# 平成24年度 修 士 論 文

ZnO 薄膜を用いた光導波路型波長変換デバイス

# の設計と作製に関する研究

# 指導教員 花泉 修 教授

群馬大学大学院工学研究科

# 電気電子工学専攻

田中 良太郎

# 目次

第1章 緒言······1
1.1 研究北县
11       初九月泉       2         12       五次加速
1-2 研究概要
1-2-1 ストリップ装荷型導波路の作製と評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
1-2-2 新しい導波路の設計・・・・・・3
1-3 非線形光学効果・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
1-4 第 2 高調波発生・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・5
1-5 本論文の構成····································
第2章 スパッタリング法による ZnO 薄膜の作製と評価・・・・・・・・・7
2-1 はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・7
2-2 ZnO について
<b>2-3</b> 高周波スパッタリング法······7
2-4 アニール処理・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
2-5 透過スペクトルと反射率の測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・10
<b>2-6</b> 屈折率の測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
<b>2-6-1</b> 屈折率の算出・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
2-6-2 プリズムカプラとは・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
<b>-</b>
200 アアバムパアアによる出所中の演定 15 2-7 VDD 測字
<b>21 AND</b> 例在 14
2-7-1 XKD 測定とは・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
2-7-2 XRD 測定結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・15
2-8 まとめ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・16

# 第3章 スパッタリング法による酸化ハフニウム薄膜の作製と評価・・・・・17

3-1	はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・17
3-2	酸化ハフニウムとは・・・・・17
3-3	薄膜の作製・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・17
3-4	アニール処理・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・17
3-5	屈折率の測定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・

3-6	透過率と反射率の測定・・・・・19
3-7	まとめ・・・・・20
第4	章 ZnO 薄膜を用いた光導波路の設計とシミュレーション・・・・・21
4-1	はじめに
4-2	導波路の設計・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・21
<b>4-</b> 3	ビーム伝搬法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・28
4-4	シミュレーション・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・28
4-5	まとめ・・・・・・30
第5	章 光導波路の作製と評価・・・・・31
5-1	はじめに・・・・・31
5-2	ストリップ装荷型導波路の作製・・・・・33
5-2	?-1 ストリップ装荷型導波路の作製工程・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・31
5-2	2-2 ストリップ装荷型導波路の端面加工・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
5-2-3	コーストリップ装荷型導波路の評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
5-3	設計を行った導波路の作製・・・・・38
5-4	設計を行った導波路の作製の評価・・・・・41
5-5	まとめ・・・・・・44
第6	章 結言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
謝辞	
参考	文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
付録	
付	禄 A······48

#### 1-1 背景

近年のインターネットの普及によって、我々は多くのサービスや、情報を得ることが 可能となった。なかでも FTTH(Fiber To The Home)による光ファイバ通信の発達は、 一般家庭へも光ファイバ通信を普及させ光通信を身近なものとするきっかけとなった。 光通信技術の発展によって高速・大容量な通信を実現し、これからもさらなる発展が期 待される。

光回線によるインターネット通信をさらに高速・大容量化させる技術の1つとして、 波長分割多重(WDM: Wavelength Division Multiplex)と呼ばれるものがあり、これは 一本の光ファイバに複数の波長の光を同時に通すことで、光ファイバ上の情報量を増大 させるものである。現在、複数の波長データの処理は光信号をいったん電気信号に変換 した後に処理を行い、再び光信号に戻すといった方法をとっている。このような処理を 電気信号に変換することなく光信号のまま行うための手段として、波長変換技術が注目 されている[1]。

また、光技術の進歩により通信分野が大きく発達してきたが、同時に大容量記憶メデ ィアも発達、普及している。現在大容量記憶メディアの1つに Blu-ray Disc があるが、 その容量は25GBであり、これは DVDの5倍以上を誇る。このような光ディスクの読 み取り用波長は405nmまで短くなってきており、今後の大容量化にはより波長の短い レーザの開発が望まれる。そこで、短波長レーザの実現として波長変換素子を用いた光 波長変換デバイスが期待されている。

本研究では、非線形光学効果をもち、優れた光学特性をもつ酸化亜鉛(ZnO)に注目した。ZnO は資源が豊富で比較的安価であるため、波長変換デバイスの低コスト化につながると考えられる。主として光通信技術の発展への寄与を目指し、低コストな波長変換デバイスを作製することで、WDM のような高速・大容量通信を加入者系への普及が期待できる。

#### 1-2 研究概要

酸化亜鉛(ZnO)は優れた光学特性を持ち、また、非線形光学効果を持つことで知られ る。ZnO は 2 次の非線形光学効果をもち、本研究では ZnO がもつ 2 次の非線形光学効 果のひとつである第 2 高調波発生(SHG:Second Harmonic Generation)を利用した、波 長変換デバイスの作製を目指す。SHG 素子を作製することで、他の 2 次の非線形光学 効果である和周波発生(SFG)や差周波発生(DFG)につながる。デバイスの構造は光通信 への応用を考え、導波路型での作製を行う。ZnO をスパッタリング法によって成膜し、 SHG 出力の向上を考えシングルモード導波路で作製する。SHG の観測には、波長 850nm の Ti: Sa レーザ(スペクトラ・フィジクス: Tunami)を使用する。

まず過去の研究から設計されたストリップ装荷型導波路での作製を行った。しかし、 設計されたコア径が小さかったため、レーザを導波路させることが困難であった。そこ で、レーザの導波を容易にするために、新しくコア径を拡大させる光導波路の設計を行 い作製を目指した。

#### 1-2-1 ストリップ装荷型導波路の作製と評価

ZnO をコアとして用いた光導波路として、比較的作製が容易であるストリップ装荷型での導波路作製を行った。ストリップ装荷型導波路の構造パラメータは過去の研究から得られたものを使用した[2]。導波路の作製において、SiO2基板上に ZnO をスパッタリング法によって成膜を行い、結晶性向上のためアニール処理を行う。その後 ZnO 薄膜を光学特性から評価を行う。

図 1-1 と表 1-1 に本研究で作製を目指したストリップ装荷型導波路の概略図を示す。



↓ リブ部:SiO2

図 1-1 ストリップ装荷型導波路断面

表 1-1 導波路条件

### 1-2-2 新しい導波路の設計

1-2-1 で示したストリップ装荷型導波路の作製を行ったが、設計したコア径が小さく、 レーザを導波させることが困難であった。そこで、新しくコア径を拡大させた導波路の 設計を行った。今回、ZnO に屈折率が近く、酸化ハフニウム(HfO<sub>2</sub>)に注目し、新しく クラッドとして用いた。コアとクラッドの屈折率差を小さくすることによって、モード フィールド径を拡大させ、コア径の拡大を目指す。図 1-2 に新しく設計を行った導波路 の概略図を示す。



