



## 環境浄化触媒の XAFS 測定

服部将朋, 小澤正邦  
名古屋大学 未来材料・システム研究所/工学研究科

キーワード：Pd, Zr, 排ガス浄化触媒, 金属ガラス

### 1. 背景と研究目的

自動車からの排出ガス中の一酸化炭素、窒素酸化物、炭化水素といった有害成分を浄化するために三元触媒が使われている。三元触媒の貴金属触媒には触媒活性に優れる白金族が大量に用いられ、自動車触媒がその消費量の大半を占める状態が続いている。金属ガラスは、結晶質金属とは異なりその構造由来の特異的な性質を持っており、様々な機能応用が検討されている。金属ガラスをその電子状態の特異性から分子活性化への効果や触媒特性についても期待された。しかし、急冷メルトによる試料では表面積は低いため応用面での制限があった。一方、金属ガラスは熱処理により独特の組織が形成される。これを出発材料として利用し、その熱処理により得られる酸化・結晶化を制御すれば他のプロセスでは得られない複合材料ができると考えられる。金属ガラスから誘導された複合材料を作製し、触媒基礎特性として水素および酸素との相互作用、さらには有害ガス浄化性能について調査したが、その結晶化および相変化の過程について、XAFS 測定によって微視構造の変化を調べた。

### 2. 実験内容

急冷メルトスピニング法により、 $\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{65}$  系の金属ガラスを作製した。作製した金属ガラスを空气中で  $400^\circ\text{C}\sim 800^\circ\text{C}3\text{h}$  で熱処理した。これらの熱処理後の試料について X 線回折、ラマン分光測定により生成相を調べたのち、三元触媒活性を評価した。組織観察を FE-SEM を用いて行った。触媒活性測定前後の試料に対して、BL11S2 ラインで、Pd K 吸収端他の XANES-EXAFS 測定を行った。

### 3. 結果および考察

$\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{65}$  を  $800^\circ\text{C}$  で熱処理した試料の主な結晶相は PdO と  $\text{ZrO}_2$  でありアモルファス相の存在は確認できなかった。一方、これに Ce を添加した試料では、Pd、PdO、 $\text{ZrO}_2$  の結晶相が生成した。また、低温で熱処理した試料では、アモルファス相が残存しており、Ce が PdZr 系金属ガラスの結晶化を遅らせていると考えられる。熱処理後試料の FE-SEM 観察結果から、 $400^\circ\text{C}$  以下では、10nm 程度の析出相が、また  $600^\circ\text{C}$  処理でも 20~300nm の析出物が確認できた。EDX の結果、これらの析出物は Pd あるいは PdO であり、母相が  $\text{ZrO}_2$  であるので、このような簡単な処理法でナノ粒子を母相中に固定したサーメット組織を得ることができた。

XAFS により結晶化初期の Pd の状態を調べたところ、Pd 金属相に加えて Pd-O も検出され、 $\text{ZrO}_2$  マトリックスと相互作用による酸化層の存在が推察された。一方、触媒試験後 (Fig.1) では、金属相割合が増加しており、反応条件によって表面/界面相が変化する可能性が示唆された。

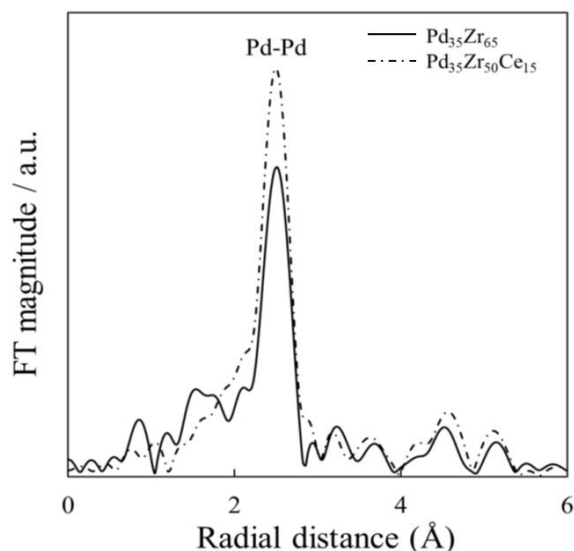


Fig.1 Fourier transforms of the Pd K-edge EXAFS spectroscopy oscillations of  $\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{65}$  and  $\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{50}\text{Ce}_{15}$  after catalytic activity test.

### 4. 参考文献

- 1) M.Hattori, N.Katsuragawa, S.Yamura, M.Ozawa, "Three way catalysis properties and microstructures of composite catalysts driven from amorphous  $\text{Pd}_{35}\text{Zr}_{65}$ -based alloy", Catal.Today submitted.