

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6761999号
(P6761999)

(45) 発行日 令和2年9月30日 (2020.9.30)

(24) 登録日 令和2年9月10日 (2020.9.10)

(51) Int. Cl.

F I

B O 1 J 20/16 (2006.01)
C O 1 B 33/26 (2006.01)
B O 1 J 20/32 (2006.01)
B O 1 D 53/28 (2006.01)

B O 1 J 20/16
 C O 1 B 33/26
 B O 1 J 20/32
 B O 1 D 53/28

Z

請求項の数 9 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2015-102913 (P2015-102913)
 (22) 出願日 平成27年5月20日 (2015.5.20)
 (65) 公開番号 特開2016-215126 (P2016-215126A)
 (43) 公開日 平成28年12月22日 (2016.12.22)
 審査請求日 平成30年5月1日 (2018.5.1)

(73) 特許権者 301021533
 国立研究開発法人産業技術総合研究所
 東京都千代田区霞が関1-3-1
 (73) 特許権者 504385557
 大塚セラミックス株式会社
 茨城県下妻市半谷字原山482-1 大塚
 セラミックス株式会社本社内
 (73) 特許権者 000169499
 高砂熱学工業株式会社
 東京都新宿区新宿六丁目27番30号
 (74) 代理人 100140198
 弁理士 江藤 保子
 (74) 代理人 100127513
 弁理士 松本 悟

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非晶質アルミニウムケイ酸塩の造粒体に吸湿性の塩を担持させた水蒸気吸着材

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

非晶質アルミニウムケイ酸塩の、マクロ細孔を有する押出造粒体に、吸湿性の塩を担持させたことを特徴とする水蒸気吸着材。

【請求項2】

前記吸湿性の塩が、塩化マグネシウム及び/又は塩化カルシウムであることを特徴とする請求項1に記載の水蒸気吸着材。

【請求項3】

非晶質アルミニウムケイ酸塩を用いて、押出造粒により、マクロ細孔を有する造粒体を製造した後、該造粒体に、吸湿性の塩を担持させることを特徴とする水蒸気吸着材の製造方法。

【請求項4】

前記吸湿性の塩が、塩化マグネシウム及び/又は塩化カルシウムであることを特徴とする請求項3に記載の水蒸気吸着材の製造方法。

【請求項5】

水ガラスと硫酸アルミニウム水溶液をSi/Alモル比が0.8より大きく、1.2以下となるように混合し、これに酸またはアルカリを添加してpH6~9に調整した後、加熱して、前記非晶質アルミニウムケイ酸塩を製造することを特徴とする請求項3又は4に記載の水蒸気吸着材の製造方法。

【請求項6】

10

20

デシカント空調用吸着材であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の水蒸気吸着材

。

【請求項 7】

吸着材として請求項 1 又は 2 に記載の水蒸気吸着材を用いることを特徴とするデシカント空調システム。

【請求項 8】

蓄熱用吸着材であることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の水蒸気吸着材。

【請求項 9】

吸着材として請求項 1 又は 2 に記載の水蒸気吸着材を用いることを特徴とする蓄熱システム。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、次世代の産業を支える重要な基盤技術として実用化が強く期待されているナノテクノロジーの技術分野において、その特異な形状に起因する微細構造により吸着能等に優れた特性を示し、革新的な機能性材料としての応用が期待されている物質に関するものであり、特に、非晶質アルミニウムケイ酸塩からマクロ細孔を有する造粒体を作製し、吸湿性の塩を担持させた水蒸気吸着材に関するものである。

【背景技術】

【0002】

20

ナノサイズの細孔を有する多孔質無機材料は、その特異な微細構造に基づいて、各種物質を吸着することができる特性を有することから、様々な用途に利用されている。また、多孔質無機材料は優れた水蒸気吸着性能を有することから、ヒートポンプ熱交換材、結露防止剤、自律的調湿材料などの応用が期待されている。

特に、デシカント空調では外気から導入される空気中の湿分を取り除くことが目的であるため、夏場の高湿度の空気からでも効率的に湿分を取り除けることが必要とされているばかりでなく、様々な空気の状態においても空気中の湿分を取り除く必要があるため、どの湿度領域においても水蒸気を吸着できる物質が求められている。

【0003】

その一方でデシカント空調においては、吸着した水蒸気を脱離させるために加熱した空気を送り込み再生を行うが、この送り込む再生空気の温度が高いと、空気を暖めるのに必要なエネルギーが余計にかかってしまう。これまでは再生空気の温度として 80 以上を必要としていたが、未利用熱源の利用等を考慮すると、60 程度さらには 40 程度の低温の空気にて再生が可能な素材が求められている。

