



Pt ナノ粒子の粒子径・粒子間距離の測定

平田 直之¹，戸名 正英¹，杉本 貴紀²，杉山 信之²
1 株式会社アヤボ，2 あいち産業科学技術総合センター

キーワード：ナノクラスター，白金，透過小角 X 線散乱

1. 背景と研究目的

原子数が数～数百個から構成される金属ナノクラスターは、構成元素の種類やサイズの違いにより、化学的・物理的性質に大きな変化をもたらす。このようなナノクラスターを触媒材料へ展開^[1,2]するには、ナノクラスターを担体へ均一に分散させることが課題であり、担体に担持されたナノクラスターの微細構造や粒子間距離を解明することが極めて重要である。本実験では、炭素材料に白金ナノクラスター (Pt NC) を担持した試料を作製し、透過小角 X 線散乱 (SAXS) 測定により Pt NC の粒子径と粒子間距離を決定することを目的とした。

2. 実験内容

試料は、炭素材料にナノクラスター精密大量合成装置 (nanojima[®])^[3]を用いて合成した Pt NC を担持することで作製した。また、バックグラウンドの試料として、炭素材料を準備した。

SAXS 測定は、あいちシンクロトン光センターのビームライン BL8S3 の小角散乱測定光学系にて実施した。測定におけるカメラ長は 1.132 m、X 線の波長は 1.5 Å として、検出器は R-AXIS を用いた。測定は、試料をカプトンフィルムに挟み、試料を透過させて得られた散乱を検出した。

3. 結果および考察

図 1 に、Pt NC を担持した炭素材料の小角散乱プロファイルを示した。試料を透過させて得られた散乱について、円環平均及びバックグラウンド処理を行った。プロファイルには、2～3 nm⁻¹ の領域にブロードな構造 (矢印部分) が観測された。本測定では、試料中に含まれる Pt NC の粒子径に対し、測定するカメラ長が長すぎたため、フィッティングができるほど明確な構造が得られなかったが、観測されたブロードな構造が粒子由来のものである場合、その径は 10 nm 以下と推定できた。

今後は、Pt NC の粒子径や粒子間距離を測定できるように、カメラ長及び波長の条件を見直し、さらに試料の固定の仕方なども検討する。具体的には、カメラ長 0.45 m、波長 0.92 Å の条件で、試料の厚みを最適化して測定を行う。

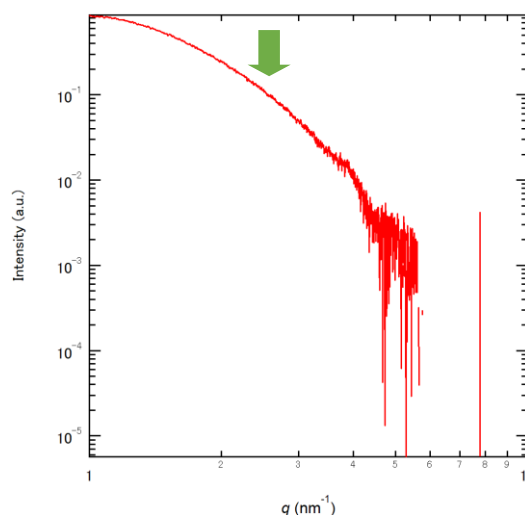


図 1. Pt 粒子蒸着炭素材料の小角散乱プロファイル (炭素材料のバックグラウンドを引いたもの)

4. 参考文献

1. N. Hirata, Y. Katsura, H. Gunji, M. Tona, K. Tsukamoto, M. Eguchi, T. Ando, and A. Nakajima, RSC Adv. 11, 39216-39222 (2021).
2. 慶應義塾大学, ㈱アヤボ, 茨城大学, 物質・材料研究機構, JETI Vol. 70, No. 5, 35-38 (2022).
3. H. Tsunoyama, C. Zhang, H. Akatsuka, H. Sekiya, T. Nagase, A. Nakajima, Chem. Lett. 42, 857-859 (2013).