

一般セッション(口頭講演)| 21 合同セッションK「ワイドギャップ酸化物半導体材料・デバイス」：21.1 合同セッションK「ワイドギャップ酸化物半導体材料・デバイス」

■ 2025年9月10日(水) 13:00 ~ 16:30 | 会場 N105 (共通講義棟北)

[10p-N105-1~13] 21.1 合同セッションK「ワイドギャップ酸化物半導体材料・デバイス」

佐々木 公平(ノベルクリスタルテクノロジー)、上田 修(明治大)

13:00 ~ 13:15

[10p-N105-1] 2.38 wt% TMAH 現像液エッチングによる(001)面 β -Ga₂O₃ のステップ & テラス表面形成

○大島 孝仁¹ (1.NIMS)

13:15 ~ 13:30

[10p-N105-2] O₂ 供給下における(001) β -Ga₂O₃ のHClガスエッチング

○大島 祐一¹、大島 孝仁¹ (1.NIMS)

13:30 ~ 13:45

[10p-N105-3] (001)面 β -Ga₂O₃ 基板上的 β -Ga₂O₃/エアギャップ構造作製

○大島 孝仁¹、大島 祐一¹ (1.NIMS)

13:45 ~ 14:00

[10p-N105-4] β -Ga₂O₃ RF MESFET 作製へのミストCVDの適用

○藤田 静雄¹、若松 岳¹、池田 光¹、安藤 裕二²、高橋 英匡²、牧迫 隆太郎²、上田 哲三³、須田 淳²、田中 勝久¹、菅谷 英生³ (1.京大、2.名大、3.パナソニック)

14:00 ~ 14:15

[10p-N105-5] 酸化ガリウムフォトリソニック結晶ナノビーム共振器構造の作製

○全 濟旭¹、Pholsen Natthajuks²、大槻 秀夫²、神野 莉衣奈¹、岩本 敏^{1,2} (1.東大先端研、2.東大生産研)

◆ 英語発表

14:15 ~ 14:30

[10p-N105-6] Fabrication of (100) Thin Film β -Ga₂O₃ on Insulator towards Optical Applications

○(P)Natthajuks Pholsen¹, Jewook Jeon², Hideo Otsuki¹, Takayoshi Oshima³, Riena Jinno², Satoshi Iwamoto^{1,2} (1.IIS, UTokyo, 2.RCAST, UTokyo, 3.NIMS)

14:30 ~ 14:45

[10p-N105-7] Structural Characterization of Filamentary Twins in (001) β -Ga₂O₃ Epitaxial Films

○(D)Hao Wen¹, Ce Tao², Zengyin Dong², Xiaoqing Huo², Kyoku Ihou¹ (1.Tsinghua Univ., 2.CETC 46th Inst.)

15:00 ~ 15:15

[10p-N105-8] 反射/透過配置放射光XRTを用いた β 型Ga₂O₃基板とエピ層の転位解析

○姚 永昭^{1,2}、勝部 大樹²、山口 博隆²、菅原 義弘²、石川 由加里²、佐々木 公平³、倉又 朗人³ (1.三重大学、2.ファインセラミックスセンター、3.ノベルクリスタルテクノロジー)

◆ 注目講演

15:15 ~ 15:30

[10p-N105-9] 放射光X線トポグラフィーによる実動作中の β -Ga₂O₃ パワーデバイスにおける転位のオペランド観測技術

○姚 永昭^{1,2}、勝部 大樹²、山口 博隆²、菅原 義弘²、石川 由加里²、脇本 大樹³、宮本 広信³、佐々木 公平³、倉又 朗人³ (1.三重大学、2.ファインセラミックスセンター、3.ノベルクリスタルテクノロジー)

15:30 ~ 15:45

[10p-N105-10] 電圧印加中の β -Ga₂O₃(001)ショットキーバリアダイオード内の転位挙動のオペランドX線トポグラフィ観察

○勝部 大樹¹、姚 永昭^{1,2}、脇本 大樹³、宮本 広信³、佐々木 公平³、倉又 朗人³、石川 由加里¹ (1.ファインセラミックスセンター、2.三重大、3.ノベルクリスタルテクノロジー)

15:45 ~ 16:00

[10p-N105-11] 位相差顕微鏡による β -Ga₂O₃(010)結晶中転位の非破壊検出

○石川 由加里¹、勝部 大樹¹、佐藤 功二¹、姚 永昭^{1,2}、佐々木 公平³ (1.JFCC、2.三重大、3.NCT)

16:00 ~ 16:15

[10p-N105-12] β -Ga₂O₃に導入された転位の構造解析へのLACBED法適用性検証

○菅原 義弘¹、姚 永昭^{2,1}、佐々木 公平³、石川 由加里¹ (1.JFCC、2.三重大、3.NCT)

16:15 ~ 16:30

[10p-N105-13] 点欠陥を含む β -Ga₂O₃の振動スペクトルの第一原理計算

○小川 貴史¹、勝部 大樹¹、石川 由加里¹ (1.JFCC)

2.38 wt%TMAH 現像液エッチングによる(001)面 β -Ga₂O₃ のステップ&テラス表面形成 Formation of step-and-terrace surface morphology on (001) β -Ga₂O₃ by developer etching

○大島 孝仁, ○Takayoshi Oshima

NIMS, NIMS

E-mail: OSHIMA.Takayoshi@nims.go.jp

【背景】大きな期待が寄せられている β -Ga₂O₃ 縦型パワーデバイスの研究開発は、現在、主に(001)面上で精力的に進められている。そのため、(001)面に対する表面処理技術も盛んに検討されている。特に、メタルフリー有機アルカリの tetramethyl ammonium hydroxide (TMAH) 水溶液を用いたウェットエッチング処理では、残渣もなく、ドライエッチ後の表面平坦化、ショットキーおよびPN 接合ダイオードの特性向上などの有用性が示されている [1,2]。しかしながら、多くの先行研究では、比較的高濃度の TMAH (10–25 wt%) が使用され、かつ室温を大きく上回る温度 (70–90 °C) でエッチングが行われている。そこで本研究では、より実施が容易なプロセスとして、標準的なリソグラフィ現像液 (2.38 wt% TMAH) を用い、室温でウェットエッチングを行い、その際の表面様態の変化について検討した結果を報告する。

【実験】ノベルクリスタルテクノロジー製の(001) β -Ga₂O₃ 基板に対し、25 °C に保った前述の現像液を用いてウェットエッチングを行った。Fig. 1 に、原子間力顕微鏡 (AFM) で観察した、表面様態のエッチング時間依存性を示す。エッチング前の最表面は、穴のあいたテラス 1–3 層から構成されていた。エッチングによりそれらのテラス層は、ステップが後退する層状エッチングにより除去され、さらに下層に存在していたテラス層が露出して、最終的に明瞭なステップ&テラス構造が形成された。また、*b* 軸に沿った形状が確認されたことから、面内では(100)面よりも(010)面の方がエッチングされやすいことが示唆される。このように、室温での現像液エッチングは、簡便であるが、原子レベルの表面平坦化に有用なプロセスであることが明らかとなった。

【謝辞】文科省 ARIM 事業 (JPMXP1225NM5079) を通じて、NIMS 微細加工ユニット設備を利用した。また、科研費 (JP24K01368) を使用した。

[1] Appl. Sur. Sci. 506, 144673 (2020). [2] J. Vac. Sci. Technol. A 43, 033210 (2025).

