

15 Crystal Engineering | Poster presentation : 15.1 Bulk crystal growth

[7a-P02-1~2] 15.1 Bulk crystal growth

[7a-P02-1]

SiGe crystal growth experiments aboard the ISS

○Yasutomo Arai¹, Kyoichi KINOSHITA², Toshonori Taishi³ (1.JAXA, 2.Meiji Univ., 3.Shinshu Univ.)

[7a-P02-2]

Optical absorption and photoluminescence from FZ grown Mn doped bicolor spinel

○Tooru Katsumata¹, Ayaka Kojima¹, Toma Sekino¹, Miu Kouno¹, Kotomi Kimura¹ (1.Tooyo Univ.)

国際宇宙ステーションを利用した SiGe 結晶成長実験 SiGe crystal growth experiments aboard the ISS

°荒井 康智¹、木下 恭一^{1,2}、太子 敏則³

(1.JAXA、2.明治大学、3.信州大学)

°Y. Arai¹, K. Konoshita², T. Taishi³

(1. JAXA, 2. Meiji Univ., 3. Shinshu Univ.)

E-mail: arai.yasutomo@jaxa.jp

【背景と目的】

国際宇宙ステーション (ISS) に設置されている温度勾配炉(GHF)を利用した SiGe 結晶成長実験を 2022 年から 2027 年までに合計 8 回実施予定である。

本報告では、電気炉の動作確認を兼ねて実施した Run #2 の結晶成長実験について EPMA (Electron Probe Micro Analyzer) による組成分布と結晶成長極初期に観察された、界面不安定化の特徴及び結晶成長速度等を報告する。

【実験内容】

SiGe 結晶成長法は飽和溶融帯法(TLZ 法)[1]を利用して実施した。実験試料は、直径 20mm 長さ 20mm の Si<100>種子、20mm 長さの溶融帯形成 Ge 結晶及び 20mm 長さの Si 原料部を炭素容器に収めて石英管に真空封入し、Nb 合金製のカートリッジに封入した。結晶成長中の固液界面位置を成長縞位置から観察するために、電気炉温度を 1℃と 0.5℃の温度 step をランダムに 12 回印加した。Step 間隔は 0.5 時間から 50 時間の間隔で変更した。地上に回収した SiGe 結晶は成長軸と平行に切断し SEM 組成像を撮影した。

【実験結果と議論】

育成された SiGe 結晶の平均組成は $\text{Si}_{52}\text{Ge}_{48}$ で成長距離は 18.7mm であった。結晶断面の SEM 組成像で成長縞を観察した領域の拡大図を Fig. 1 に示す。図中の黄色点線に示すように、合計 12 回の Step のうち結晶成長開始から 5 時

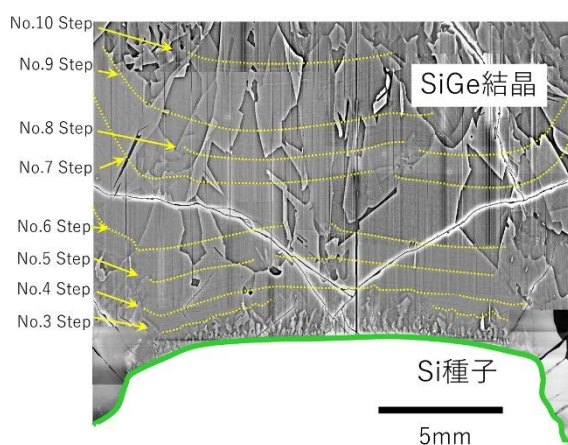


Fig. 1. SEM-COMPO image of the vicinity of the Si seed in a SiGe grown aboard the ISS.

間後の No.3 から 90 時間後の No.10 Step は明瞭に観察された。No.11 及び 12 は多結晶化による大きな界面の乱れのため観察が困難であった。成長初期の結晶中心軸付近では組成的過冷却による Facet セル成長が観察されており No.3 Step は観察が困難であった。成長開始 0.5 時間後の No.1 及び 1.5 時間後の No. 2 もセル成長領域において観察された。

講演では、特に Si 種子と SiGe 結晶境界付近における Facet セルの詳細な界面形状と結晶成長速度及び拡散係数の関係について議論する。

[1] K.Kinoshita, *et al.*, J. Cry. Growth, 388 (2014), 12-16.

