

超臨界流体を用いた 2 段階担持プロセスによるカーボンナノウォールへの Pt ナノ微粒子の超高密度担持および粒径分布制御

Two-step supporting process of Pt nanoparticles on Carbon Nanowalls by supercritical fluid and control of size distribution

名大院工¹, 名城大理工², NU エコ・エンジニアリング

堀部 剛良¹, 近藤 博基¹, 石川 健治¹, 加納 浩之², 関根 誠¹, 平松 美根男³, 堀 勝¹

Nagoya Univ.¹, NU Eco Engineering Co., Ltd.², Meijo Univ.³

Takeyoshi Horibe¹, Hiroki Kondo¹, Kenji Ishikawa¹, Hiroyuki Kano²,

Makoto Sekine¹, Mineo Hiramatsu³, Masaru Hori¹

E-mail: horibe.takeyoshi@a.mbox.nagoya-u.ac.jp

はじめに 近年、環境問題の深刻化により、クリーンなエネルギー源である燃料電池に注目が集まっている。一般的に、燃料電池の触媒電極には Pt 微粒子（粒径：数～数十 nm）を担持したカーボンブラック（粒径：数十～数百 nm）が使用されているが、Pt の利用効率が低いことが実用化の阻害要因となっている。これに対して近年、次世代の触媒電極として、Pt ナノ微粒子を担持したカーボンナノ材料に注目が集まっている。これまでに我々は、超臨界流体(SCF)を用いて、大きなアスペクト比（100 以上）と比表面積を有するカーボンナノウォール(CNWs)の表面全体に、粒径 2-3 nm の Pt ナノ微粒子を超高密度(10^{13} cm⁻²)かつ均一に担持する手法を確立している^[1]。また、2 段階の担持プロセスによって粒径の均一性を向上することに成功している^[2]。今回、2 段階担持プロセスによって粒径の均一性が向上するメカニズムについて、特に 2 段階目の超臨界流体処理における検討をした。

実験方法および結果 本実験では、Pt 原料として n-ヘキサン[CH₃(CH₂)₄CH₃]で 1wt%希釈した (CH₃C₅H₄)(CH₃)₃Pt 溶液を用い、超臨界流体有機金属化学堆積(SCF-MOCVD)装置によって Pt ナノ微粒子の担持を行った。1 段階目として原料溶液を容器内で SCF-CO₂ と混合し、セラミックヒータにより加温された CNWs 上へ 5～30 分間、Pt を担持した。更に 2 段階目として、Pt 原料を投入せず SCF-CO₂ のみで 30 分間、CNWs を処理した。図 1 に 1 段階目および 2 段階目の処理後の CNWs の走査型電子顕微鏡(SEM)像を、図 2 に同 SEM 像より求めた CNWs 表面の Pt ナノ微粒子の密度を示す。1 段階目の Pt ナノ微粒子担持時間が 5 分の場合では 2 段階目の SCF-CO₂ 処理後も Pt ナノ微粒子の密度が変化していないのに対し、1 段階目の担持時間が 10 分および 30 分の場合では Pt ナノ微粒子の密度が減少していることが分かる。また、2 段階の Pt ナノ微粒子担持を行った場合に、2 段階目の担持において粒径分布の均一性が向上することが分かっている^[2]。すなわち、これらの結果より、2 段階目の SCF-CO₂ 処理において、比較的粒径が大きいナノ微粒子が選択的に除去されていることが明らかとなった。

参考文献

[1] K. Mase et al.: Appl.Phys. Lett. **98** (2011) 193108.

[2] 堀部, 他: 2012 年秋季第 73 回応用物理学会
学術講演会予稿集 11p-C2-38

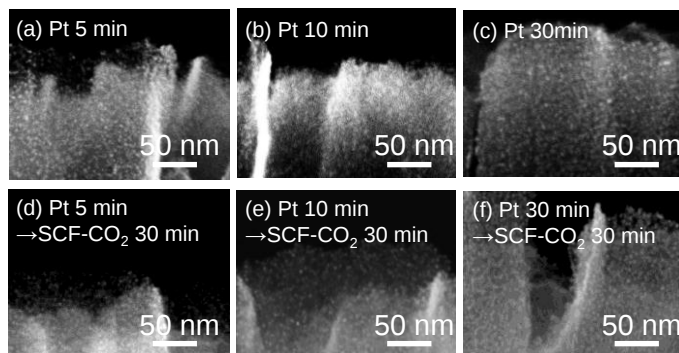


Fig.1 SEM images of CNWs before and after two-step supporting of Pt nanoparticles.

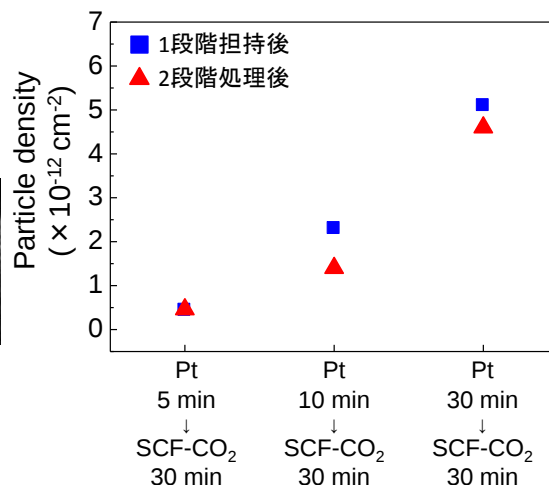


Fig.2 Pt particle densities on the surfaces of CNWs after 1st step and 2nd step supporting of Pt nanoparticles.