

## 噴霧熱分解法による無機金属酸化物微粒子の合成とギ酸分解触媒への展開

SATテクノロジー・ショーケース2025

### ■ はじめに

ギ酸をはじめとする水素キャリアは将来エネルギー源として多く用いられるであろう水素の安定的な保管や安全な運搬を実現し、かつ安価で大量に扱うことができるため大きな注目を集めている。同時に高効率でギ酸を分解して水素を生成する触媒の開発が盛んに行われている。不均一系触媒では、触媒担体が単分散かつ微粒子であること、触媒担体微粒子の表面に助触媒を担持させることで、触媒活性の向上が期待される。また、シンプルなプロセスで触媒を大量に合成できる手法が求められている。そこで、本研究では触媒担体としてジルコニア( $\text{ZrO}_2$ )をシンプルなプロセスによって単分散した $\mu\text{m}$ オーダーの微粒子の合成法を検討した。すなわち、金属酸化物原料水溶液を合成原料として、これを霧化し高温の気流中で加熱することで微粒子化を試みた。さらに、合成した担体に助触媒であるパラジウム(Pd)を担持して調製した試料、ギ酸の分解による触媒の活性を評価した。

### ■ 活動内容

#### 1. 金属酸化物微粒子の合成

塩化酸化ジルコニウム八水和物を蒸留水100mLに溶解し、所定の濃度の溶液を調製した。水溶液を超音波振動装置で霧化させて、発生した液滴を気流にのせて電気炉の反応管内へ導入し高温気流中で焼成し、 $\text{ZrO}_2$ 微粒子を合成した。電気炉の温度は $800^\circ\text{C}$ に設定し、流量はインテリジェントフローメーターを用いて、 $300\sim 400\text{mL}/\text{min}$ に調節した。

#### 2. 金属酸化物微粒子表面へのパラジウム担持

助触媒であるPdの担持は、 $\text{ZrO}_2$  (0.5g)に市販の酢酸パラジウム (0.03g) のアセトン (5mL) 溶液を加えてアセトンが揮発するまで攪拌した。揮発後、 $350^\circ\text{C}$ に設定した電気炉で30分加熱し、デシケーター内で放熱・吸湿した。試料を試験管に移してエタノール (5mL) を入れ、 $60^\circ\text{C}$ のウォーターバスで30分還元して触媒 ( $\text{Pd}/\text{ZrO}_2$  (3wt% Pd))を得た。

#### 3. ギ酸分解における触媒特性

調製した触媒 (0.02g) と1M濃度のギ酸 (5mL) を試験管に入れ、 $60^\circ\text{C}$ のウォーターバス内で反応を開始させた。10分毎にガスクロマトグラフィー (GC) で試験管内の気体の成分分析を行った。

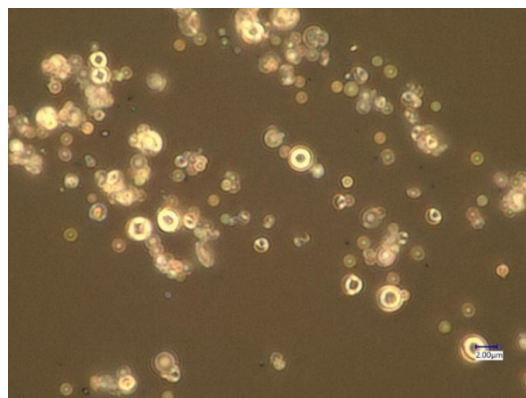


図 1.  $\text{ZrO}_2$  微粒子のデジタルマイクロスコープ像

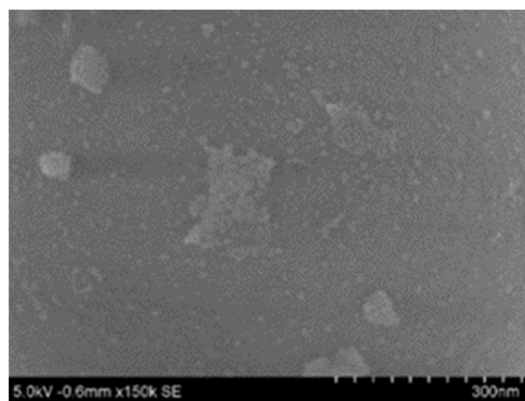


図 2.  $\text{ZrO}_2$  に Pd を 3wt% 担持した  $\text{Pd}/\text{ZrO}_2$  の FE-SEM 像

代表発表者 入江 健(いりえ けん)  
所 属 大阪電気通信大学  
産業技術総合研究所関西センター  
問合せ先 〒574-0071 大阪府大東市深野北 1-9-37  
TEL: 080-9162-5218

■キーワード: (1) 微粒子  
(2) 無機金属触媒  
(3) 反応焼結