

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

📅 Fri. Sep 20, 2024 1:30 PM - 3:00 PM JST | Fri. Sep 20, 2024 4:30 AM - 6:00 AM UTC 🏨 C42 (Hotel Nikko 4F)

[20p-C42-1~6] 15.4 III-V-group nitride crystals

Maki Kushimoto(Nagoya Univ.)

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

[20p-C42-1]

AlN template on sapphire substrate (1) -Growth mode dependence-

○Koji Okuno^{1,2}, Hibiki Muto², Sena Miura², Masaki Ohya¹, Yoshiki Saito^{1,2}, Hisanori Ishiguro², Satoshi Kamiyama², Motoaki Iwaya², Tetsuya Takeuchi² (1.Toyoda Gosei, 2.Meijo Univ.)

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

[20p-C42-2]

AlN template on sapphire substrate (2) -Effect of AlGaN nucleation layer-

○Koji Okuno^{1,2}, Hibiki Muto², Sena Miura², Masaki Ohya¹, Yoshiki Saito^{1,2}, Hisanori Ishiguro², Satoshi Kamiyama², Motoaki Iwaya², Tetsuya Takeuchi² (1.Toyoda Gosei, 2.Meijo Univ.)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

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

[20p-C42-3]

AlN template on sapphire substrate (3) -Substrate exfoliation-

○(M1)Sena Miura¹, Maho Fujita¹, Naoki Hamashima¹, Ryunosuke Oka¹, Teppei Takehisa¹, Hibiki Muto¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹, Hisanori Ishiguro¹, Koji Okuno^{1,2}, Yoshiki Saito^{1,2} (1.Meijo Univ., 2.Toyoda Gosei)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

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

[20p-C42-4]

The fabrication of AlGaN quantum well structure grown on bulk AlN substrate fabricated by solid phase epitaxy

○Yoshinori Imoto¹, Rintaro Miyake¹, Ryoya Yamada¹, Takumu Saito¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹, Sho Iwayama¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Yosuke Sato², Kyohei Atsuji², Kentaro Nonaka² (1.Meijo Univ., 2. NGK INSULATORS, LTD)

◆ Presentation by Applicant for JSAP Young Scientists Presentation Award

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

[20p-C42-5]

Influences of Mg doping on hole concentration in polarization-doped AlGaN graded layer on AlN

○Teppei Takehisa¹, Hayata Takahata¹, Ryunosuke Oka¹, Hibiki Muto¹, Naoki Hamashima¹, Sena Miura¹, Hisanori Ishiguro¹, Motonari Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Yoshiki Saito², Koji Okuno² (1.Meijo Univ., 2.TOYODA GOSEI Co.)

2:45 PM - 3:00 PM JST | 5:45 AM - 6:00 AM UTC

[20p-C42-6]

Effects of the vicinal m-Al₂O₃ (10-10) substrates on the semipolar AlN (10-13) growth

○Xu-Qiang Shen¹, Kazutoshi Kojima¹ (1.AIST)

サファイア基板上 AlN テンプレートの検討(1)-成長モード依存性-

AlN template on sapphire substrate (1) -Growth mode dependence-

豊田合成¹, 名城大・理工², [○]奥野 浩司^{1,2}, (M1)武藤 響己², (M1)三浦 聖央², 大矢 昌輝¹,

齋藤 義樹^{1,2}, 石黒 永孝², 上山 智², 岩谷 素顕², 竹内 哲也²

Toyoda Gosei¹, Meijo Univ.², [○]K. Okuno^{1,2}, H. Muto², S. Miura², M. Ohya¹,

Y. Saito^{1,2}, H. Ishiguro², S. Kamiyama², M. Iwaya², T. Takeuchi²

E-mail: koji.okuno@toyoda-gosei.co.jp

ウィルスや細菌の不活化に有効な UVC-LED は、一般的に安価なサファイア基板上に成長させた AlN テンプレート層上に形成される。UVC-LED の高効率化の為に、低転位密度かつクラックを持たない AlN 層が必要される。大きな格子不整合差となるサファイア基板上に高品質な AlN 層を得る為には、核生成層(NL)、三次元成長層(3DL)、二次元平坦化層(2DL)の順に AlN 層の成長モードを制御することが重要である。しかしながら、AlN の Al 原料の表面拡散が低いため、平滑な表面を持つ AlN を成膜するには、3DL の粗さを抑え、かつ 2DL 成長を促進するために 1200℃ 以上の高温成長が必要となる。加えて、サファイア基板上 AlN 層においてはクラック発生を抑制する必要がある。本報告では、1200℃以下の比較的低い成長温度で、低い貫通転位密度、およびクラック形成が抑制された平坦な AlN 層を実現する為の NL、3DL、2DL の成長条件を検討したので報告する。

