

# Siナノ結晶コロイドを充填した塩化リチウム結晶の作製

Maruyama, Masahiro / 丸山, 将大

---

(出版者 / Publisher)

法政大学大学院理工学研究科

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

法政大学大学院紀要. 理工学研究科編

(巻 / Volume)

64

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

3

(発行年 / Year)

2023-03-24

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00026377>

# Si ナノ結晶コロイドを充填した塩化リチウム結晶の作製

Preparation of colloidal Si nanocrystal embedded LiCl crystal powder

丸山将大

Masahiro Maruyama

指導教員 中村俊博

法政大学大学院理工学研究科電気電子工学専攻修士課程

Colloidal silicon nanocrystals (Si-nc) were embedded into LiCl powder by re-crystallization method in solution. The maximum value of Si-nc concentration is ~3% with respect to LiCl weight. The luminescence properties of the Si-nc embedded LiCl crystal powder were investigated. We found that the recombination rates of Si-nc in LiCl decreased compared to that in solution, indicating the suppression of non-radiative rate.

*key words : Si nanocrystal, embedded LiCl, luminescence*

## 1. 研究背景

Si の nm オーダーの単結晶は量子サイズ効果に起因した室温での可視発光を示す[1]。Si は地殻中に豊富に存在し、人体に無害であるというメリットから、Si ナノ結晶 (Si-nc) は今後の有望な発光材料の一つである。特に溶媒分散可能なコロイド状粒子はプリンタブルプロセスで用いることができるため、近年注目されている。当グループでは過去に簡易かつ高収率に Si-nc コロイドを生成できる独自のプロセスを開発した[2]。しかし、Si-nc の発光特性は表面状態の影響を強く受けるため、環境変化などによって容易に発光特性の劣化が生じる点が問題である。そこで本研究では、文献[3]での化合物半導体ナノ結晶での研究例を参考に、環境変化への安定性向上のため無機塩である塩化リチウム (LiCl) 中への Si-nc コロイドの充填技術の検討を行った。

## 2. 実験方法

陽極化成法により形成した多孔質 Si 粉末を 1-デセンに分散し、微量な HF 水溶液を添加し加熱攪拌することで、有機終端された Si-nc コロイドを作製した。Si-nc コロイドを精製後、テトラヒドロフラン (THF) 溶媒に Si-nc コロイドを分散し、LiCl 粉末を添加する。この混合液に対して加熱処理を行い、THF の揮発除去を行い LiCl の再結晶と同時に結晶中への Si-nc コロイドの充填を行った。

## 3. 実験結果と考察

Fig. 1(a)-(e)に作製した原料および Si-nc コロイドを充填した塩化リチウム粉末の室内照明および紫外光照明時の写真を示す。図から Si-nc を充填した試料において Si-nc からの赤色発光が確認できる。Fig. 1(e)にナノ結晶を充填した Si-nc および充填後に残留したナノ結晶を分散させた溶液の発光スペクトルを示す。図より両者のスペクトル形状は同様で充填による Si-nc の発光特性への影響は少なく安定に充填されていることがわかる。

得られた粉末および残留 Si-nc の重量から、LiCl 重量 100mg あたり 4.4mg の Si-nc コロイドが充填されていることが確認できた。

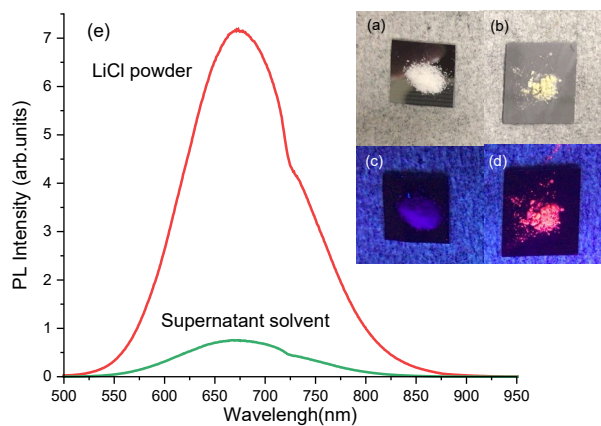


Fig. 1: Pictures of (a), (c) raw LiCl and (b), (d) Si-nc embedded LiCl powder under room and UV light illuminations. (e) PL spectra of Si-nc samples in LiCl and solvent.

