



# クロムを含む試料の機械混合による XAFS スペクトルの変化

柳田 さやか

東京都立産業技術研究センター

キーワード：光触媒，六価クロム，水質浄化

## 1. 背景と研究目的

水中の有害な重金属イオンは光触媒反応によりこれを無害化することができる。特に水中の六価クロムの場合には光触媒還元反応により三価の水酸化クロムとなって光触媒上に堆積し、水中から除去できることが知られている。申請者のこれまでの研究で、 $\text{Cu}_2\text{O}$  と  $\text{TiO}_2$  を含む光触媒材料による六価クロムの光触媒還元反応について反応前後での光触媒上のクロムの価数を XAFS スペクトルより評価したところ、三価と六価の混合状態でクロムが光触媒表面に存在していることが示唆された。一方で、六価クロムは酸化力が強く反応性に富むため、XAFS 試料作成時の混合・粉碎によって  $\text{Cu}_2\text{O}$  と反応していることも予想された。そこで、本研究では試料調整によるクロムの価数の変化について検証を行った。

## 2. 実験内容

紫外-可視光または可視光下で六価クロムの還元実験を行った光触媒サンプルおよび光を照射せず六価クロムを含む溶液に暗所で含浸させただけの光触媒サンプルについて、一切の混合・粉碎を行わず一軸加圧成型(10 kN)で直径 7mm のペレットに成形し蛍光法で XAFS スペクトルの測定を行った。また、同じ光触媒サンプルについて窒化ホウ素と混合し 20 分間機械混合した試料を一軸加圧成形(30 kN)で成形した場合とスペクトルの比較を行った。

## 3. 結果および考察

一例として、 $\text{Cu}_2\text{O}-\text{TiO}_2$  複合体の光触媒反応前後の XAFS スペクトルを図 1 に示す。機械混合を行って調整した試料と機械混合なしで調整した試料を比較すると、機械混合した場合には六価クロムの存在を示すプレエッジピークの強度が弱くなる傾向があった。またプレエッジピークの相対的な強さについては、機械混合ありの場合で 可視光照射後<暗所保持のみ<紫外-可視光照射後の序列となったが、機械混合なしの場合には暗所保持のみ<紫外-可視光照射後<可視光照射後の序列となり、再現しなかった。

本測定で使用した試料は酸化を受けやすい  $\text{Cu}_2\text{O}$  を含んでおり、また六価クロムは強い酸化力を持つことから試料の機械混合によって反応が進んだ可能性は十分にあると考えられる。試料作製による試料の変質は測定の信頼性や再現性に関わることであり、特に微妙なスペクトルの差を議論する場合には試料調整の条件にも細心の注意を払うべきであることが分かった。

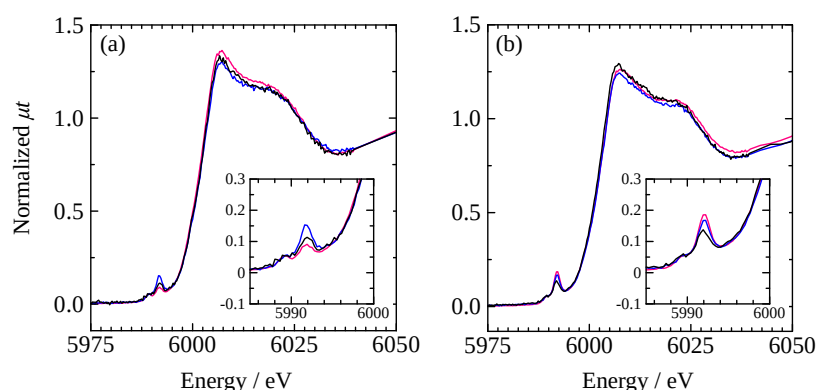


図 1 (a)窒化ホウ素との機械混合を行って調整したサンプル (b) 希釈および機械混合を行わなかったサンプルの Cr K-edge  
—紫外-可視光照射後 —可視光照射後 —光照射なし、暗所保持のみ