

急速熱酸化法による SiO_x ナノワイヤーの形成

Formation of SiO_x nanowires by rapid thermal oxidation method

三重大院工 〇(M1) 富野 泰介、増田 翔、小塩 明、小海 文夫

Mie Univ., 〇Taisuke Tomino, Sho Masuda, Akira Koshio, Kokai Fumio

E-mail:koshio@chem.mie-u.ac.jp

【序論】 SiO_x ナノワイヤー(NW)は様々な形成法が報告されており、レーザー蒸発法^[1]、化学気相成長法^[2]、熱処理法^[3]などが知られている。我々は硝酸銅水溶液 ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$) に Si 粉末を浸漬後、乾燥させた粉末試料の熱処理をする非常に簡便な方法により SiO_xNW 形成に成功している^[4]。本研究では反応中のリアルタイム観察によって、非常に急速な酸化反応によって SiO_xNW が形成されていることを見出した。本発表では Si 粉末を $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$ に浸漬後、乾燥させた粉末試料の熱処理による SiO_xNW 形成機構の解明と、 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$ の代わりに CuO に用いた熱処理によって合成した SiO_xNW の詳細な分析について報告する。

【実験】Si 粉末(粒径:500 nm) を 3 mol/L の $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$ に浸漬後、乾燥した粉末試料を 1000°C で熱処理した。このとき雰囲気ガスには Ar を用いた。反応の様子を観察するため熱処理装置に取り付けたのぞき窓の外から動画撮影を行った。この熱処理の結果を受け原料を変更した実験を行った。 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$ を用いた時と同様の手順で Si 粉末と CuO(粒径:<10 μm)粉末を混合した試料の熱処理を行った。熱処理で得られた生成物の評価には走査型電子顕微鏡(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)、制限視野電子回折(SAED)を用いた。

【結果・考察】反応の様子を撮影した動画から、 SiO_xNW は約 900°C で起きる短時間の激しい反応によって形成されることが分かった(Fig. 1)。更に反応を観察した結果、急激な反応が起きる前の昇温段階において $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ は CuO に熱分解されていると考えられたので、試料の $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$ を CuO 粉末に変更して熱処理を行った。CuO を用いた熱処理においても $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2\text{aq}$ を用いた場合と同様に、先端粒子を持つ SiO_xNW が見られた(Fig. 2(a))。また、SAED パターンで見られた Si(111)の回折点から結像した暗視野像より、先端粒子が結晶性 Si であることが分かった (Fig. 2(b))。試料中の CuO は高温中で還元される。この還元反応で生じた酸素が Si の急激な酸化反応を引き起こす。これが急激な膨張・拡散による気相中での反応となることで、金属触媒を含まない SiO_xNW 形成に有利に働いたと考えられる。

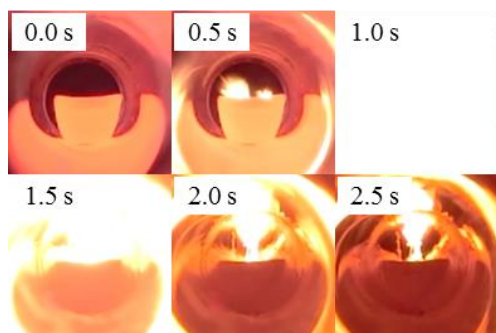


Fig. 1 Snapshots of rapid oxidation reaction recorded at 0.5-second interval.

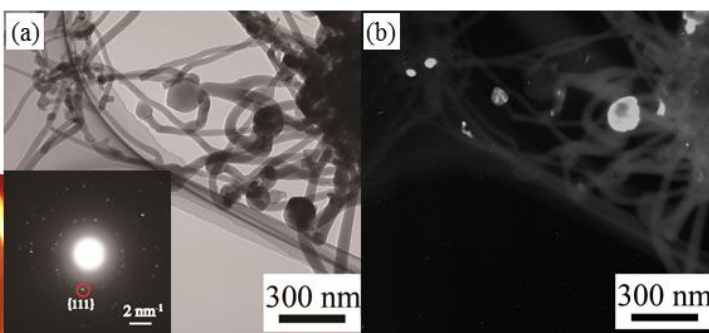


Fig. 2 (a) TEM image of SiO_xNWs . Inset shows SAED pattern recorded at 0.5-second interval. (b) Dark-field image corresponding to (a).

[1] D. Yu *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, 73, 3076 (1998)

[2] Y. Wang *et al.*, *J. Mater. Chem.*, 12, 651 (2002)

[3] G. Meng *et al.*, *Appl. Phys. A*, 76, 119 (2003)

[4] S. Masuda *et al.*, 46th Annual Meeting of Union of Chemistry-Related Societies in Chubu Area, Japan