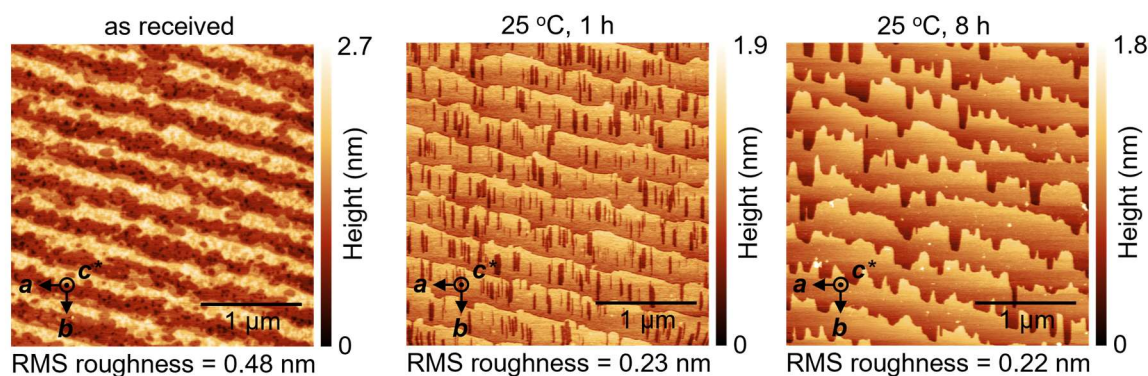


Fig. 1. AFM images of a (001) β -Ga₂O₃ substrate before and after 2.38 wt% TMAH etching at 25 °C.

O₂ 供給下における(001) β -Ga₂O₃ の HCl ガスエッチング

HCl gas etching of (001) β -Ga₂O₃ under oxygen supply

NIMS, °大島 祐一, 大島 孝仁

NIMS, °Yuichi Oshima and Takayoshi Oshima

E-mail: OSHIMA.Yuichi@nims.go.jp

【背景】 β -Ga₂O₃ はパワー半導体材料として有望であり、精力的な研究開発が進められている。近年、 β -Ga₂O₃ の SBD の高耐圧化や FinFET のノーマリーオフ動作のために、トレンチやフィンのような 3 次元構造を有するデバイスが開発されている。そのような 3 次元構造の作製には、エッチング技術が重要な役割を果たす。また、平坦面のエッチングも、基板表面のダメージや汚染の除去のために有用と考えられる。 β -Ga₂O₃ のエッチングには多くの場合 RIE が用いられるが、プラズマダメージがデバイス性能に悪影響を与えるという問題がある。そこで、我々はプラズマを用いない HCl ガスエッチング技術を開発してきた。本研究では、HCl ガスエッチングの制御性をさらに向上すべく、新たな制御パラメータとして O₂ 添加に着目し、O₂ 供給下でのエッチング挙動を調べたので報告する。

【実験と考察】エッチング実験には β -Ga₂O₃ (001)基板を用いた。HCl 供給分圧 $P^0(\text{HCl})$ は 63 Pa とした。O₂ 供給分圧 $P^0(\text{O}_2)$ は 0–2.50 kPa、基板温度は 645–1038 °C の範囲で変化させた。エッチング時間は 10 分である。Fig. 1 (a)に示すように、(001)面のエッチングレートは $P^0(\text{O}_2)$ の増加に対して穏やかに減少したが、表面粗さは少量の添加であっても大幅に低減できることがわかった。また、Fig. 1(b)に示すように、O₂ 供給下ではエッチングレートの温度依存性に O₂ 供給が無いときには見られなかったプラトーが現れた。表面粗さは、温度を概ね 850 °C 以下にすることで顕著に低減できることがわかった。当日は面内方向のエッチングについても報告の予定である。

【謝辞】本研究の成果の一部は、NEDO (国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構) の委託業務 (JPNP22007) の結果得られた。また、文科省 ARIM 事業 (JPMXP1224NM5454 および JPMXP1225NM5075) を通じて、NIMS 微細加工ユニットを利用した。

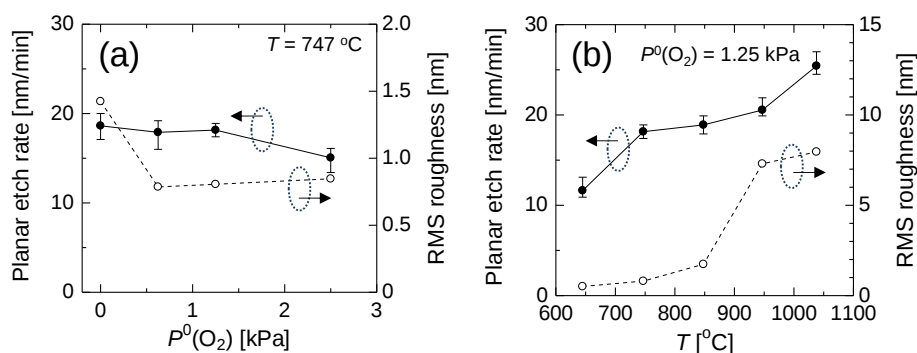


Fig. 1. Planar etching rate and surface roughness of (001) β -Ga₂O₃ as a function of

(a) partial pressure of O₂ supply and (b) substrate temperature

(001)面 β -Ga₂O₃ 基板上的 β -Ga₂O₃/エアギャップ構造作製Fabrication of β -Ga₂O₃/air-gap structures on (001) β -Ga₂O₃ substrates

○大島 孝仁, 大島 祐一, °Takayoshi Oshima and Yuichi Oshima

NIMS, NIMS

E-mail: OSHIMA.Takayoshi@nims.go.jp

【背景】 β -Ga₂O₃ は Si と同等の機械特性を有しており、MEMS 応用も期待されている[1]。しかし、これまでの MEMS 試作では、 β -Ga₂O₃ 小片を異種基板上に手作業で転写することで、カンチレバーやエアブリッジなどの機械振動子が作製されてきた。そのため、プロセスが煩雑であり、再現性に乏しいという課題があった。一方、我々は最近、HCl ガスを用いた結晶異方性エッチングを含む、簡便かつ再現性の高いプロセスにより、(100)基板上でのエアブリッジ形成に成功した[2]。しかし、(100)面は、ホモエピタキシャル成長時に双晶が発生しやすく、実際にはデバイス応用が困難な面方位である。そこで、本研究では、単相ホモエピタキシンが可能であり、大口径ウェハの入手も比較的容易な(001)面に着目し、同様のプロセスを適用することで、 β -Ga₂O₃/エアギャップ構造の作製に成功したので報告する。

【実験と結果】(001) β -Ga₂O₃ 基板に対して、Fig. 1.に示すプロセスを実施した。まず、一般的なドライエッチングによりメサ構造を形成し、その後 HCl ガスエッチングによりメサ構造下部を除去した。HCl ガスエッチングでは、横方向エッチングを促進するために、HCl 分圧を比較的大きな 250 Pa、プロセス温度を比較的小さな 650°C に設定した[3,4]。この条件では、(001)面鉛直方向に対する[010]面内方向の異方性エッチング速度比が約 7 倍であった。Fig. 2 には、作製したカンチレバーの SEM 像を示す。断面像からはエアギャップの存在が確認でき、カンチレバー構造が形成されていることがわかる。

【謝辞】文科省 ARIM 事業 (JPMXP1225NM5079) を通じて、NIMS 微細加工&電子顕微鏡ユニットを利用した。また、科研費 (JP24K01368) を使用した。