3μm 厚の AlN 層は MOCVD 法によりサファイア基板上に成長させた。H₂ 中 1200℃でサーマルクリーニングを行った後、AlN-NL、AlN-3DL、および AlN-2DL をそれぞれ約 1180、1000、および 1170℃ で成長させた。2DL の成長では、1200℃以下での III 族原子の表面拡散を促進するために、TMGa を導入した Ga ドープ AlN 成長技術を応用した[1]。Fig.1 に各層の原子間力顕微鏡(AFM)画像を示す。NL、3DL および 2DL までの成長モードを制御した結果、ピットおよびクラックを持たない平坦な表面の AlN 層が得られた(Fig.1(d))。クラックの形成は、各層における成長温度と成長モードに強く依存していることが確認された。AlN 層の AlN(10-12)と(0002)の X 線ロッキングカーブは、それぞれ約 400 および 270arcsec であった。発表では、成長温度と成長モードに着眼した高品質 AlN 層を実現させる為の成長メカニズムについて議論する。

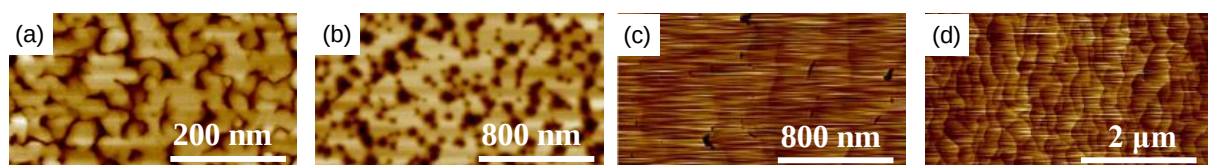


Figure 1. AFM images of (a) NL, (b) 3DL, (c) 2DL, and (d) Ga-doped 2DL

【参考文献】 [1] S. Katsuno et al., Jpn. J. Appl. Phys. 56 (2017) 015504

【謝辞】 本研究の一部は環境省「革新的な省 CO₂ 型感染症対策技術等の実用化加速のための実証事業」の援助により実施した。

サファイア基板上 AlN テンプレートの検討 (2) -AlGaN 核形成層の効果-

AlN template on sapphire substrate (2) -Effect of AlGaN nucleation layer-

豊田合成¹, 名城大・理工², [○]奥野 浩司^{1,2}, (M1)武藤 響己², (M1)三浦 聖央², 大矢 昌輝¹,

齋藤 義樹^{1,2}, 石黒 永孝², 上山 智², 岩谷 素顕², 竹内 哲也²

Toyoda Gosei¹, Meijo Univ.², [○]K. Okuno^{1,2}, H. Muto², S. Miura², M. Ohya¹,

Y. Saito^{1,2}, H. Ishiguro², S. Kamiyama², M. Iwaya², T. Takeuchi²

E-mail: koji.okuno@toyoda-gosei.co.jp

AlGaN 系 UVC-LED はウイルスや細菌の不活化に有効であるが、そのエネルギー変換効率は現状～4 % [1] 程度であり改善が急務である。特に、サファイア基板上に形成された LED の発光層から放射された光の取出効率は、エピタキシャル層とサファイア基板、および空気との屈折率差に起因する LED 素子内部での全反射によって低いことが問題である。全反射の影響を抑制する為には、加工基板 [2] や基板剥離技術 [3]、封止構造 [4] の応用が必要となる。今回我々はレーザリフトオフ (LLO) によるサファイア基板剥離技術に着眼し、レーザーアブレーションによる分解を促進させる為に、犠牲層となるサファイア基板上 AlN 層の核形成層を AlN から AlGaN へ変更する検討を行った。そして、核形成層の Ga 組成を変化させた時のサファイア基板上 AlN 層の結晶品質について調査したので報告する。