図 1-2 新しく設計した導波路の概略図

#### 1-3 非線形光学効果

光の電界をEとすると、分極PはEに比例して

 $\mathbf{P} = \varepsilon_0 \chi^{(1)} \mathbf{E} \qquad (1.1)$ 

と表せる[3]。このとき、 $\varepsilon_0$ は誘電率、 $\chi^{(1)}$ は電気感受率である。これは電界の強さが小 さいときには比例するが、電界が強くなる、すなわち強力なレーザを入射させると比例 しなくなり、非線形応答が無視できなくなってくる。非線形応答を考慮すると、物質の 分極 P は次のようになる。

 $P = \varepsilon_0 \chi^{(1)} E + \varepsilon_0 \chi^{(2)} E^2 + \varepsilon_0 \chi^{(3)} E^3 + \cdots$  (1.2)

ここで、 $\chi^{(2)}$ は二次非線形感受率、 $\chi^{(3)}$ は三次非線形感受率と呼ばれる。このように、 分極 P の非線形性によって起こる効果を非線形光学効果という。これらの非線形光学 効果が起こると、入射光と別の周波数の光を発生や、光の強度によって屈折率が異なっ てくるような現象が起こる[4]。E<sup>2</sup>の項による効果は2次の非線形光学効果とよばれ、E<sup>3</sup> の項による効果は三次の非線形光学効果とよばれる。2 次の非線形光学効果としては、 第2高調波発生、和周波発生、差周波発生などがあげられる。

## 1-4 第2高調波発生(SHG:Second Harmonic Generation)

第2高調波発生は2次の非線形感受率χ<sup>(2)</sup>によって生じる非線形光学効果の1つである。非線形光学効果をもつ物質に波長λ(角周波数ω)の強い光を入射したとき、電界Eを

$$E = E_0 \cos(\omega t)$$

とすると、分極Pは

$$P = \varepsilon_0 \chi^{(1)} E + \varepsilon_0 \chi^{(2)} E^2$$

とかけるので、電界 E を代入すると

$$P = \frac{1}{2} \varepsilon_0 \chi^{(2)} E_0^2 + \varepsilon_0 \chi^{(1)} E_0 \cos(\omega t) + \frac{1}{2} \varepsilon_0 \chi^{(2)} E_0^2 \cos(2\omega t)$$

となる。第3項に周波数2ωの成分をもつ光が発生している。これにより、入射した光の2倍の周波数の光が発生していることがわかり、この現象を第2高調波発生 (SHG:Second Harmonic Generation)とよぶ[4]。図1-3に第2高調波発生のイメージ図 と、同じ2次の非線形光学効果である和周波発生と差周波発生のイメージ図を示す[5]。



図 1-3 非線形光学効果のイメージ

#### 1-5 本論文の構成

第1章は緒言である。

第2章はスパッタリング法による ZnO 薄膜の作製と評価について述べる。

第3章はスパッタリング法による酸化ハフニウム(HfO<sub>2</sub>)薄膜の作製と評価について述べる。

第4章はZnO薄膜を用いた光導波路の設計とシミュレーションについて述べる。

第5章は光導波路の作製と評価について述べる。

第6章は結言である。

## 第2章 スパッタリング法による ZnO 薄膜の作製と評価

#### 2-1 はじめに

本章ではスパッタリング法による ZnO 薄膜の作製を行い、その評価について述べる。 SiO2 基板上に作製した ZnO 薄膜に結晶性向上のためのアニール処理を行い、XRD 測 定による結晶性評価を行った。その後、ZnO 薄膜の透過スペクトルと反射率の測定を 行った。以前の研究では、得られた透過スペクトルから屈折率を算出したが、今回はよ り正確な屈折率を得る方法としてプリズムカプラによる測定を行った。

#### 2-2 ZnO について

ZnO は六方晶系ウルツ鉱型の結晶構造を持つ、直接遷移型のII-IV族化合物半導体である。最近では、太陽電池などに用いられる透明電極や、白色発光ダイオードなどの材料として注目されているが[6]、ここでは ZnO がもつ性質の1つである非線形光学効果に注目した。ZnO は資源が豊富で安定した供給が見込め、比較的安価であり、高い透過率・屈折率を持つことから[7]、本研究では光導波路の材料として用いた。

#### 2-3 高周波スパッタリング法

導波路のコアとなる ZnO 薄膜の作製は、SiO2 基板上に高周波(RF: Radio Frequency) スパッタリング法を用いて行った。図 2-1 に成膜に用いたスパッタリング装置 (ULVAC:SH350-SE)の概略図を示す。

スパッタリング法とは、真空状態にしたチャンバー内にガスを導入し、高電圧印加に よるグロー放電によってプラズマを形成する。放電中に生成する正イオンを薄膜材料 (ターゲット)に衝突させ、その衝撃でターゲットの原子・分子が飛び出し、基板に付着 することで薄膜を形成する方法である。

RF スパッタリング法とは、高周波電源を用いて絶縁物をスパッタリングする方法で ある。DC(直流)スパッタリングでは絶縁物を成膜することはできないが、RF スパッタ リングでは絶縁物の成膜が可能となる[8-9]。RF スパッタリング法による ZnO の成膜 条件は以前の研究の条件を参考にし[10]、その条件を表 2-1 に示す。





図 2-1 スパッタリング装置の概略図

ターゲット	ZnO
導入ガス	$Ar,O_2$
Ar ガス流量[sccm]	20
O <sub>2</sub> ガス流量[sccm]	10
RF 電力[W]	75
成膜時圧力[mTorr]	10
基板加熱温度[℃]	250

表 2-1 スパッタリング条件

### 2-4 アニール処理

アニール処理とは、基板を加熱して高温に保つことで原子の移動を促進させ、結晶欠 陥と酸素欠陥の減少など、結晶性を改善させる熱処理である。

アニール装置の概略図を図 2-3 に示す。電気路は、管理ユニットでアニール条件を設定し、シリコニット内の電熱線にプログラム制御器で制御された電流を流すことで発熱して、ガラス管内部を高温にする装置である。アニールを密閉されていない空気が循環できる環境で行うことで、ZnO 薄膜の結晶性の改善が期待できる。



アニール温度[℃]	800	
アニール時間[min]	60	
表 2-2 アニール条件		

アニール条件を表2-2に示す。条件は過去の研究によって求められた800℃で行った。

#### 2-5 透過スペクトルと反射率の測定

成膜し、アニールを行った ZnO 薄膜の透過率の測定を行った。測定には、分光光度計(島津製作所: UV-3101PC)を使用した。測定によって得られた透過スペクトルを図 2-4 に示す。