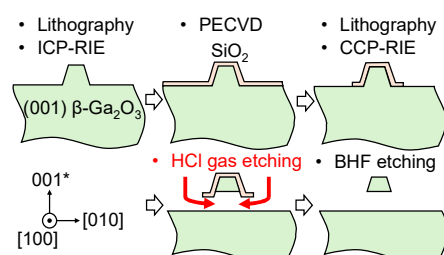
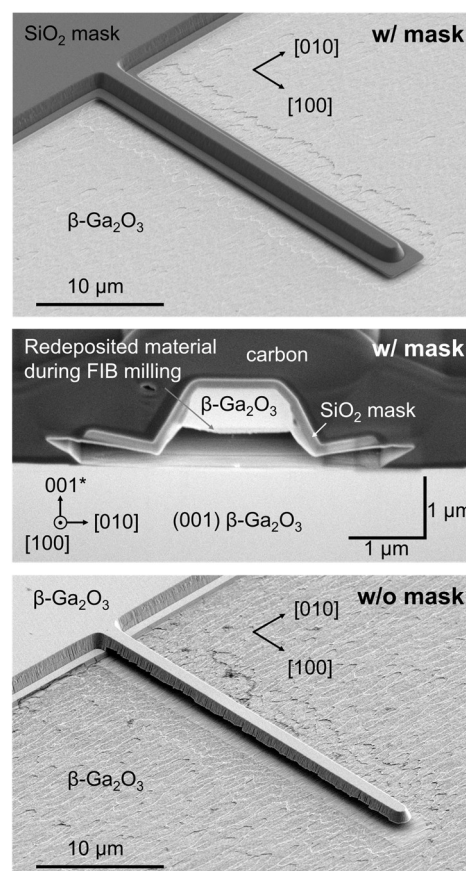
[1] X.-Q. Zheng et al., Appl. Phys. Lett. **120**, 040502 (2022).[2] T. Oshima et al., AIP Adv. **15**, 055207 (2025).[3] T. Oshima et al., Appl. Phys. Lett. **122**, 162102 (2023).[4] Y. Oshima et al., Jpn. J. Appl. Phys. **62**, 080901 (2023).Fig. 1. Process sequence of β -Ga₂O₃/air-gap structures.

Fig. 2. SEM images of the fabricated cantilever.

β -Ga₂O₃ RF MESFET 作製へのミスト CVD の適用

Application of mist CVD to fabricate β -Ga₂O₃ RF MESFETs

京大¹, 名大², パナソニック³ °藤田 静雄¹, 若松 岳¹, 池田 光¹, 安藤 裕二², 高橋 英匡²,
牧迫 隆太郎², 上田 哲三³, 須田 淳², 田中 勝久¹, 菅谷 英生³

Kyoto Univ.¹, Nagoya Univ.², Panasonic³, °S. Fujita¹, T. Wakamatsu¹, H. Ikeda¹, Y. Ando²,
H. Takahashi², R. Makisako², T. Ueda³, J. Suda², K. Tanaka¹, H. Sugaya³

E-mail: sugaya.hidetaka@jp.panasonic.com

ミスト CVD 法は、安全・省エネルギー・低コストの成膜技術である。今回、半絶縁性(010) β -Ga₂O₃ 基板の上に、ミスト CVD 法により n 型 β -Ga₂O₃ のホモエピタキシャル成長を行い、RF MESFET の作製を試みたので報告する。

n 型 β -Ga₂O₃ のキャリア密度 $n = 2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 、厚さ $d = 48 \text{ nm}$ とした。MESFET は名大 C-TEFs において試作した。デバイス構造を Fig. 1 に示す。ゲート長 $L_g = 0.45 \mu\text{m}$ 、ゲート幅 $W_g = 200 \mu\text{m}$ である。Fig. 2 にドレイン電流-電圧 ($I_{ds} - V_{ds}$) 特性を示す。耐圧は 20 V 以上であることを確認している。ゲート電圧 $V_{gs} = -4 \text{ V}$ においてほぼピンチオフし、これは n 型 β -Ga₂O₃ のキャリア密度と厚さから予想される値とよく一致した。電流利得遮断周波数 (f_T) と最大発振周波数 (f_{max}) は、 $f_T = 6.0 \text{ GHz}$ 、 $f_{max} = 14 \text{ GHz}$ を得た。これらの値は、MBE 成長により作製された MOSFET [1]と比較して遜色はない。なお、別サイズのデバイスにおいては、 $f_T = 8.4 \text{ GHz}$ 、 $f_{max} = 18.4 \text{ GHz}$ が得られた。さらに、入出力整合回路を付加した MESFET 増幅器を作製した。Fig. 3 に、 $V_{ds} = 10 \text{ V}$ 、 $V_{gs} = -0.8 \text{ V}$ 、 $I_{ds} = 8.5 \text{ mA}$ における S パラメータの周波数依存性を示す。2.42 GHz 付近で整合し、利得 6.7 dB が得られた。また、2.42 GHz で入出力特性を測定した結果、線形利得 6.5 dB、最大出力 12 dBm (16 mW)、最大付加効率 10%を得た。しかし、これら利得と出力はまだ小さく、これは Fig. 2 から推察されるように、デバイスのオン抵抗が高く、またドレイン電流が低いことが一因と思われる。今後、成長およびプロセスの最適化により、低コストの RF デバイスにつながることを期待される。

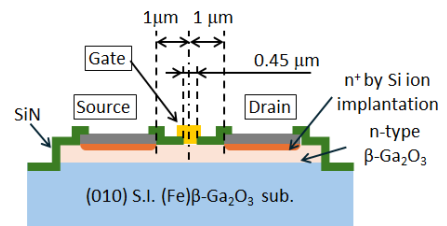


Fig. 1 MESFET device structure

[1] T. Kamimura *et al.*, Appl. Phys. Lett. **117**, 253501 (2020)

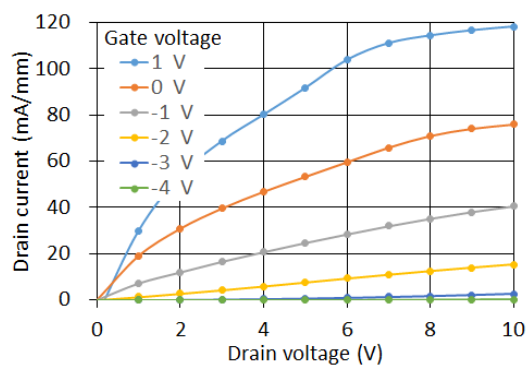


Fig. 2 $I_{ds} - V_{ds}$ characteristics of MESFET

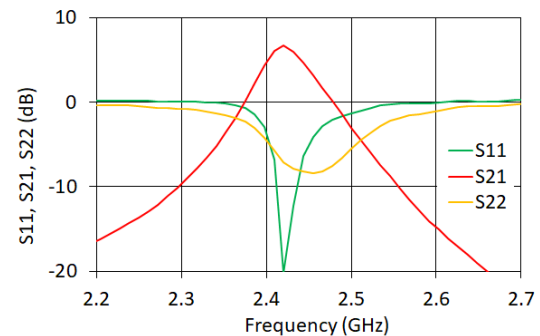


Fig. 3 Frequency dependence of S parameters of MESFET amplifier with matching circuits

