



# アモルファス系ガス分離膜における分離活性層構造解析

永野 孝幸

一般財団法人ファインセラミックスセンター

キーワード：アモルファス，ネットワーク径，ガス分離，膜，小角 X 線散乱

## 1. 背景と研究目的

混合ガス中から特定のガスを分離するためにはÅオーダーの細孔径分布制御が必要になる。一方、ガス透過の律速となる貫通細孔径の一番狭い部分（ネック径）の評価において、直接測定できるのは水蒸気やヘキサン蒸気を用いた毛管凝縮法であり、原理的に 0.5nm が限界である。しかしながら、ほとんどのガスの分子径は 0.5nm 未満であるため、ガス分離膜の評価は分子サイズが既知のガス透過による間接的な手法が行われている。

そこで、本研究では、あらかじめ分子サイズが既知のガスを用いたガス透過特性評価を行い、その後、分離活性層として使用したアモルファスシリカベースの粉末を採取し、小角 X 線散乱法にて分離に寄与するアモルファスネットワーク径を測定し、測定値の妥当性を比較検討した。

## 2. 実験内容

ガス分離特性評価を行ったシリカジルコニア膜、シリカ膜（合成温度 2 種）を粉末として回収し、測定サンプルとした。粉末は厚さ 45 $\mu\text{m}$  の両面テープに孔を開け、厚さ 5 $\mu\text{m}$  のカプトンに両面テープの底面を接着した後、粉末を孔内に充填し、その後、上面を接着することで粉末を封止した。小角 X 線散乱(SAXS)測定は、あいちシンクロトロン光センターの BL8S3 ライン、波長 0.92Å、カメラ長 20cm、露光時間 10min の条件で測定を行った。得られた二次元散乱パターンが等方的であったことから円環平均による、散乱ベクトル  $q$  の関数として、一次元散乱プロファイルを得た。

## 3. 結果および考察

シリカジルコニア膜粉末 (Sample A)、シリカ膜粉末 2 種 (sample B, C) に対して得られた SAXS 強度プロファイルを Fig.1 に示す。膜の合成温度は Sample A > Sample B > Sample C であった。シリカベースのガス分離膜は一般に 0.3nm 前後の細孔径を有することがガス透過特性評価結果から確認されている。ピークトップ位置における  $d$  の数値は  $d_{\text{sample A}}=0.395\text{nm}$ 、 $d_{\text{sample B}}=0.391\text{nm}$ 、 $d_{\text{sample C}}=0.384\text{nm}$  と計算された。計算結果はジルコニウムを添加したシリカのネットワーク径が大きくなる傾向があること、シリカネットワークは合成温度の増加とともにネットワーク径が小さくなるという間接評価から得られた情報と傾向が一致していた。したがって、小角 X 線散乱法は 0.5nm 以下の細孔径を直接測定でき、ガス分離膜の分離活性層評価が可能であることが分かった。

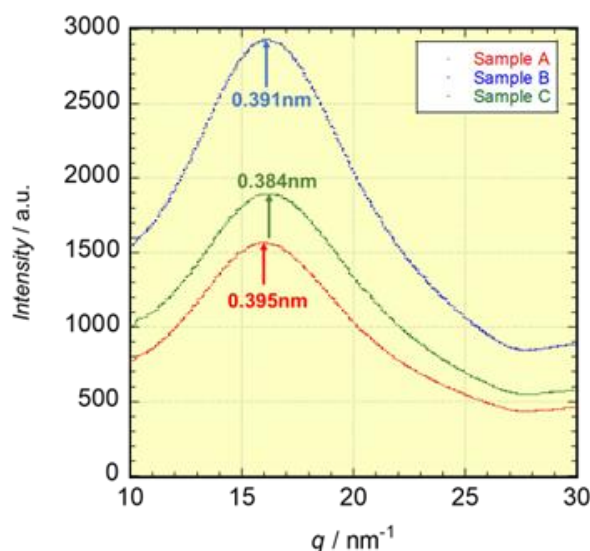


Fig.1 ガス分離膜粉末散乱測定結果

## 4. 参考文献

1. T. Nagano et al., J. Am. Ceram. Soc., 117 [1] 71-76 (2008).