図 2-4 成膜後アニールを行った ZnO 薄膜の透過率と反射率

本研究では、SHG の測定に 850nm の Ti-Sa レーザを用いる。そのため、コアとして 用いる ZnO 薄膜は波長 425nm と 850nm で高いことが望ましい。図 2-4 から、波長 400nm から 900nm において 80%以上の高い透過率を得ることができた。また、反射 率も 10%前後低い値となった。透過率と反射率を足した値はほぼ 100%になることから、 薄膜による光の吸収はほとんどないと思われる。一部 100%以上となっているが、これ は基板背面での反射が結果に反映されてしまうことが原因と考えられる。グラフのリッ プルは成膜された ZnO 層と空気、SiO2 基板との境界での光の反射によって干渉が起こ ることによって発生する。

#### 2-6 屈折率の測定

作製した薄膜の屈折率の測定を行う。以前の研究では、薄膜の透過率から屈折率を計 算して屈折率を求めた。今回は、より正確な屈折率を求めることができると考え、プリ ズムカプラを用いて屈折率の測定を行った。

#### 2-6-1 屈折率の算出

測定した透過率から屈折率算出を行った。図 2-5 にその結果を示す。実際の算出方法 は付録 A に示した。



図 2-5 算出した ZnO 薄膜の屈折率

#### 2-6-2 プリズムカプラとは

プリズムカップリング法によって、薄膜の屈折率を測定することができる。

厚さが十分ある薄膜の場合、膜厚方向の定在波の節の数に応じて異なる伝搬仕方を示 す複数の導波モードが膜中を伝搬できる。これらの導波モードの膜内での伝搬は

 $E(x, z) = E_m(x) \exp(i\beta_m z)$ 

と表せ、各導波モードの伝搬定数βmは

 $\beta_{\rm m} = \frac{2\pi}{\lambda} n_{\rm m}^{\rm eff} = k_0 n_{\rm m}^{\rm eff}$ 

となる。ここで、 $k_0$ は真空中の光の波数である。 $n_m^{eff}$ は等価屈折率とよばれ、薄膜の 膜厚 t と屈折率 n、基板の屈折率 $n_{sub}$ の関数である。プリズムカプラの概要を図 2-6 に 示す。屈折率 $n_p > n^{eff}$ のプリズムを薄膜の表面に近づけると、プリズム内で全反射した 光のエバネッセント成分が薄膜に接し、

 $k_0 n_p \cos \theta = \beta_m^{eff}$ 

の条件が満たされると、薄膜中の導波モードが効率よく励起される。入射角を変えなが ら反射率を測定すると、式を満たす場合に反射率の低下が観測され、その入射角から n<sub>m</sub><sup>eff</sup>が決定できる。得られたn<sub>m</sub><sup>eff</sup>から、薄膜の屈折率nを求めることができる。 プリズムカップリング法は、高い精度で屈折率を測定可能である。[11]



### 2-6-3 プリズムカプラによる屈折率の測定

プリズムカプラを使用し、成膜し、アニールを行った ZnO 薄膜の屈折率測定を行った。今回使用したプリズムカプラでは、404nm、633nm、1533nm の 3 つの波長での 測定を行い、その 3 点から得られた値から近似曲線を作製する。その結果を図 2-6 に示 す。



図 2-7 測定した ZnO 薄膜の屈折率

通常、ZnOの屈折率は可視光領域で 1.9-2.0 程度といわれる[7]。図 2-5、図 2-6 から、 透過率から算出した値と、プリズムカプラによって得られた値はどちらも可視光領域に て 1.9-2.0 となった。今回はより正確な値が得られるとして、プリズムカプラによって 得られた値を用いる。

#### 2-7 XRD 測定

#### 2-7-1 XRD とは

薄膜の結晶性評価の方法として、XRD(X-ray Diffrection)を用いた。

結晶構造をもつ物質は原子あるいは分子が一定の周期性をもって配列している。その 結晶に原子の間隔と同程度の波長をもつ光を入射すると、各原子で散乱された光が特定 の方向で干渉し、強い X 線が観察される回折現象を生じる。この回折強度はその原子 の種類や配列の仕方によって異なるため、その回折結果を解析することで膜表面の物質 の結晶構造を知ることができる。



図 2-8 結晶によるX線の回折

物質が結晶構造をもっている場合、規則的に複数の原子が作る面が存在する。図 2-7 のように平行に並んだ結晶面間の距離を d とし、2 つの X 線が角度 $\theta$ で入射する場合、 2 つの X 線の行路差は2d sin  $\theta$ となる。この行路差が入射 X 線の波長  $\lambda$  の整数倍、すな わち2d sin  $\theta$  = n $\lambda$ となるとき、回折がおこる[12]。これを観測することによって結晶間 の距離 d をわかる。結晶間距離 d がわかることによって、物質内の結晶構造を調べるこ とができる。測定によって回折ピークの鋭さを見ることで、その物質の結晶構造を判断 する。

#### 2-7-2 XRD 測定結果

スパッタリング法によって成膜を行った ZnO 薄膜の結晶性が、アニールによって改善されたのか測定によって確認を行った。2次の非線形効果は結晶状態の材料ではない と得ることができない。スパッタリング法によって成膜された膜はアモルファスとなる ため、SHG の材料として用いるためには結晶性の改善が必要となる。



図 2-9 成膜し、アニールを行った ZnO 薄膜の XRD 測定結果

図 2-8 より、鋭いピークが測定できた。結晶質がアモルファスであると、ピークはブ ロードなものとなるため、測定結果より作製した ZnO 薄膜の結晶性は改善されている と考えられる。

#### 2-8 まとめ

スパッタリング法によって ZnO 薄膜の作製を行った。その後、結晶性改善のためア ニール処理を行った。ZnO 薄膜の透過率の測定では、使用する波長である 850nm と 425nm での透過率 80%以上となり、高い透過率を得た。また、透過率と反射率の測定 結果の和がほぼ 100%となることから、薄膜の吸収も少ないと考えられる。以前の研究 では、ZnO 薄膜の屈折率は透過率からの算出によって出していた。今回はプリズムカ プラを使用して屈折率の測定を行うことで、より正確な屈折率の測定を行った。本研究 で SHG の観測用に用いるレーザが波長 850nm である。今回作製した ZnO 薄膜の波長 850nm での屈折率は 1.94979 であった。スパッタリングによって成膜された ZnO 薄膜 はアモルファスであるため、アニールによって結晶性が改善されたことを調べるため、 XRD 測定を行った。測定された結果から、ピークはブロードなものではなく、ZnO 由 来と思われるピークを測定することができた。よって、アニールによって ZnO の結晶 性が改善されたと思われる。これらの結果から、作製した ZnO 薄膜は SHG 導波路の コアとして適していると思われる。