酸化ガリウムフォトリック結晶ナノビーム共振器構造の作製

Fabrication of gallium oxide photonic crystal nanobeam cavity structure

東大先端研¹, 東大生産研²

○全濟旭¹、Pholsen Natthajuks²、大槻秀夫²、神野莉衣奈¹、岩本敏^{1,2}

RCAST U-Tokyo¹, IIS U-Tokyo² ○J. Jeon¹, N. Pholsen², H. Otsuki², R. Jinno¹, and S. Iwamoto^{1,2}

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

ワイドバンドギャップ半導体材料中の色中心は、色中心が形成する準位がホスト材料の伝導帯や価電子帯から十分に離れて存在するため、熱励起による量子状態の乱れが抑制されることから単一光子源への応用が期待されている[1]。β-Ga₂O₃は4.6-4.9 eVのバンドギャップエネルギーを持つワイドバンドギャップ半導体の一つであり、通信波長帯である1.316μmで発光する色中心が報告された[2]。この色中心の起源はFeなどの遷移金属だと考えられている。我々は、フォトリック結晶共振器によりこの色中心の発光を増強し、量子光源として応用することを目指している。これまでに、β-Ga₂O₃ PhC ナノビーム共振器の設計を報告した[3]。今回、その実現に向けた第一歩として、β-Ga₂O₃へのPhC構造の作製を行ったので報告する。

Fig. 1(a)に示す作製プロセスに従い、β-Ga₂O₃ PhC構造を作製した。まず、Feドープβ-Ga₂O₃バルク基板の上に電子線蒸着法によりCrハードマスクを形成し、その上に電子線レジストを塗布した。次いで、電子線リソグラフィによりレジストパターンを形成し、このパターンをマスクとしてCrをエッチングすることでCrマスクを得た。得られたCrマスクを用いて、β-Ga₂O₃をエッチングし、最後にCrエッチング液によりCrマスクを除去することで、Fig. 1(b)に示すようなβ-Ga₂O₃ PhC構造が得られた。

β-Ga₂O₃のエッチングはBCl₃/Ar=20/5 sccm、ICP電力400 W、バイアス電力200 W、プロセス圧力0.66 Paの条件下で行い、Crとβ-Ga₂O₃の選択比は約1/27であった。β-Ga₂O₃のエッチングレートにおいて大きな結晶方位依存性は見られず、作製された構造において円形ホールが良好に形成されていることがわかる。この作製された円形ホールの半径は設計値の約1.25倍であった。また、エッチング後の側壁には一定のラフネスが認められ、側壁角はおおよそ79°であった(Fig. 1(c))。これは我々のグループが報告したα-Ga₂O₃導波路[4]の側壁角77°と同程度の値である。今後は中空構造の形成および高Q値共振器の作製に向けたプロセス最適化を検討する予定である。

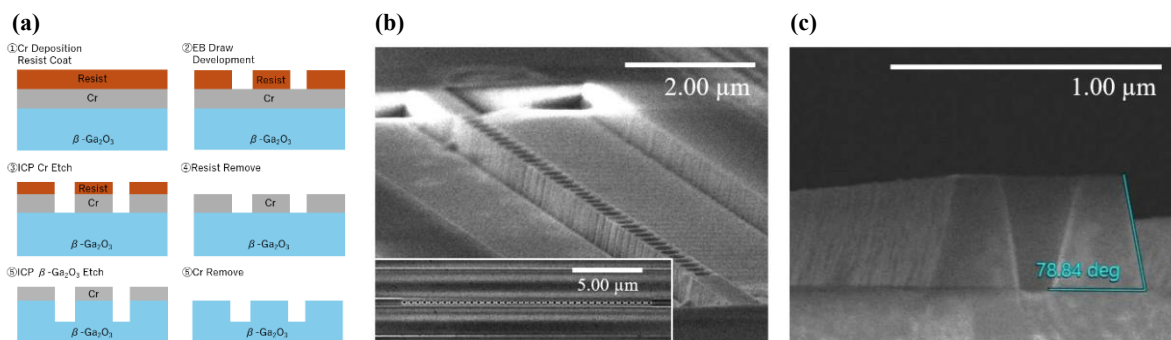


Fig. 1 (a) Process flow of the β-Ga₂O₃ photonic crystal nanobeam cavity structure. (b) Oblique view of the β-Ga₂O₃ photonic crystal nanobeam cavity structure. Inset: Top view of the β-Ga₂O₃ photonic crystal nanobeam cavity structure. (c) Cross-sectional view of the β-Ga₂O₃ photonic crystal nanobeam cavity structure.

謝辞：本研究は、科研費（22H00298、22H04962、25K17958）および上廣 UTokyo 先端研支援プログラムの助成を受けて実施されました。

参考文献：[1] J. R. Weber, *et al.*, Proc. Natl Acad. Sci. USA **107**, 8513–8518 (2010). [2] J. E. Stehr *et al.*, Appl. Phys. Lett. **124**, 042104 (2024). [3] 全濟旭他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 20p-A22-14 (2024). [4] 飯嶋航大他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 20p-A22-13 (2024).

Fabrication of (100) Thin Film β -Ga₂O₃ on Insulator towards Optical Applications

N. Pholsen¹, J. Jeon², H. Otsuki¹, T. Oshima³, R. Jinno², and S. Iwamoto^{1,2}

IIS¹, RCAST², The University of Tokyo

NIMS³

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

Gallium oxide (Ga₂O₃) is well known as a wide-bandgap semiconductor with strong potential for power electronic applications. In recent years, it has also attracted increasing interest in the field of optics, particularly for deep ultraviolet photodetectors and as a transparent conductive oxide¹. Beyond these, Ga₂O₃ holds promise for a range of photonic applications, including UV waveguiding, nonlinear optics, broadband luminescence, and quantum photonics with color centers². However, the realization of these applications, especially quantum photonics, depends on the availability of high-quality, single-crystalline Ga₂O₃ integrated on a low-index insulative layer to enable optical confinement and electrical isolation, similar to the silicon-on-insulator (SOI) platform widely used in silicon photonics. Despite progress in various deposition and epitaxial growth techniques, the fabrication of single-crystalline Ga₂O₃ on foreign substrates suitable for photonic applications remains a substantial challenge.

Here, we propose a method to fabricate (100) thin film β -Ga₂O₃ on a SiO₂ substrate for optical applications. β -Ga₂O₃ on a SiO₂ can be fabricated by bonding and peeling. (100) plane of β -Ga₂O₃ is a cleavage plane, and the crystal can be peeled along this plane. As illustrated in Fig. 1(a), we first bond cleaved β -Ga₂O₃ crystal with (100) surfaces on SiO₂ with benzocyclobutene (BCB), spin-coated on the surface of SiO₂. The bonding occurs under the pressure of around 1 MPa at 250°C in a vacuum chamber. The surfaces of the gallium oxide crystal are peeled when the glass substrates are separated. We could not control the thickness of the film yet, but the process can be repeated until several tens of microns of film remain. Figures 1(b) and 1(c) show optical and AFM images of the surface of a fortunate, thin sample after peeling. We will investigate thinning down with reactive ion etching (RIE) and report the details at the conference.

