ナノ構造制御された多孔質ジルコニアの作製と光学特性

Fabrication and optical properties of nanostructure-controlled porous zirconia

東北大多元研　○(M1)櫻山友香莉，小野寺恒信，及川英俊

IMRAM, Tohoku Univ., ○Yukari Sakurayama, Tsunenobu Onodera, Hidetoshi Oikawa

E-mail: yukari.sakurayama.s7@dc.tohoku.ac.jp

【緒言】媒体中にナノ粒子などを分散させた、波長オーダーでの不規則な屈折率分布構造をもつランダム媒質では、多重散乱光の干渉効果により局所領域において高い光閉じ込め効果を実現できることが示唆されている[1]。このランダム媒質は、材料や形状の自由度が高く、簡便・安価に作製可能なレーザー素子として注目されている。本研究では、散乱体としてナノ粒子ではなく、多孔質構造を導入したジルコニアを用いたレーザー発振特性の評価を行い、空孔サイズなどの構造パラメータとの相関を検証することとした。

【実験】ゾルーゲル法[2]により多孔質ジルコニアを作製した。ジルコニア前駆体として 1.4 M の zirconium oxychloride エタノール溶液を、鋳型粒子として polystyrene ナノ粒子（PS NPs）を採用した。ガラス基板上に作製した PS NPs の堆積薄膜にジルコニア前駆体を充填後、70 ˚C で 4 時間乾燥した。その後、350 ˚C で 4 時間、580 ˚C で 6 時間焼成を行い、ジルコニアを生成させるとともに PS NPs を除去した。得られた多孔質ジルコニアを粉末法X線回折（XRD）測定やフーリエ変換赤外吸光分光法（FT-IR）および走査型電子顕微鏡（SEM）観察により評価した。また、多孔質ジルコニアに適切な蛍光色素を添加し、レーザー発振特性の解析を行った。

【結果・考察】ゾルーゲル法により、多孔質ジルコニアの作製に成功した。空孔サイズは PS NPs の粒径により制御可能であり、約 150 nm から 1 μm の空孔を有する多孔質ジルコニアを SEM 観察により確認した（**Fig. 1**）。また、焼成前後の粉末法 XRD パターンには、焼成時間の増加とともにジルコニア由来のピークが顕著に現れ、580 ˚C での焼成後には結晶構造がテトラゴナルなジルコニアであることが確認された（**Fig. 2**）。この結果から多孔質ジルコニアの結晶構造がほぼ均質であることが示唆され、また FT-IR の結果から PS NPs が完全に除去されたことが確認された。当日は、多孔質ジルコニアに蛍光色素を添加し、レーザー発振特性の結果についても合わせて報告する。

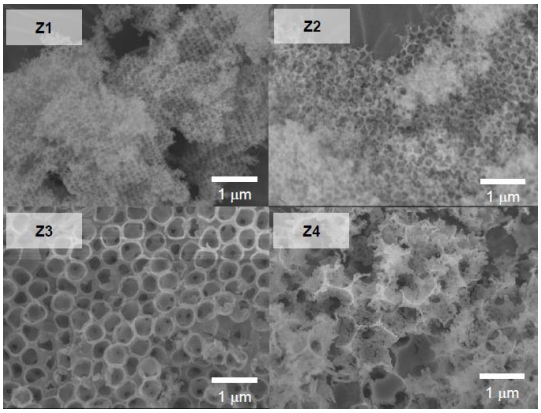

Fig. 1 SEM images of ZrO_2 porous structures after calcination at 580 ˚C. Pore sizes: (Z1) 150 nm, (Z2) 220 nm, (Z3) 470 nm, and (Z4) 700 – 1000 nm.

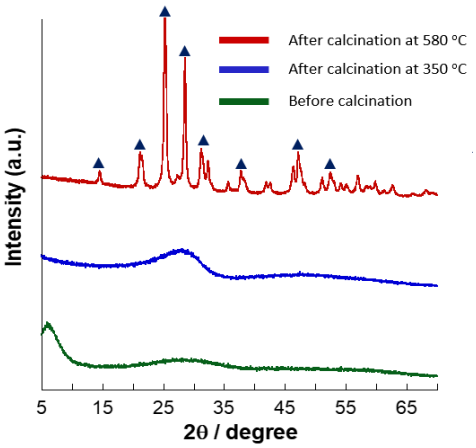

Fig. 2 Powder XRD patterns for porous ZrO_2. The XRD peaks of tetragonal zirconia were marked with triangles.

参考文献

[1] D. S. Wiersma *et al.*, *Nat. Phys.*, **2008**, 4, 359–367., [2] Y. Zhao *et al.*, *Mater. Lett.*, **2007**, 61, 4784–4786.

© 2019年 応用物理学会