

Ge 水溶液を用いた再結晶化法による結晶 GeO_2 ナノ粒子の形成

Formation of crystalline GeO_2 nanoparticle by recrystallization using Ge solution

阪大院工、[○](M1)谷口 大介、垣内 弘章、安武 潔、大参 宏昌
Osaka Univ、[○]D. Taniguchi、H. Kakiuchi、K. Yasutake、and H. Ohmi
E-mail:taniguchi@ms.prec.eng.osaka-u.ac.jp / ohmi@prec.eng.osaka-u.ac.jp

1. 結 言

GeO_2 は、 SiO_2 に比べて高い誘電率、屈折率、および青色のフォトルミネッセンスピークを持つことから、発光デバイス等の光デバイスへの幅広い応用が期待されている。また、水晶 (SiO_2) に比べて優れた圧電特性を示すことから、注目される機能材料である。このような特性を鑑み、 SiO_2 に比べて優れた特性を持つ GeO_2 を利用した種々の微小デバイスが期待される。この実現には、ナノサイズの高品質結晶 GeO_2 の形成が必須となる。しかし、現在結晶 GeO_2 ナノ粒子 (ncp- GeO_2) の形成には、特殊な界面活性剤、高価な有機系原材料、複雑な合成条件、もしくは高温・真空プロセスが必要とされている。このため、より安価・簡便かつソフトな環境下で ncp- GeO_2 を形成する手法が求められている。本研究では、 GeO_2 に弱い水溶性があること、さらには Ge が過酸化水素水に可溶であることに着目し、溶液中での再結晶化法により ncp- GeO_2 を形成することを試みている。本報告では、溶液中での良好な結晶性を持つ ncp- GeO_2 の形成を目指し、初期溶液中の Ge 濃度や再結晶化温度等に対しての、 GeO_2 ナノ粒子の形成挙動 (粒径、粒密度)、組成、ならびに結晶性を調査した。

2. 実験方法

実験では、過酸化水素水 30 ml に各重量の Ge、ならびに超純水中に粉末状 GeO_2 を溶解させ、ゲルマン酸として溶解した Ge 溶液を作製した。この溶液を Si 基板上に滴下し、乾燥温度、Ge 濃度、乾燥時の雰囲気成分 (空気、窒素) 等を変化させ、再結晶化により形成された GeO_2 粒子の評価を行った。得られた析出物の形態は、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察し、組成および結晶性をフーリエ変換型赤外吸収分光法 (FT-IR)、ラマン分光法等を用いて評価した。

3. 実験結果

Fig.1 に、Ge と過酸化水素水を用いて Si 基板上に析出させた代表的な GeO_2 粒子の SEM 像、ならびに GeO_2 粒子の平均粒径の溶液 Ge 濃度依存性を示す。SEM 像より、球形を呈する微粒子が析出している様子が確認できる。さらに、Fig.1(b)より溶液 Ge 濃度の減少に伴い、 GeO_2 粒子の平均粒径が単調減少することが分かる。また、析出した粒子の結晶性をラマン分光法により評価したところ、 α -石英型 GeO_2 ナノ粒子の形成が確認できた。

4. 結 言

水溶液を用いた再結晶化法により、ncp- GeO_2 の形成を試みた。その結果、本手法により α -石英型 GeO_2 ナノ粒子の形成が可能であること、低い溶液 Ge 濃度、再結晶化の際の高い蒸発速度が、微小粒径の形成に必要であることが分かった。

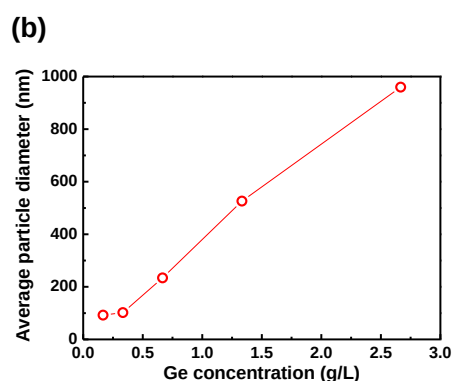
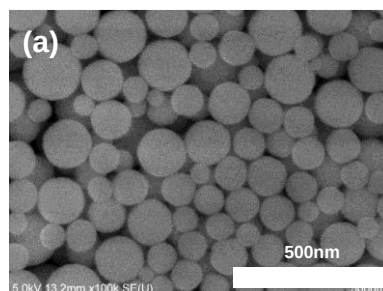


Fig.1 SEM image(a) of GeO_2 nanoparticle prepared on Si substrate from 0.167 g/L H_2O_2 solution. Ge concentration dependence of particle size (b).