

イオン液体を介した真空蒸着による KBr (111) 結晶表面成長

KBr(111) Crystal Growth via an Ionic Liquid Flux in a Vacuum

東北大院工 °山内 美保, 丸山 伸伍, 大橋 昇, 松本 祐司

Tohoku Univ., °Miho Yamauchi, Shingo Maruyama, Noboru Ohashi, Yuji Matsumoto

E-mail: yamauchi@atomol.che.tohoku.ac.jp

【背景】NaCl 型結晶の {111} 極性面は、特異な触媒能や界面電気二重層など、特徴的な性質の産業応用が期待され、学術的・応用の両面から興味深い一方で、理論的に表面エネルギーが高く不安定であるため、平坦な (111) 表面を得ることは容易ではなかった。我々はこれまでに真空蒸着で作製したイオン液体 1-butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate [Bmim][PF₆] の微小液滴を介して KBr を成長させることで、原子レベルで平坦な KBr(111) 結晶 (3 μm 程度) の成長に成功したが¹⁾、特性評価や応用に十分な大きさの結晶は未だ得られていない。そこで本研究では、“結晶成長容器”としてのイオン液体の Al₂O₃ 基板に対する濡れ性を向上させることで、液滴の面積を増大させ、より大きな KBr(111) 結晶の成長を試みたので報告する。

【実験】α-Al₂O₃(0001) 基板を大気中 1000°C で 3 時間加熱し、清浄で原子ステップをもつ平坦表面を得た。イオン液体を蒸発させ、再びイオン液体を蒸着すると蒸着痕が“濡れ層”となり濡れ性が向上するため、イオン液体 1-ethyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethylsulfonyl)imide [Emim][TFSA] を滴下し、高真空中 300°C で 20 分間加熱して [Emim][TFSA] を蒸発させた。これにより同一基板上に濡れ層の存在部と非存在部を形成した。この基板処理を行った基板上に、CW-IR レーザー蒸着法を用いて、基板温度 110°C で [Bmim][PF₆](膜厚 100 nm)、及び KBr(膜厚 165 nm) をそれぞれ蒸着した。結晶の評価には光学顕微鏡と X 線回折法 (XRD) を用いた。

【結果と考察】[Emim][TFSA] の蒸発処理により形成した濡れ層により、[Bmim][PF₆] の濡れ性が改善され、マクロに濡れ広がった液膜が形成された。この液膜中には六角形及び四角形の KBr 結晶が存在したが、成長した典型的な結晶は Fig.1(a) に示すような直径 40 μm 程度の六角形板状結晶であり、“濡れ層”非存在部の液滴中に成長した結晶 {Fig.1(b)} よりも大きかった。また、六角形の内角が 120° で、表面が平坦に見えることから、表面は (111) 面を形成していると考えられる。面外 XRD 測定 {Fig.2(a)} から KBr の (100) 及び (111) ピークが観察され、面内 XRD 測定 {Fig.2(b)} から (111) 結晶は α-Al₂O₃(0001) 上にエピタキシャル成長していることが確認された。講演では、イオン液体の蒸着量と結晶サイズの関係についても報告する。

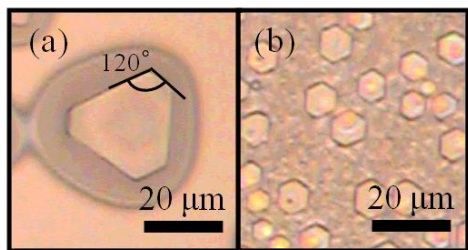


Fig.1 (a) 濡れ層存在部の KBr(111) 結晶
(b) 濡れ層非存在部の KBr(111) 結晶

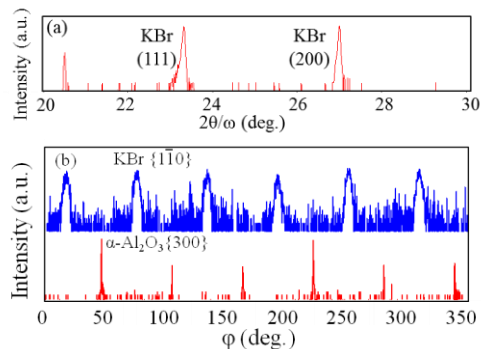


Fig.2 (a) 面外 XRD 測定結果
(b) 面内 XRD 測定結果

【参考文献】 1) S. Kato et al., Crystal Growth & Design, **10**, 3608-3611 (2010)