

熱 CVD 法により形成されたシリカナノリボンの構造評価 Structural characterization of silica nanoribbons formed via thermal CVD method

三重大院工[○](M2) 小川高司, 小塩明, 小海文夫

Mie Univ., Takashi Ogawa, Akira Koshio, Fumio Kokai

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

【はじめに】シリカナノ構造体においてはナノ粒子、ナノワイヤー、ナノチューブ、ナノリボンをはじめ、他元素とのコアシェル構造体などが形成できることが報告されている。これらの物質は半導体材料、蛍光材料、また、触媒担体や金属微粒子との複合材料としての応用が期待されている。特にシリカの 2 次元構造体であるシリカナノリボンについては Jung らによって報告された、らせん状シリカナノリボンのテンプレート法によるゾルゲル合成^[1]と、Wang らによって報告された、グラッシーシリカナノリボンの Cr-S 系を触媒に用いた CVD 合成の手法^[2]などが存在する。いずれも擬似的な 2 次元構造を有しており、それぞれ異なる形状異方性を有していることから形状異方性に由来する特性の発現が期待できる。我々はニッケル化合物内包カーボンナノチューブの形成実験^[3]の過程でシリカナノリボンが形成されることを見出した。本研究では安価な原料と簡易な熱処理によるシリカナノリボン形成の手法を開発し、その構造評価を行うとともに、ナノリボンの形成メカニズムについても考察を行った。

【実験方法】反応容器として用いる片閉じ石英細管に $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ とシリコンウエハを入れ、電気炉内に配置し、所定の温度で熱処理を行った。典型的な熱処理条件は処理温度 900℃、処理時間 60 min、内圧 1 atm であった。また、電気炉の昇温から熱処理、降温までは全て不活性ガス中で処理を行った。

【結果と考察】熱処理後シリカナノリボンは $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ の分解物上に生成した。同時にファセット粒子、リボン以外の 2 次元構造体なども生成していた。Fig.1 (a)と(b)はそれぞれ典型的な条件で生成した試料の SEM 像と TEM 像である。TEM 像からナノリボンは厚さ平均 9 nm、幅平均 722 nm であり、長さは数 μm 以上であることがわかった。リボンの幅の分布は Fig.1 (c)に示すように約 100 nm-1.5 μm であった。

生成物の XPS スペクトルでは SiO_x に由来するスペクトルのみが検出されたため、ナノリボンの組成は SiO_x であることがわかった。また XRD パターンとファセット粒子の SAED から、ファセット粒子は金属ニッケルであることがわかった。ナノリボンについても SAED 解析を行ったが回折点が得られなかったため、シリカナノリボンはアモルファスであると考えられる。生成物をエタノール中に超音波分散させ、ネオジム磁石を用いてファセット粒子を取り除いた分散液では、リボンは約 7 割の純度(リボンの数/全体の構造体の数)で得られた。さらに、実験条件を変化させて形成した試料について詳細な形態観察を行った。一連の実験で得られたナノリボンの形態とその変化から生成メカニズムを考察した。

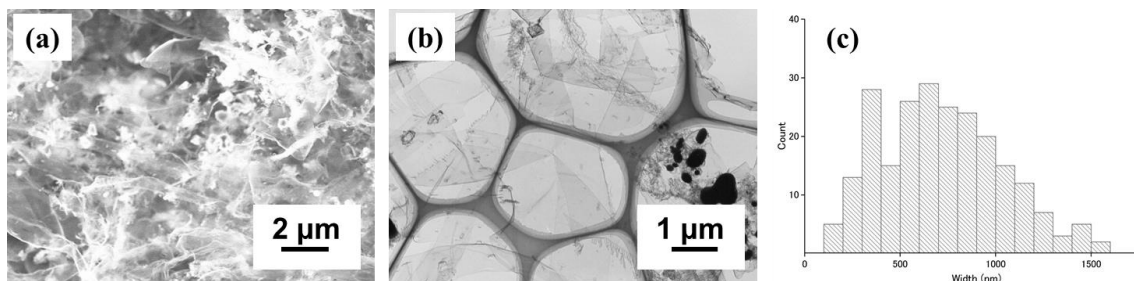


Fig. 1: (a) SEM image and (b) TEM image of products and (c) width distribution of nanoribbons

【参考文献】

- [1] J. H. *et al.*, J. Am. Chem. Soc., 123, 8785 (2001)
- [2] S. Wang *et al.*, Scientific Reports, 6, 34231 (2016)
- [3] 小川ら, 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会, 15-P9-10 (2016)