

# アルミナ上の白金粒子の相変化と粒成長 Growth of Platinum Nanoparticles on Alumina

池田知廣<sup>1</sup>, 古川敦史<sup>1</sup>, 岡山竜也<sup>1</sup>, 吉田寿雄<sup>2,3,\*</sup>

<sup>1</sup> 本田技術研究所, 〒321-3393 栃木県芳賀郡芳賀町下高根沢 4630

<sup>2</sup> 京都大学 大学院人間・環境学研究科, 〒606-8501 京都市左京区吉田二本松町

<sup>3</sup> 京都大学 学際融合教育研究推進センター ESICB, 〒615-8245 京都市西京区御陵大原 1-30

Tomohiro Ikeda,<sup>1</sup> Atsushi Furukawa,<sup>1</sup> Tatsuya Okayama<sup>1</sup> and Hisao Yoshida<sup>2,3,\*</sup>

<sup>1</sup> Honda R&D Co., 4630 Shimo-Takanezawa, Haga, Tochigi, 321-3393, Japan

<sup>2</sup> Graduate School of Human and Environmental Studies, Kyoto University, Kyoto 606-8501, JAPAN

<sup>3</sup> ESICB, Kyoto University, Kyoto 615-8520, Japan

自動車用排ガス浄化触媒に用いられている白金 (Pt) の粒成長機構を検討した。その結果、Pt の酸化物相から金属相への相変化と急激な粒成長の開始が対応していることが明らかになった。この結果は Pt-O 結合が粒成長抑制に重要な役割を果たしていることを示唆する。

## 1 はじめに

環境保全のために自動車排ガス浄化触媒に要求される性能はより高くなる一方、貴金属資源リスク回避と合わせ、触媒中貴金属の有効活用が不可欠となっている。今回注目した Pt は特にリーン雰囲気中での炭化水素の浄化に有効であるため、主にディーゼル用排ガス浄化触媒において主要活性種として用いられている。Pt の粒成長による触媒性能失活の影響を低減するためには触媒上 Pt 粒子の微細構造を把握し粒成長機構を解明することが必須となる。そのため、構造が明確な  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を担体とし、CO 吸着・XAFS・TG を用いて Pt の粒成長機構を検討した。

## 2 実験

CO 吸着測定, XAFS 用の触媒試料は、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (高純度化学 99.9%) にジニトロジアンミン白金水溶液 (小島化学薬品) を用い白金金属として 1wt% を担持後、硝酸成分除去のため 450°C 3 時間大気中焼成して調製した (以下これを Fresh とよぶ)。また、リーン雰囲気中での劣化を模擬するため、Fresh 試料を 600・750・900・1050°C にて各 10 時間追加焼成した。TG 用試料は、同様の方法により Pt を 5wt% 担持した。XAFS は高エネルギー加速器研究機構で主に BL-9C にて、室温で透過法で測定した。

## 3 結果および考察

図 1 に  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 上 担持 Pt 粒子の分析結果を示す。図 1(a) の CO 吸着測定から 750°C 以上の焼成により粒成長が顕著になることがわかった。また、図 1(b) の Pt L 殻 XANES の解析より Fresh 試料における Pt 粒子は酸化物であるが、600°C 以上の焼成で Pt は酸化物相から金属相へ変化を始め、750°C 以上で完全な酸化物相に変化することが明らかになった。図 1(c) の TG 測定の結果は XANES の結果を支持し、PtO<sub>2</sub> から Pt へ相変化した時の酸素脱離量と一致する。

また、PtO<sub>2</sub>-Pt の相変化は大気中 (リーン雰囲気中) では不可逆であることを示している。

粒成長が顕著になる温度と PtO<sub>2</sub>-Pt 相変化の温度が一致していることは、Pt-O 結合の消失が粒成長に大きく関与する可能性を示唆する。この相変化は単純に担体上 Pt 粒子の構造が変化していることだけではなく、酸素を介した Pt-O-担体結合にまで Pt の安定相が影響を及ぼしていることを示す。

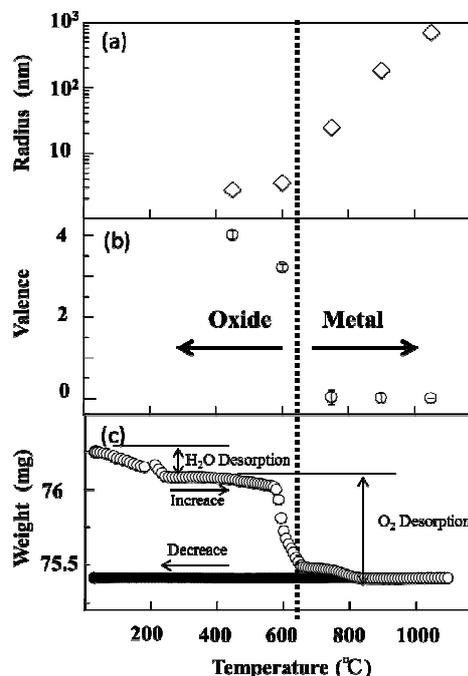


図 1 :  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 上 担持 Pt 粒子の分析結果. (a)CO 吸着測定から求めた Pt 粒子径, (b)Pt L 殻 XANES より求めた平均価数, (c)TG 測定 (大気中) における重量変化.

\* yoshida.hisao.2a@kyoto-u.ac.jp