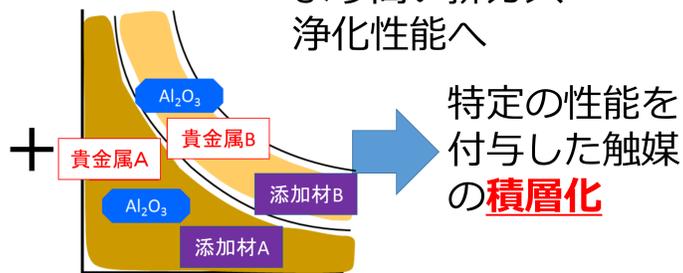


表面X線回折による自動車排気ガス触媒の多層構造解析

ジョンソン・マッセイ・ジャパン合同会社 渡部秀敏, 後藤友美

1. 背景と研究目的

自動車排気ガス触媒の構成



セラミック担体 貴金属/酸化物担持体/添加材

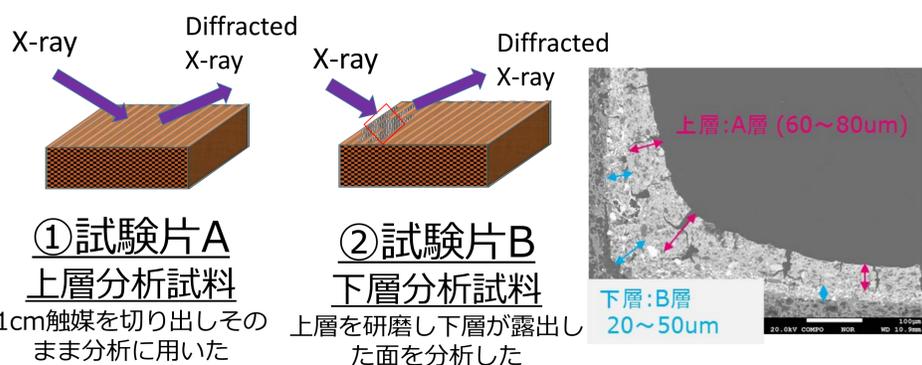
各層ごとに構造解析(XRD)を行うことが必要

・粉末X線回折
セラミック担体から触媒を物理的に剥がして分析
→各層が混在するため層ごとの情報を分けて分析するのは困難

・表面X線回折
触媒の表面をそのまま分析可能
→触媒の各層を選択的に分析できるか検討を実施した。

2. 実験内容

分析サンプル(2層構造排気ガス触媒)



①試験片A

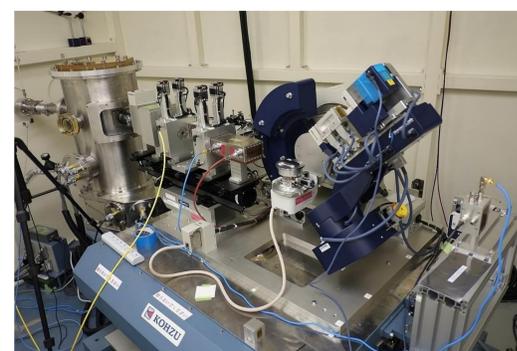
上層分析試料
1cm触媒を切り出しそのまま分析に用いた

②試験片B

下層分析試料
上層を研磨し下層が露出した面を分析した

③上層/下層 各々の触媒粉末 (Ref)

実験条件



あいちSR BL8S1

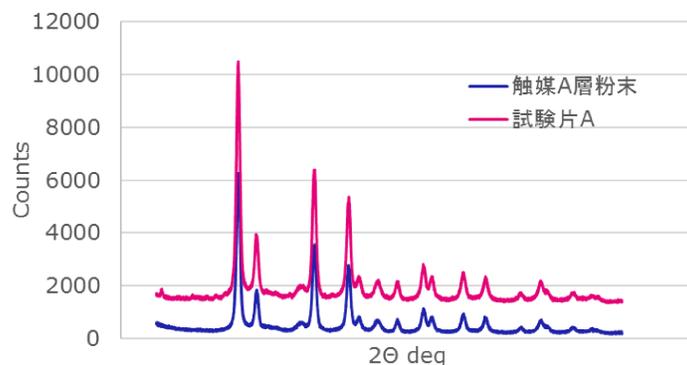
光エネルギー:14.37keV
X線入射角:試験片A/ 1°
試験片B/ 5°
スキャン範囲: 5°-70°
ステップ: 0.06°

