

オペランド AP-XPS を用いた動作中 Pt 薄膜 H₂ ガスセンサの研究 Operando AP-XPS Study of the Pt Thin Film H₂ Gas Sensor at Working Conditions

豊島遼^{1,*}, 田中貴久², 加藤太朗², 内田建², 近藤寛¹

¹慶應義塾大学, 〒223-8522 神奈川県横浜市港北区日吉 3-14-1

²東京大学, 〒113-8656 東京都文京区本郷 7-3-1

Ryo TOYOSHIMA^{1,*}, Takahisa TANAKA², Taro KATO², Ken UCHIDA² and Hiroshi KONDOH¹

¹ Keio University, 3-14-1 Hiyoshi Kohoku-ku, Yokohama, Kanagawa, 223-8522, Japan,

²The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo, 113-8656, Japan

1 はじめに

H₂ ガスセンサは、呼気や皮膚ガスによる疾病の早期発見、排気ガスによる自動車の状態診断、工業製品の品質検査など、様々な場面で重要である。近年、大気あるいは呼気中の H₂ ガスを高感度に検知可能な Pt 薄膜センサが開発された[1]。この Pt 薄膜センサは、表面の抵抗値変化を通して H₂ ガスの存在量を計測する。H₂ 分子が Pt 表面に吸着すると、表面の化学状態(酸化・還元状態)や構造が変化すると想定されるが、動作中のセンサ表面の振る舞いは十分には理解されていない。本研究は、動作原理の定量的モデル確立を目指して、H₂ ガス雰囲気中の抵抗値変化と化学状態の同時測定(オペランド測定)を実施した。

2 実験

オペランド測定は PF の BL-13B で行った。H₂ ガス雰囲気におけるセンサ表面を測定するため、雰囲気制御 X 線光電子分光(AP-XPS)を用いた[2]。今回は、試料温度は室温、H₂ ガス圧は最大 100 mTorr とした。X 線の入射エネルギーは、Pt 4f、O 1s 軌道に対してそれぞれ 150 eV、630 eV とした。試料は SiO₂/Si 基板上に成膜した Pt 薄膜(厚さ約 10 nm)を用いた。H₂ ガス曝露に対するセンサ動作(抵抗値変化)を計測するため、ソースメータを用いて 100 mV の電圧印加を行い、Pt 薄膜を流れる電流を計測した。

3 結果および考察

抵抗値の計測より、超高真空(10⁻⁹ Torr)と比較して、H₂ ガス雰囲気中(100 mTorr)では抵抗値が低下したため、H₂ ガスセンサとしての動作を確認した。

図 1 にオペランド AP-XPS 測定の結果(一例)を示す。超高真空の Pt 4f XPS スペクトルでは、Pt 金属(Pt_{bulk})と Pt 酸化物(Pt-O)[3]の 2 成分の存在が確認された。H₂ ガス雰囲気中では、スペクトルが低エネルギー側へシフトした。これは H₂ ガスによって Pt 表面が酸化状態から金属状態に変化したことを示す。O 1s XPS スペクトルからも H₂ ガス雰囲気において酸化物の減少が確認された。以上から、センサ動作中に Pt 表面が酸化状態から金属状態に変化することが判明した。

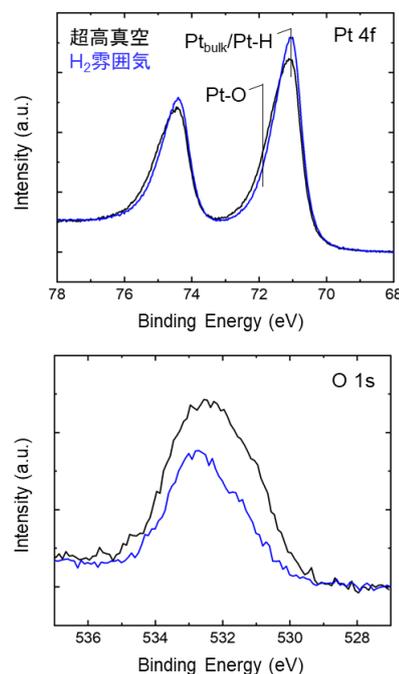


図 1 : H₂ ガスセンサのオペランド AP-XPS 測定。

4 まとめ

AP-XPS を用いて H₂ ガス雰囲気中で動作中の Pt ガスセンサをオペランド測定した。抵抗値と化学状態の変化から、H₂ による Pt 酸化物の還元がセンサ動作に関係することを実験的に明らかにした。

謝辞

本研究は JSPS 科研費 基盤研究(A) (19H00756)の助成を受けたものです。ここに感謝致します。

参考文献

- [1] T. Tanaka *et al.*, *Sens. Actuators B Chem.* **258**, 913 (2018).
- [2] R. Toyoshima *et al.*, *J. Phys. Chem. C* **116**, 18691 (2012).
- [3] D. J. Miller *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **107**, 195502 (2011).

* toyoshima@chem.keio.ac.jp