アプリケーションノート　B-XRD1131

rigaku.comで見る

B-XRD1131 - PDF解析によるゼオライトの構造評価

はじめに

ゼオライトは多孔質アルミノケイ酸塩として知られ、水の吸着能・イオン交換能・分子ふるい能・触媒能など優れた特性を持つ材料です。その結晶構造はTO_4四面体（T = Si, Al）を基本構造単位として、それぞれの酸素を共有しながら複数の環状構造を形成しますが、加熱処理などで非晶化する場合があります。XRDでは結晶構造を評価する手段として、結晶質にはRietveld解析がしばしば利用されるものの、非晶質化してしまった試料には適用することができません。このような場合、PDF解析を用いることによって、非晶質から構造情報を抽出して解析することができます。

測定・解析例

熱処理前後のチャバサイト型ゼオライト（CHA）のX線回折（XRD）測定を行いました。図1にそれぞれの条件から得られたXRDパターンを示します。熱処理前のXRDパターンは、鋭いピークを示していることから、結晶質ゼオライトであることがわかります。熱処理後のXRDパターンは、ブロードなハローパターンを示しており、非晶質ゼオライトに相変化したことがわかります。

次に、構造解析を行うために、PDF解析を行った結果を図2に示します。それぞれのピーク位置は原子間距離*r*を示しています。熱処理前後において、4員環（図3参照）由来のSi-O相関距離の強度が減衰し、6, 8員環由来のSi-O相関距離の強度には変化がないことが分かりました。すなわち、熱処理によって4員環構造が壊れた非晶質になっていることが推測できます。またSiO_2ガラスのPDFパターンと類似したPDFパターンとなっているため、ゼオライトの非晶質構造はSiO_2ガラスの構造に類似していることが推測されます。

