

Title	光干渉法を用いたZSM-5ゼオライト結晶の溶解過程の直接観察
Author(s)	中島, 雄介
Citation	
Issue Date	1997-03
Type	Thesis or Dissertation
Text version	none
URL	http://hdl.handle.net/10119/2338
Rights	
Description	Supervisor:佐野 庸治, 材料科学研究科, 修士

光干渉法を用いたZSM-5ゼオライト結晶の溶解過程の直接観察

中島 雄介 (佐野研究室)

1. 緒言

ゼオライトの結晶成長機構を明らかにするためには結晶の成長および溶解に関する基礎的な理解が必要である。当研究室では新しいタイプの観察用セルを用いて ZSM-5 ゼオライト結晶成長過程の直接観察を試み、結晶の成長速度、双晶や2次核の形成過程などを既に明らかにしてきた。本研究では、光干渉法を併用して ZSM-5 ゼオライト結晶の溶解過程の直接観察を行った結果について報告する。

2. 実験

ZSM-5 ゼオライト結晶は、コロイダルシリカ、硝酸アルミニウム、テトラプロピルアンモニウムブロミド (TPABr) および水酸化ナトリウム水溶液から調製した $0.05\text{TPA}_2\text{O}-0.05\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-x\text{Al}_2\text{O}_3-200\text{H}_2\text{O}$ ($x=0, 0.001, 0.002$) の組成の反応溶液 1ml をテフロン製内筒 (内容積 2ml) を有する観察用セル (厚さ $50\mu\text{m}$ の PFA 膜で保護) に入れ、 $165^\circ\text{C} \cdot 48$ 時間水熱処理することにより合成した。新たな反応容器に種々の濃度の水酸化ナトリウム水溶液 1.5ml を入れ、観察窓上に得られたゼオライト結晶の溶解過程を倒立型光学顕微鏡で光干渉法を併用して観察し、タイムラプスビデオに記録した。図 1 には干渉縞出現の原理の模式図を示す。LED(発光ダイオード) による単色光が結晶の (010) 面と (010) 面で反射し結晶厚さ d が $2nd=m\lambda$ を満たすときに干渉縞が出現する。したがって干渉縞を観察することにより結晶の厚さ方向の溶解過程をも評価することができる。

3. 結果および考察

図 2 に $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 比 1000 の反応溶液から合成した ZSM-5 ゼオライト結晶の溶解過程の顕微鏡像を示す。干渉縞は結晶沿面上に現われ、時間とともに中心部に移動していくことから結晶は外縁から溶解していること、および結晶中心部が厚く長さ方向に薄くなっていることがわかる。図 3、4 には種々の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 比の反応溶液から合成したゼオライト結晶の溶解過程における結晶の長さおよび、結晶中心部に移動した干渉縞次数の経時変化を示す。光干渉法を用いることにより結晶の溶解過程を 3 次元で観察することに成功した。いずれの場合においても結晶の幅は溶解時間とともに直線的に減少したが、長さ方向の溶解はある溶解時間で急激に進行した。この急激な変化は結晶の両端の厚さがちょうど 0 になることとよく対応していた。なおシリカライト ($x=0$) の溶解速度は長さ、幅及び厚さ方向にそれぞれ $4.97, 5.04$ 及び $2.73\mu\text{m}/\text{h}$ であった。(図は予稿集参照)

図は 平成 8 年度修士論文研究発表要旨集参照

keywords

ZSM-5 ゼオライト, 直接観察, アルミニウム, 干渉縞