



# HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	”光材料の研究とは…?”
Author(s)	星山, 満雄; 末宗, 幾夫
Citation	北海道大学電子科学研究所技術部技術研究報告集, 3, 41-49
Issue Date	1996-03-01
Doc URL	<a href="https://hdl.handle.net/2115/1460">https://hdl.handle.net/2115/1460</a>
Type	departmental bulletin paper
File Information	KJ00000697042.pdf



# “光材料の研究とは…？”

星山 満雄，末宗 幾夫\*

\* 電子科学研究所 電子材料物性部門光材料研究分野 教授

## 1. まえがき

レーザーが発明されて以来 約30年経った現在，気体，液体，固体，半導体など多種多様な媒質によるレーザーが開発され，利用し得る波長も赤外から紫外領域にまで及んでいる．この可干渉性（Coherency）に優れたレーザー光源は，広範囲における技術分野のハードウェアを支える要素デバイスとして，不可欠の存在になっている．

レーザーは，光波としてのコヒーレンシーの他に，パワーや発振波長などによって特徴づけられるが，それぞれの媒質によるレーザーは固有の特徴を有し，用途もそれぞれの特長に応じて異なる．なかでも半導体レーザーダイオード（Laser Diode：LD）は，半導体 pn 接合への通電で誘導放出による光増幅を生じさせるという極めて簡単な原理を動作基本としているため，高い量子効率とコヒーレンシーのよいコンパクトな光源として利用できることに大きな特徴がある．このため，光通信，光情報処理関連分野など，電子情報通信分野の技術革新に多大な貢献をしてきた．

半導体レーザーは，1970年に860nm帯の室温連続発振以来，1.3～1.6  $\mu$ m帯の光通信用レーザー，780nm帯コンパクトディスク（Compact Disc：CD）用レーザー，600nm帯赤色レーザー，そして1993年の489.9nm青色レーザー開発など歴史は浅いが近年の研究開発が著しい分野であり，マルチメディア時代を迎えた昨今，多種多様な半導体レーザーの研究開発が重要視されている．

21世紀に向けてますます発展進化する半導体レーザーにおいて，用途に合わせた発振波長の最適

化，性能・効率の向上，長寿命化など解決しなければならない問題が山積している状況ではあるが，当研究室ではこれらの問題点を一つ一つ解決して多種多様な要望に応える半導体レーザーを研究開発することを研究目的としている．

この目的を達成するために当研究室には，MO MBE（有機金属分子線エピタキシー法）装置とMOVPE（有機金属気相成長法）装置の2種類の半導体成長装置を有し，それぞれの装置特長を生かした実験成果を相互に反映させながら半導体成長研究を行っている．

成長させた半導体の物性評価は，AFM（原子間力顕微鏡）を用いた3次元結晶表面構造評価，X線回折装置を用いた結晶内部構造評価，PL（Photo Luminescence）測定装置によるエネルギー準位構造評価，C-V測定装置による実効アクセプタ濃度評価などと多岐に渡り，その評価結果を半導体成長にフィードバックさせる研究体制を実施している．

## 2. LASER（Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation）

### 2.1 レーザーの特徴

レーザーには優れた特徴が数多くある．

#### ●「整った光」である．

自然光を含む一般の光源からの光は自然放出光と呼ばれるもので，ある励起定常状態にある原子（または分子）が電磁場など外来条件とは無関係に光を放出してエネルギーの低い定常状態に遷移するため，周波数や位相が不揃いな光の波である．

これに対し、レーザの光は誘導放出光と呼ばれ、励起定常状態にある原子（または分子）がエネルギーの低い定常状態に光を放出して遷移するとき、外部の共鳴電磁場の強さに比例し入射光と周波数や位相が同じである可干渉性を持つ光である。

この特性を利用して、光に情報をのせた光通信を代表とする光情報処理関連分野や光干渉計などに利用されている。

●「広がりにくい光」である。

単一モード発振によるレーザビームの広がりには回折だけに依存し、極めて指向性の良い光である。このため、アポロ12号の地球と月との距離測定に代表されるような光計測技術に利用されている。

●「ハイパワーな光」である。

レーザは $\sim 10^{14}$  Hzの発振周波数に対し数 Hzのスペクトル幅しか持たない固定波長発振であるため、単色性に優れた（色の濁りがない）、輝度温度とエネルギー密度の高い光で、産業用溶接機や医療用レーザメスなどに利用されている。

