

液中通電法による炭素電極からのナノ結晶の作成

Production of Nano-crystals with C electrode by Electric Current Application in Electrolyte Solution

防衛大¹, 物材機構材料開発・情報基盤部門², 横浜国大³ ○岡本 庸一^{1,2}, 工藤 直人¹,
阿波 勇利¹, 迫本 竜也¹, 宮崎 尚¹, 中津川 博³

Natl. Def. Acad.¹, NIMS MaDIS CMI², Yokohama Univ.³, °Yoichi Okamoto^{1,2}, Naoto Kudo¹,
Yuri Awa¹, Tatsuya Sakamoto¹, Hisashi Miyazaki¹, Hiroshi Nakatsugawa³

E-mail: rshow@nda.ac.jp

緒言 我々は、ナノ結晶の新しい作成方法として「液中通電法」を、発表している。¹⁾この方法は、電解質液中で、比較的低い電圧(10~80 V)の直流通電で、電極材料がナノ結晶として析出するもので、非常に単純、安全、容易な方法である。しかしながら、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。現在までは、金属電極を用いた場合でのみ、ナノ結晶を作成できている。今回は、電極に炭素棒 (2H-graphite) を用いて、ナノ結晶を得られた事を報告する。

実験 図1に実験系の概略図を示す。実験装置は、過去の報告と全く同一である。¹⁾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 程度の炭素棒 (2H-graphite) 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 (10 mol/liter) を使用した。また、比較のために以前と同様に、Na₂SiO₃ 水溶液、NaCl 水溶液等も使用した。電極は、炭素棒

(2H-graphite, 1.0 mmφ) 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。通電後に回収した物質に対してXRD 分析を行なった。

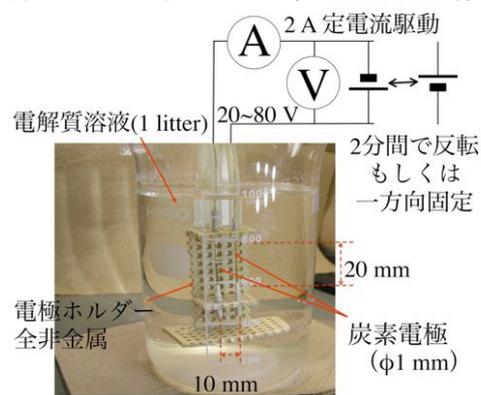


図1 実験装置

実験結果 図2に原料の炭素棒および回収した物質のXRDパターンを示す。金属電極を用いて実験した場合は、通常1日の静置で、生成されたナノ金属粒子の大半が沈殿して、容易に回収できたのであるが、今回の炭素棒を用いた場合は、1週間静置しても一切沈殿が生じなかった。そのため、ろ紙上に1日還流させて、付着した微粒子を回収して、XRD 分析を行なった。その測定結果に対して、試料作成環境から可能性が考えられるC、H、Na、Oの4種の元素の単体、もしくは、組み合わせでできる化合物に対して、XRD パターンのフィッティングを行なった。しかしながら、いくつかのピークは、Na₂CO₃およびCarbon C70のピークと一致するが、現時点では、XRD パターンを十分にフィットできなかつた。従って、これまでの金属電極を用いた場合と異なり、単純に電極材料がナノ結晶になったものではなく、何らかの変化が生じている可能性が高い。なお、このナノ結晶の大きさは、シェーラー法による概算では、10~20nm 程度であると推定できる。

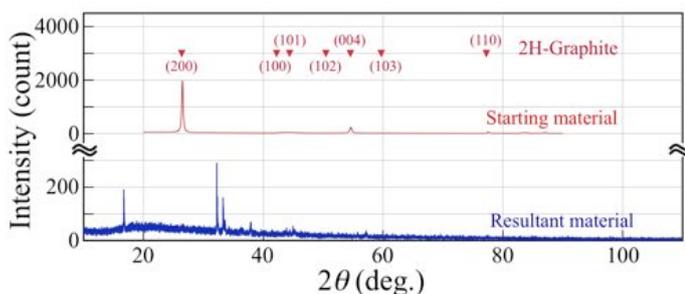


図2 XRD パターン

結論 炭素棒を電極、NaOH 水溶液を電解質液とした場合に、電極材料がそのままのかした結晶ではない、現時点では、組成が確定できないナノ結晶が生成した。

1) Y. Okamoto, K. Nimura, H. Nakastugawa, H. Miyazaki, J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy, **65** pp. 548-553.