3μm 厚の AlN 層は MOCVD 法によりサファイア基板上に成長させた。H₂ 中 1200℃ でサーマルクリーニングを行った後、核生成層 (～1180℃)、三次元成長層 (～1000℃)、二次元平坦化層 (～1170℃) の順に成長させ、連続して UVC-LED 構造を成膜させた。核形成層の AlGaN の Ga 組成は、核形成層成長時の TMGa と TMAI の供給比を変更することで 0～12% の間で変化させた。LED 構造の表面は核形成層の組成に関わらず同様な平坦性、表面形状を保っていた。Fig.1 は、AlN 層の X 線ロッキングカーブの核形成層の Ga 組成依存性を示しており、Ga 組成によって結晶品質の悪化は確認されなかった。発表では、AlGaN 核形成層を持つ AlN 層の結晶品質と UVC-LED 特性の詳細について議論する。

【参考文献】 [1] M. Kneissl, et al., Nat. Photonics, 13, 233 (2019). [2] H. Fujikura, et al., Appl. Phys. Express 13 025506 (2020). [3] Y. Honda, et al., LEDIA-SP-08. [4] K. Okuno et al., Jpn. J. Appl. Phys. 63 034003 (2024)

【謝辞】本研究の一部は環境省「革新的な省 CO₂ 型感染症対策技術等の実用化加速のための実証事業」の援助により実施した。

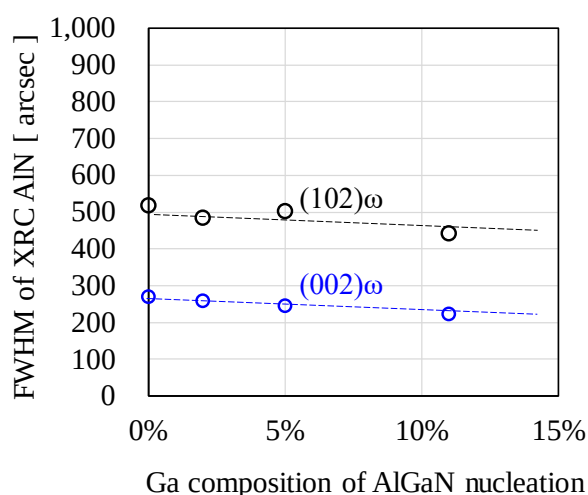


Figure 1. Group III gas phase ratio dependence of FWHM of XRC AlN

サファイア基板上 AlN テンプレートの検討(3)-基板剥離-

AlN template on sapphire substrate (3) -substrate exfoliation-

名城大・理工¹ ○三浦 聖央¹, 藤田 真帆¹, 浜島 直紀¹, 岡 龍乃介¹, 竹久 哲平¹,

武藤 響己¹, 竹内 哲也¹, 上山 智¹, 岩谷 素顕¹, 石黒 永孝¹

豊田合成² 奥野 浩司^{1,2}, 齋藤 義樹^{1,2}

Meijo Univ.¹, ○S. Miura¹, M. Fujita¹, N. Hamashima¹, R. Oka¹, T. Takehisa¹, H. Muto¹,

T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Iwaya¹, H. Ishiguro¹

Toyoda Gosei², K. Okuno^{1,2}, Y. Saito^{1,2}

Email : 243428043@ccmailg.meijo-u.ac.jp

深紫外 LED の光取り出し効率改善には、基板剥離が有効であり、その手法の一つとして可視 LED で用いられたレーザーリフトオフ (LLO) が考えられる。しかし、深紫外 LED における LLO に関する報告は多くなく、特に AlN を直接励起できるレーザーで剥離させた例は少ない [1]。また、LLO 時に界面に形成される Al ドロップレットの再接着が基板剥離を困難にさせる可能性も指摘されている [2]。今回、AlN を励起可能なレーザーを用いつつも、光吸収の促進と Al ドロップレット形成の抑制を意図して、サファイア基板上に直接 AlGaIn 層を成長させた試料で LLO を行った。その AlGaIn 層の効果と剥離機構に関する結果を報告する。

