



## 白金担持多孔質材料の X 線回折実験（実地研修）

吉村篤軌

豊田合成(株) 研究開発部

キーワード：白金，多孔質材料，水素

### 1. 背景と研究目的

白金 (Pt) は、触媒材料や電極材料など工業的に広く使われており、コスト面から使用量の低減が望まれている。しかし、このような Pt の反応メカニズムについては不明な点も多い。Pt の反応特性の一因として、Pt と水素との結合性 (Pt-H 結合) が寄与しているとも考えられている<sup>1</sup>。そこで今回、高輝度なシンクロトロン光を用いた解析をすることで、ラボ機では観測できないような Pt-H 結合に起因する結晶構造変化が見られないかを期待し、Pt を多孔質材料である  $\gamma$ -アルミナ ( $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) に分散担持させた Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を用い、水素ガス雰囲気下での X 線回折 (XRD) 測定を行った。

### 2. 実験内容

用いた試料は、白金粒子サイズがおよそ 4 nm のものを仕込み量で 1wt% となるように調製した Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> である。これを外径 0.7 mm のリンデマンガラスキャピラリーに充填し、アルミニウムセルに接続した。このアルミニウムセルをさらに真空ポンプおよび水素ガスボンベに接続することで、サンプルキャピラリー内部を真空または水素ガス雰囲気に制御可能とした。真空引きを始めて 30 分後に XRD 測定を行った後、続けて同一試料を水素雰囲気 (0.3 MPa) としてから 1 分後、および 15 分後にそれぞれ XRD 測定を行った (測定条件: あいちシンクロトロン光センター、BL5S2、X 線波長: 1.377 Å、カメラ長 340 mm、室温)。また、比較試料として、Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料および Pt を担持していない  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料について大気雰囲気下で同様に測定した。

### 3. 結果および考察

Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料の、真空下および水素雰囲気下 (1 分後、15 分後) での XRD 測定結果を Fig.1 に示す。比較試料である Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料および Pt を担持していない  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料の大気雰囲気下での測定結果も併せて示す。いずれの Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料においても、 $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 試料ではみられなかった Pt のピークが  $2\theta = 35^\circ, 41^\circ, 71^\circ$  付近に観測された。これらの Pt ピークに着目すると、半値幅はほぼ変化がなかったが、真空下に比べ水素雰囲気下でピーク強度が強い傾向にあることがわかった。この理由については明らかではないが、水素が存在することで Pt の配向性や組成が変化したことなどが可能性として考えられる。一方で、ピーク位置などの差は見られず、今回の条件 (室温、0.3 MPa) では構造変化が起こるほどの Pt-H 結合は起きていないことが示唆された。

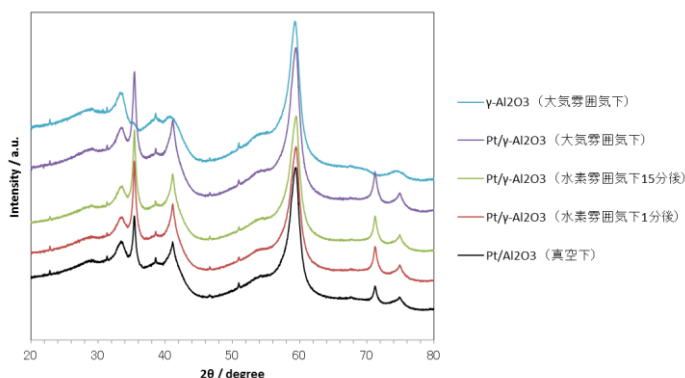


Fig.1 Pt/ $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> および  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の真空、水素、大気雰囲気下での XRD パターン

### 4. 参考文献

1. 渡辺正・金村聖志・益田秀樹・渡辺正義 (2001) 「電気化学」丸善