## 第3章 スパッタリング法による HfO2 薄膜の作製と評価

#### 3-1 はじめに

導波路のコア径を拡大させるため、クラッドとして ZnO に近い屈折率をもつ酸化ハ フニウムに注目した。コアの屈折率に近い屈折率をもつ HfO2をクラッドとして用いる ことで、コアとクラッドの屈折率差が小さくなることで光の閉じ込めが弱くなり、導波 路のコア径を大きくなることが期待できる。酸化ハフニウムはスパッタリング法によっ て成膜できることから、ZnO と同様にスパッタリングによって成膜を行った。

#### 3-2 酸化ハフニウムとは

酸化ハフニウム(HfO<sub>2</sub>)は高誘電体であり、ゲート絶縁膜などへの利用が注目されてい る素材である。しかし、本研究では、その屈折率に注目した。屈折率が ZnO に近く、 可視光域から近赤外域での透過率が高く、反射率が低い[13]。このことから、導波路の 素材として利用できると考えた。また、スパッタリング法によって成膜が行えることか ら、HfO<sub>2</sub>をクラッドとして用いる。

#### 3-3 薄膜の作製

HfO<sub>2</sub>はZnOと同様にスパッタリング法によって成膜を行った。今回、スパッタリン グに導入するArガスとO<sub>2</sub>の比率を変えた条件で試料の作製を行い、プリズムカプラ を用いて屈折率の測定を行った。

スパッタリング条件を表 3-1 に示す。

ターゲット	$\mathrm{HfO}_2$
導入ガス	Ar,O <sub>2</sub>
RF 電力[W]	260
成膜時圧力[mTorr]	10
基板加熱温度[℃]	250

表 3-1 HfO2のスパッタリング条件

#### 3-4 アニール処理

新たに作製する導波路の構造から、成膜した HfO<sub>2</sub>上に ZnO を成膜し 800℃でのアニールを行う。そのため、ZnO 薄膜のアニール温度である 800℃より高い温度でアニールを行っておくことで、アニールの際の HfO<sub>2</sub>結晶の変化を防ぐ目的から、成膜を行った試料を 850℃にてアニールを行い、屈折率の測定を行った。

#### 3-5 屈折率の測定

今回、導波路のコア径の拡大を目指すため、HfO2の屈折率をZnO薄膜の屈折率にで きるだけ近いものにしたい。そのため、いくつかガス流量を変えた条件で成膜を行い、 成膜後アニールを行った後、プリズムカプラを用いて、HfO2薄膜の屈折率の測定を行 った。その結果を図 3-1 に示す。



図 3-1 測定を行った屈折率

HfO<sub>2</sub>の可視光域付近の屈折率は 2.00-1.85 程度であるという[13]。測定を行った 3 つ の条件の試料の屈折率はどれこの値に近くなった。今回その中で、波長 850 での屈折 率がもっとも ZnO に近いものを使用する。Ar が 5sccm、O<sub>2</sub> が 20sccm の条件で成膜し たとき、得られた波長 850nm での屈折率が 1.93409 となり、ZnO 薄膜の屈折率 1.94979 に近い値となったので、この条件で成膜を行っていく。

#### 3-6 透過率と反射率の測定

分光光度計(島津製作所: UV-3101PC)を用いて HfO<sub>2</sub>薄膜の透過スペクトルと反射率の測定を行った。測定の結果を図 3-2 に示す。



図 3-2 測定した HfO2の透過率と反射率

図 3-2 より、成膜を行った HfO<sub>2</sub>薄膜の透過率は 80%以上となり、反射率は 15%前後と低い値となった。透過率と反射率の和はほぼ 100%となることから、吸収も少ないと考えられる。

#### 3-7 まとめ

本章では、HfO<sub>2</sub>をスパッタリング法によって成膜を行い、薄膜の作製を行った。ス パッタリングは、Ar と O<sub>2</sub> ガスの流量を変えて成膜した。成膜し、アニールを行った HfO<sub>2</sub>薄膜の屈折率をプリズムカプラによって測定を行った。測定の結果、Arを5sccm、 O2を20sccm 導入した条件が最も良く、ZnO 薄膜の屈折率に近い値を得ることができ た。また、その条件にて成膜を行った HfO<sub>2</sub>薄膜の透過率と屈折率の測定を行った。測 定の結果から、透過率は波長 425nm と 850nm にて 80%以上と高い数値を得た。透過 率と反射率の測定結果の和がほぼ 100%となることから、吸収も少ないと考えられる。 この結果より、今回 ZnO をコアとして用いる導波路のクラッドとして利用できると思 われる。

# 第4章 ZnO 薄膜を用いた光導波路の設計とシミュレーション

## 4-1 はじめに

本章では、ZnO をコアとして用いる新しい光導波路の解析とビーム伝搬法(BPM: Beam Propagation Method)によるシミュレーションを行った。導波路の解析方法としては等価屈折率法を用い、シミュレーションには OptiBPM(サイバネットシステム株式 会社)を用いた。

#### 4-2 導波路の設計

導波路を作製する際損失を出来る限り少なくするため、シングルモードによる設計を 行う。導波路の解析には、等価屈折率法を用いた。その概略図を図 4-1 に示す。



伝搬光は TE 波として、三層スラブ導波路について考える。 三層スラブ導波路における波動関数を

$$\varphi = \begin{cases} A_2 e^{\rho_2} x & (x < 0) \\ A_1 \cos \rho_1 x + B_1 \sin \rho_1 x & (0 < x < d) \\ A_3 e^{-\rho_3 x} & (d < x) \end{cases}$$
(4.1)

と表す。ただし、

$$\begin{cases} \rho_{1} = \left(k_{0}^{2} n_{1}^{2} - \beta^{2}\right)^{\frac{1}{2}} \\ \rho_{2,3} = \left(\beta^{2} - k_{0}^{2} n_{2,3}^{2}\right)^{\frac{1}{2}} \end{cases}$$
(4.2)

である。

$$\frac{d\varphi}{dx} = \begin{cases} \rho_2 A_2 e^{\rho_2} x \\ \rho_1 (-A_1 \sin \rho_1 x + B_1 \cos \rho_1 x) \\ -\rho_{3A_3} e^{-\rho_3 x} \end{cases}$$
(4.3)

から、境界条件より

$$\tan \rho_1 d = \frac{\rho_1(\rho_2 + \rho_3)}{\rho_1^2 - \rho_2 \rho_3}$$
(4.4)

と表すことができる。

したがって、N 次モードの特性方程式は

$$\rho_1 d = \tan^{-1} \left( \frac{\rho_2}{\rho_1} \right) + \tan^{-1} \left( \frac{\rho_3}{\rho_1} \right) + N\pi$$
(4.5)

