

機関番号：12201

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760249

研究課題名 (和文) Er 添加シリコン微結晶酸化膜による光エミッタの開発

研究課題名 (英文) Study of Erbium-Doped Silicon Oxide Film for Optical Emitter

研究代表者

依田 秀彦 (YODA HIDEHIKO)

宇都宮大学・工学研究科・准教授

研究者番号：30312862

研究成果の概要 (和文)：

Er 添加シリコン酸化膜 $\text{SiO}_x\text{:Er}$ をスパッタ成膜し、特性評価を行った。酸素ガス流量割合と基板温度の成膜条件によって、 $\text{SiO}_x\text{:Er}$ 膜の組成とバンドギャップエネルギーを制御できることを見出した。続いて Er 添加シリコン光エミッタの試作と PL 測定を行った。1534nm の PL 発光を確認し、スパッタ成膜による $\text{SiO}_x\text{:Er}$ が光エミッタ材料となる可能性を実験的に検証した。

研究成果の概要 (英文)：

Er-doped silicon oxide films ($\text{SiO}_x\text{:Er}$) were deposited under various conditions and their optical and structural characteristics were evaluated. It was experimentally demonstrated that the composition (Si:O:Er) and band-gap energy of $\text{SiO}_x\text{:Er}$ films can be controlled by the sputtering condition of gas and/or temperature. A prototype of $\text{SiO}_x\text{:Er}$ optical emitter was fabricated and its PL characteristic was evaluated. It was demonstrated that the $\text{SiO}_x\text{:Er}$ film is emitted at the wavelength of 1534 nm.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2010年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：電気電子工学・電子デバイス電子機器

キーワード：シリコン、光エミッタ

1. 研究開始当初の背景

次世代光集積回路技術である Si フォトニクスでは、(i)Si ベースの光源 (シリコン光エミッタ)、(ii)Si ベースの光部品、(iii)Si 光導波路と光ファイバとの光結合技術、等の研究開発が進められている。中でも、(i)のシリコン光エミッタの開発はとりわけ重要な課題であり、多くの研究機関から様々な提案 (Si ナノ結晶、Er 添加 Si 微結晶) がなされているが、決定的な光エミッタの開発には

至っていない。

2. 研究の目的

本研究はシリコン酸化膜 (SiO_x) に希土類元素である Er (エルビウム) を組み込み、フィルタ用途に培った成膜技術を活かして、膜の組成を膜厚方向に精度良く制御した交互多層膜構造あるいはルゲート多層膜構造を作り、高温アニールにより膜を微結晶化して、波長 1.55 μm 帯で高効率に EL 発光あるいは

PL 発光するシリコン光エミッタを開発することを目的とする。

(1)Er 添加シリコン酸化膜 SiO_x:Er の特性評価

様々な組成の SiO_x:Er 膜を成膜し、様々な高温条件下で微結晶化して、膜の電気・化学・光学的な特性評価を行う。PL・EL 発光測定を行い、最適条件を見つける。

(2)Er 添加シリコン光エミッタの開発

SiO_x:Er/SiO₂:Er 交互多層膜構造、あるいは nc-SiO_x:Er ルゲート多層膜構造の2つのアプローチによりシリコン光エミッタの開発に挑戦する。多層膜構造にすることで、Er と Si の相互作用距離の制御と光の閉込め効果を狙う。

3. 研究の方法

(1)Er 添加シリコン酸化膜 SiO_x:Er の作製

①成膜条件 (RF 電力、ガス総流量、酸素ガス流量割合、ガス圧、基板温度) の制御によって、様々な組成の SiO_x:Er 膜を成膜する。成膜には RF スパッタ装置 (図 1) を利用する。「ターゲット」には直径 10 インチの non-doped Si、および 1cm 角の Er 小片を用いる。Si ターゲット上に Er 小片 4 個を置き、Si と Er の共スパッタを行う。「ガス」には Ar と O₂ の混合ガスを用いる。Ar ガスと O₂ ガスの流量割合を制御することで、基板上に形成される SiO_x 膜の割合 x を変化させる。「基板温度」制御のため、基板に水冷ペルチエ素子を接触させる。基板温度“制御”の場合の基板温度は 0°C 前後であり、“未制御”の場合の基板温度は (プラズマの影響で) 70°C 前後になる。基板温度は SiO_x 膜の割合 x に影響する。

