

# Ni ナノクラスター触媒の調製と XAFS による構造解析

XAFS study on the supported Ni nanocluster catalyst

一國伸之<sup>1</sup>, 長沼純<sup>1</sup>, 原孝佳<sup>1</sup>, 角山寛規<sup>2</sup>, 佃達哉<sup>2</sup>, 島津省吾<sup>1</sup>

1 千葉大院工, 2 北大触セ

【緒言】触媒金属粒子をナノサイズで調製することで、原子利用効率向上だけではなく、微粒子特有の性質発現が期待できる。触媒としても多く利用されている Ni は微粒子化が難しく、十数 nm 以上の大きな粒子になってしまう。本研究では、コロイドを前駆体とし、これを酸化物に担持することで、安定な Ni ナノクラスター触媒の調製を目指した。

【実験】NaH とアルコキシドを還元および保護剤とした Ni コロイドを調製し、SiO<sub>2</sub> (Aerosil, #200), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Aerosil, C) を担体とし、目的の Ni ナノクラスター触媒(*col*)を得た。比較のために、通常含浸触媒(*imp*)も調製した。試料は Kapton 窓付きのアルミ製セルに封じ切り、BL-7C にて透過法により Ni K-edge XAFS を測定した(#2008G638)。

【結果と考察】アルコキシドとして *t*-BuONa を用いた場合、平均粒径が 2.2 nm の Ni ナノクラスターが得られた。これをシリカやアルミナに担持し、673 K で水素還元した試料の Ni K-edge XAFS の FT を Fig. に示す。アルミナ担持の *imp* 触媒は Ni foil よりは NiO に近く、Ni は酸化物の状態で存在していることがわかる。このとき、XANES や EXAFS 振動の解析から、NiO ではなく、NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> を形成していることがわかった。一方、*col* 触媒およびシリカ担持の *imp* 触媒は、Ni foil と同様の形状であり、金属種として存在していることがわかる。Ni foil をモデルとして 0.2 nm 付近の Ni-Ni をカーブフィッティング解析し配位数を求めたところ、バルクの 12 に対し、*col* 触媒は 8.1 ± 0.3 (アルミナ), 8.8 ± 0.2 (シリカ) となり、金属種で、かつ微粒子の状態で保持されていることがわかった。

アルコキシドコロイドを用いることで、担体上に Ni ナノクラスターを構築することに成功した。

【謝辞】本研究は北海道大学触媒化学研究センター共同利用・共同研究に基づき実施された (#10B1004)。

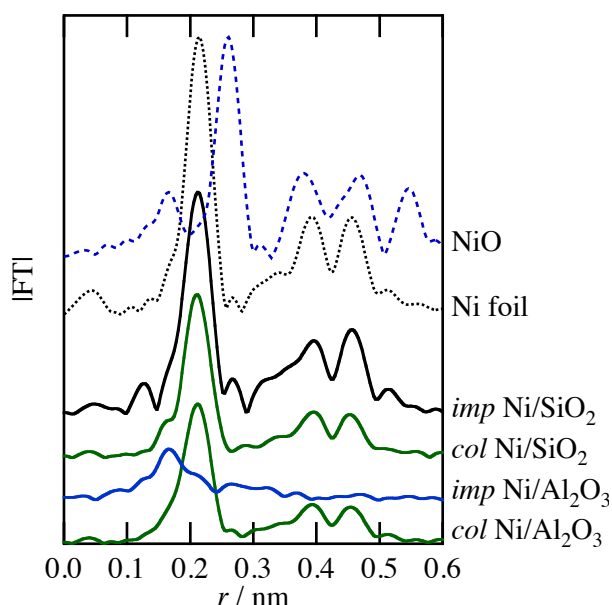


Fig. FT of  $k^3\chi(k)$  for supported Ni nanocluster catalysts and reference compounds.