



## *in-situ* Pd L<sub>3</sub>-edge NEXAFS 分析による Pd ナノ粒子の水素吸蔵における PCI 測定

小川智史  
名古屋大学 工学研究科

キーワード：Pd ナノ粒子, 水素吸蔵, 圧力組成等温線 (PCI), Pd L<sub>3</sub>-edge NEXAFS

### 1. 背景と研究目的

Pd は古くから水素吸蔵材料として知られている材料であり、常温常圧で水素吸蔵反応を示す。さらに、耐酸化性が高いこともあいまって、水素吸放出反応分析のモデル材料となっている。この Pd をナノ粒子化すると、水素吸蔵量が大幅に減少し、平均粒径 4 nm の Pd ナノ粒子では水素吸蔵量はバルクのそれと比べて半減するが、その原因についてはいまだ明らかになっていない。Pd ナノ粒子のバルクと異なる水素吸蔵特性を明らかにするためには、その水素吸蔵反応をつぶさに調べる必要がある。しかし通常用いられる水素吸蔵量測定においては、水素圧力と水素吸蔵量の関係しか求められず、水素吸蔵反応の素過程に関する情報は得られない。これを明らかにする目的で、2017 年度に Pd ナノ粒子の Pd L<sub>3</sub>-edge における吸収端近傍 X 線吸収微細構造 (NEXAFS) 測定を水素雰囲気下で行い、NEXAFS スペクトル中の金属状態と水素化物状態との割合から Pd ナノ粒子の水素吸蔵における圧力組成等温線 (PCI) を取得することを試みた (実験番号 201706039)。その結果、水素分圧によって NEXAFS スペクトルの変化をとらえることができたが、水素流量が不足していたため、Pd 水素化物のスペクトルを得ることはできなかった。本研究では実験設備を見直し、改めて Pd ナノ粒子の Pd L<sub>3</sub>-edge における NEXAFS 分析によって PCI を取得することを試みた。この手法により、従来法では不可能な、水素吸蔵サイトを弁別した PCI を得ることが可能であると考えている。

### 2. 実験内容

NEXAFS によって Pd ナノ粒子の PCI を取得するために、希釈水素ガス雰囲気下での Pd L<sub>3</sub>-edge NEXAFS 測定を行った。実験に用いた設備の概要は 2017 年度に行った実験と同様である (実験番号 201706039 の報告書を参照のこと)。前回の結果をもとに、水素とヘリウムの混合ガスの流量を 500 sccm に増やすことで迅速に水素吸蔵反応が進行するように改善を行った。

### 3. 結果および考察

Fig. 1 に希釈水素雰囲気下で測定した Pd ナノ粒子の NEXAFS スペクトルを示す。希釈水素の流量を増やす、すなわち水素分圧の増加に伴って Pd 水素化物の形成に伴うスペクトルの変化が見て取れる。この変化は Pd の水素吸蔵平衡圧に相当する分圧領域で急速に進行していることから、PCI と相補的なスペクトル変化を取得することに成功した。

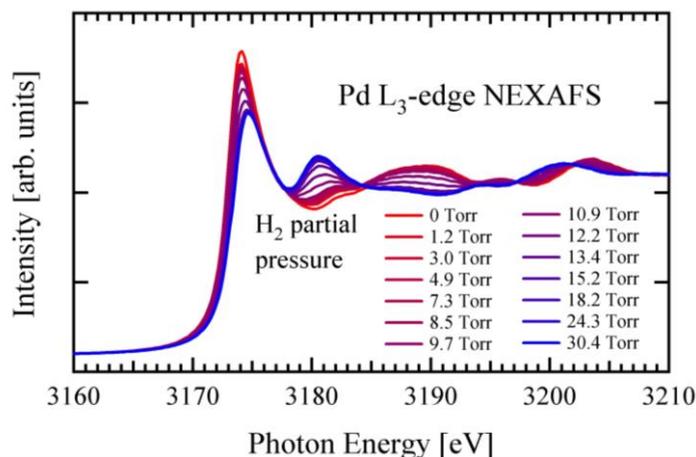


Fig. 1 Pd L<sub>3</sub>-edge NEXAFS of Pd nanoparticles during hydrogen absorption.

### 4. 参考文献

- 1) S. Ogawa, T. Fujimoto, T. Kanai, N. Uchiyama, C. Tsukada, T. Yoshida and S. Yagi, *e-J. Surf. Sci. Nanotech.* **13**, 343-346 (2015).