

Pt, Pd, Rh触媒の還元挙動の解析

1.はじめに

BL11S2において上限エネルギーが26keV以上まで拡大されたことにより、触媒として使われるPd, Rh, Ag等のK吸収端の測定が可能になった。そこでAl₂O₃に担持したPd, Rh触媒について、同様に触媒に多用されるPtもあわせて還元挙動を調査した。

2.供試触媒: ジョンソンマッセイジャパン合同会社様よりご提供いただいた。

(1)Pt/Al₂O₃ (2)Pd/Al₂O₃ (3)Rh/Al₂O₃ 3触媒とも、貴金属担持率は1wt%, 比表面積は163m²/gである。

3.実験方法

各触媒を所定量の窒化ホウ素で希釈、混合後ペレット化して得たサンプルを透過型ガスフローセルに装填した。フローセルに2%H₂/N₂を流通(150mL/min)しながら昇温し、20°C毎に、各元素が還元されるまでXANES測定(測定時間1分)を繰り返した。PtについてはL_{III}吸収端, Pd, RhについてはK吸収端の測定を実施した。得られたXANESスペクトルに対して金属と酸化物のスペクトルでLCF(Linear Combination Fitting)を実施した。Rhについては初期の状態(ガス流通前)をRh酸化物の標準とした。

4.結果

Pt, Pd, Rh触媒の2%H₂/N₂雰囲気下昇温還元時のXANESスペクトルの変化をFig. 1~3に示す。各スペクトルのLCFにより得られた金属成分の増加挙動をFig. 4に示す。

Ptは室温時75%程度メタル成分が存在し240°Cまでにほぼ還元された。Pdについては140°Cまでに、Rhについては200°Cまでにほぼ還元された。

以上のようにBL11S2において、上限エネルギーが26keV以上まで拡大されたことにより、従来から測定可能であったPtと同等のクオリティーでPd, Rhの状態変化を追跡することが可能になった。

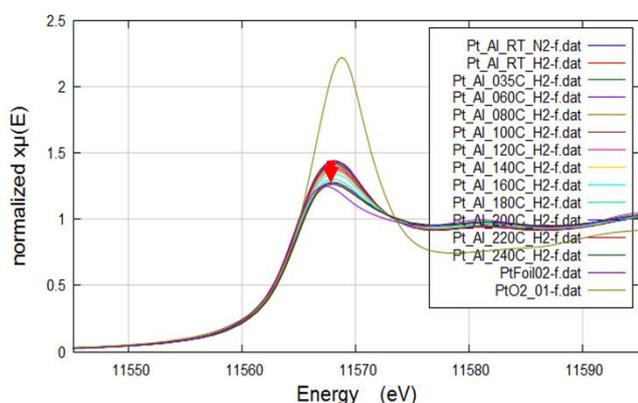


Fig. 1 Pt L_{III} XANESスペクトル

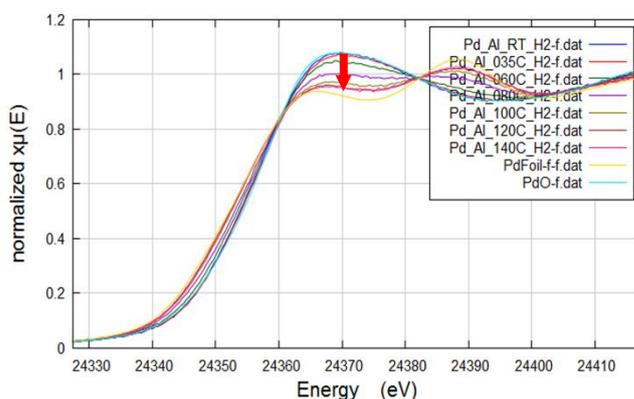


Fig. 2 Pd K XANESスペクトル

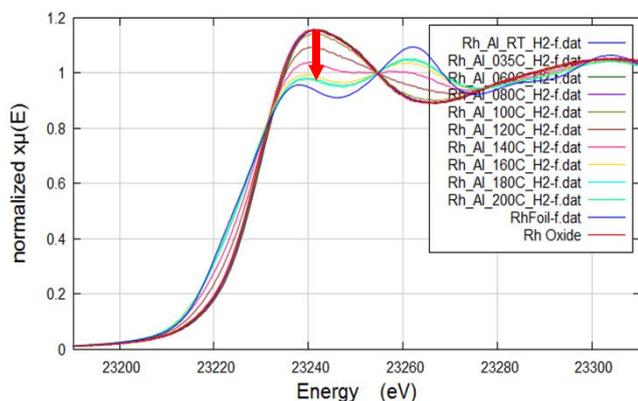


Fig. 3 Rh K XANESスペクトル

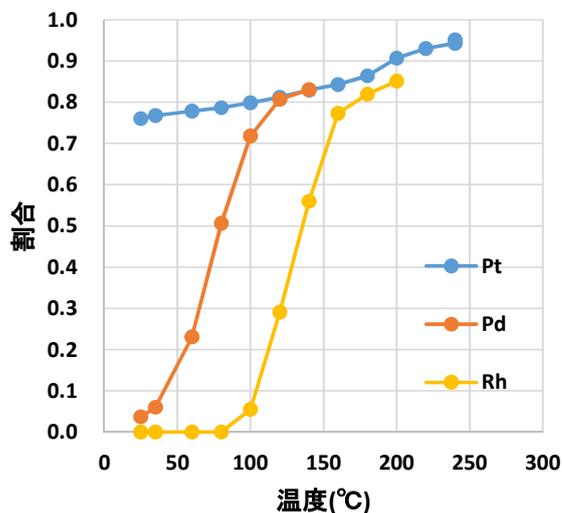


Fig. 4 昇温還元時メタル成分の増加挙動