

《 解 説 》

ゼオライトの応用研究における微細構造解析の役割

佐々木優吉, 加藤仁志

財団法人 ファインセラミックスセンター 材料技術研究所

ゼオライト研究に用いられる多様な解析技術の中で、電子顕微鏡は対象物質の微細構造に関する情報を得ることが出来る有効な技術の一つである。近年、電子顕微鏡装置の性能向上はめざましく、試料の形態観察に適した走査型電子顕微鏡 (SEM) に於いてはゼオライト粒子表面の結晶ステップ構造やメソポーラスシリカのメソ細孔の直接観察が可能であり、透過型電子顕微鏡 (TEM) では結晶の原子配列やそれに近い微細構造の観察を可能とする高分解能装置が標準的である。このような装置性能の向上に伴って電子顕微鏡観察は広く普及し、材料開発に欠かせない評価手法となっている。こうした背景から、観察が困難とされるTEM法を用いたゼオライトの構造解析も年々盛んになっている。その結果、ゼオライトのTEM観察技術における多くの経験的蓄積がなされ、単なるゼオライト微結晶の構造解析にとどまらず広くゼオライト応用材料の構造解析にもTEM法が利用されはじめてきた。ここでは、ゼオライトやメソポーラス物質を対象とするTEM法について紹介するとともに、TEM法によるゼオライト薄膜や微細な加工処理が施されたゼオライト粒子の構造解析の結果について解説する。

1. はじめに

1930年代にドイツのRuskaらによって発明された電子顕微鏡¹⁾は、日本において飛躍的な発展を遂げた。近年では、加速電圧200 kVで点分解能0.2 nm以下の高分解能電子顕微鏡 (HRTEM) も、多くの研究機関に配備されてきた。また超高压電子顕微鏡²⁾やレンズ収差補正³⁾など、空間分解能の更なる向上のための研究開発も行われている。最近では、電子線源・試料ホルダ等の制御系やデータ処理系の発達も著しく、STEM (HAADF) や3D-TEMといった技術も開発・実用化され、ゼオライト研究にも利用されている。

電子顕微鏡を用いた微細構造観察は構造の視覚情報を与えることから、得られる情報は直接的であり信頼性も高い。しかし一方で、電子顕微鏡観察法は数~数百keVという高エネルギー電子の照射を情報の励起源とすることから、しばしば照射損傷が問題となる。特に、ゼオライトをはじめとするマイクロ

ポーラス材料やメソポーラス材料は、一般に電子線照射によって容易に損傷してしまうため、TEMによる結晶構造解析は困難とされており、TEM観察には十分な経験と努力を要する。ゼオライトの電子線照射損傷の機構についての研究例はあるものの、その詳細はまだ明らかではない⁴⁾。そのため根本的な照射損傷の抑制方法は不明であり、ゼオライトのTEM観察への対応は試料冷却や加熱脱水処理など経験的なものに止まっている⁵⁻⁷⁾。しかし、これらはいくまでも補助的な手段であり、照射損傷の抑制に最も効果的な観察手段は電子線照射量を減らして観察する低電子線量観察法である。本解説では、低電子線量観察法について紹介するとともに、ゼオライト材料開発の場において低電子線量観察法を用いて実施した微細構造解析の事例について紹介する。

2. ゼオライトとメソポーラス物質のTEM観察法

低電子線量観察法は、種々の高感度画像記録媒体を利用することによって実現される。現在、高感度の記録媒体としては、TEM用CCDカメラ (スロースキャンCCDカメラやマルチスキャンCCDカメラとして知られる)⁸⁾、イメージングプレート (IP)⁹⁾、高感度仕様ネガフィルムを使うことが出来る。媒体

表1 各種画像記録媒体の特性

	sensitivity (electron / count)	pixel size (mm)	dynamic range	visual field (mm ²)	signal linearity
CCD camera	0.5 - 1	2.4	4000 or 16384	25.4 × 25.4	≤ 1 % over the full range
IP	0.8	2.5	16384	94 × 74	linear over the full range
Film	1000	0.5	100	59 × 82 or 82 × 118	100 % over the full range

設計上の画像記録性能や理論上の性能比較¹⁰⁾がなされているが、それぞれ一長一短があり観察目的に応じて適切な記録媒体を選ぶことが望ましい。各の記録媒体の特性を表1に示す。