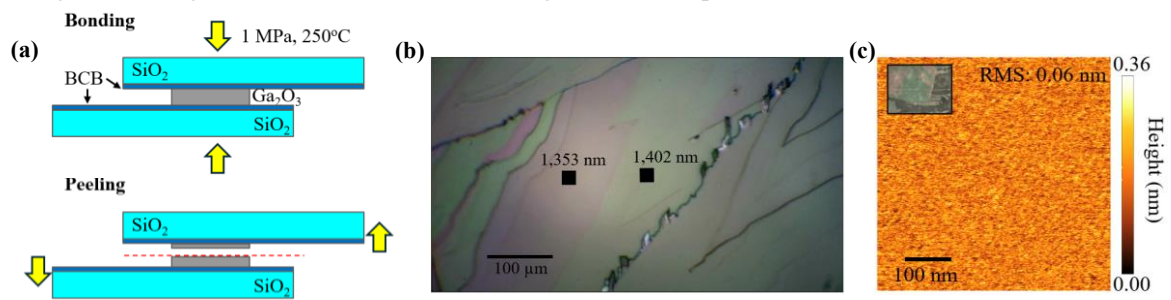


Figure 1 (a) Schematic of bonding and peeling processes for Ga₂O₃. (b) Optical image of a Ga₂O₃ sample after the peeling. The thicknesses were measured by spectroscopic reflectometry. (c) AFM image of the Ga₂O₃ sample after the peeling. The inset shows the area around the measurement spot.

Acknowledgement This work was supported by KAKENHI (22H00298, 22H04962, 25K17958) and 上廣 UTokyo 先端研 支援プログラム. The authors thank S. Gao, T. Taniguchi, and S. Ishida for fruitful discussions.

References [1] Jamwal, N. S. *et al. Nanomaterials* **12**, 2061 (2022). [2] Stehr, J. E. *et al. Applied Physics Letters* **124**, 42104 (2024).

Structural Characterization of Filamentary Twins in (001) β -Ga₂O₃ Epitaxial Films

Hao Wen¹, Ce Tao², Zengyin Dong², Xiaoqing Huo², Kyoku Ihou^{*1}

Tsinghua Univ.¹, CETC 46th Inst.²

E-mail: wenh24@mails.tsinghua.edu.cn

β -Gallium oxide (Ga₂O₃) is a highly promising ultra-wide band gap semiconductor gaining today much attention. In order to develop manufacture of a high-performance epitaxial structure, in-depth understanding of defect behaviors in epitaxial film is imperative. However, there are few published studies on the topic of nanoscale evolution of defects within the microsystem.

In this report, we combined the surface etching and TEM methods to uncover the microstructure of twin defects in β -Ga₂O₃ (001) epitaxial layers (Fig. 1). The twin defects show a length of approximately 2 μ m, a width of around 30 nm, and a thickness on the order of several tens of nanometers (Fig. 1 (a) and (b)). As shown in Fig. 1(c), the high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM) image presents the local crystal structure composed of two contacting parts mirroring each other. The angle is measured to be approximately 76° which is consistent with the β angle of β -Ga₂O₃ ($\beta \approx 180-76^\circ$). Based

on the reported twin rule, we indentified the twinning plane is the (100) plane and the morphology of twin structure is comparable to that reported by Ueda et al. (2016)¹. Before thinning the specimen, the twin defects extending deeper under the surface failed to be observed in the TEM due to the excessive thickness of the sample in that region. Hence, TEM investigation of the specimen by FIB thinning at the same site (Fig. 1(b)) showed that the previously visible twin defects near the surface disappeared, indicating that the defects extend only a short range along the [010] direction—on the order of several tens of nanometers. After thinning, the region lower than the original surface became accessible to TEM observation, revealing that the twin defects originated during the epitaxial growth and evolved from smaller initial twin domains, as shown in Fig. 1(d). Observation of the morphology evolution during the reduction of the specimen thickness, we speculate that the filamentary shape twin components share a common origin with (100) stacking faults.

In summary, we identified that the twin defects in β -Ga₂O₃ (001) epitaxial layers exhibits a filamentay morphology and we infer these defects are likely to stem from a common (100) stacking faults.

Refs: ¹Ueda, O. et al. (2016), *Japanese Journal of Applied Physics*, 55(12), p. 1202BD.

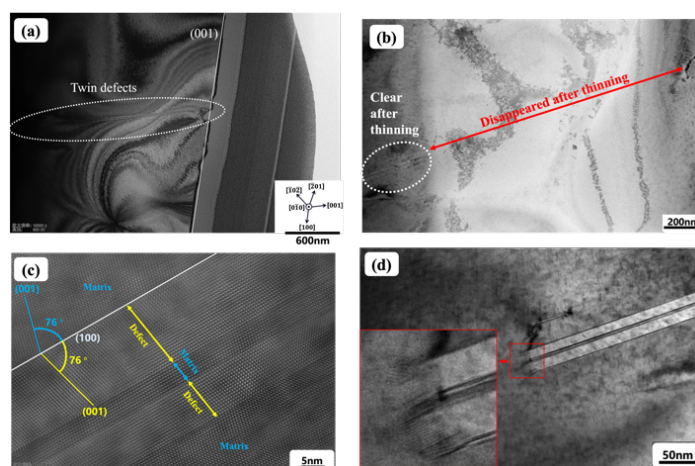


Fig. 1(a) Cross-sectional TEM image along the (010) plane before thinning; (b) TEM image at the same location after thinning; (c) HRTEM image of the filament-like twin nanoribbons.; (d) region showing the origin of the twin defects.

反射/透過配置放射光 XRT を用いた β 型 Ga_2O_3 基板とエピ層の転位解析

Dislocation Analysis of β - Ga_2O_3 Substrates and Epitaxial Layers Using Reflection and Transmission Synchrotron X-ray Topography

三重大¹, JFCC², ノベルクリスタルテクノロジー³ ○姚 永昭^{1,2}, 勝部 大樹², 山口 博隆², 菅原 義弘², 石川 由加里², 佐々木 公平³, 倉又 朗人³

Mie Univ.¹, JFCC², Novel Crystal Technology³, °Yongzhao Yao^{1,2}, Daiki Katsube²,
Hirotaka Yamaguchi², Yoshihiro Sugawara², Yukari Ishikawa², Kohei Sasaki³, Akito Kuramata³
E-mail: yao@icsdf.mie-u.ac.jp

結晶中の格子欠陥、特に転位は、 β 型 Ga_2O_3 のパワーデバイス性能に重大な影響を及ぼすことが知られている[1]。したがって、高性能デバイスの実現には、転位の種類および分布を正確に把握するとともに、それに基づく低転位化技術の開発が不可欠である。本研究では、非破壊、大面積かつリアルタイムでの観察が可能な手法として、放射光 X 線トポグラフィー (XRT) を用いた転位評価技術の開発に取り組んだ (図 1)。本発表では、反射配置および透過配置を用いた XRT 測定で得られた、バルク基板およびエピ層における転位の空間分布と種類の解析結果を報告する。

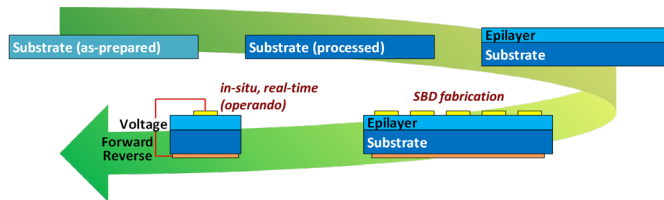


Fig. 1 Development of synchrotron XRT techniques for defect revelation in β - Ga_2O_3 crystals and power devices

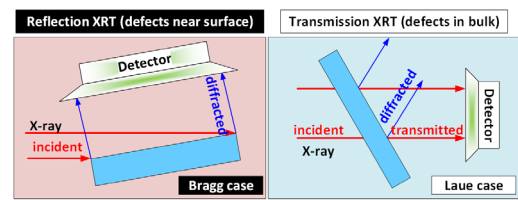


Fig. 2 Schematic diagram of the XRT optical setup for reflection and transmission configurations

