



BL5S2 における SDD を用いた蛍光 XAFS 測定の試み

朝倉 博行¹

¹ 名古屋大学シンクロトロン光研究センター

1. 背景と研究目的

担持 Pt 触媒は排ガス浄化触媒や有機合成触媒¹として活性を示すことが知られている。これらの触媒は酸化還元に伴う Pt の状態変化や極微小な高分散の Pt の存在が特性に大きな影響を及ぼすことが知られており、X 線吸収分光法はこのような原子レベルの構造解析に有効な手法の 1 つである。

本課題では、粉末 X 線回折・XAFS ビームライン BL5S2 にて Pt/Al₂O₃ 触媒の Pt L₃-edge XAFS スペクトル測定、特に 4 素子 SDD を用いて Pt が低担持量の試料の EXAFS 測定を試みた。

2. 実験内容

Pt foil, H₂PtCl₆, Pt(cod)₂Me₂, および様々な担持量の Pt/Al₂O₃ 触媒について、BL5S2 にて通常の透過法および 4 素子 SDD を利用して Pt L₃-edge XAFS 測定を行った。

3. 結果および考察

BL5S2 は粉末 X 線回折を主な手法としており、大型の回折計、各種アッテネータなど X 線回折用途に最適化されたビームラインである。このため、また、平行化ミラー及び集光ミラーが Pt コーティングのため、Pt L₃-edge において入射光の減衰が避けられない。また、今回、検出器としては、4 素子 SDD を利用したため、BL5S1 に設置されている 19 素子 SSD に比べると受光面積が半分以下であった。しかし、図 1 に示すとおり、低担持量 (0.2 wt%) Pt/Al₂O₃ 触媒の Pt L₃-edge EXAFS スペクトルを 1 時間半という現実的な時間で測定することができた。今回は X 線回折用の光学系をほとんど変更せず測定したため、必ずしも XAFS に最適な光学系にはなっておらず、最適化を行うことでより短時間で測定が可能になると思われる。図 2 に 0.2, 0.5, および 2.0 wt% Pt/Al₂O₃ Pt L₃-edge XANES スペクトルを示す。0.5 および 2.0 wt% の試料はほとんど Pt foil に近いスペクトルを示しているが、0.2 wt% Pt/Al₂O₃ は明らかにホワイトラインが高く、Al₂O₃ は CeO₂ と比べるといわゆるアンカー効果が小さいと考えられるが、0.2 wt% という低担持量の場合は Pt を単原子様の高分散状態で担持していると推測される。

4. 参考文献

- Bin Zhang, Hiroyuki Asakura, Jia Zhang, Jianguang Zhang, Sudipta De, and Ning Yan, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 2016, 55, accepted.

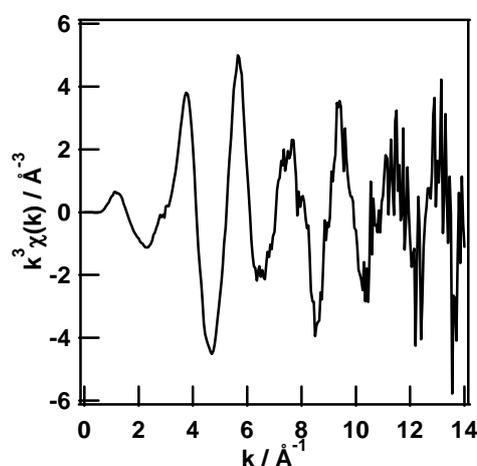


図 1 0.2 wt% Pt/Al₂O₃ 触媒の Pt L₃-edge EXAFS スペクトル

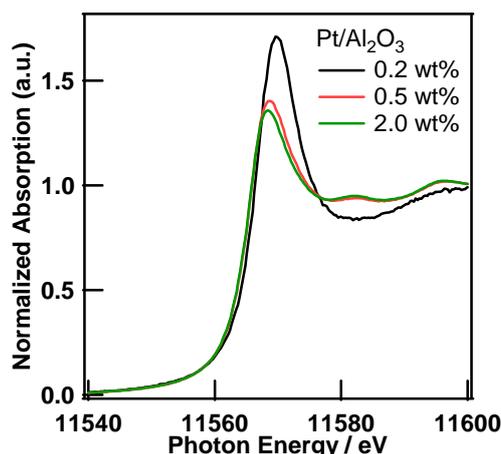


図 2 水素還元後の 0.2, 0.5, 2.0 wt% Pt/Al₂O₃ 触媒の Pt L₃-edge XANES スペクトル