

レーザー蒸発法による Si/Ge ターゲットからの酸化ケイ素ナノチューブの形成

Formation of silicon oxide nanotubes by laser vaporization of Si/Ge targets

三重大院工¹, 阪大電顕センター²

○吉田 崇倫¹, 平岩 昂¹, 秦野 和也¹, 小塩 明¹, 小林 慶太², 坂田 孝夫², 保田 英洋², 小海 文夫¹

Mie Univ.¹, Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy²,

○Takatsugu Yoshida¹, Takashi Hiraiwa¹, Kazuya Hatano¹, Akira Koshio¹, Keita Kobayashi², Takao Sakata², Hidehiro Yasuda², Fumio Kokai¹

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

【はじめに】酸化ケイ素ナノチューブ(SiO_x NT)はゾルゲル法, 化学気相析出法, 高温電気炉中でのレーザー蒸発と熱蒸発を組み合わせる方法等により形成されている。我々は, 高圧 Ar ガス中での Si/Ge ターゲットの連続発振レーザー蒸発により, SiO_x NT が形成されることを見出した。SiO_x NT やその先端に付着する粒子のキャラクタリゼーション, NT 直径と先端粒子直径の関係, Ar ガス圧の NT 直径および長さへの影響等に基づき, NT の生成機構について議論する。

【実験方法】比率を変えて Si と Ge の粉末を混合し加圧成形したものをレーザー照射用のターゲットとした。雰囲気ガスとして, Ar をステンレスチャンバー内に封入し(ガス圧: 0.01–0.9 MPa), 室温でターゲットに連続発振 Nd:YAG レーザー光を照射した(レーザーパワー密度 18 kW/cm², 照射時間 2 秒)。チャンバー内に堆積した生成物を走査型(SEM)および透過型(TEM)電子顕微鏡観察およびエネルギー分散型 X 線分光(EDX)により解析した。

【結果と考察】SEM 観察から Ge 含有率が高い(90–95 原子量 %)場合に, Ar ガス圧 0.03–0.9 MPa の条件で, NT と多くの粒子が生成することがわかった。NT を中心にして解析を行った。図 1 は Ge 含有率 95 原子量 %のターゲットを用い, Ar ガス圧 0.9 MPa で得られた NT 先端付近の TEM 像の 2 つの例である。NT の先端には球または長球状のナノ粒子が付着している。図 2 は先端粒子および NT における EDX ラインスキャンプロファイルである。先端粒子からは Ge 原子が豊富に検出され, NT からは Si および O 原子が検出された。制限視野回折パターンおよび暗視野像解析から, 先端粒子には Ge 結晶が存在し, NT はアモルファス構造であることがわかった。Ar ガス圧 0.03–0.9 MPa で, NT の直径は 17–80 nm, 長さは 0.1–3.8 μm であり, ガス圧が低くなると細くて短い NT が得られる傾向があった。また, NT 直径と先端粒子直径には強い相関性が見られ, Ge を触媒とする vapor-liquid-solid 機構が SiO_x NT 成長に寄与すると考えられる。混合ターゲットへのレーザー光照射後, Ge が豊富な溶融粒子が形成されて成長のシードとなり, 溶融粒子表面で Si および O が拡散して過飽和析出することにより, アモルファス SiO_x NT が成長する。

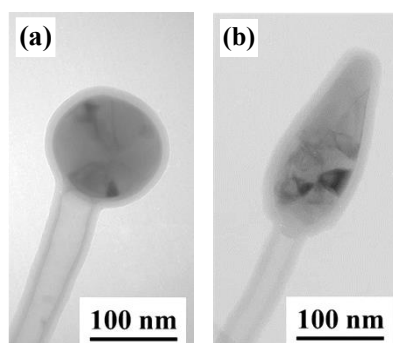


Fig. 1. TEM images of NTs attached with (a) spherical (b) elliptical particles.

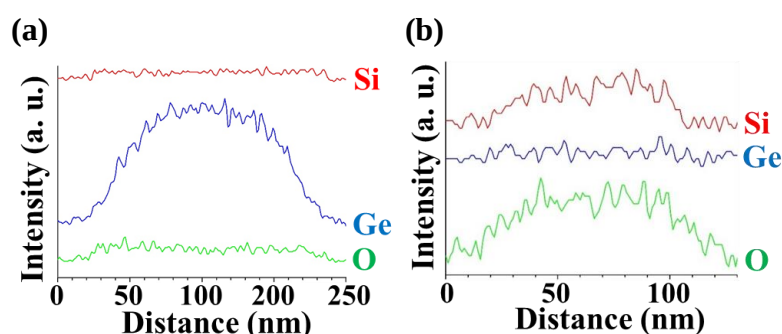


Fig. 2.EDX line scan profiles at (a) tip NP and (b) NT.