30

【0004】

上記背景の中、デシカント空調システムとしての性能向上のため、特に低温再生が可能な高性能水蒸気吸着剤の開発が行われた。そのような中で、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる物質（特許文献 1 参照）、或いは、非晶質アルミニウムケイ酸塩と低結晶性層状粘土鉱物との複合体からなる物質（特許文献 2 参照）が開発され、従来の無機材料では達し得なかった、吸着時の温度 25 相対湿度 60 % と脱離時の温度 60 相対湿度 10 % での吸脱着量が約 30 wt % の値を有し、かつ水蒸気吸着等温線において、相対湿度と水蒸気吸着量とが直線的な関係を有する無機材料が開発された。

40

【0005】

一方、水分吸着量の向上を目的として、シリカゲル、メソポーラスシリカ、ゼオライト、天然鉱物等の多孔質水分吸着剤に、塩化リチウム、塩化マグネシウム、塩化カルシウム等の吸湿性塩を多孔質水分吸着剤に担持させる技術が提案されている（特許文献 3 ~ 6 参照）。しかしながら、担持させた吸湿性塩により水分吸着剤の構造が破壊されたり、低温（40 ~ 80 未満）で再生ができないという問題があった。

【0006】

すなわち、引用文献 3 には、特定の細孔容積、比表面積、構造を有する非晶質・高純度

50

の調湿剤用シリカゲルに調湿補助剤としてのアルカリ金属塩（吸湿性塩）を含有させる技術が開示されている。しかしながら、本発明者らの研究によると、細孔径の小さいシリカゲルは、以下のような種々の問題を抱えていることが分かった。すなわち、（１）細孔径が１～３ｎｍで、比表面積が $900\text{ m}^2/\text{g}$ を超えるシリカゲルでは、一度吸着した水分が放出されにくく、再生温度が８０以上と高温であり、吸湿性塩を含有させても、再生温度を低くすることができない；（２）細孔径が５～７ｎｍで、比表面積が $700\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のシリカゲルは、再生温度が低く、高湿雰囲気での水分吸着量は優れているものの、中低湿雰囲気では水分吸着量が小さい；（３）吸湿性塩を含有させても、デシカント空調機で利用するのに必要なレベルまで水分吸着量が増大しない；（４）さらに、シリカゲルには、構造劣化の問題があり、シリカゲルを単独で用いた場合でも、除湿用フィルター材から脱落したり、除湿性能が低下するほか、吸湿性塩を含有させると、シリカゲルの構造劣化がより進行する。

10

【０００７】

また、特許文献４には、特定の細孔直径を有する細孔の内部に降圧剤（吸湿性塩）を添着させたメソ多孔体よりなる蒸気吸放出材料が開示されている。メソ多孔体はシャープな細孔径分布を有するメソ孔を有し、水分は表面張力によって自発的にメソ孔内に吸収されるので、水分吸着量が多い。しかし、本発明者らの研究によると、メソ多孔体のメソ孔の細孔径は１～１０ｎｍであり、中低湿雰囲気での水分吸着量が多いが、高湿雰囲気での水分吸着量は小さいという問題があった。また、このメソ多孔体に吸湿性塩を添着させると、メソ多孔体の構造が破壊され、水分吸着量がさらに小さくなるという大きな問題もあった。

20

【０００８】

また、特許文献５には、多孔性無機微粒子をポリテトラフルオロエチレンで結着した担持部材に担持されている潮解性無機化合物が開示されている。多孔性無機微粒子としては、シリカゲルやゼオライト等の微粒子が挙げられるが、本発明者らの研究によると、ゼオライトは、細孔分布がシャープであり、細孔径が平均で約１ｎｍと非常に小さいため、中低湿雰囲気での水分吸着量が多いものの、高湿雰囲気での水分吸着量は小さいという問題があった。また、細孔径が小さいために、水分が脱着しにくいという問題があり、再生温度が１００以上と高い。このゼオライトにアルカリ金属塩等の吸湿性塩を担持させても、水分吸着量が増大せず、また、細孔内の吸湿性塩が水分の脱着を阻害するという問題もあった。

30

【０００９】

特許文献６には、天然鉱物であるクリストバライトに塩化カルシウム、塩化リチウムの吸湿性塩を担持させた吸湿剤が開示されている。しかし、本発明者らの研究によると、クリストバライトも、吸着した水分を脱着させるための再生温度が高く、また、吸湿性塩によってクリストバライトの構造が破壊されるという問題があった。

