



金属触媒の XAFS 測定

服部将朋¹, 小澤正邦²

¹名古屋大学 未来材料・システム研究所

キーワード：金属ガラス，触媒，パラジウム，ジルコニウム，酸化

1. 背景と研究目的

金属ガラスは結晶質金属と異なる特異的な物性を持っており，さらに近年では作製プロセスの進歩からより広い合金組成で金属ガラスの作製が可能となった．金属ガラスを触媒としたり，また複合化のための原料へ誘導したりこれまでより利用する応用可能性が高まったと考えている．

本実施者らは，PdZr 系合金ガラスに着目し，ガラス形成可能な添加元素の拡張とともに空气中で熱処理する等の処理をほどこし複合材料を開発した．このような金属複合材は触媒材料としても有用であるが，構造や電子状態については未解明である．金属成分の状態変化を，XANES，EXAFS の結果を比較し，構造・状態変化の観点から調べることを目的とした．前回の予備実験では測定条件での十分なデータが得られなかったパラジウムに着目して XANES，EXAFS の結果を比較し，構造・状態変化を調べることを目的とした．

2. 実験内容

急冷メルトスピニング法により Pd 系リボン状合金ガラス (PdZr₂) を作製した．作製した合金ガラスを 800°C で 1 分から 24 時間の時間を変え大気中熱処理することにより複合材料を作製した．熱処理後の試料について SEM-EDS 測定で組織観察や元素分布を調べ，また XRD 測定により結晶相の同定を行ったのち，XAFS 試料とした．今回は，リボン形状とするほか粉末状に粉砕するなどによりよりよいデータを得ることにした．あいちシンクロトロン光センタービームライン BL11S2 を用いて透過法により XAFS 測定を行った．

3. 結果および考察

合金ガラスの厚み約 20 μm の細線状リボンの複数を横方向に並べて透過強度を均一に調整したのち，透過法で測定した．また，乳鉢で粉砕して粉末状にして試料袋 (ホルダー) に充填する手順でも行った．

試料から得られた Pd および Zr の XAFS スペクトルは Pd および Zr 金属 (結晶) とは異なっており，ガラス構造および電子状態の結晶との違いが示唆された．さらに短時間での加熱後で吸収端のホワイトラインの強度がわずかに増加することが観測された．処理時間とともに複雑に変化したこれらの解析には合金が結晶でないため構造モデルが必要となるが，現在でも PdZr₂ 系合金ガラスの構造モデル自体が確立されているとはいえない．したがって，いまのところ本合金ガラスの XAFS 解析自体およびその変化についても十分理解するには至っていない．とくに，EXAFS 域のスペクトルに変化はあるものの小さいため，パラジウム，酸化パラジウム粒子 (結晶) 等を参照し解析手順を検討中である．本実験で XANES 域で吸収端の形状から加熱処理により酸化状態へ変化することが示唆されたことは触媒試験結果 (酸化反応等) を説明する重要な因子であると考えている．新規な金属触媒材料として可能性のある金属 (合金) ガラスおよびこれから誘導された複合材料化触媒試料について，測定調整と測定諸条件最適化により，加熱時間による状態変化を観測できた．ガラス構造の解析のためのモデル化にはまだ課題があると思われるが，触媒作製と構造変化，活性に及ぼす因子解明に関する研究の一環として XAFS 測定によりわずかな変化が検出できることが示唆された．さらに多成分合金や複合系の解析へも応用できると考えられる．以上のように，本施設の応用面での有効性を確認できた．

4. 参考文献

1. M.Ozawa, N.Katsuragawa, A.Masuda, M.Hattori, S.Yamura, J.Jpn.Soc.Powder Powder Metallurgy, vol.65, 191 (2018)