

Ni 形ゼオライトの置換条件と特性

Ion exchange conditions of Ni type zeolite and their properties

弘前大院理工 ○鳴海旬哉 大川内雅斗 宮永崇史 鈴木裕史

Grad. Sch. of Sci. & Technol Hirosaki Univ.

○Junya Narumi, Masato Ookawauchi, Takafumi Miyanaga, Yushi Suzuki

E-mail: uc@hirosaki-u.ac.jp

[諸言]

銀をゼオライトにドーブした銀形ゼオライトは、加熱等の処理により強いフォトルミネッセンス (PL) を発現する [1]。この材料はレアアースを使用しないため様々な応用が期待されている。我々は様々な測定方法を用いて PL 発現機構の解明を試みてきた。そして、X 線吸収端微細構造分析 (XAFS) により加熱等の処理中 Ag クラスターが形成され、PL が観測される大気共存下・室温において形成されたクラスターが崩壊していることを解明した [2]。このことから、ゼオライトの PL の原因は Ag クラスターによるものではなく、ゼオライト骨格によるものであると推定された。そこで、他の金属をゼオライトにドーブすることによって PL が発現する可能性があると考え、ニッケルをゼオライトにドーブした際の PL 発現の有無を探索することにした。本実験では、PL 測定、EPMA 測定、XRD 測定を行い、それらの結果を比較することで Ni 形ゼオライトの特性を解明することを目的とした。

[実験方法]

市販の Na-X 型ゼオライト [東ソー株式会社製、合成ゼオライト] を脱イオン水でナトリウムイオンを除去したゼオライトを用いイオン交換を行った。イオン交換は、硝酸ニッケル水溶液を使用し、温度 25 °C で 24 時間攪拌し、その後、室温で 24 時間浸漬した。イオン交換後、大気中で 24 時間風乾することで、Ni 形ゼオライトの粉末試料を作成した。

PL 測定は、試料を 300 °C で 3 時間加熱した後に分光蛍光光度計 (F-2700 形 分光蛍光光度計 日立ハイテクサイエンス社製) を用い行った。

EPMA 測定は、室温で硬化するエポキシ樹脂で Ni-X ゼオライトを封入後研磨し、粒子断面を露出させエネルギー分散型 EPMA (EDS) で電子プローブマイクロアナライザ (JXA-8230 JEOL 製) を用いて定量分析を行った。

XRD 測定は、全自動多目的 X 線回折装置 (SmartLab Rigaku 製) を用いて行った。回折スペクトルは集中法 (D/teX) で、5 ° から 90 ° の範囲で測定し、結晶同定を行った。

[結果]

Fig.1 に未加熱の (a) Ni-X ゼオライトと (b) Na-X ゼオライト、3 時間で 300 °C 加熱後の (c) Ni-X ゼオライトと (d) Na-X ゼオライトの 3D-PL スペクトル図を示す。(a) と (b)、(c) と (d) を比較すると Ni ドープ後で PL 強度が減少している事が確認された。さらに、(a) と (c) を比較すると、Ni-X ゼオライトの加熱後においても PL 強度が減少することが確認された。また、EPMA 測定において十分な量ではないが、ゼオライト内にニッケルが存在していることや、XRD 測定において Ni-X ゼオライトが FAU 構造を保っていることが確認された。これらの結果から、消光現象は、ニッケル由来である可能性が考えられ、PL 発現はゼオライト骨格によるものであるという推定を裏付けた。今後は置換条件や加熱条件を変化させて更なる探索を行っていく。詳細は発表当日に報告する。

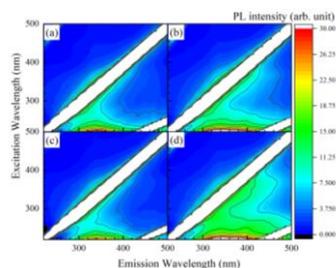


Fig.1 3D-PL spectrum of Ni type and Na type zeolite. As prepared (a) Ni-X zeolite and (b) Na-X zeolite. (c) Ni-X zeolite and (d) Na-X zeolite after heating at 300 °C for 3 hours.

[1] H. Hoshino, Y. Sannnohe, Y. Suzuki, T. Azuhata, T. Miyanaga, K. Yaginuma, M. Itho, T. Shigeno, Y. Osawa, Y. Kimura, J. Phys. Soc. Jpn., Vol. 77, No. 6, 2008, 064712-1 - 064712-7.

[2] A. Nakamura, M. Narita, S. Narita, Y. Suzuki, T. Miyanaga, Journal of Physics: Conference Series 502 (2014), Apr. 2014, 012033-1 - 012033-4.