CCDカメラとIPの基本性能は、装置設計上電子一個を検出できる感度を有するとされている。即ち、電子顕微鏡像の記録媒体としては究極の感度が実現されていることになる。しかし、実際の観察に於いては、量子ノイズ以外にも種々のノイズ信号の混入や媒体に記録された信号の経時劣化などがあり、実用上CCDカメラとIPとでは感度が違う。また、これらのデジタル記録媒体と比べて感度の点で劣るネガフィルムも、ゼオライトやメソポーラス物質の高分解能観察に用いることが可能である。各記録媒体の詳細については、紹介する参考文献⁸⁻¹⁰⁾を参照して頂くこととして、ここでは実際にこれら記録媒体をどの様に使い分けるのが効果的であるか、筆者らの経験に基づいて紹介しよう。

ネガフィルムには、通常観察に使い易く設計されたフィルム（例えばフジFG）の他に、高感度仕様のフィルム（例えばコダックSO-163）がある。後者は像質や使い易さの点において前者に劣るものの低電子線照射量での画像記録に有効であり、ネガフィルムを用いたゼオライト観察ではこれを使用することが前提となる。一般にネガフィルムは、デジタル画像記録媒体に比べて感度が低いことから、十分な画像情報を記録するために観察試料の単位面積当たり照射される電子線量は多くなるが、画素サイズが小さい画像記録媒体であることから他の媒体より低倍率の観察で同程度の細密な画像記録が可能となる。従って、撮影視野が広く材料開発における微細構造評価に適している。

一方、デジタル画像記録媒体は、媒体の画素サ

イズが大きいため、細密なTEM像を得るためには観察倍率を高くする必要がある。そのために観察視野が狭くなり開発材料の解析には向かない場合がある。しかし画像記録のために必要とする電子線量を少量に押さえることができることから、更に電子照射に敏感な試料の観察が可能である。また、これらデジタル画像記録媒体における画像コントラストは定量性を有している。即ち、画像のグレーレベルが媒体上に照射された電子線量に比例しており、これら媒体で撮影された実空間像や電子線回折像を用いて結晶構造解析や計算画像との定量的な比較検討が可能となる。この特性を上手く利用して、坂本はメソポーラスシリカの三次元構造解析に成功している¹¹⁾。

CCDカメラとIPをどのように使い分けるかは、個人によって考え方が異なると思われるが、著者らはこれまでの経験から、高分解能像の撮影にはCCDカメラを、電子線回折像の定量解析にはIPを用いるのが適当であろうと考えている。IPにはフェーディングと呼ばれる画像記録後の時間経過にともなう情報の消失が生じ、通常観察操作において再生される信号強度は記録直後の約80%に減少する⁹⁾ため、TEM像はCCDカメラで撮影したものの方が明らかに鮮明である。しかし電子線回折像のような非常にコントラスト差の大きな画像の記録においては、ダイナミックレンジが広く信号強度が飽和しにくいIPの方が有利と考える。

通常、これらの媒体を用いて記録されたデータには、適当な画像処理が施される。画像処理の種類としては、輝度・コントラスト調整、フィルター処理、画素分割処理、高速フーリエ変換処理などが代表的であり、ゼオライトやメソポーラス物質のTEM観察では、目的に応じてこれら画像処理を様々な組み合わせで必要な情報を抽出することになる。ただし、画像処理に伴って本来存在しない人工的な情報が付加されることがある。例えば、FFT処理によって試料が存在しないはずの空間（真空部位）や非晶質領域に格子像が現れる場合がある。低電子線量TEM観察では画像処理が不可欠であるが、画像処理によってどのような情報のエラーが付与される危険が潜んでいるかを十分に理解しなければならない。

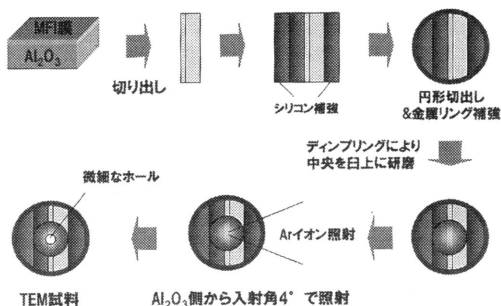


図1 精密イオン研磨法によるTEM観察用薄片試料の作製手順。基板上に形成されたゼオライト薄膜の断面観察試料の作製手順を示す。

3. ゼオライト膜のTEM観察

ゼオライトの特性を活かした新たな応用を考えるとき、大型単結晶や薄膜といった形態制御が重要な技術となるであろう。特に後者は緻密な多結晶体として作製されるが、自己焼結性のないゼオライトにおける結晶粒子間の接合状態（結晶粒子界面構造）、さらにはそうした構造の形成過程を理解することが研究課題となる。現在、ゼオライト薄膜のもっと進んだ応用としては、種々の分子を対象とした分離膜が挙げられるが、ここではガス分離を目的として作製されたゼオライト薄膜の微細構造解析におけるTEM法の有用性を示す。

