

XPSによる固定化ビスマス超薄膜構造の評価

東京大学大学院理学系研究科化学専攻 置田 剛士・紫藤貴文・岩澤康裕

東京大学大学院理学系研究科スペクトル化学 朝倉清高

序 Biは部分酸化反応に高活性を示す複合酸化物の重要な構成元素の一つでありながら、そのもの自身の単独の触媒作用および構造の関連について、ほとんど研究されていない。そこで、我々は、すべてのBi原子が表面に露出したBi超薄膜酸化物を Al_2O_3 表面に形成することを目的に、固定化法Bi酸化物を調製した。本研究では、XPSを用いて、Bi酸化物が薄層構造であるかどうかを確かめた。

実験 573 K で排気処理をした Al_2O_3 (比表面積 $100 \text{ m}^2/\text{g}$) とビスマストリエトキシドのエタノール溶液を混合し、室温で2時間攪拌し、アルミナの表面水酸基とビスマストリエトキシドを反応させた。反応完結後、未反応のビスマストリエトキシドをエタノールで洗浄して除去し、室温で真空排気酸素気流下、673 K で2時間焼成した。XPSの測定は真空度 1×10^{-7} [Pa] でおこなった。X線源として $Mg \text{ K}\alpha$ を用いた。またエネルギー補正は $Al 2p$ のピークトップ値を基準にした。

結果 得られた $Bi 4f$ の XPS を図1に示す。調製した触媒表面上での $Bi 4f 7/2$ の結合エネルギーはすべて、159.5 eV となり、これはバルク酸化ビスマスの結合エネルギーと等しく、ビスマスは+3価として存在することがわかった。また XPS 強度とビスマス担持量をプロットすると図2のようになり、11.0 wt% までは XPS 強度は比例的に増加し、それ以降、その傾きが小さくなることがわかった。11.0 wt% で急激に折れ曲がることから、Bi はこの担持量まで、2次元的に成長し、11.0 wt% を越えると、2層目が成長すると推測される。この結果は、XAFS の測定結果、XRD の測定結果と一致しており、11.0 wt% 以下では、Bi が1原子層状になって存在するものと考えられる。

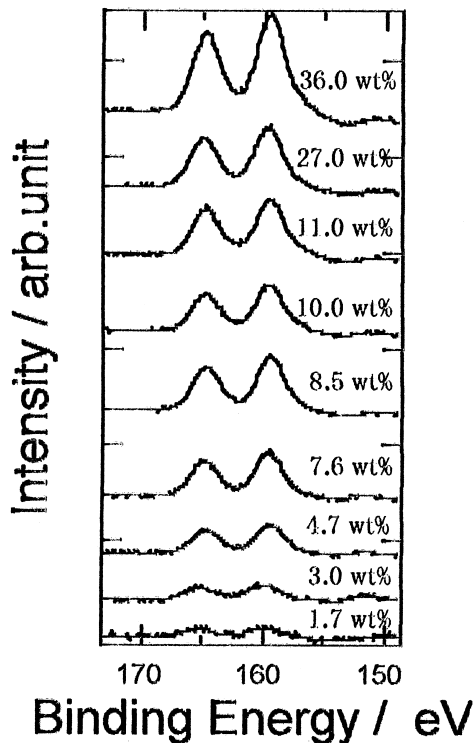


図1 Bi 4f の XPS 測定結果

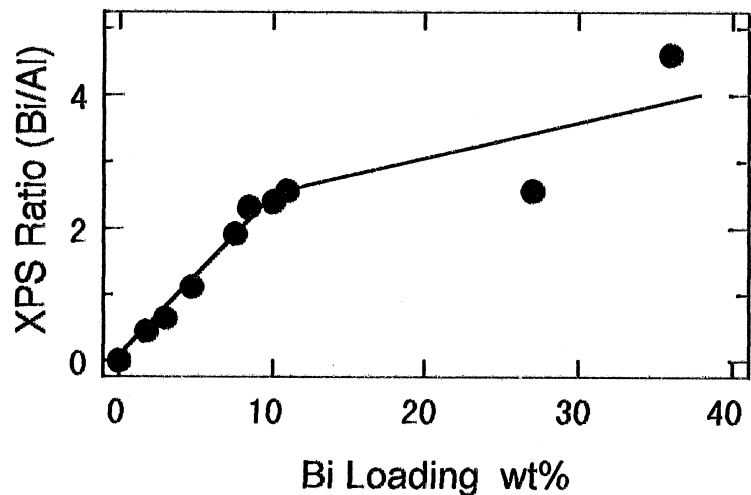


図2 Bi の XPS 強度と担持量の関係