

触媒ナノ粒子の形態観察評価

FT合成やメタネーション、排ガス浄化用途の各種固体触媒について、雰囲気熱処理前後の形状変化を評価することは、触媒性能を解析する上で重要である。東レリサーチセンターでは、雰囲気制御による前処理や、ナノ粒子形状や局所構造まで一連の評価・解析が可能である。

1. サンプルと熱処理条件

◇サンプル
Ru/Al₂O₃ (Ru 5 wt%担持：市販品)

◇熱処理条件
<300℃処理>
300℃ [20% O₂/He]
→400℃ [3% H₂/He]

<800℃処理>
800℃ [20% O₂/He]
→400℃ [3% H₂/He]

2. CO-pulse法による粒度解析

CO吸着時の測定温度：50℃

熱処理条件	Ru平均粒径
300℃処理	11.0 nm
800℃処理	25.5 nm

- ※熱処理により、Ruは粗大化
◇CO-pulse法で粒径が大きく算出された可能性あり
- ・想定と異なる化学量論比
 - ・高温でRuが飛散し、Ru量が減少
 - ・Ru表面が酸化（酸化Ru表面にCOは付着しないと仮定）

CO-pulse法による平均粒径：金属原子1個にCO分子1個が化学吸着すると仮定して平均粒径を算出。大まかな傾向や平均情報を得るのに有用な手法。

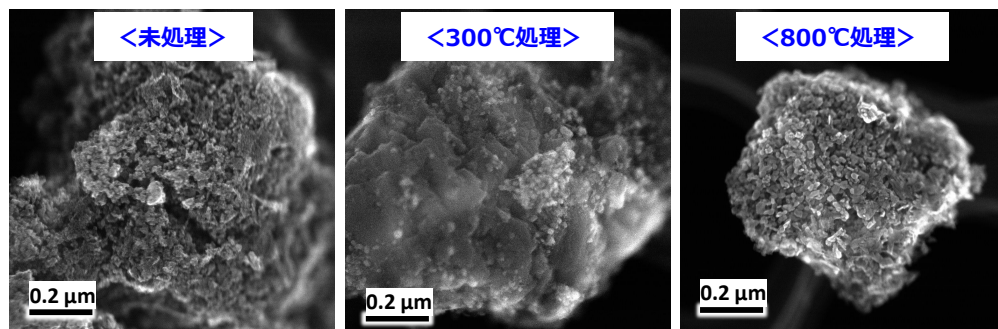
STEM像を用いた平均粒径：STEM像のコントラストから粒径を算出。実際の粒径に近く、形状観察も可能。

3. Ru/Al₂O₃ 触媒の粒子形状評価

	未処理	300℃処理	800℃処理
HAADF-STEM像			
Ruの粒度解析			
平均粒径	1.5 nm	8.2 nm	13.3 nm
形状	球状粒子	球状粒子（粗大化）	不定形粒子（粗大化）および球状粒子

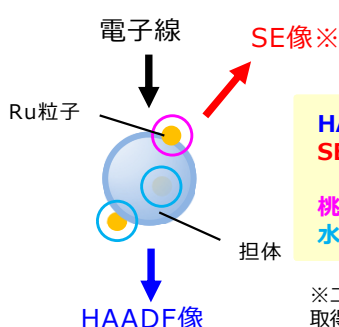
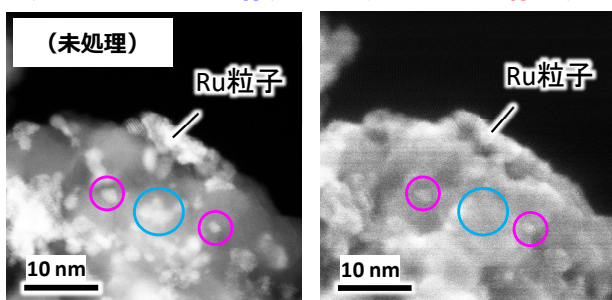
4. Ru/Al₂O₃ 触媒の表面形状評価

<STEM-SE像>



- ・Ru粒子が粗大化しAl₂O₃担体表面に一部膜状に付着している
- ・Al₂O₃担体の形状変化が観察可能

<HAADF-STEM像>



HAADF像：内部形状を反映
SE像：表面形状を反映
桃色部粒子：表面に存在
水色部粒子：内部or裏側に存在

東レリサーチセンターでは、酸化・還元などの雰囲気下での熱処理や物性評価、触媒ナノ粒子の観察や解析が可能です。

※二次電子(SE)検出器を搭載した走査透過電子顕微鏡で取得した像。HAADFおよびBF-STEM像との同時観察が可能。