

課題番号 : F-18-WS-0062  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : ゼオライト断面試料の作製  
Program Title (English) : Cross-section sample preparation from zeolites  
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) 早稲田大学先進理工学研究科応用化学専攻  
Affiliation (English) : 1) Department of Applied Chemistry, School of Advanced Science and Engineering, Waseda University  
キーワード/Keyword : 層状ケイ酸塩、ゼオライト、膜加工・エッチング、エネルギー関連技術

## 1. 概要(Summary)

層状ケイ酸塩は、 $\text{SiO}_4$  四面体で構成された結晶性ナノシートからなる無機層状物質である。その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、3次元多孔体(ゼオライト)へと転換できる。<sup>[1]</sup>層間縮合により構造転換したゼオライトの形態は異方性の高い板状形態であるため、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層間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<sup>[3]</sup>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。

そこで、本研究では層状ケイ酸塩 RUB-15 ( $[(\text{CH}_3)_4\text{N}]_8[\text{H}_8\text{Si}_{24}\text{O}_{56}] \cdot 20\text{H}_2\text{O}$ )を薄層化・層間縮合<sup>[3]</sup>することで、従来より薄いゼオライトへの転換を行った。今回は得られたゼオライトの厚みを直接観察するため、その試料の断面試料を作製した。

## 2. 実験(Experimental)

### 【利用した主な装置】

集束イオン/電子ビーム加工観察装置(極表面微量元素分析機能つき)

### 【実験方法】

薄層化・層間縮合した試料を熱硬化性樹脂に埋没させ、半欠きグリッドに載せたものを用いた。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

半欠きグリッドに載せた試料を FIB-SEM の利用によ

り薄片化した。しかし、透過型電子顕微鏡にてより詳細な分析を試みたものの、試料部分を発見できなかった。これは薄片化した領域が狭く、電子顕微鏡観察の際に視認できていないためと考えられる。今後、薄片化試料を大きく作製し、電子顕微鏡観察を行う予定である。

## 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。