



## 水素発生触媒用 (Mo, W)S<sub>2</sub> 固溶体の構造解析

小林 弘明, 中安 祐太, 本間 格  
東北大学

キーワード：TMD, HER, 超臨界流体プロセス, ナノ材料

### 1. 背景と研究目的

水の電気分解はカーボンフリーな水素製造方法として注目を集めている。この水素発生反応(HER)の電極材料には白金が用いられるが、高価・資源的制約などの問題から代替材料の研究が盛んに行われている。その中でも MoS<sub>2</sub> に代表される層状遷移金属カルコゲン化合物(TMD, Transition Metal Dichalcogenide)は安価且つ資源量が豊富でありながら高い触媒活性を有する材料として期待されている。MoS<sub>2</sub>はエッジリッチ構造化やナノシート化、WS<sub>2</sub>やMoSe<sub>2</sub>との固溶体化による触媒活性の向上が報告されており、我々のグループでは超臨界流体プロセスと還元的合成法を組み合わせることによりエッジリッチ構造をもつ HER 高活性 Mo(S,Se)<sub>2</sub>, (Mo,W)S<sub>2</sub> の高速かつ低温合成を実現してきた。本実験では、超臨界流体プロセスで合成した固溶体(Mo,W)S<sub>2</sub>の形態・構造を評価するため、Mo *K*-edge および W *L*<sub>III</sub>-edge XAFS 測定を行った。

### 2. 実験内容

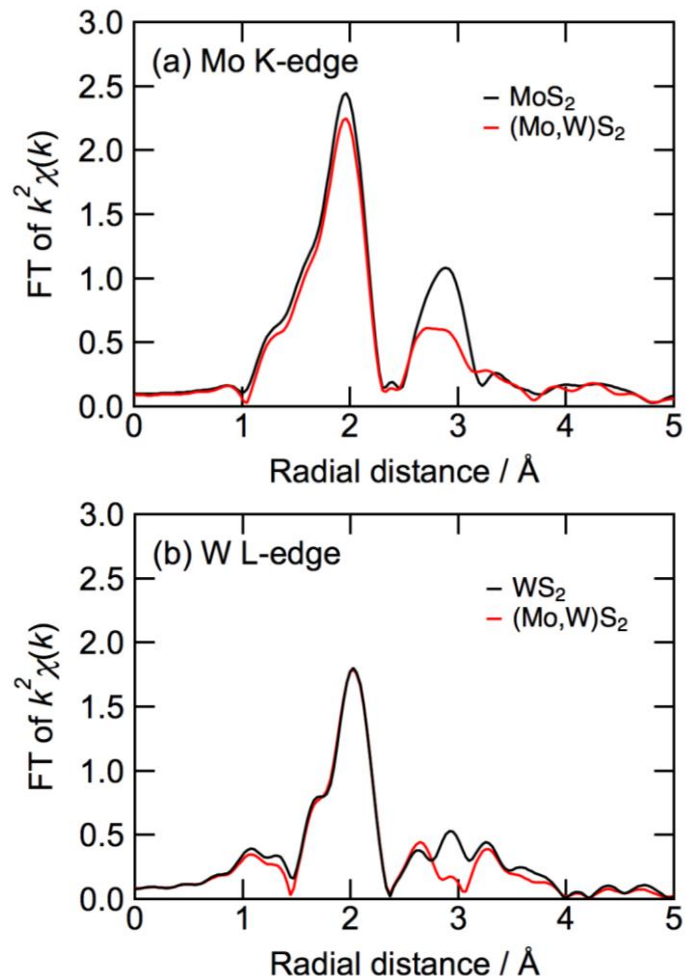
MoO<sub>3</sub>, WO<sub>3</sub>, S, H<sub>2</sub>O, Formic acid をハステロイ製バッチ式リアクターに封入し、400°C, 1 h 処理し(Mo,W)S<sub>2</sub>を得た。Mo *K*-edge および W *L*<sub>III</sub>-edge XAFS 測定は試料と窒化ホウ素とを混合後に錠剤成型し、透過法で測定した。解析には Athena<sup>1</sup>を用いた。

### 3. 結果および考察

図 1(a)に超臨界水中で合成した MoS<sub>2</sub> および (Mo,W)S<sub>2</sub> の Mo *K*-edge EXAFS 解析によって得られた *p*-RDF パターンを、図 1(b)に WS<sub>2</sub> および (Mo,W)S<sub>2</sub> の W *L*<sub>III</sub>-edge EXAFS 解析によって得られた *p*-RDF パターンをそれぞれ示す。第一配位圏の Mo-S および W-S に帰属可能なピーク強度、ピーク位置は固溶化前後ではほとんど変化しなかった、一方で第二配位圏のピーク強度は固溶化により減少した。固溶化によって第二配位圏に Mo-W が生成し、第二配位圏の Mo-Mo および W-W の割合が減少したためと考えられる。

### 4. 参考文献

1. B. Ravel, M. Newville, J. Synchrotron Rad. 12 (2005) 537–541.



**Fig. 1.** Pseudo-radial distribution functions (*p*-RDF) obtained from the Fourier transform (FT) of  $k^2$ -weighted EXAFS spectrum, where the *k*-range of the FT was 3.0–14.5 Å<sup>-1</sup> with a hanning window with 1 Å<sup>-1</sup>.