②SiO_x:Er 膜の電気・化学・光学的な特性を評価する。具体的には組成分析 (X 線回折 XRD)、抵抗率測定、反射率/透過率/吸収率の測定 (分光測定) を行う。分光測定から、膜の屈折率やバンドギャップエネルギーを算出する。

③EL (エレクトロルミネッセンス) 測定用サンプルに必要な電流注入可能な透明導電膜として p 型 Si (ボロン B doped Si) と n 型 Si (アンチモン Sb doped Si) を試作する。pc-Si:B 膜と pc-Si:Sb 膜を、RF スパッタ装置を利用し、条件を変えて成膜する。成膜後に、膜の組成、抵抗率 (∴キャリア密度)・吸収率・バンドギャップエネルギーを評価する。

④SiO_x:Er 膜発光特性としてフォトルミネ

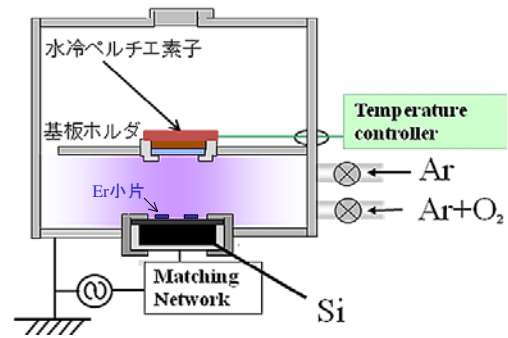


図 1 SiO_x:Er 成膜装置

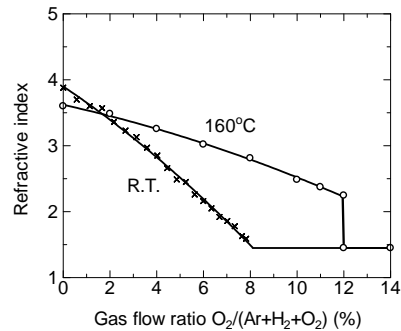


図 2 a-SiO_x:H 膜の屈折率制御

表 1 スパッタ成膜条件

サンプル No	RF 電力 (W)	総流量 (sccm)	O ₂ 割合 (%)	ガス圧 (Pa)	基板温度 (°C)	膜厚 (nm)		
01	300	20	11	0.85	未制御	250		
06				0.86	2	270		
30			12	0.95	未制御	40		
29			30	8		0.80	250	
02	10	20	0.98		210			
10	150	20	6	0.76	-4	230		
09				12	0.98	-8	30	
08			17	1.14			-8	30

表 2 元素分析結果

サンプル No.	原子数濃度比			原子数濃度合計 (%)	膜組成
	Si	O	Er		
01	1	1.5	0.14	89	SiO _x :Er
06		1.7	0.1	89	SiO _x :Er
30		2.3	0.01	96	SiO ₂
29		1.6	0.13	87	SiO _x :Er
02		1.4	0.15	91	SiO _x :Er
10		1.5	0.12	88	SiO _x :Er
09		2.2	0.01	95	SiO ₂
08		2.2	0.01	95	SiO ₂

ッセンス (PL)、エレクトロルミネッセンス (EL) 測定用サンプルを試作する。EL 測定用サンプルでは、基板/Si:Sb/SiO_x:Er/Si:B の多層膜を形成する。作製したサンプルの PL/EL 測定を行う。

