

# 液中通電法を用いた Au, Pt, Pd ナノ粒子の作成

## Au, Pt, and Pd Nano-particles Preparation using Electric Current Application in Liquid

°中津川 博<sup>1</sup>、仁村 剣也<sup>1</sup>、岡本 庸一<sup>2,3</sup> (1. 横国大理工、2.防衛大材料、3.NIMS)

°Hiroshi Nakatsugawa<sup>1</sup>, Kenya Nimura<sup>1</sup>, Yoichi Okamoto<sup>2,3</sup>

(1. Yokohama Natl. Univ., 2. Natl. Def. Acad., 3. NIMS)

°E-mail: naka@ynu.ac.jp

### 【はじめに】

近年、ナノテクノロジーが注目される中、ナノ材料の開発が進んでいる。特に、ナノ粒子作成方法として、液中プラズマ法が注目を集めているが、岡本等<sup>1</sup>は、ナノ結晶の原料を含まない Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液中で Au 電極を用いた液中通電法により、2A(15~50V)の直流通電による簡便な作成方法で大量の Au ナノ粒子を回収できることを報告した。今回は、この液中通電法を用いて、イオン化傾向の小さい Pt 或いは Pd でもナノ粒子が回収できるかを確認することを目的とし、Au と同様に、Pt 或いは Pd でも、陽極がイオン化し、陰極で還元されることにより、大量のナノ粒子が析出するか否かを検証した。

### 【実験方法】

図1に示す通り、ガラスビーカーに濃度 1 mol/L の Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液を 1 L 入れ、電極を長さ 20 mm、中心間隔 10 mm で配置した。電極には、Au (φ 1.0 mm)、Pt (φ 1.0 mm)、及び、Pd (φ 1.0 mm) 金属を使用した。駆動電流は定電流駆動で 2 A を 2 分毎、或いは、10 秒毎に電流の向きを 110~140 回、或いは、360~1600 回反転させて通電した。その後、24 時間以上静置し、ビーカーの底に沈殿したナノ粒子は蒸留水を用いて 3 回洗浄し、最終的に蒸発させて回収した。回収したナノ粒子は、XRD 測定、Sherrer の式を用いた粒径の算出、及び、TEM 画像を用いた粒径分布の観察を行った。更に、通電前後での SEM 画像を用いた電極表面の変化も観察した。

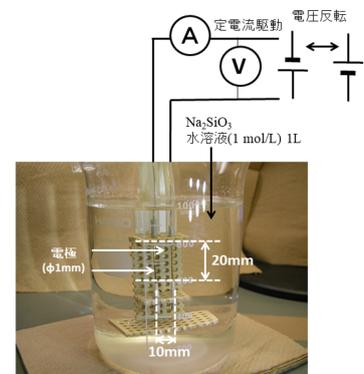


図1 実験装置模式図

### 【結果と考察】

Au 電極と Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液を用いた場合、通電開始から約 10 分後に、陰極に大量の黒色のナノ粒子が析出した。図2に示す通り、回収されたナノ粒子は高純度の Au であり、Sherrer の式より、粒径は約 31nm と算出された。TEM 画像からも球状の様々なナノ粒子が生成している事が確認された。

また、Pt 電極と Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液を用いた場合、陽極に珪酸塩が生成し、陰極には特に大量の Pt ナノ粒子の析出は確認されなかった。図2に示す通り、不純物を含む Pt ナノ粒子が回収され、Sherrer の式より、粒径は約 24nm と算出された。

更に、Pd 電極と Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> 水溶液を用いた場合、陽極に珪酸塩が生成すると共に、陰極では水酸化物と思われる生成も見られ、特に大量の Pd ナノ粒子の析出は確認されなかった。図2に示す通り、不純物を含む Pd ナノ粒子が回収され、Sherrer の式により、粒径は約 24nm と算出された。

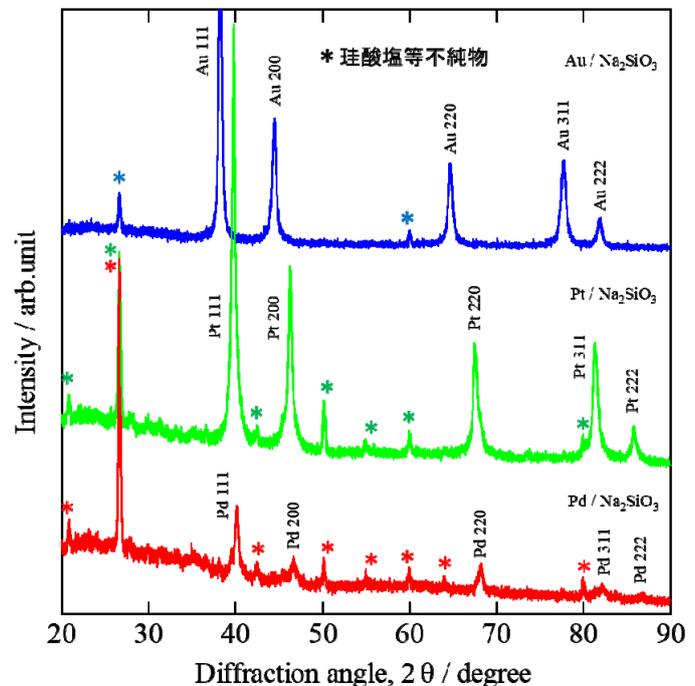


図2 XRD 測定 (Philips; X'pert MRD)

講演では、TEM 及び SEM による、ナノ粒子及び電極表面の観察結果についても議論する予定である。

1) 岡本 庸一、土志田 研治、山本 聖治、守本 純、第 76 回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集 (2015) 15a-PB1-15.