【００１０】

その中で、特許文献１に記載の非晶質アルミニウムケイ酸塩においては、吸湿性の塩を担持させても構造劣化を生じないことから、不燃性の吸放湿性シートが開発されており、この不燃性の吸放湿性シートをハニカム構造体にするにより吸放湿性構造体の作製法が開発された（特許文献７参照）。

40

【００１１】

また、特許文献２に記載の非晶質アルミニウムケイ酸塩と結晶性層状粘土鉱物との複合体においては、該複合体に吸湿性の塩を担持させ、吸着性能を向上させた粉体が開発された（特許文献８参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【００１２】

【特許文献１】特開２００８－１７９５３３号公報

【特許文献２】国際公開第２００９／０８４６３２号

50

【特許文献3】特開2003-201113号公報

【特許文献4】特開平11-114410号公報

【特許文献5】特公平7-49091号公報

【特許文献6】特開昭60-241930号公報

【特許文献7】特開2010-240554号公報

【特許文献8】特開2011-255331号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

デシカント空調システムにおいて、吸着材を除湿塔に詰めて風を流す場合、吸着材が粉体のままでは風が流れずに止まってしまうか或いは風の抵抗が大きくなるため、吸着材を造粒体にして抵抗を小さくする方法がある。

10

そこで、本発明者らが検討した結果、非晶質アルミニウムケイ酸塩に吸湿性の塩を担持させて得られた粉体、或いは非晶質アルミニウムケイ酸塩と結晶性層状粘土鉱物との複合体に吸湿性の塩を担持させて得られた粉体（上記特許文献8）を造粒すると、乾燥時あるいは水蒸気吸着時に膨張し崩壊してしまい、繰り返し吸脱着が可能な造粒体を作製することは不可能であることが判明した。

【0014】

本発明は、以上のような事情に鑑みてなされたものであって、中湿度領域において高性能な吸着性能を有するのみならず、40～60の低温にて再生が可能な優れた吸着性能を有し、吸湿性塩を担持させても構造劣化を生じない造粒体及びその製造方法を提供することを目的とするものである。

20

【課題を解決するための手段】

【0015】

本発明者らは、上記目的を達成すべく検討を重ねた結果、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる粉体を用いてマクロな細孔を有する造粒体を作製し、得られた造粒体に塩化カルシウム等の吸湿性の塩を担持させることによって上記課題が解決できることを見出した。

【0016】

すなわち、上記課題を解決するための本発明は、以下のとおりである。

（1）非晶質アルミニウムケイ酸塩の、マクロ細孔を有する押出造粒体に、吸湿性の塩を担持させたことを特徴とする水蒸気吸着材。

30

（2）前記吸湿性の塩が、塩化マグネシウム及び／又は塩化カルシウムであることを特徴とする（1）に記載の水蒸気吸着材。

（3）非晶質アルミニウムケイ酸塩を用いて、押出造粒により、マクロ細孔を有する造粒体を製造した後、該造粒体に、吸湿性の塩を担持させることを特徴とする水蒸気吸着材の製造方法。

（4）前記吸湿性の塩が、塩化マグネシウム及び／又は塩化カルシウムであることを特徴とする（3）に記載の水蒸気吸着材の製造方法。

（5）水ガラスと硫酸アルミニウム水溶液をSi/Alモル比が0.8より大きく、1.2以下となるように混合し、これに酸またはアルカリを添加してpH6～9に調整した後、加熱して、前記非晶質アルミニウムケイ酸塩を製造することを特徴とする（3）又は（4）に記載の水蒸気吸着材の製造方法。

40

（6）デシカント空調用吸着材であることを特徴とする（1）又は（2）に記載の水蒸気吸着材。

（7）（1）又は（2）に記載の水蒸気吸着材を用いることを特徴とするデシカント空調システム。

（8）蓄熱用吸着材であることを特徴とする（1）又は（2）に記載の水蒸気吸着材。

（9）吸着材として（1）又は（2）に記載の水蒸気吸着材を用いることを特徴とする蓄熱システム。

【発明の効果】

50

【 0 0 1 7 】

本発明により得られる、非晶質アルミニウムケイ酸塩の、マクロな細孔を有する造粒体に、塩化カルシウム溶液を含浸させた水蒸気吸着材は、40 の再生で25 相対湿度60 %における水蒸気吸着量が30 wt %程度、60 の再生で25 相対湿度60 %における水蒸気吸着量が40 wt %程度、100 の再生で25 相対湿度60 %における水蒸気吸着量が50 wt %程度の優れた水蒸気吸着性能を有し、かつ吸湿性塩類を担持させても構造劣化が生じない安定な構造を有しているため、水蒸気吸着剤特にデシカント空調用吸着剤として格別の効果が奏される。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 8 】