Fig.2、Fig3 に、Si-nc を充填した LiCl および、Si-nc コロイド溶液の発光減衰カーブを示す。2つのグラフを指数関数モデルでフィッティングを行いそれぞれ発光寿命を算出すると、Fig2 の Si-nc を充填した LiCl が、 $12[\mu\text{s}]$ 、Fig3 の Si-nc コロイド溶液が、 $10[\mu\text{s}]$ となった。これは、LiCl 中の Si-nc の非発光再結合確率の減少の可能性を示しており、LiCl 結晶に充填および保護による大気環境からの劣化耐性の向上が示唆される。

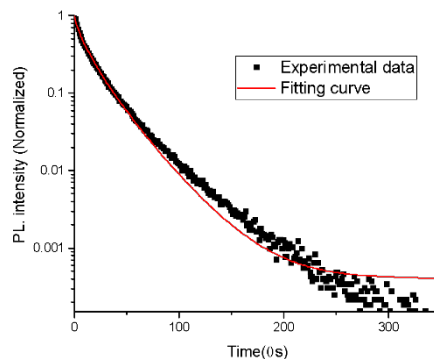


Fig2; Luminescence decay curve of Si-nc embedded in powder.

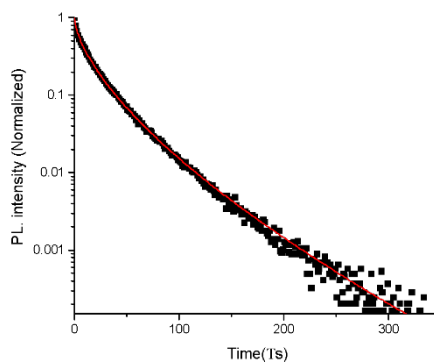


Fig3: Luminescence decay curve of Si-nc dispersed solution

#### 4. 結論

今回、有機終端された Si-nc コロイドを THF 溶媒に分散させ、LiCl を添加させたのち THF を揮発除去を行うことで、LiCl を再結晶させ同時に Si-nc を LiCl に充填することに成功した。Si-nc の充填濃度は最大で LiCl の重量に対して 4% 程度であった。また、従来の Si-nc コロイド溶液と比較して、発光寿命が延びることが確認できた。これは、LiCl への充填による Si-nc の発光特性の環境からの劣化耐性の向上を示唆している。今後、発光デバイスへの応用を目指して充填濃度や LiCl の粒径の制御などの検討を進めることが重要であると考えられる。

## 5. 謝辞

本研究にあたりご指導ご鞭撻を賜りました中村俊博教授をはじめ、ご協力やご助言をいただきました同研究室の泉頭拓郎さん、および、共同で研究した石川悠太、豊田紘平氏に深く感謝いたします。また、同じ研究室の白水晃大氏、樋口貴之氏をはじめとした中村俊博研究室の皆様にも研究活動、私生活の両面に渡り大変お世話になりました。心より御礼申し上げます。ここに書ききれなかった方々含めまして、私の学生生活を支えたださったすべての方々から感謝の気持ちと御礼を申し上げまして、謝辞とさせていただきます。

## 付録

- 1 シリコンナノ結晶コロイド作製プロセス紫外光照射による改善
- 2 紫外光を照射したシリコンナノ結晶コロイド発光材料の作製方法
- 3 評価方法
  - 3.1 生成量測定
  - 3.2 PL 測定
  - 3.3 量子効率測定
- 4 結果と考察

## 参考文献

- [1] A. Cullis and L. Canham, *Nature* **353**, 335 (1991). [2] T. Nakamura et al., *APL Mater.* **8**, 081105 (2020) [3] T. Erdem et al., *Nanoscale* **7**, 17611 (2015).