## 2.2 半導体レーザ

この様に優れた特徴を持つレーザには、気体、液体、固体、半導体など多種多様なレーザが研究開発されているが、本論では半導体レーザに話題を限定する。

半導体レーザは、半導体 pn 接合への電流注入のみで誘導放出によるレーザ発振を生じさせるという極めて簡単な動作原理を基本としているため、小形、軽量、低消費電力で電源を含む装置全体がコンパクトな光源である。

この特徴を利用して、CDに代表される光ディスク用ピックアップやレーザプリンタなどに大量に用いられ、存在意識は少ないが日常生活に密着した存在である。また光ファイバ通信などの光情報処理関連分野、制御、計測、医療、化学など多種多様な分野にわたって利用されている。

## 2.3 短波長化の意義

光の波長は、赤外→赤→緑→青→紫外と短くなる。この光の波長を短くする短波長化の意義は、

●「高エネルギー化」が促進される。

光のエネルギー  $\varepsilon$  は、プランクの定数を  $h$ 、光の速度を  $c$ 、波長を  $\lambda$  とすると、 $\varepsilon = hc / \lambda$  と表され、波長が短いほど高エネルギー化が促進し、医学・医療を始めとする、物理学・化学・バイオなどさまざまな科学分野での応用が期待される。

●「高集光化」が促進される。

レーザ光をレンズで集光させた場合、絞られたビームのスポット径  $r$  は、 $A$  は定数、波長を  $\lambda$ 、レンズの集光性能を表す開口数を  $NA$  とすると、 $r = A \lambda / NA$  と表され、波長が短いほどビームスポットが小さく絞られ集光性が良くなる。

このため、光ディスクの高密度化が行われ、現在一般に用いられている CD 用レーザは赤外領域の波長を用いているが、これを青色領域に置換えるとスポット径が小さくなるため、現在の約4倍の情報量を扱うことができる。

●「可視青色領域のレーザ光源」ができる。

この事より赤・緑・青の3原色による、低消費電力で高輝度の薄型フルカラーディスプレイや、道路交通信号機への応用が展開される。

## 2.4 研究・開発の現状

発光ダイオード（Light Emitting Diode : LED）の実用化状況は、GaAlAsのピーク波長660nm、発光光度5cdの赤色LED、InGaNによるピーク波長500nm、発光光度2cdの青緑色LED、そして1994年にはInGaNを用いたピーク波長450nm、発光光度2cdの青色LEDが実用化され、これらを用いた高輝度LEDフルカラーディスプレイが、1995年1月に大阪に設置されたのが現状である。但し、LEDはLDに比べて、発光スペクトルが100倍程広く単色性に劣るため色の鮮明度が悪く、LDへの移行が切望されている現状でもある。

一方、LD実用化状況はGaInAsP系の光通信用1.3～1.6  $\mu$  m帯レーザ、AlGaAs系によるCD用780nm帯レーザ、AlGaInP系による600nm帯赤色レーザなど赤外～赤色範囲のLDは実用化されている。しかし近年の情報・通信分野の急激なマルチメディア化にともない情報量を大量に処理可能

な短波長LDの要望が高まるなか、1993年にZnCdSe系による490nmの青色LDが開発されたばかりである。今後は緑色LDの開発、ピーク波長の最適化、光度の向上、長寿命化など、解決しなければならない問題が山積している現状である。

### 3. 化合物半導体成長装置

当研究室に所有する化合物半導体の成長装置について説明する。

#### 3.1 クリーンルーム

GaAs半導体基板上に種々の化合物半導体を成長させるが、基となる基板が汚れては目的を成就する半導体を成長させることはできない。ここで言う基板の汚れとは、基板表面の原子レベルの平坦性、大気中に存在する水分、大気による酸化膜形成、そして埃などが挙げられる。

これらの影響を最小限に防ぐために、クリーンルーム内で種々の基板処理を行う。入口には無塵

服に着替えるプレブース付きでクラス10000程度（ $0.5\mu\text{m}$ 粒子が $1\text{ft}^3$ 中に10000個以下）の清浄度を維持している。内部にはそれぞれの作業目的に合わせたドラフト、クリーンベンチが配置され、有機材、無機材、ドライ窒素、超純水などを用いて基板処理を行う。

#### 3.2 MOMBE装置

(Metal Organic Molecular Beam Epitaxy  
:有機金属分子線エピタキシー法)

超高真空の下で、半導体基板に有機金属原料の原子や分子を照射して成長させる装置で、

- ・真空下での成長であるため、照射した原料はすぐ排気され、残留原料による不純物混入が少ない。
- ・真空下成長のため、高エネルギー反射電子線回折装置（Reflection High Energy Electron Diffraction : RHEED）を用いた成長状態観察や4重極質量分析計（Quadruple Mass Spectroscopy : QMS）による原料の組成状態観測などの、成長中その場観測が可能である。

