

B-AD-037

Au 担持触媒の金属分散度評価

概要

Au 担持触媒は選択酸化や選択水素化、水性ガスシフト反応等の改質反応等、工業的にも重要な反応に用いられ、限定的ではありますが非常に有用な触媒として知られています。しかし、金属担持触媒の評価に重要なパルス法による金属分散度測定を行っても常温では CO や H₂ は吸着せず、正確な評価を行うことができません。

Au 担持触媒に対して-100℃付近で CO が化学吸着するという報告があり¹⁾、これにより金属分散度測定を行うことが可能になります。

本報告は、-100℃付近の低温における CO パルス測定を行い、Au 担持触媒の金属分散度評価を行う際の具体的手法と注意点について詳しく述べるものです。

測定

1. 測定原理

Au 担持触媒は室温で CO がほとんど吸着しないため、通常の CO パルス法による金属分散度測定を行うことができません。-100℃まで冷却した状態で CO パルスを行い、金属分散度測定を行います。

2. 測定温度の影響

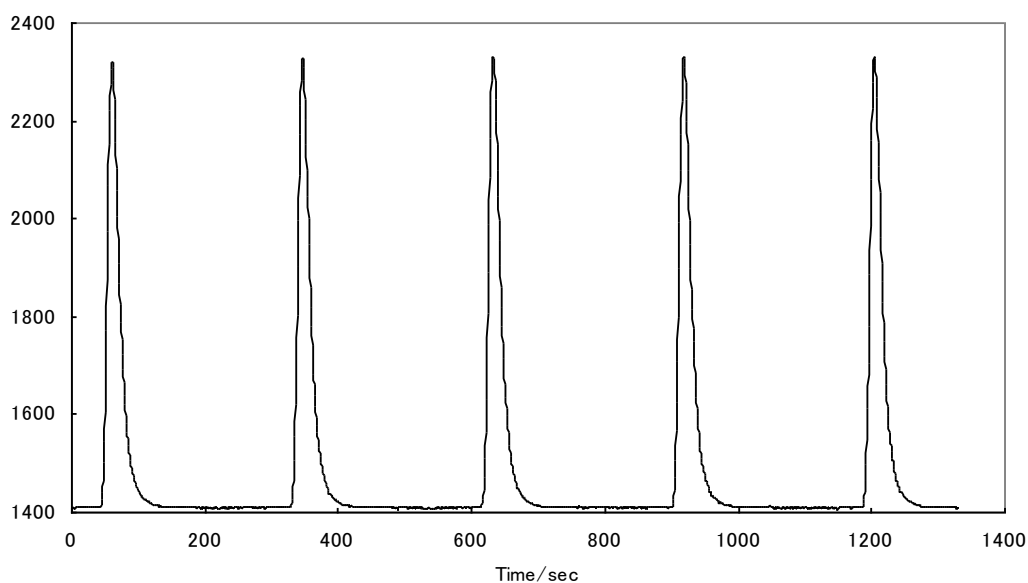
(1) 50℃での測定

金属分散度測定を以下の条件で測定しました。

前処理条件

STEP	ガス	流量(sccm)	時間 (min)	温度(°C)
1	He	50	15	100
2	He	50	15	100
3	O ₂	50	15	100
4	He	50	15	100
5	H ₂	50	15	100
6	He	50	15	100
7	He	50	1	50
8	He	50	5	50

測定装置	: BELCAT II
試料	: 30.3wt% Au/C 50 mg
測定温度	: 50℃
ガス流量	: 30 cm ³ /min (0℃, 1atm)
パルス量	: 約 90 μl (0℃, 1atm)



CO パルスチャート

単位吸着量	Vm	: 0.0039 cm ³ /g
金属分散度	Dm	: 0.0112%
金属表面積	Am(Sample)	: 0.0091 m ² /g
金属表面積	Am(Metal)	: 0.0299 m ² /g
平均粒子径	lm	: 10397.5401 nm

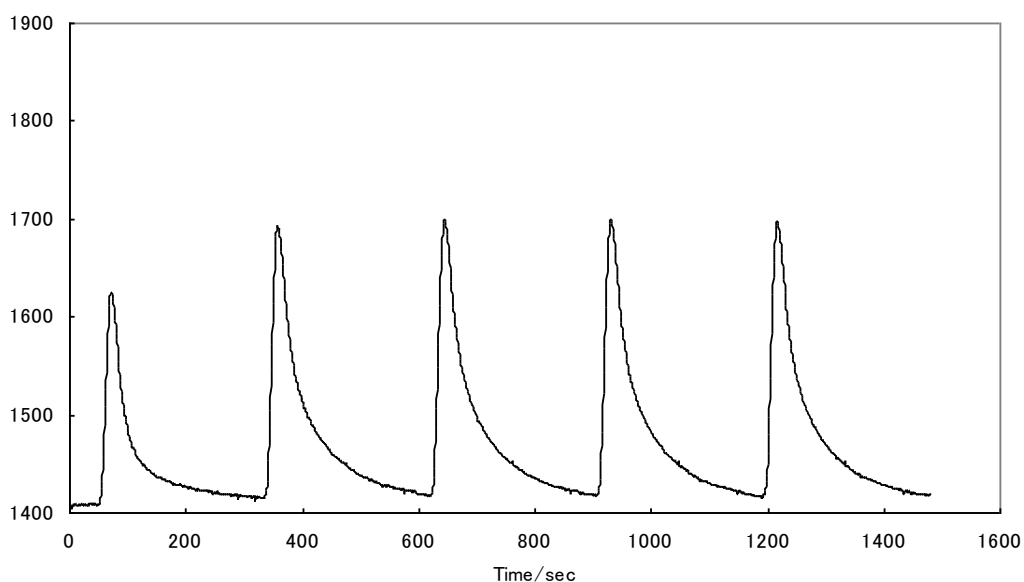
(2) -100°Cでの測定

金属分散度測定を以下の条件で測定しました。

前処理条件

STEP	ガス	流量(sccm)	時間 (min)	温度(°C)
1	He	50	15	100
2	He	50	15	100
3	O ₂	50	15	100
4	He	50	15	100
5	H ₂	50	15	100
6	He	50	15	100
7	He	50	1	-100
8	He	50	5	-100

測定装置	: BELCAT II+CATCRYO II
試料	: 30.3wt% Au/C 50 mg
測定温度	: -100°C
ガス流量	: 30 cm ³ /min (0°C, 1atm)
パルス量	: 約 90 μl (0°C, 1atm)



CO パルスチャート

単位吸着量	V_m	: 2.3280 cm ³ /g
金属分散度	D_m	: 6.7516%
金属表面積	$A_m(\text{Sample})$: 5.4414 m ² /g
金属表面積	$A_m(\text{Metal})$: 17.9586 m ² /g
平均粒子径	l_m	: 17.2931 nm

まとめ

Au 担持触媒に対して-100℃付近の低温における CO パルス測定を行い、Au 担持触媒の金属分散度評価の可能性に関して検討を行いました。文献1)では、142~179 K [-131~-94℃]で測定を行っていますが、-100℃での測定も評価が可能であることがわかりました。

※弊社製触媒分析装置[BELCAT II]で低温パルス測定を行うには、CATCRYO II が必要です。
 なお、解析には下記のパラメータを用いました。

Au	
原子量	: 196.967 g/mol
密度	: 19.30 g/cm ³
断面積	: 0.0870 nm ² /atom

1) .Menegazzo,M.Manzoli,A.Chiorino,F.Boccuzzi,T.Tabakova,M.Signoretto,F.Pinna,N.Pernicone,J.Catal.237(2006)431.

文責：多和田 尚吾