

水溶液中での白金ナノ粒子の合成と評価

名古屋工業大学 藤本 啓 加藤亮二 羽田政明 小澤正邦

Synthesis and evaluation of platinum nanoparticles in aqueous solution

Kei FUJIMOTO, Ryoji KATOH, Masaaki HANEDA, Masakuni OZAWA

1 緒言

白金ナノ粒子は排ガス浄化用触媒等の触媒用途に広く用いられており、さらに燃料電池の電極触媒や新規環境触媒の開発にも利用される。白金は高価、希少な金属であることから、レアメタルとしてその有効な利用が必要とされている。

高い活性を発現させるには白金の粒径及び分散性を制御することが重要であり、白金微粒子のナノレベルの大きさを制御した合成方法が求められる。一般に金属ナノ粒子の合成では有機溶媒や安定化のための修飾有機化合物を多量に用いることが多く、ナノ粒子を触媒として利用する汎用かつ水系での簡易な合成技術は確立されているとはいえない。本研究では、水溶液中で白金ナノ粒子を合成する方法を検討しその生成物の評価を行った。

2 実験

2.1 白金試料の調製

ジニトロジアンミン白金硝酸溶液、蒸留水、エタノールの混合溶液をウォーターバスで 95°C で加熱することにより白金微粒子を合成した。ジニトロジアンミン白金の初期濃度及び加熱時間による溶液中のジニトロジアンミン白金を紫外可視分光光度計で観測し、生成過程を調べた。

2.2 白金粒子径の測定

溶液中で生成した微粒子をメンブランフィルターでろ過分離後、粉末 X 線回折により生成相を調べた。また白金ナノ粒子の粒径と形状を調べるために、XRD の半価幅測定ならびに電子顕微鏡による観察を行った。

2.3 白金の触媒特性

水素及び一酸化炭素の化学吸着を利用したパルス測定により白金分散度を測定しさらに白金粒子径を算出した。平均白金粒子径については球体モデルで算出した。試料の前処理については触媒学会参照触媒委員会の資料を参考にし、水素中 400°C で還元処理を行ったあと Ar もしくは He 中常温でガス吸着を行った。

3 結果と考察

3.1 白金試料の調製条件

加熱時間および初期のジニトロジアンミン白金の濃度の異なる溶液についてジニトロジアンミン白金の残存率の時間変化を紫外可視吸収スペクトルで調べたところ、加熱時間に対してほぼ直線的にジニトロジアンミン白金錯体の残存率が減少することがわかった。また、

ジニトロジアンミン白金の初期濃度に依存して生成速度が変化することがわかった。

3.2 白金の生成

上記加熱処理によって生成した生成物を粉末 X 線回折測定したところ、 $2\theta=40^\circ$ 、 46° と 67° 付近に回折ピークが観測された。これから 95°C で金属白金が生成していると考えられる。 $2\theta=46^\circ$ のピークを用いてシェラーの式で結晶子径を算出すると約 6nm でありナノレベルの結晶子の微粒子状態であることが示唆された。混合溶液を 95°C で加熱した試料の電子顕微鏡写真からナノ粒子が生成していることが分かった。また、加熱時間ともなって凝集粗大する傾向にあり、加熱時間とともに変化することが観察された。

3.3 白金の水素吸着

生成した白金を金属酸化物に加えて触媒を作製した。水素ガス吸着等によって合成した白金ナノ粒子の触媒的性質について検討している。

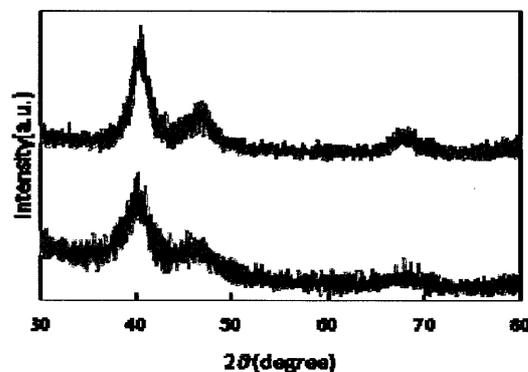


Fig. 1 Powder X-ray diffraction patterns of Pt particles synthesized with aqueous solution process at 95°C. The XRD signals are identified to crystalline platinum metal with 6nm in diameter.

4 まとめ

白金ナノ粒子を水溶液中で合成を試み、その粒径が 6nm の金属白金ナノ粒子の合成できた。本手法による白金ナノ粒子の触媒特性について検討した。

本研究の一部は NEDO 希少金属代替材料開発プロジェクト「排ガス浄化向けセリウム使用量低減代替材料開発」で行った。