10

【図1】実施例1における塩化カルシウムを含浸させた造粒体の水蒸気吸着結果を示す図。

【図2】実施例1における塩化マグネシウムを含浸させた造粒体の水蒸気吸着結果を示す図。

【図3】実施例1により得られた造粒体の薄片試料の光学顕微鏡による観察写真。

【図4】実施例2における造粒体の水蒸気吸着結果を示す図。

【図5】含浸後の構造安定性評価における水蒸気吸着結果を示す図。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 9 】

次に、本発明について更に詳細に説明する。

20

本発明において基材となる非晶質物質は、構成元素をケイ素 (S i)、アルミニウム (A l)、酸素 (O) 及び水素 (H) とし、多数の S i - O - A l 結合で組み立てられた水和ケイ酸アルミニウムである。

この非晶質アルミニウムケイ酸塩は、無機ケイ素化合物溶液と無機アルミニウム化合物溶液を S i / A l 比が 0 . 8 ~ 1 . 2 となるように混合し、酸又はアルカリを添加して p H を 6 ~ 9 に調整し、その後脱塩処理したものを 95 程度にて加熱することにより人工的に得ることが可能である。

【 0 0 2 0 】

本発明では、非晶質アルミニウムケイ酸塩粉末に、有機バインダーの一つであるメチルセルロースと水を添加し混練した後、押出造粒によりマクロ細孔を有する造粒体を作製する。この造粒体に吸湿性塩の一つである塩化カルシウムを担持させることにより、40 の再生で相対湿度60 %において30 . 3 wt %、60 の再生で相対湿度60 %において40 . 7 wt %、100 の再生で相対湿度60 %において51 . 3 wt %の優れた水蒸気吸着性能を有している物質を作成することが可能となった。

30

すなわち、非晶質アルミニウムケイ酸塩を用いてマクロ細孔を有する造粒体を作成し、吸湿性の塩を担持させることにより、従来では得られなかった、優れた水蒸気吸湿挙動を有する造粒体の提供が可能となったものである。

【 0 0 2 1 】

本発明において、加熱前の前駆物質の調製には、原料として、通常、無機ケイ素化合物と無機アルミニウム化合物が用いられる。

40

ケイ素源として使用される試剤は、ケイ酸水溶液であればよく、具体的には、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、水ガラス、無定形コロイド状二酸化ケイ素 (エアロジル等)、等が好適なものとして挙げられる。

また、上記ケイ酸塩分子と結合させるアルミニウム源は、アルミニウムイオンであればよく、具体的には、例えば、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウムおよびアルミン酸ナトリウム等のアルミニウム化合物が挙げられる。これらのケイ素源及びアルミニウム源は、上記の化合物に限定されるものではなく、それらと同効のものであれば同様に使用することができる。

【 0 0 2 2 】

これらの原料を適切な水溶液に溶解させ、所定の濃度の溶液を調製する。本目的を満た

50

す優れた吸着挙動を示す非晶質アルミニウムケイ酸を合成するには、ケイ素 / アルミニウムモル比は 0.8 ~ 1.2 となるように混合することが必要である。溶液中のケイ素化合物の濃度は 1 ~ 2000 mmol / L で、アルミニウム化合物の溶液の濃度は 1 ~ 2000 mmol / L であるが、好適な濃度としては 1 ~ 700 mmol / L のケイ素化合物溶液と、1 ~ 1000 mmol / L のアルミニウム化合物溶液を混合することが好ましい。これらの比率及び濃度に基づいて、アルミニウム化合物溶液にケイ素化合物溶液を混合し、酸又はアルカリを添加して pH を 6 ~ 9 に調整して、前駆体を形成した後、この前駆体物質を含む懸濁液を、95 程度で所定時間加熱後、洗浄および乾燥を行うことによって、目的の基材となる非晶質アルミニウムケイ酸塩が得られる。

【0023】

得られた非晶質アルミニウムケイ酸塩に、バインダーと水を加えマクロ細孔、すなわち、直径 50 nm 以上の細孔を有する造粒体を作製する。目的を満たす造粒体を作製するには、バインダーの添加量を非晶質アルミニウムケイ酸塩の重量に対し、0 ~ 50 wt % 添加する必要があるが、好ましくは 0 ~ 5 wt % であり、全く添加しなくても可能である。添加する水の量は非晶質アルミニウムケイ酸塩に対し、50 ~ 200 wt % 添加する必要があるが、好ましくは 100 ~ 150 wt % である。

