

## 高結晶性メソポーラスアルミナの合成

(産総研) ○若林 隆太郎・木村辰雄

Synthesis of highly crystalized mesoporous alumina (*National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, AIST-Chubu*) ○Ryutaro Wakabayashi, Tatsuo Kimura

A porous alumina is useful as a high-surface-area catalyst support. Mesoporous materials prepared utilizing the self-assembly of amphiphilic organic molecules are one of the examples. Aluminum alkoxides have often been used as the alumina source for the synthesis of ordered mesoporous alumina. Sol-gel derivative alumina frameworks derived by the hydrolysis of the alkoxides are amorphous, being proved by XRD. In general, the alumina frameworks have been required to crystallize to its  $\gamma$ -phase for the use as a catalyst support. However, during the removal of amphiphilic organic molecules by calcination, mesoporous structures are deformed and/or collapsed by extra progress of crystallization of alumina framework, leading to with the decrease in specific surface area.

In this study, we report a synthetic method of high-surface-area-mesoporous alumina with the utilization of an alumina source helpful for suppressing the deformation of alumina frameworks by crystallization. A boehmite sol was utilized as an alumina source capable of a topotactic structural conversion to its  $\gamma$ -phase at low temperature. A boehmite sol, that can be prepared by using an aluminum alkoxide, was mixed with an amphiphilic organic molecule (Pluronic P123) and solidified by using a spray dryer with the evaporation of solvents. The XRD pattern showed the formation of  $\gamma$ -alumina even after calcination at low temperature e.g., 400°C. The  $N_2$  adsorption-desorption isotherm was type IV, indicating the presence of mesopores. The specific surface area was reached up to 430 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>.

**Keywords :** Alumina; Mesoporous; Self-Assembly

多孔質アルミナは高比表面積の触媒担体として有用である。その一つとして、両親媒性有機分子の自己組織化を利用して合成するメソポーラス材料がある。メソポーラスアルミナのアルミナ源にはアルミニウムアルコキシドが多用されるが、加水分解から開始するゾルゲル反応を経由したアルミナ骨格は、X線回折測定により、アモルファス構造であることが示されている。触媒担体として利用する際は一般にアルミナ骨格を $\gamma$ 化することが望まれる。しかしながら、焼成により両親媒性有機分子を除去する過程でアルミナ骨格の結晶化を進行させ過ぎるとメソポーラス構造が変形或いは崩壊してしまい、比表面積が著しく減少する。

本研究では、結晶化による構造変化の抑制に役立つアルミナ源を利用した高比表面積のメソポーラスアルミナの合成法を報告する。低温で $\gamma$ 相へトポタクティックに変化するアルミナ源であるベーマイトに着目した。アルミニウムアルコキシドから調製したベーマイトのゾルに両親媒性有機分子 (Pluronic P123) を溶解させ、スプレードライにより溶媒を除去することで固体生成物を回収した。XRD 回折測定により、400°Cという低温で焼成しただけで $\gamma$ 相が生成したことを確認した。窒素吸着測定により、メソ孔の存在を示す IV 型の吸着等温線を観測し、比表面積が 430 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> に達していることを確認した。