

# 白金族合金の触媒機能評価に関する研究 高温下での相変化による Mo 酸化への影響

Study on evaluation of catalytic function of platinum group alloys

Effects of phase transformation on Mo oxidation at elevated temperatures

\*大澤響祐<sup>1</sup>、大岩祐毅<sup>1</sup>、劉洪甫<sup>1</sup>、佐藤勇<sup>1</sup>、内田隼斗<sup>1</sup>

<sup>1</sup>東京都市大学

抄録 白金族合金は、減圧加熱することで水素低減機能の向上が見込まれるが、合金の相変化による Mo 酸化に伴う固溶状態等をミクロなレベルで把握する事は重要である。そこで、当該合金に対する TEM による詳細観察のため、観察用試料の作製及び冶金観察、FIB 加工、並びに EBSD による測定に取り組んだ。

**キーワード**：白金族合金、酸化、TEM、EBSD

## 1. 緒言

使用済燃料の再処理工程で不溶解残渣として発生する白金族合金は、水素低減触媒としての有効利用が考案されている[1]。過去の研究事例には、実機の模擬合金(Mo-Ru-Rh-Pd)を減圧加熱し、水素低減機能を阻害する Mo 除去による一定の触媒性能向上が見られた[2]。この時当該合金で、相変化を起因とする Mo 酸化に伴い、固溶体(Ru 及び Pd)が形成されると考えている。本研究では、減圧加熱による触媒機能向上を当該元素における固溶状態の詳細観察により解明する。EBSD で局所的な結晶方位及び分布の観察、TEM による原子レベルでの結晶構造の観察を目指す。なお、TEM 観察は前準備として FIB 装置により薄膜試料を作製した。

## 2. 実験方法

模擬白金族合金を作製するにあたり、Mo 除去による結晶構造変化に着目するため、組成を通常より Mo に富んだ組成の Mo40-Ru45-Rh-7.5Pd7.5[wt.%]とした。各粉末試料を組成どおりに秤量、混合して圧粉体にし、アーク溶解により合金とした。その後 SEM-EDS 及び XRD による冶金観察を行い、電気炉で減圧加熱(1.3[kPa])後[2]、再度同様の手法で冶金観察した。加熱前後の試料表面を観察のために研磨で平滑化し、EBSD により結晶方位及び結晶分布を測定した。その後、加熱前試料から FIB 装置で厚さ 0.1[ $\mu\text{m}$ ]の薄膜試料を作製した。なお FIB 装置は Ga をイオン源とし、加速電圧 30[kV]、電流値 167~13500[pA]とした。

## 3. 結論

減圧加熱前後で、Mo 酸化物の蒸発によるものと思われる重量変化を確認した。XRD では、酸化物の MoO<sub>3</sub> 及び RuO<sub>2</sub> を示すピークが見られた。図 1 に示す SEM-EDS は加熱後試料の断面で、試料表面から Mo が減少した相が新たに確認された。EBSD 測定では、急速加熱・冷却による小さい相の形成を予想していたが、Ru を母体とするおおまかな結晶方位が見られた。研磨を施すことで詳細に見えると思われる。図 2 は FIB 装置で作製した薄膜試料(加熱前)で、観察に適した厚さ(約 0.1[ $\mu\text{m}$ ])であった。今後は EBSD で正確な結晶方位を取得する。加熱前後試料の相変化部分から薄膜試料を得て TEM 観察し、加熱前後の相を含んだ薄膜試料作製も実施する。

## 参考文献

[1] 樽見 直樹 令和 5 年度 修士論文

[2] 照射済燃料中における核分裂生成物の有効利用に関する研究-減圧加熱による白金族合金の挙動観察-

日本原子力学会 2023 年春の年会 樽見直樹,他

\*Kiyosuke Osawa<sup>1</sup>, Yuki Oiwa<sup>1</sup> and Hongfu Liu<sup>1</sup>, Isamu Sato<sup>1</sup>, Hayato Uchida<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Tokyo City Univ.

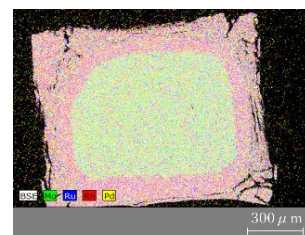


図 1 加熱後試料の SEM-EDS 結果

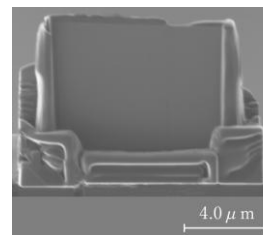


図 2 加熱前試料の薄膜試料