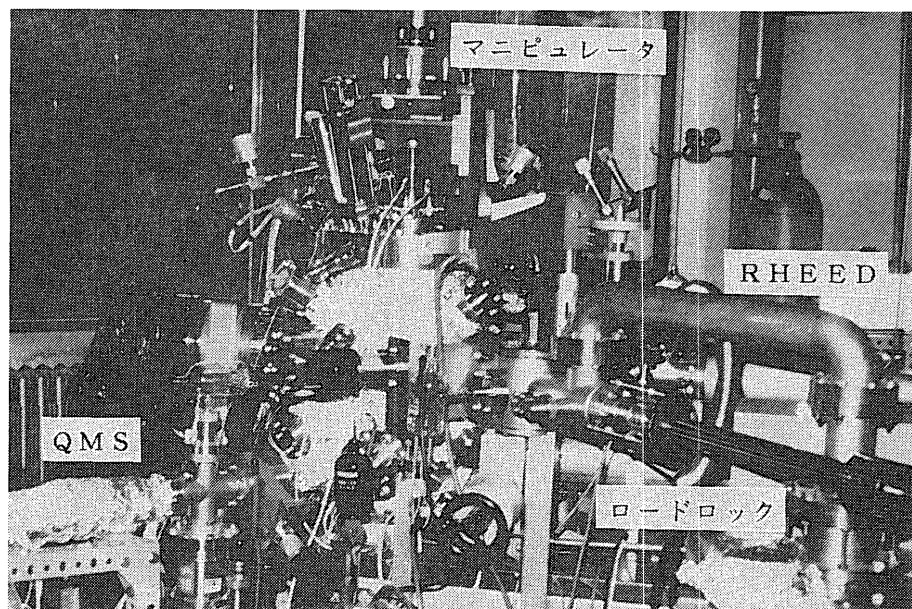


図1 MOMBE装置

・1原子層オーダーの成長膜厚制御が可能である。  
などの特徴がある。

図1は装置全景を示し、メインチャンバーには基板を出し入れするロードロック、基板の位置決めをするマニピュレータ、質量分析計のQMS、電子線回折装置のRHEEDなどが取付いている。

排気装置は複数系統に別れ、ロータリーポンプ、ターボ分子ポンプ、ディフュージョンポンプなどを用いて、メインチャンバー内は $10^{-9}$  Torr程度の真空を維持している。排気ガスは水によるバブリングや吸着剤などで処理され野外に排出される。また、各装置の冷却水は、研究所の水質が不適合であるためフィルター（ $10\ \mu\text{m}$ ）を通して使用している。

### 3.3 MOVPE 装置

（Metal Organic Vapor Phase Epitaxy

：有機金属気相成長法）

水素・窒素などのキャリアガスを用いて有機金属原料を搬送し、半導体基板上の熱分解反応を利

用して成長させる装置で、

・原料が気体供給のため、バルブなどを用いた流量コントロールによる組成制御が容易にできる。

・成長速度の制御が容易にできるため、成長膜厚制御が容易である。

・常圧または $0.1\sim 1$  Torrの減圧成長であるため、成長処理時間が短く量産成長に適している。

などの特徴があり、図2に装置全景を示す。

大別すると、操作パネル、成長室、材料室、排気装置から成立っており、半導体を成長させる成長管を図3に示す。石英ガラスで製作され、3方向からキャリアガスにより搬入された成長原料を、半導体基板上で十分に攪拌される構造をしており、当研究所のガラス工作室で製作している。

なお、先程のMOMBEも含めてコンピュータによる自動制御成長も可能としている。

一般的には、MOMBEは実験室レベルの成長装置、MOVPEは生産レベルでの成長装置となる位置づけをなし、相互に研究成果を反映させながら半導体成長研究を行っている。