Fig.1 に示す、1 mm 角 LED チップの p 側全面を支持基板と接合した試料を作製した。LED チップには、サファイア上に AlN 層を直接積層した場合と、その間に 50 nm Al_{0.65}Ga_{0.35}N 光吸収層を挿入した場合を用意した。LLO には、ArF エキシマレーザー（波長：193 nm、設計ビームサイズ：1.1×1.3 mm²、エネルギー密度：0.58 J/cm²）を使用した。Fig.2 は、1 回照射後の光学顕微鏡像である。AlGaIn 光吸収層の導入により、照射時の変質面積の拡大が確認された。Fig.3 は Fig.2(b) の断面 SEM-EDS 像である。空隙が存在し、剥離が確認できた一方、Ga の EDS 信号より、AlGaIn 光吸収層は分解せず、サファイア基板が分解していることが示唆された。さらに、複数回照射により上記試料全面の基板剥離に成功した。剥離前後で同等の PL 強度が得られ、剥離時における活性層へのダメージは生じていないと考えられる。

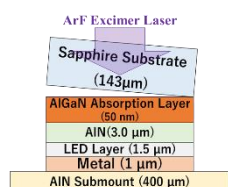


Fig.1 Sample structure for LLO

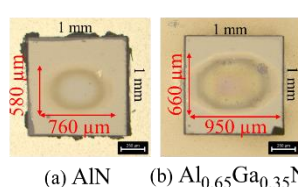


Fig.2 Micro scope images after single shot

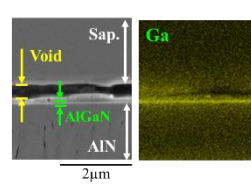


Fig.3 Cross-sectional SEM-EDS images after single shot

【参考文献】 [1] H. Aoshima, et al., Phys. Status. Solidi C 9, No.3-4, 753-756 (2012). [2] K. Shojiki, et al., Appl. Phys. Express 15, 051004(2022).

【謝辞】本研究の一部は環境省「革新的な省 CO₂ 型感染症対策技術等の実用化加速のための実証事業」の援助により実施した。

固相成長により作製された AlN バルク基板上の AlGaN 系量子井戸構造の作製

The fabrication of AlGaN quantum well structure grown on bulk AlN substrate fabricated by solid phase epitaxy

名城大・理工¹, 日本ガイシ(株)²

○井本圭紀¹, 三宅倫太郎¹, 山田凌矢¹, 齋藤巧夢¹, 丸山竣大¹, 佐々木祐輔¹, 狩野祥吾¹
岩山章¹, 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹, 佐藤洋介², 阿閉恭平², 野中健太郎²
○Y. Imoto¹, R. Miyake¹, R. Yamada¹, T. Saito¹, S. Maruyama¹, S. Sasaki¹, S. Karino¹
S. Iwayama¹, S. Kamiyama¹, T. Takeuchi¹, M. Iwaya¹, Y. Sato², K. Atsuji² and K. Nonaka²
Meijo Univ¹, NGK INSULATORS, LTD.²
E-mail: 233428005@ccmailg.meijo-u.ac.jp

[はじめに]最近,固相成長により作製されたバルク AlN 基板の開発および大口径化について報告がされている[1].しかし,この基板の上に積層された結晶の品質や発光特性は報告されていなかった.本報告では,固相成長により作製されたバルク AlN 基板の上にコヒーレントに AlGaN の量子井戸を積層し,発光特性を評価したことに加えて,バルク AlN 基板をナノピラー加工して,その上に積層した UV-B のレーザーを試作した結果について報告を行う.

[実験方法]本実験では初めに基板にコヒーレントに成長となるように発光波長 250 nm 付近の組成の AlGaN 量子井戸構造を Fig.1(a)のように積層した.作製したサンプルは YAG レーザー($\lambda=213$ nm)を用いて,PL 発光強度の温度特性を測定した.次に[2]と同様の手法により,ナノピラーを作製しその上に UV-B の電流注入レーザー構造を積層した.また,そのサンプルは ICP エッチングとウェットエッチングにより,共振器長 300 μm の Fig.1(b)に示す光励起レーザーを作製し,YAG レーザー($\lambda=266$ nm)で評価を行った.