基板上に形成されたゼオライト膜の微細構造をTEM観察によって解析するには、前述したTEM観察条件の考慮に加えて観察に必要な薄片試料の作製技術が重要になる。TEM観察用の薄片試料の作製方法としては、イオン研磨法、マイクロトーム法、収束イオンビーム（FIB）法の利用が可能であり、実際にそれら三種類の 방법으로作製された試料の観察が実施されている。しかし、高分解能TEM像を得るためには、厚さ数十nm（できれば20 nm）以下のダメージの少ない試料を作製する必要がある。マイクロトーム法やFIB法で作製した試料は一般に試料が厚くなりやすく、試料作製時に亀裂の導入や厚い非晶質層の形成を伴うことが多いため、現時点ではイオン研磨法が最も適した方法であると思われる。図1にイオン研磨法によるTEM試料作製の一例を示す。通常、イオン研磨法にはアルゴンイオンが使用されるが、アルゴンイオンの試料内への進入などによって非晶質層が形成されるため、出来るだけ照射角度

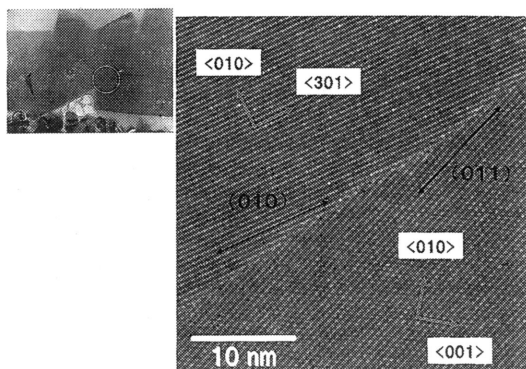


図2 MFI型ゼオライト膜内に形成された小傾角粒界近傍の高分解能TEM像。界面に非晶質相の形成が確認されない。界面の左右で格子の連続性を保持するように、一部の格子が僅かに湾曲している。

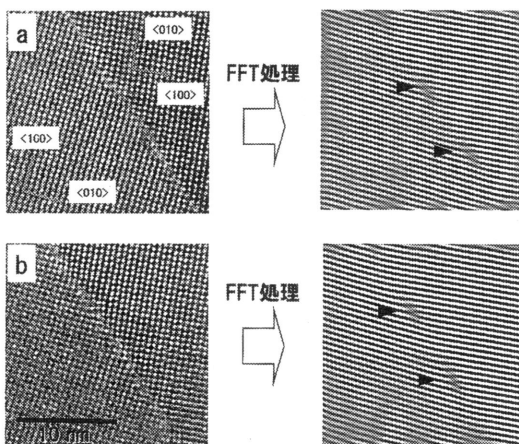


図3 MFI型ゼオライト膜内に形成された非整合界面近傍の高分解能TEM像。界面が上下の結晶粒子いずれかの低次の結晶面によって形成されている。

を浅く（4°以下）してイオン研磨を行うことが効果的である。

パラキシレンの分離を目的として作製したMFI型ゼオライト膜を対象として、上記方法で試料作製しTEM観察した例を以下に示す。図2、3に示す高分解能TEM像から、結晶粒界には非晶質相が存在せず結晶粒子どうしが直接接合していることが確認できる。ゼオライト膜内における分子拡散は膜中の結晶粒界に強く影響されると推定されており、これらの観察結果は界面での物質拡散について議論するた

めの重要な糸口となる。また、粒界の微細構造を知ることが、粒界形成の機構を理解する上においても貴重である。水溶液中でのゼオライト膜成長においては、溶媒中に溶け込んだ微細な物質（結晶成長単位など）が溶媒を介して拡散・移動していると考えられる。しかし、観察されたように非晶質相を形成することなく二つの結晶粒子が直接接合して界面が形成されていることから、粒界形成時の界面近傍での物質移動については単純に溶媒を介して物質が移送されたと説明することで済ますわけにいかない。ゼオライトにおいては、セラミックスや金属などのように原子の熱拡散による物質移動によって界面が形成されるのではないと考えられる。界面の形成機構の解明は、基礎科学としてだけでなく材料開発においても貴重な開発指針を提供するものと思われ興味深い。