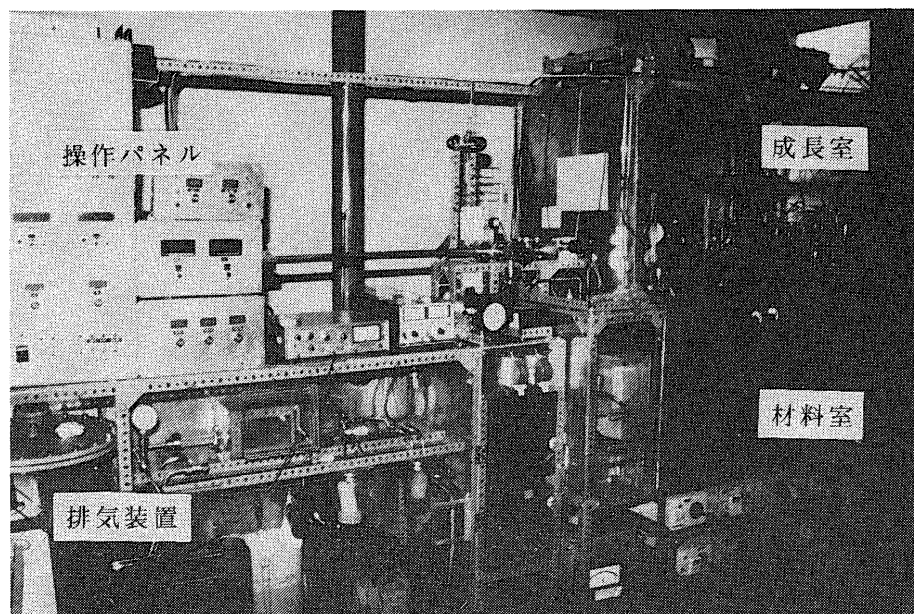


図2 MOVPE 装置

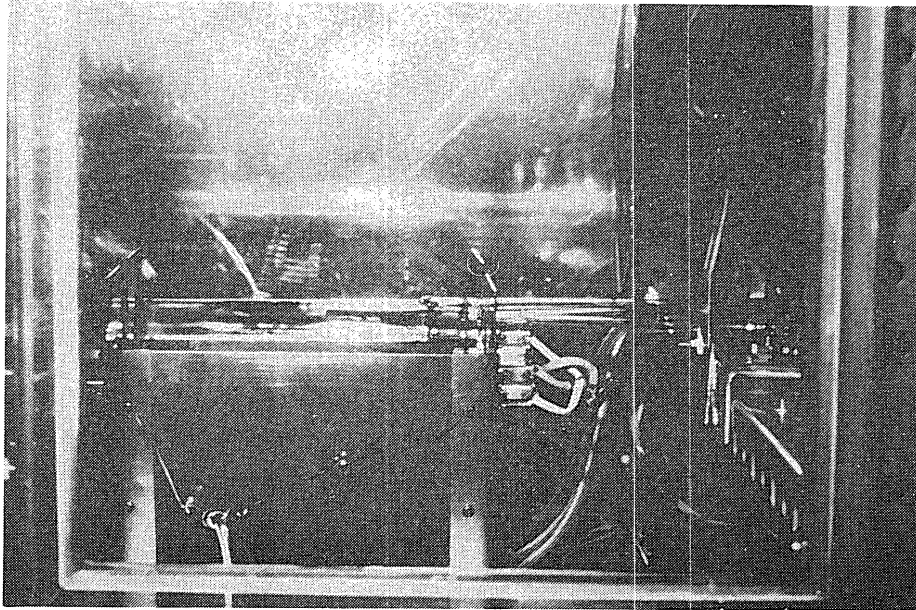


図3 MOVPE 成長管

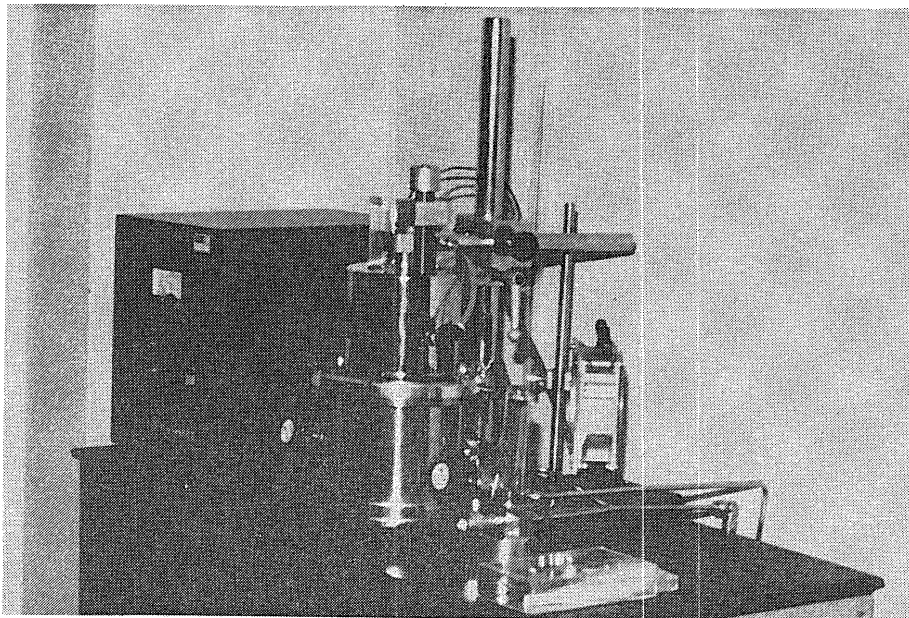


図4 アニール装置

### 3.4 アニール装置

アニールすることにより半導体成長結晶の歪み、欠陥などを解消し、成長状態の改善をはかるために用いる。図4は装置全景を示し、1kWの赤外線ランプを用い、スポット径10mmφで1000℃まで加熱可能である。ランプハウスは水冷冷却、成長半導体の酸化防止のために真空引き後、窒素ガスフローにて、通常500～600℃で30分程度のアニーリングを実施する。