この非晶質アルミニウムケイ酸塩に添加するバインダーの種類は、特に限定されないが、好ましくは有機系バインダーのメチルセルロースが用いられる。またこの非晶質アルミニウムケイ酸塩から造粒体を作製する方法は、特に限定されないが、好ましくは押出造粒が用いられる。

【0024】

本発明におけるバインダーとしては、無機バインダー、有機バインダーのどちらも使用が可能である。

無機バインダーとしては、無機ゾルや粘土系バインダーが挙げられる。無機ゾルとしては、例えばアルミナゾル、シリカゾル、チタニアゾル、セピオライトゾル、アタパルジャイトゾル、水ガラスなどが挙げられる。粘土系バインダーとしては、白土、カオリナイト、モンモリロナイト、蛙目粘土、セピオライト、アタパルジャイトなどが挙げられる。

有機バインダーとしては、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、カルメロース（カルボキシシメチルセルロース）等のセルロース系バインダー、アルギン酸ナトリウム等のアルギン酸系バインダー、澱粉、小麦粉、ブリティッシュガム、キサンタンガム、デキストリン、デキストラン、プルラン等の多糖類系バインダー、ゼラチン等の動物系バインダー、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等のビニル系バインダー、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸エステル等のアクリル系バインダー、ポリエチレンオキサイド、ポリプロピレンオキサイド、ポリエチレングリコール等のその他樹脂系バインダーなどが挙げられる。

これらのバインダーの一種または二種以上を混合して用いてもよい。

【0025】

また本発明における造粒体の製造方法としては、圧縮造粒、押出造粒、解砕造粒、転動造粒、流動層造粒、攪拌造粒、噴霧造粒などを挙げることができるが、中でも、圧縮造粒、押出造粒、転動造粒が好ましい。

【0026】

上記のように非晶質アルミニウムケイ酸塩の粉体に、有機バインダーの一つであるメチルセルロースと水を添加し混練した後、押出造粒によりマクロ細孔を有する造粒体を作製し、この造粒体に吸湿性塩の一つである塩化カルシウムを担持させることにより、目的の水蒸気吸着特性において優れた吸着剤を得ることができる。

上記の造粒体に吸湿性塩を担持させる方法は、特に限定されないが、好ましくは、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる造粒体に、吸湿性塩の溶液を含漬させる方法が用いられる。

具体的には、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる造粒体を、塩化カルシウムなどの吸

10

20

30

40

50

湿性塩の溶液にひたし攪拌の後、100にて1日乾燥させることによって、目的の水蒸気吸着特性において優れた吸着剤を得ることができる。

【0027】

本発明における吸湿性の塩としては、塩化リチウム、塩化ナトリウム、塩化マグネシウムなどのハロゲン化金属塩、硫酸ナトリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、硫酸亜鉛などの金属硫酸塩、酢酸カリウムなどの金属酢酸塩、塩酸ジメチルアミンなどのアミン塩、オルトリン酸などのリン酸化合物、塩酸グアニジン、リン酸グアニジン、スルファミン酸グアニジンなどのグアニジン塩、水酸化ありウム、水酸化ナトリウム、水酸化マグネシウムなどの金属水酸化物などを挙げることができるが、中でも、ハロゲン化金属塩、グアニジン塩が好ましい。

10

【実施例】

【0028】

次に、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、本発明は、以下の実施例によって何ら限定されるものではない。

【0029】

(実施例1)

本発明における水蒸気吸着材の基材となる非晶質アルミニウムケイ酸塩を、以下のように合成した。

Si源としてSi濃度が0.41mol/Lの水ガラス水溶液1000mLと、Al源としてAl濃度が0.45mol/Lの硫酸アルミニウム水溶液1000mLを用いた。硫酸アルミニウム水溶液に水ガラス水溶液を加え、約15分間攪拌を行った。このときのSi/Al比は0.91である。攪拌後、5Nの水酸化ナトリウム水溶液を添加し、pHが7程度になるまで添加した。水酸化ナトリウム水溶液の滴下量は18mLであった。このようにして生成させた懸濁液を1時間攪拌し前駆体懸濁液を作成した。

20

調整した1Lの前駆体懸濁液を、2000mL用の耐熱容器に入れ、98で18時間加熱を行った。反応後、遠心分離にて3回洗浄し、60で1日乾燥させた。

【0030】

得られた生成物については、粉末X線回折測定を行った。生成物の粉末X線回折図形は、 $2\theta = 26, 40^\circ$ 付近にブロードなピークが見られ、非晶質アルミニウムケイ酸塩が生成していることが確認された。

