



## MgCl<sub>2</sub>触媒担体の PDF 解析における条件検討

和田 透

北陸先端科学技術大学院大学 先端科学技術研究科 マテリアルサイエンス系

キーワード : X線全散乱, Pair distribution function, Ziegler-Natta 触媒, MgCl<sub>2</sub>

### 1. 背景と研究目的

MgCl<sub>2</sub>担持型 Ziegler-Natta (ZN) 触媒は工業的なポリオレフィンの製造にとって欠かすことのできない重要な工業触媒である。十分な性能を有する触媒を得るためには、担体である MgCl<sub>2</sub>を活性化（物理的粉碎や化学的処理など）し、PXRD 上でブロードなパターンを示すような構造（ $\sigma$ -MgCl<sub>2</sub>と呼ばれる）にする必要があるが、その構造の詳細については明らかになっていない。前回の実験（実験番号：201706107）において、pair distribution function (PDF) 解析によって  $\sigma$ -MgCl<sub>2</sub>の構造を明らかにしようとしたが、議論に十分な結果を得ることができなかった。今回は主にデータの積算回数を増加することにより、統計誤差の減少が PDF 解析結果に与える影響について検討した。

### 2. 実験内容

基本的な操作は前回（実験番号：201706107）と同様であるため、変更点のみ記述する。ZN 触媒サンプルを封入するキャピラリーをリンデマンガラス製に変更し（ボロシリケートガラス製よりも低バックグラウンド）、積算時間を 60 分、120 分に延長し、前回の結果（積算時間 30 分）と比較した。

### 3. 結果および考察

Fig.1 に前回得た結果（30 min）と今回得た結果（60 min, 120 min）の構造因子（ $S(Q)$ ）を示した。積算時間を 60 分に延長することで、ある程度の統計精度の改善が見られたが、積算時間を 120 分まで延長してもそれ以上の改善は見られなかった。各  $S(Q)$ を PDF ( $G(r)$ )に変換した結果を Fig.2 及び 3 に示す（フーリエ変換は  $0.2 \text{ \AA}^{-1} \leq Q \leq 19 \text{ \AA}^{-1}$ の範囲とした）。Fig.3 に示すように、統計精度の改善により高い  $r$ の範囲（長距離領域）で見られたノイズのような成分を低減することができた。一方で、Fig.2 に示すように、 $r \leq 10 \text{ \AA}$ の活性点の性質に関わるであろうと予想される短距離領域においては、今回得られたような統計精度の向上はほぼ何の影響も与えないことが判明した。

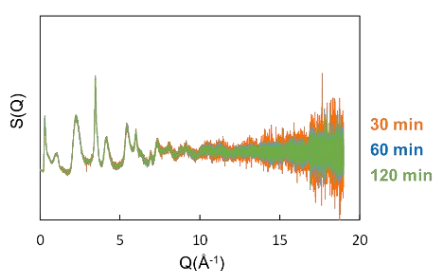


Fig.1 構造因子  $S(Q)$

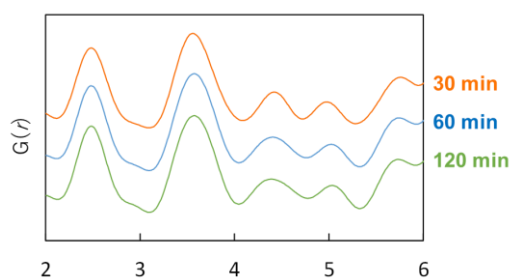


Fig.2  $S(Q)$ より求めた PDF (2–6 Å)

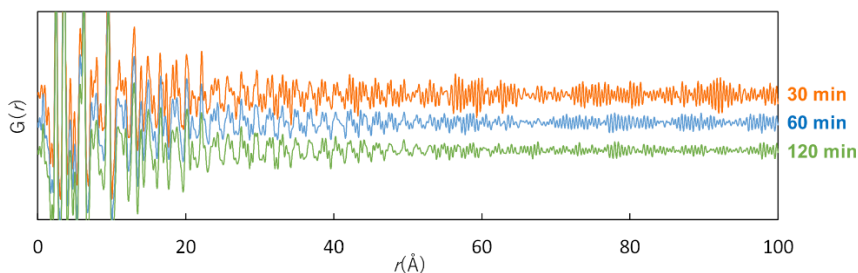


Fig.3  $S(Q)$ より求めた PDF (0–100 Å)