この装置を含め、数々の装置を当研究所の機械工作室で製作加工している。

## 4. 半導体の物性評価

上記装置で成長させた半導体の物性評価について説明する。

### 4.1 AFM (Atomic Force Microscope) 装置

AFMは原子間力顕微鏡と呼ばれ、物性表面の構造評価をする顕微鏡である。

光学顕微鏡の倍率は2～3000倍、電子顕微鏡は1～200万倍、それに対し原子間力顕微鏡は500万倍と高く、その分解能は0.2nmである。この数値は、0.2nmを1mmの砂粒と仮定すると、1nmは $10^{-9}$ mであり $5 \times 10^9$ mm (=5000km)となる。札幌～東京間は約1000kmであり、その5倍の距離長にある砂粒1個を分離できる能力である。

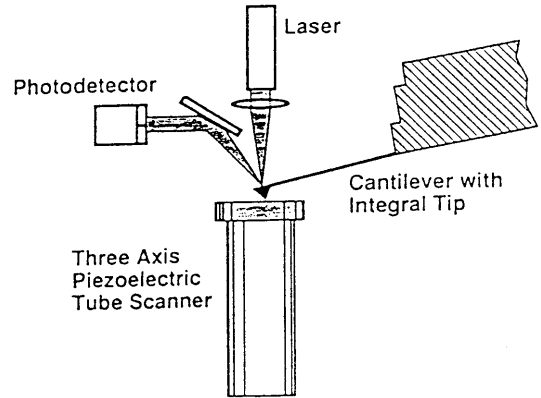


図5 AFM原理図

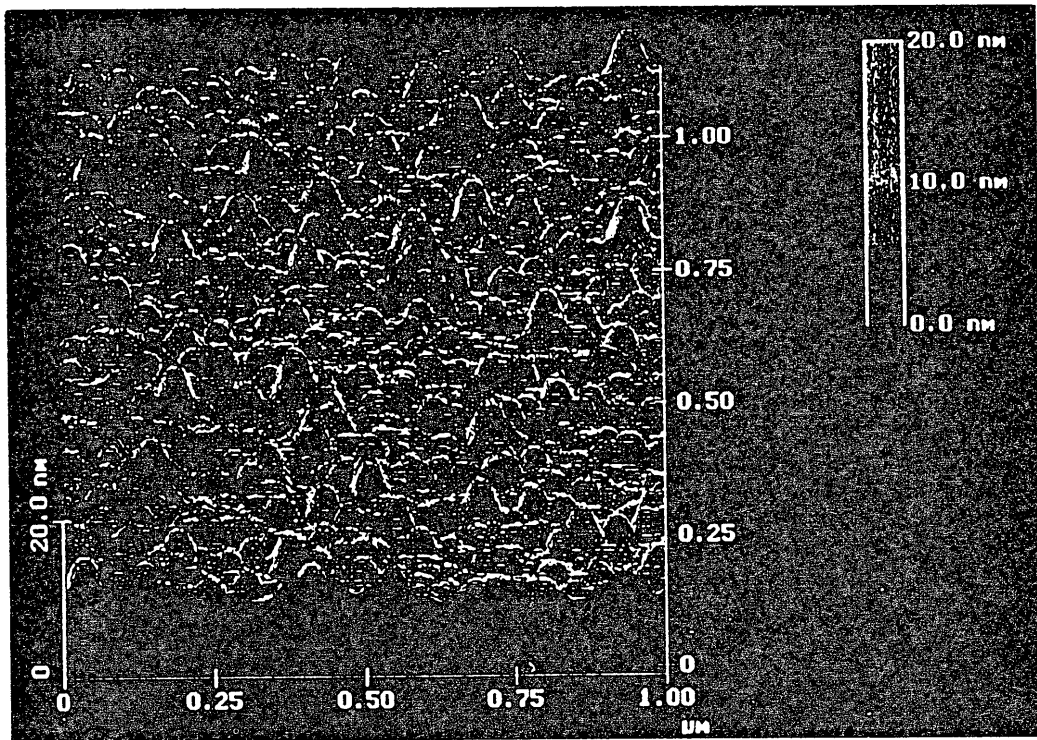


図6 AFM観測例

図5の原理図で動作原理を説明する。

- ・長さ 100  $\mu\text{m}$  のカンチレバーにレーザ光線を当て、その反射光を上下に分割したフォトディテクターで受ける。カンチレバーの先端には、傾斜角  $70^\circ$  の四角錐探針が付いており、探針長さ 4  $\mu\text{m}$ 、先端曲率半径は 5 ~ 10 nm である。
- ・サンプル表面に探針を近づけると、ファンデルワールス力や斥力により、カンチレバーがたわみ変位する。
- ・これに伴い、ディテクター上のレーザスポット位置が変化し、上下のディテクター信号強度変化によりカンチレバーの変位を検知する。
- ・この変位を一定値に維持するために、フィードバック回路によりサンプルを乗せた piezo 素子の Z 軸を上下させる。また、X 軸、Y 軸各方向にも piezo 素子を変位させることによりサンプル表面の 3 次元物性表面像を観測することができる。

図6は測定範囲が 1  $\mu\text{m}$  角、高さ表示は 0 ~ 20 nm の観測例を示し、物性表面の凹凸が鮮明に観測されていることが判る。

#### 4.2 X線回折装置

物性の結晶構造（格子定数、半値幅、歪みなど）を評価する装置である。

結晶に X 線が入射した場合、結晶格子面が回折格子の役目をし、ブラッグの法則による特定方向への散乱が生じる。図7を用いて説明する。

