



燃料電池用電極触媒に対する触媒インクを利用した XAFS 測定法の検討

才田 隆広
名城大学

キーワード：微量量，触媒インク，電極触媒，XAFS

1. 背景と研究目的

近年，燃料電池用電極触媒を開発する上で，電子構造や局所配位構造を調査できる XAFS 測定が非常に注目を集めている．一方で，大学等にて新規触媒を開拓する場合には，500 mg 以下の小ロットでの触媒合成が珍しくない．このため，触媒活性評価，XRD による結晶構造評価，SEM や TEM による形態観察などの評価を行うだけで，合成した新規触媒を使い切ってしまうことも珍しくない．XRD のように測定後のサンプルを他評価手法にも連続して使用できる場合は良いが，透過 XAFS 法のように BN などと混合する場合は評価サンプルの使い回しが難しいため，評価に対する潜在的なハードルが存在する．本研究では，触媒活性を評価する際に必ず作製する触媒インクに着目し，小ロットで新規触媒を合成する研究者が負担なく XAFS 測定を利用できる手法の確立を目指す．先ず，本実験では，Pt/C と PtRu/C の通常の BN を混ぜたペレットと触媒インクの XAFS 測定を行い，測定結果を比較した．

2. 実験内容

Pt/C と PtRu/C は，田中貴金属工業製の触媒粉末を使用した．評価したペレットは，直径 10 mm としてエッジジャンプが 1 となるようにサンプル量を BN と混合し作製した．触媒インクは，濃度を 0.74 g/L として，溶媒に超純水とエタノールの混合溶媒を用いた．この触媒インクを PMMA 製の UV セルに入れて XAFS 測定を行った．この時の光路長は，10 mm であった．検出器には，イオンチャンバーと 7 素子 SDD を併用した．また，測定エネルギーは Pt の L_3 端付近とした．測定条件は，step 法を用いて 1 秒/ポイントとした．

3. 結果および考察

透過法にて触媒インクを測定した場合は，エッジジャンプが辛うじて観察される程度であり，解析に耐えうる質のスペクトルを得ることが出来なかった．SDD を利用した蛍光法に切り替えても，触媒インクを用いた場合では EXAFS 振動を確認することが出来なかった．一方で，XANES 領域では，1 秒/ポイントの条件で測定しても解析に耐えるスペクトルを得ることが出来た．Pt/C と PtRu/C の比較すると，Pt/C のホワイトラインの高さは PtRu/C よりも僅かに高く，11.58 keV 付近のピークが Pt/C が PtRu/C よりも低いことが分かる (Fig. 1)．この傾向はサンプルの状態に依らなかった．また，Pt/C から PtRu/C を差し引いた差分スペクトルは，サンプルの状態に依らず概ね一致した．このため，現状でも XANES 領域に限定されるが，触媒インクを用いた XAFS 測定が可能と言える．ただし，触媒インク中の Pt/C および PtRu/C は，粉体の Pt/C および PtRu/C と比較して還元されていたことを付記しておく．今後は，光路長等や触媒インクの濃度などを検討し，更なるスペクトルの向上を目指す．

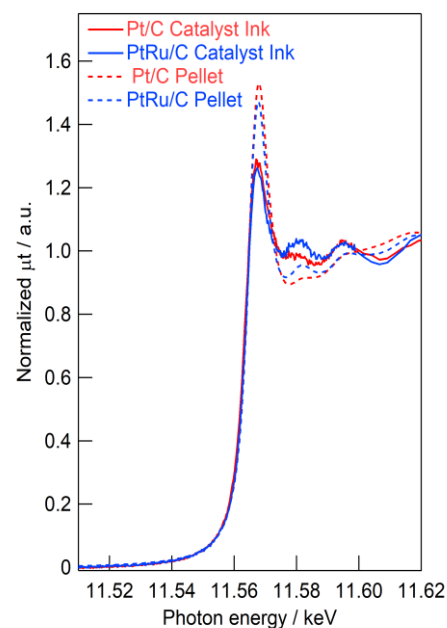


Fig.1 触媒インクを用いた場合とペレットの場合の XANES スペクトル．赤：Pt/C，青：PtRu/C