

(様式第4号)

ニッケルナノ粒子触媒の結晶構造解析 Crystal structure analysis of nickel nano particle catalysis

久間 俊平, 田栗 有樹, 帆秋 圭司, 矢野 昌之
Shunpei KUMA, Yuki TAGURI, Keiji HOAKI, Masayuki YANO

佐賀県工業技術センター

Industrial Technology Center of SAGA

※長期利用課題は、実施課題名の末尾に期を表す (I)、(II)、(III) を追記すること。

1. 概要

光ラジカル発生剤を用い 5wt%Ni/CeO₂ 触媒を調製し、その結晶構造を明らかにするために、XRD 測定を行った。分析の結果、開発触媒からは NiO 由来のブロードなピークが検出され、Ni 触媒の結晶子が微細化していることが示唆された。

(English)

The crystal structures of 5wt%Ni/CeO₂ catalysts prepared by using of photo radical generators were investigated in X-ray diffraction measurement. Broad peaks of NiO detected in XRD pattern mean the minimization of NiO crystallite.

2. 背景と研究目的：

佐賀県工業技術センターでは 2007 年度から、エタノールを原料として水素を製造するための水蒸気改質触媒に関する研究を行っている。本研究では、金属酸化物触媒及び金属酸化物担持ニッケル触媒を調製し、その諸性質の検討を行ってきた^{1) 2)}。その結果、5wt%Ni/CeO₂ 触媒がエタノール改質触媒として優れることが明らかになっており、更に 5wt%Ni/CeO₂ 触媒にルテニウムを微量添加した 5wt%Ni-0.5wt%Ru/CeO₂ 触媒において、ニッケル粒子が微細化することで触媒が高活性化することが明らかになった³⁾。これらの結果から、5wt%Ni/CeO₂ 触媒においてもニッケル粒子を微細化することができれば触媒の高活性化が期待される。

本年度は、新規に光ラジカル発生剤による還元反応を用いて 5wt%Ni/CeO₂ 触媒を調製し、その触媒構造を分析したが、当センター保有の X 線回折 (XRD) 測定装置ではピーク強度が不十分なためにその触媒構造を明らかにすることが出来なかった。

今回の実験では、触媒構造を明らかにするためシンクロトロン光を用いた XRD 測定を行った。

3. 実験内容 (試料、実験方法の説明)

イメージングプレート (IP) を用いたデバイシェラー法により XRD 測定を行い、触媒構造を評価した。測定試料は、触媒粉体をガラスキャピラリー (0.3 mm φ) に封入したものを使用した。

表 1：測定条件のまとめ

利用ビームライン	BL15
試料温度	常温
X線波長	1 Å
精度	0.01°

4. 実験結果と考察

触媒組成が 5wt%Ni/CeO₂ となる様、異なる光ラジカル発生剤を用いて調製された開発触媒①及び②、一般的な触媒調製法である含浸法によって調製した含浸法触媒について、XRD 分析を行った。分析結果を図 1 に、さらにその一部を拡大したものを図 2 に示す。

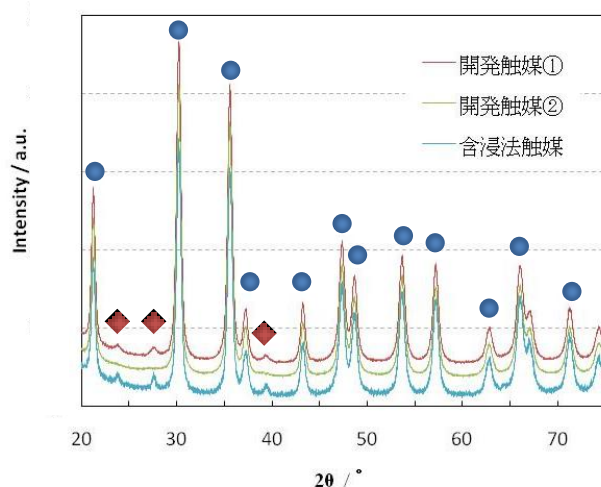


図 1 X線回折パターン
NiO (◆)、CeO₂ (●)

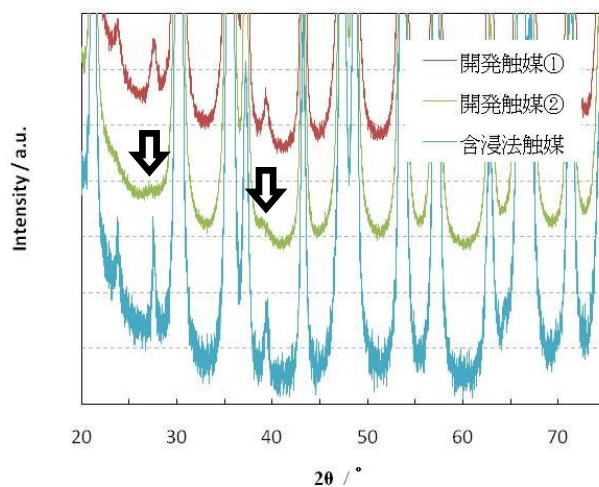


図 2 拡大図

図 1 より、触媒担体である CeO₂ 由来のピークが全ての触媒について観測された。また、ニッケル成分として NiO が存在していることが開発触媒①及び含浸法触媒で明らかとなった。さらに図 1 を縦軸方向に拡大した図 2 から開発触媒②においても NiO 由来のピークが観測された。図 1、2 より含浸法触媒、開発触媒①、開発触媒②の順にピークがブロード化していることから、含浸法触媒、開発触媒①、開発触媒②の順に 5wt%Ni/CeO₂ 触媒の NiO 結晶子は微細化していると考えられる。この結果から、光ラジカル発生剤を用いた触媒調製方法によるニッケル触媒粒子の微細化とサイズ制御の可能性が示唆された。

5. 今後の課題：

開発触媒①、②及び含浸法触媒に関し、今回の分析結果に加えて、その触媒反応活性・XRF・XPS 等の分析を実施する。それらの実験結果より、触媒構造が反応活性に及ぼす影響及び、光反応による触媒調製反応メカニズムについて明らかにする。

6. 論文発表状況・特許状況

現状では特になし

7. 参考文献

- 1) 田栗有樹, 久間俊平, 円城寺隆志, 福元豊, 佐賀県工業技術センター研究報告書, 17, 59-62 (2008).
- 2) 久間俊平, 田栗有樹, 円城寺隆志, 帆秋圭司, 久和原暁, 福元豊, 佐賀県工業技術センター研究報告書, 18, 61-64 (2009).
- 3) 久間俊平, 田栗有樹, 円城寺隆志, 帆秋圭司, 平井智紀, 矢野昌之, 佐賀県工業技術センター研究報告書, 19, 59-61 (2010).

8. キーワード (試料及び実験方法を特定する用語を 2~3)

・ XRD (X線回折, X-ray diffraction)

物質に X線を照射したときに、X線が結晶格子から回折を示す現象のこと。