金属ナノドットの新しい作製方法: 液中通電法 New fabrication method for metal nano-dots: Electric current application in liquid

講演番号が入ります記入しないで下さい

(防大材料) ○岡本 庸一, (横浜国大工) 中津川 博, (防大材料) 土志田 研治

【はじめに】

近年、ナノテクノロジーが注目されるとともに、ナノ材料の開発が進んでいる。最近の新しいナノドットの作成方法として、液中プラズマ放電法が注目を集めている。ナノドットの原料を含む水溶液中に高圧プラズマ放電を発生させ、液中のナノドット原料を析出させる方法である。 我々は、この液中プラズマ放電法を改良する過程で、新しい金属ナノドットの作成方法を発見した。ナノドットの原料を含まない水溶液中に金属電極を用いて、単純に直流通電させるだけで、金属ナノドットが作成される事を報告する。

【実験方法】

図1に実験系の概略図を示す。ガラスビーカーに水溶液を1L入れて、その中に電極として直径1 mm 程度の金属ワイヤーを長さ25 mm、中心間隔10 mm で配置してある。水溶液は、Na₂SiO₃水溶液(約 pH13)、Na₂CO₃水溶液(約 pH5.6)を濃度1 mol/L で使用した。電極は、Au(1.0 mm ϕ)、Cu(2.0 mm ϕ)、W(0.9 mm ϕ)を使用した。この2 本の電極間に定電流駆動で、直流2 A を通電した。2 分間ごとに電圧の向きを反転させながら40 分間通電させた後にビーカーの底に沈殿した物質を回収し、蒸留水で数回洗浄した後に粉末 XRD 分析と TEM 写真の撮影を行った。

【結果と考察】

図2と図3に、電極として、Au ワイヤーを使用して、回収された物質の典型的な XRD パターンと TEM 写真を示す。 XRD パターンからこの物質は Au 結晶である事が明らかである。 また、その半値幅から 結晶子の平均的な大きさは、20~30 nm であると計算できる。 TEM 写真からは、10~数 10 nm の微粒子が混在している様子が見える。 Au ナノドットが生成されるメカニズムは不明であるが、1; Na₂SiO₃ 水溶液には、Au が含まれていない、2; 通電時の観察では負極側に析出している。この2件の事実から、a; 負極表面での何らかの電気化学反応によって、Au 原子が溶け出して、ナノドットとして析出した、もしくは、b; 正極表面での何らかの電気化学反応によって、Au 原子が溶け出して、正に帯電し、負極に引き寄せられ、電荷を失い、ナノドットとして析出した。 上記の a もしくは b のどちらかの現象が起きていると推論している。

水溶液と電極の組み合わせを変えて、実験を行った結果から以下のことが言える。1; Au 電極は3種の水溶液全てでナノ結晶が生成した、2; W 電極は析出量が少なく、酸化物や水溶液の成分との反応物が主であった、3; Cu 電極は Na₂SiO₃ 水溶液と Na₂CO₃ 水溶液では、Cu ナノ結晶が析出するが、Na₂SO₄ 水溶液では硫酸銅が生成した、4; 析出した物質の平均的な結晶子サイズは、XRD ピークの FWHM から 10-70 nm の範囲に計算される、5; TEM 写真でも 10-数 100 nm の粒子が観測される、6; 定電流駆動であるが、印加電圧は水溶液と電極の組み合わせによって、11-80 V と大きく変化する。以上のことから、電極表面での水溶液との化学反応が起きて、電極材料が水溶液中に溶け出し、それが析出してナノ結晶ができていると推論している。

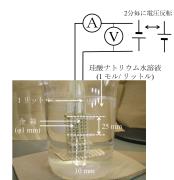
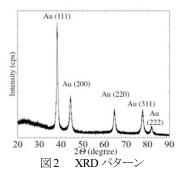


図1 試料作成装置の概略



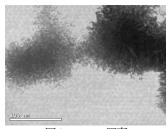


図3 TEM写真

【結論】

簡単な装置で金属ナノドットが作成できることを明らかにした。水溶液の酸性、アルカリ性に関わらず、金属電極では、ナノ結晶が析出する。 しかし、水溶液と反応して、別の物質ができる場合があり、電極材料と水溶液の反応性を考慮する必要がある。

おかもと よういち、なかつがわ ひろし、どしだ けんじ