図2に示す粒界を形成する二つの結晶粒子は紙面に対して垂直な方向を回転軸として約7度回転した関係にあり、両者は小傾角粒界を形成して接合している。こうした界面では、互いの結晶格子ができるだけ連続するようにつながっている様子が観察できる。しかし、両結晶が互いに鏡面对称となるような位置に形成された粒界（対称傾角粒界）ではないために、界面上での格子の連続性をできるだけ保持しようと一部の格子が湾曲し、あたかも刃状転位が導入されたような格子配列が観察される。

一方、図3に、特定の方位関係を持たない界面の高分解能TEM写真を示す。ここでは、図2と同様に非晶質相を介さずに緻密に接合しているが、粒界における格子の連続性が保持されていない。この結晶粒界では表面エネルギーの低い低次の結晶面が界面を形成しており、界面の形状がステップ状となっている。ゼオライトの観察技術の蓄積によって、結晶粒界に関わる微細構造解析が進みつつある。原子レベルでの厳密な界面の理解は今後の展開を待たねばならないが、こうした研究の進捗によってゼオライト膜の幅広い応用が現実のものとなることを期待したい。

また、ゼオライト薄膜を対象とする微細構造解析では、しばしば組成分析が必要となる。多くの場合、ゼオライトの構成成分であるシリコン、アルミニウム、アルカリ金属（ナトリウムなど）やゼオライトを修飾した遷移金属や貴金属が分析対象元素となり、

エネルギー分散型X線分光（EDS）法によって計測される。LaB₆をフィラメントとする市販の高分解能TEMの場合、1 nm φ 近くまでビームを絞ることができ、それが組成分析における空間分解能となる。電解放射型の電子銃を装備したTEMでは、更にビームを絞ることができる。ただし、nm領域の組成分析においては、必要な特性X線量を得るために高密度の電子線を長時間照射しなければならず、それによって激しい試料損傷が生じる。電子線照射による試料損傷には結晶の非晶質化だけでなく、照射領域から一部の原子が弾き出されることがある。複数種類の元素からなる物質の場合、元素の種類によって弾き出される割合が一般的に異なる。このような局所領域を対象としたEDS分析では、計測結果が試料本来の組成からずれる場合がある。特に、ナトリウムなどのアルカリ金属元素は、電子線照射によって選択的に系外に放出されやすく実際の濃度よりも低く計測されることが多い。そのためEDS分析を行う際には、同一領域を対象とした繰り返し測定を行うなどして、電子線照射に伴う組成比の変動について予め把握しておく必要がある。

以下に、二酸化炭素の分離を目的として多孔体アルミナ基板上に作製したMFI型ゼオライト膜についてEDS分析による組成分析を行った例を示す¹²⁾。アルミナ多孔体を基板とするゼオライト膜が塩基性環境下で作製される場合、アルミナ基板からアルミニウムが溶出しゼオライト結晶の骨格構造内にアルミニウムが取り込まれ、形成される部位に応じてゼオライト組成（Si/Al比）が異なると予想される。基板表面に形成されたゼオライト膜、アルミナ基板近傍のゼオライト膜およびアルミナ基板細孔内に形成されたゼオライトのEDS分析による組成分析の結果を図4に示す。Si/Al比はゼオライトの生成部位に依存しており、水熱合成時にアルミナ基板の成分が一部溶解しアルミニウムがゼオライト骨格内に取り込まれたと考えられる。

さらに、アルミナ多孔体基板に形成されたゼオライトについて、ゼオライト結晶粒子界面近傍と結晶粒子内部のシリコン、アルミニウム、ナトリウムの濃度分布をEDS分析によって測定した結果を図5に示す。ゼオライト結晶粒内のシリコンやアルミニウム濃度は一定であるが、粒界近傍では各元素の濃度が不均一でアルミニウム濃度が結晶粒内より高い。

