

Oral presentation 15 Crystal Engineering : 15.4 III-V-group nitride crystals
--

📅 Thu. Sep 21, 2023 1:30 PM - 6:00 PM JST | Thu. Sep 21, 2023 4:30 AM - 9:00 AM UTC | 📍 B101 (Civic Auditorium)

[21p-B101-1~16] 15.4 III-V-group nitride crystals

Atsushi Kobayashi(Tokyo Univ. of Sci.), Kanako Shojiki(Kyoto Univ.), Yusuke Hayashi(Osaka Univ.)

1:30 PM - 1:45 PM JST | 4:30 AM - 4:45 AM UTC

[21p-B101-1] Optical characteristics of heavily Ge-doped n-GaN grown via sputtering

○Aiko Naito¹, Kohei Ueno¹, Hiroshi Fujioka¹ (1.IIS)

1:45 PM - 2:00 PM JST | 4:45 AM - 5:00 AM UTC

[21p-B101-2] Growth and characterization of Ge-doped AlGaN grown via sputtering

○Aiko Naito¹, Kohei Ueno¹, Hiroshi Fujioka¹ (1.IIS)

2:00 PM - 2:15 PM JST | 5:00 AM - 5:15 AM UTC

[21p-B101-3] Low forward voltage operation of degenerate n-type GaN-based tunnel junction contact LED prepared by sputtering

○Jeongeui Hwang¹, Kohei Ueno¹, Hiroshi Fujioka¹ (1.IIS)

2:15 PM - 2:30 PM JST | 5:15 AM - 5:30 AM UTC

[21p-B101-4] Comparison of Ohmic Contacts of N-polar GaN HEMT using n⁺-GaN Regrown by MOCVD and Sputtering

○Takahide Hirasaki¹, Akihiro Hayasaka¹, Masaya Okada¹, Isao Makabe¹, Yukihiro Tsuji¹, Kozo Makiyama¹, Ken Nakata¹ (1.Sumitomo Electric)

2:30 PM - 2:45 PM JST | 5:30 AM - 5:45 AM UTC

[21p-B101-5] Study of GaN thin film deposition using ECR plasma sputtering method

○HIRONORI TORII^{1,2}, Kozue Tanaka¹, Shinsuke Matsui² (1.JSW AFTY Co., 2.Chiba Institute of Technology)

3:00 PM - 3:15 PM JST | 6:00 AM - 6:15 AM UTC

[21p-B101-6] Control of In content in InGaN on ScAlMgO₄ substrates grown using RF-MBE

○Momoko Deura¹, Yuta Kubo², Yasuhiro Yamada², Takashi Fujii², Tsutomu Araki² (1.R-GIRO, 2.Ritsumeikan Univ.)

3:15 PM - 3:30 PM JST | 6:15 AM - 6:30 AM UTC

[21p-B101-7] Microstructural characterization of InGaN grown by RF-MBE on ScAlMgO₄

○Yasuhiro Yamada¹, Yuta Kubo¹, Yuichi Wada¹, Momoko Deura², Takashi Fujii¹, Tsutomu Araki¹ (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO)

3:30 PM - 3:45 PM JST | 6:30 AM - 6:45 AM UTC

[21p-B101-8] Highly efficient red emission of GaInN/GaN MQWs grown on (10-11) face nanocolumns

○Hiromi Akagawa¹, Jumpei Yamada², Tomohiro Yamaguchi¹, Rie Togashi^{2,3}, Takeyoshi Onuma¹, Ichirou Nomura^{2,3}, Tohru Honda¹, Katsumi Kishino² (1.Kogakuin Univ., 2.Sophia Nanotech Center, 3.Sophia Univ.)

3:45 PM - 4:00 PM JST | 6:45 AM - 7:00 AM UTC

[21p-B101-9] InGaN/GaN nanocolumns on Si(111) substrates grown by nanotemplate selective area growth

○Kota Hoshino¹, Kenya Yoshimura¹, Koji Takahashi¹, Shunsuke Kudo¹, Jumpei Yamada², Rie Togashi^{1,2}, Katsumi Kishino² (1.Sophia Univ., 2.Sophia Nanotech.)

4:00 PM - 4:15 PM JST | 7:00 AM - 7:15 AM UTC

[21p-B101-10] RF-MBE growth of GaInN with insertion of GaInN buffer layer on GaN using *in-situ* XRD-RSM

- Growth temperature dependence of GaInN-

○(M2)Jo Takeuchi¹, Takuo Sasaki², Go Okuma¹, Haruka Yokoyama¹, Takeyoshi Onuma¹, Tohru Honda¹, Tomohiro Yamaguchi¹, Yasushi Nanishi³ (1.Kogakuin Univ., 2.QST, 3.Ritsumeikan Univ.)

4:30 PM - 4:45 PM JST | 7:30 AM - 7:45 AM UTC

[21p-B101-11] Epitaxial growth and evaluation of properties of InGaN thermoelectric thin film

○Momoko Deura¹, Shota Hattori², Tsutomu Araki² (1.R-GIRO, 2.Ritsumeikan Univ.)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

4:45 PM - 5:00 PM JST | 7:45 AM - 8:00 AM UTC

[21p-B101-12] RF-MBE growth of InAlN thermoelectric thin film

○Shota Hattori¹, Araki Tsutomu¹, Deura Momoko² (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

5:00 PM - 5:15 PM JST | 8:00 AM - 8:15 AM UTC

[21p-B101-13] Investigation of a-plane GaN microchannel epitaxy on r-plane sapphire substrate using graphene nano-pattern mask

○Yokoi Ryoya¹, Yuta Yanase¹, Kohei Osamura¹, Takahiro Maruyama¹, Shigeya Naritsuka¹ (1.Meijo Univ.)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

5:15 PM - 5:30 PM JST | 8:15 AM - 8:30 AM UTC

[21p-B101-14] Single crystal growth of GaN thin film using μ CLS method

○(M1)Kazushi Okamoto¹, Yoshida Kouki¹, Yeh Wenchang¹ (1.Shimane Univ. Graduate School of Natural Sciences)

5:30 PM - 5:45 PM JST | 8:30 AM - 8:45 AM UTC

[21p-B101-15] Al/N Ratio Dependence of Low Temperature AlN Growth by RF-MBE

○Yuma Kawakami¹, Tsutomu Araki¹, Momoko Deura² (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

5:45 PM - 6:00 PM JST | 8:45 AM - 9:00 AM UTC

[21p-B101-16] Preliminary remote epitaxy of AlN on AlN template substrate

○(M2)Kohei Osamura¹, Ryoya Yokoi¹, Takahiro Maruyama¹, Shigeya Naritsuka¹ (1.Meijo Univ.)

スパッタ法を用いて作製した高濃度 Ge 添加 n 型 GaN 薄膜の光学特性評価

Optical characteristics of heavily Ge-doped n-GaN grown via sputtering

東京大学生産技術研究所 ○内藤愛子, 上野耕平, 藤岡洋

○Aiko Naito, Kohei Ueno, Hiroshi Fujioka

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo

E-mail: anaito@iis.u-tokyo.ac.jp

【背景】GaN の n 型ドーピングには一般に Si がドーパントとして用いられているが、Si のイオン半径 ($r_{\text{Si}}=26\text{pm}$) が Ga のイオン半径 ($r_{\text{Ga}}=47\text{pm}$) に比べて小さく、高濃度に Si を添加した際には引張歪みによる表面荒れやクラックの発生が問題となる。一方、同じ 14 族である Ge のイオン半径 ($r_{\text{Ge}}=39\text{pm}$) は Si に比べて Ga に近く、高濃度不純物添加に有利であると考えられている。これまでに当研究室ではスパッタ法を用いて Ge 添加 GaN 薄膜を作製し、Si 添加に比べてより高濃度の n 型ドーピングが可能であり、最大で $5.1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ と極めて高い電子濃度を実現した。^[1] 本研究では、スパッタ法を用いて作製した Ge 添加 GaN 薄膜の光学特性について評価したので、その詳細について報告する。

【実験方法】結晶成長実験はパルススパッタ堆積装置を用いて実施した。基板には AlN(0001)テンプレートを用い、Ge ドープ GaN 薄膜を $0.4 \mu\text{m}$ 成長した。作製した薄膜の構造特性評価には AFM、XRD、ラマン分光法などを用い、電気特性評価にはホール効果測定を用いた。また、光学特性評価には透過吸収測定および CL 測定を用いた。

【結果と考察】Ge 濃度の異なる 3 つの試料を作製し、ホール効果測定により電子濃度 $[n]$ を評価したところ $[n] = 0.33, 1.3, 4.4 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ であった。図 1 および図 2 には、これらの試料の透過吸収および CL 測定結果を示す。図 1 において電子濃度の増加とともに吸収端が高エネルギー側にシフトしており、 $[n] = 4.4 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の試料では光学的バンドギャップは約 3.8 eV であった。また CL 測定からも、電子濃度の増加とともに発光ピークが高エネルギー側にシフトしていることがわかる。これらの結果は主に Burstein-Moss shift の効果により説明可能であり、Ge 添加によりフェルミ準位が伝導帯下端よりも上がっていることを示している。以上の結果は、スパッタ法により成長した高濃度 Ge 添加 n 型 GaN 薄膜はトンネル接合コンタクトやトランジスタの選択再成長オーミック電極として極めて有望であることを示している。

【参考文献】[1] K. Ueno *et al.*, APL Materials **5**, 126102 (2017).

