アニーリング法による酸化亜鉛薄膜のナノ構造形成およびフォトルミネッセンス特性への影響

Annealing Method Effects on Nanostructures Formation from Zinc Oxide Thin Films and Their Photoluminescence Properties

1250142 藤澤 健汰 (光・エネルギー研究室)
(指導教員 李 朝陽 教授)

1. 研究の目的

薄膜蛍光体は、作製プロセスが安価で、耐久性が高く、大面積化が可能などの期待ができる[1]。現在、薄膜蛍光体の課題として、発光輝度が低く、作製プロセスに改善の余地があるなどの課題を有している。

本研究は、酸化亜鉛薄膜に酸素欠陥を導入するための熱処理の最適条件を検討し、高輝度な薄膜蛍光体の開発を目指す。

2. 実験方法

ガラス基板上に RF マグネトロンスパッタリング法を用いて AZO(Al:5wt%)導電薄膜(300nm)を Ar ガス 30sccm、温度 150°C、パワー60W、圧力 1Pa で成膜した。その後、AZO 導電薄膜上に RF マグネトロンスパッタリング法を用いて ZnO 薄膜(300nm)を Ar ガス 30sccm、温度 150°C、パワー180W、圧力 9Pa で成膜した。その後、RTA(Rapid Thermal Annealing)と真空アニーリングを用いて、それぞれ ZnO 薄膜に対して熱処理を行った。RTA の条件は、350°C、500°Cをそれぞれ 1 時間、2 時間で熱処理を行った。真空アニーリングの条件は、350°Cをそれぞれ 1 時間、2 時間で行った。熱処理を行ったそれぞれの ZnO 薄膜に対して、フォーミング・ガス(FG: H₂/N₂: 1.96%)を導入した酸化還元反応を用いた熱処理によって、酸化亜鉛ナノ構造を合成した。

3. 実験結果

図1 熱処理後、ナノ構造のSEM像結果
(1) RTA-2h350°C, FG-2h350°C-5h440°C (2) 真空-2h350°C, FG-2h350°C-5h440°C
(a)表面図 (b)断面図

図2 熱処理後、薄膜とナノ構造のXRD2θパターン

図3 熱処理後、ナノ構造のPL結果

図1に RTA-2h350°C, FG-2h350°C-5h440°Cと真空-2h350°C, FG-2h350°C-5h440°CのSEM像結果を示す。

図1(1-a)と(2-a)を比較すると、真空アニーリングを行った方が酸化亜鉛ナノ構造の密度が多く確認できる。図1(1-b)と(2-b)を比較すると、どちらも基板に対して、垂直方向に酸化亜鉛ナノ構造が成長していることが確認できる。図2にナノ構造合成前の RTA-2h350°C(薄膜)、合成後の RTA-2h350°C(ナノ構造)、合成前の真空-2h350°C(薄膜)、合成後の真空-2h350°C(ナノ構造)のXRD2θパターンを示す。図2より、酸化亜鉛 c 軸格子面(002)面のピークが各サンプルで確認でき、(002)面に配向性を有していることが言える。図3に RTA-2h350°C(ナノ構造)、真空-2h350°C(ナノ構造)のフォトルミネッセンス(PL)の結果を示す。図3において、二つのピークを観測された。380nm 付近のピークはバンド端発光、500nm 付近の可視光範囲における強いピークは、酸素欠陥による PL ピークであると考えられる。真空-2h350°C処理を施したサンプルは、RTA-2h350°C処理のサンプルと比較して 500 nm 付近の可視光ピーク強度が高いため、合成された酸化亜鉛ナノ構造がより多くの酸素欠陥を有していると考えられる。

4. まとめ

RF スパッタリング法により、AZO 薄膜と AZO 薄膜上に ZnO 薄膜を成膜した。それぞれのサンプルに対して、RTA、真空アニーリングを行った後、FG アニーリングを用いて、酸化亜鉛ナノ構造の合成を行った。真空-2h350°C後、FG-2h350°C-5h440°Cで行った試料が酸素欠陥の PL ピーク強度が高い。よって、酸素欠陥を有している高輝度な酸化亜鉛ナノ構造の合成を実現できた。

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: スパッタリングによる薄膜成長、ウェットエッチング、熱処理を経て(発光型/非発光型ディスプレイ合同研究会), 映像情報メディア学会技術報告, 35.4 巻, p. 1-3, 2011.