Mn 添加バイカラスピネルの光吸収および蛍光評価

Optical absorption and photoluminescence from FZ grown Mn doped bicolor spinel

東洋大理工, °勝亦 徹, 小島 愛弥加, 関野 登真, 甲野 美羽, 木村 心静

Toyo Univ., °Toru Katsumata, Ayaka Kojima, Toma Sekino, Miu Kouno, Kotomi Kimura

E-mail: katsumat@toyo.jp

はじめに

浮遊帯域溶融法 (FZ 法) を使ってスピネル (MgAl_2O_4) を成長する際に雰囲気ガス中の酸素濃度を調節することによってバイカラスピネルが成長できる¹。ここでは、図1のような MnO を添加したバイカラスピネル (MgAl_2O_4) を成長し、光吸収スペクトル評価を行った。

実験

原料の組成比 $x=\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.0 \sim 0.3$, MnO 濃度 0.1 ~ 3.0mol%, O_2 濃度 0 ~ 100 vol% の成長条件で MnO 添加バイカラスピネル (MgAl_2O_4) を成長した。育成雰囲気中の酸素濃度の影響について、光吸収スペクトルを測定して検討を行った。

結果

組成比 $x=0.3$ および 1.0, MnO 添加濃度 3.0 mol% のスピネルの成長中に 100 vol% O_2 から 100 vol%Ar に雰囲気ガスを変更したバイカラスピネルを図 1 に示した。異なる酸素濃度で育成した結晶の光吸収スペクトルの変化および光吸収ピーク強度の MnO 添加量による変化を図 2, 3 に示した。光吸収スペクトルの変化は、育成雰囲気中の酸素濃度の変化によって Mn イオンの酸化数が変化するためと考えられる²。

*結晶評価にご協力いただいた東洋大学 人見杏実さんに感謝します。

参考文献

1. A. Hitomi, R. Watanabe, A. Mori, Y. Kobayashi, R. Sakata, A. Kojima, T. Katsumata, H. Aizawa, J. Crystal Growth, 641 (2024) 127764.
2. T. Katsumata, H. Mitomi, H. Nagayama, Y. Orihara, M. Aoki, A. Yoshida, K. Shiratake, S. Minowa, T. Sakuma, H. Aizawa, S. Komuro, Journal of Crystal Growth, 468 (2017) 387-390.

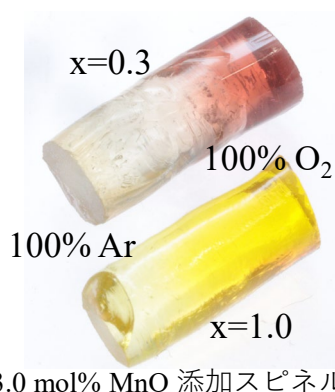


図.1 MnO 添加バイカラスピネル。

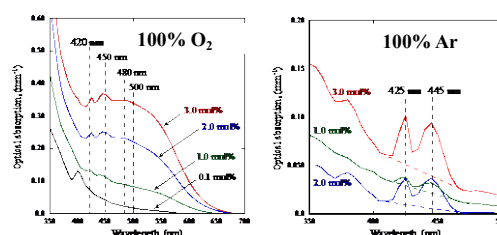


図.2 MnO 添加スピネルの光吸収スペクトル。

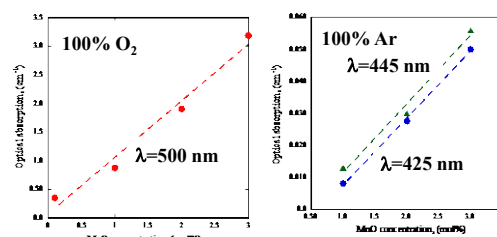


図.3 波長 500 nm、445 nm、425 nm の光吸収ピーク強度の MnO 添加量による変化。

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.1 Bulk crystal growth

[8a-N202-1~8] 15.1 Bulk crystal growth

[8a-N202-1]