30

【0031】

上記によって得られた非晶質アルミニウムケイ酸塩20gに、メチルセルロースを0.8g、水を30g添加し、手で混練した後、クレイガンにて押出造粒を行った。生成されたひも状の成型体を切断し、60で1日乾燥することにより、目的の造粒体を得た。このときに得られた造粒体の嵩密度は0.38g/mLであった。

【0032】

上記によって得られた造粒体を5mol/Lの塩化カルシウム水溶液あるいは5mol/Lの塩化マグネシウム水溶液に1時間浸漬させた後、純水に5秒浸して造粒体表面を洗浄し、その後100で1日乾燥させることにより、目的の水蒸気吸着性能に優れた造粒体を得た。

40

【0033】

(水蒸気吸着評価)

実施例1にて得られた非晶質アルミニウムケイ酸塩に塩化カルシウムあるいは塩化マグネシウムを含浸させた造粒体について、40~100の各温度にて乾燥機で18時間乾燥後、温度25湿度60%の条件にて恒温恒湿槽で6時間水蒸気を吸着させ、それぞれの重量変化から、水蒸気吸着量を求め、水蒸気吸着性能評価を行った。このとき塩を保持させていない造粒体、シリカゲル、ゼオライト13Xを比較試料とした。

5mol/L塩化カルシウム水溶液に浸漬させた水蒸気吸着率の結果を図1に、5mol/L塩化カルシウム水溶液に浸漬させた結果を図2に示す。また比較試料と合わせた結果を表1に示す。

50

【 0 0 3 4 】

【表 1】

| 再生温度 (°C) | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 100 |
|-------------|------|------|------|------|------|------|------|
| 塩化カルシウム担持品 | 30.3 | 36.0 | 40.7 | 43.2 | 46.6 | 49.3 | 51.3 |
| 塩化マグネシウム担持品 | 26.9 | 32.1 | 37.4 | 40.3 | 43.3 | 45.4 | 48.3 |
| 未処理品 | 14.3 | 16.8 | 18.5 | 19.5 | 20.6 | 21.5 | 22.1 |
| シリカゲル | 14.8 | 18.5 | 18.8 | 20.5 | 21.6 | 22.9 | 22.5 |
| ゼオライト 13X | 2.6 | 3.7 | 4.9 | 5.8 | 7.2 | 9.0 | 11.1 |

(単位: w t %)

【 0 0 3 5 】

図 1 及び表 1 に示すように、5 m o l / L 塩化カルシウム水溶液に浸漬させた造粒体の水蒸気吸着率は、40 乾燥で 30.3 w t %、60 乾燥で 40.7 w t %、100 乾燥で 51.3 w t %であった。

また、図 2 及び表 1 に示すように、5 m o l / L 塩化マグネシウム水溶液に浸漬させた造粒体の水蒸気吸着率は、40 乾燥で 26.9 w t %、60 乾燥で 37.4 w t %、100 乾燥で 48.3 w t %であった。

【 0 0 3 6 】

一方、表 1 に示すように、比較として用いた造粒体未処理品、シリカゲル、ゼオライト 13X の水蒸気吸着率は、造粒体未処理品は、40 乾燥で 14.3 w t %、60 乾燥で 18.5 w t %、100 乾燥で 22.1 w t %であり、シリカゲルは 40 乾燥で 14.8 w t %、60 乾燥で 18.8 w t %、100 乾燥で 22.5 w t %、ゼオライト 13X は、40 乾燥で 2.6 w t %、60 乾燥で 4.9 w t %、100 乾燥で 11.1 w t %であった。

【 0 0 3 7 】

上記吸着評価より、実施例で得られた物質の水蒸気吸着性能は、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる造粒体のみでは得られることはできず、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる造粒体を塩化カルシウム水溶液に含浸させることによって初めて得られる性質であることが明らかとなった。

【 0 0 3 8 】

(マクロ細孔観察)

実施例 1 の押出造粒により得られた造粒体において、薄片試料を光学顕微鏡にて観察した写真を図 3 に示す。図 3 に示されるように、サブミクロン～マイクロメートルオーダーのマクロ細孔が存在することが確認された。

【 0 0 3 9 】

(実施例 2)

実施例 1 と同じ非晶質アルミニウムケイ酸塩粉体を用いて、非晶質アルミニウムケイ酸塩 5 k g に、メチルセルロースを 0.2 k g、水を 6.5 k g 添加し、機械による混練後、押出造粒機により押出造粒を行った。生成されたひも状の成型体を切断し、80 で 1 日乾燥することにより、目的の造粒体を得た。このときに得られた造粒体の嵩密度は 0.44 g / m L であった。

