

真空凍結乾燥法による金属イオン含有シリカゲルの合成とその物性

(神戸大工¹⁾) ○梶並 昭彦¹、筒井 駿拓¹、澤田 汰良¹、姚 智超¹

Synthesis and Physicochemical Properties of Silica Gel Containing Metal Ion by Freeze Drying Method (¹Graduate School of Engineering, Kobe University) ○¹Akihiko Kajinami,¹ Takahiro Tsutsumi,¹ Taira Sawada,¹ Zhichao Yao²

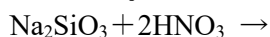
A mixed solution of sodium silicate and metal salt was hydrolyzed and freeze dried to synthesize a silica gel containing metal ions. By this method, silica gel containing unstable components can be synthesized at low temperature. In this study, silica gel containing metal ions was synthesized by this method, and its structure and physicochemical properties were examined.

Keywords : Freeze Drying Method; Silica Gel; Metal Ion

ケイ酸ナトリウムと金属塩の混合溶液を加水分解し、真空凍結乾燥 (FD) させることにより、金属イオン含有シリカゲルを合成した。本法により、不安定な成分を含有するシリカゲルを室温付近で合成できる。本研究では 本法により遷移金属イオン含有シリカゲルを合成し、その構造や物性について検討を行った。

遷移金属イオン源として硝酸コバルト溶液を用いた。メタケイ酸ナトリウム水溶液に硝酸コバルト溶液 (硝酸溶液) を滴下し、pH6-7 に調製した。得られたゲル状物を液体窒素にて急冷固化し、それを真空凍結乾燥 (FD) した。水分を完全に除去するため、さらに真空中で 200℃2 時間加熱した。得られた固形物を水洗し、風乾することにより、試料を得た。試料の非晶質構造を X 線回折測定 (XRD)、X 線吸収端微細構造測定 (XAFS) などで調べた。試料の化学的安定性については、浸出試験¹⁾ により評価した。

図 1 には、FD 試料の X 線回折パターンを示した。FD 試料、FD 加熱試料には、NaNO₃ ピークが見られた。これは (1) 式の NaNO₃ に起因すると思われる。



洗浄すると NaNO₃ は完全に除去され、Co を含有する非晶質が得られることが明らかとなった。

SEM-EDX 測定による試料中に Co と Si はほぼ同じ原子数含有されており、コバルトイオンはシリカゲル内に存在すると考えられる。XAFS 測定によると、コバルトは、約 2.2 Å の距離に約 6 個の酸素が配位していることが明らかとなった。現在、Cu, Ni, Zn イオンを含有するシリカゲルを合成し、その構造、化学的安定性を調べている。詳細については、発表時に説明を行う。

1) ASTM C1285, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008..

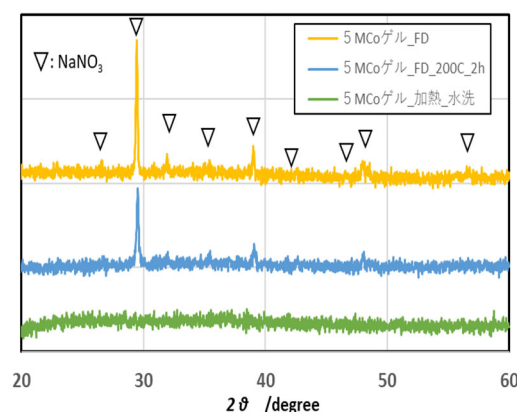


図 1 2M メタケイ酸ナトリウム-5M 硝酸コバルト溶液により合成した固化 X 線回折パターン