【謝辞】本研究の一部は JST A-STEP JPMJTR201D、科研費 (JP23H01864)、池谷科学技術振興財団、泉科学技術振興財団の助成を受けて行われたものである。

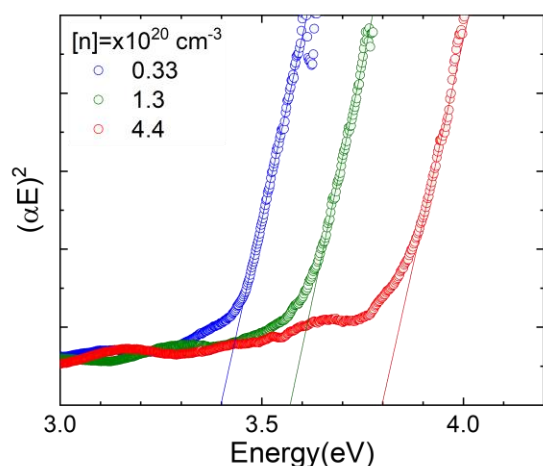


Fig. 1 Absorption spectra of Ge-doped GaN films grown on AlN/sapphire templates

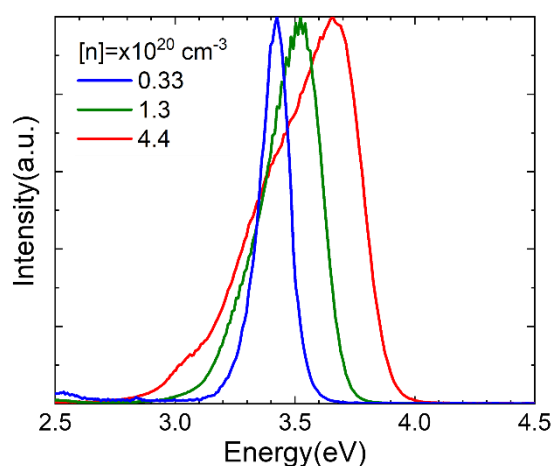


Fig. 2 Room temperature cathodoluminescence spectra of Ge-doped GaN films grown on AlN/sapphire templates

スパッタ法による Ge 添加 AlGa_{0.96}N 薄膜の成長と評価

Growth and characterization of Ge-doped AlGa_{0.96}N grown via sputtering

東京大学生産技術研究所 ○内藤愛子, 上野耕平, 藤岡洋

○Aiko Naito, Kohei Ueno, Hiroshi Fujioka

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo

E-mail: anaito@iis.u-tokyo.ac.jp

【背景】AlGa_{0.96}N への高濃度縮退 n 型ドーピングは、UV-LED や UV-LD、AlGa_{0.96}N をベースとしたパワーデバイスの高効率化に必要な技術である。これまでに当研究室では、スパッタ法を用いて 14 族元素である Si や Ge、Sn を n 型不純物として GaN への高濃度 n 型ドーピングを行った結果、Ge 添加 GaN において到達電子濃度が $5.1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ と最も高いことを報告してきた。^[1,2]このような非平衡性の高いプラズマ中での低温結晶成長は、AlGa_{0.96}N への高濃度 Ge ドーピングにも有望であると考え、本研究ではスパッタ法を用いて Ge 添加 AlGa_{0.96}N 薄膜成長を行い、その特性を評価することを目的とした。

【実験方法】パルススパッタ堆積装置を用いて Ge ドープ AlGa_{0.96}N 薄膜を AlN テンプレート上に 0.4 μm 成長した。作製した薄膜の構造特性評価には AFM や XRD、ラマン分光法などを用い、電気特性評価にはホール効果測定を用いた。また、光学特性評価には CL 測定や透過吸収測定を行った。

【結果と考察】図 1 には作製した試料の 10-15 回折近傍の逆格子マッピング測定結果を示す。高濃度 Ge 添加 AlGa_{0.96}N 薄膜は AlN に対して、ほぼ格子緩和(緩和率 92%)しており、Al 組成は 4%であった。このような試料についてホール効果測定を行ったところ、室温における電子濃度は $1.9 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ と求められた。また室温 CL 測定の結果から、明瞭なバンド端近傍からの発光のみが観察され、補償欠陥に起因する深い準位からの発光はないことがわかった。次に、この試料の表面 AFM 像を図 2 に示す。2 次元成長に起因したステップ構造が観察され、原子レベルで平坦な表面が得られた。過去に報告した高濃度 Si 添加 Al_xGa_{1-x}N ($x < 0.1$) では表面平坦性を示す RMS 値は 1 nm 以上と比較的大きな値が得られていたのに対して^[3]、高濃度 Ge 添加 Al_{0.04}Ga_{0.96}N では RMS 値は 0.45 nm であった。これは Si に比べて、Ge 添加では、結晶成長中の引張歪みが小さいことに起因していると考えられる。以上の結果から、スパッタ法を用いた高濃度 Ge 添加技術は、表面平坦性に優れ、 10^{20} cm^{-3} を超える電子濃度をもつ縮退 AlGa_{0.96}N 薄膜の作製に有望であることがわかった。

【参考文献】[1] K. Ueno *et al.*, APL Mater. **5**, 126102 (2017). [2] Y. Nishikawa *et al.*, APL **122** 082102 (2023) [3] Y. Nishikawa *et al.*, APL **122**, 232102 (2023)

【謝辞】本研究の一部は JST A-STEP JPMJTR201D、科研費 (JP23H01864)、池谷科学技術振興財団、泉科学技術振興財団の助成を受けて行われたものである。

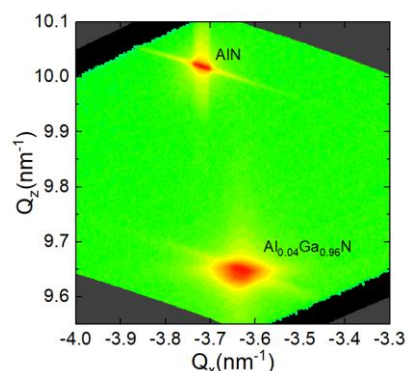


Fig. 1 XRD RSM 10-15 of Ge-doped Al_{0.04}Ga_{0.96}N on AlN

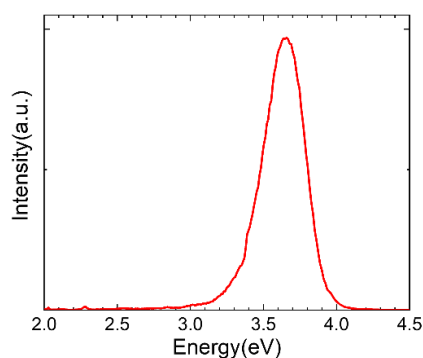


Fig. 2 Room temperature CL spectra of Ge-doped Al_{0.04}Ga_{0.96}N on AlN/sapphire

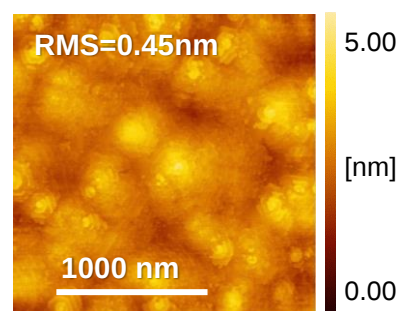


Fig. 3 AFM image of Ge-doped Al_{0.04}Ga_{0.96}N on AlN/Sapphire

スパッタ法により形成した n 型縮退 GaN トンネル接合コンタクト LED の低電圧動作

Low forward voltage operation of degenerate n-type GaN-based tunnel junction contact LED prepared by sputtering

東京大学生産技術研究所 [○]Hwang jeongeui, 上野耕平, 藤岡洋

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo

[○]Hwang jeongeui, Kohei Ueno, Hiroshi Fujioka

hwang-jeongeui97@g.ecc.u-tokyo.ac.jp

【背景】高濃度 n 型ドーパ GaN エピタキシャル薄膜を用いたトンネル接合コンタクトには、ITO に代表される多結晶の透明導電酸化膜に比べて、LED を直列に積層したカスケード構造を作製できる等のメリットがある。[1] しかしながら、ITO コンタクトに比べて GaN トンネル接合コンタクトでは動作電圧がやや高い等の問題点があった。我々のグループでは、スパッタ法を用いると高濃度に縮退した GaN (degenerate GaN: d-GaN) を形成可能であることを報告してきた。本手法を用いて作製した d-GaN の抵抗率は $1.6 \times 10^{-4} \Omega\text{cm}$ と低く、ITO と比較しても遜色ない。[2] 一方、ITO に比べて電子移動度が高いため、より透明なコンタクトの形成が可能であり、光吸収の観点からもメリットが大きい。本発表では、市販の LED ウェハ上にスパッタ法を用いて d-GaN を積層し、低電圧動作の LED の実現を目指したので、その実験結果について報告する。

【実験方法】図 1(a)に示すように市販の青色 LED ウェハ（発光波長 460 nm）の上に膜厚 20 nm の $n^{++}\text{-GaN}([\text{Si}] \sim 2.0 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3})$ 、膜厚 200 nm の $n^{+}\text{-GaN}([\text{Si}] \sim 5.0 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3})$ をスパッタ法により成長した。その後、標準的な LED 作製プロセスを用いてメサ構造を作製した。最後に電極として Ti/Al/Ti/Au 多層構造を EB 蒸着により作製し、図 1(b)SEM 像に示すような素子を得た。

【結果と考察】図 2 には PSD を用いてトンネル接合を形成した LED（素子サイズ $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ ）の I-V 特性を示す。逆方向リーク電流は -5 V で $5.3 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 程度と十分に低く、順方向電流密度 20 A/cm^2 において中心波長 450 nm の EL 発光が観察された。（図 2 挿入図）また、同じく 20 A/cm^2 における動作電圧は 2.96 V と小さかった。この値は既存の ITO プロセスと比較しても遜色なく [3]、理論限界 ($h\nu/q$) に近い低電圧で動作可能であることを示している。また、波長の異なる LED についても同様の優れた結果を得た。以上の結果からスパッタ法を用いて作製した n 型縮退 GaN トンネル接合コンタクトは、窒化物半導体発光素子の縦型集積化に有望であることが分かった。

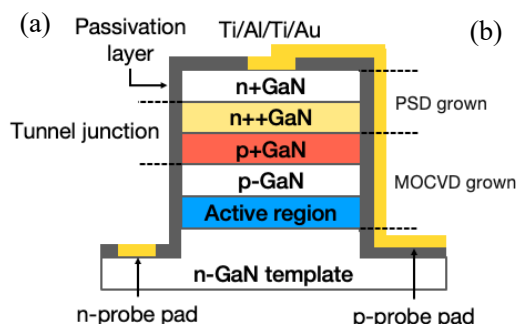


Fig. 1 (a) Schematic illustration of the device
(b) SEM image of $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ device

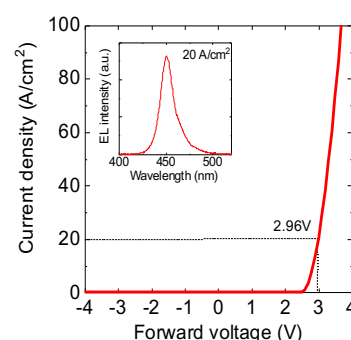


Fig. 2 I-V characteristics of GaN TJ-contact LED. The inset shows the EL spectrum at 20 A/cm^2

【謝辞】本研究の一部は JST A-STEP(JPMJTR201D)の助成を受けて行われたものである。

【参考文献】[1] M.S. Wong *et al.*, IEEE Journal of Quantum Electronics **58**, 1 (2022). [2] K. Ueno *et al.*, APL Materials **5**, 126102 (2017). [3] M.S. Wong *et al.*, Appl. Phys. Express **14**, 086502 (2021).

