

XAFS による亜酸化チタンと亜酸化タングステンナノ粒子材料の構造解析

荻 崇 Aditya Farhan Arif Febrigia Ghana Rinaldi 広島大学 大学院工学研究院 物質化学工学部門

キーワード:マグネリ相, TiOx, WOx, ナノ粒子

1. 背景と研究目的

マグネリ相を持つチタン酸化物(TiOx)は 3 価(Ti^{3+})および 4 価(Ti^{4+})のチタン原子で構成されている。 我々はナノサイズの TiO_x 粒子および白金が 10-20 wt%担持された TiO_x を合成し X 線吸収微細構造分析(XAFS)を行うことで合成したナノ粒子中の Ti^{3+} と Ti^{4+} の割合を測定した。また、当研究室で合成した各種酸化数の異なる酸化タングステン(WO_x)ナノ粒子についても XAFS 分析を行った。

2. 実験内容

XAFS 分析はそれぞれ合成条件の異なる TiO_x サンプルおよび WO_x サンプルを分析した。また市販品の TiO_2 と Ti_2O_3 を分析し、それぞれ Ti^{4+} と Ti^{3+} のスペクトルのリファレンスを測定した。サンプルの測定方法は透過法と転換量子収量法を使用することで、粒子全体のスペクトルと表面由来のピークを比較した。

3. 結果および考察

透過法により得られたスペクトルを比較用の TiO_2 と Ti_2O_3 からのスペクトルと比較することで、 Ti^{4+} と Ti^{3+} の割合を調査した。結果を下の表に示す。サンプル STS-105 と STS-115 については Ti^{4+} と Ti^{3+} の割合がほぼ 50:50 であった。サンプル STS-215 はほとんど TiO_2 であることがわかった(表 1)。この 結果は、XRD の結果と一致した。一方で、電子収量法による分析結果からは、STS-105 と 115 の表面は、予測通り酸化しているという結果が得られた。しかし、STS-215 の表面は、かなり酸化していることが明らかとなった。この結果は、大変興味深いが再現をとる必要があるとも言える。また、WO x の分析結果を下のグラフに示す。この結果からは酸化状態を判別することは困難であった(図 1)。

表 1.Ti K-edge フィッティング結果(透過法)

Fitting p Ox Sample	ercentage (%)
${\bf TiO_2}$	${ m Ti}_2{ m O}_3$
49.0	51.0
53.8	46.2
80.6	19.4
	TiO ₂ 49.0 53.8

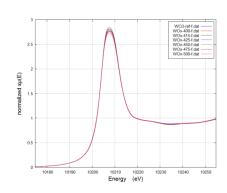


図 1.W L-edge XANES スペクトル

4. 参考文献

1. Andersson, S.; Collen, B.; Kuylenstierna, U.; Magnéli, A.; Magnéli, A.; Pestmalis, H.; Åsbrink, S., Phase analysis studies on the titanium-oxygen system. *Acta Chemica Scandinavica* 1957, 11 (10), 1641-1652.