



XAFS による熱分解法により調製した 酸化グラフェン担持 高分散金属触媒の状態分析

朝倉博行

名古屋大学シンクロトロン光研究センター

1. 測定実施日

平成 25 年 12 月 6 日 10 時 – 18 時 30 分 (2 シフト) , BL5S1

2. 概要

あいち SR 硬 X 線ビームライン BL5S1 にて、熱分解法により調整した酸化グラフェン(GO)担持高分散 Ni 触媒の Ni K-edge XAFS スペクトル測定を行った。その結果、Ni/GO は熱分解後に酸化ニッケルに変化してから還元処理によって、金属 Ni に還元されていることがわかった。

3. 背景と研究目的

グラフェンは高い電気伝導性、熱伝導度、強度などといった興味深い特性を示し、触媒分野においても活性炭などと同様に高い表面積を示すことから金属触媒担体としての利用が研究されている。本研究では、担持金属触媒調製過程において、熱分解過程を経ることで高分散な金属触媒が得られることを見いだした。本実験では、XAFS 測定による担持金属微粒子の状態分析を試みた。

4. 実験内容

前駆体である $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ を含浸法により酸化グラフェンに吸着させた後、熱分解処理、水素還元を行うことで、それぞれ、Ni/GO-1 (含浸後)、Ni/GO-2 (熱分解処理後)、Ni/GO-3 (水素還元後) を調製した。あいち SR 硬 X 線ビームライン BL5S1 において、透過法を用いこれらの試料および Ni foil, NiO 微粉末、 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 水溶液の Ni K-edge XAFS スペクトル測定を行った。

5. 結果および考察

Figure 1 に Ni/GO および参照試料の Ni K-edge XANES スペクトルを示す. Ni/GO-1 のスペクトルは $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 水溶液とよく似ており, 含真処理後も Ni は硝酸塩として吸着しているものと考えられる. これに対して, 熱分解処理後の Ni/GO-2 のスペクトルは NiO とよく似ており, ニッケル酸化物に変化したと考えられる. 更に, 還元処理後の Ni/GO-3 のスペクトルからは多くの Ni が金属状態まで還元されたと考えられる.

Figure 2 に Ni/GO および参照試料のフーリエ変換後の Ni K-edge EXAFS スペクトルを示す. XANES スペクトルから示唆された通り, それぞれ Ni/GO-1 は $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ 水溶液, Ni/GO-2 は NiO, Ni/GO-3 は Ni foil とよく似たスペクトルを示している. 一方で Ni/GO-3 のピーク強度は Ni foil よりも明らかに小さく, 粒子径が数 nm 以下の微粒子ができていることを示唆している.

6. 今後の課題

今後は, EXAFS カーブフィッティング解析を進め, 粒子径の見積もりを行うと共に, XPS などの他の分析結果と組み合わせ, 本手法で調整した酸化グラフェン担持金属触媒の構造を明らかにしていきたい.

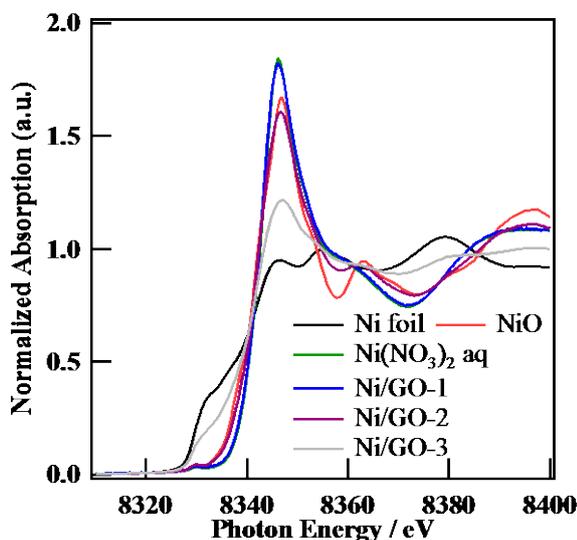


Figure 1 Ni K-edge XANES spectra of Ni/GO and reference samples.

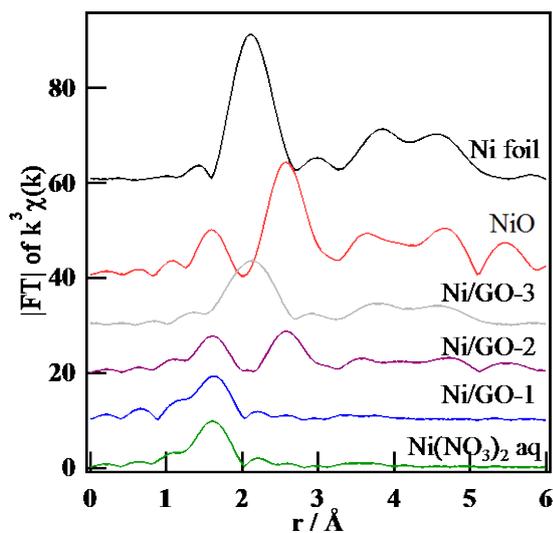


Figure 2 Ni K-edge Fourier transformed EXAFS spectra of Ni/GO and reference samples.