

反応性スパッタリング法による窒素添加シリコンナノ粒子の作製

Fabrication of nitrogen terminated silicon nanoparticles by reactive RF sputtering

東京電機大 °伊藤 駿, 佐藤 慶介, 平栗 健二

Tokyo Denki Univ. °Shun Ito, Keisuke Sato, Kenji Hirakuri

E-mail: 12kme07@ms.dendai.ac.jp

【はじめに】 これまでに、シリコンナノ粒子を幅広く工業分野や医療分野への応用を拡大するために、純水中に単一粒子状で抽出する製造プロセスを確立させた。しかし、薄膜中に形成したシリコンナノ粒子を抽出する際に用いるフッ酸処理の影響により水素添加したシリコンナノ粒子は、純水中において発光強度の減衰する課題がある。これは、シリコンナノ粒子表面に添加された水素原子が脱離することで、発光に起因しない非発光成分(ダングリングボンド)が形成され、シリコンナノ粒子表面が不安定になったことが原因だと考えている。そこで、水素よりも結合エネルギーの強い窒素を添加することによりシリコンナノ粒子の安定化および発光寿命の長期化が期待される。本研究では、シリコンナノ粒子への窒素添加の方法として、アルゴンと窒素の混合ガスを用いた反応性スパッタリングによる窒素添加シリコンナノ粒子の作製について検討した。

【実験方法】 ターゲットには、直径 50.8[mm]の SiO₂ ディスクに 5×5[mm]の Si チップを 9 枚配列した材料を用いた。Ar/N₂ 混合ガス雰囲気中でガス圧力 1[Pa]、高周波電力 200[W]、Ar ガス流量 30[sccm]、N₂ ガス流量 0~2.0[sccm]の条件でスパッタリングし、その後、高温アニール処理により SiO_x 膜中にシリコンナノ粒子を形成した。得られた試料をフッ化水素酸(HF)の蒸気に暴露することでシリコンナノ粒子を覆っている酸化膜を除去して表面を露出させた。

【実験結果】 作製した試料は EPMA を用いて元素濃度分析を行い、表面状態分析は FT-IR を用いて行った。発光特性はフォトルミネッセンス(PL)法を用いて評価した。表 1 に EPMA による濃度分析の結果を示す。この結果より N₂ ガス流量を増加させると薄膜中の窒素の濃度が増加していくことが示された。FT-IR のスペクトルより、N₂ ガス流量を増加させると

表 1 各試料の N 元素濃度分析

Flow rate of N ₂ gas [sccm]	Atomic ratio of nitrogen [%]
0.0	0
0.2	6.47
0.5	7.21
1.0	9.67
2.0	9.83

Si-O-Si ピークが減少し、Si-N ピークの増加が確認された。図 1 に試料を純水へ浸漬させた際の PL 発光の経時変化の結果を示す。窒素添加なしの試料は 100 時間経過後に発光強度が半分に減衰したが、窒素添加した試料は 300 時間経過後も安定した発光が確認された。以上の結果により本方法による窒素添加シリコンナノ粒子は、発光安定性に有効であることが示唆された。

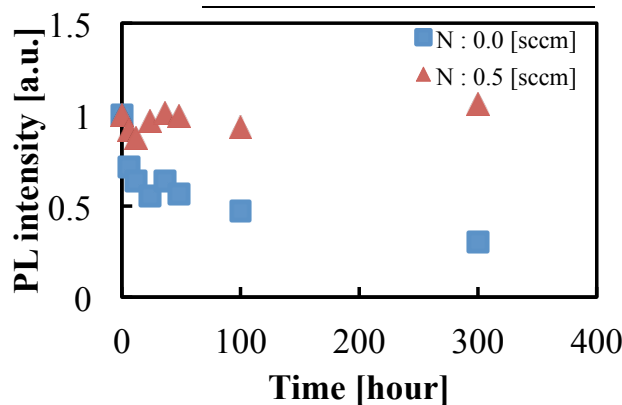


図 1 純水浸漬時の PL 発光強度の経時変化