基板とエピ層における同一位置での転位の相関解析 (生成、移動、消失など) を行うため、同一の EFG 法(001)面基板を用い、HVPE 法エピ成長の前後で反射および透過配置の XRT 測定を実施した。結晶の面方位、回折格子面のミラー指数、および入射角に応じて、X 線の波長を適切に選択する。反射配置には Berg-Barrett 法を、透過配置には動力学的 X 線回折現象である Borrmann 効果の Laue 法 (異常透過法) をそれぞれ適用する [2-4] (図 2)。観察対象の結晶から回折された X 線の二次元強度分布 (XRT 像) は、X 線フィルムまたはデジタル式二次元検出器を用いて記録する。

図 3 にエピ成長前後における同一位置付近の XRT 像を示す。エピ成長前には、基板内の [010] 方向に伸展する転位の端部付近から、複数の転位が集積した欠陥群が反射 XRT 像上にスポット状のコントラストとして確認され、これらは貫通転位を主成分とする転位のもつれであると推定される。エピ成長後には、[010] 方向の転位およびその転位もつれを起点とした転位の増殖が確認された。このように、XRT を用いた非破壊手法により、基板およびエピ層に特有の転位構造や伝搬挙動を明らかにすることができた。これにより、成長プロセスおよび基板品質が転位生成に与える影響についての知見が得られた。今後は、デバイス応用を見据えた転位制御技術への展開を予定している。

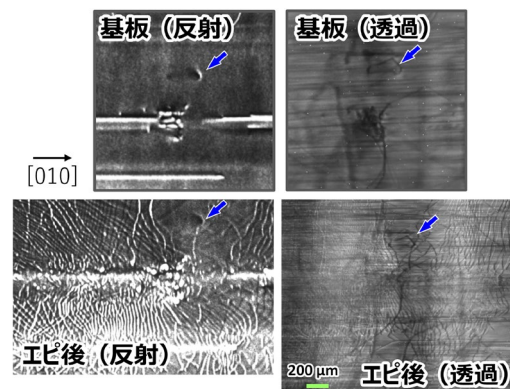


Fig. 3 R-XRT and T-XRT of substrate and sub/epi

【謝辞】 本研究は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度 (JPJ004596) の支援を受けたものである。

【参考文献】 [1] O. Ueda, et al, JJAP, 61 (2022) 050101.
[3] Y. Yao, et al., APL, 121 (2022) 012105.

[2] Y. Yao, et al, JAP, 127 (2020) 205110.
[4] Y. Yao, et al., APL Mater., 10 (2022) 051101.

放射光 X 線トポグラフィーによる実動作中の β -Ga₂O₃ パワーデバイスにおける転位のオペランド観測技術

Operando Observation Technique of Dislocations in β -Ga₂O₃ Power Devices under Actual Operating Conditions using Synchrotron X-ray Topography

三重大¹, JFCC², ノベルクリスタルテクノロジー³ ○姚 永昭^{1,2}, 勝部 大樹², 山口 博隆², 菅原 義弘², 石川 由加里², 脇本 大樹³, 宮本 広信³, 佐々木 公平³, 倉又 朗人³

Mie Univ.¹, JFCC², Novel Crystal Technology³, °Yongzhao Yao^{1,2}, Daiki Katsube², Hirotaka Yamaguchi², Yoshihiro Sugawara², Yukari Ishikawa², Daiki Wakimoto³, Hironobu Miyamoto³, Kohei Sasaki³, Akito Kuramata³

E-mail: yao@icsdf.mie-u.ac.jp

β -Ga₂O₃結晶中の転位はパワーデバイスの性能に悪影響を及ぼすことが知られている。しかし、実際に動作しているデバイス内で、転位が電圧・電流や温度上昇などの各種外場に対してどのように振る舞うのかは、いまだ明らかになっていない。本研究では、デバイス中の転位の安定性評価およびキラ転位の特定を目的とし、従来の静的な転位観察手法である放射光 X 線トポグラフィー (XRT) [1]に時間分解を導入することで、転位の動的挙動を観察可能とする新たな手法の確立に取り組んできた。本発表では、XRT 法を基盤としたオペランド観測技術の構築について紹介する。

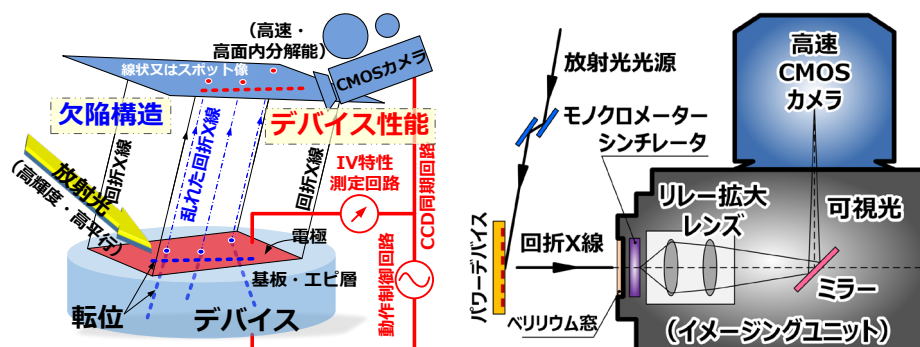


Fig. 1 Schematic illustration of dislocation operando observation using XRT and an overview of the imaging system

図 1 に、XRT 光学系と通電回路という 2 つの主要部分から構成されるオペランド観測システムの概要を示す。XRT 光学系は通常の反射配置を基にしており、通電のための配線やプローブなどが X 線の立体障害とならないよう、X 線の波長、入射・出射角度、回折ベクトルを適切に選定している。例えば、(001)面 SBD 素子[2]を観測する場合には、X 線の波長 λ を 1.1 Å、入射角および出射角をそれぞれ 21.2°および 61.3°、回折ベクトル g を 316 とする条件を用いる。XRT 像において線状コントラストとして検出される(001)面内転位を主な観察対象とする場合には、レンズ系を調整してイメージングシステムの実効空間分解能が 2.2 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ となるように構成する。一方、XRT 像ではスポットとして現れる貫通転位を観察する場合には、より高い空間分解能が必要となる。空間分解能と観察面積はトレードオフの関係にあるため、高分解能を選択した場合には視野が狭くなる。オペランド XRT 像 (静止画) を図 2 に示す。動的な転位観察の結果を会場で報告する。

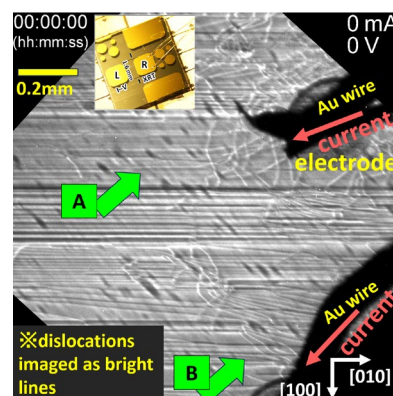


Fig.2 Operando XRT of β -Ga₂O₃ SBD

【謝辞】 本研究は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度 (JPJ004596) の支援を受けたものである。

【参考文献】 [1] Y. Yao, et al, JAP, 127 (2020) 205110. [2] Y. Yao, et al., Scr. Mater., 226 (2023) 115216.

