

「超空間制御に基づく高度な特性を有する革新的機能素材等の創製」
平成 25 年度採択研究代表者

H28 年度
実績報告書

松方 正彦

早稲田大学理工学術院先進理工学研究科
教授

精密分子ふるい機能の高度設計に基づく無機系高機能分離材料の創製

§ 1. 研究実施体制

(1)「松方」グループ

- ① 研究代表者:松方 正彦 (早稲田大学理工学術院先進理工学研究科、教授)
- ② 研究項目:高透過性ゼオライト膜の合成と評価手法の開発

【分離能を発揮するマイクロ孔制御】

- ・ノンテンプレート法による各種ゼオライト膜の合成条件の検討
- ・超高透過性ゼオライト膜の合成および透過分離特性評価
- ・定量的に透過分離機構を表現可能なモデルの提案および構築

【階層的空間構造の評価手法】

- ・非破壊で測定が可能な構造解析手法の開発
- ・配向性および積層構造の解析
- ・製膜機構の解明

(2)「佐々木」グループ

- ① 主たる共同研究者:佐々木 優吉 (ファインセラミックセンター ナノ構造研究所、特任主席研究員)
- ② 研究項目:精密分子ふるい材料の微細構造解析

【ゼオライト分離膜の微細構造解析手法の高度化】

- ・球面収差補正装置を装備した電子顕微鏡を用いた高分解能透過電子顕微鏡観察

【分離メカニズムの解明(分子透過機構の解明を中心として)】

- ・分離メカニズムの解明に向けて、ゼオライト膜における結晶粒界の観察

【ゼオライト膜形成機構の解明(結晶成長機構と多結晶体の緻密化を中心として)】

- ・緻密化プロセスを高分解能 TEM(HRTEM)法で観察することで粒界の形成機構の検討

(3)「宮嶋」グループ

- ① 主たる共同研究者:宮嶋 圭太 (株式会社ノリタケカンパニーリミテド開発・技術本部 研究開発センター、グループリーダー)
- ② 研究項目:超高透過性多孔質支持体の開発

【透過性能を支配するメソ-マイクロ孔制御】

- ・超高透過性多孔質支持体の開発

(4)「岩本」グループ

- ① 主たる共同研究者:岩本 雄二 (名古屋工業大学工学研究科、教授)
- ② 研究項目:多孔質支持体表面層構造制御

【透過性能を支配するメソ-マイクロ孔制御】

- ・支持体表面層の形成と化学組成および構造制御
- ・ゼオライト製膜に適した支持体表面改質と微構造組織制御

(5)「武脇」グループ

- ① 主たる共同研究者:武脇 隆彦 (三菱化学株式会社 RD 戦略室、主席研究員)
- ② 研究項目:超高透過性ゼオライト膜の合成と透過特性評価

【分離能を発揮するマイクロ孔制御】

- ・有機テンプレートを利用した各種ゼオライト膜の合成条件の検討
- ・超高透過性ゼオライト膜の合成および透過分離特性評価
- ・定量的に透過分離機構を表現可能なモデルの提案および構築

(6)「宮原」グループ

- ① 主たる共同研究者:宮原 稔 (京都大学大学院工学研究科、教授)
- ② 研究項目:量子分子ふるいデザイン

【量子分子ふるい材料デザイン】

- ・ D_2/H_2 分離における材料デザインおよび吸着メカニズムの解明
- ・ $^{13}CH_4/^{12}CH_4$ 分離における材料デザインおよび吸着メカニズムの解明

(7)「金子」グループ

- ① 主たる共同研究者:金子 克美 (信州大学環境・エネルギー材料学研究所、特別特任教授)
- ② 研究項目:軽分子同位体分離用ナノ細孔体の探索・開発

【量子分子ふるい材料の探索および創製】

- ・ D_2/H_2 分離における最適材料の探索および創製
- ・温度変化の検討および細孔径制御
- ・メタンおよび酸素同位体分離における最適材料の探索および創製

(8)「児玉」グループ

- ① 主たる共同研究者:児玉 昭雄 (金沢大学理工研究域、教授)
- ② 研究項目:超精密分子ふるいプロセスの設計及び分離性能の評価

【量子分子ふるい効果を利用した分離プロセスの設計および分離性能の評価】

- ・同位体ガス分離プロセスの設計と最適分離条件の検討
- ・超精密分子ふるいによる高度ガス分離プロセスの検討

§ 2. 研究実施の概要

超高透過性を有する多孔質セラミック基材の開発においては、量産を見据えた実用的な製法である押出成形にて作製した高透過率型平板基材を用いて、目標とする透過率を有する非対称型平板支持体を開発した。また、単位体積当たりの膜面積の向上(モジュールのコンパクト化)を目的に、開発した高透過率型平板支持体を用いた積層型分離膜モジュールの開発にも着手した。またゼオライト膜の開発においては、ゼオライト構造の種類、種結晶の粒子径と形状、合成ゲル組成、水熱合成条件、焼成条件などを詳細に検討し、これらが膜性能に及ぼす影響を評価した。その結果、特徴のある分離性能を有するゼオライト膜を作製することに成功し、特許出願をはじめとして、広く社会に発表した。加えて、ゼオライト形成における速度論的解析もはじめた。シリカアモルファス相と種結晶または構造規定剤との複合層からの新規ゼオライト膜合形成を目的として、固相合成法を用いた BEA 型ゼオライトの結晶化について、最適な Si/Al 比および構造規定剤量などの原料ゲル条件の検討、および速度論的解析を用いた初期結晶化挙動の定量評価を目的とした。

また量子分子篩効果に基づく軽分子同位体分離においては、 D_2/H_2 の分離操作法として脱着速度差を分離源とする短周期圧カスイング操作を提案し、 D_2/H_2 の脱着挙動を調べた。この結果、脱着開始後若干の時間を経て、分離係数が平衡吸着量から得られる値の 2 倍程度を示すことが確認できた。なお、炭素系材料とゼオライトでは脱着挙動が異なり、その挙動解明により分離性能の向上が期待できる。またバイオガス中メタンの濃縮と二酸化炭素の回収を目的に、熱交換器を吸着材充填塔とした短周期温度スイング吸着プロセスを提案、分離実験を行った。細孔径をチューニングした分子ふるい炭素を吸着材に用い、最適な吸脱着サイクル時間に設定することで、メタン濃度は 85% まで達した。再生用温水の加熱源としてはバイオマス発電の排熱が有効活用できる。なお、この結果は吸着-再生の単純二工程サイクルで得られたものであり、サイクル構成の改善によって性能向上の可能性は大きい。