



# X線回折による非貴金属系担持型アンモニア合成触媒の構造解明

永岡勝俊<sup>1</sup>, 佐藤勝俊<sup>2</sup>

1 名古屋大学大学院工学研究科, 2 京都大学触媒・電池元素戦略研究拠点

キーワード：再生可能エネルギー, エネルギーキャリア, 非貴金属, コバルト

## 1. 背景と研究目的

再生可能エネルギーの利用に適した温和な条件下でアンモニアを合成することが可能な高活性触媒の開発が期待されている。我々は非貴金属に注目した研究を行い、コバルト (Co) を希土類酸化物担体 ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) に担持してアルカリ土類金属 (Ba) をドーブし、これを  $700^\circ\text{C}$  で還元処理した触媒が優れたアンモニア合成活性を示すことを見出している<sup>[1]</sup>。粉末 X 線回折は物質の結晶構造に関する情報を得ることができる、触媒開発においても重要な解析手法である。本実験では、活性金属や助触媒の結晶構造や結晶子サイズに関する情報を得る手段として、あいち SR の放射光を用いた高輝度 X 線による粉末 X 線回折の利用について検討を行った。

## 2. 実験内容

触媒は既報の方法で調製した<sup>[1]</sup>。調製した触媒および、反応試験後の触媒を粉砕し、リンデマングラス製のキャピラリーチューブ ( $\phi 0.3 \text{ mm}$ ) に充填したサンプルを作成した。BL 5S2にて、波長  $0.775 \text{ \AA}$  ( $16.0 \text{ keV}$ ) の条件で測定をおこなった。比較対象として、ラボの XRD 装置 (リガク, SmartLab) を用いて、Cu-K $\alpha$  線による回折パターンの測定を行った。

## 3. 結果および考察

Fig. 1a にラボ機で測定した回折パターンを示す。ラボ機で測定したパターンには主に  $\text{La}_2\text{O}_3$  担体に帰属されるピークのみが含まれ、Co や Ba に由来する明瞭なピークは観測されなかった。さらに、全体的に S/N 比が低く、回折ピークの形状も不明瞭であった。これは触媒に高濃度に含まれる Co から Cu-K $\alpha$  線によって発生する蛍光 X 線の影響であると考えられる。これに対して、BL 5S2にて測定した回折パターン (Fig. 2b) は、S/N 比が高く、シャープな回折ピークを測定することができた。また、 $\text{La}_2\text{O}_3$  以外にも、Co や Ba 種に由来すると考えられる複数の回折ピークが観測され、反応試験前後で結晶構造に明らかな差が生じていることが確認できた。今後より詳細な解析をすすめることで、触媒設計上重要な指針を得ることが期待できる。

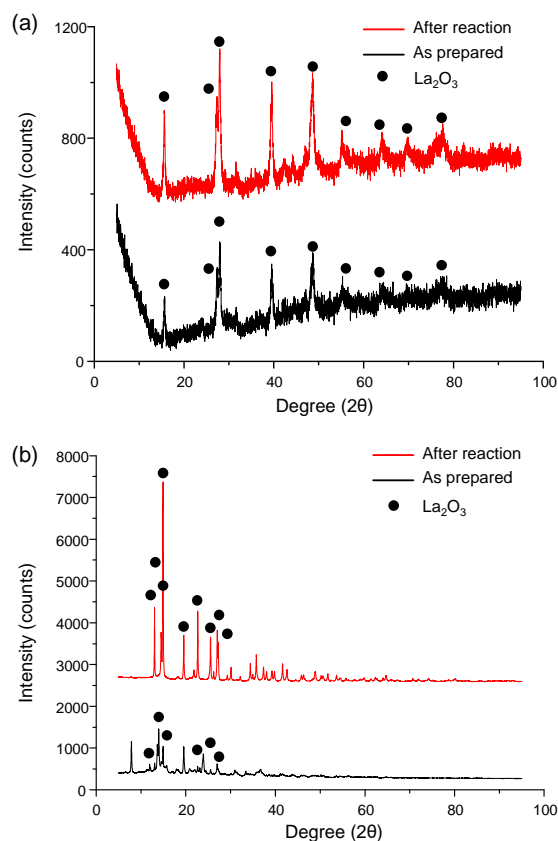


Fig. 1 Co/Ba/LaCeO<sub>x</sub> の X 線回折パターン。

## 4. 参考文献

1. 辻丸ら, 第 39 回水素エネルギー協会大会 (2019) B08.