(2) Er 添加シリコン光エミッタの開発

①Si/Er ターゲットと酸素ガス流量制御によ

って、様々な組成比、膜厚比の SiO_x:Er / SiO₂ 多層膜あるいは SiO_x:Er ルゲート多層膜を成膜する。

4. 研究成果

(1) Er 添加シリコン酸化膜 SiO_x:Er の作製

① Er ターゲット片個数と酸素ガス流量の制御によって様々な組成の SiO_x:Er 膜を作製する前段階として、RF マグネトロンスパッタ装置を使用して酸素ガス流量を変えて a-SiO_x:H 膜を成膜した。成膜条件を何十通り変えて a-SiO_x:H 膜の光学特性を評価した (図 2)。酸素ガス流量割合と基板温度の制御することにより a-SiO_x:H 膜の屈折率を安定に制御する条件を見出した。成膜時の基板温度が 160℃のときの屈折率は 2.2~3.6、基板温度が R.T. (室温=未制御)のときの屈折率は 1.6~3.8 となった。基板温度が低いとき、屈折率が低くなり、吸収端が短波長側になる。

酸素ガス流量割合と基板温度によってバンドギャップエネルギーを制御できることを見出した。

② スパッタ成膜条件 (RF 電力、Ar+O₂ ガス総流量、酸素ガス(O₂)流量割合、ガス圧、基板温度)を制御し、様々な組成の SiO_x:Er を作製した (表 1)。できるだけ屈折率の低い、しいてはバンドギャップエネルギーの大きな SiO_x:Er を得る方針で、成膜条件を決定している。このような成膜条件では、成膜パラメータのわずかな違いで、SiO_x:Er でなく SiO₂ が成膜されてしまう。サンプル No. 06 と No. 30 の例では、O₂ 流量割合が 0.5~1%異なると、成膜時のガス圧が大きく変化した。

ガス圧の変化で膜の組成を推定できること、膜の組成が O₂ 流量割合に非常に敏感なことを経験上見出した。

③ EDX (エネルギー分散型 X 線分光法) を用いて Si : O : Er 原子数濃度比を評価し、SiO_x:Er と SiO₂ を判別した (表 2)。Si 濃度が 1 に対して、O 濃度<2 のとき SiO_x:Er となり、O 濃度≥2 のとき SiO₂ となった。この違いは膜色の違い (透明度) にも対応していた。また成膜条件がほぼ同じ (基板温度のみ異なる) サンプル No. 01 と No. 06 では、O 濃度に違いがみられた。O 濃度の違いは、膜の屈折率やバンドギャップエネルギーの違いにつながっている。

成膜条件のうち酸素ガス流量割合と基板温度が、膜の酸素濃度の精密制御に重要であることを見出した。

④ 紫外可視分光光度計を用いて、SiO_x:Er 膜

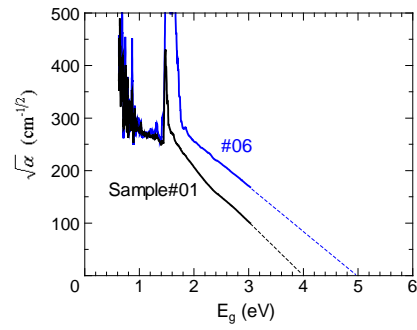


図 3 SiO_x:Er 膜のバンドギャップエネルギー

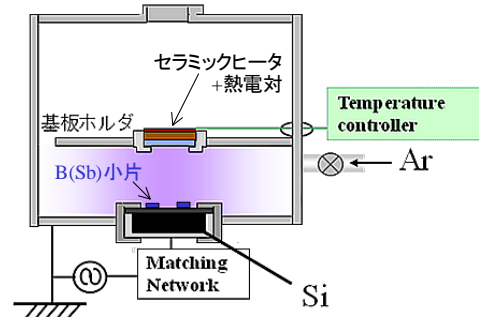


図 4 Si:B 及 Si:Sb 成膜装置

表 3 元素分析結果

サンプル No.	原子数濃度割合 (%)				膜組成
	Si	O	B	Sb	
19	52	38	<0.1	0	Si:B
14	47	44	0	0.3	Si:Sb

