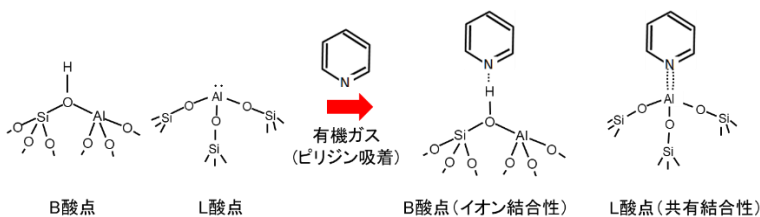


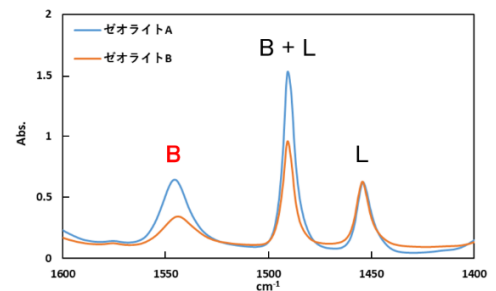
【技術資料】ピリジン吸着 FT-IR 法によるゼオライトの酸点解析

概要

ゼオライトには固体酸点として作用する、性質の異なる酸点(ブレンステッド(B)酸点、ルイス(L)酸点)が存在し、ピリジン吸着 FT-IR 法は各酸点を区別して評価ができる有力な手法です【図 1,2】。また、IR スペクトルの $4000\sim 3000\text{cm}^{-1}$ には水酸基(-OH)由来のピークが得られることが良く知られています。そこで、ピリジン吸着前後のゼオライト触媒の OH 基ピーク変化を測定し、構造解析した事例を紹介します。



【図 1】ピリジン吸着モデル図



【図 2】ピリジン吸着後の FT-IR スペクトル ($1600\sim 1400\text{cm}^{-1}$)

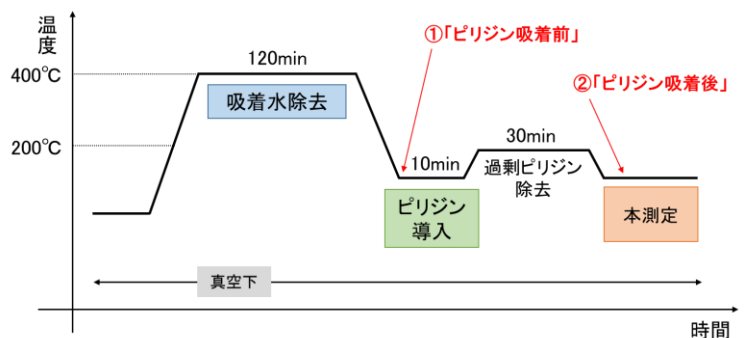
分析方法・分析装置

測定フローを【図 3】に示します。まず、試料を真空加熱して吸着水除去した後の IR スペクトル①を測定します(バックグラウンド測定、「ピリジン吸着前」)。その後、測定室にピリジン蒸気を導入して試料に吸着させ、IR スペクトル②(「ピリジン吸着後」)を取得します。

②「ピリジン吸着後」から①「ピリジン吸着前」を差し引くと、ゼオライト触媒の OH 基変化の様子を調べることが出来ます。

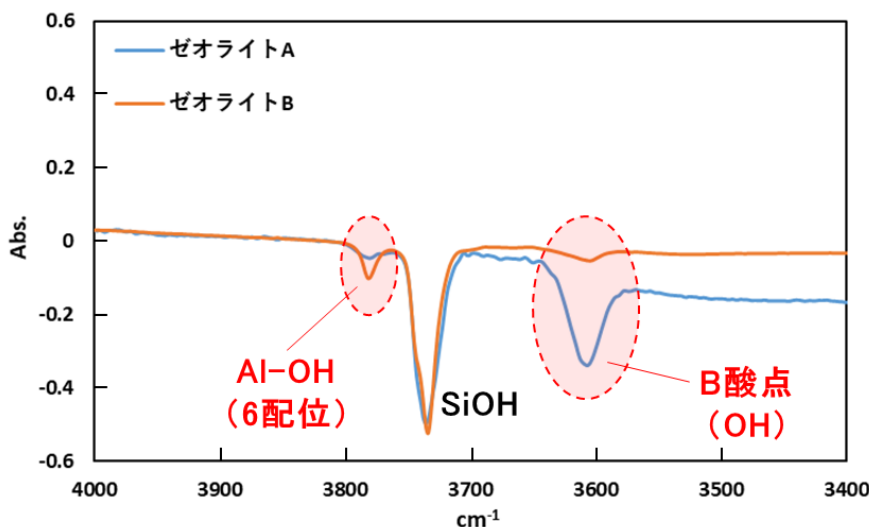
<測定条件>

FT-IR 装置	: Varian 660-IR
透過法アタッチメント	: マルチモード IR セル
測定法	: 透過法
測定波数範囲	: $4000\sim 400\text{cm}^{-1}$
分解能	: 4cm^{-1}
積算回数	: 128 回



【図 3】ピリジン吸着 FT-IR 測定フロー

結果



【図 4】②「ピリジン吸着後」と①「ピリジン吸着前」の差スペクトル(4000-3400 cm^{-1})

2種類のゼオライト触媒(A,B)の測定結果を【図 4】に示します。

ゼオライト触媒では、ピーク位置から各種 OH 基の区別が出来ます。

(約 3780 cm^{-1} :骨格外 Al-OH、約 3740 cm^{-1} :Si-OH、約 3600 cm^{-1} :B 酸点(OH))

【図 4】より、これらのピークが負の方向に観測されたため、ピリジン吸着前後で OH 基が減少していることが分かります。また、ゼオライト A は B に比べて B 酸点(OH)の減少が大きく、【図 2】の結果(B 酸点に吸着したピリジンが多い)とも整合しています。

一方、ゼオライト B は高波数側(約 3780 cm^{-1})の骨格外 Al-OH の減少が明確に見られています。これは、ゼオライト構造から脱離した Al 成分(脱 Al 成分)にもピリジン分子が吸着している可能性を示しています。このような成分は、ゼオライト構造(細孔径等)と無関係のため、触媒性能にあまり寄与しない酸点であると思われます。

このように、ピリジン吸着前後の OH 基のピーク挙動を解析すると、吸着サイトに関する情報が得られます。

適用分野：ゼオライト、セラミックス、触媒、その他無機製品等

キーワード：FT-IR、ピリジン吸着、透過法、ブレンステッド酸点、ルイス酸点、B 酸点、L 酸点