

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9日(火) 13:15 ~ 19:00 | 会場 N105 (共通講義棟北)

[9p-N105-1~21] 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」

杉山 睦(東理大)、大島 祐一(物材機構)

◆ 奨励賞エントリー

13:15 ~ 13:30

[9p-N105-1] 減圧ホットウォールMOVPE成長したSiドーパβ-Ga₂O₃ホモエピタキシャル層の結晶性・電気的特性のSi濃度依存性

○伊庭 義騎¹、吉永 純也^{1,2}、窪田 翔海¹、寺内 悠真¹、尾沼 猛儀³、東脇 正高^{4,5}、伴 雄三郎⁶、熊谷 義直¹ (1.東京農工大院工、2.大陽日酸株式会社、3.工学院大学、4.大阪公立大院工、5.情通機構、6.大陽日酸ATI株式会社)

◆ 奨励賞エントリー

13:30 ~ 13:45

[9p-N105-2] 減圧ホットウォールMOVPE成長したGa₂O₃薄膜のフォトキャパシタンス測定

○(M2)森原 淳¹、垣尾 宗¹、吉永 純也^{2,3}、上村 崇史⁴、熊谷 義直²、東脇 正高^{1,4} (1.大阪公立大院工、2.東京農工大院工、3.大陽日酸、4.情通機構)

◆ 奨励賞エントリー

13:45 ~ 14:00

[9p-N105-3] MBE成長した窒素ドーパGa₂O₃薄膜中の窒素原子の熱拡散

○(M2)稲嵩 仁¹、上原 知起¹、辻本 晃基¹、寺村 祐輔¹、本田 智子¹、東脇 正高^{1,2} (1.大阪公立大院工、2.情通機構)

◆ 奨励賞エントリー

14:00 ~ 14:15

[9p-N105-4] 反応性イオンエッチングにより窒素ドーパしたn-Ga₂O₃ (010) 基板の構造および電気的特性評価

○(M2)峰山 滉正¹、東脇 正高^{1,2} (1.大阪公立大院工、2.情通機構)

◆ 奨励賞エントリー

14:15 ~ 14:30

[9p-N105-5] β-Ga₂O₃基板表面のGaClエッチングとHVPEホモエピタキシャル成長への影響

○(M2)角田 チュクダール 健太郎¹、木川 孝俊¹、大槻 匠²、上村 崇史²、東脇 正高^{2,3}、熊谷 義直¹ (1.東京農工大院工、2.情通機構、3.大阪公立大院工)

◆ 奨励賞エントリー

14:30 ~ 14:45

[9p-N105-6] Ga₂O₃薄膜のrf窒素プラズマ支援ALD成長とその電気特性評価

○阿多 翔大¹、古川 勝裕¹、相馬 永¹、吉村 武¹、藤村 紀文¹ (1.阪公立大工)

◆ 奨励賞エントリー

14:45 ~ 15:00

[9p-N105-7] Hf系強誘電体/WBG半導体β-Ga₂O₃界面電子構造の解析

○古川 勝裕¹、阿多 翔大¹、吉村 武¹、藤村 紀文¹ (1.阪公大工)

◆ 奨励賞エントリー

15:15 ~ 15:30

[9p-N105-8] ダイヤモンド基板上に成膜したエピタキシャル成長 β -Ga₂O₃のS/TEMによる構造解析

○(M2)御園 樹¹、根北 翔¹、高 紅葉²、池上 悠登¹、Sreenath M. V.¹、王 毅心¹、片宗 優貴³、A. Zkria¹、吉武 剛¹ (1.九大総理工、2.九大超顕微、3.九工大工)

◆奨励賞エントリー

15:30 ~ 15:45

[9p-N105-9] Siドーピングが単結晶ダイヤモンド(111)基板上に成膜した β -Ga₂O₃膜の結晶性に与える影響

○池上 悠登¹、Sreenath M. V.¹、王 毅心¹、御園 樹¹、片宗 優貴²、檜木野 宏¹、大曲 新矢³、蔭浦 泰資³、A. Zkria¹、吉武 剛¹ (1.九大総理工、2.九工大工、3.産総研)

◆奨励賞エントリー

15:45 ~ 16:00

[9p-N105-10] 高圧を活用したルチル型GeO₂薄膜のガラス基板上への作製

○柴田 敬司¹、川村 史朗²、宮川 仁²、遊佐 齊²、山田 直臣¹ (1.中部大院工、2.物質・材料研究機構)

◆奨励賞エントリー

16:00 ~ 16:15

[9p-N105-11] パルスレーザー堆積法によるルチル型GeO₂の安定条件と成長メカニズム

○鈴木 朝也¹、坂番 要¹、井手 啓介^{1,2}、片瀬 貴義^{1,2}、平松 秀典^{1,2}、細野 秀雄¹、神谷 利夫^{1,2} (1.科学大元素、2.科学大フロ研)

◆奨励賞エントリー

16:15 ~ 16:30

[9p-N105-12] ミストCVD法を用いた ε -GaFeO₃基板上に成膜する κ -Ga₂O₃薄膜の結晶成長メカニズム

○(M2)杉元 実鈴¹、加納 大成¹、上田 修²、西中 浩之¹ (1.京工繊大、2.明治大学)

◆奨励賞エントリー

16:30 ~ 16:45

[9p-N105-13] ミストCVDを用いたFドーブによる β -Ga₂O₃の導電性制御

○清家 一朗¹、三宅 裕樹^{1,2}、西中 浩之¹ (1.京工繊大、2.ミライズ)

◆奨励賞エントリー

16:45 ~ 17:00

[9p-N105-14] PLD法によるNbドーブ(Ga_xIn_{1-x})₂O₃固溶体の結晶成長及び構造評価

○(M1)渡邊 允晴^{1,2}、小椋 厚志^{1,3}、知京 豊裕²、長田 貴弘^{2,1} (1.明大理工、2.物材機構、3.明大MREL)

◆奨励賞エントリー

17:15 ~ 17:30

[9p-N105-15] サファイア基板上rs-MgO薄膜の高温成長

○木村 航介¹、川端 重温¹、嶋 紘平²、松尾 浩一³、内田 浩二³、大野 篤史³、高橋 勲⁴、荒木 努¹、秩父 重英²、金子 健太郎^{4,5} (1.立命館大理工、2.東北大多元研、3.岩崎電気(株)、4.立命館大総研、5.立命館大半導体応用研)

◆奨励賞エントリー

17:30 ~ 17:45

[9p-N105-16] ミストCVD法による選択成長を用いた α -Ga₂O₃光導波路の検討

○(M1)豊島 慶大¹、神野 莉衣奈¹、Pholsen Natthajuks²、岩本 敏^{1,2} (1.東大先端研、2.東大生研)

◆奨励賞エントリー

17:45～18:00

[9p-N105-17] 傾斜バッファ層/TiO₂基板上のルチル構造酸化ゲルマニウムエピタキシャル成長層を用いた縦型Schottky障壁ダイオード

○鐘ヶ江 一孝¹、島添 和樹²、清家 一朗¹、西中 浩之¹ (1.京都工繊大、2.名工大)

◆奨励賞エントリー

18:00～18:15

[9p-N105-18] キャリア寿命測定を用いたβ酸化ガリウムのキャリア捕獲準位の評価

○石原 拓真¹、島添 和樹¹、佐々木 公平²、加藤 正史¹ (1.名工大、2.(株)ノベルクリスタルテクノロジー)

◆奨励賞エントリー

18:15～18:30

[9p-N105-19] 積層欠陥・マイクロクラック・転位網組み合わせの(001)面方位HVPEβ型酸化ガリウムショットキーバリアダイオードキラー欠陥

○(M1)佐藤 誠¹、江口 正徳²、サハ ニロイチャンドラ¹、ラオ バダリ³、林家弘³、佐々木 公平³、嘉数 誠¹ (1.佐賀大院理工、2.佐賀大シンクロトロン、3.(株)ノベルクリスタル)

◆奨励賞エントリー

18:30～18:45

[9p-N105-20] 燃料電池セパレータ用の水溶液出発NbドーブTiO₂薄膜

○(M2)中村 彩夏¹、内藤 蓮人¹、有賀 恵美¹、簾 智仁²、中山 亮²、清水 亮太³、金子 健太郎⁴、一杉 太郎²、山田 直臣¹ (1.中部大院工、2.東大院理、3.分子科学研究所、4.立命館大総研)

◆奨励賞エントリー

18:45～19:00

[9p-N105-21] ミストCVD法によるアモルファスTiO_xへのLiイオン注入・拡散とLIB特性

○(M1)小林 史弥¹、白井 肇^{2,3}、栗原 英紀⁴、山本 孔明⁵、何 海燕⁵、曾根 宏隆⁴、佐藤 知正²、大野 俊典⁵ (1.神奈川大工、2.神奈川大工研、3.埼玉大理工、4.埼玉県産業技術総合センター、5.(株)天谷製作所)

減圧ホットウォール MOVPE 成長した Si ドープ β -Ga₂O₃ ホモエピタキシャル層の結晶性・電気的特性の Si 濃度依存性

Si concentration dependence of crystallinity and electrical properties of Si-doped β -Ga₂O₃ homoepitaxial layers grown by low-pressure hot-wall MOVPE

東京農工大院工¹, 大陽日酸株式会社², 工学院大学³, 大阪公立大院工⁴, 情通機構⁵,
大陽日酸 ATI 株式会社⁶ ○(M1)伊庭 義騎¹, (D)吉永 純也^{1,2}, (M2)窪田 翔海¹,
(M2)寺内 悠真¹, 尾沼 猛儀³, 東脇 正高^{4,5}, 伴 雄三郎⁶, 熊谷 義直¹

Tokyo Univ. of Agric. and Tech.¹, TAIYO NIPPON SANSO CORPORATION², Kogakuin Univ.³,
Osaka Metropolitan Univ.⁴, NICT⁵, TAIYO NIPPON SANSO ATI CORPORATION⁶

○Yoshiki Iba¹, Junya Yoshinaga^{1,2}, Kakeru Kubota¹, Yuma Terauchi¹, Takeyoshi Onuma³,
Masataka Higashiwaki^{4,5}, Yuzaburo Ban⁶, and Yoshinao Kumagai¹

E-mail: s258015v@st.go.tuat.ac.jp

次世代パワーデバイス材料として β -Ga₂O₃ が注目されている。デバイス実用化には n 型ドリフト層のキャリア密度制御が必須で、最近我々は減圧ホットウォール有機金属気相成長(MOVPE)法を用い、Si が $2.1 \times 10^{15} \sim 1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ドープされた n 型 β -Ga₂O₃ ホモエピタキシャル層の高速成長を報告した¹⁾。今回、成長層の結晶性及び電気的特性の Si 濃度依存性を検討したので報告する。

減圧ホットウォール MOVPE 炉（大陽日酸 FR2000-OX）を用い、半絶縁性 β -Ga₂O₃(010)基板上にトリメチルガリウムと酸素を原料ガスとして 1.0 μm 厚のアンドープ β -Ga₂O₃ 層を 1000°C で成長した。次に、同温度でテトラメチルシラン(TMSi)を同時供給し、Si 濃度([Si]) $1.8 \times 10^{16} \sim 1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ の Si ドープ層を 4.7 $\mu\text{m}/\text{h}$ で 5.0 μm 成長した 4 試料を準備した。

Si 濃度 $1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ の試料では表面モロロジーの劣化が見られたが、X 線回折{111}極点図測定から全試料が双晶フリーであることが確認された。Fig. 1 は van der Pauw 法によるホール効果測定で得られたキャリア密度の温度依存性である。室温では[Si]にほぼ等しいキャリア密度が得られた。さらに、[Si]が $1.8 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ 以下の 2 試料では低温でキャリアの凍結が見られたが、[Si]が $1.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上の 2 試料では測定温度に依らずキャリア密度がほぼ一定で金属的な振る舞いが見られた。

本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト (JPMI00316) 次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業（第一期、第二期）（環境省連携事業）の委託を受け実施したものである。

1) J. Yoshinaga *et. al.*, Appl. Phys. Express **18**, 055503 (2025).

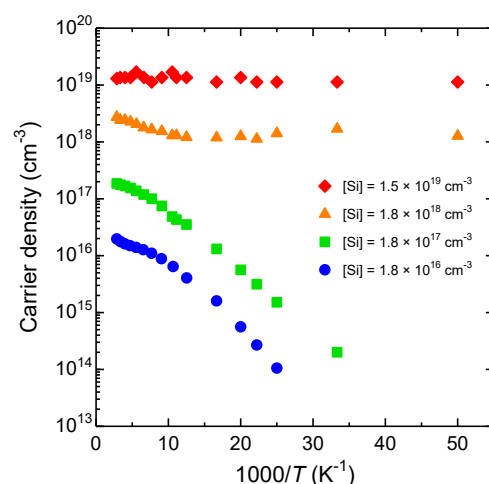


Fig. 1. Temperature-dependent carrier density for β -Ga₂O₃ layers with different Si concentrations ([Si]).