となる。

非対称三層スラブ導波路でコアの厚みをdとしたので、Vパラメータを

$$V' = k_0 n_1 d\sqrt{2\Delta} \tag{4.6}$$

と表せる。ただし、 $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ 。 非対称三層スラブ導波路のVパラメータVと規格化伝搬定数bの関係式は

$$V' = \frac{1}{\sqrt{1-b}} \left[ \tan^{-1} \chi_2 \sqrt{\left(\frac{b}{1-b}\right)} + \tan^{-1} \chi_3 \sqrt{\left(\frac{b+a'}{1-b}\right)} + N\pi \right] \quad (4.7)$$

である。この式で**a**<sup>'</sup>は屈折率分布の非対称性を表すパラメータであり、次の式で定義される。

$$a' = \frac{{n_2}^2 - {n_3}^2}{{n_1}^2 - {n_2}^2}$$
(4.8)

ここで、 $\chi_i(i = 2 \pm k \pm 3)$ はTEモードとTMモードの場合で次のように表される。

$$\chi_{i} = \begin{cases} 1 & : TE \neq - \aleph \\ \left(\frac{n_{1}}{n_{i}}\right)^{2} & : TM \neq - \aleph \end{cases}$$
(4.9)

式において、N=0および N=1の場合に b=0を代入すると 0 次モードと1 次モード のカットオフ V 値が得られるのでシングルモード条件は

$$\tan^{-1}\chi_3 \sqrt{a'} < V' \le \tan^{-1}\chi_3 \sqrt{a'} + \pi$$
(4.10)

となる。屈折率を固定し厚さ d を変動させたときのシングルモード条件は式と式より

$$\frac{\tan^{-1}\chi_{3}\sqrt{a'}}{k_{0}\sqrt{n_{1}^{2}-n_{2}^{2}}} < d \le \frac{\tan^{-1}\chi_{3}\sqrt{a'}+\pi}{k_{0}\sqrt{n_{1}^{2}-n_{2}^{2}}}$$
(4.11)

となる[14]。

これらの式から、ZnO 薄膜をコアとして用いた光導波路の設計を行った。設計方法 としては、まず中央部分を三層スラブ導波路として ZnO 薄膜の厚さ求めた。その後、 左右を三層スラブ導波路として考え、膜厚d<sub>2</sub>を任意に定めて等価屈折率法により導波路 コアの幅を求める。実際に計算を行い、中央の部分のシングルモード条件膜厚d<sub>1</sub>は

## $0.779 \times 10^{-7} < d_1 \le 2.5 \times 10^{-6}$

となった。この計算結果から、中央部分の膜厚は2.5μmとした。このとき、中央部分の 等価屈折率n<sub>eff1</sub>を求めると1.94515となった。ここで、左右のZnO薄膜の厚さd<sub>2</sub>を変 え、等価屈折率法によって三層スラブ導波路としていくつかの条件でシングルモードと なるコア幅を求めた。得られた幅 w はそれぞれ。

条件 1  
$$0 < w_1 \le 2.05 \times 10^{-6}$$
  
条件 2  
 $0 < w_2 \le 4.02 \times 10^{-6}$ 

## 条件3

 $0 < w_3 \le 6.81 \times 10^{-6}$ 

となった。そこで、この3条件の幅wを表4-1のように定めた。

	幅 w(µm)
条件 1	2
条件 2	4
条件 3	6

表 4-1 シングルモードとなる幅

設計した値をまとめた結果を図 4-3 と表 4-2 に示す。



	条件 1	条件 2	条件 3
厚さd <sub>1</sub> (µm)	2.5	2.5	2.5
厚さd <sub>2</sub> (µm)	0.8	1.8	2.2
n <sub>eff1</sub>	1.94515	1.94515	1.94515
n <sub>eff2</sub>	1.93412	1.9422	1.94415
幅 w(µm)	2	4	6

表 4-2 シミュレーション条件

表 4-2 にまとめた 3 つのミュレーション条件示した。この条件で、シミュレーション を行った。

## 4-3 ビーム伝搬法(BPM: Beam Propagation Method)

**4-2**にて得られた設計値により、導波路の光伝搬解析シミュレーションを行う。シミ ュレーションには、OptiBPM(サイバネットシステム社)を使用した。OptiBPM は光導 波路内の伝搬光もビーム波のように扱って解析するビーム伝搬法を用いている。

#### 4-4 シミュレーション

シミュレーション条件は、導波路長 5mm、伝搬波長 850nm、下クラッドとして HfO<sub>2</sub>(n=1.93409)、コアとして ZnO(n=1.94979)、上クラッドを Air(n=1)として TE 波 を入射した場合の解析を行った。光伝搬のシミュレーション結果を以下に示す。



条件1のシミュレーション結果



1.92 - 19500 - 19463 0.44 - 19425 - 19388 -1.04 - 19350 - 19312 -2.52 - 19275 - 19237 -4.00 - 19200 -7.5 -0.1 3.6 7.3 -3.8 図 4-7 XY 面の屈折率分布





図 4-8 XY 面の電界強度

- 19500 1.92 — 19463 0.44 - 19425 - 19388 -1.04 - 19350 - 19312 -2.52 - 19275 - 19237 -4.00 - 19200 7.3 -7.5 -3.8 -0.1 3.6 図 4-9 XY 面の屈折率分布 - 1.0000 1.92 - 0.8750 - 0.7500 0.44 - 0.6250 -1.04 - 0.5000 - 03750 -2.52 - 0.2500 - 0.1250 -4.00 - 0.0000 -7.5 -0.1 7.3 -3.8 3.6

条件3のシミュレーション結果

図 4-10 XY 面の電界強度

以上のシミュレーションの結果より、設計を行った3条件はどれもコアとなるZnO 薄膜に閉じ込めができていると思われる。この条件の中で、もっともコア径が大きくな ったのは条件3であるが、この条件はZnOの横方向への閉じ込めが弱いように思われ る。そのため、本研究では、コア径と閉じ込めの強さを考え、条件2で光導波路の作製 を行っていく。図4-11に求めた設計値を示す。



図 4-11 作製を行う光導波路

## 4-5 まとめ

2章と3章にて得られた、ZnO 薄膜とHfO2薄膜の屈折率の値から、等価屈折率法を 用いてシングルモードでの導波路構造の設計を行った。透過屈折率法から、シングルモ ードとなるコア幅をいくつか求め、シミュレーション条件を定めた。定めた条件から OptiBPM によりシミュレーションを行い、その結果から各条件にて光の閉じ込めがで きていることを確認した。その中でコア径と光の閉じ込めが良いものを選択し、導波路 の構造パラメータを決定した。以後、決定した構造パラメータにて導波路を作製を行っ て行く。

