



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(Ⅱ)

永岡勝俊, 佐藤勝俊
名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：再生可能エネルギー, グリーンアンモニア, 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、塩基性酸化物担体にアルカリ土類金属の一種である(Ba)をドーピングしてコバルト(Co)を担持し、これを 700°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^[1]。粉末 X 線回折は触媒開発における重要な解析手法であるが、我々の開発した触媒は多量に Co を含むため、Cu-K α 線が使用されるラボ機では Co 由来の蛍光 X 線の影響で明瞭な回折パターンが得られない。昨年度の測定から、単色化された放射光 X 線を使用するとラボ機では得られない明瞭な回折パターンを得られることを確認した。一方で、還元処理後の触媒は大気中の酸素の影響で構造が容易に変化することが分かっている。本実験では大気の影響を最小限に抑えた簡便な測定法について検討を行った。

2. 実験内容

触媒は既報の手法で調製した Co/Ba/MgO を使用した。700 °C で水素還元処理後したサンプルをグローブボックス内で粉碎し、平板型のガラス製試料ホルダに充填した。これを XAFS 測定等で使用した実績のある酸素バリア性のプラスチック製バッグ(AP-1522-300, アズワン)に封入して、開封することなく BL8S1 のサンプルステージに固定した。波長 0.863Å (14.37 keV) の条件で測定をおこなった。

3. 結果および考察

Fig. 1 に測定した XRD パターンを示す。パターン(a)と(b)の比較から明らかな様に、プラスチックバッグへの封入を行っても高角度側では良好な回折パターンを得ることができることがわかった。一方、パターン(c)と比較から明らかな通り、30 degree 以下の位置にはプラスチックバッグ由来の回折ピークが含まれていた。低角度側には触媒活性に影響を与える炭酸塩や水酸化物由来の回折ピークが出現するケースが多い。そのため、回折パターンへの影響がより小さいものが封入のための素材として望ましい。例えば(d)に示したポリイミド系の素材を用いることで、より詳細な解析に適したパターンを得ることができると期待される。

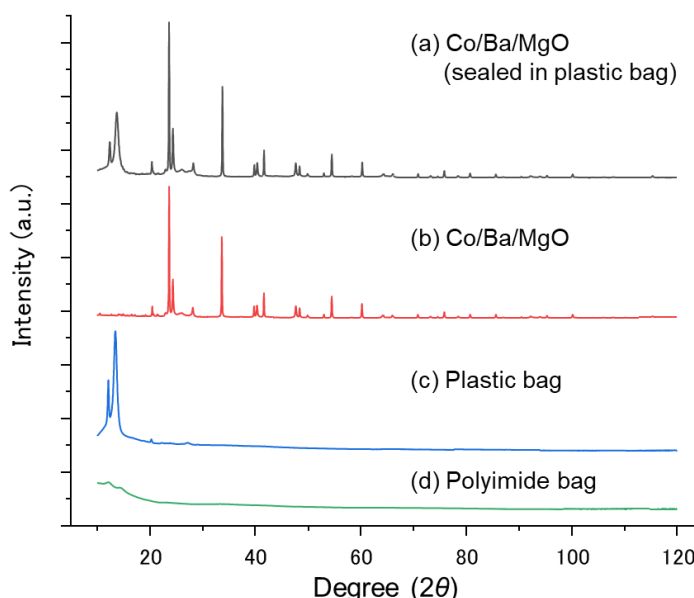


Fig. 1 X線回折パターン.

4. 参考文献

1. Sato, K et al, *ACS Catalysis* **2021**, *11* (21), 13050-13061.