減圧ホットウォール MOVPE 成長した Ga_2O_3 薄膜のフォトキャパシタンス測定 Photocapacitance Measurement of Ga_2O_3 Thin Films Grown by Low-Pressure Hot-Wall MOVPE

大阪公立大院工¹, 東京農工大大院工², 大陽日酸³, 情通機構⁴ °(M2)森原 淳¹, (B)垣尾 宗¹,
吉永 純也^{2,3}, 上村 崇史⁴, 熊谷 義直², 東脇 正高^{1,4}

Osaka Metropolitan Univ.¹, Tokyo Univ. of Agric. and Tech.²,
TAIYO NIPPON SANSO CORPORATION³, NICT⁴

°Jun J. Morihara¹, Tsukasa Kakio¹, Junya Yoshinaga^{2,3}, Takafumi Kamimura⁴,
Yoshinao Kumagai², and Masataka Higashiwaki^{1,4}

E-mail: sj24817v@st.omu.ac.jp

現在、 Ga_2O_3 エピタキシャルウエハー大量生産法の有力候補として有機金属気相成長(MOVPE) 法に期待が寄せられている。最近、東京農工大学 熊谷研究室から減圧ホットウォール MOVPE 法による Ga_2O_3 薄膜の高速成長に関する報告があった[1, 2]。また、我々はこれまで、同 MOVPE 成長した Ga_2O_3 薄膜の優れた電気的特性、そして成長後の高温アニール処理 (PDA) により薄膜の電気的特性が向上することを報告してきた [3, 4]。今回、高温 PDA による電気的特性への影響を詳細に調査するべく、フォトキャパシタンス (PHCAP) 測定を実施した。

Figure 1 に、本実験で使用したショットキーバリアダイオード (SBD) の断面構造模式図を示す。2 枚の Sn ドープ n^+ - Ga_2O_3 (010) 基板の上に、Si ドープ Ga_2O_3 薄膜[ドナー濃度 (N_d) = $1.5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$]を減圧ホットウォール MOVPE 装置で同時成長した。成長後、一方のエピ基板は高温 PDA (窒素雰囲気中、1150°C、60 分間) を施し (PDA 有り)、もう一方は PDA を行わず as-grown 状態 (PDA 無し) とした。そして、それら 2 枚のエピ基板の上に SBD を作製し、PHCAP 評価を行った。

今回実施した PHCAP 法の測定手順は次の通りである。(1) 順方向バイアスを 60 秒間印加し、 Ga_2O_3 薄膜中に存在するトラップに電子を捕獲させる。(2) 光照射およびアノード電圧 $V = 0 \text{ V}$ において容量-時間 ($C-t$) 測定を同時に開始する。この過程で、照射光の光子エネルギー ($h\nu$) に応じて、空乏層に存在するトラップが電子を放出することで C が増加する。光照射中の C が飽和したら光照射を停止する。(3) 照射停止後、 C が減少し飽和したことを確認し、 $C-t$ 測定を終了する。(4) 照射光の $h\nu$ を変更し (1) へ戻る。これら手順を複数の $h\nu$ において実施した。 $C-t$ 測定結果の一例を Fig. 2 に示す。(2) $t = 0 \text{ s}$ の C 値と (4) の C 飽和値の差分 ΔC から、 $h\nu$ 毎のトラップ密度 (N_t) を導出した [5]。

PHCAP 測定より算出した N_t を、 $h\nu$ に対してプロットしたものを Fig. 3 に示す。PDA 無し SBD は、どの $h\nu$ においても $N_t < 2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ と非常に小さい。対して、PDA 有り SBD は $h\nu = 3.5 \text{ eV}$ 付近に最大で $N_t \sim 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ と、PDA 無し SBD と比較して一桁以上大きな N_t が観測された。以上の結果は、高温 PDA により、 $E_c - 3.5 \text{ eV}$ 付近に $N_t \sim 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ のトラップが新たに生成されたことを示唆している。

本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト (JPMI00316)「次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業 (第二期) (環境省連携事業)」の委託を受け実施したものである。

[1] J. Yoshinaga *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 095504 (2023). [2] J. Yoshinaga *et al.*, Appl. Phys. Express **18**, 055503 (2025). [3] J. J. Morihara *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **63**, 080901 (2024). [4] 森原他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 16p-Y1311-9 (2025). [5] H. Takane *et al.*, Phys. Status Solidi B **258**, 2000622 (2021).

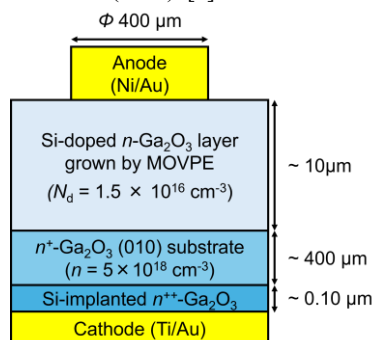


Fig. 1 Cross-sectional schematic of Ga_2O_3 (010) SBD structure.

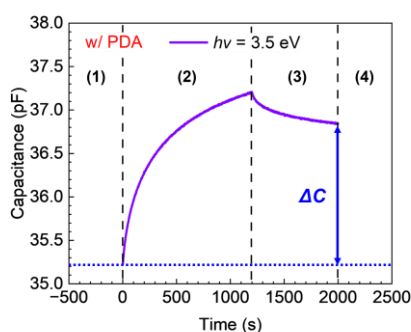


Fig. 2 Typical $C-t$ curve obtained from PHCAP measurement.

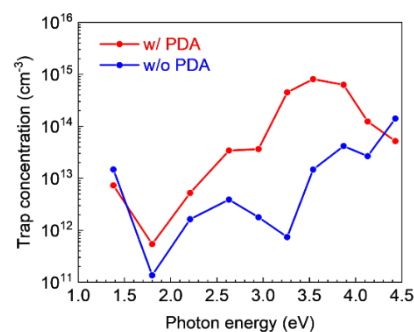


Fig. 3 $h\nu$ dependence of N_t in Si-doped Ga_2O_3 SBDs fabricated with and without PDA.

MBE 成長した窒素ドーパ Ga₂O₃ 薄膜中の窒素原子の熱拡散 Thermal Diffusion of Nitrogen Atoms in Nitrogen-Doped Ga₂O₃ Thin Films Grown by Molecular Beam Epitaxy

大阪公立大院工¹, 情通機構² ○(M2)稲嶋 仁¹, (M2)上原 知起¹, (M1)辻本 晃基¹,
(M1)寺村 祐輔¹, 本田 智子¹, 東脇 正高^{1,2}

Osaka Metropolitan Univ.¹, NICT² ○Jin Inajima¹, Tomoki Uehara¹, Kohki Tsujimoto¹,
Yusuke Teramura¹, Satoko Honda¹, Masataka Higashiwaki^{1,2}

E-mail: sk24068w@st.omu.ac.jp

窒素 (N) は、Ga₂O₃ 中でディープアクセプタとして振る舞うことが知られており、N ドープ Ga₂O₃ 薄膜は多様なデバイスへの応用が期待される。前回我々は、高い結晶性、表面平坦性を保ったまま、 $N = 3.0 \times 10^{18} - 4.0 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ と幅広い濃度の N ドープ Ga₂O₃ 薄膜を分子線エピタキシー (MBE) 成長可能であることを報告した [1]。今回、得られた N ドープ Ga₂O₃ 薄膜中の N 原子が、Ga₂O₃ 結晶に取り込まれ結合に寄与しているのか、もしくは格子間に留まっているのかを確認するため、高温アニール前後での N 濃度プロファイルと比較したので報告する。

本研究で使用したサンプルは、*n*-Ga₂O₃ (010) 基板 ($n \sim 1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$) 上に、厚さ 200 nm 狙いで N ドープ Ga₂O₃ 薄膜を MBE 成長した構造である。アニール前の二次イオン質量分析 (SIMS) で、 $N = 3.0 \times 10^{18}, 3.8 \times 10^{19}, 4.0 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の 3 種類の N ドープ Ga₂O₃ 薄膜を用いた。アニールは、赤外線ランプ加熱装置を用いて、N₂ 雰囲気中、1000°C、20 分間行った。なお、大気中に存在するシロキサン等による Ga₂O₃ 基板表面汚染により、今回使用したサンプルの MBE 薄膜/基板界面に、高濃度 Si ドープ領域 ($\text{Si} = 1 - 3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) が存在することを確認している。

Figure 1(a), (b) に、それぞれアニリング前後の N ドープ Ga₂O₃ 薄膜および *n*-Ga₂O₃ 基板中の N 濃度の深さ方向 SIMS プロファイルを示す。アニール後、MBE 薄膜中の N 濃度は、アニール前と比較して 60% - 70% となっている。これは、Ga₂O₃ 薄膜中の N 原子の半分以上が O サイトへ取り込まれ、結晶結合へ寄与したことを示す。一方残りの N 原子は格子間に存在し、それらが高温アニール中に基板側へ拡散したと考えられる。N = $1.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ のサンプルでは、拡散した N 原子が、MBE 薄膜/基板界面の高濃度 Si ドープ領域に凝集したことを示すピークが見て取れる。これは、拡散した N 原子の分布が、電荷中性条件に強く依存していることを示唆している。N = $2.2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ の場合も同様に、界面に N 凝集に伴う小さなピークが観察されるが、*n*-Ga₂O₃ 基板中にも拡散している。N = $2.9 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の場合、MBE 薄膜中の N 濃度は、界面の Si 濃度より一桁大きい場合 N ピークは存在せず、*n*-Ga₂O₃ 基板中での単調な熱拡散に伴う N 濃度プロファイルが観察された。この基板中 N 濃度プロファイルから、拡散方程式に基づき算出した N 原子の拡散係数は $D = 5.88 \times 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$ となった。

本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト (JPMI00316) 「次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業 (第二期) (環境省連携事業)」の委託を受け実施したものである。

[1] 稲嶋他、第 72 回応用物理学会春季学術講演会予稿集、16p-Y1311-1 (2025).

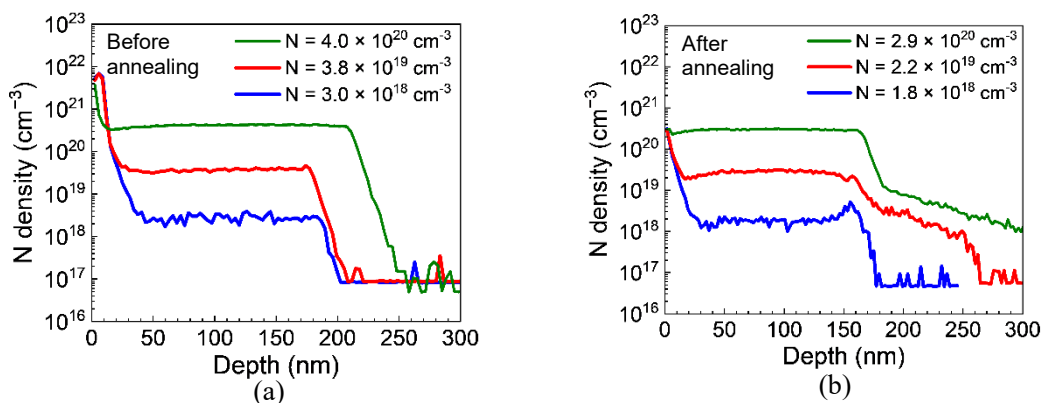


Fig. 1 SIMS depth profiles of N densities in MBE-grown Ga₂O₃ thin films and *n*-Ga₂O₃ substrates (a) before and (b) after annealing at 1000°C.

反応性イオンエッチングにより窒素ドーピングした $n\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (010) 基板の構造および電気的特性評価

Structural and Electrical Characterization of $n\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (010) Substrate doped with Nitrogen by Reactive Ion Etching

大阪公立大院工¹, 情通機構² ◯(M2)峰山 滉正¹, 東脇 正高^{1,2}

Osaka Metropolitan Univ.¹, NICT², ◯Akimasa Mineyama¹, Masataka Higashiwaki^{1,2}

E-mail: sj24911y@st.omu.ac.jp

以前、我々の研究室では、窒素 (N) ラジカル照射を用いた Ga_2O_3 基板への N ドーピングを試みた。結果、表面近くに高濃度の N が取り込まれていることが確認されたが、その分布は表面極近傍に限定されており、N ドーピング手法としては期待した効果が得られなかった [1]。今回、窒素反応性イオンエッチング (N_2 RIE) による Ga_2O_3 基板への N ドーピングを試みたので報告する。

$n\text{-Ga}_2\text{O}_3$ (010) 基板表面に対して、① N_2 RIE 無し、② N_2 RIE $\Rightarrow$ バッファードフッ酸 (BHF) 処理、③ N_2 RIE $\Rightarrow$ BHF 処理 $\Rightarrow$ アニール、④ N_2 RIE $\Rightarrow$ アニール $\Rightarrow$ BHF 処理した 4 種類の試料を用意した。 N_2 RIE 条件は RF パワー 200 W、 N_2 流量 100 sccm、30 分間、アニールは N_2 雰囲気中 1000°C 、20 分間行った。なお BHF 処理は、 N_2 RIE 中にチャンバー内で石英製のトレイがスパッタされたことで、基板表面に堆積した SiO_x 除去を目的として実施した。以上 4 条件の試料について、構造評価を行った後、ショットキーバリアダイオード (SBD) を作製し、電気的特性評価を実施した。

二次イオン質量分析法 (SIMS) による、4 種類の試料それぞれの N 濃度の深さプロファイルを Fig. 1 に示す。試料①と比較して、試料②は表面から深さ 30–50 nm まで N 濃度が 1 桁程度大きくなっていることから、 N_2 RIE プロセスによって Ga_2O_3 基板表面付近に高濃度 N ドーピングが実現していることが分かる。また、試料③、④については、試料②と比較して、共に表面から 170 nm 程度の深さまで濃度 $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上の N が検出された。これは、 N_2 RIE によって基板表面近傍にドーピングされた N が、アニール処理により熱拡散したためであると考えられる。

作製した SBD の静電容量–電圧 (C – V) 特性を Fig. 2 に示す。試料①と比較して、試料②は C が大きく減少していることから空乏層幅が増加していることが分かる。これは、 N_2 RIE によって Ga_2O_3 基板表面付近にドーピングされた N が電氣的に活性であるためと考えられる。また、試料③、④については、試料②よりもさらに C が減少しており、アニール処理によって拡散した N が $n\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 基板中のドナーを補償したことで、空乏層幅が更に増加したことが伺われる。以上の結果より、 N_2 RIE が Ga_2O_3 に対する N ドーピング手法として有効であることが分かった。

本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト (JPMI00316)「次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業 (第二期) (環境省連携事業)」の委託を受け実施したものである。

[1] 谷口他, 第 84 回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集, 20p- A302-15 (2023).

