

GISAXS による Te ナノ粒子の構造解析 GISAXS analysis of Te nanoparticle

南村亜登夢¹, 阿部庸¹, 池本弘之^{1,*}, 奥田浩司²

¹ 富山大学大学院理工学研究科, 〒930-8555 富山市五福 3190

² 京都大学工学研究科, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

Atomu Minamimura¹, Isao Abe¹, Hiroyuki Ikemoto^{1,*}, and Hiroshi Okuda²

¹ Faculty of Science, University of Toyama, Gohoku 3190, Toyama 930-8555, Japan

² Dept. Mater. Sci. Eng., Kyoto University, Sakyo, Kyoto 606-8501 Japan

1 はじめに

Te 安定相のトリゴナル Te (t-Te) では、2 配位共有結合で作られた 3 回螺旋鎖が基本構造であり、この 3 回螺旋鎖が平行に配置している。我々は、このような階層構造を有する Te のナノ粒子が、どのような構造や物性を示すかを研究している。

XAFS 測定により、Te ナノ粒子でも基本構造である Te 鎖は残存するが、鎖間相互作用が崩壊することを見出した^[1]。

Te ナノ粒子全体の形状や、Te ナノ粒子同士の関連も興味深い。これらを検討するために GISAXS 測定を行った。

2 実験

薄く蒸着してナノ粒子を作製する島状蒸着法により、Te ナノ粒子を作製した。基板として光学研磨した Si 基板を用いた。

BL-6A において波長 1.5 Å の X 線を用いて GISAXS 測定を行った。入射角を 0.2°、露光時間を 5 分とし、検出器は Pilatus 1M を用いた。試料容器は試料劣化と空気散乱を防ぐために真空にした。ベヘン酸銀を標準試料としてカメラ長を決定した。GISAXS データの解析は Fit GISAXS5^[2]を用いて行った。

3 結果および考察

Te 膜厚 3.0nm の GISAXS パターンを、図 1(左)に対数表示で示す。 q_y 方向にウィング上のパターンが見られ、 q_z 方向には約 0.5 nm^{-1} の周期の振動が見られる。 q_y 方向両脇のピークは円状にはつながっておらず、孤立したものである。

GISAXS においては、ナノ粒子の形状によってパターンが大きく異なる。NaCl 上に生成した Te ナノ粒子を透過電子顕微鏡で観察すると、円形に近い像が得られた。そこで、Fit GISAXS5 に含まれる粒形の中で、断面が円形である 6 つの粒子形状を仮定し、シミュレーションを行った(図 2)。

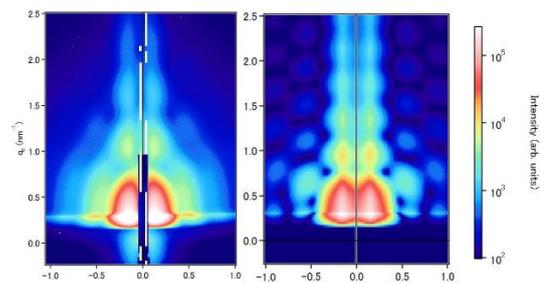


図 1: (左)Te 膜厚 3.0[nm]の GISAXS 実験パターン。(右) 最適値でのシミュレーション。

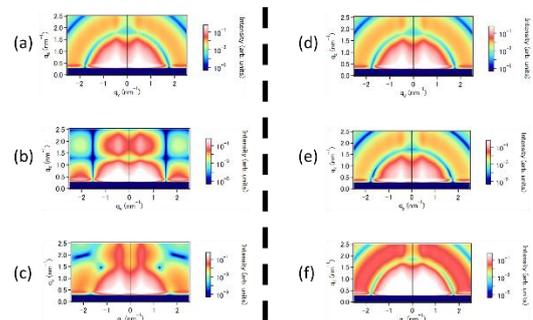


図 2: (a)Spheroid、(b)Cylinder、(c)Hemispheroid、(d)Capsule、(e)Facetted sphere、(f)Ellipsoid の 6 つの形状の GISAXS パターンのシミュレーション

図 2 の種々のシミュレーション結果を図 1(左)の実験結果と見比べると、Hemispheroid のパターンが実験結果を最も再現している。Hemispheroid のパターンは、 q_y 方向の両翼、 q_z 方向の振動、個々のピークが独立している等、実験結果の特徴を再現している。したがって、Te ナノ粒子の形状は、Hemispheroid であるとした。

構造パラメータを導出するため図 1(左)の $q_z = 1.1 [\text{nm}^{-1}]$ での q_y 方向 1 次元強度分布に対して Hemispheroid の形状因子での最小自乗フィッティングを行った。得られた構造パラメータを表 1 に示す。直径の分散は、直径の約 1%と非常に小さい。高さはほぼ直径と同じである。

表 1 : Te3.0nm の構造パラメーター。(D:粒子の直径、 σ_D :直径の分散、H:粒子の高さ、 Λ :粒子間距離、 η :体積分率)

D [nm]	σ_D [nm]	H/D	Λ [nm]	η [nm]
18.7	0.238	0.882	42.8	0.162

Hemispheroid で最適化した構造パラメーターで 2 次元パターンをシミュレーション結果を図 1(右)に示す。 q_y 方向でプロファイルフィッティングを行ったため、 q_y 方向のピーク位置はほぼ再現出来た。しかしながら q_z 方向の振動の周期が実験結果よりも短くなっている。Fit GISAXS5 では、高さ H はアスペクト比 H/D として扱われており、高さの分散などを独立に扱う事が出来ない。今後は直径 D と高さ H を完全に独立なパラメーターとして扱ったフィッティングを行い、実験結果をより再現する構造パラメーターを求める予定である。

参考文献

- [1] H.Ikemoto, A.Goyo, T.Miyanaga, J.Phys.Chem,C (2011), **115** 2931-2937
- [2] D.Babonneau, J.Appl.Crystallogr (2010) **43**, 929-936
- [3] J.Daillant and A.Gibaud, X-ray and Neutron reflectivity (Springer, Berlin Heidelberg 2009)
- [4] C.Revenant, F.Leroy, R.Lazzari, G.Renaud, and C.R.Henry, Phys. Rev. B **69**, 035411(2004)

* ikemoto@sci.u-toyama.ac.jp