

18a-F11-1

液相レーザーアブレーション法を用いた硫化物半導体ナノ粒子の作製と物性評価

Preparation and Physical Properties of Sulfide Semiconductor Nanoparticles by a Solution-phase Laser Ablation Method

積水化学工業(株)¹, 九州大学² ○孫 仁徳¹, 辻 剛志²

Sekisui Chemical Co., Ltd.¹, Kyushu Univ.², ○Ren-De Sun¹, Takeshi Tsuji²

E-mail: son003@sekisui.com

近年、新規なナノ粒子の合成法として、液相レーザーアブレーション法 (LAL) が注目されている。この方法は、液中のターゲット物質にレーザー光を照射するだけでナノ粒子が得られる方法で、プロセスが非常に簡便である特長がある[1]。これまでに、金属のような単一成分子のナノ粒子の作製例が多数報告されている。しかし、二元以上の化合物系では、出発物質の組成と異なる生成物が得られてしまう報告例も多数あり、組成制御性が課題であった[2]。

本検討では、光電変換材料や可視光応答型光触媒などへの応用が期待される硫化物半導体のナノ粒子化について検討を行った。LAL 法を用いた硫化物半導体ナノ粒子の作製に関する報告例は殆どなく、この方法が有効であるかどうかを見極めるのが本検討の主な目的である。

図 1 (a)は本検討で用いたレーザー照射実験のイメージ図である。硫化物半導体の例として、低融点の硫化アンチモン (Sb_2S_3) を用いた。レーザー照射は Sb_2S_3 原料粒子 (粒径 $\sim 20\mu\text{m}$) の懸濁液に非集光方式で行った。図 1(b)は水溶液中で波長 1064nm のレーザー光で 15 分間照射後の分散液の TEM 写真である。粒径 20nm 以下のナノ粒子が生成していることが分かった。しかし、粒子の元素組成分析を行ったところ、20atom%の酸素が含まれており、粒子の一部が酸化されていることが判明した (表 1)。粒子の酸化を抑制するために、アルゴンガス置換による溶存酸素の除去や還元性物質の添加、または水の代わりに、有機溶媒を用いた照射実験を試みた。その結果、粒子の酸化は水中の溶存酸素除去や還元性物質の添加により大きく抑制できることが分かった。得られたナノ粒子は比較的低い温度 (200℃) での熱処理により結晶化し、良好な可視光吸収性と半導体特性を示すことが確認された。また、有機溶媒を用いた場合も大きい酸化抑制効果が認められ、得られたナノ粒子が優れた分散安定性を有することが分かった。しかし、有機溶媒を用いた系では、照射後に CS_2 、 CO 、 CH_4 などのガス成分が検出され、一部溶媒の分解が示唆された。

「参考文献」

1. G. W. Yang (Editor), Laser Ablation in Liquids (2012), Pan Stanford Publishing.
2. T. Tsuji, et al, Chem. Lett., 33, 1136(2004).

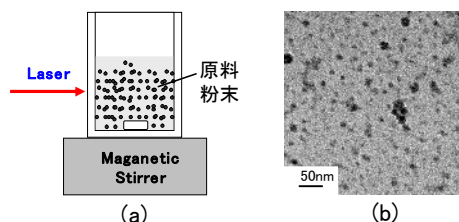


図 1. レーザー照射実験のイメージ図 (a)と、照射後の粒子の TEM 像(b)。

表 1. Sb_2S_3 ナノ粒子の元素組成。

サンプル	元素組成 (atom%)			
	S	Sb	O	S/Sb比
Arガス置換無	41.9	38.1	20.0	1.10
Arガス置換有	58.0	40.0	2.0	1.45