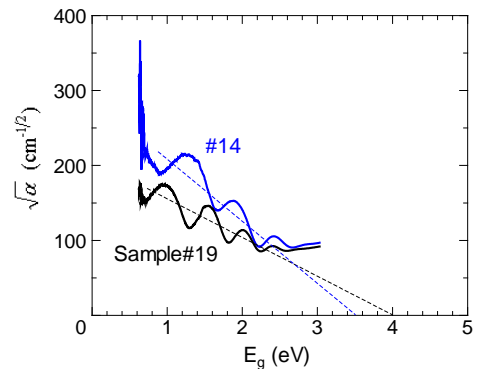


図 5 Si:B, Si:Sb 膜のバンドギャップエネルギー

の透過率 T・反射率 R を波長 250~2000nm に渡って測定し、膜の吸収率 (=100%-T-R) の波長特性からバンドギャップエネルギー (Eg) を評価した (図 3)。図 3 縦軸の α は吸収係数で吸収率の関数であり、図 3 横軸は波長の関数である。Eg は、測定値を延長した直線と横軸との交点から求められる。酸素濃度が異なるサンプル No. 01 と No. 06 の Eg はそれぞれ 4eV, 5eV となった。他のサンプルも含めて、酸素濃度のわずか

な違いに対応してバンドギャップは 4~5eV の値となった。

基板温度等の成膜条件によって SiO_x:Er 膜の E_g を制御できることを見出した。

- ⑤ EL 測定用サンプルの作製工程では、SiO_x:Er が 700°C の高温にさらされるため、SiO_x:Er の耐熱性（特性変化）を実験的に検証した。基板温度 0~70°C で成膜した SiO_x:Er 膜を、真空電気炉で 700°C × 2 時間の熱処理を施した後、組成分析・吸収率の波長特性を測定して、熱処理前後の組成・吸収・バンドギャップエネルギーの値を比較した。実験の結果、高温熱処理によって SiO_x:Er 膜の組成・吸収・バンドギャップエネルギーはいずれも劣化しないことを確認した。

(2) Er 添加シリコン光エミッタの開発

- ① EL 測定用サンプルを作製する前段階として p 型と n 型の電流注入層 pc-Si:B、pc-Si:Sb のスパッタ成膜条件出しを行った。成膜に利用したスパッタ装置を図 4 に示す。基板温度 700°C で成膜するため、セラミックヒータと熱電対を用いた。「ターゲット」には直径 10 インチの non-doped Si、および 1cm 角のボロン(B)またはアンチモン(Sb)小片を 4 個用い、Si と B(または Sb)の共スパッタを行った。RF 電力は 300W とした。今回の試作では、Sb が（低融点のため）溶けてしまった。今後の課題として残る。一方 B では問題なかった。

作製した pc-Si:B と pc-Si:Sb 膜の組成（表 3）・分光特性・抵抗率を測定した。分光測定より求めたバンドギャップエネルギーはそれぞれ 4eV, 3.5eV となった（図 5）。抵抗率はそれぞれ $1.2 \times 10^3 \Omega/\square$ 、 $2.8 \times 10^3 \Omega/\square$ であった。

- ② 石英基板上に成膜した PL 測定用 SiO_x:Er 単層膜のフォトルミネッセンス(PL)測定を行った（図 6）。波長 514nm の Ar レーザを励起光源に用い、サンプル（表 1, 2 の #01, #06, #30）の発光スペクトル（波長 1000-1600nm, 1nm ステップ）を測定した。観測された 2 つ（中心波長 1150nm, 1534nm）の発光のうち、前者が Er に起因するものである。また波長 1400nm 付近の吸収は空気中の水分に起因するものである。#01 と #06 の比較より、SiO_x:Er の Er 濃度が高い（#01）ほど PL 発光強度全体が強くなる傾向にあること、0 濃度が高いほど（#06）波長 1534nm の発光強度が相対的に高くなる傾向にあることがわかった。

