

高温における金属酸化物の状態分析 Structural characterization of metal oxides at high temperature

福元 豊, 帆秋 圭司, 円城寺 隆志
Yutaka FUKUMOTO, Keiji HOAKI, Takashi ENJOJI

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

1. 概要

窒素流通下の高温中においてスズ原子の状態を検討するため、SnO および SnO₂ の Sn L^{III}-edge の X 線吸収端近傍構造 (XANES) を測定した。常温と高温において SnO および SnO₂ の Sn L^{III}-edge XANES スペクトル変化は観察されなかった。高温の窒素流通下では SnO および SnO₂ の構造変化が無い事が示唆された。

We measured Sn L^{III}-edge XANES spectrums of SnO and SnO₂ in order to discuss the atomic state of the tin under N₂ flow at high temperature. The same Sn L^{III}-edge XANES spectrums of SnO and SnO₂ were observed for ambient temperature and high temperature. The result indicated that SnO and SnO₂ maintained same atomic state of the tin in ambient and high temperature.

2. 背景と研究目的:

佐賀県工業技術センターでは、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を用いた分析を行い、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 測定では、反応経過に伴う劣化 (構造変化) は確認されなかった。

本年度は SAGA-LS に新規に導入された高温 (加熱) 炉を用いて、常温から高温時の金属状態を測定した。

3. 実験内容:

測定元素: Sn

測定方法: 透過法

測定試料: SnO および SnO₂

測定試料は適量の窒化ホウ素 (BN) と混合してペレット状に圧粉成型した。

測定器: 加熱炉付透過型 XAFS 測定装置

測定雰囲気: N₂ 流通下

測定温度: 室温、300°C、500°C

4. 結果、および、考察:

SnO および SnO₂ の XANES スペクトルをそれぞれ図 1 および 2 に示す。室温~500°C までの温度で、測定温度による構造の変化は、SnO および SnO₂ 共に観察されなかった。

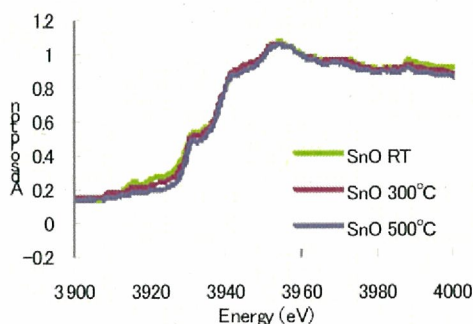


図1 SnO の XANES スペクトル

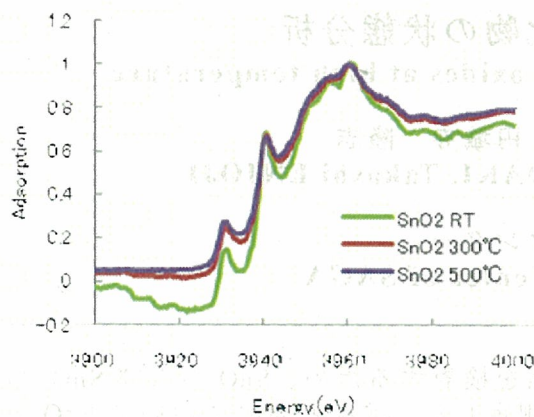


図2 SnO₂のXANES スペクトル

5. 今後の課題：

高温における XANES 測定が初めてであったため、測定前の試料調整などに時間を要した。現在 SAGA-LS に保有している透過型 XAFS 測定加熱炉は、測定雰囲気ガスを流通させる必要があるため、試料ペレットの損壊に注意する必要がある。

今後、検討する他の酸化物系試料について、室温から高温までスムーズに測定結果が得られるよう、今回得られたノウハウを活用したい。

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

・XANES

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) を意味する。