用した薄層化が可能であり、板状形態の厚さを低減できる。<sup>[2]</sup> そのため、層状ケイ酸塩を薄層化し、より薄い板状結晶を層間縮合によりゼオライト化できれば、より高透過性の分離材料に資する物質となると考えた。

## 2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】 環境維持・制御装置

### 【実験方法】

層間縮合によるゼオライト化を狙い、試料を *N*-メチルホルムアミド(NMF) 中で還流する。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

本研究では層状ケイ酸塩 RUB-15 ( $[(\text{CH}_3)_4\text{N}]_8[\text{H}_8\text{Si}_{124}\text{O}_{56}] \cdot 20\text{H}_2\text{O}$ ) を薄層化・層間縮合することで、従来より薄いゼオライトへの転換を検討

した。RUB-15 の板状結晶の厚みは 50–100 nm であり、積層方向に水素分子サイズの細孔を有している。そのため、薄層化した RUB-15 を層間縮合によりゼオライト化できれば、高透過性の水素分離媒体として期待できる。

層状ケイ酸塩を含む層状物質の薄層化においては、隣接層間での相互作用を弱める必要があるため、層間に界面活性剤の一種であるジメチルジデシルアンモニウムカチオン ( $(\text{C}_{10})_2\text{DMA}^+$ ) を導入し、超音波処理した。(Fig. 1)

層間縮合によるゼオライト化では、試料を *N*-メチルホルムアミド(NMF) 中で還流することで、NMF 分子を層間に保持したまま層間縮合が進行し、焼成した場合と比べて欠陥が少なく均一な骨格を有するゼオライトを作成可能な手法を用いた。<sup>[3]</sup>

このような手法が有効かどうか調べるため、今後 AFM を用いた評価を実施する。

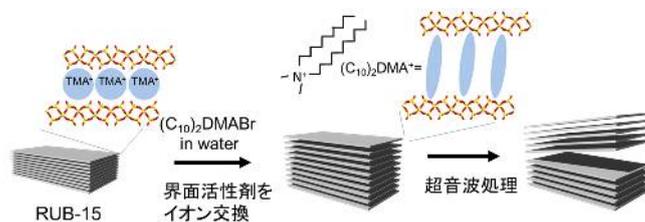


Fig. 1 Outline of thinning of layered silicate RUB-15.

## 4. その他・特記事項 (Others)

・参考文献

- [1] B. Marler and H. Gies, *Eur. J. Mineral.*, 24, 405 (2012).
- [2] S. Osada, A. Iribe, and K. Kuroda, *Chem. Lett.*, 42, 80 (2013).
- [3] M. Koike, Y. Asakura, M. Sugihara, Y. Kuroda, H.

Tsuzura, H. Wada, A. Shimojima, and K. Kuroda,  
*Dalton Trans.*, 46, 10232 (2017).。

5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許 (Patent)

なし。