

# マイクロ超臨界流体システムを用いたシリコン系 蛍光体の合成

1990年にCanhamによりポーラスシリコンの可視光領域での発光現象が報告されて以来、新しいオプトエレクトロニックデバイスへの利用を睨んで、Siナノ粒子蛍光体に関する研究が盛んに行われている。当研究ラボではマイクロリアクターの高い反応制御性を利用したCdSeナノ粒子の精密連続合成法を確立したが、その一方で無害な蛍光体としてシリコン(Si)系蛍光体の合成にも取り組んでいる。

Si系蛍光体は、無害であるためCdSeナノ粒子よりも更に広い用途での使用が可能であり生化学分析用試薬として非常に有望な蛍光体である。Siナノ粒子の合成には、溶液法に限っても、電解エッチング法や、Zintl塩法、超臨界流体法などいくつかの方法がある。電解エッチング法では生成物がSiナノ粒子を含むバルク状になるため単分散のSiナノ粒子を得るのは困難である。

また、Zintl法では固相を含む不均一反応系であるため粒径制御した単分散Siナノ粒子を調製するのは非常に困難である。超臨界流体中では均一反応系であるため核生成、結晶成長条件を制御することによりSiナノ粒子の粒径制御が可能である。また、Siのような共有結合性の高い物質を結晶化させる観点から、高温高压である超臨界流体中での反応が適していると考え、マイクロリアクターと超臨界システムを組み合わせたマ

イクロ超臨界流体システムを開発し、Si系ナノ粒子の合成を試みた。一般に超臨界流体反応装置は、高温、高压条件下が必要であるため、高温高压に耐えるステンレス、インコネル等の大きな耐圧容器からなる大がかりな装置になる。

マイクロリアクターでは反応容積が非常に小さいため一般の外径1.58mmステンレスチューブを用いて500℃、30MPの高温高压条件を安全かつ容易に得ることができた。ジフェニルシラン等のSi含有有機化合物をヘキサン溶媒中で500℃、30MPの超臨界条件下で2時間熱分解を行ったところ、発光特性を持つ黄褐色のSi系蛍光体を得ることができた。真空乾燥によりヘキサン等の有機物を除去したのについて蛍光スペクトルを測定した結果、このSi系蛍光体は500~600nm付近にピークを持つ蛍光発光を示し、ポーラスシリコンのそれとよく類似していた。マイクロリアクターは、小型で急峻かつ正確な温度コントロールが可能なため、超臨界状態の制御に極めて有効に利用できると考えられ、マイクロ超臨界流体システムは非常に有効なナノ粒子合成システムになると考えられる。

Si系蛍光体の合成についてマイクロ超臨界流体システムの有効性を確認できたが、今後は反応温度、滞留時間等の反応条件と生成物の特性との関係を明らかにするため反応制御を中心に研究を進めていきたい。

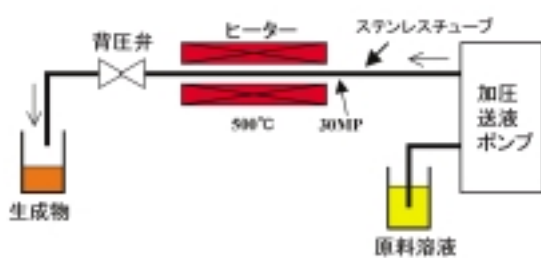


図1 超臨界反応装置模式図



図3 生成物に紫外光を照射したときの蛍光

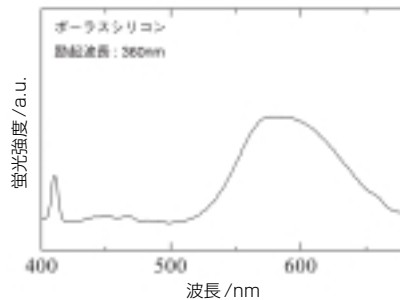
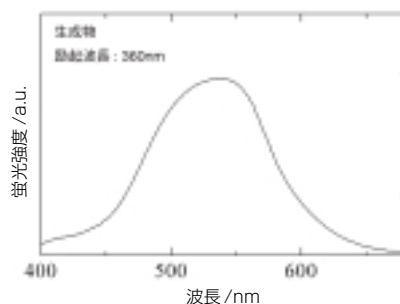


図2 Si系蛍光体およびポーラスシリコンの蛍光スペクトル



いのうえこうぞう  
井上耕三  
inoue-kozo@aist.go.jp  
マイクロ空間化学研究ラボ

関連情報

- L. T. Canham: Appl. Phys. Lett. 57, 1046 (1990).
- 中村浩之: AIST Today, Vol. 3, No. 10 (2003).
- 共同研究者: 中村浩之 (マイクロ空間化学研究ラボ) .