MOCVD 法とスパッタ法で再成長した n^+ -GaN を用いた N 極性 GaN HEMT のオーミックコンタクトの比較

Comparison of Ohmic Contacts of N-polar GaN HEMT using n^+ -GaN

Regrown by MOCVD and Sputtering

住友電気 〇平崎貴英, 早坂明泰, 岡田政也, 眞壁勇夫, 辻幸洋, 牧山剛三, 中田健

Sumitomo Electric Industries, 〇Takahide Hirasaki, Akihiro Hayasaka, Masaya Okada,

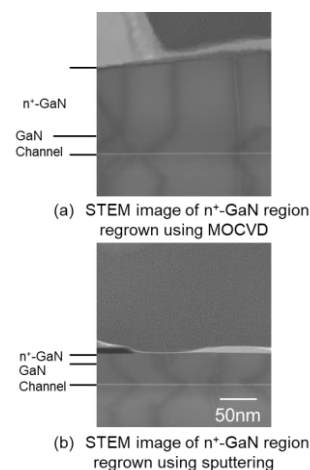
Isao Makabe, Yukihiro Tsuji, Kozo Makiyama, Ken Nakata

E-mail: hirasaki-takahide@sei.co.jp

N 極性 GaN HEMT へ低抵抗なオーミックコンタクトの形成には再成長 n^+ -GaN が必須である。一般に再成長手法として MBE 法が用いられ $0.16 \Omega\text{mm}$ という良好な値が報告されている[1]が、量産性の観点から MOCVD やスパッタといった手法で n^+ -GaN を形成することが望まれる。MOCVD 法ではマスク開口部に選択的に再成長が進行するため、保護膜上に堆積した多結晶 n^+ -GaN 除去工程が不要であるという利点があるが、膜厚分布が絶縁膜開口部の大きさや密度に影響される。一方でスパッタ法は開口部の大きさによらず均一な膜厚で再成長が可能であるが、絶縁膜上に堆積した多結晶 n^+ -GaN の除去が別途必要である。いずれの手法も一長一短あるが、N 極性 GaN HEMT に対して MOCVD 法で再成長した n^+ -GaN を用いてコンタクトを作製した報告例は少なく、またスパッタ法を用いた報告例はない。そこで本研究では N 極性 GaN HEMT に対し、MOCVD 法とスパッタ法で再成長した n^+ -GaN を用いてオーミックコンタクトを形成し比較したので報告する。

N 極性 GaN HEMT の再成長領域の保護膜を反応性イオンエッチングで開口し、MOCVD 法では 30nm、スパッタ法では n^+ -GaN を 20nm 成長した。スパッタ法で再成長した試料は絶縁膜上に堆積した n^+ -GaN をアルカリ溶液で除去した。 n^+ -GaN 上に蒸着、リフトオフによって金属電極を形成し、ノンアロイオーミックとしてコンタクト抵抗評価用の素子を作製した。

Fig. 1 に作製した素子の断面 STEM 像を示す。MOCVD 法は設計値を大きく超えた膜厚であったが、スパッタ法は概ね設計値通りの膜厚であった。またいずれの手法においても N 極性 GaN HEMT と n^+ -GaN の再成長界面で転位の発生は観察されなかった。さらに電子線回折法により n^+ -GaN の結晶構造解析を行ったところ、下地の HEMT 層と同一のスポット状の回折像が得られ、エピタキシャル成長によって再成長が進行していることがわかった。TLM 法によってコンタクト抵抗を評価したところ、MOCVD 法では $0.18 \Omega\text{mm}$ 、スパッタ法では $0.15 \Omega\text{mm}$ と MBE 法による再成長コンタクトと比較して遜色ない値であった。



[1] B. Romanczyk *et al.*, IEEE Electron device lett., vol. 41, no. 3, p 349 (2020). Fig. 1 STEM images of n^+ -GaN regrowth region

【謝辞】この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP 20017)の委託事業の結果得られたものです。

ECRスパッタ法を使用したGaN薄膜の成膜に関する研究

Study of GaN thin film deposition using ECR plasma sputtering method

JSWアフティ株式会社¹, 千葉工業大学²

○鳥居 博典^{1,2}, 田中 こずえ¹, 松井 伸介²

JSW AFTY Corporation¹, Chiba Institute of Technology²

○Hironori Torii^{1,2}, Kozue Tanaka¹, Shinsuke Matsui²

E-mail: torii@jsw-afty.co.jp

【緒言】

GaNは半導体レーザ、表示デバイス、照明、通信用デバイスなど様々なデバイスで使用されている。一般的にGaNの形成はMOCVD法を用いられているが、形成温度は800℃以上、プロセスガスに有機金属ガスやアンモニアガスを使用することから除害設備が必要なため、装置コストおよび運用コストが高いとされている。本研究で使用したECRスパッタ法は、一般的なスパッタ法に比べ高密度プラズマを生成できるため、低い基板温度で、且つアルゴンガス、窒素ガスのみで高品質な窒化シリコンや窒化アルミニウム薄膜を形成することが可能である。また、基板の位置とECRプラズマ源との配置の最適化により、大面積基板でも膜厚均一性が高い薄膜形成が可能である[1]。本報告ではECRスパッタ法でサファイア基板上とAlNテンプレート上にGaN薄膜とAlGaInの形成を行い、X線回折法(XRD)での結晶性の評価、原子間力顕微鏡(AFM)を使用した表面平坦性の評価結果を報告する。

【実験方法および結果】

ECRスパッタ成膜装置で、プロセスガスにアルゴンと窒素ガス、スパッタターゲットに高密度GaN焼結ターゲットと、AlGaIn形成のためのAl添加に高純度Al金属ターゲットを使用した。GaNの形成は、マグネトロンスパッタ法でのGaNのスパッタと同時にECRプラズマを基板に照射する方法である。AlGaInの形成方法は前述のGaNのスパッタと同時にECRプラズマ源上に配置したAlターゲットをスパッタし、基板上でAlGaInを形成した。サファイア基板とAlNテンプレート基板上にGaNとAlGaInを形成し、結晶性と表面平坦性をXRDとAFMで評価した。Fig. 1に8インチSi基板上に成膜したGaN膜を示す。ECRスパッタ装置の高均一化技術により、ウェハ面内φ180 mmに±3.9%の優れた膜厚均一性のGaN薄膜が得られた。Fig. 2にサファイア基板上に基板温度350℃で膜厚100 nm堆積したGaN薄膜の2θ/ω測定の結果を示す。高密度なECRプラズマ照射により、基板温度350℃の低温成膜でc軸の単一配向を示した。GaN(0002)のロックンブカーブ測定の結果は180arcsecの結晶性を示した。GaN表面の平坦性はSq: 0.91 nmと非常に平滑であった。AlGaIn薄膜の2θ/ω測定の結果はAl組成比の依存性を示す結果が得られた。

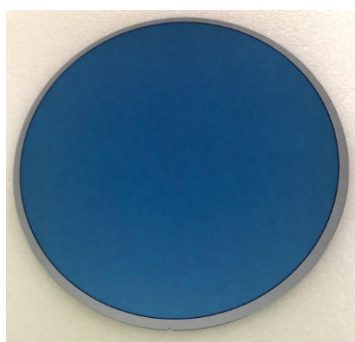


Fig. 1 GaN on 8 inch Si wafer

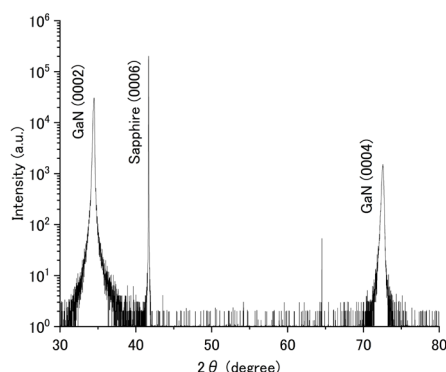


Fig. 2 Result of 2θ/ω on sapphire

参考文献

- [1] M. Shimada, T. Amazawa, T. Ono, S. Matsuo, H. Oikawa, Vacuum 59 727-734 (2000)

ScAlMgO₄ 基板上 InGaN の RF-MBE 成長における In 組成制御

Control of In content in InGaN on ScAlMgO₄ substrates grown using RF-MBE

立命館大 R-GIRO¹, 院理工² ◯出浦 桃子¹, 久保 祐太², 山田 泰弘², 藤井 高志², 荒木 努²

R-GIRO¹, Grad. School of Sci. & Eng.², Ritsumeikan Univ., ◯M. Deura¹, Y. Kubo², Y. Yamada²,

T. Fujii², and T. Araki²

E-mail: deura@fc.ritsumei.ac.jp

近年, ScAlMgO₄ (SAM) が InGaN 成長用の基板として注目され, 無転位の 2 インチ基板も作製可能になっている[1]. しかし MOVPE や HVPE の場合では, 成長中に SAM 基板から拡散・脱離した Mg に起因して, InGaN 表面にピットが形成されるなどの課題が生じやすい[2]. 一方, MBE は超高真空中で低温成長が可能であるため, Mg 拡散等の影響は少ないと期待される. 実際我々は RF-MBE により, Mg 混入や基板表面の荒れなく, 界面急峻な(In)GaN の直接成長に成功している[3,4]. しかし, 格子不整合が小さい系であるにもかかわらず InGaN/SAM 界面で高密度の転位が発生すること, In 組成の正確な制御が不十分であることが課題である. そこで SAM 基板上に格子整合した高品質 InGaN の成長を目指し, 今回は In 組成制御について検討した.

c 面 SAM 基板上に成長温度 500~650 °C で InGaN を 60 min 成長した. 窒素流量 1 sccm, 窒素プラズマパワー 260 W, Ga フラックス 2.0×10^{-7} Torr, In フラックス 3.3×10^{-7} Torr は固定した. この条件で成長に寄与する実効窒素フラックスは, 600 °C において Ga フラックス 3.3×10^{-7} Torr に相当する. Ga-N 結合は In-N 結合より強いため[5], 実効窒素フラックスに対する Ga フラックスの不足分が固相 In 組成に対応すると推測され, 今回の条件では 40%程度である. しかし Fig. 1 に示すように, X 線逆格子マッピング測定から求めた In 組成はいずれも推測値よりも低く, 635 °C 以下では 21%程度にほぼ一定, 650 °C では 9%であった. ただしすべての条件で成長速度は 160 nm/h にほぼ一定であった. SAM に格子整合する In 組成が 17%程度であることから, 650 °C 未満での成長が必要といえる. 一方, 一般に高品質結晶を得るには高温成長が望ましいことから, 成長温度を 600 °C とし, フラックス調整により In 組成 17%程度の InGaN 成長を試みた. Ga フラックス 2.2×10^{-7} Torr, In フラックス 3.4×10^{-7} Torr において In 組成 18%の InGaN 薄膜が得られた. Fig. 2 に In_{0.18}GaN 薄膜の表面 SEM 像および AFM 像を示す. 比較的平坦で堆積物やピットはほぼ観察されなかった. (002)面 X 線ロッキングカーブの半値幅は 940 arcsec であり, 同程度厚さの GaN 薄膜 (格子不整合度 1.8%) よりも高配向であった. 格子整合条件に近いことに起因する可能性がある. 一方, In_{0.18}GaN 薄膜は 500 nm 程度のグレインから構成されており, さらなる結晶品質向上に向けてグレインサイズの増加が必要である.

