



ナノ粒子触媒のXAFS測定

小澤正邦, 服部将朋

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, Ag, 水素吸蔵, 排ガス浄化触媒

1. 背景と研究目的

金属や合金ナノ粒子(NP)についてはバルク状態とは異なる特異的な水素吸蔵挙動が報告されている。また、このようなナノ粒子材料は水素に関与する各種反応の触媒としても期待でき、水素利用技術に関する新しい材料として有望である。本研究では、高性能な水素分離膜の原料ともなる Pd-Ag 系合金ナノ粒子を作製してその水素吸蔵挙動について調査する中で、その挙動と金属の状態の関係をj知るため、XAFS による化学状態および構造の解析を試みた。

2. 実験内容

硝酸パラジウム水溶液及び硝酸銀水溶液に還元剤を加えて加熱する液中還元法により Pd-Ag 系ナノ粒子の作製を行った。EDS による組成分析により Pd と Ag の混合量を化学分析により確認し、XRD による結晶相の分析を行った。BL11S2 ラインで、試料の Pd K 吸収端他の XANES-EXAFS 測定を行った。試料はフィルター上に捕集されたナノ粒子であり、透過法で測定を行ったが、その量と分布 (均一性) に注意を払う必要があった。

3. 結果および考察

XRD 測定の結果、Ag 添加 Pd NP においても Pd 相が検出された。その回折ピーク半価幅から、結晶子径が約 8nm のナノ粒子が生成したと考えられ、回折線シフトから Pd-Ag 系固溶体の生成が確認された。

Fig.1 に、一連の複合ナノ粒子 Pd K 吸収端の XANES を示す。いずれも金属状態を示唆し、吸収端での組成による違いはなく、Pd-Ag 系の各原子軌道間での電荷移動は小さいことが推察された。また、Ag K 吸収端の EXAFS 領域から FT 変換を行い短距離構造を解析したところ、Pd-Ag 系試料で Ag-Ag 結合および Ag-Pd 結合の共存する形成が示唆された。

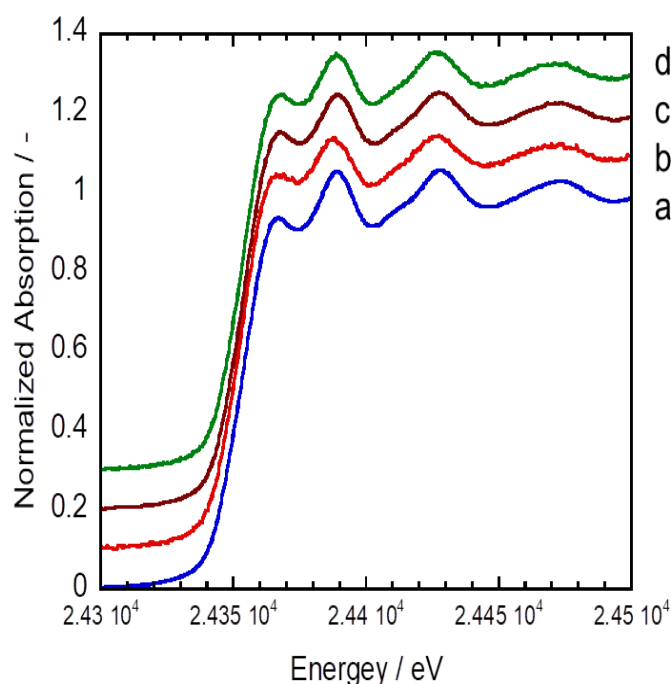


Fig.1 Normalized Pd K-edge XANES spectra of Pd_{1-x}Ag_x solid solution NPs and Pd; Pd bulk (a), Pd NP (b), Pd_{0.91}Ag_{0.09} (c), Pd_{0.83}Ag_{0.27} (d).

4. 参考文献

1. M.Ozawa, R.Makii, Y.linuma, M.Hattori, Japanese Journal of Applied Physics 60, SAAC03 (2021) .