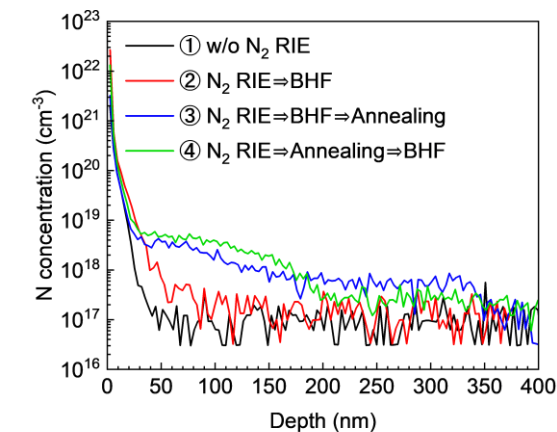


Fig. 1 SIMS depth profile of N concentrations in Ga_2O_3 substrates with and without N_2 RIE.

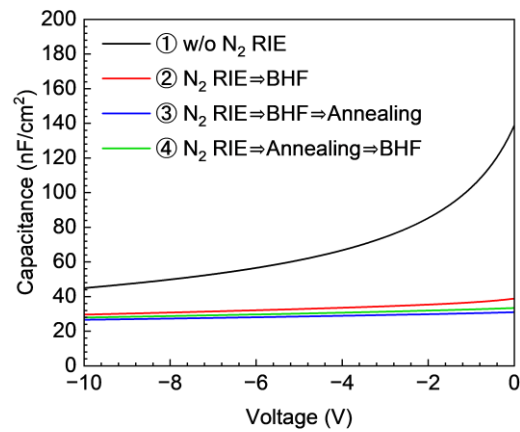


Fig. 2 C – V characteristics of Ga_2O_3 SBDs with and without N_2 RIE.

β -Ga₂O₃ 基板表面の GaCl エッチングと HVPE ホモエピタキシャル成長への影響

GaCl etching of β -Ga₂O₃ substrates and its effect on homoepitaxial growth by HVPE

東京農工大院工¹, 情通機構², 大阪公立大院工³

°(M2)角田 健太郎¹, (M1)木川 孝俊¹, 大槻 匠², 上村 崇史², 東脇 正高^{2,3}, 熊谷 義直¹

Tokyo Univ. of Agric. and Tech.¹, NICT², Osaka Metropolitan Univ.³

°Kentarō Kakuta¹, Takatoshi Kikawa¹, Takumi Ohtsuki², Takafumi Kamimura²,

Masataka Higashiwaki^{2,3}, and Yoshinao Kumagai¹

E-mail: s246355t@st.go.tuat.ac.jp

β -Ga₂O₃ はその高い絶縁破壊電界強度から次世代パワーデバイス材料として期待され、デバイス作製のためにホモエピタキシャル層成長が各種手法で検討されている。当グループでは、ハロゲン化物気相成長(HVPE)法を用いた高純度層の高速成長[1]及び n 型導電性制御[2]を報告してきた。しかし、 β -Ga₂O₃ には適当な化学エッチャントがなく、成長法に依らず基板表面に Si 汚染や加工傷が残留してしまう問題がある。そこで今回、HVPE 成長における Ga 源である GaCl による基板表面の *in situ* エッチングの可否を熱力学解析および実験により検討し、GaCl エッチングによってホモエピタキシャル成長層の結晶性が向上することが分かったので報告する。

β -Ga₂O₃ 基板表面に不活性ガス (IG) をキャリアガスに用いて GaCl を供給した際に同時に生じる 7 つの平衡反応に關与する 10 ガス種の平衡分圧を基板温度に対して算出した。Fig. 1 に常圧下、GaCl 供給分圧 1.0×10^{-3} atm、反応温度 400 ~ 1600°C において β -Ga₂O₃ 基板直上に存在するガス種の平衡分圧の温度依存性を示す。反応温度の増加に伴って GaCl₂ 及び Ga₂O の平衡分圧が増加することからエッチングの進行が示唆され、それらの分圧比から正味のエッチング反応は β -Ga₂O₃ (s) + 8 GaCl (g) = 4 GaCl₂ (g) + 3 Ga₂O (g) と考えられる。実際に SiO₂ マスクパターン付き β -Ga₂O₃(010) 基板を作製し、1000°C において GaCl を供給後に段差測定したところ、0.92 nm/min のエッチング速度が確認された。また 30 s の GaCl エッチング後に HVPE 成長させたホモエピタキシャル層の結晶性は GaCl エッチングを行わなかった場合に比べて向上することが分かった。

本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト(JPMI00316)次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業(第二期)(環境省連携事業)の委託を受け実施したものである。この研究の一部は NICT 先端 ICT デバイスラボで実施された。

[1] H. Murakami *et al.*, Appl. Phys. Express **8**, 015503 (2015).

[2] K. Goto *et al.*, Thin Solid Films **666**, 182 (2018).

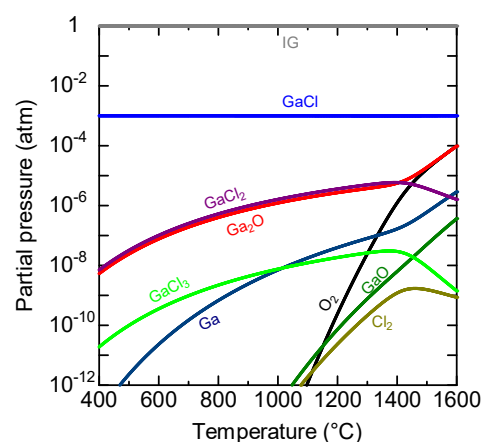


Fig. 1. Temperature dependence of equilibrium partial pressures of gaseous species over β -Ga₂O₃ under a GaCl supply of 1.0×10^{-3} atm.

Ga₂O₃ 薄膜の rf 窒素プラズマ支援 ALD 成長とその電気特性評価

Fabrication of nitrogen doped Ga₂O₃ thin films by rf plasma-assisted ALD and the electrical characterization

阪公大工¹ °阿多 翔大¹, 古川 勝裕¹, 相馬 永¹, 吉村 武¹, 藤村 紀文¹

Osaka Metropolitan Univ.¹, °S. Ata¹, K. Furukawa¹, H. Soma¹, T. Yoshimura¹, N. Fujimura¹

E-mail : fujim@omu.ac.jp

【はじめに】ワイドバンドギャップ半導体 β -Ga₂O₃ の p 型制御に向けたアクセプタドーピングの候補として窒素が検討されているが、そのアクセプタ準位は約 1.3 eV 程度であり、室温での電気活性化は困難である[1]。一方で、N ドープ Ga₂O₃ と n 型 Ga₂O₃ の接合により、およそ 3 eV のビルトインポテンシャルが形成すると考えられる。本研究室では、窒素ドーピングプロセスとして、基板近傍の制限された極めて狭い空間（約 130 cm³）において放電および ALD 原料導入が可能な独自の ALD 装置を開発し、装置内に設置した rf プラズマの評価を進めてきた。発光分光分析により、当該 rf 窒素プラズマからは Si や Ge の室温窒化が可能な高反応性窒素種 N₂ second positive system [2] が生成されていることを確認した。この活性種を β -Ga₂O₃ 基板に照射して作製したショットキーダイオードにおいては、表面窒化が確認され、さらに、空乏層幅の増加とドナー濃度が減少した[前回応物]。本報告では、rf 窒素プラズマ支援 ALD 成長による N ドープ Ga₂O₃ の薄膜成長を試みた結果を報告する。

【実験方法及び結果】900°C窒素雰囲気アニールを施した(010) Ga₂O₃ 単結晶基板上に N ドープ Ga₂O₃ の ALD 成長を行った。Ga プリカーサーとして TMG を用い、酸化源として酸素/窒素混合ガスを用いた rf プラズマを用いた。ここでは、酸素と窒素の導入比 1:9 の混合プラズマを用いた plasma-ALD 成膜を行った結果を示す。プラズマ照射時の RF 電力を 50 W, 100 W, 150 W と変化させて 700 サイクル成膜した。その時の AFM 画像を Fig.1 に示す。RF 電力の増加に伴い RMS は 0.71~1.3 nm へと増加し、粒状形状の形成が確認された。また、RF 電力 150 W で 100 サイクル成膜した試料について SIMS 分析を行った結果を Fig.2 に示す。N 濃度は約 2×10^{20} cm⁻³ で約 5 nm 程度の膜厚の Ga₂O₃ 膜が形成されており、Ga および O の組成比には大きな変化は確認できなかった。当日は ALD で成長させた窒化膜の電気的特性の評価も含めて議論を行う。

【謝辞】本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト (JPMI00316)「次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業（第二期）」の委託を受け実施した。

【参考文献】 [1] L. Dong et al., J. Alloys Compd. 712, 379 (2017). [2] R. Hayakawa et al., Thin Solid Films, 506-507, 423 (2006).

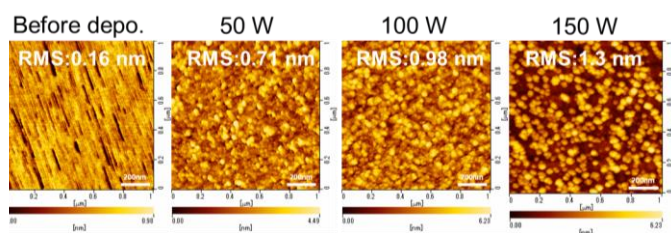


Fig.1 AFM images of Ga₂O₃ films grown at different rf powers

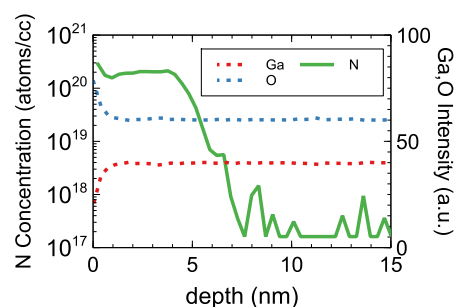


Fig. 2 SIMS depth profiles of Ga, O and N in Ga₂O₃ ALD films

Hf 系強誘電体/WBG 半導体 β -Ga₂O₃ 界面電子構造の解析

Analysis of electronic structure of Hf-based ferroelectric/ β -Ga₂O₃ interface

阪公大工 °古川 勝裕, 阿多 翔大, 吉村 武, 藤村 紀文

Osaka Metro. Univ., °K. Furukawa, S. Ata, T. Yoshimura, N. Fujimura

E-mail: fujim@omu.ac.jp

【はじめに】 β -Ga₂O₃ は、4.7–4.9 eV の大きなバンドギャップを有し、8 MV/cm もの高い絶縁破壊電界と優れたバリガの性能指数を示すことから、次世代パワー半導体として注目されている [1]。また、Hf 系強誘電体は、3 nm 程度の極薄膜で強誘電性を示すことから [2]、高集積強誘電体ゲートトランジスタ (FeFET) への応用が期待されている。Hf 系強誘電体は準安定相である Orthorhombic (O) 相のみが強誘電性を示すため、Y や Si などの不純物ドーピング、酸素欠陥の導入、キャップアニール等の手法による O 相の安定化に関する研究が推進されている [3–5]。これらを積層することによる酸化物絶縁体/酸化物半導体 MOS 構造において、Hf 系強誘電体がもつ 20 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ にもおよぶ巨大な自発分極が界面の急峻なバンドベンディングを誘起し、 β -Ga₂O₃ にドーピングされた窒素によって形成する約 1.2 eV の深さのディープアクセプタが活性化される可能性が考えられる。今回は、同一チャンバー内で β -Ga₂O₃ 上への N₂ 照射を行うことのできる新たな ALD 装置を用いて HfO₂/ β -Ga₂O₃ 構造を作製し、裏面電極や界面窒化、および HfO₂ の相形成が界面電子構造に及ぼす影響について、電気的測定を用いて解析した結果について報告する。

【実験方法および結果】N₂ 照射を行っていない (010) β -Ga₂O₃ 基板上に、約 10 nm の HfO₂ 薄膜を成長温度 250 °C の熱 ALD 法で作製した。前駆体には TEMA Hf、酸化源には H₂O を用いた。成長後、N₂ 雰囲気中で 800 °C の結晶化アニールを行った。結晶性は微小角入射 X 線回折 (GIXRD) により評価した。その結果を Fig. 1 に示す。この試料には強誘電相である O 相形成のためのドーピング等を施していないため、M 相、T 相、O 相の混相が成長している。ピーク面積を計算すると、66 % が M 相、34 % が O/T 相と見積もられた。この試料の誘電特性評価に向け、 β -Ga₂O₃ 基板下部への Ohmic 接触のため、Si イオン注入を行った後に Ti/Au 電極を EB 法により作製した。この試料に対し C-V 測定を行った結果を Fig. 2 に示す。MOS 構造の良好な C-V 特性が得られており、蓄積容量から HfO₂ の誘電率は 19 と求められた。また、強誘電性由来のヒステリシスはほとんど見られず、GIXRD 測定結果と合わせて常誘電体相が支配的に成長していることが示唆される。当日は、強誘電相形成や界面窒化も含めて、誘電体/ β -Ga₂O₃ 界面の電子状態に関して議論する。

【謝辞】本研究は、総務省 ICT 重点技術の研究開発プロジェクト (JPMI00316) 「次世代省エネ型デバイス関連技術の開発・実証事業 (第二期)」の委託を受け実施した。

【参考文献】 [1] M. Higashiwaki et al., *Semicond. Sci. Technol.* 2016, **31**, 034001 [2] M. E. McBriarty et al., *Phys. Status Solidi B* **257**, 1900285 (2020). [3] L. Xu, et al., *J. Appl. Phys.* **122**, 124104 (2017). [4] Y. Zhou, et al., *Comput. Mater. Sci.* **167**, 143-150 (2019). [5] K. Takada, et al., *Adv. Electron. Mater.* **7**, 2100151 (2021).