謝辞 SAM 基板は (株) 福田結晶技術研究所よりご提供いただいた.

[1] Inaba *et al.*, J. Cryst. Growth **574**, 126322 (2021). [2] Ozaki *et al.*, Appl. Phys. Express **7**, 091001 (2014). [3] Araki *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 025504 (2023). [4] 後藤他, EMS-41, Th1-21 (2022). [5] Stampfl *et al.*, Phys. Rev. B **59**, 5521 (1999).

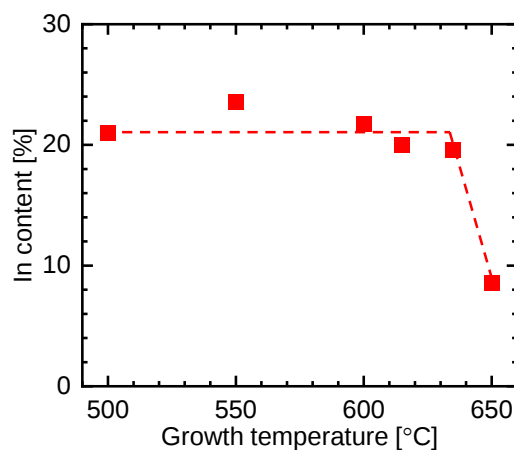


Fig. 1 Growth temperature dependence of In content in InGaN layer on SAM substrates.

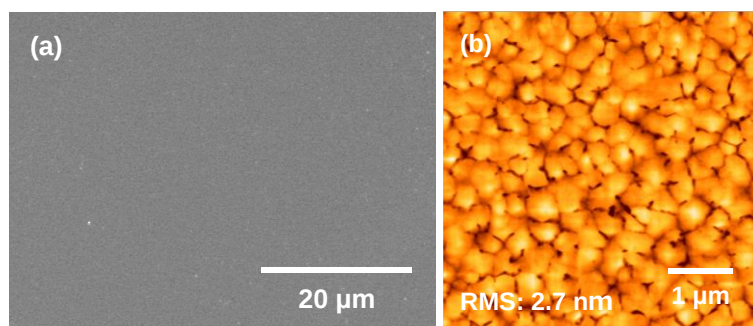


Fig. 2 (a) Plan-view SEM image and (b) $5 \times 5\text{-}\mu\text{m}^2$ area AFM image of In_{0.18}GaN layer.

ScAlMgO₄ 基板上 RF-MBE 成長 InGaN 薄膜の極微構造評価

Microstructural characterization of InGaN grown by RF-MBE on ScAlMgO₄

立命館大理工¹, R-GIRO²・山田泰弘¹, 久保祐太¹, 和田邑一¹, 出浦桃子², 藤井高志¹, 荒木努¹

Col. of Sci. & Eng.¹, R-GIRO², Ritsumeikan Univ.,

・Y. Yamada¹, Y. Kubo¹, Y. Wada¹, M. Deura², T. Fujii¹, and T. Araki¹

E-mail: re0146pi@ed.ritsume.ac.jp

ScAlMgO₄ (SAM) は In 組成 17% の InGaN と格子整合するとされ、無転位の 2 インチ基板も作製可能であるため[1]、InGaN 成長用基板として注目されている。MOVPE などでは、成長中に SAM 基板から拡散・脱離した Mg に起因して、InGaN 表面ピット形成などの問題が生じやすい[2]。これに対して我々は、超高真空中で低温成長が可能な RF-MBE により、Mg 混入や基板表面の荒れなく、界面急峻な GaN の直接成長に成功している[3]。しかし、格子不整合が小さいにもかかわらず GaN/SAM 界面で高密度の転位が発生することが課題である。またオフ角が大きい、すなわちテラス幅の小さい SAM 基板上に GaN を成長すると、安定相のウルツ鉱構造 (WZ-GaN) に準安定相の閃亜鉛鉱構造 (ZB-GaN) が混在する場合がある[4]。そこで今回は、RF-MBE 法を用いて SAM 基板上に成長した InGaN 薄膜の TEM 観察を行い、成長温度による極微構造の変化を調べた。

RF-MBE 法を用いて、c 面 SAM 基板上に InGaN を 60 min (膜厚約 160 nm) 成長した。Ga フラックス 2.0×10^{-7} Torr、In フラックス 3.3×10^{-7} Torr、窒素プラズマパワー 260 W、窒素流量 1 sccm に固定し、成長温度 500、550、600 °C で変化させた。X 線逆格子空間マッピング測定から得られた In 組成はいずれも 21% 程度であった。断面 TEM 観察用試料は FIB で作製し、JEOL JEM-2100Plus (加速電圧 200 kV) にて観察した。Fig. 1 に典型的な InGaN/SAM 界面の HRTEM 像を示す。SAM 基板直上から InGaN がエピタキシャル成長しており、SAM 基板上 GaN 成長と同様に、RF-MBE 法により SAM 基板上に界面急峻な InGaN を直接成長することが可能である。Fig. 2 に 600 °C 成長サンプルの断面 TEM (a) 明視野像、および二波回折条件 (b) $g=0002$ 、(c) $g=11\bar{1}00$ で貫通転位を観察した結果を示す。刃状、らせん転位ともに 10^{10} cm^{-2} 台の高密度の貫通転位が InGaN/SAM 界面から発生している。また、成長温度の低い 500 °C 成長サンプルにおいては ZB-InGaN が混在している領域が観察されたが、550 °C、600 °C 成長サンプルでは WZ-InGaN のみが成長していた。ただし、ZB-InGaN が混在している 500 °C 成長サンプルにおいても、InGaN/SAM 基板界面では WZ-InGaN が成長しており、SAM 上 GaN 成長[4]と同様に、成長途中で ZB-InGaN が発生したと考えられる。SAM 基板上では、GaN 成長時にも SAM 基板特有の高い原子ステップの影響により、三次元島状成長が起こり、島どうしの融合部で転位や積層欠陥、準安定相混在が発生する。格子不整合が小さい InGaN 成長においても、このような SAM 基板特有の表面状態に起因して、高い貫通転位や ZB 相の混在が生じていると考えられ、成長初期過程の制御が重要といえる。

謝辞 SAM 基板は株式会社福田結晶技術研究所よりご提供頂いた。

[1] T. Fukuda *et al.*, J. Cryst. Growth **574**, 126286 (2021). [2] T. Ozaki *et al.*, Appl. Phys. Express **7**, 091001 (2014). [3] T. Araki *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 025504 (2023). [4] Y. Wada *et al.*, Phys. Status Solidi B, 2300029 (2023).

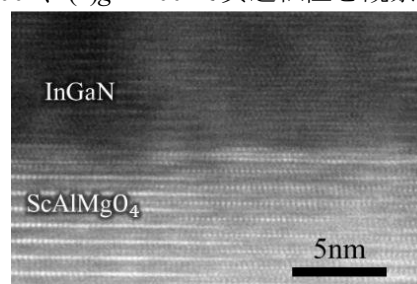


Fig. 1 HRTEM image of InGaN/SAM interface.

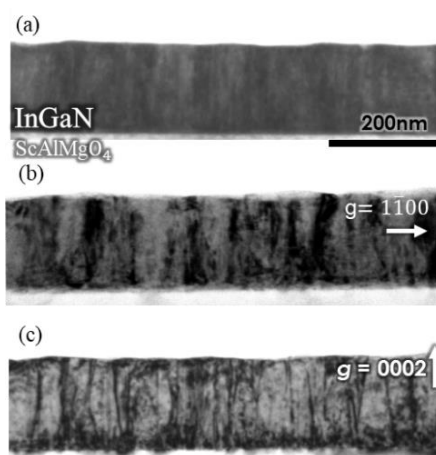


Fig. 2 Cross-sectional TEM images of InGaN grown at 600 °C.