スパッタ成膜による SiO_x:Er が光エミッタ材料となる可能性を実験的に検証した。一方、サンプルの PL 発光強度に対して水

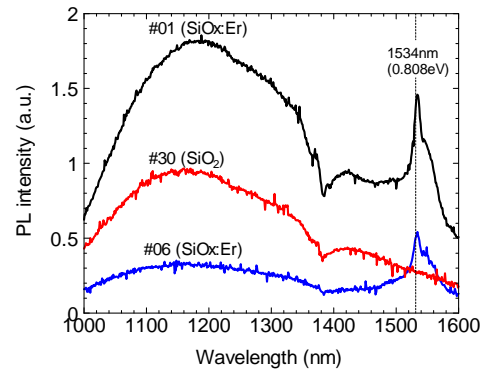
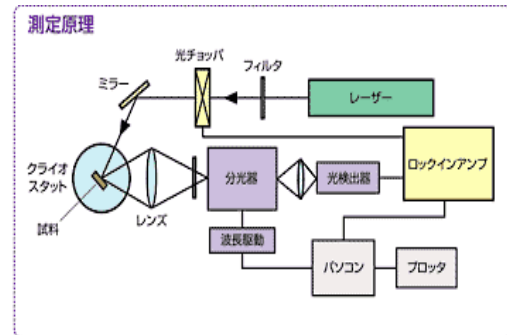


図 6 SiO_x:Er 膜の PL 測定結果

分吸収が無視できないことから、現段階での PL 発光強度は十分でないこともわかったので、多層膜化を今後の課題とする。

- ③ EL 測定用サンプル（石英基板/pc-Si:Sb/SiO_x:Er/pc-Si:B）の試作を開始したところで（3 月震災で装置故障及計画停電のため）中断したため評価は今後の課題とする。

5. 主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計 2 件）

- ① K. Shiraishi, N. Kawasaki, H. Yoda, K. Watanabe, M. Umetsu, T. Hitomi, and K. Muro, "High-Index-Layer Coating on a Lensed Fiber Endface for Enhanced Focusing Power," J. Lightwave Technol., vol. 27, no. 7, 2009, pp. 864-870.
- ② H. Yoda, K. Shiraishi, H. Furuhashi, A. Ohshima, H. Tsuchiya, and C. S. Tsai, "A Two-Port Single Mode Fiber-Silicon Wire Waveguide Coupler Module Using Spot Size Converters," J. Lightwave Technol., vol. 27, no. 10, 2009, pp. 1315-1319.

〔学会発表〕（計 3 件）

- ① 四ノ宮寛, 晴山貴行, 依田秀彦, "a-Si:D/SiO₂ 多層膜を用いたマルチキャビティ型チューナブルバンドパスフィルタ," 信学総大, 東北大学

(仙台市), C-3-52, 2010年3月18日.

- ② K. Shiraishi, H. Yoda, and C. Tsai, "Miniaturized Spot Size Converters for Coupling between Single-Mode Optical Fibers and Silicon Photonic Circuits," 16th Microoptics Conference (MOC'10), The Ambassador Hotel(Hsinchu, Taiwan), TB2, 2010年11月2日.
- ③ 田代拓也, 依田秀彦, "a-Si:D/SiO₂ 多層膜 波長可変フィルタチップの応答評価," 電子情報通信学会東京支部学生会研究発表会, 東京電機大学(東京), 講演番号 175, 2011年3月12日.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

依田 秀彦 (YODA HIDEHIKO)

宇都宮大学・工学研究科・准教授

研究者番号: 30312862