

超臨界溶体急速膨張法によるテトラセン薄膜の創製と 溶体噴射時間の影響

Production of Tetracene Thin Films Using Rapid Expansion of Supercritical Solutions Technique and Effects of Spray Time on the Production

信州大院総工¹, 信州大院理工², 信州大工³, ○藤井 竜也¹, 高橋 佑汰², 内田 博久^{3*}

○Tatsuya Fujii¹, Yuta Takahashi², Hirohisa Uchida^{3*}

E-mail: uchida@shinshu-u.ac.jp

[研究背景] 有機半導体薄膜を用いたエレクトロニクスデバイスは、軽量・可撓かつ低コスト化が可能でデバイスとして注目を集めている。有機半導体の最大の特長は、溶液晶析に基づく低コストかつ大面積の薄膜作製手法を適用できる点である。しかし、有機溶剤を用いた薄膜作製技術は、残留溶液による薄膜特性の劣化や有機溶剤の塗布による下層の溶解などの原理的な問題を抱えており、高性能・再現性・生産性を兼ね備えたデバイス作製技術の確立には至っていない。そこで我々は、有機溶剤不要の連続式有機半導体薄膜作製法の開発を目的として、超臨界溶体急速膨張法による製膜の可能性を検討してきた[1, 2]。本講演では、本法を用いたテトラセンの有機半導体薄膜の作製の可能性、ならびに操作因子である溶体噴射時間の最適化検討について報告する。

[実験方法] 本研究では、半回分式流通法に基づく製膜装置を用いた。実験装置図を Figure 1 に示す。加圧ポンプ(5)および熱交換器(6)によって昇圧・昇温した超臨界二酸化炭素をテトラセンが充填された溶質溶解セル(8)に導入し、テトラセンを超臨界二酸化炭素に溶解させる。その後、その超臨界溶体を微細ノズル(11)から Si 基板(12)に対して噴射する。このとき、二酸化炭素は急激減圧によって過飽和状態となる。

この過飽和溶体を基板に接触させることで不均一核の形成と薄膜成長を促す。基板は Hexamethyldisilazane (HMDS)処理を施した n 型ヘビードープ Si ウェハを用いた。得られた薄膜に対して走査型電子顕微鏡(SEM)による視覚的観察, X 線回折(XRD)装置による結晶性評価および走査型プローブ顕微鏡(SPM)による立体構造評価を行った。また、得られた薄膜からトランジスタ素子を作製し、その電界効果移動度を測定した。

[結果・考察] 溶質溶解温度 $T = 318.2$ K, 溶質溶解圧力 $p = 20.0$ MPa, ノズル-基板間距離 $d_{jet} = 1.0$ cm, 溶体噴射時間 $\theta = 60$ min の条件で得られた薄膜の SEM 像と SPM 像を Figure 2 に示す。これらより、薄膜が多数の球状の結晶粒から構成されていることがわかる。また、SPM による立体像から薄膜の膜厚は $d = 4 \times 10^2$ nm であることがわかった。さらに、この薄膜の電界効果移動度は $\mu = 0.0015$ cm²/V s であり、溶液塗布膜[3]と同様の値となり、本法により溶液塗布法と同程度の性能を有する薄膜創製が可能であることがわかった。

Figure 3 に得られた薄膜の Out-of-Plane XRD による分析結果を示す。これより、いずれのピークも鋭いことから、得られた薄膜が強い一軸配向性を持つことが推察される。

当日の講演では、これらの結果とともに本法の操作因子である溶体噴射時間の影響についても報告する。

[参考文献]

- [1] H. Uchida *et al.*: 13th European Meeting on Supercritical Fluids, Hague, Netherlands, (2011).
- [2] T. Fujii *et al.*: Proc.
- [3] P. S. Abthagir *et al.*: J. Phys. Chem. B **109**, 23918-23924 (2005).

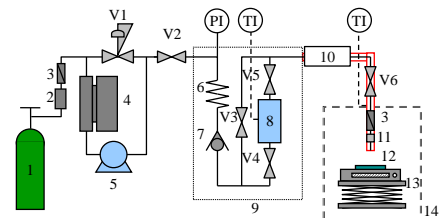


Figure 1. Experimental apparatus.

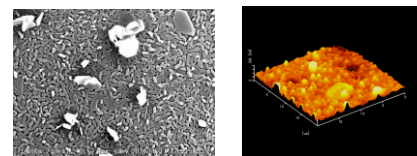


Figure 2. SEM and SPM images of a tetracene thin film produce by RESS.

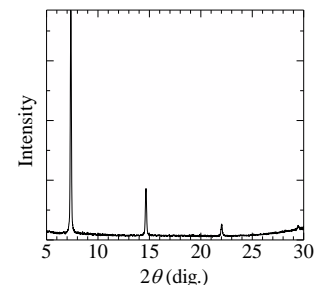


Figure 3. XRD pattern of a tetracene film produce by RESS.