(10-11)上 GaInN/GaInN MQWs 成長による高効率赤色発光

Highly efficient red emission of GaInN/GaInN MQWs grown on (10-11) face nanocolumns

工学院大先進工¹, 上智大ナノテク², 上智大理工³ ○(M2)赤川 広海¹, 山田 純平²,
山口 智広¹, 尾沼 猛儀¹, 野村 一郎^{2,3}, 本田 徹¹, 富樫 理恵^{2,3}, 岸野 克巳²

Kogakuin Univ.¹, Sophia Nanotech Center², Sophia Univ.³

○(M2) Hiromi Akagawa¹, Jumpei Yamada², Tomohiro Yamaguchi¹,

Rie Togashi^{2,3}, Takeyoshi Onuma¹, Ichirou Nomura^{2,3}, Tohru Honda¹, Katsumi Kishino²

E-mail: cm22001@ns.kogakuin.ac.jp

はじめに 窒化物半導体ナノ柱状結晶(ナノコラム)は、ナノ結晶効果(貫通転位の抑制, 臨界膜厚の増加, 歪み緩和)が発現され [1], GaInN における長波長領域での高効率発光が期待されている。我々は、赤色発光のさらなる高効率化を目的として、In 組成比の小さな GaInN をバリア層とした GaInN/GaInN MQWs を用い、その下地層として厚膜 GaInN バッファ層を挿入することで、さらなる歪み緩和効果の向上を狙っている [2]。前回の春期学術講演会にて GaInN バッファ層を窒素ラジカル源をⅢ族リッチ側にずらしながら成長させることで均一な斜めファセットである(10-11)面のコラムトップが得られることを報告した。本研究では(10-11)面 GaInN バッファ層上に GaInN/GaInN MQWs を(10-11)面に考慮した膜厚で成長させ、高効率赤色発光を得ることを目的とする。

実験及び結果 本実験では RF-MBE 法を用いて $L=100\sim600$ nm の三角格子配列 n-GaN ナノコラムを成長させ、その上に、窒素流量 2.0 sccm, ヒーター温度 895°C で 50 分間の n-GaInN バッファ層成長を行った。RF 入力パワーを 400 W から 350 W, 300 W と徐々に V/Ⅲ族比をⅢ族リッチ側にずらしながら成長した。その後、GaInN/GaInN MQWs を 5 ペア成長させた。その時、(10-11)面上に成長することから c 面上の成長レートとは全く異なるため MQWs の秒数を伸ばすことで MQWs 層の膜厚を制御した。

Fig. 1 に GaInN/GaInN MQWs 成長後の $L=300$ nm のナノコラム鳥瞰 SEM 像を示す。この鳥瞰 SEM 像よりコラムトップは先鋭化し、c 面に対するトップ角度は約 61° であり、(10-11)面ファセットをもつ均一表面のコラムトップが形成されたことが分かる。Fig. 2 の赤線は、 $L=300$ nm ナノコラムに対する GaInN バッファ層の室温フォトルミネッセンス(PL)発光スペクトルである。ダブルピークがみられ、発光波長 525 nm のピークは GaInN バッファ層によるもので、波長 644 nm のピークが GaInN/GaInN MQWs による発光であると考えられる。Fig. 2 の青線は、以前に報告した内部量子効率 10% 前後の c 面上 GaInN/GaInN MQWs サンプルの PL スペクトルである [2]。(10-11)面上 MQW では発光強度は約 2 倍に上昇し、MQWs の発光ピークは 603 nm から 644 nm へ長波長化した。これにより、(10-11)面上に GaInN/GaInN MQWs を成長することで、高い発光強度の赤色発光が得られた。低温 PL スペクトル測定による内部量子効率の算出などの詳細は当日報告する。

参考文献

- [1] K. Kishino and H. Sekiguchi, Chap. 2 in Novel Compound Semiconductor Nanowires, ed. F. Ishikawa and I. A. Buyanova (Pan Stanford Publishing Pte. Ltd., Singapore, 2017).
[2] 赤川等, 第 83 回応用秋季講演会, 20p-B201-2 (2022).

謝辞 本研究の一部は、科研費・基盤研究(C)(#20K05348)の援助を受けて行なわれた。

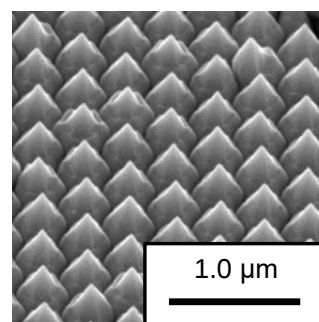


Fig. 1 Bird's-eye view SEM images of GaInN/GaInN MQWs on bulk GaInN buffer nanocolumns

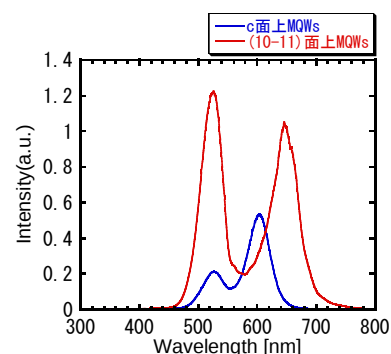


Fig. 2 PL spectra of GaInN/GaInN MQWs on bulk GaInN buffer nanocolumns

ナノテンプレート選択成長法による Si(111)基板上 InGaN/GaN ナノコラム成長

InGaN/GaN nanocolumns on Si(111) substrates grown by nanotemplate selective area growth

上智大理工¹、上智大ナノテク² °星野 航太¹、吉村 賢哉¹、高橋 昂司¹、工藤 駿介¹、
山田 純平²、富樫 理恵^{1,2}、岸野 克巳²

Sophia Univ.¹, Sophia Nanotech. Research Center², °Kota Hoshino¹, Kenya Yoshimura¹,
Koji Takahashi¹, Shunsuke Kudo¹, Jumpei Yamada², Rie Togashi^{1,2}, Katsumi Kishino²

E-mail: hoshino@eagle.sophia.ac.jp

はじめに： InGaN/GaN ナノコラムでは、貫通転位フィルタリング効果が発現され、下地基板由来の貫通転位の活性層 InGaN への伝搬を抑制し、優れた発光特性を示す^[1]。ナノコラム成長基板に Si 基板を用いることで、安価で大面積なナノコラム LED 結晶を作りつつ、駆動用 IC 基板へのフリップチップボンディング実装が容易となって、マイクロ LED への応用展開が期待される。一方で、Si と GaN では格子定数、熱膨張係数、結晶構造などが異なり、Si 基板上 GaN 結晶の成長は困難とされている。本研究では、AlN 薄膜バッファ層を有する Si(111)基板を用いて、ナノテンプレート選択成長法^{[2], [3]}によりナノコラムの選択成長を行ったので報告する。

実験方法、結果： EBL 装置によるパターンニング、ICP ドライエッチを用いたトップダウンプロセスにより、周期 L 、直径 D の異なる三角格子配列のナノピラーパターンを得た (Fig.1)。この上に RF-MBE 法により n-GaN : Si ナノコラムを 90 分間成長させ、Fig. 2 に示す規則配列 GaN ナノコラムを得た。さらに供給窒素を変化させながら InGaN バルク活性層を 5 分間成長させた。Fig. 3 に PL 発光スペクトルを示す。波長が 550~556 nm の単峰性スペクトルが観測され、InGaN 成長時の供給窒素流量が 2.0 sccm のときに最も強い PL 発光を得た。詳細は当日議論する。

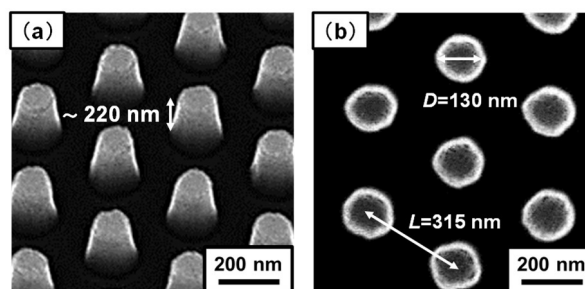


Fig. 1 Bird's eye (a) and top (b) view SEM image of the AlN/Si nanopillar nanotemplate

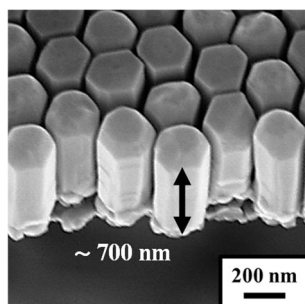


Fig. 2 Bird's eye view SEM image of GaN nanocolumns on AlN/Si substrates grown by nanotemplate selective area growth.

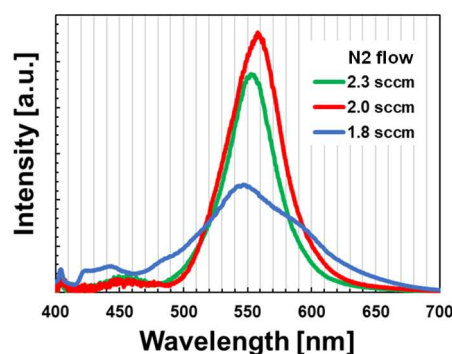


Fig. 3 PL spectra for InGaN/GaN nanocolumns on AlN/Si substrates

参考文献：

- [1] K. Kishino *et al.*, Nanotechnology **26**, 225602 (2015). [2] K. Yamano and K. Kishino, Appl. Phys. Lett., **112**, 091105 (2018). [3] 吉村賢哉, 第 83 回 応用物理学会秋季学術講演会, 23p-C200-1 (2022).

その場 XRD-RSM を用いた GaN 上 GaInN Buffer 層挿入 GaInN RF-MBE 成長 —GaInN の成長温度依存性—

RF-MBE growth of GaInN with insertion of GaInN buffer layer on GaN using *in-situ* XRD-RSM

- Growth temperature dependence of GaInN-

工学院大学¹, 量研², 立命館大学³ ○(M2)竹内丈¹, 佐々木拓生²,
大熊豪¹, 横山晴香¹, 尾沼猛儀¹, 本田徹¹, 山口智広¹, 名西徳之³

Kogakuin Univ.¹, QST², Ritsumeikan Univ.³

○Jo Takeuchi¹, Takuo Sasaki², Go Okuma¹, Haruka Yokoyama¹,

Takeyoshi Onuma¹, Tohru Honda¹, Tomohiro Yamaguchi¹, Yasushi Nanishi³

E-mail: cm22030@ns.kogakuin.ac.jp

[はじめに] GaInN の発光波長は可視光全域に対応するため、赤色発光材料として期待できる。我々は、GaInN/GaN より格子不整合差の小さい GaInN/GaN の MQWs に着目している。この構造を製作するためには高品質な GaInN 下地膜の実現が必要となる。前回の応用物理学会では、その場 XRD-RSM を用いた GaN 上 GaInN Buffer 層挿入 GaInN RF-MBE 成長の格子緩和過程観察を行い、Buffer 層挿入による In 取り込み量の制御、成長初期段階での緩和の促進および、成長時間とともに GaN に対する緩和率が再び減少していく現象を報告した[1]。今回は前回の結果も踏まえながら、GaInN 膜成長温度依存性について報告する。

