



## ハロゲンフリーPt 化合物を用いた触媒材料の シンクロトン光分析

村瀬晴紀, 福岡修, 行木啓記  
あいち産業科学技術総合センター

キーワード：触媒材料, ナノ粒子

### 1. 背景と研究目的

白金触媒は自動車の排ガス浄化触媒や電池電極に利用されており、工業的に重要な材料である。白金触媒は、従来の方法では塩化白金酸から担持をして作製されるが、ハロゲンを含まない原料による白金触媒の作製方法が求められている。ヘキサヒドロキソ白金(IV)酸： $\text{H}_2\text{Pt}(\text{OH})_6$ を用いた作製方法はハロゲンを含まないため、新しい手法として期待されるが、ヘキサヒドロキソ白金(IV)酸溶液は時間経過や温度など環境により変化が起こり、そこから析出させた触媒の触媒活性などが変化する。しかしどのような変化が起こっているかは明確ではない。そこでシンクロトン光を用いた O K-edge XAFS 測定を行い、化学状態の違いから、原料溶液を保持した事による変化を検討する。

### 2. 実験内容

O K-edge の測定は AichiSR BL1N2 にて行った。試料は前回の続きとして、ヘキサヒドロキソ白金(IV)酸エタノールアミン溶液を  $50^\circ\text{C}$  に加熱し、15 日間、17 日間保持した後にカーボンブラックに担持した触媒前駆体を用いた試料はサンプルプレートに張り付けたカーボンテープの上に押さえつけるようにして作製した。試料中に多く含まれる、C によるバックグラウンドを抑制するために、O の蛍光 X 線付近のみを計測する ROI(Region of interest)が設定できる部分蛍光収量法を用いて測定した。

### 3. 結果および考察

Fig.1 に O K-edge XAFS の測定結果を示す。531.5 eV のピークと 540 eV のピークを比較するため、吸収端前と 540 eV 付近のピーク高さで規格化し、吸収端付近のスペクトルを拡大している。ここで、531.5 eV のピークは  $\pi^*$ 、540 eV のピークは  $\sigma^*$  に対応する。Fig.2 のように各ピークを定義して面積比を比較したものが Fig.3 である。溶液の保持期間が長くなるほど、 $\sigma^*$  のピークに対する  $\pi^*$  のピークが大きくなる傾向が確認できた。 $\pi^*$  は Pt との混成軌道を反映したものと考えられるが、溶液の保持期間が長くなるほど O の  $\pi^*$  が増加しており、Pt と O の結合の変化が示唆される。今後、さらなる検討を行うことで、粒子の構造、および担持析出機構を明らかにしていく。得られた結果は、高性能触媒の作製法にも繋がると期待できる。

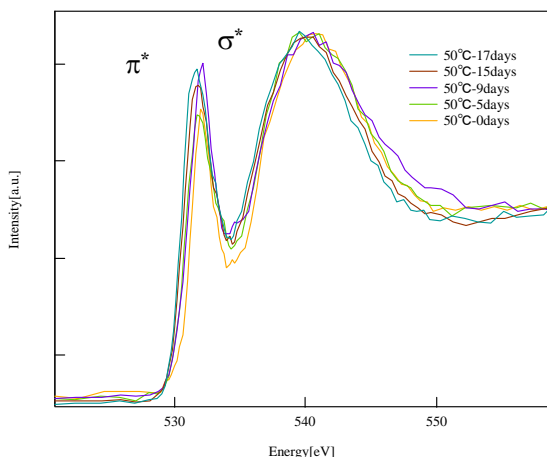


Fig.1 原料溶液の保持期間による O K-edge ピークの変化

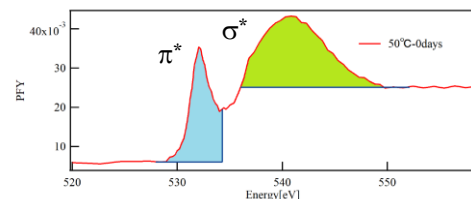


Fig.2 各ピークの定義

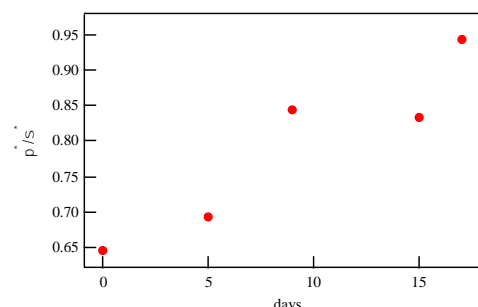


Fig.3  $\pi^*/\sigma^*$  の原料溶液保持時間依存