

講演番号を記入して下さい。

金属ナノドットの新しい作成方法である液中通電法のメカニズムに対する考察2  
-Au 化合物の生成の可能性-

(防衛大) ○岡本 庸一、工藤 直人、宮崎 尚、(横浜国大) 中津川 博

【はじめに】

ナノテクノロジーの進展に、必須である金属ナノドットの新しい作成方法の「液中通電法」を、28年度秋季大会にて、発表した。この方法は、電解質液中で、比較的低い電圧(10~80V)で、通電する事で、電極材料がナノ結晶として析出するもので、非常にシンプルな方法である。しかしながら、そのメカニズムの詳細には、不明な点が多く、最適条件、適用限界等もわかっていない。そのメカニズムを探るために、電解質液を、NaOH(0.1~2.0 mol/liter)水溶液に変更して、Au 電極、2A の定電流駆動、2分毎に通電方向反転の条件で析出させた。

【実験方法】

図1に実験系の概略図を示す。実験装置は、前回の報告と全く同一である。ガラスビーカーに電解質液を1 liter 入れて、その中に電極として直径1 mm 程度のAu ワイヤを長さ20 mm、中心間隔10 mm で配置してある。電解質液は、NaOH 水溶液を主に使用した。濃度は、0.1~2.0 mol/liter の範囲で変更した。また、比較のために以前と同様に、Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液、NaCl 水溶液等も使用した。電極は、Au (1.0 mm φ) のみを使用した。この2本の電極間に直流2 A の定電流駆動で、通電方向を2分間ごとに反転して、1時間通電した。通電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XRD と XPS 分析を行った。

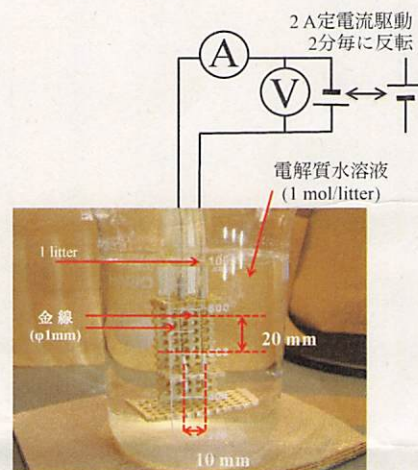


図1. 液中通電法のナノ粒子作製装置

【結果と考察】

NaOH 水溶液 (1 mol/liter ; ph~14) で通電した場合の析出物は、典型的なアモルファス状の

XRD パターンを示した。通常 Au はアモルファスにはならないために、Au 系化合物の生成が推察された。その同定のためにXPS 分析を行なった。測定結果のチャートを図2 に示す。その結果は、Au(OH)<sub>3</sub> および Au<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が混在している事を示している。また、80°C、1時間の熱処理を行った後のXRD パターンを図3 に示す。一部には、ブロードなピークは残るものの、典型的な Au 結晶を示した。従って、Au(OH)<sub>3</sub> および Au<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は、比較的不安定で、80°C、1時間の熱処理で、Au 結晶に変化したと推定している。また、熱処理後の Au の(1 1 1)ピークから、シェラーの計算式を使用して、推定された結晶子サイズは、約20 nm であり、Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液中で通電した場合と、ほぼ同じであった。2 A、1時間の通電での電極の質量減少は、約30 mg であり、同様の条件で Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液中で通電した場合の約42 mg よりも少なかった。

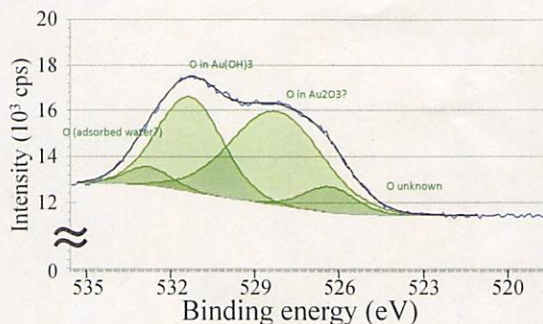


図2 XPSの分析結果チャート

【結論】

強アルカリ NaOH 水溶液 (1 mol/liter ; ph~14) 中で、通電した場合の析出物は、アモルファス金化合物 (Au(OH)<sub>3</sub>, Au<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ナノドットが生成し、比較的低い温度 (80°C) の熱処理で、Au ナノ結晶に変化した。

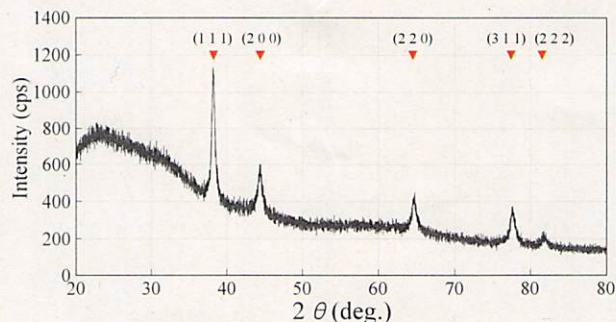


図3 熱処理(80°C, 1hrs)後のXRDパターン

おかもとよういち、くどうなおと、みやざきひさし、なかつがわひろし