[実験] 大型放射光施設 SPring-8 BL11XU の MBE-XRD 装置を用い、MBE-GaN/HVPE-GaN/ α -Al₂O₃ テンプレート上に成長温度 540°C (熱電対温度) で GaInN Buffer 層を成長し、その上に成長温度 660, 700, 740°C で GaInN 膜をそれぞれ成長した。GaInN の成長速度は~2 nm/min. で、Buffer 層と GaInN 膜の成長時間はそれぞれ 4.5 min. と 30 min. で行った。GaInN 成長中に 10-11 逆格子点付近の XRD-RSM 測定を行った。RSM 1 測定に要する時間は 7 秒である。各 RSM 像のピーク位置は 2 次元ガウス分布を使用して決定し、ピーク位置から In 組成と緩和率を算出した。

[結果と考察] Fig. 1 に各 RSM 像から見積られる GaN に対する緩和率と In 組成の時間変遷を示す。Buffer 層の In 組成はそれぞれ 25.8%, 35.5%, 43.5% であった。660°C で成長した GaInN 膜は、成長初期に 80% 以上の緩和率をもって成長し、その緩和率が維持された。一方で、700,

740°C で成長した GaInN 膜は、成長初期に 80% 以上の緩和率をもって成長が始まったが、成長時間とともに GaN に対する緩和率が再び減少していく現象が確認された。また、その減少率は成長温度が高いほど大きくなった。Fig. 2 に成長温度の異なる成長 15 分後の逆格子マップを示す。成長温度が高くなるほど、Crystal truncation rod (CTR) が明瞭に観察できる。当日は、GaInN の結晶性の変化も含めながら議論を行う。

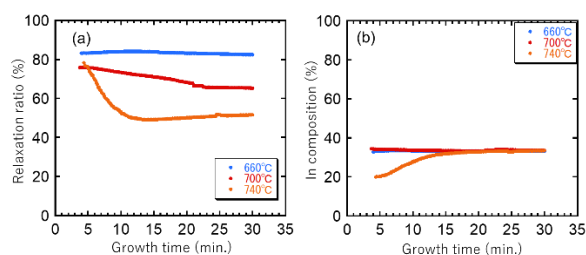


Fig. 1. Evolution of (a) relaxation ratio to GaN
(b) In composition of GaInN during growth.

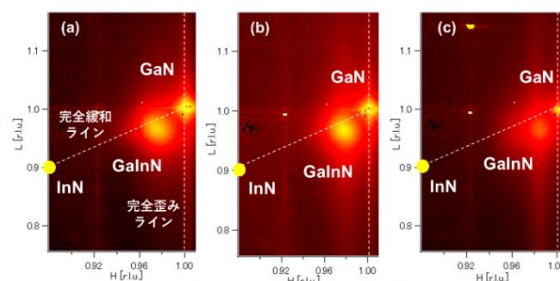


Fig.2 Reciprocal space maps of GaInN grown after 15 min. (Growth temperature (a) 660°C, (b) 700°C, (c) 740°C).

[1] 竹内他, 第 70 回春季応物, 15a-B401-2 (2023).

InGaN 熱電薄膜の結晶成長と特性評価

Epitaxial growth and evaluation of properties of InGaN thermoelectric thin film

立命館大 R-GIRO¹, 立命館大院理工² [○]出浦 桃子¹, 服部 翔太², 荒木 努²

R-GIRO¹, Grad. School of Sci. & Eng.², Ritsumeikan Univ., [○]M. Deura¹, S. Hattori², and T. Araki²

E-mail: deura@fc.ritsumei.ac.jp

窒化物半導体は種々の光・電子デバイスへの応用が期待されているが、2000 年前後から熱電特性が報告されている[1,2]。我々は、窒化物半導体の熱電特性解明と熱電性能向上を目指している（無次元熱電性能指数： $ZT=S^2\sigma T/\kappa$ ， S ：ゼーベック係数， σ ：電気伝導率， κ ：熱伝導率）。熱電特性を詳細かつ正確に解明するためには、さまざまな組成・構造で高品質な結晶を得る必要がある一方、十分な熱電性能を得るためには膜厚が大きいことが望ましい。今回は、InGaN 混晶の 100 nm 以上の熱電薄膜について In 組成制御と特性評価を行った。

c 面 GaN（膜厚 2 μm ）/sapphire テンプレート基板を用い、RF-MBE により GaN バッファ層を 10 nm 程度成長した上にアンドープ InGaN 薄膜を成長した。Ga-N 結合が In-N 結合より強く Ga が優先的に固相に取り込まれるため[3]，成長に寄与する実効窒素（N*）フラックスに対する Ga フラックスの不足分が固相中の In 組成に対応すると推測される。また、表面平坦に成長するにはメタルリッチ条件が望ましく、すなわち $\text{In}+\text{Ga}>\text{N}^*>\text{Ga}$ を満たす必要がある。そこで GaN 成長を行い、各成長条件での N*フラックスに相当する Ga フラックスを求めた。たとえば、窒素流量 1 sccm・プラズマパワー300 W において、500 $^{\circ}\text{C}$ における相当 Ga フラックスは 3×10^{-7} Torr である。In+Ga 一定で In/Ga 比を変化させて 500 $^{\circ}\text{C}$ で成長したところ、Fig. 1 に示すように、In 組成 20~60%程度で膜厚 120 nm 以上の InGaN 薄膜が得られた。ただし、低 In 組成で結晶配向性が悪化する傾向、高 In 組成で過剰 In ドロップレットによる異常成長や相分離の可能性が見られた。そこで成長温度を 550 $^{\circ}\text{C}$ とし、高 In 組成領域では表面ドロップレットを除去しながら成長する DERI（Droplet elimination by radical beam irradiation）法を活用することによって、In 組成 18%および 39%の InGaN を 100 nm 以上成長したところ、Fig. 2 に示すようにいずれも表面平坦で、Table I に示すように比較的良好な薄膜が得られ、ゼーベック係数が求められた。これらの値は、過去に報告された同様の組成・膜厚の MOVPE 成長薄膜と比較しても同等以上の値である[4-6]。

謝辞 薄膜熱電特性評価は大阪大学の中村芳明先生・石部貴史先生にご協力いただいた。本研究の一部は、科研費基盤研究(B) (23H01454) および公益財団法人前川報恩会令和 2 年度学術研究助成の支援を受けて行われた。

[1] Brandt *et al.*, Phys. Rev. B **58**, 7786 (1998). [2] Yamaguchi *et al.*, Appl. Phys. Lett. **82**, 2065 (2003). [3] Stampfl *et al.*, Phys. Rev. B **59**, 5521 (1999). [4] Pantha *et al.*, Appl. Phys. Lett. **92**, 042112 (2008). [5] Hurwitz *et al.*, J. Electron. Mater. **40**, 513 (2011). [6] Surender *et al.*, J. Alloys Compd. **734**, 48 (2018).

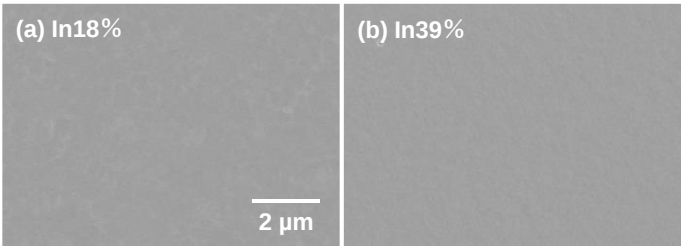


Fig. 2 Plan-view SEM images of InGaN films with the In content of (a) 18% and (b) 39% grown at 550 $^{\circ}\text{C}$.

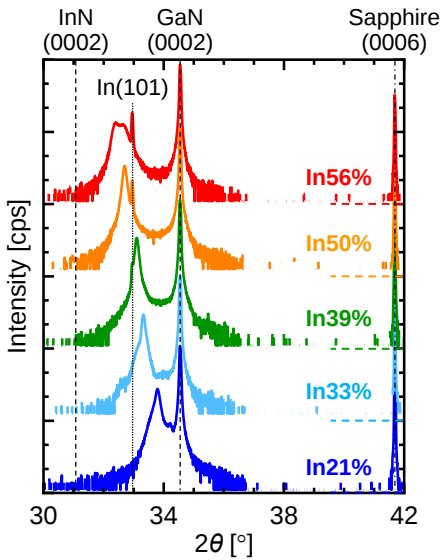


Fig. 1 XRD 2θ - ω profiles of InGaN films with different In content grown at 500 $^{\circ}\text{C}$.

Table I Characteristics of InGaN grown at 550 $^{\circ}\text{C}$ corresponding to Fig. 2.

	In18%	In39%
Thickness [nm]	200	100
XRC-FWHM(0002) [arcsec]	880	1200
Seebeck coefficient [$\mu\text{V/K}$]	-220	-160

InAlN 熱電薄膜の RF-MBE 成長

RF-MBE growth of InAlN thermoelectric thin film

立命館大院理工¹, 立命館大 R-GIRO², [○]服部 翔太¹, 荒木 努¹, 出浦 桃子²

Grad. School of Sci. & Eng.¹, R-GIRO², Ritsumeikan Univ. [○]S. Hattori¹, T. Araki¹, and M. Deura²

E-mail: re0159hk@ed.ritsumei.ac.jp

InAlN は窒化物半導体の中で比較的高い熱電特性を示すことが報告されており[1,2]、新規熱電材料として期待される。しかし InN と AlN の非混和組成領域が大きいこと、両者の最適成長条件が異なることなどから、高品質な InAlN を広範な In 組成領域で成長することは非常に困難であり、各種基礎物性の解明も不十分である。そこで InN 成長に有利な RF-MBE により、さまざまな In 組成の高品質 InAlN 熱電薄膜を 100 nm 以上成長させるため、成長条件依存性を調べた。

c 面 GaN/sapphire テンプレート基板上に InAlN を 60 min 成長した。成長温度および In・Al フラックスは Table 1 にまとめた。使用した窒素プラズマ条件である流量 1 sccm・パワー 350 W において、成長に寄与する実効窒素 (N*) フラックスは、500 °C で Al フラックス 2.5×10^{-7} Torr に相当する。Fig. 1 に XRD の 2θ - ω プロファイル、Fig. 2 に各 InAlN 薄膜の表面 SEM 像を示す。Al rich 条件では AlN が成長し、過剰な金属供給に起因するドロップレットが表面に形成された。Metal rich 条件では InAlN が成長したが表面に多数の堆積物が観察され、N rich 条件ではその密度が低下した。このフラックスで成長温度を下げた LT 条件では、ほぼ表面堆積物フリーの InAlN 薄膜が得られた。ここで、Al-N 結合の方が In-N 結合より強いため Al が優先的に固相に取り込まれることから[3]、メタルリッチ条件下では N*に対する Al の不足分が固相 In 組成に対応すると推測される。Al rich 条件では $Al>N^*$ であることから AlN が成長した。その他の試料では予想固相 In 組成が 40~50%であるのに対し、Fig. 1 のピーク位置から求めた固相 In 組成はそれぞれ 12%・19%・23%であった。エネルギー分散型 X 線分光 (SEM-EDX) 測定により、Fig. 2 の堆積物は In 組成 20~90%と平坦部より高く、相分離に起因して発生した高 In 組成 InAlN 結晶と考えられる[4]。Al/In 比が高い条件下で InAlN ウィスカーが成長したことから、堆積物の起点は AlN または Al の核と推測される。一般に MBE 成長では、V/III 比が高いと金属原子の表面拡散が抑制され表面平坦に成長しにくい。しかし InAlN の場合は、表面拡散および相分離を抑制するために高 V/III 比・低 Al/In 比の条件下で低温成長することで均質薄膜が得られやすくなると考えられる。