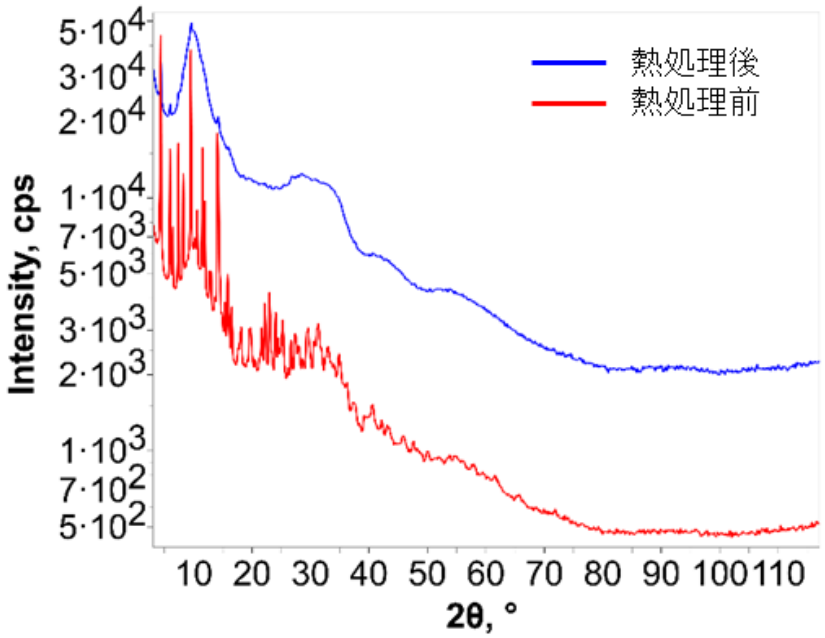

図1　熱処理前後のゼオライトのXRDパターン（熱処理後のデータにオフセット処理済）

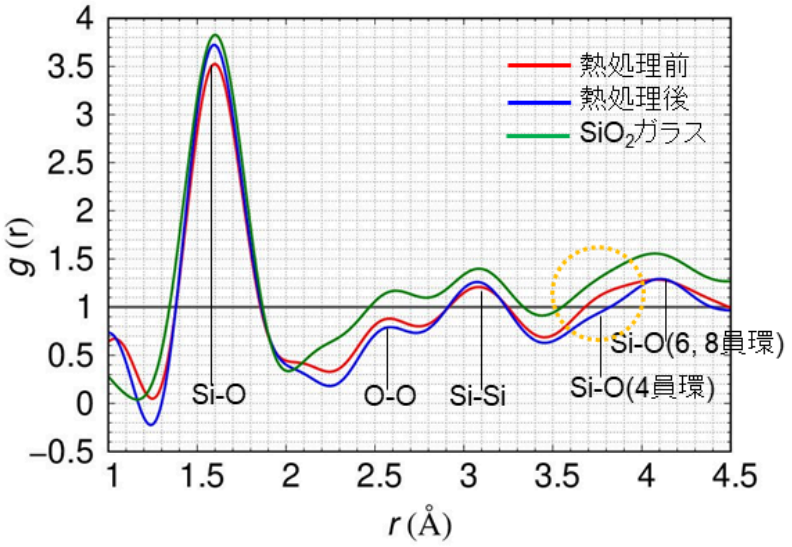

図2　熱処理前後のゼオライトとSiO_2ガラス（オフセット処理済）のPDFパターン

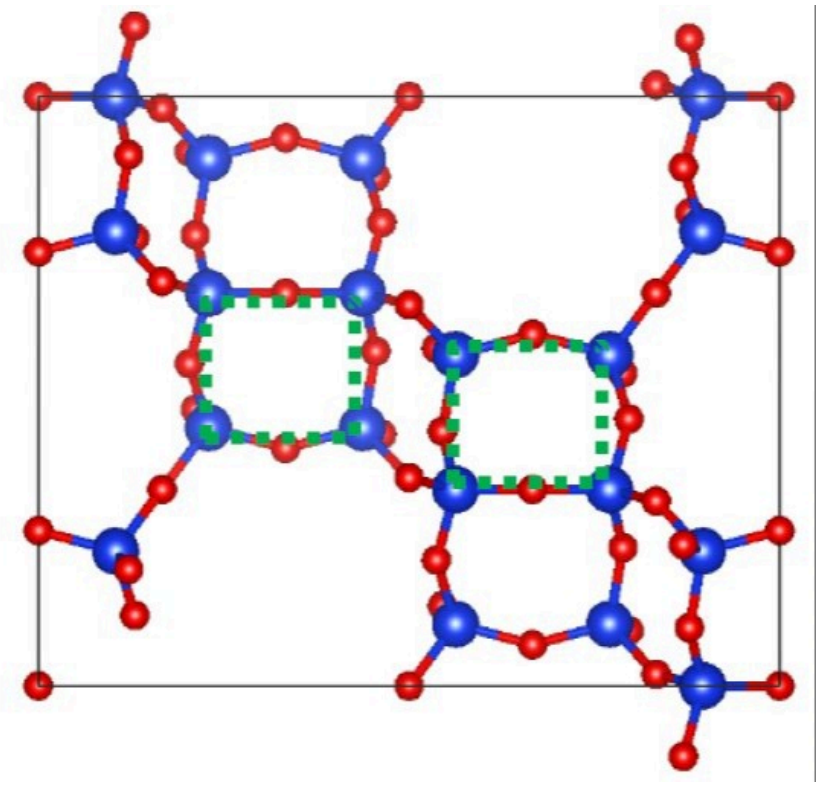

図3　CHAの4員環（赤:O,青:Si, 緑枠:4員環）

推奨装置・ソフトウェア

- 全自動多目的X線回折装置 SmartLab ＋ Ag管球 ＋ CBO-E集光光学系＋キャピラリーアタッチメント
- 高分解能・高速1次元X線検出器 D/teX Ultra250 HE
- ハイブリッド型多次元ピクセル検出器 HyPix-3000 HE
- X線分析統合ソフトウェア SmartLab Studio II （PDFプラグイン）

おすすめの製品

HyPix-3000/3000HE

ハイブリッドピクセル2次元検出器
粉末の高速測定から薄膜の2次元測定まで対応。

SmartLab

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab*
装置が最適条件を教えてくれるガイダンス機能を実現。

SmartLab Studio II

X線分析統合ソフトウェア *SmartLab Studio II*
測定から解析まで、X線分析のすべてをこなす統合ソフトウェア