## 第5章 光導波路の作製と評価

5-1 はじめに

本章では、ストリップ装荷型導波路の作製と評価、そして新しく設計を行った導波路の作製について述べる。

#### 5-2 ストリップ装荷型導波路の作製

#### 5-2-1 ストリップ装荷型導波路の作製工程

ZnO 薄膜を基板上に成膜し、その上にリブ部として SiO<sub>2</sub>を作製し、ストリップ装荷型 導波路を作製する。ストリップ装荷型導波路は、リブ部を作製することで屈折率差を制 御し、光を閉じ込める構造である。

作製工程を以下に示す。

 スピンコーター(MIKASA 1H-D7)を用いて、ZnO 薄膜上にポジ型フォトレジスト (東京応化工業株式会社: THMR-ip3500)を試料全体に塗布する。スピンコート条件 は表に示す。塗布後、ドライオーブンにてプリベークを行う。ベーク条件は表 5-1 に示す。

使用溶剤	ポジ型フォトレジスト
スピンコート条件	$300 \mathrm{rpm}  imes 3 \mathrm{sec} + 7000 \mathrm{rpm}  imes 20 \mathrm{s}$
プリベーク条件	$90^{\circ}\text{C}  imes 90 \text{sec}$

表 5-1 レジストのスピンコートとプリベーク条件

- ② マスクアライナ(株式会社ナノテック:LA310g)を使用し、紫外線露光を行う。線幅 2µmのパターンが描画されたフォトマスクを用いて、レジストにパターンを転写す る。
- ③ 露光後、ドライオーブンによってポストベークを行う。その条件は表 5-2 に示す。 ベーク後、現像を行うため現像液に 65 秒間浸し、さらに純水で注ぐ。

ポストベーク条件	$110^{\circ}\text{C}  imes 90  ext{sec}$
表 5-2 ポス	トベーク条件

- ④ レジストパターンを作製した試料に、リブ部としてスパッタリング法によって SiO<sub>2</sub>の成膜を行う。
- アセトンによって残ったレジスト膜を剥離させることでレジスト膜上の SiO<sub>2</sub> を取り除き、SiO<sub>2</sub>のパターンを残す。

図 5-1 に作製手順を示す。





⑤アセトンによるリフトオフ

図 5-1 ストリップ装荷型導波路の作製手順

### 5-2-2 ストリップ装荷型導波路の端面加工

より光を入射しやすくするため、作製した導波路の端面を整える端面加工を行った。 加工手順と概略図を以下に示す。

- ① リブ部を保護するため、試料をガラス板によって用いて挟む。
- ② ワイヤーソーを使用し、導波路長を 5mm 程度にカットする。
- ③ 回転研磨機を用いて耐水研磨紙で導波路端面を整える。
- ④ フェルト研磨紙に酸化セリウム(ムサシノ電子株式会社)を含ませて回転研磨
   機で端面の光学研磨を行う。
- ⑤ 研磨後ガラス板をはがし、可視光レーザにより導波確認を行う。

試料をガラスによって挟んだ様子と、試料のカットの概略図 5-2 を図 5-3 と図に示した。



図 5-2 ガラス板による保護



#### 5-2-3 ストリップ装荷型導波路の評価

作製したストリップ装荷型導波路を、NFP 観察用光学ユニット(駿河精機株式会社: V25-1L)を使用して導波の確認実験を行った。SHG の測定には入射波として赤外光レ ーザを利用するため、その前段階として赤色の可視光レーザを用いて導波確認を行った。 その観測系を図 5-4 に示す。



図 5-4 導波路評価系

入射光に波長 633nm の He-Ne レーザ(LASOS: LGK7628)を使用し、集光した基本 波を導波路に入射させる。導波光は鏡筒により焦点を合わせ、倍率を調整して CMOS カメラ(株式会社アートレイ: ASTCAM-130MI)で検知した。カメラによる導波光確認 画像を図 5-5 に示す。



図 5-5 導波光確認画像

図 5-5 より、3 層スラブ導波路としての導波光は確認することができた。しかし、ストリップ装荷型構造による導波光を確認することはできなかった。この原因は、試料を 挟み込む際に接着剤として利用するワックスが、酸化セリウムによって他の部分よりも 先に削られてしまったことで、結果としてリブ部を傷つけてしまったことが原因と考え られる。



図 5-6 に酸化セリウムによって削られたワックスの様子を示す。

図 5-6 研磨後端面の様子

ストリップ装荷型導波路の研磨による端面出しは困難と考え、研磨から壁かいによる 端面出しによって試料の作製を行った。

これまでは SiO<sub>2</sub> 基板によって試料作製を行ってきたが、へき開を行うため Si 基板での試料作製を行う。この作製工程として、アセトン洗浄した Si 基板上に SiO<sub>2</sub>をスパッ タリングによって成膜する。成膜条件は表に示す。

使用ターゲット	SiO <sub>2</sub>
RF 出力[W]	200
使用ガス	Ar
ガス圧力[Torr]	約 3.8×10 <sup>-4</sup>
基板加熱温度[℃]	約 250

表 5-3 SiO2の成膜条件

表の条件で膜厚が 10μm程度となるように成膜を行い、SiO<sub>2</sub> 基板の代替とした。試料 は ZnO 成膜後にアニールするため、膜が剥がれないよう SiO<sub>2</sub> 成膜後 800℃にて 30 分 間アニールを行った。アニール後、SiO<sub>2</sub> 基板での試料作製と同様の手順でリブ作製ま でを行い、へき開によって導波路の端面出しを行った。試料の上面からの図を図 5-に示 し、壁かいした断面を図 5-7 に示す。そして、端面出しを行った試料に He-Ne レーザ を入射させ、カメラによって確認した画像を図 5-8 に示す。



図 5-7 試料の表面の様子



図 5-8 へき開による端面



図 5-9 へき開による試料の導波確認

図 5-9 より、導波確認では3 層スラブ導波路としての導波光は確認できたが、ストリ ップ装荷型導波路としての導波光を確認することができなかった。これは、アニールの 際に成膜した SiO<sub>2</sub>が張力により微細に荒れてしまい、導波コア部分が平たんにならな かったこと、また、このストリップ装荷型導波路のコア径が小さいことも原因ではない かと考えられる。

## 5-3 設計を行った導波路の作製

#### 5-3-1 設計を行った導波路の作製手順

 成膜した HfO2 膜上にポジ型レジスト(東京応化工業株式会社:THMR-ip3500)をス ピンコートにより塗布する。スピンコート後、ドライオーブンでプリベークを行 う。スピンコート条件とベーキング条件は表に示す。

使用溶剤	ポジ型フォトレジスト
スピンコート条件	$300 \mathrm{rpm}  imes 3 \mathrm{sec} + 2500 \mathrm{rpm}  imes 20 \mathrm{s}$
ベーキング条件	$90^{\circ}\text{C}  imes 90  ext{sec}$

