

1-ヘキセンを用いた高多孔率ポーラスシリコンの 超臨界 CO₂ 流体中のヒドロシリル化

Hydrosilylation of high porosity porous Silicon with 1-Hexene in Supercritical CO₂ fluid

山梨大工¹, 名古屋大理² ○(B)田倉 直人¹, 金 蓮花¹, 近藤 英一¹, ジェロース ベルナルル²

Univ. of Yamanashi¹, Nagoya Univ.², °Naoto Takura¹, Lianhua Jin¹, Eiichi Kondoh¹, and Bernard Gelloz²

E-mail: t16jm039@yamanashi.ac.jp

【はじめに】通常の結晶 Si は、発光しないが、ポーラスシリコン (PSi) のように、ナノ結晶になるとフォトルミネッセンス (PL) やエレクトロルミネッセンス (EL) が生じる。我々の研究グループでは、これまで PSi パウダーを製作し、高圧水蒸気アニール (HWA) 処理により試料表面を高品質な酸化膜で終端することで、発光の高安定化を実現し、絶対量子収率 (AQY) ~30% を得ることに成功した [1]。しかし、試料表面の酸化膜は、ルミネッセンスの波長域を制限する場合がある。そこで、我々は多孔率 68% の PSi 層に対し 1-ヘキセンを用いた気相ヒドロシリル化反応法を行い、表面を有機基 (C_mH_n) で終端をすることで高安定の発光 PSi を得た [2]。

PSi 層は、多孔率が高い程発光効率が上がる。しかし、多孔率が 80% 以上の PSi は、作製直後に空气中で乾燥させると表面の細孔構造の維持が困難になる。そこで、本研究では、多孔率 80% の PSi 層に対し、表面張力がゼロの超臨界 CO₂ 流体を用いた乾燥及びヒドロシリル化を行い、その結果について報告する。

【実験】p 型 Si ウェハ ((100), 5-10 Ω・cm) を HF (15 wt. %) 溶液中で陽極酸化処理 (電流密度: 10 mA/cm², 処理時間: 200, 400, 1000, 2000 s) し、厚みがそれぞれ 1, 2, 5, 10 μm の PSi 層 (多孔率 80%) を得た。この As-formed PSi を、エタノールを満たした高圧反応容器に入れた。次に容器内を昇温 (40°C)・昇圧 (10 MPa) させた。一定の流量で CO₂ を送りながら、PSi の超臨界流体乾燥を行った。その後、反応容器の温度と圧力をそれぞれ 150°C, 15 MPa にし、1-ヘキセンを注入することで、超臨界 CO₂ 流体中でのヒドロシリル化を行った。図 1 は厚さ 2 μm の PSi (多孔率 80%) をそれぞれ空气中 (試料 A) と超臨界 CO₂ 流体中 (試料 B) で乾燥させた後、励起光 (365nm) を照射させたときの発光状態を示す。試料 A は細孔構造の崩壊により、PSi 層がほぼなくなっており、発光がほとんど認められない。図 2 は厚さ 2 μm の PSi 層における超臨界 CO₂ 流体中でのヒドロシリル化後の表面の結合状態を示す。FTIR スペクトルの Si-C_mH_n 結合 (2700-3050cm⁻¹) が明瞭であり、ヒドロシ

リル化が良好である。

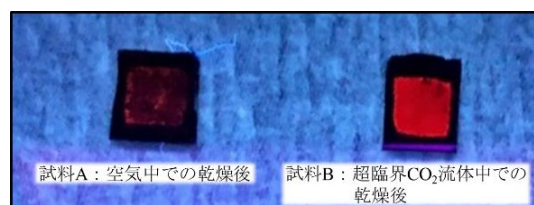


図1 PSi 試料 A (空气中乾燥後) と試料 B (超臨界 CO₂ 流体中乾燥後) に励起光 (λ=365nm) を照射したときの発光状態

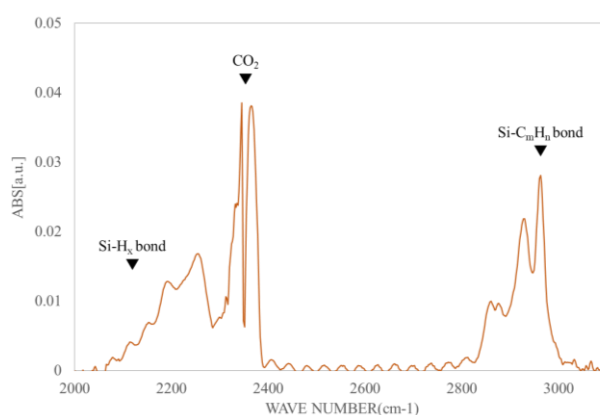


図2 PSi 層 (厚さ 2 μm) の超臨界 CO₂ 流体中ヒドロシリル化後の FTIR スペクトル

【今後】超臨界 CO₂ 流体中で多孔率 80% PSi の乾燥及びヒドロシリル化を実現した。今後は、本実験結果を踏まえて、多孔率が 80% より大きい PSi の超臨界 CO₂ 流体ヒドロシリル化を実施し、高効率かつ高安定の PL 特性をもつ PSi の製作及び発光デバイスの開発に挑戦する。

【文献】

1. B. Gelloz, F. B. Juangsa, T. Nozaki, K. Asaka, N. Koshida, and L. Jin, *Frontiers in Physics*. 7 (2019).
2. B. Gelloz, T. Iriyama, N. Takura, and E. Kondoh, and L. Jin, *ECS Journal of Sol. Stat. Sci. and Tech.* 8 (9), (2019).