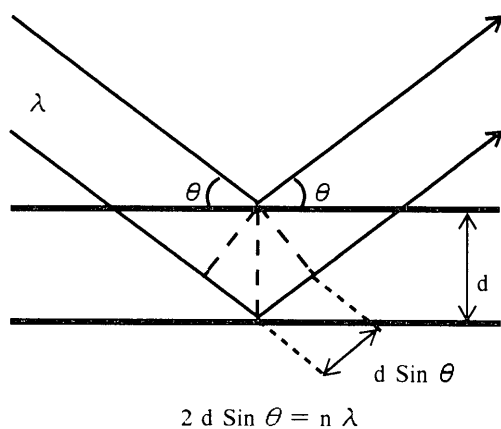


図7 Bragg の法則

- ・結晶格子に波長  $\lambda$  の波が入射角  $\theta$  で入射すると、表面格子で反射角  $\theta$  で反射する。
  - ・表面格子から平行に  $d$  だけ離れた格子面からも、表面反射同様に反射角  $\theta$  で反射する。
  - ・ここで表面反射位置から垂線を下ろすと、表面反射に比べて距離  $d$  だけ離れた位置からの反射は、 $2d \sin \theta$  だけ長い伝搬路長を通ることになる。
  - ・この表面反射との伝搬路長差が波長の整数倍  $2d \sin \theta = n\lambda$  となる条件を満たす場合に、位相の揃った回折が起こり、強い反射強度が得られる。
- 従って、波長  $\lambda$  が既知である X 線をサンプルに照射し、ブラッグの法則を満たす回折角を正確に測定すると、結晶面間隔  $d$  は関係式より求まる。使用 X 線波長は 1.54061  $\text{\AA}$ 。ちなみに Zn の格子間隔距離は室温で 5.667  $\text{\AA}$  である。

測定装置は全体を鉛の板で覆い、複数による安全装置、フィルムバッチによる X 線被曝管理と安全対策も十分に対処している。

図8に測定例を示す。X 線の入射角に対する反射強度特性を示し、ブラッグ条件を満たす強いピークが観測され、ピーク距離から成長層の厚さなどを評価している。

#### 4.3 PL (Photo Luminescence) 測定装置

物性エネルギー準位構造を評価する装置である。原理は、半導体の結晶に外部から強いエネルギーを与えると、励起と呼ばれる電子や正孔が高いエネルギー状態に押し上げられる。その状態から遷移と呼ばれる低いエネルギー状態で再結合するとき光を放出する。この事より、半導体結晶の光学的特性やエネルギーに関する情報が得られる。この外部エネルギーの種類によって、名前がいろいろ付けられている。

- ・電子線による励起を Cathod Luminescence と呼び、ブラウン管の蛍光膜発光などである。
  - ・電流注入による励起を Electro Luminescence と呼び、LD や LED の発光などである。
  - ・光による励起を Photo Luminescence と呼び、蛍光管の紫外線による蛍光面発光などである。
- ほかに X 線、放射能、熱などによる励起がある。

