

▶ 触媒反応メカニズム解析に係る *in situ* 評価技術の紹介 ～ *in situ* X線回折分析～

自動車の電動化が進む一方で、内燃機関を搭載する自動車も引き続き一定割合を占めると予想されています。年々厳しくなる環境規制に対して、内燃機関の排気ガス処理技術の一層の向上のため、処理用触媒の改良が望まれています。触媒は広い温度範囲で、かつ刻々と組成が変化する雰囲気下で使用されます。触媒性能の向上のためには、貴金属や担持材料の構造変化、NO_xの吸蔵や還元機構、リンや硫黄による貴金属被毒の度合い等、様々な情報を得て、触媒反応メカニズムを解明することが必要となり、作動環境を模擬した条件下での触媒の状態を知ることが重要です。

当社では、測定雰囲気や温度を制御した



写真1 X線回折装置外観
(写真提供：株式会社リガク)

表1 *in situ* XRD 制御可能温度および対応可能雰囲気

| | |
|------|--|
| 温度範囲 | RT～1000℃ (反応性ガス) RT～1450℃ (真空および不活性ガス) |
| 昇温速度 | 1～100℃/min (温度安定性±2℃) |
| 雰囲気 | 大気、真空、不活性ガス (He, Ar, N ₂) H ₂ , O ₂ その他反応性のガス (NO, CO など)* ※セル構成部材と反応するガス種は対応不可。 |

条件下での測定 (その場測定 - *in situ*) を行うために、X線回折 (XRD) 装置 (写真1) の応用を進め、実際に触媒が晒される環境に準じた条件下での結晶構造解析や化合物組成評価によって、触媒反応メカニズムに関する情報取得を進めています。

① *in situ* XRD 分析の特徴と用途

in situ XRD分析では、室温から1450℃までの温度域で測定が可能であり、測定雰囲気として不活性雰囲気から反応性ガス流通雰囲気まで、幅広い条件に対応できます (表1)。

さらに、質量分析計を付設したことで、反応によって消費、生成するガス種も同時に同定できます。*in situ* 測定用セルが可搬式である特徴を活かし、グローブボックスと併用することで、サンプリングから測定までを不活性雰囲気下で行うことも可能です。これによって、触媒評価以外にも、リンや硫黄系の固体電解質やリチウムを含む正極活性物質などの反応性の高い電池材料の状態評価が可能になりました。

図1には、貴金属担持触媒である5wt%Pd/Al₂O₃について、測定雰囲気を

変化させた際の結晶構造を評価した事例を示します。酸化雰囲気と還元雰囲気を変動させることで、担持貴金属であるパラジウムが、金属から酸化物、酸化物から金属に変化することを *in situ* XRDによって評価することができました。

② *in situ* 手法による複合解析

当社では、主に触媒解析を行う技術として、*in situ* での評価が可能な手法をFT-IR^{*1}やTPD^{*2}、TG-MS^{*3}などへ展開してきました。XRDも含めて個々の測定技術は一般的なものですが、これらに *in situ* 手法を組み合わせることで、作動環境を模擬した同一条件における触媒の貴金属や担体材料の構造変化、表面吸着種の同定、熱挙動、触媒表面で反応に寄与している官能基の特定等を、複合して評価・解析することができます。

今後も、試料の特性や評価項目、目的に応じた適切な手法を提案することで、触媒試料の多角的な評価を提供してまいります。

- ※1 FT-IR : フーリエ変換赤外分光法
- ※2 TPD : 昇温脱離法
- ※3 TG-MS : 熱重量質量分析同時測定

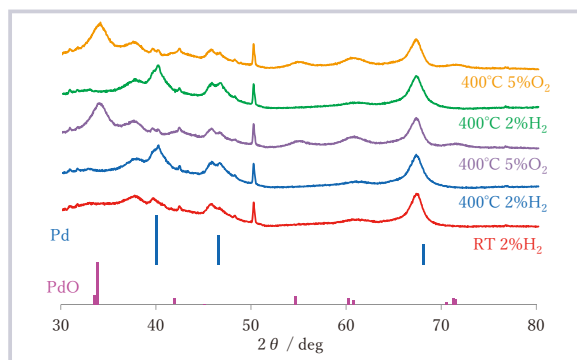


図1 5wt%Pd/Al₂O₃ 酸化還元雰囲気下での結晶構造変化

分析サービス・製品に関するお問合せ

Web <https://www.scas.co.jp/contact/>
■ お問合せフォーム ■ 依頼票ダウンロード

☎ 電話 03-5689-1219

☎ FAX 03-5689-1222

✉ メール marketing@scas.co.jp

企業情報

Web <https://www.scas.co.jp/company/>
■ 所在地案内 ■ 会社概要 など

SCASNEWS誌に関するお問合せ

✉ メール scasnews@scas.co.jp

☎ 03-5689-1212 ☎ 03-5689-1222

SCAS NEWS 2020-I (通巻51号)

発行 2020.2.27

発行者 株式会社住化分析センター

〒541-0043 大阪市中央区高麗橋4-6-17 住化不動産横堀ビル

編集担当 技術・経営戦略室

SCAS Sumika Chemical
Analysis Service

はインシュタインの疑問符です。彼のあくなき好奇心と探求心こそが、宇宙真理発見の原動力だったのかもしれない。

[無断転載禁止]