

課題番号 : F-16-AT-0106
利用形態 : 機器利用
利用課題名(日本語) : スパッタナノカーボン薄膜電極の表面修飾による機能化
Program Title (English) : Surface modification of a sputtered nanocarbon film for changing the electrochemical properties.
利用者名(日本語) : 芝 駿介
Username (English) : S. Shiba
所属名(日本語) : 埼玉工業大学 先端科学研究所
Affiliation (English) : Saitama institute of technology, Advanced Science Research Laboratory.

1. 概要(Summary)

近年、燃料電池や電気化学センサの開発において、金属ナノ粒子修飾カーボン電極が用いられている。多くの場合、金属ナノ粒子のみで電気化学反応が生じるため、この電極はナノ微小電極アレイ様の応答を示している。したがって、反応物質の溶液中での拡散挙動の解明は重要である。しかしながら、従来のナノ加工技術ではナノサイズの微小電極アレイを作るのが困難であり、理想的な系での電気化学応答の解析はシミュレーションにとどまっていた。

本研究では、原子レベルに平坦なフッ素化カーボン薄膜電極上に金ナノ粒子(AuNP)を散布した電極を作製し、平均粒径 30 nm AuNP 上でのみ反応するフェリシアニドをレドックスとしたサイクリックボルタンメトリー(CV)測定を行った。この研究のキーポイントは、カーボン表面の原子レベルの平坦性を維持したままフッ素化することにより、フェリシアニドとの反応性を低下させることで、AuNP 上でのみ電気化学反応が起こる限りなく理想的な系を構築した点である。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

反応性イオンエッチング装置(RIE)

【実験方法】

アンバランストマグネトロンスパッタ法により成膜したカーボン薄膜電極を、RIE 装置を用いて短時間フッ素化した。具体的には、反応チャンバ内の CF_4 ガスの圧力を 10 Pa, 流量を 10 sccm に維持したまま 40 W のパワーを加え、30 sec 処理した。続いて、AuNP 溶液(和光純薬, ~30 nm)をエアスプレーを用いて電極上に散布したのち、フェリシアニド(1 mM in 1 M KCl)中で CV 測定を行い、微小電極応答を観察した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

AuNP 散布後の表面形状を原子間力顕微鏡 (AFM) にて確認したところ、0.5 ~ 1 μm の間隔で高さ 30 nm 程度の凹凸構造が観察された。この電極を用いたフェリシアニドの CV 測定結果、シグモイド型のサイクリックボルタモグラムが得られ、微小電極応答を示していることが確認され、限界電流 $32 \mu\text{A cm}^{-2}$ が観察された (Fig.1)。この結果を既報のシミュレーション結果にあてはめてナノ粒子間の間隔を算出したところ、実際よりも広い 5 μm と観察された。一方で、電気化学測定後の AFM 測定を行ったところ、極めて平坦な表面形状が観察されたことから、散布した AuNP は水中にて容易に脱離したと考えられる。したがって、ナノ粒子を散布した際に、電極表面からナノ粒子が脱離しないよう固定化することができれば、理論的な取り扱いが容易な電極系構築という本研究のコンセプトの実現に近づくと考えられる。

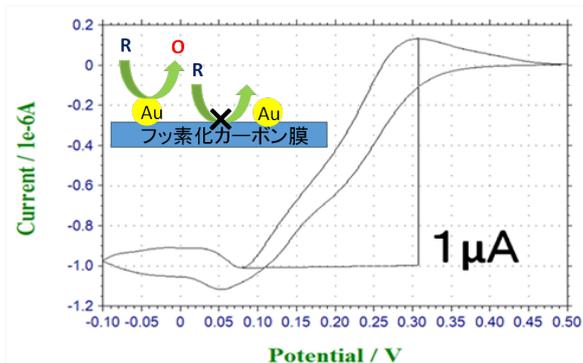


Fig.1 Cyclic voltammogram of AuNP-modified fluorinated carbon film electrode (area: 0.0314 cm^2) for 1 mM $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ in 1 M KCl aq, 10 mV/s. Inset figure shows the concept of our supposed electrochemical reaction.

4. その他・特記事項(Others)

なし。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent)

なし。