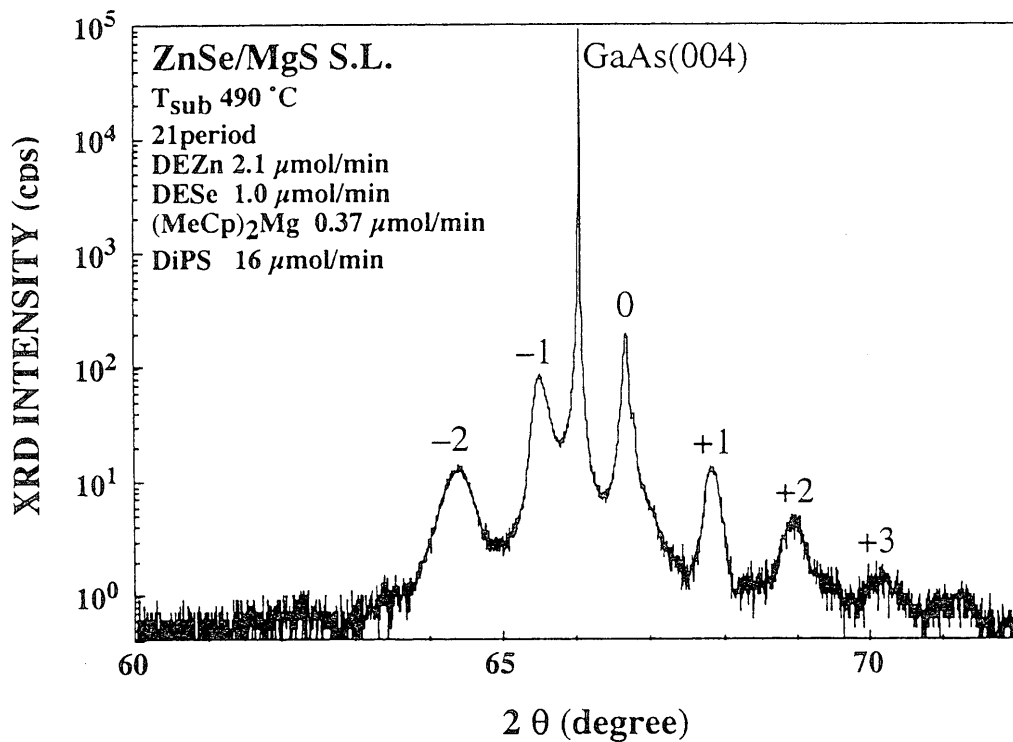


图8 X線回折測定例

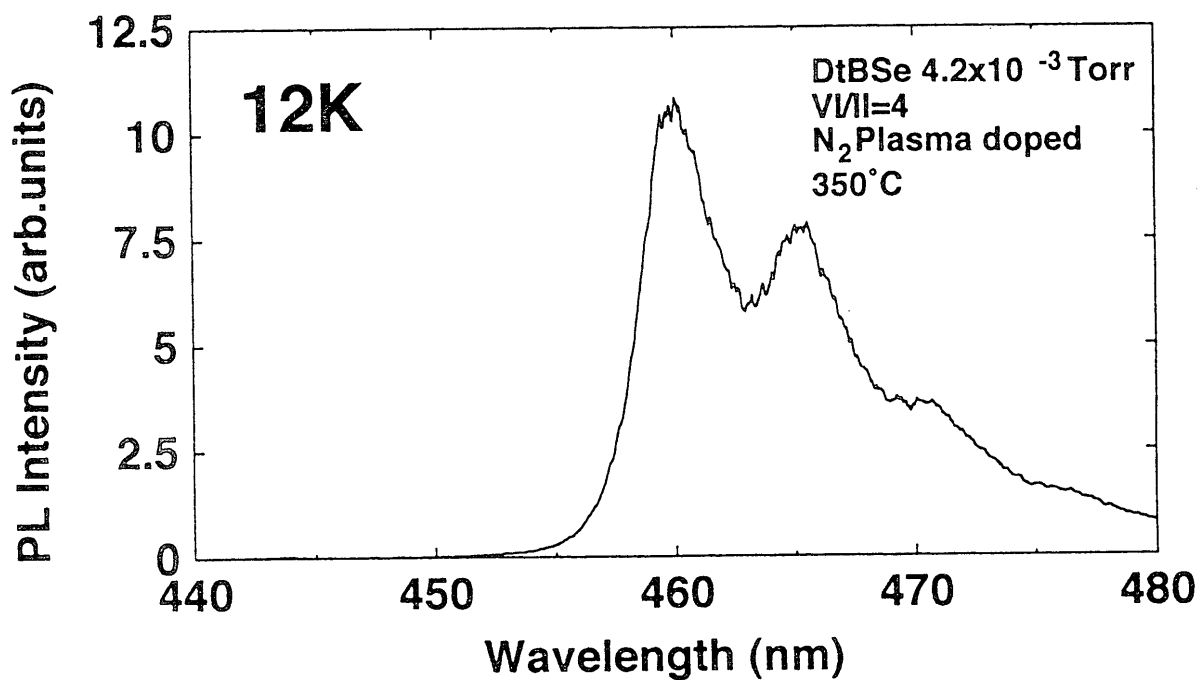


图9 P L 測定例

測定装置は、光源に He-Cd レーザ、Xe ランプ、ハロゲンランプを用い、光学系による光の導入、クライオスタット（温度を 10k まで下げられる冷凍機）、発光特性を測定する分光器から成り立っている。

測定例を図 9 に示す。測定温度 12k、分光器波長を 440～480nm 変化させた測定結果で、460nm、466nm に発光ピークが観測されている。

#### 4.4 C-V 測定装置

p 型、n 型半導体の不純物濃度評価装置である。半導体レーザは pn 接合の半導体であり、p 型半導体には正孔を供給する Acceptor、n 型半導体には電子供給する Donor と呼ばれる不純物をそれ

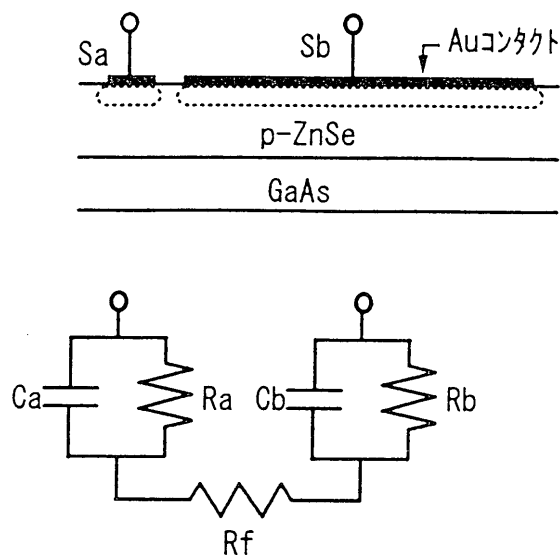


図 10 C-V 測定原理

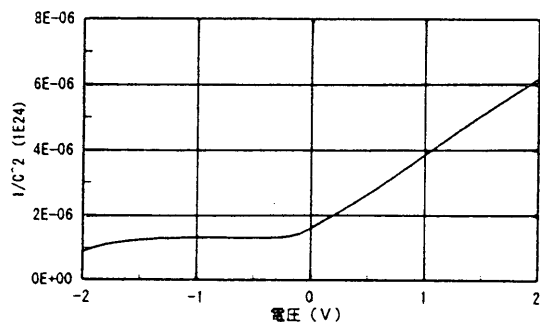


図 11 C-V 測定例

ぞれ拡散成長させる必要があり、混合特性評価は不純物濃度評価が用いられる。測定原理を図 10 で説明する。

- ・ GaAs 基板上に p 型（または n 型）の半導体を成長させ、測定端子コンタクト用に金の電極を熱蒸着装置で設ける。
