

メソポーラスシリカ薄膜の細孔中へのナノ粒子の形成と TiO₂ ナノ粒子含有薄膜の物性

Formation of Nanoparticles to the Pores of Mesoporous Silica Thin Film and Materials Properties of TiO₂ Nanoparticles-Containing Film

福岡大・理 日高 康宏, 古賀 克巳, 田尻 恭之, [○]香野 淳

Fukuoka Univ., Y. Hidaka, K. Koga, T. Tajiri, [○]A. Kohno

E-mail: kohno@fukuoka-u.ac.jp

【はじめに】サイズ制御された酸化物ナノ粒子を基板上に形成することにより、高性能なメモリ素子等が実現できると期待される。本研究グループでは、安価でサイズ制御性に優れた手法として、メソ多孔体の細孔を鋳型とするナノ粒子の合成手法に着目し、メソ多孔体薄膜の形成と細孔サイズ制御プロセスの開発、酸化物ナノ粒子の形成とナノ粒子の物性研究を行っている[1, 2]。本報告では、アモルファスシリカの壁で隔てられた 1 次元細孔が 2 次元六方晶構造に配列したメソ多孔体 SBA-15 を Si 基板上に作製し、薄膜の細孔中に二酸化チタン (TiO₂) 粒子を合成するプロセス技術の確立と、TiO₂ ナノ粒子を含有する薄膜の光学特性並びに電気特性について報告する。

【実験】トリブロックコポリマーEO₂₀PO₇₀EO₂₀ (P123), Tetraethylorthosilicate (TEOS), H₂O, HCl, エタノールを用いて SBA-15 の前駆体溶液を作製し、溶液を Si 基板上にスピンコートした後、乾燥、焼成を行って SBA-15 薄膜を作製した。TEOS に対する P123 のモル比を変化させることにより細孔サイズを約 2~5 nm の間で制御することができた。SBA-15 薄膜を TiO₂ 形成の前駆体溶液 (四塩化チタン (TiCl₄) エタノール) に浸漬させた後、表面に付着した前駆体溶液をほぼ完全に洗い流し、その後、乾燥、焼成を行って細孔中に TiO₂ ナノ粒子を合成した。X 線回折, X 線反射率測定による細孔構造解析, ナノ粒子の形成の確認を行った後、可視・紫外域の光学物性並びにナノ粒子含有薄膜の電気容量-電圧 (C-V) 特性を調べた。

【結果と考察】細孔サイズの異なる SBA-15 薄膜中に TiO₂ ナノ粒子を形成し、TiO₂ 形成前後の光反射率スペクトルを解析した。その結果、サイズの縮小とともに光学吸収端が高エネルギーシフトしていることが示唆された。Fig. 1 は薄膜上に金電極を作製した Au/TiO₂@SBA-15/p-Si 構造の電気容量-電圧 (C-V) 特性である。反時計回りのヒステリシスの様子から膜中或いは界面の電子準位への電子注入・放出が起こっていることが分かる。また、ゲート電圧を正から負に掃引した際、ゲート電圧 1V 付近に電子放出にともなう特徴的なこぶが見られ、その後 0.8V では印加最大電圧によらず同じ状態になる様子が見られる。これは TiO₂ ナノ粒子を形成していない SBA-15 薄膜には見られない特徴であり、ナノ粒子への電子注入・放出によるものと考えられる。

【謝辞】本研究の一部は独立行政法人科学技術振興機構 (JST) 研究成果展開事業 A-STEP フィージビリティスタディ (FS)・探索タイプ (No. AS251Z01880M) の支援を受けて実施された。

【参考】[1] A. Kohno *et al.*, IOP Conf. Series: Mater. Sci. Eng. **24** (2011) 012019. [2] T. Tajiri *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **49** (2010) 06GH04.

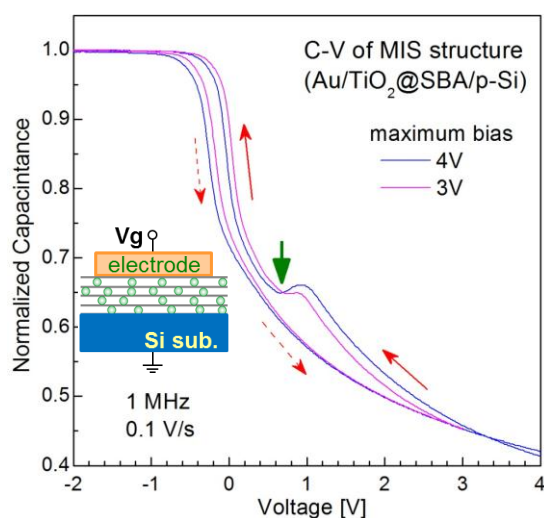


Fig. 1 Capacitance-voltage (C-V) characteristics of Au/TiO₂-containing SBA-15/Si structure.