

化学的剥離による TiO₂ ナノチューブアレイと Pd 膜の二層メンブレンの作製

Preparation of TiO₂ nanotubes/palladium bilayer membrane by chemical exfoliation

慶應大・理工 °鈴木 普仁, 浅井 潤樹, 野田 啓

Keio Univ., °Fuhito Suzuki, Junki Asai, Kei Noda

E-mail: fusuzuki@keio.jp

【背景と目的】化石燃料に変わる新たなクリーンエネルギー源の1つとして水素が注目を集めている。本研究室では、半導体光触媒の1つである酸化チタン (TiO₂) のナノチューブアレイ (TNA) と水素選択的透過性を有するパラジウム (Pd) 膜から成る二層メンブレン (TNA/Pd メンブレン) の作製とその水素生成・透過機能に関する研究報告を行ってきた[1]。この TNA/Pd メンブレンにおいて Pd の更なる薄膜化による水素生成・分離特性の向上を図るために、これまで我々が採用してきた機械的剥離による手法ではなく、化学的剥離を用いた TNA/Pd メンブレンの作製を新たに試みたので、ここに報告する。

【実験と結果】従来の TNA/Pd メンブレンの作製手法としては、陽極酸化法を用いて TNA を作製し、光電析法による Pd 堆積を経て、最後に無電解メッキ法により TNA 表面に Pd 膜を作製していた。その後、真空熱処理を行うことで TNA を Pd 膜表面に転写し、機械的に剥離することで TNA/Pd メンブレンを作製していた[1]。本発表では、陽極酸化時における電解液 (フッ化アンモニウム (NH₄F) を溶かしたエチレングリコールに、純水を添加したもの) に乳酸を添加することで、従来の倍 (60V→120V) の高電圧下での陽極酸化が可能となり、陽極酸化に要する時間の短縮につながった。更に、Ti 板の陽極酸化を 3 段階に分けて行うことで、TNA の個々のナノチューブ内に欠陥部分を形成した。その後、TNA 表面にスパッタリング法を用いて Pd 微粒子を堆積させ、無電解メッキ法により TNA 表面に Pd 膜を作製した後、真空熱処理を行い TNA と Pd 膜の結晶化を行った。最後に H₂O₂ に浸漬させ、TNA の欠陥部分からの化学的剥離により TNA/Pd メンブレンの作製を試みた。(この化学的剥離プロセスの概略図を図 1 に示した。)

図 2 に示すように化学的剥離を利用した新手法を用いた TNA/Pd メンブレンの作製に成功し、従来手法と同様の TNA/Pd メンブレン構造を持つことが確認できた。また、新手法で作製した試料では、Pd 膜が大幅に薄膜化 (7μm→2μm) できることも実証された。

(参考文献)[1] J. Asai and K. Noda, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **36**, 04H101 (2018).

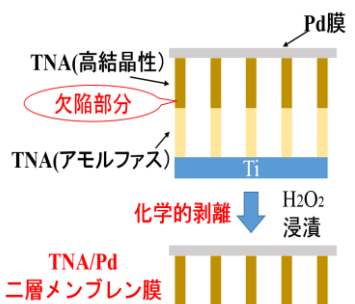


図 1. 化学的剥離による TNA/Pd メンブレン作製の概略図.

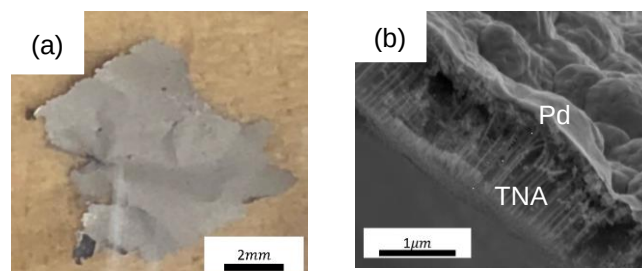


図 2. 化学的剥離により作製した TNA/Pd メンブレンの (a) 全体写真 (b) 断面 SEM 像.