金属ナノ粒子を用いた固体ナノポアの作製とサイズ制御

Fabrication and size control of solid-state nanopores with metal nanoparticles

甲南大理工　○立溝 優羽，内藤 宗幸

Dept. Chemistry, Konan Univ., ○Yu Tatemizo, Muneyuki Naito

E-mail: naito22@konan-u.ac.jp

[緒言]　セラミックス基板上に形成された Au ナノ粒子に高温熱処理を施すと、ナノ粒子の基板内部への分散に伴いナノポアが形成されることが知られており[1]、新たな固体ナノポア作製手法として注目されている。従来の固体ナノポア作製法と比較して、本手法ではプロセスの簡素化・低コスト化が期待できるが、形成されるナノポアのサイズ制御が課題とされる。本研究では、ナノポアのサイズ制御を目的とし、熱酸化 Si 膜上に作製した Fe 及び Ni ナノ粒子によるナノポア形成過程を調べた。

[実験操作]　表面に熱酸化膜を有する単結晶 Si ウェハーを基板とし、電子ビーム蒸着法により膜厚 5 nm の Fe 及び Ni 連続薄膜を作製した。得られた試料は、赤外線ランプ加熱法により真空下で室温から 1100 ºC まで 18 ºC/min で昇温したのち、最大で 180 min 熱処理をした。as-deposited 試料及び熱処理試料の形態・構造評価は原子間力顕微鏡法、透過型電子顕微鏡法（TEM）、電子回折法により行い、組成分析はエネルギー分散型 X 線分光法を用いた。

[結果と考察]　Fig. 1(a,b)は Fe 及び Ni 蒸着後、1100 ºC で熱処理した試料の断面 TEM 像である。固相ディウェッティングにより形成されたナノ粒子が熱酸化 Si 膜内部にナノポアを形成しながら沈み込んでいる様子が確認できた。このとき、Fe ではナノ粒子径の約 15 %、Ni では約 35 %の径を有するナノポアが形成されていた。ナノ粒子とナノポアとの界面近傍における断面 TEM 像を Fig. 1(c,d)に示す。ナノ粒子は球体に近い形状を有しているが、ナノポアとの界面には平坦な領域が形成されていた。電子回折実験の結果、これらの領域はそれぞれの結晶の最安定面である Fe(110)、Ni(111)ファセットに対応することが分かった。また、断面方向からみたファセットの長さはナノポア径とほぼ等しいが、Ni ナノ粒子に比べ Fe ナノ粒子では、ナノ粒子径に対するファセットの長さが小さいことが明らかとなった。このような差異が見られた理由として、基板表面でナノ粒子にファセットが形成される際、Ni(111)面は他の安定面との表面エネルギー差が大きいため形成面積が大きいが、Fe(110)面ではその差が小さいため形成面積が小さくなったと考えられる。このように金属の種類とナノ粒子の粒子径を適切に選択することでナノポア径の制御が可能であることが明らかとなった。

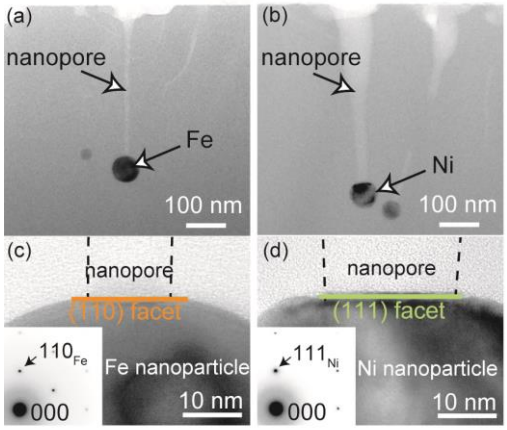

Fig.1 Cross-sectional TEM images of (a,c) Fe and (b,d) Ni nanoparticles in the annealed samples. (c,d) The magnified TEM images taken from the interfaces between nanopores and nanoparticles.

[1] L. de Vreede *et al.*, *Nano Lett.*, 15, (2015) 727.

© 2019年 応用物理学会