

ゼオライト結晶化合物の結晶構造解析

電子顕微鏡による結晶の直接観察

Crystal Structure Analysis of Zeorite
Direct Observation of Crystal by Electron Microscope

(電力技術研究所 地球環境G)

ゼオライトは結晶構造に起因する優れたガス吸着・分離特性や触媒特性を有している。材料開発では結晶構造の直接観察は貴重な情報を提供してくれるが、従来、ゼオライト結晶構造の直接観察は困難であった。そこで、(財)ファインセラミックスセンター(JFCC)と共に、高感度スロースキャンカメラの透過電子顕微鏡(TEM)への応用を検討した結果、結晶構造の直接観察が可能となり、新たな評価手法が確立できた。

1

研究の背景

ゼオライトは結晶構造に起因する吸着等数多くの優れた特性を持っている。当研究所では、その特性に着目し排煙・排水処理への適用の研究を進めているが、吸着性能や触媒活性の向上が処理システム開発の鍵となっている。これまで、ゼオライトの特性に関する研究は、試料中のSi/Al比などマクロな領域における平均化されたデータでなされており、結晶格子レベルでの局所的構造・組成との関係で特性が解析されている例はほとんどない。そこで、微細組織とゼオライトの諸特性の関係を明らかにすることをねらいに、結晶構造の直接観察手法について研究を実施した。

2

研究の概要

結晶構造の評価手法としてX線回折が広く用いられるものの、格子欠陥など局所的データは得られない。それに対し、微細構造の直接観察として透過電子顕微鏡(TEM)が一般的であるが、ゼオライトは電子線照射に極めて脆弱であることから、従来の観察条件では高分解能観察が困難であった。そこで、本研究では高感度スロースキャンカメラ(SSC)をTEMに応用し約1/50の電子線照射量における観察条件の検討、ならびに試料前処理として、吸着水の脱水処理条件の適正化について検討を行った。(第1図)

3

成果

観察条件の最適化により、電子線照射に特に弱いゼオライトA型をはじめ各種ゼオライトの高分解能観察

(Electric Power Research & Development Center,
Environmental & Chemical Group)

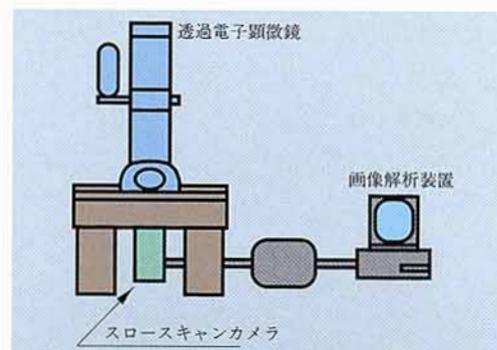
Zeorite has gas absorption, separation characteristic, and catalytic properties arising from its crystal structure. In the material development, direct observation of the crystal structure offers precious data, however, it has conventionally been impossible to observe the crystal structure of zeorite directly. Accordingly, we examined an application of a high-sensitivity slow-scan camera to a transmission electron microscope (TEM) during joint research with Japan Fine Ceramic Center (JFCC), and enabled the direct observation of the crystal structure, thereby establishing an innovative evaluation method.

が可能となった。これによりゼオライト内に規則配列する細孔を明確に観察できる。また本手法で、X線回折では測定されえない、メソ孔という局所的欠陥構造の詳細な解析を可能にすることができた。(第2図)

4

今後の展開

本手法により、ゼオライト結晶構造の直接観察が可能となったことから、メソ孔等の微細構造と吸着や触媒特性との関係解明、結晶内組成の不均一性と特性との関係解明を行い高性能材料開発を目指していく。



第1図
SSCを用いた
TEM観察装置



第2図
メソ孔の
TEM写真