



ニオブドープ酸化チタンの熱処理の理解

富中 悟史

国立研究開発法人物質・材料研究機構 国際ナノアーキテクトニクス研究拠点

キーワード：金属酸化物、構造解析、燃料電池、その場観察

1. 背景と研究目的

酸化チタンは、燃料電池の酸素還元雰囲気においても優れた耐久性を示す数少ない材料の1つであり、Nbなどをドープして導電性を付与することで、電極材料への応用が可能になる^[1,2]。Nbドープチタニアについては薄膜や単結晶で多くの研究がなされている良く知られた材料の1つではあるが、燃料電池の電極に必要な高比表面積を有するNbドープチタニアについては、必ずしも知見は充分ではない。本研究では焼成条件がNbドープチタニアの構造に与える影響について、本質的な理解をすることを目的としている。

2. 実験内容

ハイドロサーマル法で合成した高比表面積を有するNbドープチタニア粉末を窒化ホウ素とよく混合し、7 mm φのステンレス管内に20 N/mm²程度以下の低い圧力で押し固め、あいち放射光BL5S1にてIn situフローセルを用いて、透過配置でX線吸収分光測定を行った。なお、この10倍以上の圧力でペレットにした場合も、窒素吸脱着測定では著しい表面積の低下は無く、ガスは細孔内に拡散できると判断した。33.3°C/minで室温から900°Cまで昇温し、H₂ガスまたはN₂ガスを100 mL/minでフローさせて実験を行った。200°Cから100°C毎に5分の安定待ちと測定を行った。Athenaプログラムを用いてTi K edge（金属Ti箔）のエネルギーを4966 eVに補正した。

3. 結果および考察

熱処理によりアナターゼ相からルチル相への変化が見られ、別途測定を行ったX線回折データとともに考察を行った。Nbドープはアナターゼ相を安定化して変化温度を高温域にシフトさせ、水素雰囲気は逆に低温域にシフトさせる結果となった。また、Fig. 1に示すように、温度上昇とともにTiが還元される傾向がみられた。一方でNbには系統的な吸収端エネルギーのシフトは見られなかった。詳細は別途、投稿論文にて報告する。

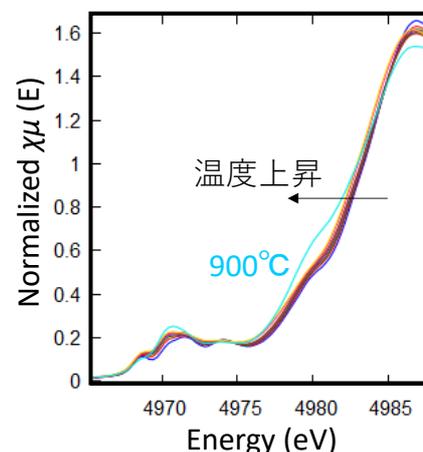


Fig.1 In situ Ti-K edge XANES of Nb-doped (5%) TiO₂ annealed under hydrogen atmosphere.

4. 参考文献

[1] S. Tominaka, A. Ishihara, T. Nagai, K. I. Ota, Noncrystalline Titanium Oxide Catalysts for Electrochemical Oxygen Reduction Reactions. ACS Omega. 2, 5209–5214 (2017).

[2] A. Ishihara, C. Wu, T. Nagai, K. Ohara, K. Nakada, K.

Matsuzawa, T. Napporn, M. Arao, Y. Kuroda, S. Tominaka, S. Mitsushima, H. Imai, K. ichiro Ota, Factors affecting oxygen reduction activity of Nb₂O₅-doped TiO₂ using carbon nanotubes as support in acidic solution. Electrochim. Acta. 283, 1779–1788 (2018).