

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2024.07.25] [Update : 2024.05.10]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	23KU0034
利用課題名 Title	ニトリルの水素化に活性な触媒の粒径と合金状態の解析
利用した実施機関 Support Institute	九州大学 / Kyushu Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	次世代ナノスケールマテリアル/Next-generation nanoscale materials 革新的なエネルギー変換を可能とするマテリアル/Materials enabling innovative energy conversion
キーワード Keywords	触媒, 電子顕微鏡 / Electronic microscope, ナノ粒子 / Nanoparticles

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	西田 吉秀
所属名 Affiliation	名古屋工業大学先進セラミックス研究センター
共同利用者氏名 Names of Collaborators in Other Institutes Than Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Collaborators in The Hub and Spoke Institutes	鳥山 誉亮
利用形態 Support Type	技術補助/Technical Assistance

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	KU-004 : 広電圧超高感度原子分解能電子顕微鏡
---------------------------------	----------------------------

報告書データ / Report

<p>概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</p>	<p>ニトリルの水素化は化学品合成に重要な1級アミンを原子効率100%で与える反応であり、本反応を促進させる触媒の開発が求められている。既報の触媒は反応の駆動に加熱や加圧を要するが、我々はジルコニア (ZrO₂) にパラジウム (Pd) を担持した触媒が本反応を常温常圧で駆動させることを見出した。ラボにおけるガス吸着実験では、ZrO₂上でPdが高分散化 (小粒径化) することで触媒活性が向上したことが示唆された。一方、本実験ではガスが「Pd以外へ吸着する」や「Pdに1:1で吸着しない」などの理由により、Pd粒径を正確に見積もることが難しい。そこで本研究課題では、高分解能電子顕微鏡を用いてZrO₂に担持されたPdの粒径を同定/定量することを目的とした。</p>
<p>実験 Experimental</p>	<p>Pd/ZrO₂の調製には含浸法を用いた。ZrO₂粉末にPd塩水溶液を含浸し、乾燥後試料を焼成および水素処理した。観察用グリッドの作製には溶液分散法を用いた。メノウ乳鉢で粉碎した触媒粉末をエタノールに分散させ、これをグリッドに滴下し、十分に乾燥させた。</p>
<p>結果と考察 Results and Discussion</p>	<p>STEMモード観察では、ZrO₂上にコントラスト差のある球状粒子が点在しており、EDS分析から球状粒子がPdのナノ粒子であることが同定された。そこで、高倍率 (5M) での観察像を多数取得し、200個のPd粒子の直径から平均粒径を見積もったところ、1.9±0.4 nm であることが分かった。一般には、小粒径化 (特に、5 nm 以下) で反応場である表面露出原子の数が增大することから、Pd/ZrO₂がニトリルの水素化に高い活性を示したと考えられる。また、小粒径化されることでPdが反応ガスである水素によって還元されやすくなり、大気下での触媒仕込時に生成する不活性なPdOが減少することで、触媒活性が向上したことがin-situ XAFS分析との相補実験により明らかとなった。</p>
<p>図・表・数式 Figures, Tables and Equations</p>	
<p>その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks (References and Acknowledgements)</p>	<p>電子顕微鏡観察には、九州大学超顕微解析研究センターの鳥山様に技術協力をいただきました。</p>

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

<p>DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)</p>	
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[1] Oral Presentations etc.</p>	<p>岸本真明, 西田吉秀, 羽田政明, " ジルコニア担持パラジウム触媒を用いたニトリルの選択水素化による1級アミン合成" 第132回触媒討論会 (札幌), 令和5年9月13-15日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[2] Oral Presentations etc.</p>	<p>西田吉秀, 羽田政明, " 合金触媒によるニトリル水素化の選択性スイッチング" 第53回石油・石油化学討論会 (大阪), 令和5年10月26-27日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[3] Oral Presentations etc.</p>	<p>西田吉秀, 岸本真明, 羽田政明, " 金属酸化物担持パラジウム触媒のニトリル水素化特性" 2023年度日本セラミックス協会東海支部学術研究発表会 (名古屋), 令和5年12月2日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[4] Oral Presentations etc.</p>	<p>西田吉秀, 羽田政明, " Rh-Pd-Pt触媒によるニトリルの水素化と反応選択性のスイッチング" 第132回触媒討論会 (札幌), 令和5年9月13-15日</p>
<p>口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[5] Oral Presentations etc.</p>	<p>岸本真明, 西田吉秀, 羽田政明, " ジルコニア担持パラジウム触媒による常温常圧下でのニトリルの選択水素化" 第33回キャラクターリゼーション講習会 (名古屋), 令和5年12月20日</p>

特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件