

液中通電法による Au 微粒子生成過程の解析

○小澤 真一郎*, 北郷 萌, 工藤 直人, 宮崎 尚, 岡本 庸一

防衛大学校 機能材料工学科

Analysis of the formation process of gold nanoparticles by the electric current application in electrolyte solution

○Shinichiro Ozawa*, Moe Hokugo, Naoto Kudo, Hisashi Miyazaki and Yoichi Okamoto

Department of Materials Science and Engineering, National Defense Academy

1. 序論

陽極、陰極に同じ材料の電極(Au, Ag, Si など)を設置したビーカーに、電解質として無機塩(Na_2SiO_3 , Na_2CO_3 , Na_2SO_4 など)を溶解した電解質溶液を満たし、2 A, 10 ~ 30 Vの条件で数時間、液中通電法を実施することにより、電極材料由来の微粒子生成を確認したことを報告している¹⁾。これら微粒子の生成過程では、 H_2O の電気分解、電極材料のイオン化、さらに生成したイオンの再還元による微粒子成長過程の主に3つの反応が同時(もしくはある反応が律速)に進行すると考えられる。その中でも生成する Au 微粒子は、粒子径制御が可能になれば、さまざまな分野で有用な材料となり得る。今回、Au 微粒子の生成過程の詳細を検討するために、3 電極セルを用いた電気化学測定を行い、得られた結果について考察する。

2. 実験方法

液中通電法は、2 電極による通電実験のため、陽極、陰極それぞれで生じる電極反応を個々に解析することができない。したがって、本実験では、参照電極を加えた 3 電極とした電気化学測定(サイクリックボルタンメトリー、クロノアンペロメトリー)により作用電極で生じる電極反応について解析を行なった。セルは、参照電極(Ag/AgCl sat. KCl)、作用極(Au ディスク: $\phi 2$ mm)、対極(Pt ワイヤ)により構成した。電解質 NaCl を所定濃度 (0.1, 0.5, 1.0 mole / l)に超純水に溶解し、電解質溶液を調整した。サイクリックボルタンメトリーは、電位走査範囲 0 ~ +1.6 V、走査は酸化方向、電位走査速度 0.05 V / s の条件で実施した。

3. 結果と考察

図 1 に NaCl 電解質溶液のサイクリックボルタングラムを示す。NaCl 濃度の減少に伴い、酸化ピーク電流

の減少及びピーク電位の貴電位シフトを確認した。測定後の電解質溶液は、薄い黄色に変化していたため、測定前後の NaCl 溶液の UV-vis スペクトルを測定した。差スペクトルには新

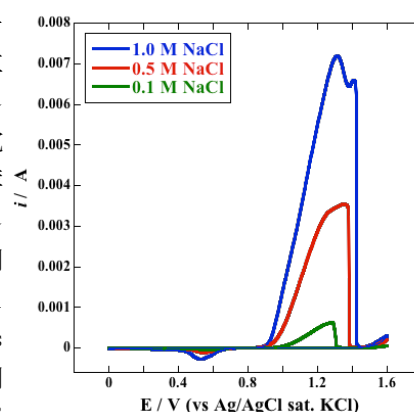


Fig.1 Typical cyclic voltammograms of NaCl electrolyte solutions.

なピーク、ショルダーが現れたが、Au イオン生成に起因するものは同定できなかった。そこで測定後の NaCl 溶液に還元剤(アスコルビン酸)を添加したところ、溶液が赤 → 紫 → 黒 と変色し、微粒子生成を目視により確認した。この微粒子を回収し、XRD により解析を行なった結果、Au であった(Fig. 2)。

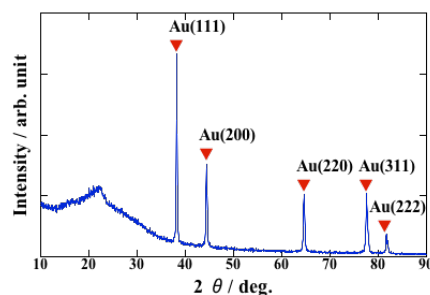


Fig.2 The XRD pattern of collected precipitate from 1.0 M NaCl electrolyte solutions.

液中通電法における Au 微粒子の生成過程を理解するために、3 電極電気化学測定により追跡した。今回使用した NaCl 溶液中では、Au のイオン化と生成した Au イオンの液中安定性が確認された。

文 献

- 1) Y. Okamoto, K. Kimura, H. Nkatsugawa, H. Miyazaki: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **65**, 548 (2018).

*E-mail: ozawa@nda.ac.jp