表 5-4 レジストのスピンコートとベーキング条件

- ② ベーク後、マスクアライナ(株式会社ナノテック:LA310g)を使用し、紫外線露光を 行う。線幅4µmのパターンが描画されたフォトマスクを用いて、レジストにパタ ーンを転写する。
- ③ 露光後、ドライオーブンによってポストベークを行う。その条件は表 5-3 に示す。 ベーク後、現像を行うため現像液に 65 秒間浸し、さらに純水で注ぐ

ポストベーク条件  $110^{\circ}C \times 90sec$ 表 5-5 ベーキング条件

- ④ レジスト膜上に作製されたグレーティングをマスクとして、ECR エッチング装置 (ANELVA, RIB・300)を使用し、ドライエッチングによって HfO2 薄膜上にパター ンを転写する。
- ⑤ エッチング後、アセトンによってレジストを除去する。

⑥ スパッタリング法によって ZnO の成膜を行う。

作製手順を、図 5-10 示し、ECR エッチング装置の概略図を図 5-11 に示し、と今回行 ったエッチング条件を表 5-6 に示す。





図 5-10 設計した導波路の作製工程



図 5-11 ECR エッチング装置の概略図

表 5-5 エッチング条件

## 5-4 設計を行った導波路の作製の評価

#### 5-4-1 HfO2薄膜の荒れの改善

試料を作製するため、まずスパッタリング法によって SiO<sub>2</sub> 基板上にクラッドとして HfO<sub>2</sub>の成膜を行った後、850℃でアニール処理を行う。これは、HfO<sub>2</sub>をドライエッチ ングし、HfO<sub>2</sub>上に ZnO を成膜した後 800℃でのアニールを行うため、その際に HfO<sub>2</sub> が結晶成長しないようにするためである

今回まず SiO<sub>2</sub> 基板上に HfO<sub>2</sub>を  $2\mu m$  程度成膜し、850 C で アニールを行った。しかし、その際 SiO<sub>2</sub> 基板上の HfO<sub>2</sub> が荒れてしまった。その様子を図 5-12 に示す。



図 5-12 アニールにより荒れた HfO2 薄膜

これは、厚く成膜した HfO<sub>2</sub> 薄膜と SiO<sub>2</sub> 基板との熱膨張率の差によって起こったと考 えられる。そこで、SiO<sub>2</sub> 基板ではなく、Si 基板を用いて HfO<sub>2</sub>の成膜を行い、850℃で アニールを行った。その様子を図 5-11 に示す。



図 5-13 アニール後の Si 基板に成膜した HfO2

図 5-13 から、アニール後の荒れを抑えることができたと思われる。このため、今後の試料作製は Si 基板を用いて行っていく。

## 5-4-1 HfO2 薄膜のエッチングによるパターンの作製

まず、ドライエッチングのためフォトリソグラフィによって作製した線幅 4μm のレ ジストパターンをレーザ顕微鏡によって観察した。その様子を図 5-12 に示す。





図 5-14 レーザ顕微鏡によるレジストパターンの観察

図 5-14 より、線幅 4µm のレジストパターンの作製は成功したと思われる。また、全体のコントラストが一様であることから、水平にレジストをスピンコートできていると考えられる。

次に、エッチングレート算出のため、試料でのエッチングを行った。エッチング後の 試料の様子を図 5-13 に示す。



図 5-15 エッチング後の試料表面

図 5-15 より、エッチング後の試料の表面が荒れてしまった。これにより、エッチング のレート求めることができなかった。これは、エッチングを行った条件が試料に合わず、 エッチングがうまくいかなかったためと思われる。これを改善するためには加速電圧や エッチング時間を調節する必要があると考えられる。

#### 5-5 まとめ

まず、過去の研究から算出されたストリップ装荷型による導波路の作製を行った。端 面出しの研磨の後、赤色の可視光レーザによって導波確認を行った。しかし、三層スラ ブ導波路としての導波光は確認できたが、ストリップ装荷型での導波光は確認できなか った。これは、ガラス板を固定するために用いたワックスが、酸化セリウムよりも先に 削られ、その結果リブ部を傷つけてしまったことが原因と考えられる。

研磨による端面出しではリブ部を傷つけてしまうため、Si 基板を用いて壁かいによ る端面出しを試みた。結果、三層スラブ導波路としての導波光は確認できたが、ストリ ップ装荷型としての導波は確認できなかった。この原因は、Si 基板上に成膜した SiO<sub>2</sub> がアニールの際に張力によって微細に荒れてしまい、コアである ZnO が平たんになら なかったことが考えられる。

今回ストリップ装荷型導波路の作製において、いくつかの改善を行ったものの、スト リップ装荷型導波路としての導波光は確認することができなかった。これは、このスト リップ装荷型導波路のコアの設計値が非常に小さいため、レーザ導波させることが容易 ではないと考えた。そこで、コアの ZnO に屈折率が近い HfO2を用いて、コア系を拡 大させた導波路を設計し、作製を行った。

作製としてはまず、クラッドとする HfO<sub>2</sub>を SiO<sub>2</sub>基板に 2~2.5  $\mu$  m 程度成膜した。 その後アニールを行ったが、アニール後 HfO<sub>2</sub>薄膜が荒れてしまった。これは HfO<sub>2</sub>薄 膜と SiO<sub>2</sub>基板の張力の差によるものと思われる。薄膜の荒れを抑えるため、SiO<sub>2</sub>基板 ではなく、Si 基板を用いて HfO<sub>2</sub>の成膜を行った。成膜後アニールを行ったが、基板を 変更したことにより荒れを防ぐことができた。

成膜した HfO<sub>2</sub> 薄膜にエッチングのための幅 4µm のパターンを作製するため、レジ ストのスピンコートを行った。スピンコート後、紫外線露光により 4µm のパターンの 作製に成功した。その後、エッチングを行った。エッチングを行ったが、薄膜表面がエ ッチングによって荒れてしまい、うまくエッチングすることができなかった。これは加 速電圧やエッチング時間などの条件が良くなかったためであると思われる。そのため、 今後はエッチングによりパターンを作製するため、HfO<sub>2</sub> 薄膜のエッチング条件を探し ていく必要がある。

## 第6章 結言

本研究では、ZnOの光学特性に着目し、非線形光学効果を利用した短波長レーザや、 光通信への応用を目的とした光導波路型波長変換デバイスの研究について述べてきた。

第2章ではスパッタリング法による ZnO 薄膜の作製と評価について述べた。RF ス パッタリング法により ZnO 薄膜の作製行い、その後結晶性改善のためアニール処理を 行った。その後 XRD 測定によって薄膜の結晶性の確認を行った。測定結果から、ZnO 由来のピークが確認できたことから、結晶性の改善を確認した。また、薄膜の透過率測 定と反射率測定から、80%以上の高い透過率を得ることができ、透過率と反射率の測定 の結果から、光の吸収も少ないと思われる。屈折率の測定では、プリズムカプラを用い た測定により、ZnO として妥当な屈折率が得られた。