謝辞 本研究の一部は、科研費基盤研究(B) (23H01454) および公益財団法人前川報恩会令和 2 年度学術研究助成の支援を受けて行われた。

[1] Sztejn *et al.*, J. Appl. Phys. **112**, 083716 (2012). [2] Zhang *et al.*, J. Appl. Phys. **109**, 053706 (2011). [3] Stampfl *et al.*, Phys. Rev. B **59**, 5521 (1999). [4] Ive *et al.*, Phys. Rev. B **78**, 035311 (2008).

Table I Growth conditions of InAlN samples.

Sample	Growth temperature [°C]	In [Torr]	Al [Torr]	Relationship
Al rich	500	0.7×10^{-7}	2.8×10^{-7}	$In+Al>Al>N^*$
Metal rich		1.9×10^{-7}	1.5×10^{-7}	$In+Al>N^*>Al$
N rich		0.8×10^{-7}	0.8×10^{-7}	$N^*>In+Al>Al$
LT	435			

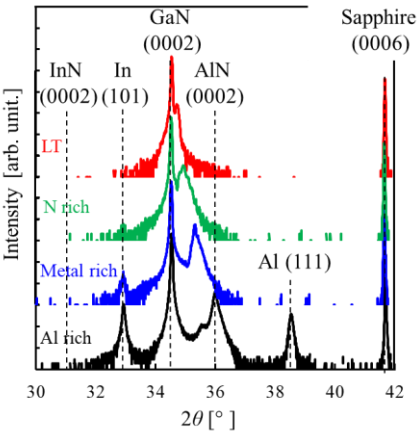


Fig. 1 XRD 2θ - ω profiles of InAlN grown on GaN template substrates.

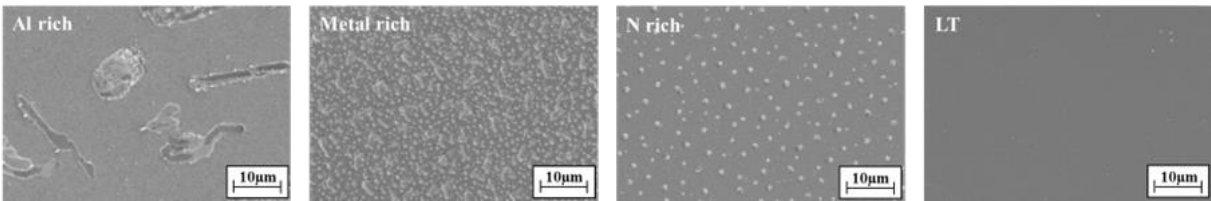


Fig.2 Plan-view SEM images of InAlN surfaces.

グラフェンナノパターンマスクを用いた r 面サファイア基板上での

a 面 GaN マイクロチャンネルエピタキシーの検討

Investigation of a-plane GaN microchannel epitaxy
on r-plane sapphire substrate using graphene nano-pattern mask

名城大理工, ○横井稜也, 柳瀬優太, 長村皓平, 丸山隆浩, 成塚 重弥

Meijo Univ., Ryoya Yokoi, Yuta Yanase, Kohei Osamura,

Takahiro Maruyama, and Shigeya Naritsuka

E-mail: 223428029@ccmalumni.meijo-u.ac.jp

【研究背景】 非極性面の一つである a 面 GaN は、ピエゾ電界が生じないので、高機能光学素子、パワーデバイス実現のための有望な材料として注目される。しかし、良質な結晶を成長させることは困難であり、実用化のための大きな障害となっている。前回、r 面サファイア基板上的グラフェンナノパターンマスクを用いたマイクロチャンネルエピタキシー[1]による a 面 GaN の低転位化について報告した[2]。今回は、グラフェンナノパターンマスクを用いたマイクロチャンネルエピタキシーが持つ、結晶品質改善効果を X 線回折を用いて検討したので報告する。

【実験】 原料ガスに 3-ヘキシンを用い、減圧 CVD により r 面サファイア基板上にグラフェンを直接成長した[3]。グラフェンナノパターンマスク(Substrate-1/Fig.1)および全面グラフェン(Substrate-2/Fig.2)層を持つ二つの基板を準備した。成長温度 740°C で RF-MBE を用いて GaN 層を成長させ、その後 XRD により評価した。

【結果と考察】 Fig.3 に示すように、グラフェンナノパターンマスクを用いた場合が、ロッキングカーブが鋭くなった。半値幅は、グラフェンナノパターンマスクの場合は $\sim 0.18^\circ$ 、全面グラフェンマスクの場合は $\sim 0.32^\circ$ となった。このことから、グラフェンナノパターンマスクは結晶品質の改善に役立つことがわかる。ナノパターンマスクを用いた場合は、横方向成長が生じ、これが成長層の高品質化に寄与することが期待される。

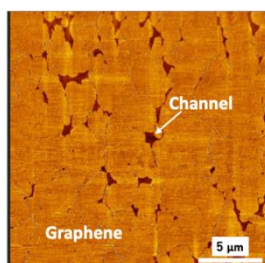


Fig.1 AFM images of graphene nano pattern mask (Substrate-1)

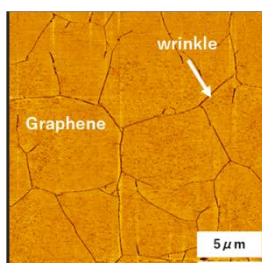


Fig.2 AFM images of graphene (Substrate-2)

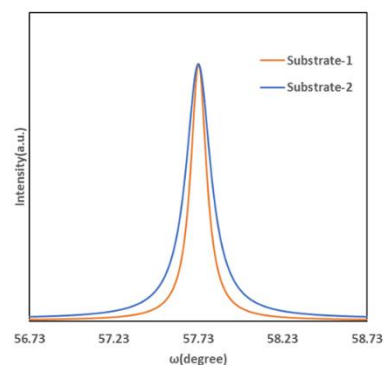


Fig.3 Rocking Curve

- [1] C. H. Lin et al., J. Cryst. Growth 318, 446 (2011). [2] 第 70 回応用物理学会予稿集 17a-B401-1.
[3] Y. Ueda et al., Appl. Phys. Lett. 115, 013103 (2019).

マイクロシェブロンレーザー走査法による GaN 膜中の単結晶帯成長

Single crystal growth of GaN thin film using μ CLS method

島根大学 自然科学研究科 岡本和士 吉田浩貴 葉文昌

Shimane Univ, Graduate School of Natural Sciences,

Kazushi Okamoto, Kouki Yoshida, Wenchang Yeh

Email: n23ma03@matsu.shimane-u.ac.jp

【背景】 GaN は発光デバイスやパワーデバイスとして使用されている。GaN 単結晶を形成する Na フラックス法は高コストで大面積化が難しくエピタキシャル成長ではミスフィット転位の問題がある。我々はマイクロシェブロンレーザー走査(μ CLS)法を用いて Si、Cu₂O の単結晶帯成長に成功している。^{1,2} 本研究では、GaN 薄膜の単結晶化を試みた。

【実験方法】 石英基板上に DC スパッタ法、Ar+N₂雰囲気、堆積温度 130°C で GaN_x 薄膜(200nm)を前駆膜として堆積した。GaN は本来 405nm の光を吸収せず、窒素欠損のバンドテール欠陥で 405nm での吸収係数を発生させた。その後キャップ膜として GeO₂(50nm)を PulseDC スパッタ法で堆積した。次に μ CLS 法で、大気中で走査速度 100mm/s で走査し、結晶性を EBSD とラマン分光法で評価した。

【実験結果と考察】 Fig.1 に GaN (130°C) アブレーション閾値手前のレーザーパワー 198mW の EBSD 像を示す。青色の部分は(111)立方晶の GaN であり、幅約 2 μ m、長さ約 130 μ m にわたって続いている。また、単結晶帯の中に赤い点がみられた。これは(0001) 六方晶 GaN であり、結晶成長時に導入されたと考えられる。この欠陥密度は $5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ であった。Fig.2 にラマン分光法の結果を示す。単結晶帯領域で GaN 由来である 550 cm^{-1} 付近でピークが確認できた。今回の研究でレーザーアニール法によって GaN の単結晶帯が作製できるという結果が得られた。この単結晶帯で将来的にはパワーデバイスや発光デバイス等への活用が期待できる。

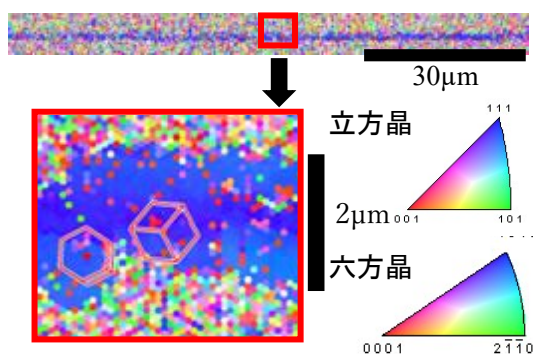


Fig.1 GaN 130°C 200nm EBSD 100mm/s 197.8mA

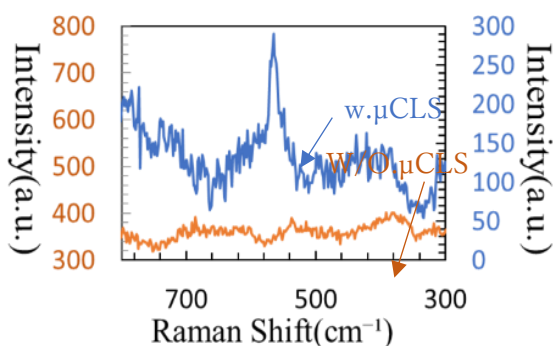


Fig.2 Raman Spectrum of GaN

参考文献 ¹Wenchang Yeh et al 2021 Jpn. J. Appl. Phys. 60 SBBM06.²Wenchang Yeh et al ACS Appl. Mater. Interfaces 2022, 14, 44, 49919–49927.