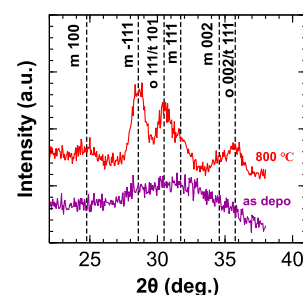


Fig. 1 GIXRD patterns of HfO₂ annealed at 800 °C on (010) β -Ga₂O₃ substrate.

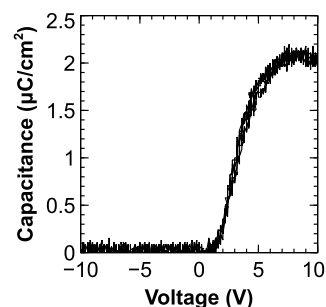


Fig. 2 Result of C-V measurement of HfO₂ on (010) β -Ga₂O₃.

ダイヤモンド基板上に成膜したエピタキシャル成長 β -Ga₂O₃ の S/TEM による構造解析Structure analysis by S/TEM for β -Ga₂O₃ epitaxial films

deposited on diamond substrates

九大院総理工¹, 九大超顕微², 九工大工³ ○(M2)御園 樹¹, 根北 翔¹, 高 紅葉²,
池上 悠登¹, Sreenath M. V.¹, 王 毅心¹, 片宗 優貴³, 檜木野 宏¹, A. Zkria¹, 吉武 剛¹

IGSES, Kyushu Univ.¹, URC, Kyushu Univ.², Kyushu Inst. Technol.³ :

○I. Misono¹, S. Nekita¹, H. Gao², Y. Ikegami¹, Sreenath M. V.¹, Y. Wang¹,

Y. Katamune³, H. Naragino¹, A. Zkria¹, T. Yoshitake¹

E-mail: itsukimisono_1114@kyudai.jp

β -Ga₂O₃ はワイドバンドギャップ(4.9 eV)や高い絶縁破壊電界(6.5 MV/cm)を有し、次世代パワーデバイスへの応用が期待される^[1]。一方、 β -Ga₂O₃ は熱伝導率が極めて低く、デバイス動作時の自己発熱による破壊が懸念されている。そこで、当研究室では熱伝導率が物質中最高ダイヤモンドとのヘテロ構造を用いることで、課題解決に取り組んできた。ダイヤモンドと β -Ga₂O₃ は格子不整合率が-1.6~2.2%と小さく、p-n 接合ではスパイクのない連続的なヘテロバンド構造を持つ。このことから理想的なヘテロ構造のペアとして期待されており^[2]、近年では RF マグネトロンスパッタリング(RFMS)を用いて、ダイヤモンド(111)基板上への β -Ga₂O₃ ヘテロエピタキシャル成長に成功している^[3]。既報では界面のエピタキシャル構造を X 線回折や結晶構造モデルから予想していたが、その詳細は明らかになっていない。また、結晶性低下や表面粗さ増加の要因となる 3 次元成長の存在も確認された。そこで本研究では、走査/透過電子顕微鏡(S/TEM)を用いた、 β -Ga₂O₃/ダイヤモンド界面構造の解析や、3 次元成長抑制に向けた成長様式の詳細調査を目的とする。

β -Ga₂O₃ 薄膜は RFMS を使用し Ar ガス、Ga₂O₃ 焼結体ターゲットを用いてダイヤモンド(111)基板上に基板温度 700°C で成膜した。得られた薄膜の一部を収束イオンビームにより電子線が透過可能な 100 nm 以下に薄膜化し、S/TEM 観察を実施した。

Figure 1 に β -Ga₂O₃/ダイヤモンド界面における High Resolution(HR)-TEM 像を示す。電子線入射方位はいずれもダイヤモンド[1-10]である。 β -Ga₂O₃ 膜の HR-TEM 像においては β -Ga₂O₃<010>と β -Ga₂O₃<132>の原子配置が確認されたことから、既報で予想された β -Ga₂O₃<010>//ダイヤモンド[1-10]と β -Ga₂O₃<132>//ダイヤモンド[1-10]のエピタキシャル関係が認められた。また、成長様式解明を目的とした電子線回折マッピングでは、成長様式の違いは成長ドメインの違いに由来することが示唆された。This work is partially

financially supported by Joint Development Project between TSMC and Kyushu University.

[1] M. Higashiwaki *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **100** (2012) 013504.,

[2] P. Sittimart *et al.*, *AIP Adv.* **11** (2021) 10, [3] T. Kusaba *et al.*, *Appl. Phys. Express* **16** (2023) 10.

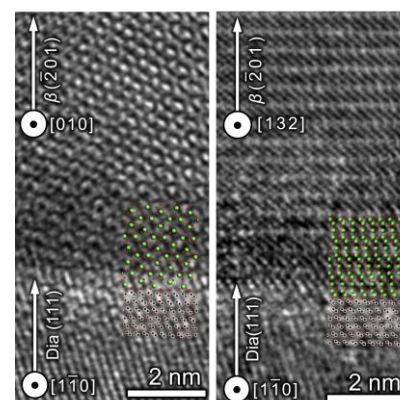


Figure 1 HR-TEM image of β -Ga₂O₃/diamond interface.

Si ドーピングが単結晶ダイヤモンド(111)基板上に成膜した β -Ga₂O₃ 膜の結晶性に与える影響

Effect of Si-doping on crystallinity of β -Ga₂O₃ films deposited on single crystalline diamond (111) substrates

九大総理工¹, 九工大工², 産総研³ ○(M1)池上 悠登¹, Sreenath M. V.¹, 王 毅心¹,
御園 樹¹, 片宗 優貴², 檜木野 宏¹, 大曲 新矢³, 蔭浦 泰資³, A. Zkria¹, 吉武 剛¹
IGSES, Kyushu Univ.¹, Kyushu Inst. Technol.², AIST³ ○Y. Ikegami¹, Sreenath M. V.¹, Y. Wang¹,
I. Misono¹, Y. Katamune², H. Naragino¹, S. Ohmagari³, T. Kageura³, A. Zkria¹, T. Yoshitake¹
E-mail: yuto_ikegami@kyudai.jp

β -Ga₂O₃はウルトラワイドバンドギャップや高絶縁破壊電界強度、熱的・化学的安定性を有し、極環境パワーデバイスや光学デバイスへの応用が期待されている。しかし、熱伝導率が極めて低く、p型伝導の実現が困難であるといった課題がある。そこで、p型伝導の制御が容易で、物質中最高の熱伝導率を持つダイヤモンドとのpnヘテロ構造により本問題解決に取り組んできた。近年、pnヘテロ接合のエネルギーバンド構造にスパイクが存在しないことや^[1]、アンドープ β -Ga₂O₃焼結体ターゲットを用いたRFマグネトロンスパッタリング(RFMS)法によるエピタキシャル膜の成長を報告している^[2]。本研究では、n型 β -Ga₂O₃薄膜の作製に向け、Siドーパターゲットを用いた際の β -Ga₂O₃薄膜の結晶構造変化について議論する。

基板温度をアンドープ β -Ga₂O₃エピタキシャル膜が得られた700°Cに制御し、SiO₂を0.1-2.0 wt%添加したGa₂O₃焼結体ターゲットを用いてRFMSにより β -Ga₂O₃薄膜を成膜した。得られた薄膜の結晶構造はX線回折(XRD)により評価した。

Figure 1(a)に2 θ / θ スキャン測定結果を示す。0.1 wt%添加ターゲットを用いて成膜した β -Ga₂O₃膜では β -Ga₂O₃{-201}とダイヤモンド(111)に帰属されるピークのみが確認された。また0.5 wt%と2.0 wt%ではピークが確認されず、特に2.0 wt%ではアモルファスを示すハローパターンを確認した。加えて、2 θ スキャンでは0.5 wt%で複数の多結晶成分に起因する回折ピークを確認した一方、2.0 wt%ではピークを確認できなかった(Fig.1(b))。これらのXRDパターンから0.5 wt%以上では、ヘビードーピングによる顕著な結晶性低下が引き起こされたと推定される。一方、0.1 wt%では明確な結晶性の低下は確認されず、エピタキシャル成長を示す極点図が得られた。これより、低濃度SiO₂添加ターゲットを用いた成膜により、エピタキシャル成長への悪影響を抑えつつ、Siドーピングが実現できることが示唆された。

This work is partially financially supported by Joint Development Project between TSMC and Kyushu University.

[1] P. Sittimart *et al.*, *AIP Adv.* **11**, 105114 (2021). [2] T. Kusaba *et al.*, *Appl. Phys. Express* **16**, 105503 (2023).

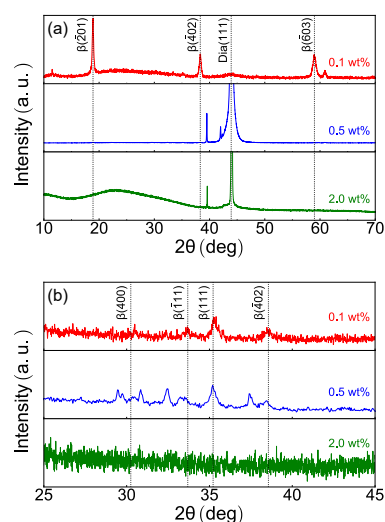


Figure 1 (a) XRD patterns of 2 θ / θ scans and (b) 2 θ scans of β -Ga₂O₃ films on single crystalline diamond (111) substrates.

高圧を活用したルチル型 GeO_2 薄膜のガラス基板上への作製

Fabrication of rutile-type GeO_2 films on glass substrates under high pressure

中部大院工¹, 物質・材料研究機構²

○柴田敬司¹, 川村史朗², 宮川仁², 遊佐齊², 山田直臣¹

Chubu Univ.¹, NIMS²

°K. Shibata¹, F. Kawamura², M. Miyakawa², H. Yusa², N. Yamada¹

E-mail: n-yamada@fsc.chubu.ac.jp

【緒言】ルチル型 GeO_2 (r-GeO_2)は優れたパワー半導体になり得ると期待されている[1]。しかし、 GeO_2 は石英型、非晶質、ルチル型の生成エネルギーが近接しており、薄膜形成時に混相薄膜となることが多い[2]。そのため、単相の r-GeO_2 薄膜を成長させるにはエピタキシャル安定化が不可欠であった[3, 4]。エピタキシャル安定化なしで r-GeO_2 薄膜を得た報告はない。 r-GeO_2 は GeO_2 のうち、最も密度が高い相 (6.26 g/cm^3) であり、高圧で安定化することが予想される。我々は、圧力として GPa 級の高温高圧熱処理(HPHT)により高密度相の薄膜を得る技術を確立している[5, 6]。この技術を応用し、エピタキシャル安定化なしで r-GeO_2 薄膜を得ることに取り組んだ。

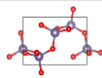
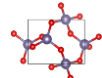
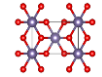
【実験】非晶質 GeO_2 前駆体薄膜を HPHT あるいは大気下での熱処理(APHT)で結晶化させた。非晶質前駆体は、Ge ターゲットを用いた反応性スパッタ法で無アルカリガラス基板上へ作製した。全圧 0.5 Pa、 $\text{Ar}+\text{O}_2$ 雰囲気中($\text{Ar}:\text{O}_2=1:9$)の混合ガス中で基板を加熱せずに成膜を行った。得られた非晶質前駆体薄膜を高圧セルに封入し、ベルト型高圧装置を用いて HPHT を行った。HPHT の条件は、圧力 6.5 GPa、温度 700 °Cとした。APHT の熱処理温度も同じである。対照実験として、500 °Cに加熱した基板へ結晶性の GeO_2 薄膜を直接成膜することも試みた。基板温度以外の条件は、非晶質前駆体の成膜条件と同じである。得られた薄膜の結晶構造を X 線回折法(XRD)により評価した。