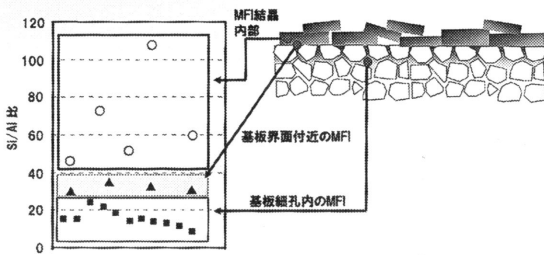


図4 MFI型ゼオライト膜内の各種測定部位とSi/Al組成比の関係。「アルミナ細孔内>ゼオライト膜（表面層）の基板近傍>ゼオライト膜（表面層）内」の順にSi/Al比が大きくなる。

また、ナトリウム濃度もアルミニウム濃度に対応して変動している。アルミナ基板から溶け出したアルミニウムは、その一部がゼオライトの骨格構造形成に使用されるが、余分なアルミニウムが結晶粒界に偏析したことを示唆している。このEDS分析の結果は、アルミナ多孔体を基板とするゼオライト膜の結晶成長に関わる重要な知見を含んでおり、結晶成長機構モデルを与えることができる。

4. ゼオライト結晶内メソ細孔のTEM観察

ゼオライトやメソポーラス物質の応用を考えると、マイクロ孔とメソ孔が共存する物質を用いた吸着剤や触媒は、将来実用化が期待される領域の一つである¹³⁾。規則性メソ多孔体の壁面は一般に非晶質であるが、その壁面に結晶性を付与したり様々な機能を持たせたりする研究が行われている^{14,15)}。また、合成プロセスを工夫することによりメソ孔を含むゼオライトを合成することも検討されている^{16,17)}。いずれの研究も、マイクロ孔・メソ孔それぞれの性質を組み合わせることで新しい吸着・反応特性を生み出すことが期待される¹⁸⁾。最近、貴金属-ゼオライト系触媒において、特定の環境下でnmサイズの貴金属粒子がゼオライト結晶の表面から内部に侵入し、その軌跡にメソ細孔が形成されることが報告された¹⁹⁾。この現象はゼオライト結晶内にメソ孔を形成・制御する方法としての可能性も期待される。ここでは、その特徴的な構造についてTEM法により解析した結果を紹介する。

図6において、ゼオライト結晶内に見られる直径10 nm程度の暗いコントラストが白金粒子であり

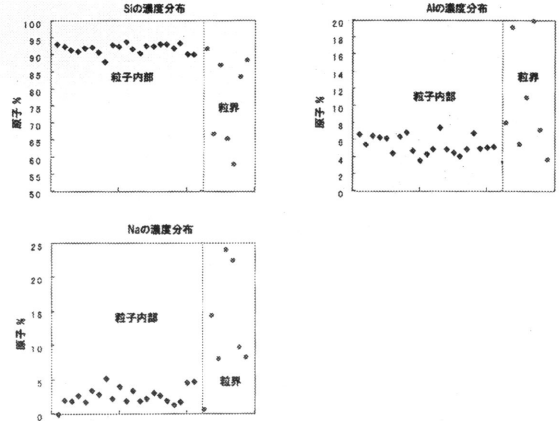


図5 アルミナ多孔体基板内に形成されたMFI型ゼオライトのシリコン、アルミニウム、ナトリウムの濃度分布。基板細孔内に形成されたアルミニウム濃度は「結晶粒界近傍>結晶粒子内部」の関係にある。

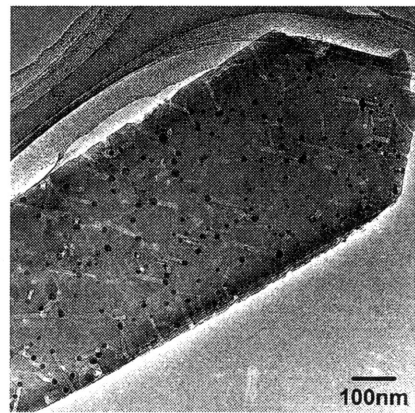


図6 メソ細孔を有するゼオライト粒子のTEM像。貴金属粒子の軌跡にメソ細孔が形成されている。

(EDS分析にて確認)、筋状の明るいコントラストが白金粒子の侵入および移動に伴って形成されたメソ細孔である。このメソ細孔周辺の微細構造（特にゼオライト結晶構造との関係）を把握するには、前述した低電子線量条件でのTEM観察が有効である。図7は、形成されたメソ細孔付近のゼオライト領域を低電子線量条件で(a)側方および(b)長手方向から、それぞれ観察した視野である。メソ細孔がゼオライトの結晶格子に沿って形成されていること、メソ細孔の径は白金粒子径と同程度であり周辺のゼオライト構造が維持されていることが分かる。更に図7(b)