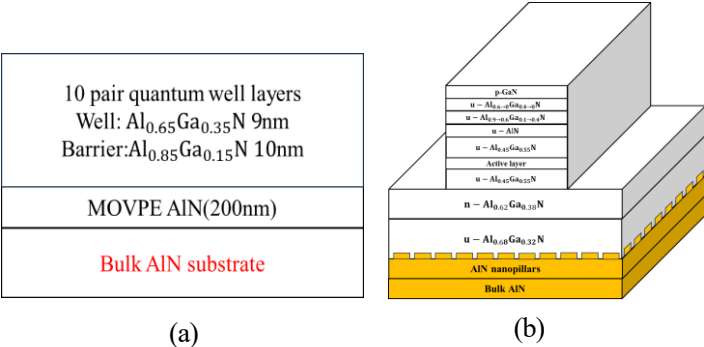


Fig.1 AlGaN 量子井戸構造(a)と光励起レーザー構造(b)

[実験結果]Fig.2 に AlGaN の量子井戸構造を PL 測定によって見積もった規格化積分強度の温度特性の結果を示す.測定の際の励起パワー密度は 60 kW cm^{-2} で測定した.その結果として 4 K に対して 300 K における内部量子効率 は 70 % 程度と見積もられた.次に, Fig.3 に光励起レーザー特性を示す.測定したサンプルは 299 nm において単一ピークで発光し,しきい値パワー密度 95 kW cm^{-2} で発振した.このことから,固相成長によって作製されたバルク AlN 基板は深紫外領域の AlGaN 結晶の成長基板としてポテンシャルを持っていることが示唆された.

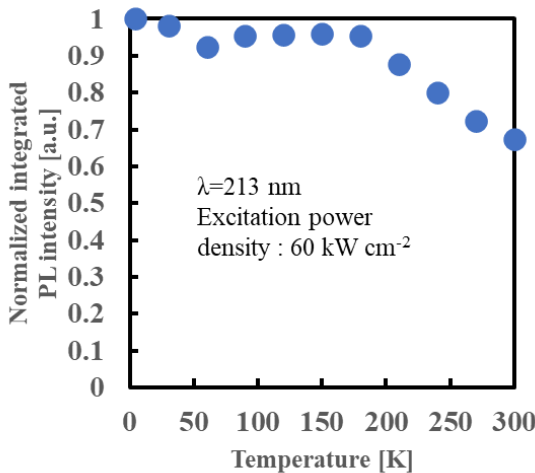


Fig.2 規格化積分 PL 強度の温度特性

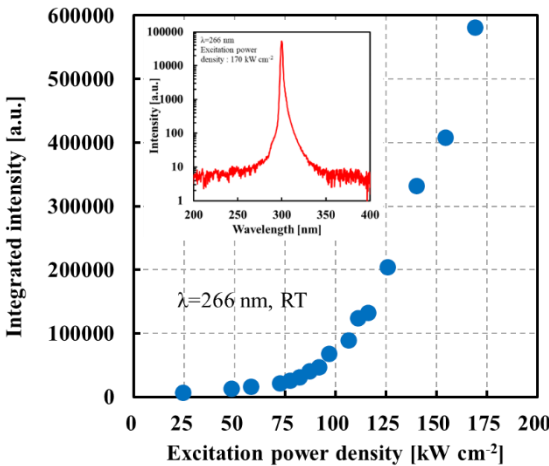


Fig.3 光励起レーザー特性

謝辞:本研究の一部は, 科研費・基盤研究 A(22H00304), JST CREST(JPMJCR16N2), NEDO 先導研究, および JST A-STEP 事業(JPMJTR201D) の援助によって実施された.