【結果と考察】HPHT では狙い通り単相の r-GeO_2 薄膜が得られた。そのバンドギャップを光学的に求め

たところ、4.6 eV であった。この値は文献値 4.7 eV[1] とほぼ一致した。一方、APHT では、六方晶の石英型 GeO_2 (qz-GeO_2) が生成した。 qz-GeO_2 は GeO_2 のうち、密度が中程度の相 (4.65 g/cm^3) である。直接成長実験では、クリストバライト型 GeO_2 (cr-GeO_2)が得られた。 cr-GeO_2 は多形のなかで最も低密度な相 (3.95 g/cm^3) である。その他の成膜条件を検討したが、ルチル型の GeO_2 が生成することはなかった。

以上の実験で得られた結果をまとめると、表 1 のようになる。つまり、作製プロセスの圧力が高くなるにつれて、密度が高い相が優先的に生成する傾向が掴めた。エピタキシャル安定化なしで r-GeO_2 を得るためには、高圧プロセスが有利であることがわかった。

表 1. プロセス圧力と生成する相の関係

	圧力	構造	密度
直接成長	0.5 Pa		3.95 g/cm^3
APHT	0.1 MPa		4.65 g/cm^3
HPHT	6.5 GPa		6.26 g/cm^3

【謝辞】

本研究は NIMS 連携拠点制度の支援により実施された。

【参考文献】

1) K. Bushick et al., *Appl. Phys. Lett.* **117**, 182104 (2020).
2) S. Chae et al., *Appl. Phys. Lett.* **117**, 072105(2020).
3) H. Takane et al., *Appl. Phys. Lett.* **119**, 062104 (2021).
4) T. Suzuki et al., *ACS Appl. Nano Mater.* **8**, 7796 (2025).
5) K. Makiuch et al., *Cham Mater.* **35**, 2095 (2023).
6) K. Makiuch et al., *Mater Lett.* **358**,135830 (2024).

パルスレーザー堆積法によるルチル型 GeO_2 の 安定条件と成長メカニズム

Phase stabilization and growth mechanism of rutile-type GeO_2 by pulse laser deposition

科学大元素¹, 科学大フロ研², °鈴木 朝也¹, 坂番 要¹,

井手 啓介^{1,2}, 片瀬 貴義^{1,2}, 平松 秀典^{1,2}, 細野 秀雄¹, 神谷 利夫^{1,2}

MDXES, Science Tokyo¹, MSL, Science Tokyo², °Tomoya Suzuki¹, Kaname Sakaban¹,

Keisuke Ide^{1,2}, Takayoshi Katase^{1,2}, Hidenori Hiramatsu^{1,2}, Hideo Hosono¹, and Toshio Kamiya^{1,2}

E-mail: suzuki.t.dv@m.titech.ac.jp

【はじめに】

次世代の高耐圧パワーデバイス用半導体として、超ワイドギャップ酸化物半導体への関心が高まっており、特に、酸化ガリウム (Ga_2O_3) の研究開発が進められている。しかし、 Ga_2O_3 をはじめとする多くの酸化物半導体では p 型伝導の実現が困難であり、実用化に向けた大きな課題となっている。このような中、ルチル型酸化ゲルマニウム (r-GeO_2) が新たな有望材料として注目を集めている。 r-GeO_2 は $E_g = 4.68 \text{ eV}$ を有するワイドバンドギャップ酸化物であり、第一原理計算により p 型・n 型の両方のキャリアドーピングが可能であることが予測されている [1]。特異的に短い酸素間距離に起因する O 2p 軌道間の強い反結合相互作用により、価電子帯上端のエネルギーが上昇し、正孔ドーピングが容易になる [2]。すでに様々な成長法による r-GeO_2 エピタキシャル薄膜の作製が報告されているが、高品質な単相薄膜の作製は依然として確立されていない。これは、 GeO_2 には平衡相である α 石英相やアモルファス相といった競合相が存在し、成長相の制御が難しいためである。これらの相の形成が異原子価イオンを用いたドーピングを妨げている。

本研究では、パルスレーザー堆積 (PLD) 法を用いて、成長温度 (T_g) と酸素分圧 (P_{O_2}) が GeO_2 薄膜の成長に与える影響を系統的に調べた。これらを制御することで、成長相の制御に成功した。

【研究内容】

PLD 法により c 面サファイア基板上に GeO_2 薄膜を成長させ、X 線回折法により相同定を行うことで、 T_g と P_{O_2} を軸とした GeO_2 薄膜の成長相図を構築した (右図)。その結果、 $T_g = 500 - 600 \text{ }^\circ\text{C}$ かつ $P_{\text{O}_2} \leq 10^{-1} \text{ Pa}$ の限られた条件下で r-GeO_2 エピタキシャル薄膜が得られた。 α 石英相はいずれの成長条件においても確認されなかった。しかし、低温・高酸素圧下 ($T_g = 500 \text{ }^\circ\text{C}$, $P_{\text{O}_2} \geq 10^{-2} \text{ Pa}$) では成長速度が急激に増加し、アモルファス相の共存が見られ、 $T_g = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ 以下ではルチル相は成長せずアモルファス相が支配的であった。一方、高温・低酸素圧条件下では、薄膜の再蒸発が顕著となり、 $T_g = 700 \text{ }^\circ\text{C}$ では薄膜は成長しなかった。これらの結果より、アモルファス相の形成を抑えて r-GeO_2 の単相薄膜を得るには低 P_{O_2} 条件が不可欠であるが、この条件は GeO_2 薄膜の再蒸発と競合する領域であることが明らかとなった。 r-GeO_2 の成長と再蒸発の競合は、成長相の制御を複雑にするだけでなく、ドーパント濃度の制御も困難にしている。当日は GeO_2 薄膜の成長メカニズムについて詳細に議論する。

[1] S. Chae, et al., *Appl Phys Lett*, **114**, 102104, (2019).

[2] C. Niedermeier et al. *J.Phys.Chem.*, **124**, 25721, (2020).

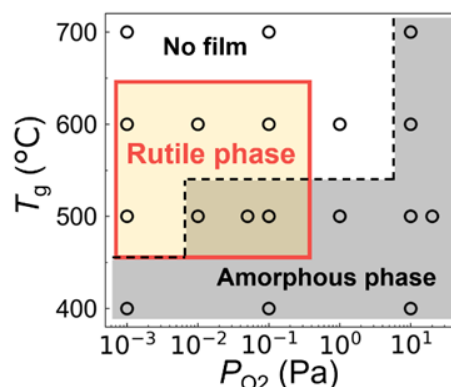


Figure. Growth Phase diagram of GeO_2 film deposited by PLD at different T_g and P_{O_2} .

ミスト CVD 法を用いた ϵ -GaFeO₃ 基板上に成膜する κ -Ga₂O₃ 薄膜の結晶成長メカニズム

Crystal Growth Dynamics of κ -Ga₂O₃ Thin Film on ϵ -GaFeO₃ Substrate with Mist-CVD

京工繊大¹, 明治大学² [○]杉元 実鈴¹, 加納 大成¹, 上田 修², 西中 浩之¹

Kyoto Inst. of Tech.¹, Meiji Univ.²

[○]Misuzu Sugimoto¹, Taisei Kano¹, Osamu Ueda² and Hiroyuki Nishinaka¹

E-mail: m4621020@edu.kit.ac.jp

κ 相酸化ガリウム(κ -Ga₂O₃)はパワー半導体として注目を集める酸化ガリウムの結晶多形の一つであり, 約 5eV の広いバンドギャップと強誘電体特性を持つことから次世代半導体材料として多くの研究が行われている。 κ -Ga₂O₃ の自発分極は GaN の約 10 倍であり^[1], 従来よりも高濃度の 2 次元電子ガス(2DEG)の形成が予測され, より高効率なパワーデバイスの実現が期待される。そのような中, 我々は κ -Ga₂O₃ の課題であった回転ドメインを ϵ -Ga₂O₃ 基板を用いることで単一ドメイン化に成功した^[2]。この κ -Ga₂O₃ のデバイス応用に向けて, ϵ -GaFeO₃ 基板上における成長機構の理解や結晶性の向上は不可欠である。そのため本研究は, ミスト CVD 法による κ -Ga₂O₃ 単結晶薄膜の成膜において膜厚と基板のオフ角の有無が結晶に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

本研究では先行報告^[2]を参考にし, (001) ϵ -GaFeO₃ 基板上に 1)基板のオフ角の有無, 2)薄膜の膜厚の 2 点を変化させた κ -Ga₂O₃ 薄膜試料を複数作製し, パラメーターが結晶の微細構造に及ぼす影響について調査した。まず逆空間マッピング(RSM)により格子構造の考察を行い, 格子緩和によって欠陥が生じ始める膜厚(臨界膜厚)を特定した。さらに, 走査型電子顕微鏡(SEM), 透過型電子顕微鏡(TEM), X 線回折法(XRD)を用い表面状態や結晶状態について詳細な調査を行った。

その結果, κ -Ga₂O₃ の臨界膜厚と格子緩和プロセスはいずれも基板のオフ角の有無に依存していることが判明した。1°オフ基板上の検討では, RSM より臨界膜厚は 118nm 以上 141nm 以下であると特定できた(Fig.1)。一方, 平坦な基板を用いた試料では, 格子緩和はより薄い 100 nm 付近から始まっていた。さらに, SEM を用いて成膜時間が同一の試料に対し基板のオフ角の有無の影響を比較調査した結果, オフカット基板上においてのみ, 転位だけでなくクラックによる格子緩和の発生が確認できた。これらの現象は基板オフ角の有無が薄膜の成長機構を変化させることが原因と考えられる。この結果は, κ -Ga₂O₃ 単体の成長機構の理解を深め, 成膜条件の最適化につながり, 今後のデバイス応用に寄与することが期待できる。当日はこれらの結果を詳細に報告予定である。

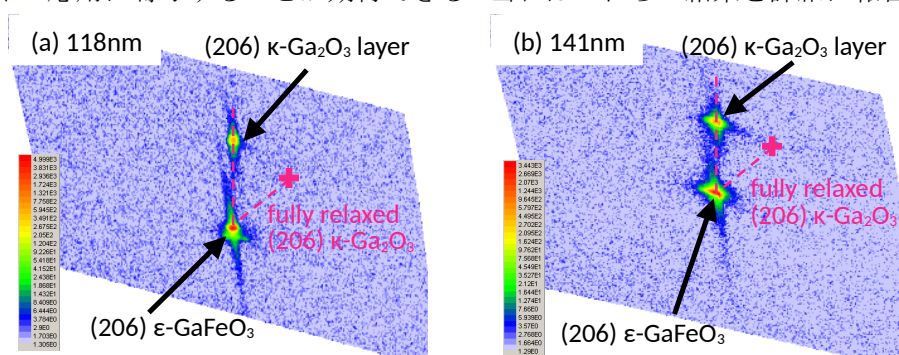


Fig.1. RSM around (206) reflection of κ -Ga₂O₃/ ϵ -GaFeO₃ at growth times of (a) 118 and (b) 141 min

[1] F. Mezzadri et al., Inorg. Chem. 55, 22, 12079–12084(2016).

[2] H. Nishinaka et al., ACS Omega, 5, 29585–29592 (2020).

