

1. 課題番号： 2005B0915
2. 課題名： 白金族ナノ合金粒子の構造解析
3. 実験責任者所属機関及び氏名： 田中貴金属工業(株) 齋藤 昌幸
4. 使用ビームライン： BL19B2
5. 実験結果：

白金族合金は、種々の有機合成反応において有用な触媒として知られている。特にナノ合金は、極めて微細な粒子であることから、極めて高機能な触媒性能を有することが期待されている。しかしナノ合金は、その最大の特徴である超微粒子である為に、一般的な手法においては構造解析が困難であった。そこで今回、高輝度・高分解能を有する放射光を利用した粉末X線回折(大型デバイシエラカメラ)により、その構造解析を試みた。

RhTe コロイドを合成した後、後処理により保護基を除去した RhTe 合金粒子を試料とした。測定は次の条件で実施した。BL19B2(ハッチ B)の大型デバイシエラカメラを用い、18keV(0.68888Å)、ビーム高さ 3.00mm、ビーム幅 0.3mm、キャピラリー径 0.3mm、測定時間 5min とした。Rh:Te=1:1.95(原子比)の X 線回折測定結果を Fig.-1 に示す。この結果より RhTe 合金は RhTe<sub>2</sub>(hexagonal) である事が判る。また半値幅より結晶子径を算出すると 3.2nm、3.7nm となった。従って、コロイド法で合成された RhTe 合金粒子は極めて微細でありながらも目的構造となっていた事が判明した。

この RhTe 合金の構造的特性を解析する事を目的として、昇温加熱による測定を実施した。前述の合金を Ar 雰囲気中でキャピラリーに充填した後に封じきり測定試料とした。ヒートガン(写真-1)により熱風でキャピラリーを加熱する方

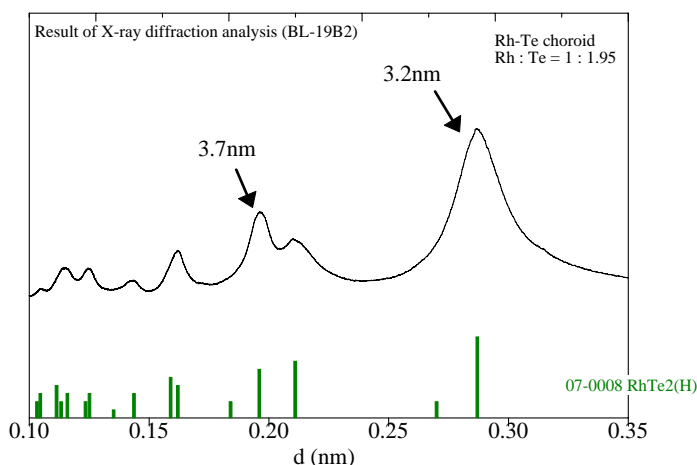
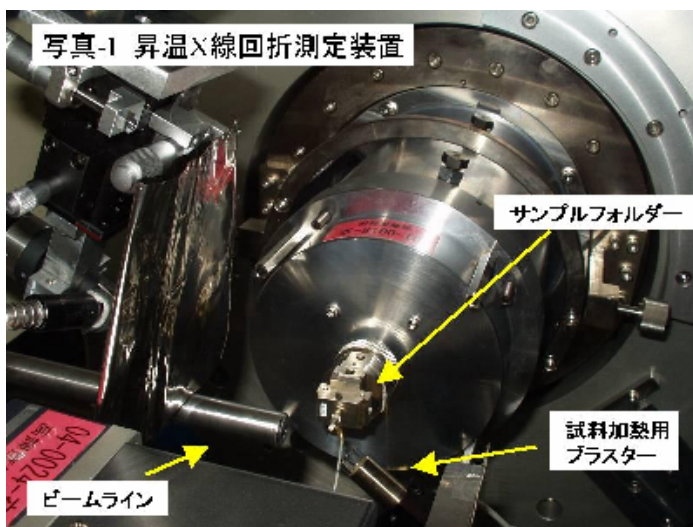


Fig.-1 RhTe合金粒子のX線回折測定結果



式を採用し、昇温 10min、安定化 5min、測定 5min の条件で、200~800 まで 100 毎に測定した。その結果を Fig.-2 に示す。低温では hexagonal であったが、500 より構造変化が生じ、700 以上では cubic が主成分となっていることが判明した。しかし 800 においても hexagonal 由来のピークが認められることから、完全な cubic にする為には、更に高温加熱する必要があると考えられる。

合金触媒化学において、同じ組成の合金であっても、その結晶構造により触媒性能が変わる事例がある。今後は触媒反応面

での研究を実施する事により明らかにする方針であるが、今回の結果より、本合金において目的とした触媒反応に有利な構造の存在比率を高めることを、合金の熱処理によって達成できる可能性が示唆された。

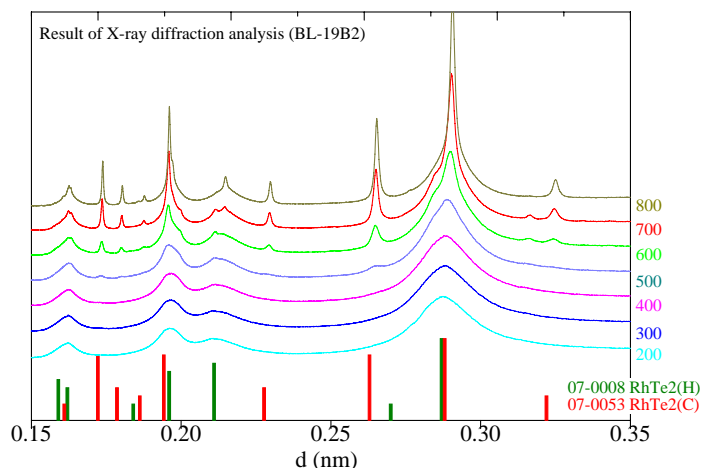


Fig.-2 昇温X線回折測定結果