[1]佐藤洋介 第 71 回応用物理学会春季学術講演会 24a-21C-1 2024 年 3 月 24 日

[2] Y. Imoto *et al*, *Phys. Status Solidi A* **2024**, 2300988

AiN 上分極ドーピング組成傾斜 AlGa_xN 層の正孔濃度における Mg 添加の影響

Influences of Mg doping on hole concentration

in polarization-doped AlGa_xN graded layer on AiN

(M1) 竹久 哲平¹、高畑 勇汰¹、岡 龍乃介¹、武藤 響己¹、浜島 直紀¹、三浦 聖央¹、
石黒 永孝¹、岩谷 素顕¹、上山 智¹、竹内 哲也¹、齋藤 義樹²、奥野 浩司²
¹名城大・理工、²豊田合成株式会社

T. Takehisa¹, H. Takahata¹, R. Oka¹, H. Muto¹, N. Hamashima¹, S. Miura¹,
H. Ishiguro¹, M. Iwaya¹, S. Kamiyama¹, T. Takeuchi¹, Y. Saito², K. Okuno²
¹Fac. Sci & Tec, Meijo Univ., ²TOYODA GOSEI Co., Ltd.

Email: 243428028@ccalumni.meijo-u.ac.jp

深紫外 LED や深紫外レーザーには、分極ドーピングによる組成傾斜 AlGa_xN 層が採用されている。一方で、この分極ドーピング組成傾斜 AlGa_xN 層の正孔濃度を直接測定した報告例は少ない。さらに、Ga_{0.35}N 上では Mg 添加をしない組成傾斜 AlGa_xN 層での正孔濃度に関する報告例はあるものの [1]、AiN 上で Mg 添加をしない組成傾斜 AlGa_xN 層での正孔濃度に関する報告例は我々が知る限りない。今回、我々は AiN 上で AlGa_xN コンタクト層を有し、Mg を添加した組成傾斜 AlGa_xN 層で p 型を示した試料 [2] をベースに、Mg 添加しない試料を作製し、ホール効果測定を行い、比較した。

AiN テンプレート上に Mg 添加がある場合とない場合の 60 nm 組成傾斜 Al_xGa_{1-x}N (x:0.9→0.35) 層、10 nm Mg 添加 Al_{0.35}Ga_{0.65}N コンタクト層を積層した試料を用意した (Fig. 1)。ホール測定用試料として、上記コンタクト層での並列伝導を防止するため、このコンタクト層をエッチングした。その後、Ni/Au 電極を蒸着させた。Fig. 2 に、この試料の IV 特性を示す。いずれも測定範囲において良好なオーミック特性が得られた。Fig. 3 にキャリア濃度の温度依存性を示す。Mg 添加の有無にかかわらず、室温から 150 K まで p 型伝導が確認された。一方で、Mg 添加をしない場合の室温での正孔濃度は、5.1×10¹⁷cm⁻³であり、Mg 添加をした場合は 1.7×10¹⁸cm⁻³であった。この正孔濃度の差異と Mg 添加の関連性について、今後検討する。

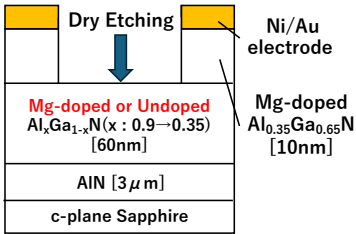


Fig. 1 Hall Sample structure

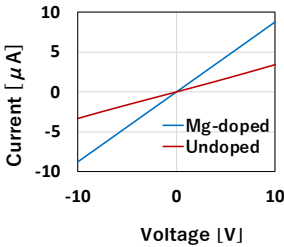


Fig. 2 I-V of Hall sample

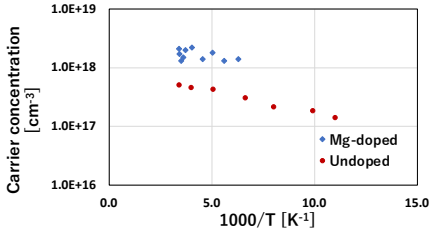


Fig. 3 Temperature dependence of carrier concentration

【参考文献】 [1] T. Kumabe et al., Appl. Phys. Lett.122, 252107 (2023) [2] H. Takahata et al., Phys. Status Solidi A, 2400054 (2024)

【謝辞】本研究の一部は環境省「革新的な省 CO₂ 型感染症対策技術等の実用化加速のための実証事業」および JSPS 科研費基盤 S (23H00276) の助成を受けた。また、ホール効果測定の温度依存性に関して、名古屋大学本田善央教授の御協力をいただいた。

半極性 AlN (10-13) 成長における m 面サファイア基板の傾斜効果

Effects of the vicinal m-Al₂O₃ (10-10) substrates on the semipolar AlN (10-13) growth

