



## 金属ナノ粒子・薄膜表面およびその分子吸着反応の XPS 分析

八木伸也<sup>1</sup> 小川智史<sup>2</sup>

1 名古屋大学 未来材料・システム研究所 2 名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：Rh ナノ粒子、自動車排気ガス浄化触媒、XPS 測定

### 1. 測定実施日

2017年10月12日 BL6N1 (2シフト)  
2017年11月7日 BL6N1 (2シフト)  
2017年11月14日 BL6N1 (2シフト)

### 2. 研究背景と目的

化石燃料を主たる燃料とする内燃機関である自動車から排出される「排気ガス」を浄化する触媒は、年々厳しくなる排気ガス規制に対応するため、極めて重要な開発対象材料となっている。その触媒反応に活用されている材料としては「白金系金属ナノ粒子」がある。多くの金属ナノ粒子は、製造コストを削減するために溶液中での大量作製を念頭に置いた研究・開発が主流となっている。しかしながら、溶液中で作製されたナノ粒子表面は溶媒中に存在する物質に由来した汚染物(コンタミ)によって、本来ナノ粒子が有している化学状態分析が不可能な環境となっている。

本研究は、先述した劣悪環境から脱するために希ガス雰囲気中で金属ナノ粒子を作製し、その表面とバルクとに分けた XPS 測定、ならびに XAFS 測定により、それぞれの化学状態分析を実施することを狙っている。本研究課題では、NO<sub>x</sub> ガスの還元反応に対して注目されている Rh ナノ粒子を He ガス雰囲気中で作製し、極めてその表面が清浄で、かつ 3-5 nm 程度の粒子径を BL6N1 の末端装置に装備されているロードロック部に設置し、大気非暴露で作製した Rh ナノ粒子に対して、2 keV から 3.5 keV の軟 X 線を照射し XPS 分析を行うことを目的としている。

### 3. 実験内容(ナノ粒子作製について)

「2. 研究背景」で述べたように、BL6N1 の末端装置のロードロック部分にガス中蒸発ナノ粒子作製装置を取り付けし Rh ナノ粒子を作製した。本ナノ粒子作製装置は、He ガスを用いてナノ粒子を作製し、さらには Rh ワイヤを蒸発源として用いている(Fig. 1)ため「金属蒸発バスケット」を利用しているシステムと比較して、重力方向を無視できる特徴を有している。また XPS 分析時には、大気非暴露条件でナノ粒子試料を搬送できるシステムと融合させることで、非常に多くのユーザ側の要望にも対応できることを示すことができた。

(このロードロック部分は、もっと多くのユーザに活用されることをお願いしたい)

追加として付記すると、本ナノ粒子作製装置は金属ワイヤを用いているため、30-40 A という非常に大きな電流を必要とせず、せいぜい 10-20 A 程度の電流電源があればナノ粒子の作製が可能であるという利点を有している。もちろん、電流値は金属ワイヤの抵抗値に依存する。



Fig.1 ナノ粒子金属の蒸発源

#### 4. 結果および考察

Fig.2 に入射光のエネルギー3.5 keVで測定したRh3dのXPSスペクトルを示す。デコンボリューション結果から、ナノ粒子を構成するRh原子のほとんどは、金属的な状態であることがわかった。もちろん残留ガス成分を起因とするコンタミ成分の炭素原子や酸素原子は検出されている。しかしながら、Fig.2の結果からは、2 nm程度の深さにわたって目立った酸化状態にあるRh原子は検出されていない。この結果からも、本実験で用いたガス中蒸発法によって作製したRhナノ粒子表面は清浄な状態保ったまま作製が可能であるといえる。

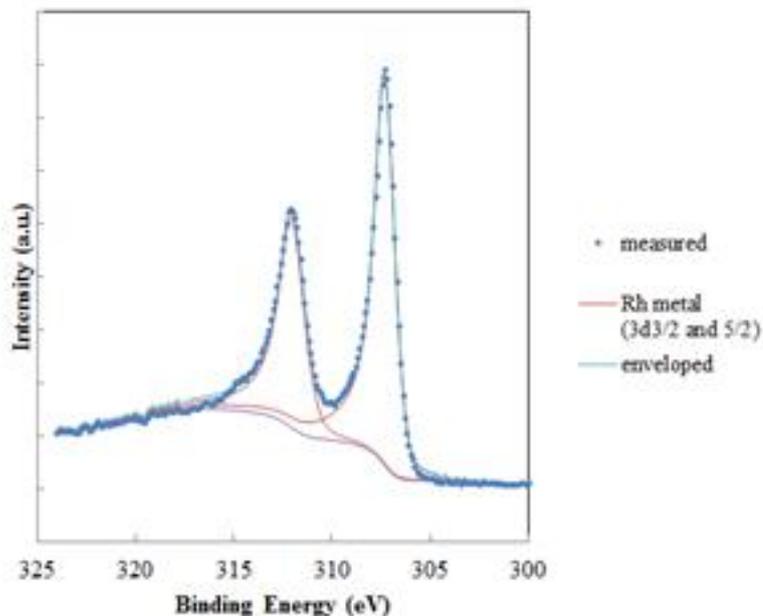


Fig. 2 Rhナノ粒子のXPSスペクトル (Rh 3d)

#### 5. 今後

一般的に使用されている排気ガス浄化触媒は、セリア(酸化セリウム)やジルコニア(酸化ジルコニウム)という金属酸化物質のサポート剤の表面に固着された状態で使用されているので、次回ではセリア薄膜表面にRhナノ粒子を固着した試料に対してXPS分析を実施することを予定している。