

薄膜蛍光体応用へ向けた熱処理法による AZO 導電膜上への
ナノロッド合成及び特性評価
1230064 小松 慎一郎 (光・エネルギー研究室)
(指導教員 李 朝陽教授)

1. 研究背景

現在、発光ダイオード(LED)、ディスプレイなどに使用される蛍光体は一般的に粉末状のものであるが、マイクロ単位でのムラや環境耐性などに問題があるといわれている[1]。薄膜蛍光体は、照明やディスプレイなどの分野で使用され、これらの応用分野においてエネルギーの効率的な使用が求められている。そこで新しい薄膜蛍光体の開発により、省エネルギー技術が推進され、持続可能なエネルギーの利用が促進される可能性が期待される。蛍光体材料の中でも酸化亜鉛(ZnO)は酸素欠陥や格子間亜鉛が発生しやすく、高輝度の蛍光体への応用が期待されている。しかしながら、現状実用化には大面積化や輝度不足などの問題がある。本研究では DC マグネトロンスパッタリング法を用いて AZO 導電薄膜を成膜した際のスパッタパワー依存性を分析し、AZO 導電膜上に高輝度の酸化亜鉛薄膜蛍光体の作成及び実用化に向けた成膜条件の確立を目指す。

2. 実験方法

実験 1：ガラス基板上に DC マグネトロンスパッタリング法を用いて AZO 導電薄膜を成膜する。この際、スパッタパワーを 50[W] から 90[W] の範囲で 10[W] ずつ変化させた条件下で行う。その後、結晶性を向上させる目的で真空熱処理を行う。実験 2：RF マグネトロンスパッタリング法を用いて AZO 薄膜上に ZnO 薄膜を成膜後、フォーミング・ガス(FG)を導入した熱処理による酸素還元反応によって酸化亜鉛ナノ構造を合成する。

表 1 AZO 成膜及び熱処理の実験条件

成膜条件	成膜法		実験1	実験2
	基板		DCM-SPT	RFM-SPT
	ターゲット		Glass	AZO/Glass
	Arガス		AZO(Al:5wt%)	ZnO(5N)
	Arガス	[sccm]	30	30
	温度	[°C]	150	150
	パワー	[W]	50~90	180
	圧力	[Pa]	1	7
熱処理条件	FG			H ₂ :N ₂ =1.96%
	圧力	[Pa]	~5.5×10 ⁻⁴	4.5~5.5(×10 ⁻⁴)
	処理温度	[°C]	500	450
	処理時間	[min]	60	300

3. 実験結果

実験 1 の結果：図 1 にスパッタパワーを変化させて AZO 薄膜を成膜した後真空熱処理を施したサンプルの XRD の 2θ パターンの図を示す。図 1 より酸化亜鉛 c 軸格子面(002)のピークが各サンプルで確認できた。よって(002)面に強く配向した結晶であるといえる。また、熱処理前のデータと比較すると(002)ピーク位置が右にシフトしていることから、熱処理による内部応力の減少傾向があると考えられる。実験 2 の結果：FG 導入熱処理によって AZO 薄膜上に酸化亜鉛ナノロッドを成長させることができた。図 2 に AZO 薄膜(50[W]で成膜)上に酸化亜鉛ナノロッドを合成した FE-SEM 像((a)表面、(b)断面)を示す。

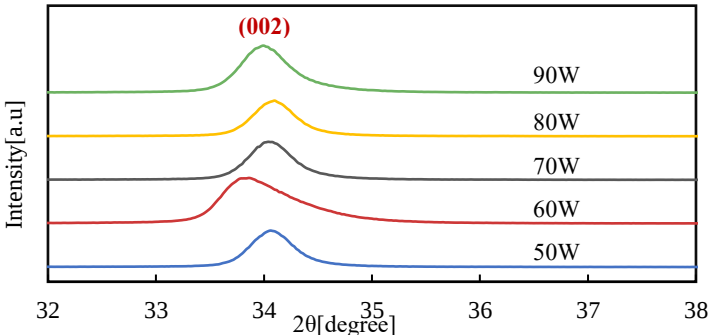


図 1 各サンプル(AZO/Glass)の XRD による 2θ パターン

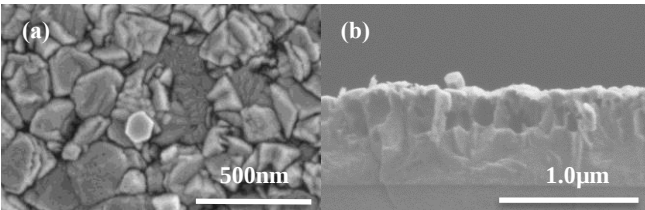


図 2 AZO 薄膜上酸化亜鉛ナノロッドの SEM 像(50[W])
(a) 表面図、(b)断面図

図 2 より六方晶構造の酸化亜鉛ナノロッドの c 軸成長、ナノロッドの直径およそ 102[nm]が確認できた。

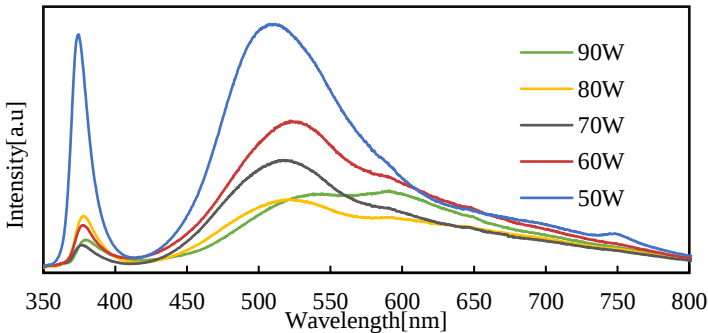


図 3 AZO 薄膜上酸化亜鉛ナノロッドの PL 測定結果

図 3 にそれぞれ 5 条件で成膜した AZO 薄膜上に酸化亜鉛ナノロッドを合成したサンプルの PL 測定結果を示す。フォトルミネッセンススペクトルよりそれぞれのサンプルで紫外線、可視光の領域にピークが確認できた。紫外線領域は ZnO のバンド端発光による 380[nm] 付近のピーク、可視光領域は酸素欠陥の ZnO による 500[nm] 付近のピークと考えられる。可視光領域でのピークはパワー増加に伴い PL ピーク強度の減少傾向が見られ、50[W] が最もピーク強度が高かった。

4. まとめ

DC スパッタリング法による AZO 薄膜の成膜を、パワーを変化させて行い、真空熱処理による結晶性向上が確認できた。また、AZO 薄膜上に酸化亜鉛ナノロッドの合成、酸化亜鉛薄膜蛍光体の合成ができた。PL 測定結果よりスパッタパワー増加に伴い可視光領域のピーク強度の減少傾向が見られ、AZO 成膜条件 50[W] のサンプルは酸素欠陥による 500[nm] 付近のピーク強度が最も高いことが確認できた。

5. 参考文献

[1] 王 大鵬, 川原村 敏幸, 李 朝陽, 平尾 孝, “ガラス基板上へのパターン化に成功した酸化亜鉛(ZnO)薄膜蛍光体” ITE Technical Report vol. 35, No4 IDY2011-1 (Jan. 2011)