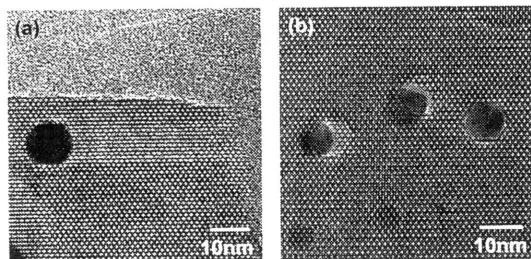


図7 メソ細孔周辺のTEM像。(a)側方から観察したものと
(b)長手方向から観察したもの。

では、メソ細孔の内壁にゼオライト結晶のファセットが見られる。TEM像から得られるこれらの視覚的な情報は、メソ細孔形成に関わる反応がゼオライトと白金との界面付近で進み、ゼオライト成分が選択的に除去されたことを示唆している。

固体の結晶構造に関しては電子線回折図形から多くの情報を得ることが出来る。観察試料の特定(微小)領域の結晶構造を制限視野回折によって解析できることは、TEM法における大きな利点の一つである。この試料では図6で見られるように直線的に形成されたメソ細孔が多く存在する。そこでメソ細孔形成方向とゼオライト結晶方位との関係について、像観察と電子線回折を併用して検討した結果、特定の結晶方位に沿ってメソ細孔が多く形成されたことが確認された¹⁹⁾。

図8は、ゼオライトMFI結晶の[010]方位に沿って形成されたメソ細孔を長手方向から観察した高分解能TEM写真である。メソ細孔の内壁面は細孔形成に伴って新たに生成した表面であり電子線照射によって特に変質しやすいため、観察および構造解析には注意を払う必要がある。図8より、この方位に形成されたメソ細孔の断面は特徴的な六角形状であり、ゼオライト成分が主チャンネル配列に沿って除去された状態にあることを読み取れる。同じ方位から投影した構造モデルとの比較により、メソ細孔の内壁は特定の結晶面によって構成されることがわかる。

このように、貴金属粒子の移動に伴って形成されたメソ細孔はゼオライトの骨格構造を強く反映した状態にあることが分かる。TEM法による解析は、そうした微細構造や形成プロセスに関する多くの重要な情報を与えることができる。

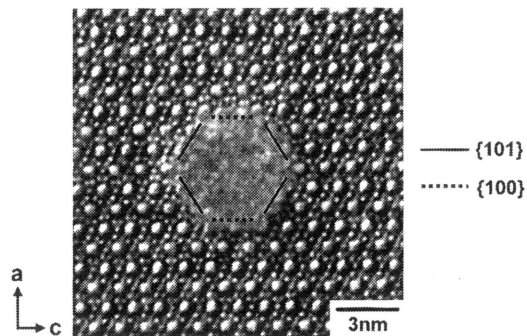


図8 メソ細孔の断面を観察した高分解能TEM像。ゼオライト構成成分が主チャンネル配列に沿って除去された状態にある。

5. 今後の課題

長年のTEM観察技術の蓄積によって観察が困難とされるゼオライトに対しても、材料開発に有用な微細構造上の知見を提供することができるようになってきた。しかし、未だに電子線照射損傷の問題はしばしばTEM法の壁となり、そのポテンシャルを十分に生かせない状況にある。また、アルミノ珪酸塩系よりさらに電子線照射に敏感なアルミノリン酸塩系においては、照射損傷のために高分解能TEM観察法が利用できていない。こうした状況を打開するためには、新たな「低電子線照射量観察の手法開発」が必要である。

一方、ゼオライトは大きな細孔を結晶内部に有する構造上の特性から、金属結晶やイオン性結晶のような緻密な原子配列とは異なった結晶界面構造や構造欠陥が形成されると考えられる。今後ゼオライトの応用が高度化するにつれ、こうした原子レベルでの厳密な議論が必要となるであろうが、TEM法はそれらに対して十分な実験的知見を提供できるほどには万能ではない。この点を補うためには、計算科学的な手法との組み合わせによる解析スキームの開発が必要であろう。

今後、解析手法の開発によって、より多くの種類のゼオライトおよびその類縁化合物を対象とした原子レベルでの構造解析を可能とし、新たなゼオライト系材料の開発に寄与するとともに、ゼオライトの謎解きに挑戦していきたいものである。