ミスト CVD を用いた F ドープによる β -Ga₂O₃ の導電性制御

Controlling the Conductivity of F-doped β -Ga₂O₃ by Mist CVD

京工繊大¹, ミライズテクノロジーズ², °清家 一朗¹, 三宅 裕樹^{1,2}, 西中 浩之¹

Kyoto Inst. Tech¹, MIRISE Technologies Corp.², °Ichiro Seike¹, Hiroki Miyake^{1,2}, Hiroyuki Nishinaka¹

E-mail: m4621021@edu.kit.ac.jp

高い絶縁破壊電界を有し、融液法により大口径単結晶バルクが低コストに作成可能なことから β -Ga₂O₃ は次世代の低損失パワーデバイス材料として盛んに研究されている。デバイス応用に向けては、高品質な薄膜成長に加えてドーピングによるキャリア濃度制御が重要である。 β -Ga₂O₃ に関しては、Ga 側と置換する n 型ドーパントである Si, Ge, Sn によるキャリア濃度制御が報告されている[1-3]。その一方で、O 側と置換する n 型ドーパントである F に関しては第一原理計算で浅いドナー準位を取ることが示唆されているにもかかわらず[4]、実験的報告例は少ない。ZnO[5]や SnO₂[6]等の他の酸化物半導体ではデュアルドーピングにより、導電性が向上する報告がなされており、 β -Ga₂O₃ においても O 側のドーピングの確立は重要である。そこで本研究では NH₄F を F ドーパント原料として用い、ミスト CVD により F ドープ β -Ga₂O₃ 薄膜を成長させ、その評価を行った。

Fig.1 は F ドープ率が 30%の時の F ドープ β -Ga₂O₃ の AFM 像である。いずれのサンプルにおいても Fig.1 のような[100]方向にストライプ状の表面モフォロジーが見られており、RMS roughness においても 1nm 以下と非常に表面平坦性の高い薄膜が得られていることが確認された。Fig.2 は前駆体溶液中の F ドープ率とキャリア濃度の関係を示したものである。F ドープ率が増加するにつれてキャリア濃度が増加する傾向にあり、キャリア濃度は $1.1 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$ から $2.3 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ の範囲で制御可能であった。またキャリア濃度 $1.1 \times 10^{17} \text{cm}^{-3}$ のとき最も高い移動度 $83.7 \text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ となった。

[1] K.D. Leedy et al., APL Mater. 111, 012103 (2017). [2] E.Ahmadi et al., APEX Mater. 10, 041102 (2017). [3] A. Mauze et al., APL Mater. 8, 0211104 (2020). [4] J.B. Varley et al., Appl.Phys. Lett. 97, 142106 (2010). [5] K. Kang et al., Appl. Sur. Sci., 535, 147734 (2021). [6] K. Ravichandran. et al., Physica. B, 404, 4299-4302 (2009)

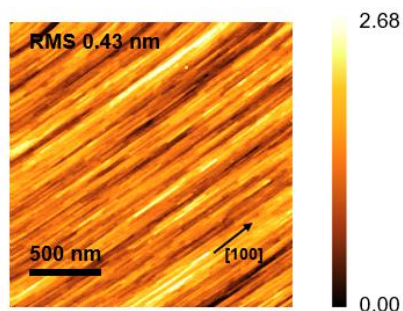


Fig1. AFM images of F-doped β -Ga₂O₃ with F30%

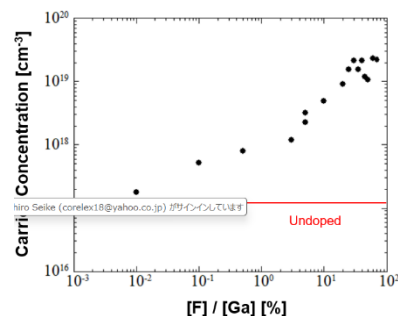


Fig2. Relationship between F doping ratio and carrier concentration of β -Ga₂O₃

PLD 法による Nb ドープ($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ 固溶体の結晶成長及び構造評価

Epitaxial Growth and Structural Characterization of Nb-Doped ($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ Solid

Solutions by Pulsed Laser Deposition

明大理工¹, 物質・材料研究機構², 明大 MREL³

○(M1)渡邊 允晴^{1,2}, 小椋 厚志^{1,3}, 知京 豊裕², 長田 貴弘^{2,1}

Meiji Univ.¹, NIMS², MREL³

○Masaharu Watanabe^{1,2}, Atsushi Ogura^{1,3}, Toyohiro Chikyow², Takahiro Nagata^{2,1}

E-mail: ce251025@meiji.ac.jp, NAGATA.Takahiro@nims.go.jp

【はじめに】 Ga_2O_3 は広いバンドギャップや高い絶縁破壊電界、その他優れた特性から次世代のワイドギャップ半導体として注目されている。しかし、純粋な Ga_2O_3 は酸化物半導体でありながら酸素空孔のイオン化エネルギーが高く、電気伝導への寄与が小さいとされている。このため、キャリア制御にはドーピングが一般的に用いられており、Si、Sn、Ge など、効果的な n 型ドーパントが多数報告されている。一方で、Ga-O 結合は強いイオン性を有しており、Fröhlich の相互作用により電子-極性光学型フォノン散乱がキャリア移動の妨げになると考えられている。我々はこれまでに、($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ 固溶体化により Ga サイトを In で置換することによって、 $x = 0.7$ 以上の範囲において β - Ga_2O_3 構造を維持したまま n 型ドーピングに適した構造を作れることを報告した[1]。本研究は、 $x = 0.7$ 以上の($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ 固溶体に Nb をドープしたときの($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ の結晶構造及びアニーリングによる結晶構造への影響について検討した。

【実験方法】0.5 wt.% - Nb:SrTiO $_3$ (111)基板(STO 基板)上にコンビナトリアルパルスレーザー堆積法を用いて、($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ ($x = 0.9, 0.75$)の Nb 濃度組成傾斜試料(0-10 wt.% Nb)を基板温度 500°C で作製した。結晶構造は 2 次元 X 線回折手法(2D-XRD)の $2\theta/\omega$ スキャンを用いて評価し、結晶相の同定に極点図による解析を実施した。また、 N_2 雰囲気下で 900°C、2 時間のアニーリングによる結晶化処理を行った。

【実験結果】Fig.1(a)に示す成膜後の試料の 2D-XRD の測定結果より、Nb 濃度が約 0-2 wt.% の範囲では、($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ ($x = 0.9, 0.75$)は 18.7° 付近に(-201)面由来のピークが確認され、 β 構造が維持されていることがわかった。一方、Nb 濃度がそれ以上になると同ピークが消失し、結晶性が劣化していることが明らかとなった。また、この試料に対してアニーリング処理を行

った結果、Nb 0-2 wt.% 領域での STO 基板のピークで規格化し評価すると、 β -($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ (-201)面由来のピーク強度が増加し、結晶性の向上が確認された。さらに、アニーリング前にはピークが現れていなかった高 Nb 濃度領域でも回折ピークが確認され、Nb 濃度増加に対して高角度側にシフトした。Ga と Nb のイオン半径の関係から、Nb が Ga サイトを置換する場合、Bragg 条件により回折ピークは格子定数の増加により Nb 濃度の増加に伴って低角側にシフトすると予想される。しかし、実際には高 Nb 濃度領域で高角側へのシフトが確認された。これは β -($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ の(-201)面ピークよりも僅かに高角側に(002)面のピークが現れる κ -($\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}$) $_2\text{O}_3$ の存在による可能性が考えられる。すなわち、Nb 濃度の増加により、結晶相が β 相から κ 相へと転移している可能性が示唆された。発表では、より詳細な結晶構造解析と電気特性への影響について議論する。

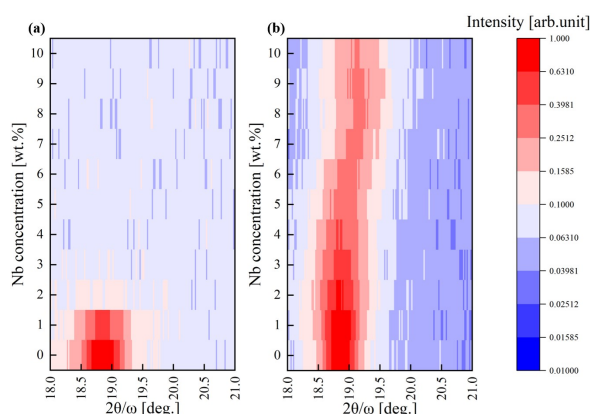


Fig.1. Heat map of XRD $2\theta/\omega$ scan profiles for the (a) as grown and (b) annealed ($\text{Ga}_{0.75}\text{In}_{0.25}$) $_2\text{O}_3$ films.

参考文献

[1] 成 他, 第 83 回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集, 21p-B203-12 (2022).

サファイア基板上 rs-MgO 薄膜の高温成長

High temperature growth of rs-MgO thin films on sapphire substrates.

立命館大理工¹, 東北大多元研², 岩崎電気(株)³, 立命館大総研⁴, 立命館大半導体応用研⁵

○木村航介¹, 川端重温¹, 嶋紘平², 松尾浩一³, 内田浩二³, 大野篤史³, 高橋勲⁴, 荒木努¹,

秩父重英², 金子健太郎^{4,5}

Col. of Sci. & Eng. Ritsumeikan Univ.¹, IMRAM-Tohoku Univ.²,

IWASAKI ELECTRIC Co., Ltd.³, ROST⁴, RISA⁵,

○K. Kimura¹, S. Kawabata¹, K. Shima², K. Matsuo³, K. Uchida³, A. Oono³, I. Takahashi⁴, T. Araki¹,

S. F. Chichibu², and K. Kaneko^{4,5}

E-mail: re0185ks@ed.ritsumei.ac.jp

岩塩構造酸化マグネシウム亜鉛(rs-MgZnO)は真空紫外領域での発光が確認されており[1], 低圧水銀灯の代替材料として有望である. しかしながら, 発光素子として実用化を目指した場合, サファイアのような真空紫外領域で光吸収が少ない基板を用いる必要がある[2]. この時の課題は, サファイアと rs-MgZnO の結晶構造が異なる点であり, 高品質な薄膜を成長させるためにはバッファ層の導入が重要となる. 岩塩構造酸化マグネシウム(rs-MgO)は *c* 面サファイア基板上で<111>方向に配向成長し[3], rs-MgZnO 膜のバッファ層として利用することで格子歪を緩和することが出来る. 本研究では成長温度(T_g)と前駆体材料を変化させ, ミスト CVD 法により *c* 面サファイア基板上に rs-MgO 薄膜を成膜し, バッファ層としての有用性を評価した. T_g は 600°C から 1100°C まで 100°C 毎に変化させた. 原料溶液には $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ と $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ を選択し, それぞれの前駆体濃度を 0.05 mol/L として 20 vol% の酢酸水溶液に溶解させた.

図1にX線回折測定による $2\theta/\omega$ プロファイルを示す. $T_g = 600^\circ\text{C}$ から 1000°C までの試料は rs-MgO 薄膜が<111>方向に配向成長したが, $T_g = 1100^\circ\text{C}$ では<001>方向へ配向した. rs-MgO 薄膜の(111)面回折のロックングカーブ測定では, T_g 上昇に伴い半値幅が増加し, 900°C で一度減少した後再び増加する傾向がみられた. また, 表面 AFM 観察では, T_g 上昇に伴い結晶粒サイズの減少が確認され, 900°C 前後において結晶粒の形状変化と RMS 値の急激な増加が確認された. 以上の結果から 900°C 成長において核形成の様式が変化し, その後の成長様式も変化したと考える. 当日は断面 TEM 観察の結果についても報告する.

[1] K. Ishii *et al.*, APEX **12**, 052011 (2019). [2] 木村航介他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 16p-Y1311-11 (2025). [3] S. Choopun *et al.*, APL **80**, 1529–1531 (2002).

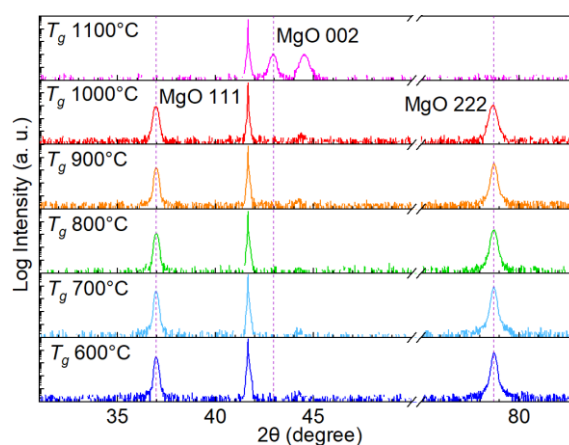


Fig. 1: X-ray $2\theta/\omega$ scanning profiles of rs-MgO film on *c*-plane sapphire substrate depending on T_g .

ミスト CVD 法による選択成長を用いた α -Ga₂O₃ 光導波路の検討

Investigation of α -Ga₂O₃ Optical Waveguides

Fabricated by Selective Area Growth using Mist-CVD

東大先端研¹, 東大生研² (M1) 豊島 慶大¹, 神野 莉衣奈¹, Pholsen Natthajuks², 岩本 敏^{1,2}

RCAST, Univ. of Tokyo¹, IIS, Univ. of Tokyo²

[○]Keidai Toyoshima¹, Riena Jinno¹, Natthajuks Pholsen², Satoshi Iwamoto^{1,2}

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

α -Ga₂O₃ は、約 5.4 eV という非常に大きなバンドギャップを有する超ワイドギャップ半導体であり、予想される高い絶縁破壊電界強度から、次世代パワーデバイス材料として注目されている[1]。一方、そのフォトンクス応用については十分に検討が進んでいないが、広い波長帯域で透明で、屈折率の小さい sapphire 基板上にエピタキシャルに成長可能であることから[2]、可視～近赤外領域のフォトリックプラットフォームとしても活用できる可能性がある。我々のグループでは、ドライエッチングを用いた sapphire 基板上 α -Ga₂O₃ 光導波路の作製し、可視域での光伝搬を実証している[3]。しかし、ドライエッチングを用いた手法では、プロセス由来の側壁のラフネスにより光損失が生じることが課題となっている。本研究では、選択成長によるファセット面の形成[4]を利用して高品質な側壁を持つ導波路形成の可能性を検討した。

実際の α -Ga₂O₃ 導波路構造は、SiO₂ をマスクとしてミスト CVD 法を用いて選択成長により作製した。作製された導波路の断面構造は、導波路の伝搬方向と sapphire の *c* 面基板の結晶軸の関係に応じて変化した。*a* 軸方向の導波路ではファセット面として *r* 面と *s* 面が現れ断面形状が六角形となり (Fig. 1(a))、*m* 軸方向の導波路は *a* 面がファセット面として現れ長方形の断面形状となった (Fig. 1(b))。また、図中の幅 *w* と高さ *h* は今回作製した導波路では、*a* 軸方向で *w* = 2.3 μ m, *h* = 0.79 μ m となり、*m* 軸方向では *w* = 2.9 μ m, *h* = 0.80 μ m となった。それぞれの構造について電磁界シミュレータ Tidy3D を用いて伝搬モード解析を行い、通信波長帯の 1.3 μ m で光導波が可能であることを確認した (Fig. 1(c), (d))。さらに、幅 *w* が 2 μ m の条件では、高さ *h* を 0.48 μ m から 0.77 μ m の範囲にすることで、どちらの断面形状でもシングルモード導波路となることを数値解析で確認している。当日は、作製した α -Ga₂O₃ 導波路の構造評価および光学特性評価の結果について報告する予定である。

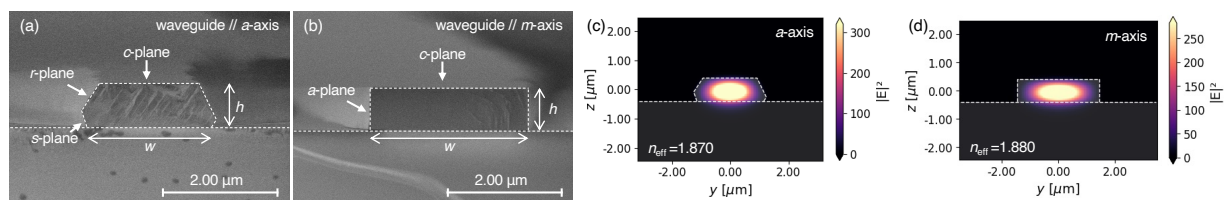


Fig. 1 Cross-sectional SEM images of waveguides on *c*-plane sapphire substrates along the (a) *a*-axis and (b) *m*-axis. Simulated field distributions of the fundamental mode for waveguides along the (c) *a*-axis and (d) *m*-axis. The simulation wavelength is 1.3 μ m.

