



グラフェン包接ゼオライト膜の構造

大塚隼人，河又悠真
信州大学先鋭材料研究所

キーワード：酸化グラフェン，ゼオライト，複合材料，気体分離膜

1. 背景と研究目的

酸化グラフェン（GO）で固体を包接した複合材料は近年盛んに研究されている。我々は無機多孔性材料の一つであるゼオライトをグラフェンで包接したグラフェン包接ゼオライト（Gr-MFI）を気体分離の材料としての応用を目指している。Gr-MFI はゼオライトの周りを包接する大気中で不安定な GO を加熱還元してグラフェン化し安定性を増している。Gr-MFI による気体の分離機構はまだ明らかではないが、ゼオライトを包接しているグラフェンとゼオライトの隙間で分子ふるい機能が働き、気体が分離されていると考えている。昨年の 1 月の同ビームラインでの測定で $2\theta \sim 34^\circ$ に分離性能がよいものにだけピークが現れた。また小角領域にも差が現れた。今回の実験ではその再現とともにどのような構造が高い分離性能に寄与しているかを検討する。

2. 実験内容

修正ハーマズ法によって得られた GO 分散液とゼオライトの分散液を塩の存在下で混合し、激しく振り混ぜたのちに数日間静置した。数日経つと GO 包接ゼオライトが分散液中で沈降し、この沈降をデカンテーションによって分離して凍結乾燥しスポンジ状の固体を得た。スポンジ状固体の固体をアルゴンフロー下で 623 K で 10 分間加熱還元し Gr-MFI を得た。Gr-MFI を $\phi 5$ mm の錠剤成型機に入れて 18 kN でプレスし膜化した。

3. 結果および考察

図 1 に MFI ゼオライトと選択率 α の異なる Gr-MFI 膜の X 線回折（XRD）プロファイルを示した。MFI に $2\theta = 37.54^\circ$ に見られたピークが選択率の増加に伴って低角側にシフトし、 $\alpha = 3$ の膜では $2\theta = 36.72^\circ$ と 0.82° とシフトした。図 2 に前回の測定で得られた MFI ゼオライト及び $\alpha = 5$ の Gr-MFI 膜 XRD プロファイルとの比較を示した。今回も前回同様高い分離性能を示す Gr/MFI 膜ではゼオライトよりも低角側にピークが現れる結果が再現された。しかしながらシフトを示すピークが前回の測定とは異なる位置に現れた。このピークシフトは高い分離性能を与える膜の特徴的な構造に起因すると思われるが、測定毎にピーク位置が異なることやこの面間隔に相当する距離が約 0.21 nm で、気体分子のサイズよりも小さい構造であるため、現時点では結論は出せないが、今後さらなる検討を進めていく。

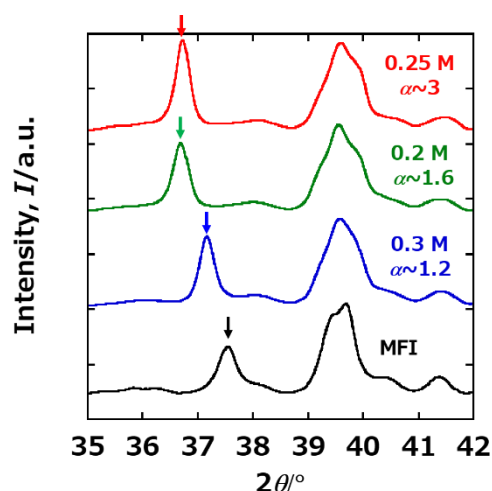


図 1 MFI ゼオライトと Gr-MFI の XRD プロファイル。

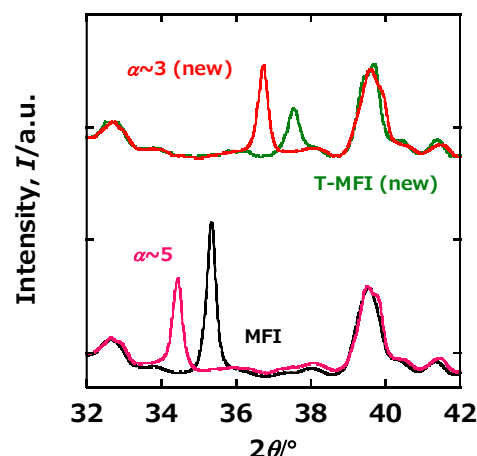


図 2 前回の測定結果との比較。