

## ゼオライトの固体酸性質の評価について

### 1. はじめに

固体表面の酸・塩基性質は、触媒の活性に影響を与えることから、重要な指標とされています。中でも、プロトン型（以下H型）ゼオライトは固体酸触媒として利用されますが、その活性は、固有の細孔構造に加え酸性質（酸点・酸強度）の影響を大きく受けます<sup>1)</sup>。本稿では、H型ゼオライトの酸性質測定法として、触媒評価装置を用いた昇温脱離法（以下TPD法）による固体酸性評価の事例を紹介します。

### 2. TPD法について

TPD法とは、測定対象の試料に対しガスを吸着させ、温度を連続的に上昇させることで脱離するガスを測定する評価法です。ガスは、酸性質の評価にはNH<sub>3</sub>を用い、塩基性質の評価にはCO<sub>2</sub>を用います。昇温による吸着ガスの脱離量から、酸・塩基点を求めることができます。さらに、吸着ガスの脱離温度から、酸・塩基強度を比較することができます。

### 3. NH<sub>3</sub>-TPD法の測定事例

TPD法による測定事例として、触媒評価装置（図1）を用いたH型ゼオライト（H-ZSM-5）のNH<sub>3</sub>-TPDの測定を行いました。100℃において試料にNH<sub>3</sub>を飽和吸着させた後、物理吸着したNH<sub>3</sub>を除去します。その後、そのまま昇温した場合と昇温前に水蒸気処理を行った場合で結果を比較しました。脱離したNH<sub>3</sub>の検出には、四重極型質量分析計を用い、昇温は10℃/minで600℃まで行いました。NH<sub>3</sub>-TPDスペクトルの結果を図2に示します。



図1 触媒評価装置

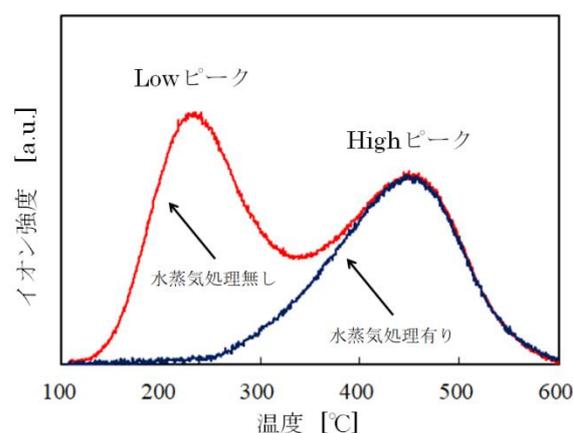


図2 NH<sub>3</sub>-TPD スペクトル

水蒸気処理を行わずに昇温した試料のスペクトルから、Highピーク（高温）、Lowピーク（低温）の2つのピークが検出されました。Highピークは酸点に吸着したNH<sub>3</sub>を示しますが、Lowピークは、H型ゼオライトの酸点に吸着したNH<sub>3</sub>上に水素結合したNH<sub>3</sub>であり、H型ゼオライトの真の酸点を示すものではないとされています<sup>2)</sup>。

一方で、水蒸気処理を行った試料のスペクトルでは、Highピークのみが残存していることが確認できました。OHの極性がNHよりも強いため、水素結合したNH<sub>3</sub>が置換されることで、Lowピークは除去されます。一方、Highピークは、水がNH<sub>3</sub>よりも弱い塩基であるため、酸点上のNH<sub>3</sub>は置換されず残存します。したがって、水蒸気処理によりH型ゼオライトの真の酸点を検出することができました。

### 4. おわりに

当センターでは、固体酸触媒の評価以外にも、吸着材の性能試験や金属担持触媒を用いた各種触媒活性評価も行っております。ご関心のある方は、お気軽にご相談下さい。

### 参考文献

- 1) 中野雅雄, 弘中敏夫, 藤井智, 関沢和彦: 東洋曹達研究報告, 29(1), 3-11(1985)
- 2) 菊池英一, 射水雄三, 瀬川幸一, 多田旭男, 服部英: 新しい触媒化学 新版, 三共出版(2016)



産業技術センター 化学材料室 阿部祥忠 (0566-24-1841)

研究テーマ : 水素製造・CO<sub>2</sub>メタン化触媒の開発とキャラクタリゼーション

担当分野 : 水素・燃料電池