

金属酸化物の状態分析 Structural characterization of metal oxides

福元 豊, 円城寺 隆志, 久間 俊平
Yutaka FUKUMOTO, Takashi ENJOJI, Shunpei KUMA

佐賀県工業技術センター
Industrial Technology Center of SAGA

1. 概要

エタノール改質触媒中に存在する Co、Ni、Cu および Zn の XAFS スペクトル測定を行った。触媒中の金属は酸化物の状態である事が観察された。

Co, Ni, Cu and Zn XAFS spectrums of ethanol reforming reaction catalysts were measured. It was observed that the metals of catalysts were oxide states in the catalyst.

2. 背景と研究目的:

佐賀県工業技術センターでは文部科学省放射線利用・原子力基盤技術試験研究事業として、エタノール改質型水素製造触媒のメカニズム解明とその開発を行っている。その研究では、エタノール改質触媒材料の一つとして用いる金属酸化物中の金属原子についてシンクロトロン光による XAFS 分析を行い、その原子状態を評価している。

ケイ酸を主成分とするシリカやガラスは、焼成温度や混在する金属原子により様々な特性を示す。本研究では、水ガラスをシリカ原料として、金属原子との混合物を合成し、諸性質の検討を行っている。

昨年度(平成 20 年度)は SAGA-LS の BL11 を使用して、金属酸化物の XAFS 測定や高温 XAFS 測定などを行った。金属酸化物触媒で水素製造活性が示された ZnO, SnO₂ に関して、XAFS 分析により、反応経過に伴う劣化(構造変化)や高温における構造変化は確認されなかった。

今回は、酸化物触媒として検討している Co、Ni、Cu、Zn についての XAFS 測定を行った。

3. 実験内容:

測定元素: Co, Ni, Cu, Zn

測定方法: 透過法

測定試料: Co, Ni, Cu, Zn およびその酸化物

測定試料は適量の窒化ホウ素(BN)または測定元素が分散されたシリカと混合して、厚さ約1mmのペレットに成型した。測定時は、ペレットをポリエチレンの袋に密封した状態で行った。X線吸収端近

傍構造(XANES)測定および広域X線吸収微細構造(EXAFS)は透過法で行った。また、標準試料として測定元素箔を測定した。

4. 結果、および、考察:

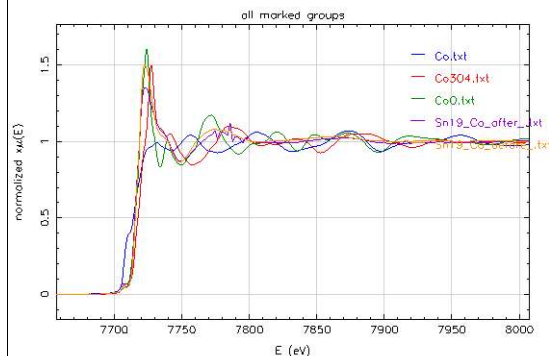


図1 Co、Co 酸化物および Co を担持させた触媒の XAFS スペクトル

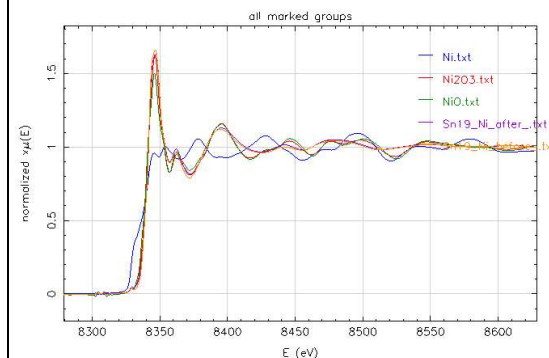


図2 Ni、Ni 酸化物および Ni を担持させた触媒の XAFS スペクトル

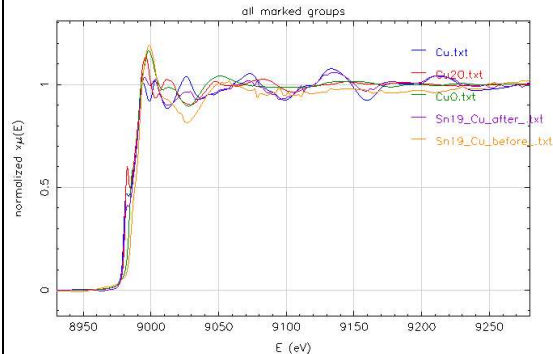


図3 Cu、Cu 酸化物およびCu を担持させた触媒の XAFS スペクトル

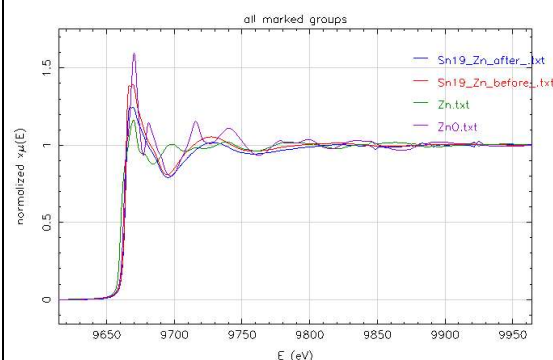


図4 Zn、Zn 酸化物およびZn を担持させた触媒の XAFS スペクトル

測定元素 (Co、Ni、Cu、Zn)、測定元素の酸化物および測定元素を担持させた触媒の XAFS スペクトルをそれぞれ図 1 ~ 4 に示す。金属酸化物担持触媒についてはエタノール改質評価前後の XAFS スペクトルを測定した。いずれの金属酸化物触媒も金属薄膜の XAFS ピークよりも酸化物ピークに近かった。

5. 今後の課題：

XAFS 測定を行ったが、詳細な解析を行っていない。測定元素 (Co、Ni、Cu、Zn) の標準試料として金属薄膜を用いたが、予想よりも明瞭な吸収スペクトルが得られなかった。今後は標準サンプルを含めて実験の正確性を検討する必要がある。

6. 論文発表状況・特許状況

なし

7. 参考文献

1) 福元豊, 円城寺隆志, 田栗有樹, 平成 19 年度 佐賀県工業技術センター 研究報告書, 2007, 16, 67.

8. キーワード

・ XAFS

内殻電子励起の分光であり、X 線吸収端構造 (X-ray-absorption near-edge structure, XANES) および広域 X 線吸収微細構造 (Extended X-ray-absorption fine structure, EXAFS) をまとめて X 線吸収微細構造 (X-ray-absorption fine structure, XAFS) と総称する。