

(様式第4号)

Al をドーピングした ZnO ナノ粒子の局所構造観察
Observation of fine structure of Al-doped ZnO nanoparticle

上原雅人
Masato Uehara

産業技術総合研究所

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)

1. 概要

酸化亜鉛 (ZnO) は、導電特性および光学特性などの優れた特性を有している。我々は、有機溶媒中での液相合成により、Al がドーピングされた ZnO ナノ粒子の合成を試みた。得られた試料について軟 X 線を用いた XPS 表面分析を行い、Al の局所構造について検討した。

(English)

Zinc oxide (ZnO) is an attractive candidate because of the electrical and optical properties. We tried to synthesize Al-doped ZnO nanoparticles in an organic solvent. The synthesized product had been analyzed in the XPS using a soft X-ray and we discussed the fine structure.

2. 背景と研究目的：

酸化亜鉛(ZnO)は、導電特性および光学特性などの優れた特性を有している。一方、ナノ粒子合成においては、近年、高沸点の有機溶媒中で高品質なナノ結晶の合成例が数多く報告されている。ナノ粒子は、ビルディングブロックとして、発光素子、太陽電池、共鳴トンネルやメモリなどの量子素子への利用など様々な分野で期待されている。我々は、有機溶媒中での ZnO ナノ粒子の製造およびドーピング方法の開発を行っている。本研究では、Al ドーピング ZnO ナノ粒子の開発を目的とした。合成したナノ粒子は ICP 分析により、Al 添加量を増加させると Al 含有量が増大することを確認した。また、ESR 分析においても Al 添加量の増加に伴い、不対電子濃度の増大が示唆され、ZnO ナノ粒子中に Al が添加されていると推察された。

本実験では、この試料について、軟 X 線を用いた XPS による表面分析を行い、合成した ZnO

ナノ粒子中への Al の存在箇所を調査した。

3. 実験内容：

本実験は、電子の平均自由行程の運動エネルギー依存性を利用して、粒子表面についての分析を行う。合成したナノ粒子を有機溶媒から分離回収し、乾燥したのちにカーボンテープに固定した。カーボンテープはシリコン基板にマウントした。この基板を、BL12の光電子分光測定にセットし、実験に供した。試料はAl濃度が1at%(ICP分析による)のものを分析した。ナノ粒子の粒径は、電子顕微鏡により約10nm程度であることを確認した。XPS分析には180eV~700eVの入射光を用い、Al2p(Binding Energy: 74.4eV)とZn3p (Binding Energy: 88.6および91.4eV)について分析した。

4. 結果、および、考察：

Zn3p のピークはいずれの入射光でも明瞭に確認できた。Al2p のピークは、入射光のエネルギーが大きいほど小さくなったが、700eV でも

ピークは確認できた。この結果より、Alは表面に多く存在するものの、粒子内部にも存在すると考えられる。図2は、ZnO中の電子の平均自由行程をTanumaらの式¹⁾により求めたものである。運動エネルギーが630eV程度で、平均自由行程は2nm程度である。電子顕微鏡観察においては、粒子表面に異物は観察されず、明瞭なコア・シェル構造も見られなかった。従って、本試料においては、粒子内部にAlは存在し、表面から2nm程度の深さまでに偏在している可能性が示唆された。本試料表面は凹凸が小さいこと、Zn3pのイオン化断面積の入射光エネルギー依存性について不明であることから現状での定量的な議論は難しいが、軟X線を用いたXPS分析により、10nm程度のナノ粒子の複合構造について解析することが可能であることがわかった。今後、合成条件の検討とともに、分析試料の調製方法を最適化し、定量的な構造解析を行う。

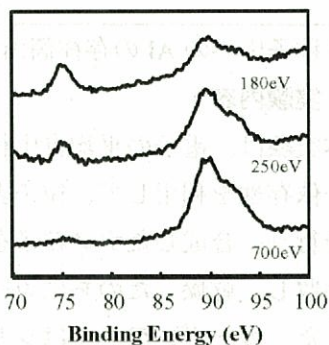


Fig.1 XPS spectra of Al-ZnO nanoparticle.

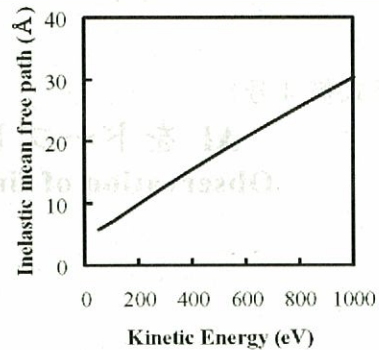


Fig.2 Inelastic mean free path of electron in ZnO.

5. 今後の課題：

定量性を高めるために、ナノ粒子のマウント方法についてスピコート等による均一試料の調製を検討する。

6. 論文発表状況・特許状況

なし

7. 参考文献

1) S. Tanuma et al, Surf. Interface Anal.,11, 57(1988); 17, 911(1988).

8. キーワード

XPS(X線光電子分光)分析

物質をX線で照射したときに原子の内殻軌道の電子を励起放出し、この空準位に高い準位の電子が移るときに放射される特性X線のこと。真空中で固体表面にX線を照射すると電子が放出される。この光電子は、元素に固有のエネルギーを有するため、そのエネルギー分布を測定することで元素の定性分析や定量を行う。