産総研 ○沈旭強、児島一聡

AIST ○X.Q. Shen and K. Kojima

E-mail: xq-shen@aist.go.jp

はじめに:窒化物半導体は次世代光デバイス・電子デバイス用材料として大きく期待されている。その中に AlN が紫外領域発光デバイス及びパワーデバイスの応用に非常に重要である。我々は環境に優しい高温成長可能なアンモニアフリー高温有機金属気相成長法(AFHT-MOCVD)を開発し[1]、この成長技術を用い従来困難である m 面サファイア(10-10)基板上に高品質な半極性(10-13)面 AlN エピ膜の成長に成功し、その評価を行った[2,3]。今回、この高品質な半極性面 AlN 薄膜成長に使われた m 面サファイア基板の傾斜効果を調べたので、その結果を報告する。

実験: 微傾斜 m 面サファイア基板上への半極性(10-13)AlN ヘテロエピタキシャル成長は AFHT-MOCVD 成長法を用い行われた。成長には次のような m 面サファイア基板を使用した: ジャスト基板(< 0.2°)、[0001]_{Sapphire} と [11-20]_{Sapphire} 方向に傾斜している微傾斜基板 (傾斜角度: 2.0°、3.0° と 6.0°)。結晶成長は同一成長条件で行われた[2]。

結果: 図 1 に SEM 観察によるジャスト基板(< 0.2°) 及び [11-20]_{Sapphire} 方向に傾斜している微傾斜基板 (傾斜角度: 2.0°) 上に成長された半極性(10-13)AlN エピ膜の表面モロロジーを示す。ジャスト基板(< 0.2°)上に成長された AlN 表面に多数の大きな三角形状穴が存在し(図 1(a))、平坦部分と穴部分が共存していることが分かった。それに対し、[11-20]_{Sapphire} 方向に傾斜している微傾斜基板上に成長された AlN 表面(図 1(b))が均一的に平坦である。XRD 評価の結果、ジャスト基板上に成長された AlN エピ膜にツインが混入していることに対し、微傾斜基板上に成長された AlN エピ膜がツインフリーであることが分かった。断面 STEM 観察により上記の結果が確認された。詳細について当日に発表する。

謝辞: 本研究の一部は JSPS 科研費 JP20H02643 の助成を受けたものである。

[1] X.Q. Shen et al. CrystEngComm 20 (2018) 7364.

[2] X.Q. Shen et al. APEX 13 (2020) 035502.

[3] X.Q. Shen et al. CrystEngComm 25 (2023) 5296.

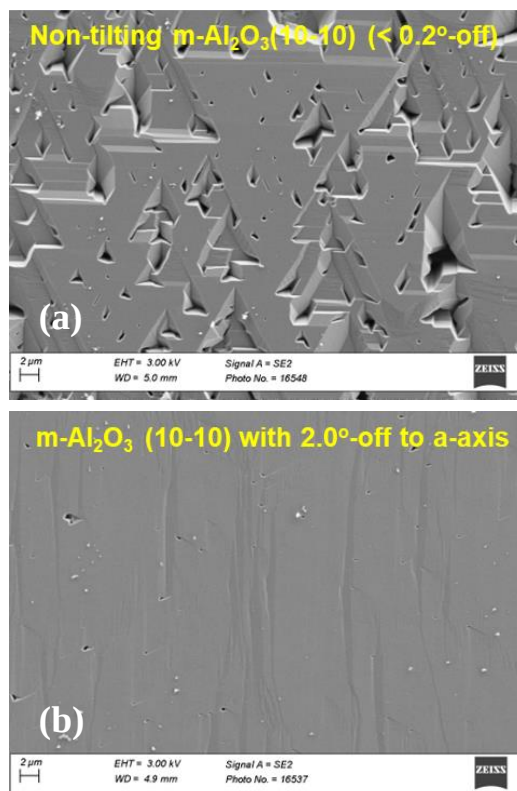


図 1 成長された半極性 (10-13) AlN エピ膜の表面 SEM 像: (a) ジャスト基板 (< 0.2°)、(b) [11-20]_{Sapphire} 方向に傾斜している 2.0°-off 微傾斜基板