【 0 0 4 0 】

上記によって得られた造粒体を 5 m o l / L の塩化カルシウム水溶液に 1 時間浸漬させた後、純水に 5 秒浸して造粒体表面を洗浄し、その後、100 で 1 日乾燥させることにより、目的の水蒸気吸着性能に優れた造粒体を得た。

【 0 0 4 1 】

(水蒸気吸着評価)

実施例 2 にて得られた非晶質アルミニウムケイ酸塩に塩化カルシウムを含浸させた造粒

10

20

30

40

50

体について、40～100 の各温度にて乾燥機で18時間乾燥後、温度25 湿度60 %の条件にて恒温恒湿槽で6時間水蒸気を吸着させ、それぞれの重量変化から、水蒸気吸着量を求め、水蒸気吸着性能評価を行った。

5 mol / L 塩化カルシウム水溶液に浸漬させた水蒸気吸着率の結果を図4に示す。

図4に示すように、5 mol / L 塩化カルシウム水溶液に浸漬させた造粒体の水蒸気吸着率は、40 乾燥で29.4 wt %、60 乾燥で40.7 wt %、100 乾燥で50.6 wt %であった。

【0042】

上記吸着評価より、実施例で得られた物質の水蒸気吸着性能は、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる造粒体のみでは得られることはできず、非晶質アルミニウムケイ酸塩からなる造粒体を塩化カルシウム水溶液に含浸させることによって初めて得られる性質であることが明らかとなった。

10

【0043】

(含浸後の構造安定性評価)

実施例1にて作製した5 mol / L 塩化カルシウム水溶液に浸漬させた造粒体の構造安定性の評価を行うため、乾燥・吸着を120回繰り返す耐久性試験を行った。そのときの水蒸気吸着性能結果を図5に示す。

このように120回乾燥・吸着を繰り返しても、水蒸気の吸着性能は変化しないことから、塩化カルシウム水溶液に浸漬させた造粒体であっても構造劣化が生じないことが明らかとなった。

20

【0044】

(比較例)

実施例1および2にて用いた非晶質アルミニウムケイ酸塩粉体を、5 mol / L 塩化カルシウム水溶液に浸漬して乾燥させた粉体5 kgに、メチルセルロースを0.2 kg、水を2 kg添加し、機械による混練後、押出造粒機により押出造粒を行った。生成されたひも状の成型体を切断し、80 で1日乾燥したところ、成型体は崩壊し造粒体を作製することはできなかった。

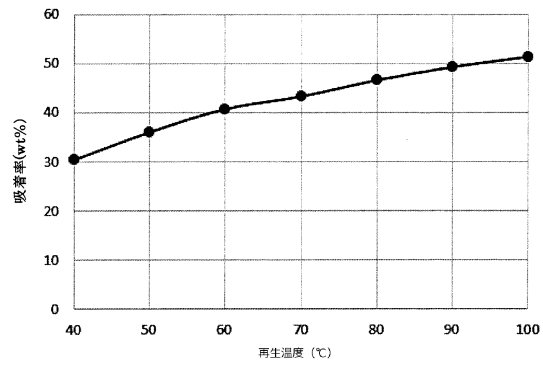
【産業上の利用可能性】

【0045】

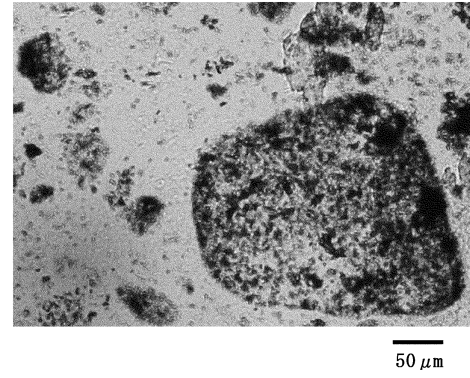
本発明の、非晶質アルミニウムケイ酸塩のマクロ細孔を有する造粒体に吸湿性の塩を担持させた水蒸気吸着材は、中湿度領域において高性能な吸着性能を有するのみならず、40～60 の低温にて再生が可能な優れた吸着性を有する吸着材であり、蓄熱用、バッチ式デシカント空調用などの吸着材を提供するものとして有用である。

