

# Pt あるいは Pt, Co担持カーボンの不活性ガス中熱処理に伴う状態変化の解析

## 1.はじめに

グラファイトカーボンにPtあるいはPt, Coを担持後、不活性ガス中で熱処理したときの状態変化について解析する。

## 2.供試触媒: 株式会社キャタラー様よりご提供いただいた。

- (1) Pt担持カーボン(Pt/C) の未熱処理品
- (2) Pt, Co担持カーボン(PtCo/C) の未熱処理品

## 3.実験方法

上記触媒を所定量の窒化ホウ素で希釈、混合後ペレット化して得たサンプルを透過型ガスフローセルに装填した。フローセルにArを流通(140mL/min)しながら10°C/minで900°Cまで昇温し、Pt L<sub>III</sub>吸収端を連続測定した。得られたXANESスペクトルに対して金属(Pt)と酸化物(PtO<sub>2</sub>)のスペクトルでLCF(Linear Combination Fitting)を実施し、Ptの還元挙動を調査した。また Artemisによって熱処理後の合金化状態を解析した。

## 4.結果

Ar雰囲気下昇温時の金属と酸化物の割合の推移をFig.1,2に示す。初期においては各々の割合で共存した。Pt/C, PtCo/Cともに150°C以上で還元が始まり400°Cまでに還元が完了することが明らかになった。Fig. 3, 4には900°Cまで加熱後、室温まで放冷した後のXAFSスペクトルをArtemisでフィッティングした結果を示す。Pt/CにおいてはPt単一モデルのときに、PtCo/CにおいてはPtおよびPtCoの二つのモデルを仮定したときに良好なフィッティング結果が得られた。配位数の算出には、Pt foilのS<sub>0</sub><sup>2</sup>の値(0.837)を用いた。PtCo/CにおいてPt-PtとPt-Coの配位数から、Ptの第一近接のPt/Co比を見積もると4.4となった。また、PtCo/CのPt-Pt間距離はPt/Cに比べ短くなっていた。以上の結果よりPtCo/CにおいてはPt中にCoが、Pt/Co原子比4.4で合金化していると考えられる。

同様の測定はBL551においても可能である。

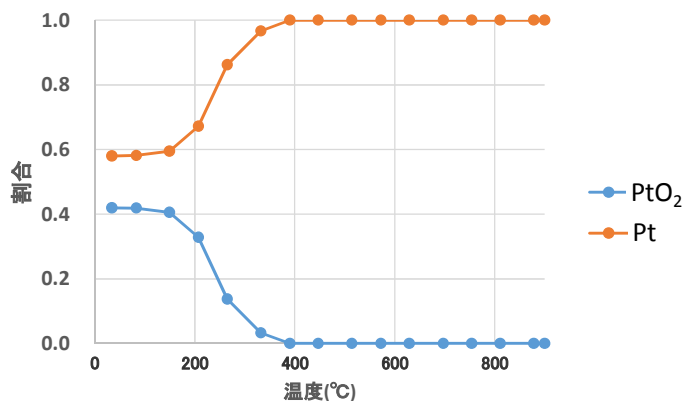


Fig. 1 Pt/CのLCF結果

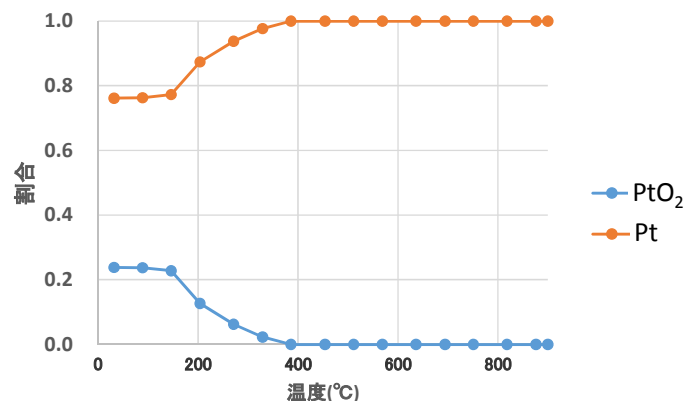
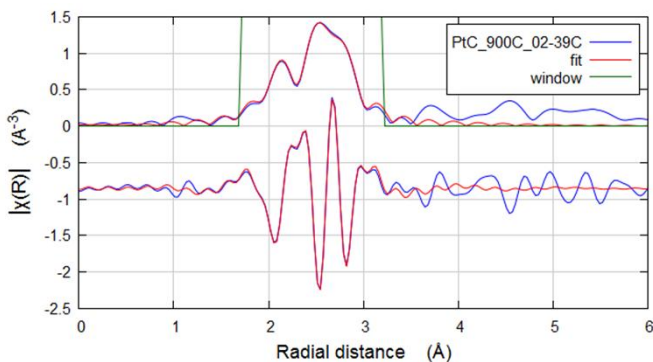
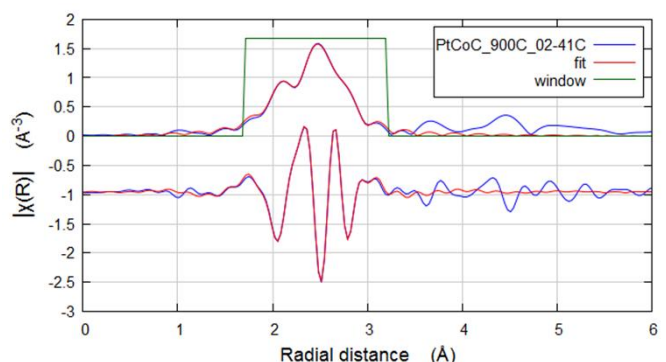


Fig. 2 PtCo/CのLCF結果



model	S <sub>0</sub> <sup>2</sup> -N	N	R	σ <sup>2</sup>
Pt	8.564	10.23	2.7496	0.00623

Fig. 3 Pt/CのArtemis解析結果



model	S <sub>0</sub> <sup>2</sup> -N	N	R	σ <sup>2</sup>
Pt	7.365	8.80	2.7207	0.00641
PtCo	1.655	1.98	2.7042	0.00825

Fig. 4 PtCo/CのArtemis解析結果