[1] Y. Oshima *et al.*, Appl. Phys. Lett. **121**, 260501 (2022). [2] D. Shinohara and S. Fujita, Jpn. J. Appl. Phys. **51**, 070203 (2012). [3] 飯嶋他、第 85 会秋季応物講演会, 20p-A22-12 (2024). [4] R. Jinno *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **58**, 120912 (2019).

[謝辞] 本研究の遂行にあたりご協力いただいた石田悟己氏、西岡政雄氏に深く感謝申し上げます。また、本研究は科学研究費補助金 (22H00298, 22H04962, 25K17958)、上廣 UTokyo 先端研支援プログラムの支援を受けて実施されました。

傾斜バッファ層/TiO₂ 基板上の ルチル構造酸化ゲルマニウムエピタキシャル成長層を用いた 縦型 Schottky 障壁ダイオード

Vertical Schottky barrier diodes with r-GeO₂ epilayers
grown on graded (Ge_xSn_{1-x})O₂ buffer layers on TiO₂ substrate

○鐘ヶ江 一孝¹, 島添 和樹², 清家 一朗¹, 西中 浩之¹
(京都工繊大¹, 名工大²)

○K. Kanegae¹, K. Shimazoe², I. Seike¹, H. Nishinaka¹
E-mail: kanegae@kit.ac.jp

ルチル構造酸化ゲルマニウム(r-GeO₂)は、酸化ガリウムと同等の広いバンドギャップを有し、両極性ドーピングが可能であると理論予想されているため[1]、次世代パワーデバイス材料として注目を集めている。一方で、高品質な r-GeO₂ エピタキシャル成長層を得ることが難しく、これまで、電子デバイス応用に向けた検討は限定的であった[2]。我々のグループでは、r-GeO₂ エピタキシャル成長層と TiO₂ 基板の間に(Ge_xSn_{1-x})O₂ 傾斜バッファ層を導入することで、r-GeO₂ と TiO₂ の格子ミスマッチを段階的に緩和し、単相の r-GeO₂ エピタキシャル成長層を得ることに成功した[3]。本研究では、r-GeO₂ エピタキシャル成長を用いて縦型 Schottky 障壁ダイオード(SBD)を作製し、r-GeO₂ エピタキシャル成長層の電気的特性と SBD のデバイス特性を評価したので報告する。

ミスト CVD により、成長温度 850℃にて、Sb ドープ(Ge_xSn_{1-x})O₂ 傾斜バッファ層と r-GeO₂ エピタキシャル成長層を Nb ドープ TiO₂ 基板上に成長した。r-GeO₂ エピタキシャル成長層は、UID のもの[4]と Sb をドーピングした試料を作製した。r-GeO₂ エピタキシャル成長層表面に Ni Schottky 電極を、TiO₂ 基板裏面に Ohmic 電極を形成し、縦型 Schottky 障壁ダイオードを作製した。作製した Schottky 障壁ダイオードに対して、室温にて電流-電圧($I-V$)特性と容量-電圧($C-V$)特性を評価した。

SBD の $I-V$ 特性結果を Fig. 1 に示す。いずれの SBD においても明瞭な整流性が確認された。これらの SBD に対して、 $C-V$ 特性を評価し、実効ドナー密度の深さ分布を求めた。結果を Fig. 2 に示す。UID 試料については、傾斜バッファ層にドーピングした Sb が結晶成長中に拡散し、一部がドナーとして働いた結果、Fig. 2 に示すような指数関数的な実効ドナー密度の分布を示したと考える[4]。Sb をドーピングした試料については、比較的均一に実効ドナー密度が分布していることが確認された。より詳細な評価・解析結果について、当日議論する。

【謝辞】本研究は JST FOREST Program (JPMJFR222M)と科研費 若手研究 (JP24K17308)の支援を受けたものです。

- [1] S. Chae, *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **114**, 102104 (2019).
[2] H. Takane, *et al.*, *Appl. Phys. Express* **17**, 011008 (2024).
[3] K. Shimazoe, *et al.*, *Appl. Phys. Express* **17**, 105501 (2024).
[4] K. Kanegae, *et al.*, *Appl. Phys. Express* **18**, 041001 (2025).

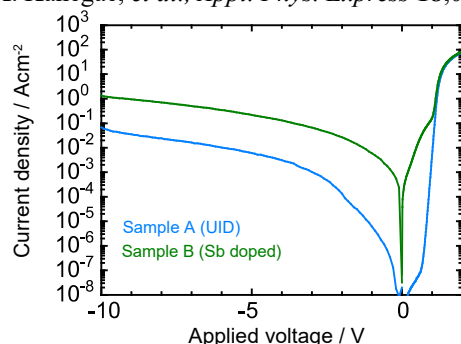


Fig. 1. $I-V$ characteristics of r-GeO₂ SBDs.

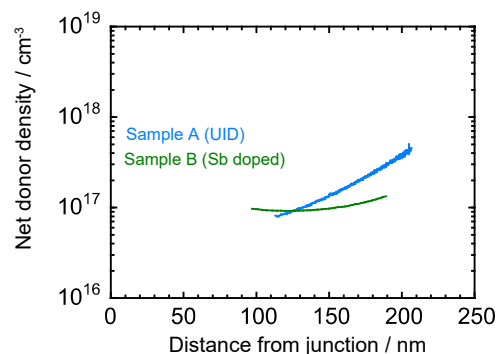


Fig. 2. Depth profiles of net donor density in r-GeO₂ epilayers obtained by $C-V$ characteristics of r-GeO₂ SBDs.

キャリア寿命測定を用いた β 酸化ガリウムのキャリア捕獲準位の評価 Carrier trapping energy levels in β -Ga₂O₃ observed by carrier lifetime measurements

名工大¹, (株)ノベルクリスタルテクノロジー²

○(M2)石原 拓真¹, 島添 和樹¹, 佐々木 公平², 加藤 正史¹

NITech¹, Novel Crystal Technology, Inc.², °T. Ishihara¹, K. Shimazoe¹, K. Sasaki², M. Kato¹

E-mail: cmj13014@ict.nitech.ac.jp

β 型酸化ガリウム (β -Ga₂O₃) は 4.8 eV という広いバンドギャップを持つことから、高耐圧なパワーデバイスに向けた材料として注目を集めている。 β -Ga₂O₃ の実用化に向けて、結晶欠陥の理解が重要である。キャリアライフタイム測定は欠陥を評価する一般的な方法の一つであり、 β -Ga₂O₃ においてもヘテロ pn 接合デバイスの活用が進むに従い、報告例が出始めている[1]。本研究では、時間分解フォトルミネッセンス (TR-PL) を用いて β -Ga₂O₃ 中のキャリア捕獲準位を評価した。

試料には n+ β -Ga₂O₃ 基板上 n- β -Ga₂O₃ エピ膜 (膜厚: 15 μ m) を用い、エピ側と基板側それぞれに測定を行った。波長 266 nm のパルスレーザ (パルス幅: 1 ns) を基板側から照射し、キャリアライフタイムの温度依存性を室温から 250°C まで測定した結果を図 1 に示す。減衰初期に現れる時定数の小さな速い減衰成分 (信号強度: $1 \sim 1/e^4$) と減衰途中から現れる時定数の大きな遅い減衰成分 (信号強度: $1/e^4$ 以下) が現れ、遅い減衰の時定数は温度が上がるにつれて小さくなった。この遅い減衰成分は価電子帯側の深いトラップ準位に起因することが示唆される。遅い減衰成分として TR-PL 信号強度が $1/e^4 \sim 1/e^5$ となる範囲で時定数を抽出し、キャリアの捕獲、放出確率の速度方程式を用いた数値解析を行った。図 2 に、実験的に得られた時定数と数値計算で得られた時定数の温度依存性を比較した結果を示す。実験値は白抜き四角で、トラップ準位 (E_T) を変化させた計算値は線で表されている。トラップ準位は価電子帯上端の上 0.65 eV の位置にあることがわかった。この値は β -Ga₂O₃ の欠陥ではなく、自己束縛正孔 (STH) のエネルギー準位として既に報告されている値とほぼ一致する[2]。以上の結果より、本研究ではキャリアライフタイム測定によって STH のエネルギー準位を実験的に定量することに成功した。

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。

[1] V. Grivickas et al, ACS Appl. Electron. Mater. 7, 1829-1841 (2025)

[2] T. Gake et al, Phys. Rev. Mater. 3, 044603 (2019)

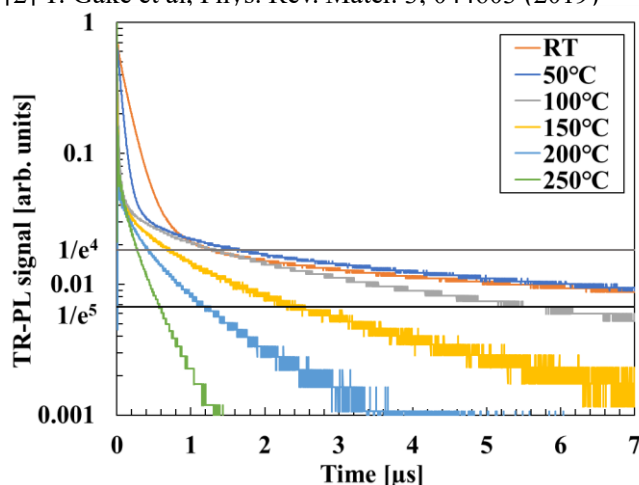


Fig. 1. Temperature dependence of TR-PL decay curve on the substrate side.

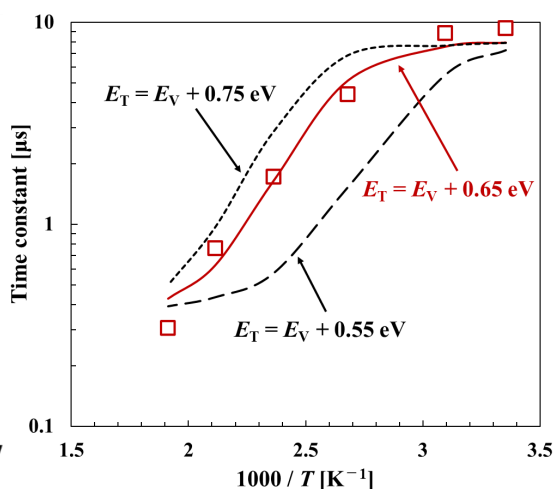


Fig. 2. Temperature dependence of the time constant of the slow decay component.

