

触媒活性との相関が高い粉末触媒の電気伝導率の EUPS による評価

Evaluation of Conductivity of Powder Catalyst by EUPS

産総研ナノエレ研究部門¹⁾、長春理工大²⁾ 石塚知明¹⁾、松林信行¹⁾、[○]富江敏尚^{1,2)}

AIST NERI¹⁾, CUST²⁾ T.Ishitsuka¹⁾, N. Matsubayashi¹⁾, [○]T. Tomie^{1,2)}

E-mail: t-tomie@aist.go.jp

(はじめに) 255eV の 3ns パルスを励起光とする EUPS (ref.1) によるナノ粒子粉末触媒の測定で、帯電シフト量が試料及び温度に依存した。帯電シフト量は触媒活性と非常に良い相関があり、EUPS 分析が触媒開発に強力なツールになることが分かっている(ref.1,2)。電子放出で残された正孔の放電時定数は、試料の形状に依存せず電気伝導率と誘電率の積で与えられる (ref.1)。伝導率は、材料により数桁も異なりまた温度などにより大きく変化する。一方、材料および温度による誘電率の変化は大きくない。従って、放電時定数が求まれば電気伝導率が求まる。温度が高くなると放電時定数の測定は困難になるが、時定数と飽和帯電シフトが比例するので飽和帯電シフトから伝導率が評価できる。しかし、帯電シフト量の評価精度は 1eV 程度であり、評価できる伝導率は $1\text{E-}11\text{ S/m}$ 程度と小さい。ある触媒の場合、 100°C 以上では帯電シフトの評価が困難になり、触媒活性が大きい $150\sim 200^{\circ}\text{C}$ 近辺での伝導率は評価できなかった。この従来法の限界打破を目指し、新たに、電圧降下を利用した抵抗評価を試みた。EUPS では、励起パルス幅が 3ns と短いため、電流のピーク値は極めて高く、微小抵抗による電圧降下が検出可能と期待した。

(実験) 試料には p 型 Si ウエハーと、0.5mm 厚の TiO_2 粉末を用いた。試料励起強度を二桁程度変化させた。二次電子スペクトルのカットオフは鋭く、10meV の変化も検出できる。

(結果) 図 1 に TiO_2 の二次電子スペクトルを示す。励起 EUV 光の強度を変えると、信号強度と横軸位置が変化した。信号強度を規格化し、シフトさせて横軸位置も一致させて表示した。横軸は電子の運動エネルギーである。図中に、各励起強度での規格化の倍率とシフト量を示した。

図 2 に示す様に、p-Si のカットオフ位置は 0.3eV の強度依存があった。 TiO_2 では、カットオフ位置変化は 0.1eV 程度と小さかったため、信号強度とカットオフ位置の変化ともに 10 倍にして表示した。p-Si の勾配は温度依存しなかったため、装置の抵抗による電圧降下と思われる。 TiO_2 は、室温では勾配が大きかったが、 100°C で p-Si とほぼ同じになった。これは、 TiO_2 試料の抵抗は、室温では装置の抵抗の 10 倍程度だったが、 100°C で装置の抵抗以下になった、と解釈できる。

触媒活性との相関が高い粉末触媒の伝導率が、より高温迄評価できる見通しが得られた。

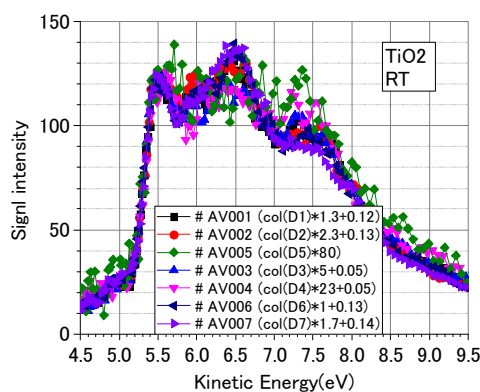


Fig.1. Secondary electron spectra of TiO_2

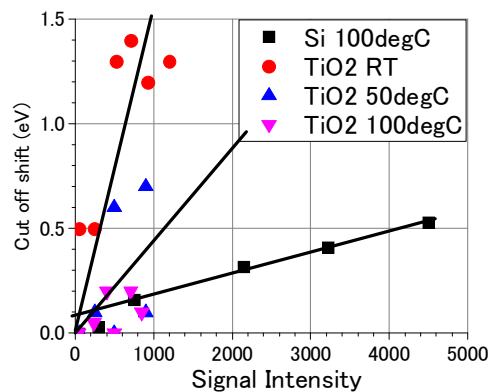


Fig.2: Intensity dependence of cut off position of secondary electron spectra for P-Si and TiO_2 of TiO_2

references

ref1: T.Tomie and T.Ishitsuka; *Synthesiology* **9** (2016) 216

ref2: M.Nagata et al. ; *SAE Int. J. Engines*, **9** (3) (2016)