30

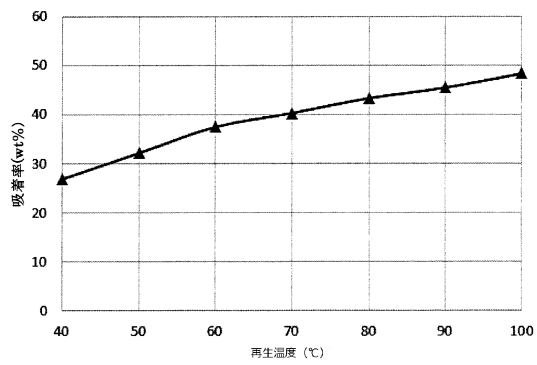
【図 1】



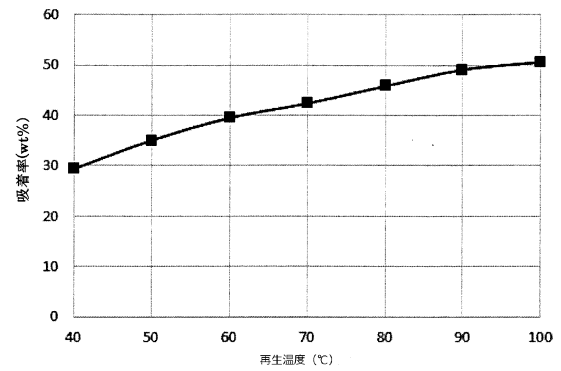
【図 3】



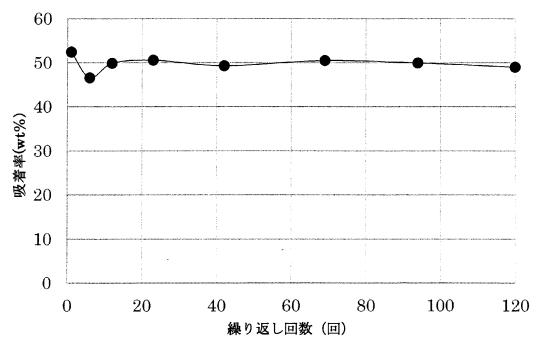
【図 2】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

- (74)代理人 100158665
弁理士 奥井 正樹
- (74)代理人 100199691
弁理士 吉水 純子
- (72)発明者 森本 和也
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 国立研究開発法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 万福 和子
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 国立研究開発法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 星野谷 亜衣
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 国立研究開発法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 佐脇 貴幸
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 国立研究開発法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 鈴木 正哉
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 国立研究開発法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 松田 聡
茨城県つくば市東 1 - 1 - 1 国立研究開発法人産業技術総合研究所つくばセンター内
- (72)発明者 川村 正行
茨城県下妻市半谷 4 8 2 - 1 大塚セラミックス株式会社本社内
- (72)発明者 小室 匠
茨城県下妻市半谷 4 8 2 - 1 大塚セラミックス株式会社本社内
- (72)発明者 新井 英夫
茨城県下妻市半谷 4 8 2 - 1 大塚セラミックス株式会社本社内
- (72)発明者 中川 政徳
茨城県下妻市半谷 4 8 2 - 1 大塚セラミックス株式会社本社内
- (72)発明者 大塚 喜一郎
茨城県下妻市半谷 4 8 2 - 1 大塚セラミックス株式会社本社内
- (72)発明者 陶 昇
東京都新宿区新宿六丁目 2 7 番 3 0 号 高砂熱学工業株式会社内
- (72)発明者 谷野 正幸
東京都新宿区新宿六丁目 2 7 番 3 0 号 高砂熱学工業株式会社内
- (72)発明者 川上 理亮
東京都新宿区新宿六丁目 2 7 番 3 0 号 高砂熱学工業株式会社内

審査官 高橋 成典

- (56)参考文献 特開 2 0 1 0 - 2 4 0 5 5 4 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 0 / 0 2 6 9 7 5 (W O , A 1)
特開 2 0 0 4 - 0 4 4 8 2 8 (J P , A)
特開 2 0 0 1 - 3 5 3 4 4 1 (J P , A)
特開 2 0 1 1 - 2 5 5 3 3 1 (J P , A)
特開平 0 7 - 1 8 5 3 1 7 (J P , A)
特開平 0 7 - 0 1 0 5 2 8 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

| | | | |
|---------|-----------|---|-----------|
| B 0 1 J | 2 0 / 0 0 | - | 2 0 / 2 8 |
| | 2 0 / 3 0 | - | 2 0 / 3 4 |
| B 0 1 D | 5 3 / 2 6 | - | 5 3 / 2 8 |
| C 0 1 B | 3 3 / 2 0 | - | 3 9 / 5 4 |