電圧印加中の β -Ga₂O₃ (001) ショットキーバリアダイオード内の 転位挙動のオペランド X 線トポグラフィ観察

Operando X-ray topography observation of dislocation in β -Ga₂O₃(001)

Schottky barrier diode during applying voltage

ファインセラミックスセンター¹, 三重大², ノベルクリスタルテクノロジー³

○勝部 大樹¹, 姚 永昭^{1,2}, 脇本 大樹³, 宮本 広信³, 佐々木 公平³,

倉又 朗人³, 石川 由加里¹

JFCC¹, Mie Univ.², Novel Crystal Technology, Inc.³

○Daiki Katsube¹, Yongzhao Yao^{1,2}, Daiki Wakimoto³, Hironobu Miyamoto³, Kohei Sasaki³,

Akito Kuramata³, Yukari Ishikawa¹

E-mail: daiki_katsube@jfcc.or.jp

次世代パワー半導体酸化ガリウム(β -Ga₂O₃)において、デバイス中の転位がパワー半導体デバイスにどのような悪影響を及ぼすのが不明であり、デバイス動作中の転位挙動の理解が重要な課題となっている。本研究では、我々が独自に開発したオペランド X 線トポグラフィ(XRT)観察技術を用いて、 β -Ga₂O₃(001)ショットキーバリアダイオード(SBD)に電圧印加した状態での転位挙動のその場観察を行った。

単色化した X 線(11.27 keV、KEK-PF)を用いて、 β -Ga₂O₃(001)単結晶基板に作製した SBD の電圧印加オペランド XRT 観察を行った。SBD は表面電極と裏面電極で通電する縦型デバイス形状を取っており、オペランド XRT 観察は、SBD 表面電極側から反射配置で観察した。回折条件には、面内のほとんどの転位を観察可能な $g=316$ の回折条件を用いた。

Figure に SBD の XRT 画像を示す。SBD の電極は、デバイス内に存在する転位の反射 XRT 観察を可能にするために、通常の SBD より薄い 100 nm 厚さの電極(黄色の線で囲んだ領域)で作製しており、電圧印加部分(青丸で示す電圧印加用パッド電極)は通常の SBD と同様の厚さの電極を堆積している。この表面電極には、画像中で黒い影のような線で写っている配線を通して、青丸部分の電圧印加用パッドに電圧が印加される構成となっている。画像中に見える白色や黒色の線は SBD 内に存在する転位である。この SBD に電圧を印加しながら、転位観察を行ったところ、電圧印加下で転位が動く様子が観察された。会場では、動く転位において、デバイス内でどのような依存性を持っていたかについて報告する。

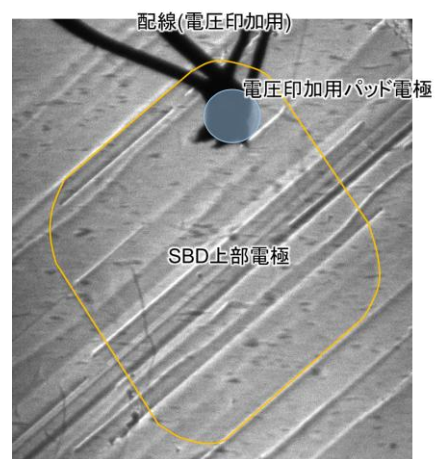


Figure: The XRT image of β -Ga₂O₃(001) Schottky barrier diode.

謝辞 本研究は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度 (JPJ004596) の支援を受けたものである。放射光 XRT 実験は、KEK 放射光共同利用実験課題 G 型にて実施したものである。

位相差顕微鏡による β -Ga₂O₃(010) 結晶中転位の非破壊検出

Non-destructive detection of dislocations in β -Ga₂O₃(010) via phase-contrast microscopy

ファインセラミックスセンター¹, 三重大^{1, 2}, ノベルクリスタルテクノロジー³

○石川 由加里¹, 勝部 大樹¹, 佐藤 功二¹, 姚 永昭^{1,2}, 佐々木 公平³

JFCC¹, Mie Univ.², Novel Crystal Technology, Inc.³

Yukari Ishikawa¹, Daiki Katsube¹, Koji Sato¹, Yongzhao Yao^{1,2}, Kohei Sasaki³

E-mail: yukari@jfcc.or.jp

β -Ga₂O₃(010)結晶中の転位が位相差顕微鏡で検出可能なことを放射光反射X線トポグラフィ(XRT)の輝点との一対一対応で証明した。また、フォーカス深さを変えて観察することにより転位の3次元分布が取得可能なこともわかった。

【背景】 β -Ga₂O₃ 結晶中の転位や積層欠陥を非破壊で検出する唯一の方法は XRT に限られた。XRT 像は回折を利用して測定するため取得した像は変形を伴う。また、結晶内にドメインバウンダリー等があると XRT 像は意図しない変形を生じるため、検出した欠陥の正確な位置を知ることができない等の課題があった。近年、SiC 中の転位が変形の生じない位相差顕微鏡で非破壊検出できるとの報告[1]があるため β -Ga₂O₃ 中の転位検出の可否を検証した。

【実験方法】 EFG で成長した β -Ga₂O₃(010)結晶 (転位密度 $8 \times 10^4 \text{cm}^{-2}$) の 10 x 15mmチップを測定に用いた。反射 XRT 像 ($g=-623$) を放射光施設 (KEK-PF) で取得した。本結晶を位相差顕微鏡 (Crystalline Tester[®] CP1, セラミックフォーラム株式会社) で観察した。深さ方向測定は対物レンズとコンデンサレンズを同期させて下方向へシフトし画像取得した。

【結果】

- ・検出精度 フォーカスを表面近傍に合わせて取得した位相差顕微鏡像と同一領域の XRT 像を比較した。XRT 像のスポット (貫通転位) のうち、約 95%について対応するコントラストが位相差顕微鏡で検出された。

- ・分解能 XRT のスポットのうち少しコントラストが強いもしくはコントラストサイズが大きなものの位置には位相差顕微鏡では 2~4 個の複数コントラストが検出され XRT より転位判別の分解能が高いことが分かった。

- ・深さ情報 転位の 3 次元分布を取得した。転位は概ね[010]方向に進展するものの傾斜やカーブしているものも多い。

位相差顕微鏡は大気中、室温で測定可能かつ広範囲の情報を一度に取り込めるため高速検査が可能であり、全数検査装置としてのポテンシャルを有する。

【謝辞】 この成果は、NEDO (国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構) の委託業務 (JPNP22007) の結果得られたものである。放射光 XRT 実験は、KEK 放射光共同利用実験課題 G 型にて実施したものである。

[1] R. Hattori *et al*, *APEX* **11** 075501(2018).