RF-MBE 法を用いた低温 AlN 成長の Al/N 比依存性

Al/N Ratio Dependence of Low Temperature AlN Growth by RF-MBE

立命館大理工¹, R-GIRO², °河上 結馬¹, 出浦 桃子², 荒木 努¹Ritsumeikan Univ.¹, R-GIRO², °Y. Kawakami¹, M. Deura², and T. Araki¹

E-mail: re0152xe@ed.ritsumei.ac.jp

AlN は AlGaIn/GaN 高電子移動度トランジスタ (HEMT) のパッシベーション膜材料として期待される。単結晶のパッシベーション膜は正の分極電荷を誘起してパッシベーション膜/バリア層界面の負のトラップ電荷を補償するため、HEMT の電流コラプスを抑制できる[1]。しかし、電極に用いられる Al の融点が低いため、パッシベーションを低温 (400~450 °C 以下) で行う必要があり、従来用いられている CVD や ALD などによる製膜では単結晶を得るのが困難である[2]。多結晶部はリーク電流増加の原因になる[3]ため、パッシベーション膜は高品質結晶であることが望ましい。そこで我々は、RF-MBE 法を用いて高品質 AlN 結晶を低温で成長することを目的とし、結晶性および表面モフォロジーの Al/N 比依存性を調べた。

RF-MBE 法を用いて、GaN (膜厚 2 μm) /Sapphire テンプレート基板上に GaN バッファ層を 10 nm 程度成長した後、同時供給法により AlN を 300 °C で 60 min 成長した。窒素プラズマパワー 250 W、窒素流量 1.0 sccm とし、Al フラックスを $1.5 \sim 3.0 \times 10^{-7}$ Torr の間で変化させた。

Fig. 1 に AlN 表面の SEM 像および AFM 像を示す。(a)・(c)の N リッチ条件下での成長では平坦表面が得られたのに対して、(b)・(d)のメタルリッチ条件では不均一で凹凸の大きな表面であった。また、Fig. 2 から Al フラックスが増加するほど対称面、非対称面ともに結晶配向性が悪化した。300 °C の成長温度は Al の融点 660 °C を下回っており、メタルリッチ条件でも N 原子の拡散障壁を低下させる液体状の金属被覆層[4]が形成されない。そのため、フラックスが増加するほど表面に不均一に堆積した Al メタルが N 原子の拡散を阻害したと考えられる。しかし、Al フラックスが 1.6×10^{-7} Torr 以下の極端な N リッチ条件下では、対称面の結晶配向性は 700 °C での高温成長時よりも良好であった。ただし非対称面の結晶配向性は低く、横方向成長が抑制されたことで Fig. 1(c)からも分かるように高配向の柱状結晶からなる膜が成長したと考えられる。講演ではこの他の評価結果に加えて、700 °C 成長時の Al/N 比依存性を調べた結果と比較しながら議論する。

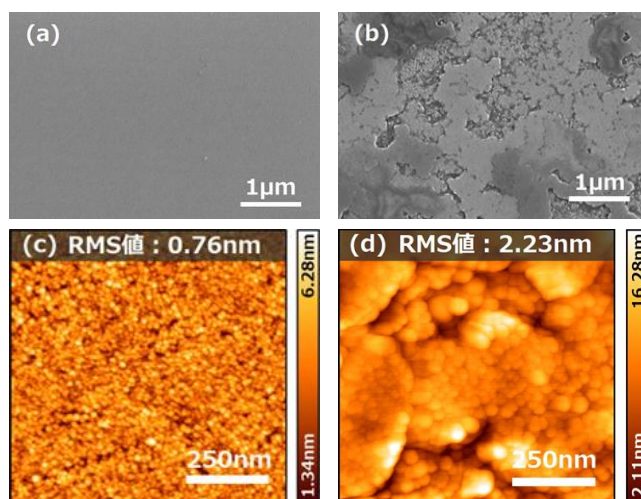


Fig. 1 SEM images and $1 \times 1\text{-}\mu\text{m}^2$ -area AFM images of AlN surface grown with (a, c) Al flux of 1.58×10^{-7} Torr and (b, d) 2.08×10^{-7} Torr.

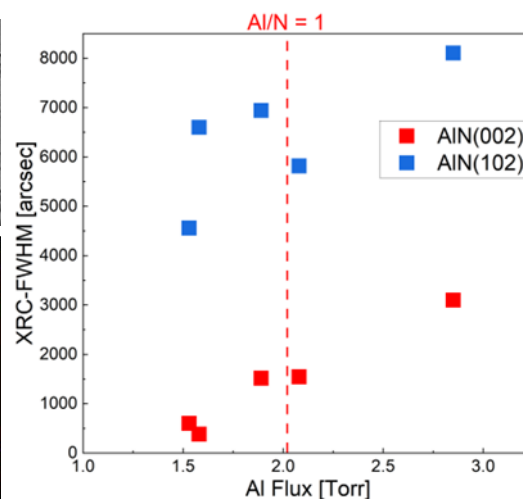


Fig. 2 FWHM of AlN(002) and AlN(102).

謝辞 本研究の一部は、科研費#21H01831 の助成を受けて行われた。

[1] S. Huang *et al.*, IEEE Electron Device Lett. **34**, 193 (2013). [2] 化学工業会, CVD ハンドブック, 朝倉書店 (1991). [3] S. Huang *et al.*, IEEE Electron Device Lett. **33**, 516 (2012). [4] R. Feenstra *et al.*, J. Vac. Sci. Technol. B **23**, 1174 (2005).

AlN テンプレート基板を用いた AlN リモートエピタキシー予備実験

Preliminary remote epitaxy of AlN on AlN template substrate

名城大理工¹, °(M2)長村 皓平¹, (M2)横井 稔也¹, 丸山 隆浩¹, 成塚 重弥¹

Meijo Univ.¹, °Kohei Osamura, Ryoya Yokoi¹, Takahiro Maruyama¹, and Shigeya Naritsuka¹

E-mail: 223428006@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】低転位 AlN 基板は、深紫外(DUV)発光デバイス実現のためにも重要である。我々は、リモートエピタキシー[1]を AlN に適用することで転位の低減を目指しており、今までに減圧 CVD による AlN テンプレート基板上でのグラフェン直接成長に関し研究してきた[2]。今回は、グラフェン直接成長条件の改善ならびにリモートエピタキシーの予備実験に関して報告する。

【実験】減圧 CVD 装置を用いて 3-Hexyne を原料として AlN テンプレート基板上にグラフェンを直接成長した。成長温度 1200℃、成長時間は 90 分とした。その後、RF-MBE により成長温度 690℃、窒素流量 2.0sccm、RF 出力 450W、Al 蒸気圧 2.5×10^{-7} torr、成長時間 30 秒の条件でリモートエピタキシーによる AlN 島の成長をおこなった。

【結果と考察】Fig.1 にグラフェンの直接成長後の表面 AFM 像を示す。Fig.1(a)の位相像より、コントラスト差がなく、基板全体で平坦なグラフェンが成長していることがわかる。Fig.1(b)の拡大した形状像からは、AlN テンプレート基板上の表面ステップもきれいに観察され、原子レベルで平坦な AlN テンプレート基板上にグラフェンが直接成長できたことがわかる。Fig.2 にリモートエピタキシー後の表面 AFM 形状像を示す。直径 50nm 程度の AlN 成長島が多数成長している。X 線回折 In plane 測定から 6 回対称性を示す良好な回折像が得られ、AlN 島がリモートエピタキシーしていることがわかる。なお、当日はリモートエピタキシー層のさらなる評価ならびにその平坦化に関しても報告したい。

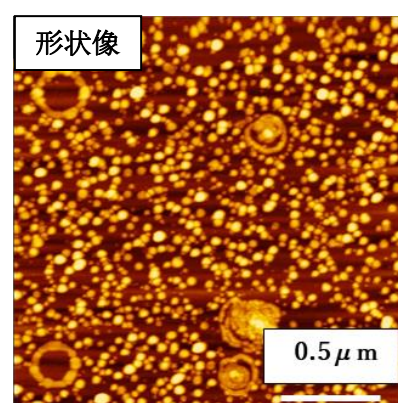
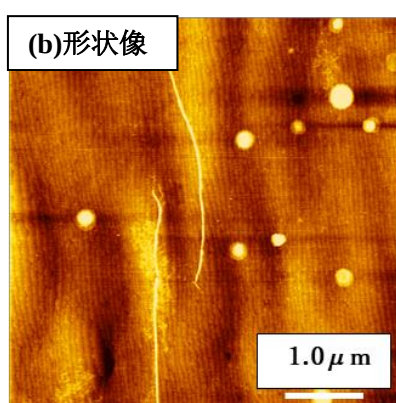
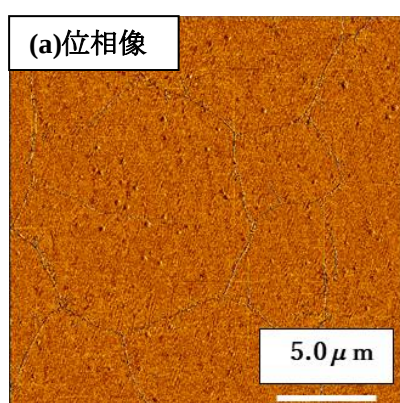


Fig.1 AFM images of graphene directly grown on AlN template.

Fig.2 AFM morphology image of AlN remote epitaxy.

【謝辞】本研究の一部は JSPS 科科研費 25000011、26105002、15H03559、2660089 の補助によっておこなわれた。AlN テンプレート基板は三重大学三宅研究室からご提供いただいた。感謝します。

【文献】 [1] Y. Kim et al., Nature 544, 340 (2017). [2] 2023 応物春 15a-PA01-15.