



NEXAFS 測定による清浄表面を有した Pd ナノ粒子の電子状態分析

小川智史¹, 塚田千恵², 八木伸也^{1,3}

¹ 名古屋大学大学院工学研究科, ² 日本原子力研究開発機構 物質科学研究センター,

³ 名古屋大学 未来材料・システム研究所

キーワード : Pd ナノ粒子, X線吸収微細構造, 水素吸蔵材料, ガス中蒸発法

1. 背景と研究目的

Pd は触媒材料として広く産業界で利用されているとともに、水素吸蔵材料としても良く知られている。Pd は室温、1 気圧以下で水素を吸蔵する上に大気中での酸化耐性が高いことから、水素吸放出反応に着目した研究におけるモデル試料として学術的にも注目されている。この Pd をナノ粒子化した Pd ナノ粒子はそのバルク状態に比べて水素吸蔵量が減少し、その水素吸放出の圧力組成等温線において明確な二相共存（プラトー）領域が見られないことが数多く報告されている。この原因として、格子定数の変化や Sub surface の影響などさまざまな要因が指摘されているが、決定的な原因究明にはいまだに至っていない。このうち、格子定数に変化が生じたのであれば、それに伴ってフェルミ準位近傍での電子構造の変化が予想される[1]。この変化をつぶさに調べるためには X 線を用いた分光手法が最も最適である。本研究では分散材や界面活性剤等で表面が汚染されていない、すなわち清浄表面を有した Pd ナノ粒子をガス中蒸発法によって作製し、フェルミ準位近傍での Pd ナノ粒子電子構造を明らかにすることを目的として Pd K 端 X 線吸収微細構造測定を試みた。

2. 実験内容

Pd ナノ粒子は He ガスを用いたガス中蒸発法[2]によって作製した。基板には 0.05 mm^t のカプトン膜を使用した。Pd K-edge NEXAFS 測定はいち SR BL11S2 にて透過法によって行った。Pd はナノ粒子化によって速やかに大気酸化するため[3]、Fig.1 のような可搬のナノ粒子作製装置をビームラインの末端に設置し、ナノ粒子試料を大気に曝すことなく XAFS 測定を実施した。



Fig.1 ガス中蒸発法によるナノ粒子作製装置。

3. 結果および考察

Fig. 2 に Pd ナノ粒子と Pd 箔の Pd K-edge NEXAFS スペクトルを示す。結果的には本手法で作製した Pd ナノ粒子試料は光路中の Pd ナノ粒子数が少なく、スペクトルを得ることができなかった。今後は少量の試料に対しても十分なスペクトルを得ることが可能な Pd L-edge NEXAFS を行う予定である。

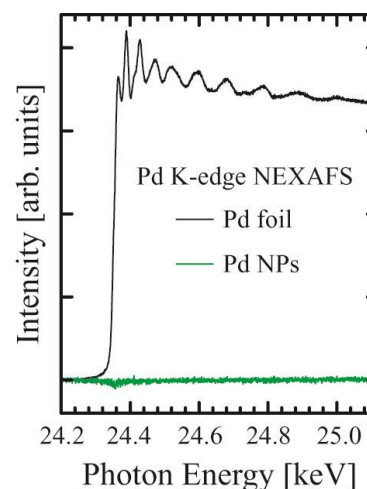


Fig.2 Pd ナノ粒子および Pd 箔の Pd K-edge NEXAFS スペクトル。

4. 参考文献

- [1] M. Yamauchi, R. Ikeda, H. Kitagawa, and M. Takata, *J. Phys. Chem. C* **112**, 3294 (2008).
- [2] S. Ogawa, T. Fujimoto, T. Kanai, N. Uchiyama, C. Tsukada, T. Yoshida, and S. Yagi, *e-J. Surf. Sci. Nanotech.* **13**, 343 (2015).
- [3] S. Yagi, H. Sumida, K. Miura, T. Nomoto, K. Soda, G. Kutluk, H. Namatame and M. Taniguchi, *e-J. Surf. Sci. Nanotech.* **4**, 258 (2006).