β -Ga₂O₃に導入された転位の構造解析への LACBED 法適用性検証

Evaluation of the applicability of the LACBED method to structural analysis of dislocations introduced in β -Ga₂O₃

ファインセラミックスセンター¹, 三重大学², ノベルクリスタルテクノロジー³

菅原 義弘¹, 姚 永昭^{1,2}, 佐々木 公平³, 石川 由加里¹

Japan Fine Ceramics Center¹, Mie University², Novel Crystal Technology³

Yoshihiro Sugawara¹, Yongzhao Yao^{1,2}, Kohei Sasaki³, Yukari Ishikawa¹

E-mail: sugawara@jfcc.or.jp

【背景と目的】 β -Ga₂O₃は、優れた物性 (広いバンドギャップ、高い絶縁破壊強度) を有し、融液成長法による大口径単結晶基板の育成が可能であるため、次々世代のパワー半導体材料として有望視されている。しかし、ウェハ製造プロセスにおいて、結晶内には種々の結晶欠陥 (転位、積層欠陥など) が形成される。非直交座標での取り扱いが必要となる単斜晶構造の β -Ga₂O₃ においても、デバイス特性と密接な関係にある転位や積層欠陥の正確なバーガースベクトルの決定は必須である。しかし、一般に用いられるウィークビーム暗視野 (WBDF: TEM 技法の一つ) 法や X 線トポグラフィは、 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ ($\mathbf{g}$: 逆格子ベクトル, $\mathbf{b}$: バーガースベクトル) という関係式を用いるイメージング法であるため、バーガースベクトルの方向と大きさを決定することは原理的に難しい。そこで本研究では、 $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n$ (n : 回折線の節の数) という関係式を用いてバーガースベクトルの方向と大きさを一意に決定できる大角度収束電子線回折 (LACBED: TEM 技法の一つ) 法を用いて、 β -Ga₂O₃ の転位構造解析への適用性の検証を目的とした。検証には、ナノインデンテーション試験により β -Ga₂O₃ 結晶内に導入された転位をモデル転位として用いた。また、WBDF 像と LACBED 解析結果との対応についても併せて検証を行った。

【実験方法】ナノインデンテーション試験は、 β -Ga₂O₃ (-201) ウェハを用いて、バーコビッチ (三角錐) 圧子により荷重条件 10~500 mN の範囲において実施した。観察試料は、圧痕中心を含み [102] 方向に対する鉛直面で集束イオンビーム (FIB) による断面抽出を行った。LACBED パターンは、[102] 晶帯軸入射周辺で計測を行い、WBDF 像は、 $\mathbf{g} = -201$ および $\mathbf{g} = 020$ の 2 条件で観察を行った。

【結果と考察】転位のバーガースベクトル $\mathbf{b}_{uvw}$ の決定には、前述の $\mathbf{g}_{hkl} \cdot \mathbf{b}_{uvw} = n$ という関係式を用いた。ここで、 $\mathbf{g}_{hkl}$ 、 $\mathbf{b}_{uvw}$ は hkl および uvw という空間座標を示す 3 つの指数により構成される。 $\mathbf{b}_{uvw}$ を決定するためには、一次独立な $\mathbf{g}_{hkl} \cdot \mathbf{b}_{uvw} = n$ の関係式を 3 つ用意する必要がある。ここでは、実測の LACBED パターンより、 $\mathbf{g}_1 = 0-40$ 、 $\mathbf{g}_2 = -2-21$ 、 $\mathbf{g}_3 = 82-4$ および $n_1 = 4$ 、 $n_2 = 2$ 、 $n_3 = -2$ を用いて 3 つの関係式を用意し、連立 3 元 1 次方程式を解くことにより転位のバーガースベクトル $\mathbf{b} = [0-10]$ を曖昧さなく決定した。また、WBDF 像の転位コントラストについても、 $\mathbf{g} = 020$ で明瞭に観察され、 $\mathbf{g} = -201$ でほぼ消失する (両者は互いに直交関係) ことから、LACBED 解析結果と符合する。これらより、LACBED 法が β -Ga₂O₃ の未知の転位の構造解明に有用であることが実証された。

謝辞 この成果は、NEDO (国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構) の委託業務 (JPNP22007) の結果得られたものである。

点欠陥を含む β -Ga₂O₃の振動スペクトルの第一原理計算

First-principles calculations of vibrational spectra of β -Ga₂O₃ containing a point defect

JFCC¹ [○]小川 貴史¹、勝部 大樹¹、石川 由加里¹

Japan Fine Ceramics Center¹, [○]Takafumi Ogawa¹, Daiki Katsube¹, Yukari Ishikawa¹

E-mail: t_ogawa@jfcc.or.jp

β -Ga₂O₃において、キャリア濃度の制御技術を高度化するためには、作製プロセスや熱処理により、安定な点欠陥種とその電子状態がどのように変化するかを把握する必要がある。赤外分光やラマン分光等の振動スペクトルを利用した測定方法は、濃度の高い点欠陥の分析に利用できる可能性があるが、その有用性は明らかではない。本研究では、真性点欠陥や不純物を含む β -Ga₂O₃結晶セルを用いて、赤外・ラマン分光理論スペクトルを第一原理計算により取得し、点欠陥の存在が振動スペクトルに与える影響を理論的に検討することを目的とした。

第一原理計算により Γ 点の振動モードを求めるため Phonopy ツールを用い[1]、赤外・ラマン分光スペクトルの計算には Phonopy-Spectroscopy ツールを用いた[2]。汎関数には PBEsol を用いた。点欠陥を含むセルの計算には、 $1\times 4\times 3$ セルサイズ (160 原子) を用いた (図 1)。真性点欠陥として O 空孔 (V_{O}^{2+})、Ga 空孔 (V_{Ga}^{3-})、格子間 Ga ($\text{Ga}_{\text{int}}^{3+}$)、不純物元素として Sn 等を対象とした。

図 2 に得られた理論振動スペクトルの例を示す。Ga サイトの置換型 Sn 欠陥では、全体的な形状については、バルクの場合からの変化が小さいが、ピークシフトが見られる。これはセルサイズが小さいことにより点欠陥周囲の格子が受けた歪みを反映しているものと考えられる。一方、格子間 Sn 欠陥の場合には、形状変化が大きく、幾つかバルクには見られないピークが現れている。

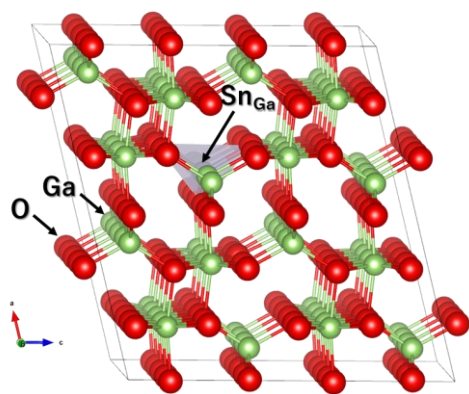


図 1 β -Ga₂O₃ 計算セル (四面体 Ga サイトの置換型 Sn 欠陥を含む場合)。

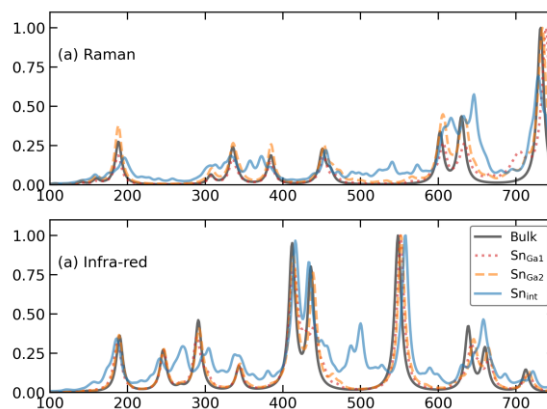


図 2 β -Ga₂O₃ の(a)ラマン・(b)赤外計算スペクトル (置換型 Sn 欠陥の例)。

【参考文献】 [1] A. Togo et al., J. Phys.: Condens. Matter 35, 353001 (2023). [2] J. M. Skelton et al., Phys. Chem. Chem. Phys. 19, 12452 (2017).

【謝辞】 この成果は、NEDO (国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構) の委託業務 (JPNP22007) の結果得られたものです。