・In-situ実験
Air/H₂雰囲気
RT-500°C-900°C
各温度でスペクトル取得

3. 結果と考察

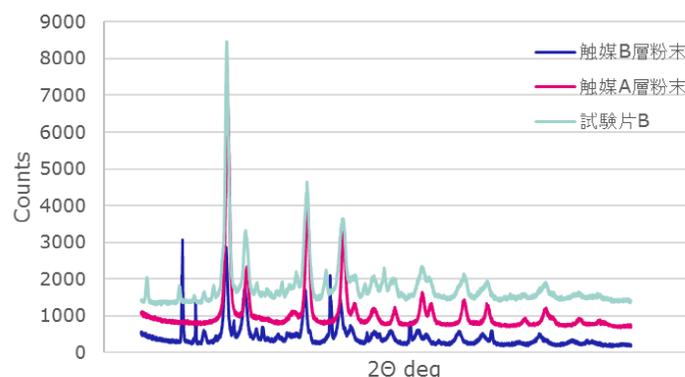
①試験片A分析結果

触媒A層粉末と試験片Aのデータを比較すると、各々のピーク位置が一致しており、表層のみを選択的に分析することが可能であった。



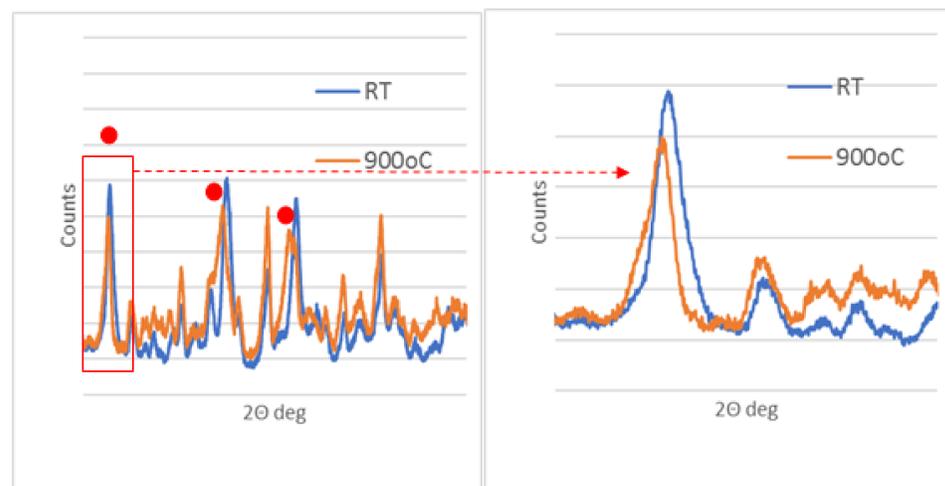
②試験片B分析結果

試験片Bでは上層及びセラミック担体のピークが一部混在し、下層のみを選択的に分析するのは困難だった。しかし、上層やセラミック担体のスペクトルを活用した解析や前処理の改善により、下層のみの情報を選択的に得ることが可能になると考えられる。



③In-situ分析

試験片BをH₂雰囲気下においてin-situ測定した結果を下記に示す。900°Cのスペクトルでは●に示した付近のピークに変化が観測された。この変化は単なる貴金属の酸化還元反応由来の変化ではなく、添加材由来のピークの変化と考えられる。この現象は試験片BのH₂ 雰囲気下のみ観測された現象である。またB層の粉末をLab-XRDを用いてH₂ 雰囲気下のIn-situ実験を行ったが、表面X線回折を実施した際に現れた現象を再現することはできなかった。これらより、試験片Bで観察された現象はA層とB層が共存することで発現し、表面X線回折でのみ有効に観測されたと考えられる。



今回の実験より、放射光を利用した表面X線回折法が自動車排気ガス触媒に有効であることがわかった。サンプルの調製方法や測定方法を改善することで、さらに有益な情報が得られることが期待できる。

本実験においては、あいちシンクロトロン光センター永見コーディネーターに多大なるご協力を頂いた。深く感謝の意を表します。