

カーボン担体上における金属タングステンナノ粒子の XAFS による構造解明 Structure of Metallic Tungsten Nanoparticles on Carbon Support Revealed by XAFS

脇坂聖憲,¹ 今岡享稔,^{*1} 田旺帝,² 山元公寿^{*1}

¹ 東京工業大学 科学技術創成研究院, 〒226-8503 横浜市緑区長津田町 4259

² 国際基督教大学教養学部, 〒181-8585 三鷹市大沢 3-10-2

Masanori Wakizaka,¹ Takane Imaoka,^{*1} Wang-Jae Chun,² and Kimihisa Yamamoto^{*1}

¹ Institute of Innovative Research, Tokyo Institute of Technology,
Yokohama, Kanagawa 226-8503, Japan

² Graduate School of Arts and Science, International Christian University,
Mitaka, Tokyo 181-8585, Japan

1 はじめに

熱炭素水素還元 (carbothermal hydrogen reduction, CHR) は従来の熱炭素還元より温和な温度域で金属やカーバイド物質を合成することができる有用な乾式合成法である。これまでの経過で、カーボン担体に担持した前駆体の VI 価タングステンが CHR により段階的に還元され 1073 K でタングステンカーバイドを生成することが分かった。一方、中間体である 773 K における生成物は粉末 X 線回折で強度の弱いブロードなピークしか与えないため構造がはっきり分からなかった。X 線吸収微細構造 (XAFS) 測定は結晶性物質だけでなくアモルファスも対象とするため、この様な低結晶性物質の構造解析に適用できると期待される。そこで、773 K の CHR により生成したカーボン担体上のタングステンナノ粒子の構造を解明すべく XAFS 測定を行った。

2 実験

塩化タングステン(VI)とグラファイト化メソポーラスカーボン担体をクロロホルム中アルゴン雰囲気下で混合した。溶媒流去後、得られた粉末を水素気流下 773 K で 30 分加熱しサンプルを得た。得られたサンプルは直径 7 mm のガラス管を用いて、エッジジャンプが約 1 になるよう 5 mm 程度充填した。一方、酸化タングステン(VI)を水素気流下で還元することで、参照物質として金属タングステン粉末 (W-powder) を合成した。W-powder は窒化ホウ素と混合し、直径 10 mm で厚さ 2 mm のペレットにした。いずれのサンプルもアルゴン雰囲気で作成し、空気酸化を防ぐために二重のガスバリアフィルム (silica deposited nylon/polyethylene) で密閉した。XAFS 測定は BL-12C ビームラインを使用し、透過法のステップモードで行った。XAFS 解析とカーブフィッティングは Athena (Dimeter 0.2.96) 及び REX2000 (Rigaku) を用いた。^[1]

3 結果および考察

W-powder と 773 K の CHR で得られたサンプルの EXAFS スペクトルを図 1 に示す。W-powder は bcc の金属 W に帰属される 4 種類の距離の W-W 結合を示した。一方、773 K の CHR で得られたサンプルは強度が低下するが、W-powder とほぼ同一の形状の EXAFS を示すことが分かった。更に、最近接 W-W 結合のカーブフィッティングから、金属 W と同等の W-W 結合 ($2.73 \pm 0.01 \text{ \AA}$) を持つことが分かり、得られたタングステンナノ粒子は金属 W であることが明らかとなった。

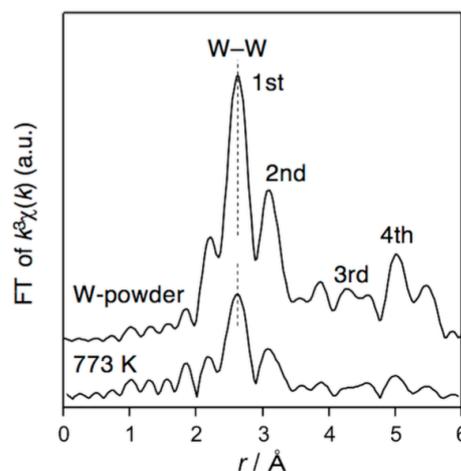


図 1 : W-powder と 773 K で CHR した後のサンプルの EXAFS スペクトル ($k = 3-16 \text{ \AA}^{-1}$)。

4 まとめ

今回の XAFS 測定により、段階的な CHR 過程において 773 K で金属タングステンナノ粒子が生成することが明らかとなった。

参考文献

[1] T. Taguchi, T. Ozawa, and H. Yashiro, *Phy. Scr.* **T115**, 205 (2005).

* yamamoto@res.titech.ac.jp