

## 電気化学測定によるCu<sub>2</sub>O薄膜のパルス電着過程の追跡

Investigation of pulse electrodeposition process of Cu<sub>2</sub>O thin film by electrochemical measurement

慶應大・理工<sup>1</sup>, シバジ大学<sup>2</sup> ○柵木 光<sup>1</sup>, 宮内 勇人<sup>1</sup>, Shivaji B. Sadale<sup>2</sup>, 野田 啓<sup>1</sup>

Keio Univ.<sup>1</sup>, Shivaji Univ.<sup>2</sup>, °Hikaru Masegi<sup>1</sup>, Yuto Miyauchi<sup>1</sup>, Shivaji B. Sadale<sup>2</sup>, Kei Noda<sup>1</sup>

E-mail: [masegi@noda.elec.keio.ac.jp](mailto:masegi@noda.elec.keio.ac.jp)

【背景と目的】水素は再生可能エネルギー源として注目され、水の光触媒分解を利用した研究が盛んにおこなわれている。その中で我々は、p 型の Cu<sub>2</sub>O を n 型の酸化ナノチューブアレイ上にパルス電着して得られたヘテロ接合光触媒を対象として研究を進めている[1]。この光触媒系において水素の生成効率を高めるためには、酸化ナノチューブアレイ上に薄く、広範囲に Cu<sub>2</sub>O を堆積させることが好ましい。これを実現するためには、パルス電着を行いながら膜の堆積の様子を詳しく調査する必要がある。そこで本発表では、パルス電着の初期過程を電気化学測定により追跡することを試みた。なお、初期過程を追跡する際に、酸化ナノチューブアレイの代わりに Ti 板を基板として使用した。

【実験】20 mM の CuSO<sub>4</sub> 溶液 (pH12, 錯化剤として乳酸含む) の電着槽において、Ti 板にポテンシostatを用いてパルス電位波形 (−400 mV (vs. Ag/AgCl) で 0.3 秒間、および 0 mV で 3 秒間) を 20, 40, 60, 80, 100 サイクル加えて、計 5 つの試料を作製した。それらのパルス電着過程において、10 サイクルごとにクロノアンペロメトリー (CA) 測定 (−400 mV で 0.2 秒間) を実施した。得られた電流応答波形について、薄膜の核形成と核成長に関する Scharifker-Hills モデル[2]との比較を行った。また各試料の表面形状を走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。

【結果】CA 測定の結果を Scharifker-Hills モデルと比較した結果、図 1 に示すように、パルス電着開始時の電流応答は progressive モードに、パルス電着を進めていく毎に instantaneous モードへと近づいていく様子が観測された。その後、80 サイクル加えた後のグラフは instantaneous モードで理論値にほぼ一致し、以降グラフの形状はあまり変化しなかった。また作製した試料表面を SEM で観察したところ、パルスを 20~80 サイクル加えたサンプルはパルス数が増えるごとに Cu<sub>2</sub>O の被覆率が高くなり、80 サイクル加えたところで被覆率がほぼ 100% となった。このことから CA グラフの形状と表面の被覆率には相関性があり、パルス電着を行う際に得られる電流応答から、膜堆積の様子をおおよそ推測できる可能性があると考えられる。

(参考文献) [1] 柵木光他、19p-PB1-7, 第 79 回応用物理学会秋季学術講演会, [2] B. Scharifker and G. Hills, *Electrochim. Acta* 28 (1983) 879.

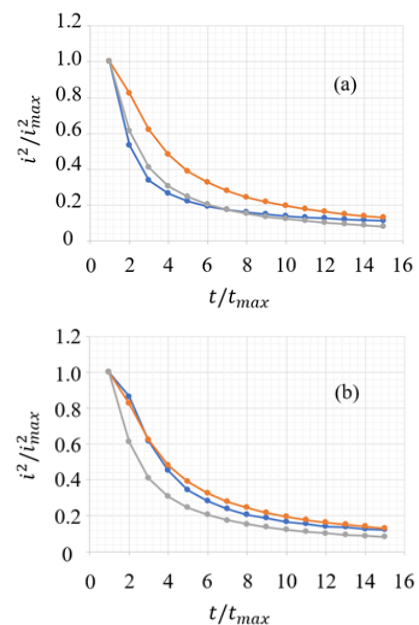


図 1. Cu<sub>2</sub>O のパルス電着過程における CA 観測結果 (青色) (a) 電着開始直後 (b) 45 サイクル後. Progressive (灰色) 及び instantaneous (橙色) モードの理論曲線も併せて示した。