積層欠陥・マイクロクラック・転位網組み合わせの(001)面方位 HVPE β 型酸化ガリウムショットキーバリアダイオードキラ欠陥

Killer Defects, a Combination of Stacking Faults, Microcracks, and Dislocation Networks in (001) HVPE-grown Ga_2O_3 Schottky Barrier Diodes

佐賀大院理工¹, 佐賀大シンクロトロン², (株)ノベルクリスタルテクノロジー³

(M1) [○]佐藤 誠¹, 江口 正徳², ニロイ サハ チャンドラ¹, ラオ バダリ ナラヤナ³, 林 家弘³,
佐々木 公平³, 嘉数 誠¹

Dept. Sci. and Eng., Saga Univ.¹, Saga Univ. Synchrotron.², Novel Crystal Technology, Inc.³

M. Sato¹, M. Eguchi², N. C. Saha¹, R. Badari³, C-H. Lin³, K. Sasaki³, M. Kasu¹

E-mail: 25730015@edu.cc.saga-u.ac.jp

1. はじめに

我々はこれまでに、高感度エミッション顕微鏡およびシンクロトロン X 線トポグラフィを用いて EFG (Edge-defined Film-fed Growth) 基板に HVPE (Hydride Vapor Phase Epitaxy) 成長した β - Ga_2O_3 縦型ショットキーバリアダイオード (SBD) のキラ欠陥の同定やリーク電流のメカニズムを明らかにしてきた。本報では、SBD のエミッション顕微鏡、シンクロトロン X 線トポグラフィを用いて、キラ欠陥を同定し、さらに走査電子顕微鏡 (SEM) および走査透過電子顕微鏡 (STEM) 観察により、その欠陥が HVPE 膜中に発生した積層欠陥、マイクロクラック、転位網の組み合わせであることを見出したので報告する。

2. 実験方法

縦型 SBD は、EFG 法で育成した (001) 面 β - Ga_2O_3 基板に HVPE エピ成長し、基板表面に Ni/Au ショットキー電極、裏面に Ti/Au オーミック電極を形成した構造である。電極幅 3200 μm の SBD に、逆方向電圧を印加し、リーク電流による微弱な発光を超高感度 CCD カメラ搭載のエミッション顕微鏡で裏面から観察した。さらにそのキラ欠陥をシンクロトロン X 線トポグラフィ、SEM および STEM により観察し、キラ欠陥となった各種欠陥を解析した。

3. 結果と考察

エミッション顕微鏡で観察した SBD (電極幅 3200 μm) は、逆方向バイアス-80 V 印加時において、-896 nA のリーク電流が流れ、微弱な発光が観察された。エMISSIONスポット周辺の HVPE 膜表面の SEM 像を図 1 に示す。

図 1 より、HVPE 膜表面に、積層欠陥 (SF#13-1 から#13-3) および転位網を伴ったマイクロクラック (MC#13-4 から#13-8) が観察された。積層欠陥は、(001) 表面では、[110]または[1 $\bar{1}$ 0]方向に延伸しており、断面 STEM 観察から HVPE 膜中に生じていることがわかった。また、表面 STEM 観察から積層欠陥およびマイクロクラックの周辺には、転位網が形成されていることがわかった。以上の結果から、逆バイアス印加時のリーク電流は、積層欠陥、マイクロクラック、転位網の組み合わせによる欠陥が起因することがわかった。

4. おわりに

本研究では、(001)面 HVPE β - Ga_2O_3 縦型 SBD のキラ欠陥をエミッション顕微鏡およびシンクロトロン X 線トポグラフィを用いて調査し、SEM および STEM 観察より、積層欠陥、マイクロクラック、転位網の組み合わせがキラ欠陥であることを見出した。

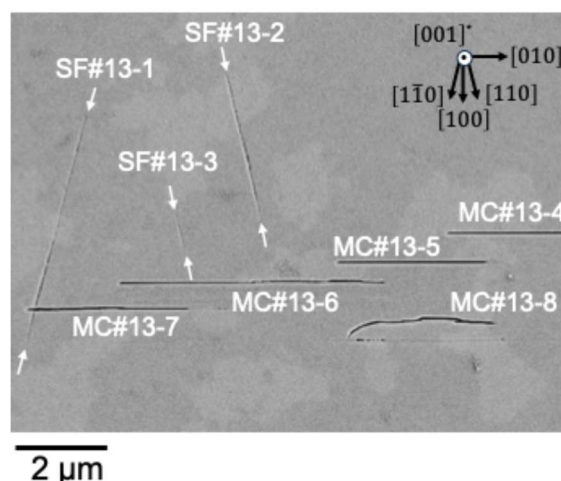


Fig.1 SEM image of SBD (#C0732). Stacking faults (SFs) and micro-cracks (MC) were observed.

燃料電池セパレータ用の水溶液出発 Nb ドープ TiO₂ 薄膜Aqueous Solution Derived Nb-Doped Anatase TiO₂ Coatings for Fuel Cell Separators中部大院工¹, 東大院理², 分子科学研究所³, 立命館大総研⁴○中村彩夏¹, 内藤蓮人¹, 有賀恵美¹, 篠智仁², 中山亮², 清水亮太³, 金子健太郎⁴,
一杉太郎², 山田直臣¹Chubu Univ.¹, Univ. Tokyo², Inst. Mol. Sci.³, ROST Ritsumeikan Univ.⁴○A. Nakamura¹, R. Naito¹, M. Ariga¹, T. Sudare², R. Nakayama², R. Shimizu³, K. Kaneko⁴,
T. Hitosugi², N. Yamada¹

E-mail: n-yamada@fsc.chubu.ac.jp

【はじめに】我々は、燃料電池用のステンレス鋼 (SUS304) 製セパレータの保護膜として、導電性のアナターゼ型 Nb ドープ TiO₂ (TNO) 薄膜を検討している¹⁾。実用的な観点から、水溶液を前駆体とするミスト化学気相堆積法 (mist-CVD) での作製に取り組んできた。しかし、水溶液出発で成膜した TNO 薄膜は不連続な繊維状集合構造を示し (図 1a)²⁾, 保護機能が期待できない。不連続性の解決が重要な課題である。本研究では水溶液出発の mist-CVD で連続構造の TNO 薄膜を SUS304 上に形成することに取り組んだ。

【実験】非晶質の TNO 薄膜を SUS304 箔上へ基板温度 200 °C で mist-CVD により成膜した。その後、結晶化させるために非晶質 TNO 薄膜を 700 °C で 1 時間、真空アニールした。前駆体溶液は (NH₄)₄[Ti₂(C₆H₄O₇)₂(O₂)₂] と C₄H₄NNbO₉ の水溶液である。そこへ少量の過酸化水素を添加した。TNO 薄膜と炭素繊維紙間の接触抵抗 (R_c) は、1 MPa の圧力を印加して電流電圧 (I - V) 測定により評価した。また、TNO 薄膜の表面形態と組成は、走査型電子顕微鏡 (SEM) とエネルギー分散型 X 線分光装置 (EDS) で評価した。

【結果と考察】水溶液出発の mist-CVD で作製された TNO 薄膜の構造は、前駆体溶液のミスト生成速度 (r_{mist}) に敏感であった。 r_{mist} は単位時間あたりの溶液質量の減少量として定義した。 r_{mist} は超音波発生器表面と溶液表面の距離 (d) により変化した。 $d = 14$ mm (条件 A) のとき $r_{\text{mist}} = 1.2$ g/min であったが、 $d = 20$ mm (条件 B) に拡張すると $r_{\text{mist}} = 1.6$ g/min に増加した。この r_{mist} の差はわずかであったが、薄膜構造に大きな変化をもたらした。条件 A で得た TNO 薄膜は、従来報告されている不連続な繊維状集合構造を示したが (図 1a), 条件 B では連続膜が得られた (図 1b)。この連続構造は EDS マッピング測定でも確認した。

図 2 に、条件 B で作製した試料の I - V 特性を示す。 R_c はこの傾きと炭素繊維との接触面積から求めた。その結果、 $R_c = 7.9 \text{ m}\Omega \text{ cm}^2$ が得られた。この値は、新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) が 2030 年までに目標とする $3.0 \text{ m}\Omega \text{ cm}^2$ に達していない。しかし、初期の段階で $R_c < 10 \text{ m}\Omega \text{ cm}^2$ が得られたことは水溶液出発の TNO 薄膜の高いポテンシャルを有することを示唆している。成膜条件の最適化により、NEDO の目標値を達成できることが期待される。

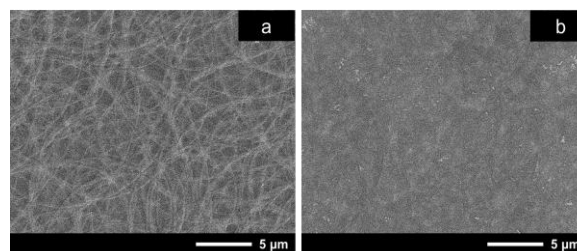


図 1 水溶液出発の TNO 薄膜の表面構造
(a: 条件 A の TNO 薄膜, b: 条件 B の TNO 薄膜)

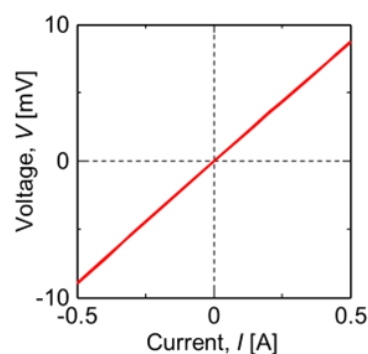


図 2 条件 B で作製した試料の I - V 特性

【謝辞】本研究は、NEDO 助成事業 (JPNP20003, JPNP25002) の支援を受けて実施された。

【参考文献】

1. T. Sudare et al., *ACS Appl. Electron. Mater.* **7**, 2785 (2025).
2. R. Naito et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* **63**, 045504 (2024).

ミスト CVD 法によるアモルファス TiO_x への Li イオン注入・拡散と LIB 特性Li ion injection and diffusion into amorphous TiO_x by mist CVD and LIB characteristics¹神奈川大工, ²神奈川大工研, ³埼玉大理工研, ⁴埼玉県産業技術総合センター, ⁵(株)天谷製作所¹Kanagawa Univ., ²Kanagawa Univ. RIE, ³Saitama Univ., ⁴SAITEC, ⁵AMAYA CO., LTD小林史弥¹, 白井肇^{2,3}, 栗原英紀⁴, 山本孔明⁵, 何海燕⁵, 曾根宏隆³, 佐藤知正^{1,2}, 大野俊典⁵

F. Kobayashi, H. Shirai, H. Kurihara, Y. Yamamoto, H. He, H. Sone, T. Sato, T. Ohno

1.はじめに：先行研究でミスト CVD 法により Cu 箔上に作製したアモルファス(a-) TiO_x が LIB 負極材料, 固体電解質として機能する可能性を示した[1,2]。しかし、そのサイクル特性は低い。この原因の1つが a- TiO_x への Li 注入機構によると推測された。今回はミスト CVD 法で作製した a- TiO_x に電気化学的に Li を注入し、これが LIB 充放電特性に与える影響を評価した。また、 LiPF_6 ミスト照射による a- TiO_x への Li イオン拡散について分析した。

2.実験：a- TiO_x は 0.015M $\text{Ti}(\text{acac})_2\text{O}i\text{Pr}_2/\text{CH}_3\text{OH}$ 希釈溶液から、基板温度：200°C、30 nm 厚でグラファイト電極上に成膜した。a- TiO_x に対して、Ar 雰囲気中 200°C で 3-6h 脱水処理後、正極： LiCoO_2 電極、電解液：1M LiPF_6 , EC-DMC(1:2), セパレータ：cell-guard2320 から電池を構成した。電気化学的 Li 注入（還元電流：25 μAcm^{-2} , 1 時間）、を行った後、定電流充放電試験を行った。a- TiO_x を充放電前後の a- TiO_x および Li-a- TiO_x/Cu 界面の評価は SEM, EDX, SE により行い、a- TiO_x 膜中 Li^+ イオンの拡散プロファイルは電解液：1M LiPF_6 (EC:DMC=1:2) ミストを様々な条件で a- TiO_x に照射し、GD-OES 分析した。

3.結果：図 1 は Li 注入有無での充放電レート特性およびサイクル特性を示す。Li 注入は 50 μA で 2.5V まで行った。明らかに Li 注入により各レートにおける容量が増大し、サイクル特性が向上した。この結果から Li-a- TiO_x の形成が電池性能に大きく影響することが示された。

図 2 は Cu 上 a- TiO_x (60-70 nm 厚) に室温で LiPF_6 ミスト照射後の Li 元素の深さ方向プロファイルを示す。大気中のミスト照射にも関わらず Li が a- TiO_x 裏面まで到達していることがわかる。同様の結果は Si, Al 上でも確認された。以上の結果は、初期の Li 注入による a- TiO_x 界面の Li^+ イオン注入に対するエネルギー障壁の低減がレート/サイクル特性の向上可能であることを示唆する。Li 注入条件による LIB 特性及び Li イオン拡散について議論する。

[1]福島他：第 71 回応物春季予稿集 24a-12G-7, [2]豊嶋他：第 72 回応物春季予稿集 15p-P12-22

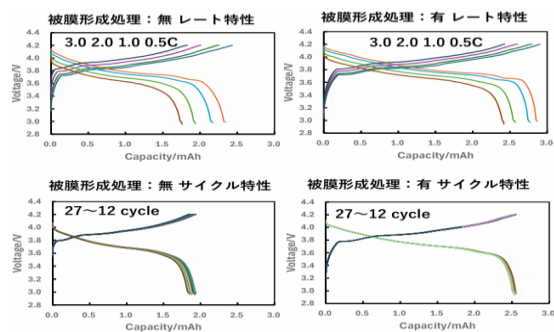


FIG. 1 Rate and Cycle characteristic of a TiO_2 / graphite - LiCoO_2 , (a) without and (b) with current injection treatment

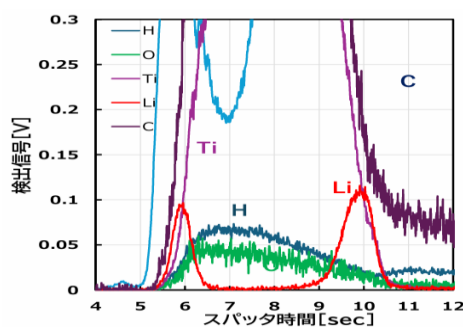


FIG. 2 GD-OES depth profile of Li element in LiPF_6 mist exposed a- TiO_x/Cu