- ・ コンタクト用電極間に逆バイアスを加えると、電子も正孔もない空乏層領域（図中の破線領域）を生じる。
- ・ この状態の電気的等価回路を図中に示す。各電極では空乏層容量 C とリーク抵抗 R の並列接続回路、その間を電極間の半導体膜抵抗で接続した回路となる。
- ・ この空乏層容量とリーク抵抗を LCR メータで測定評価する。

測定例を図 11 に示す。直流バイアスに対する  $1/C^2$  曲線で、バイアス変化に対する  $1/C^2$  の変化率より不純物濃度を評価する。

## 5. むすび

上記の各装置には、すべてコンピュータが取り付けられ、成長制御や測定装置をだれにでも同一条件で、迅速かつ正確に制御・測定できるように配慮され、測定データを用いたその場考察、フロッピーディスクを介したデータ処理や OHP 作成などに威力を発揮している。

以上で、当研究室の研究活動を足早に説明してきたが、本原稿を制作中の 12 月中旬に、410nm 青紫 LD 発光成功のトピックが飛び込んできて、前述した夢の実現へまた一歩近づいた状況である。

### 【謝 辞】

以上の研究活動を遂行するに当たり、当研究所の機械工作室とガラス工作室における装置製作加工、および製作経験に基づくアドバイスとアイデア提供なくしては達成が難しく、これまでのご尽力に対し紙上を借りて御礼申し上げます。