第3章では、スパッタリング法による HfO<sub>2</sub> 薄膜の作製と評価について述べた。RF スパッタリング法により薄膜の作製を行い、その後アニール処理を行った。その後屈折 率の測定を行い、ZnO 薄膜に近い屈折率をもつ HfO<sub>2</sub> 薄膜が得られた。透過率と反射率 の測定から、高い透過率と、吸収が少ないということが確認できた。

第4章では、新しい光導波路の設計とシミュレーションについて述べた。ZnO 薄膜 と HfO<sub>2</sub> 薄膜の屈折率からシングルモードとなる条件での構造パラメータを算出し、 BPM を利用したシミュレーションを行った。その結果から光の導波の様子を確認し、 新しい光導波路の構造パラメーラを決定した。

第5章では、ストリップ装荷型導波路と設計を行った導波路の作製と評価を行った。 ストリップ装荷型導波路の作製では、フォトリソグラフィとスパッタリングによってリ ブ部を作製し、端面加工を行った。可視光レーザを用いて導波確認を行ったが、ストリ ップ装荷型導波路としての導波光の確認はできなかった。次に、新しく設計を行った導 波路の作製を行った。SiO2基板上にHfO2薄膜を作製し、アニールを行ったところ膜が 荒れてしまったことから、Si基板での作製を行った。成膜したHfO2上にフォトリソグ ラフィによってレジストのパターンの作製を行い、エッチングを行った。エッチング後、 HfO2 膜にうまくパターンが作製できず、荒れてしまった。これはエッチングの条件が HfO2に合わなかったと思われる。

今後はHfO<sub>2</sub>薄膜をエッチングできる条件を探すことが課題である。そして、設計した導波路を作製しSHGの測定を行うことも課題となる。

#### 謝辞

本研究を行うにあたり、充実した研究環境と機会を与えてくださり、また、実験に行き詰った際に的確に、丁寧に指導してくださった花泉修教授に心から感謝いたします。

本論文をまとめるにあたり、お忙しい中審査していただいた、高田和正教授に心から感謝いたします。

本研究を行うにあたり、お忙しい中多数のご指導、ご助言をしてくださった三浦健太准教授に心から感謝いたします。

本研究を行うにあたり、装置の取り扱いや修理等様々な場面において数多くのご指導、 ご助力をいただきました野口克也技術専門職員に心より感謝いたします。

本研究を行うにあたり、マスクアラナイナを貸してくださった桜井櫻井浩教授に心より 感謝いたします。

本研究を行うにあたり、研究の基礎から機器の使い方等、終始導いて下さった井上雅人氏に心より感謝いたします。

日々の研究を行うにあたり、実験をサポートしていただいた、修士1年水口弘貴氏、学 部4年宇野裕樹氏に心より感謝いたします。

本研究を行うにあたり、共に助け合い、研究生活や日常生活を有意義なものにしてくれた、同期院生をはじめとする、花泉研究室・三浦研究室の皆さんに心より感謝いたします。

本研究は多くの方々のご指導、ご助言のもとに行われたものであり、様々な面でご助 言・サポートをして頂いた関係諸氏に改めて感謝し、御礼申し上げます。

#### 参考文献

- [1] 井上恭 "ファイバー通信のための非線形光学" 森北出版株式会社 pp.10-11
- [2] 田中雅人 "ZnO 薄膜を用いた導波路型光波長変換デバイスに関する研究" 群馬大学院修士論文 2010/3
- [3] 黒澤 弘 "入門 まるわかり非線形光学" オプロトニクス社 pp.13-20
- [4] 前田譲治 海老澤賢史 "光工学が一番わかる本" pp.64-67
- [5] 黒田和男 "非線形光学" コロナ社 pp.1-4
- [6] 八百隆文 "ZnO 系の最新技術と応用" シーエムシー出版 pp.1, pp.53
- [7] E.M.Bachari, G.Baud, S.Ben Amor, M.Jacquet, "Structural and optical properties of sputterd ZnO films" The Solid Films 348(1999) pp.165-172
- [8] 李正中"光学薄膜と成膜技術"株式会社アグネス技術センター
- [9] 麻薪立男"薄膜作製の基礎"日刊工業新聞社 pp.202-228
- [10] 井上雅人 "ZnO 薄膜を用いた光機能性デバイスに関する研究"群馬大学院修士 論文 2011/3
- [11] 渡辺敏行 魚津吉弘 "光学材料の屈折率制御技術の最前線" pp.52-54
- [12] 早稲田嘉夫 松原英一郎 "X 線構造解析" 内田老鶴圃 pp.69-71
- [13] Jebreel M. Khoshman , Martin E. Kordesch "Optical properties of a-HfO2 thin films" Surface and Coatings Technology 201(2006) pp.3530-3535
- [14] 國分泰雄, "光波工学"共立出版株式会社

## 付録 A 透過率からの屈折率の算出

本研究における、測定した透過率による屈折率の算出方法を以下に示す。

まず、作製した薄膜の屈折率が、基板やそれを挟む他の材料(主に空気)とどのような 関係になっているのかを知っておく必要がある。今回用いた材料に関しては、各種物性 辞典等に記載されているものを参考として、その差について比較した。

基板、薄膜、他の材料(主に空気)の順に屈折率をそれぞれ $n_0$ 、 $n_1$ 、 $n_2$ とすると、 $n_0 < n_1 > n_2$ となることが分かる。

次に、透過率の測定結果をグラフにしたものを用意する。図 B-1 に透過率のグラフを 示す。



図 A-1 透過率

これを見ると、透過率の高い波長域において共振(リップル)が存在していることがわ かる。これは、試料中で透過率・反射を繰り返し、透過してきた光の光路長が、波長の 整数倍となって透過光を強めることが原因である。

この極大値、極小値を用いて屈折率の計算を行う。

各極大、極小値における波長をとり、その波長の逆数を横軸、極大値を偶数次、極小

値を奇数次として、波長の長い方から順に短い方へとその次数を縦軸のパラメータとして割り振る。図 A-2 にその様子を示す。



図 A-2 次数決定

このとき作製された曲線の近似線が、縦軸、横軸の 0(原点)と交わるようにそれぞ れに与えた値を調節する。それが屈折率を決定する際の次数 m となる。 以下にその式を示す。

$$n = \frac{m\lambda_m}{4d}$$
 (m:次数)

d は膜厚である。これによって、各波長での屈折率を計算する。

計算を行い、グラフにしたものを図 A-3 に示す。



図 A-3 屈折率