

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2013/5/7
課題番号 Project No. 2012BM0009 実験課題名 Title of experiment 中性子回折によるニオブ酸化物系燃料電池触媒の活性点構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 久保 啓 所属 Affiliation 株式会社日産アーク	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) BL20 実施日 Date of Experiment 3/2

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form. <ul style="list-style-type: none"> <li>•NbC0.23N0.02O2.43(5h 処理) 1.4519g</li> <li>•NbC0.23N0.02O2.43(10h 処理) 1.3771g</li> <li>•NbC0.19N0.02O2.43(15h 処理) 1.4852g</li> <li>•NbC0.18N0.02O2.42(20h 処理) 1.3163g</li> <li>•NbC0.14N0.02O2.43(25h 処理) 1.3664g</li> <li>•Nb2O4.88 0.6689g</li> </ul>
--

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons. ニオブ炭窒化物(NbCN)を部分酸化して得られるNb酸化物系の酸素還元触媒の活性点構造に関する情報を得るため、中性子回折を行った。測定試料は、NbCNを低酸素分圧下で、5時間から25時間熱処理(酸化)したものを測定した。酸素還元能は、部分酸化時間が長くなるほど高くなる傾向が観測されている。 中性子回折の測定は、BL20(iMATERIA)において実施し、粉末試料をバナジウム管に充てんし、測定は12.5Hzモード(DF)にて測定した。 各試料の背面バンクのTOF中性子回折パターンを図1に示す。(凡例は、低酸素分圧下での部分酸化時間を表している) 45000usec付近の強度は、出発原料のNbCNに由来するピークであり、酸化処理時間が長くなると小さくなる。一部が触媒活性を持つ酸化物に変化していくことに符合する。逆に53000usec付近には、酸化物生成に伴う“活性点”を含む酸化物のピークが現れてくる。ピーク位置は、参照物質のNb2O4.88より、右側にシフトしており、さらに酸素欠損欠陥が高密度で導入され格子が広がっていることを示唆している。酸化時間が増加するとわずかに右にシフトする傾向が見られ、欠陥濃度が高くなり、活性が高くなっていると考えられる。詳細な解析は、現在進行中で、TEM電子線回折等から得られる結晶構造の情報などをもとにRietveld解析を実施し、CやOの占有率などを求め、触媒活性との関連を詳細に議論する計画である。
---

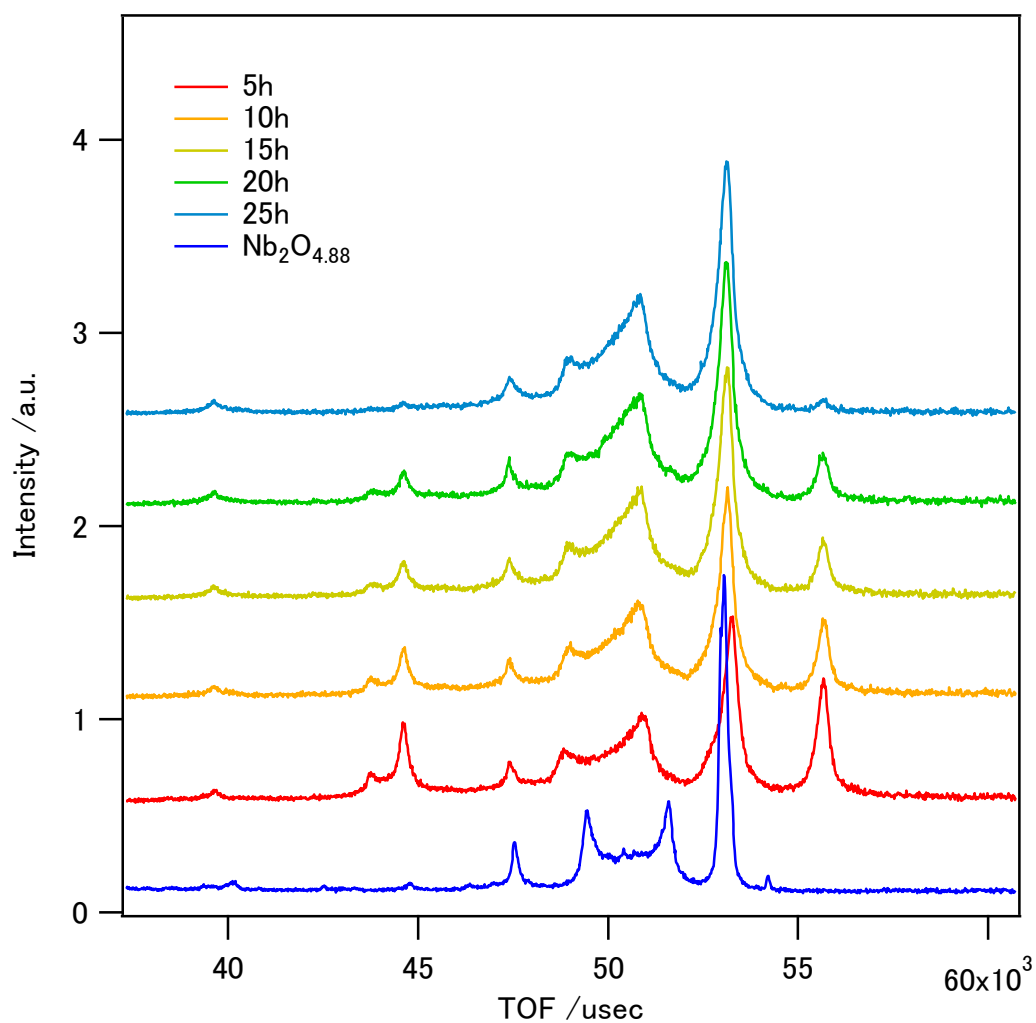


図1 各試料の TOF 中性子回折パターン

