

有機酸を用いた脱合金法によるナノ多孔質 Pd 膜形成

Formation of nano-porous Palladium film by dealloying process using organic acid

東理大¹, ○(M1)西 智也¹, (M2)河本 明純¹, 宇部 卓司¹, 石黒 孝¹

Tokyo Univ. of Science.¹ ○Tomoya Nishi¹, Akizumi Kawamoto¹, Takuji Ube, Takashi Ishiguro

E-mail: 8218556@ed.tus.ac.jp

【緒言】Pd をナノポーラス化することで、表面積増大に起因する触媒や水素センサーなどへの応用が期待されている。我々は、Al-Pd 膜をキレート作用有するクエン酸水溶液中で反応させ、Al の脱合金反応によって、ナノポーラス Pd 膜 (NP-Pd 膜) に改質されることを見出した^[1]。本研究では、クエン酸同様にキレート作用を有するエチレンジアミン四酢酸(EDTA)に着目した。クエン酸イオンの最大配位数が 3 であるのに対して、EDTA イオンでは 6 となる。本研究では EDTA 水溶液を用いた脱合金処理と、従来のクエン酸水溶液の場合との比較・検討を行うことを目的とした。また、不完全に窒化した Al-N 膜は純 Al 膜に比べて水熱反応が促進される^[2]ため、Al-Pd-N 膜についても検討を行った。

【実験方法】Al-Pd-N 膜(70 nm)を、RF マグネトロンスパッタリング法により Eagle XG 基板に成膜した。Al 円盤(直径 75mm)上に Pd セクターを配置 (10 area%Pd) した複合ターゲットを用いた。スパッタは投入電力 30 W, N₂/Ar の混合(全圧力 1.33 Pa, 窒素ガス濃度 C_{N2}=0-4vol%N₂)とした。EDTA 水溶液(1.0×10⁻⁴ mol/L)に Na₂CO₃ を加えて調製した水溶液(pH:10.0, 温度: 95°C)で Al-Pd-N 膜の脱合金を行った。

【結果】図 1 に脱合金反応過程における膜の LED 白色光の透過率変化を示す。透過率の飽和時間はクエン酸を用いた場合の 600sec に対し、本研究の EDTA 水溶液(pH:10.0)の場合は 110sec と短縮された。図 2 に EDTA 水溶液(pH:10.0)中脱合金で得られた NP-Pd 膜の SEM 像を示す。C_{N2} 増加に伴いナノポーラス構造が変化していることが分かる。また EDS 組成分析の結果から、C_{N2} 増加に伴い Pd 純度が高くなることも判明した。

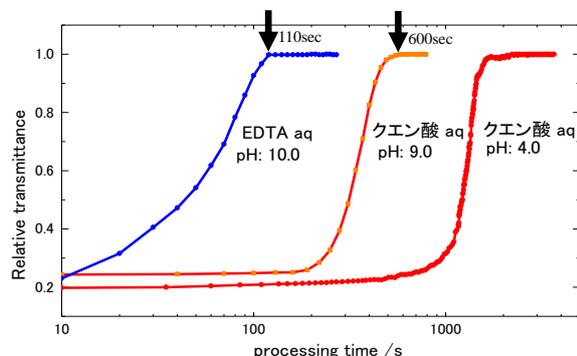


図 1 Al-Pd 膜の脱合金反応過程における透過率変化

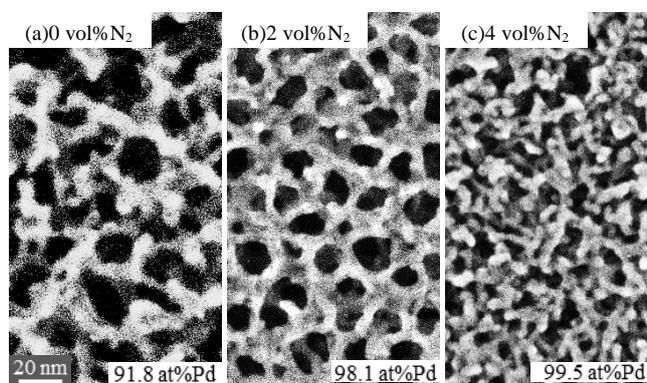


図 2 脱合金化後の NP-Pd 膜 (SEM 像)

[1] T. Harumoto et al., AIP Advances 5, 017146 (2015).

[2] T. Ishiguro et al., ISES Solar World Congress 2017, 3, 1107 (2017).