謝 辞

本稿の執筆に当たっては、名古屋大学 坂 公恭教授、ノリタケカンパニー(株) 安藤泰典氏、東レ(株) 尾関雄治氏・井ノ原雅博氏・吉川正人博士、トヨタ自動車(株) 南 充氏・金沢孝明氏、元(財) ファインセラミックスセンター 清水わたる女史らとの共同研究によって得られた成果の一部を引用させて頂いた。ここに記して深く感謝の意を表する。

文 献

- 1) M. Knoll and E. Ruska, *Z. Physik*, **78**, 318 (1932).
- 2) 市野瀬英喜, 大崎光明, 電子顕微鏡, **35**, 265 (2000).
- 3) M. Haider, H. Rose, S. Uhlemann, B. Kabius, and K. Urban, *J. Electron Microsc.*, **47**, 395 (1998).
- 4) D. R. Acosta, O. Guzman, P. D. Angel, and J. Dominguez, *Proceeding of Mat. Res. Soc.*, **111**, 173 (1998).
- 5) 赤井純治, 吉村尚久, 粘土科学, **29**, 165 (1989).
- 6) 寺崎 治, 渡辺伝次郎, ゼオライト, **2**, 1 (1985).
- 7) A. Bursill, J. M. Thomas, and K. J. Rao, *Nature*, **289**, 157 (1981).
- 8) O. L. Krivanek, P. E. Mooney, W. J. de Ruijter, G. Y. Fan, D. N. Bui, C. E. Meyer, and M. L. Leber, *Electronmicroscopy*, **27**, 170 (1992).
- 9) N. Mori, T. Oikawa, T. Katoh, J. Miyahara, and Y. Harada, *Ultramicroscopy*, **25**, 195 (1988).
- 10) 佐々木優吉, 触媒, **43**, 292 (2001).
- 11) Y. Sakamoto, M. Kaneda, O. Terasaki, D. Y. Zhao, J. M. Kim, G. Stucky, H. J. Shin, and R. Ryoo, *Nature*, **408**, 449 (2000).
- 12) Y. Sasaki, W. Shimizu, Y. Ando, and H. Saka, *Microporous and mesoporous materials*, **40**, 63 (2000).
- 13) 板橋慶治, ゼオライト, **20**, 89 (2003).
- 14) Y. Liu, W. Zhang, and T. J. Pinnavaia, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **40**, 1255 (2001).
- 15) Z. Zhang, Y. Han, L. Zhu, R. Wang, Y. Yu, S. Qiu, D. Zhao, and F. S. Xiao, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **40**, 1258 (2001).
- 16) C. J. H. Jacobsen, C. Madsen, J. Houzvicka, I. Schmidt, and A. Carlsson, *J. Am. Chem. Soc.*, **122**, 7116 (2000).
- 17) I. Schmidt, A. Boisen, E. Gustavsson, K. Stahl, S. Pehrson, S. Dahl, A. Carlsson, and C. H. Jacobsen, *Chem. Mater.*, **13**, 4416 (2001).
- 18) 犬丸 啓, ゼオライト, **19**, 106 (2002).
- 19) H. Kato, T. Minami, T. Kanazawa, and Y. Sasaki, *Angew. Chem. Int. Ed.*, in press.

 Nanostructure Analysis for Applied Research on Zeolites

Yukichi Sasaki and Hitoshi Kato

Materials Research and Development Laboratory, Japan Fine Ceramics Center

Transmission Electron Microscopy (TEM) is one of the most effective analytical tools for the study of zeolites. The performance of electron microscopes has advanced remarkably in recent years. Direct observations of mesopores in mesoporous silica and the surface steps of zeolite crystals are possible by Scanning Electron Microscopy (SEM). It has also become possible to observe the microstructures of materials on the atomic scale by standard High Resolution Transmission Electron Microscopy (HRTEM). Though such techniques are not straightforward, structural analysis of zeolites using TEM is becoming more widespread year by year. TEM is utilized for not only the analysis of zeolite microcrystals but also the study of applied zeolite materials. Here we describe in detail techniques for structure analysis of zeolites and mesoporous materials by TEM, and present results from their application to practical zeolite materials as examples.

Keywords: TEM (transmission electron microscopy), zeolites, nanostructures, CCD camera, IP (imaging plate)