[The 58th Young Scientist Presentation Award Speech] Thermal assessment in a crystal growth furnace by surrogate modeling of the dynamic response

Orikito Murakami^{1,2}, Kenji Inoue³, Junsei Takada⁴, Shiika Itoi², Akira Yoshikawa^{1,2,3}
(1.Tohoku Univ. IMR, 2.C&A Corp., 3.Tohoku Univ. NICHe, 4.Tohoku Univ. Eng)

[8a-N202-2]

Growth of $\text{Ca}_{0.582}\text{Sr}_{0.418}\text{F}_2$ single crystals by μ -PD method

OHiroyuki Ando¹, Tsuyoshi Kumagai¹, Kazuya Takahashi¹, Nobuhiko Sarukura², Kazumasa Sugiyama³, Tsuguo Fukuda¹ (1.Fukuda Crystal Lab., 2.ILE, Osaka Univ., 3.IMR, Tohoku Univ.)

[8a-N202-3]

Lattice-matched $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ single crystal substrates for diamond film growth

OTsuyoshi Kumagai¹, Hiroyuki Ando¹, Miyuki Tase¹, Kazuya Takahashi¹, Shigeru Suzuki², Kazumasa Sugiyama³, Tsuguo Fukuda¹ (1.Fukuda Crystal Lab., 2.microSIC, Tohoku Univ., 3.IMR, Tohoku Univ.)

[8a-N202-4]

Transient Process Conditions during Ammonothermal Crystal Growth of GaN

OSaskia Carola Schimmel¹, Daisuke Tomida², Kohei Shima³, Tohru Ishiguro³, Yoshio Honda², Shigefusa F. Chichibu³, Hiroshi Amano² (1.FAU Erlangen-Nuremberg, 2.Nagoya Univ., 3.Tohoku Univ.)

[8a-N202-5]

Lattice constant evaluation of Fe-Ga single crystals grown by vertical Bridgman method

OKiyoshi Izumi¹, Kazuhiko Okubo¹, Masaaki Sato¹, Kazutaka Osako¹ (1.Sumitomo Metal Mining)

[8a-N202-6]

Continuous Growth of 2-inch $\text{Ca}_3\text{Ta}(\text{Ga},\text{Al})_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ Piezoelectric Single Crystals

OYuui Yokota^{1,2}, Yuji Ohashi³, Yasuhiro Shoji⁴, Akira Yoshikawa^{1,2,4} (1.IMR, Tohoku Univ., 2.NICHe, Tohoku Univ., 3.Akita Pref. Univ., 4.C&A)

[8a-N202-7]

Single crystal growth of layered oxychalcogenides containing tellurium

OTakahiro Kato^{1,2}, Yuki Iwasa¹, Yuui Yokota³, Shigeyuki Ishida¹, Akira Yoshikawa³, Taichiro Nishio², Hiroshi Eisaki¹, Hiraku Ogino¹ (1.AIST, 2.Tokyo Univ. of Sci., 3.Tohoku Univ.)

[8a-N202-8]

Single crystal growth of layered oxypnictides by utilizing their melting properties

OChihiro Yamaki^{1,2}, Takahiro Kato^{1,2}, Taichiro Nishio¹, Hiraku Ogino² (1.TUS, 2.AIST)

動的応答のサロゲートモデリングによる結晶育成炉内の熱アセスメント Thermal assessment in a crystal growth furnace by surrogate modeling of the dynamic response

東北大金研¹, C&A², 東北大工³, 東北大 NICHe⁴, [○]村上力輝斗^{1,2}, 井上憲司³, 高田順正⁴, 糸井椎香², 吉川彰^{1,2,3}

IMR, Tohoku Univ.¹, C&A Corp.², NICHe, Tohoku Univ.³, Eng. Tohoku Univ.⁴

[○]Rikito Murakami^{1,2}, Kenji Inoue³, Junsei Takada⁴, Shiika Itoi², Kei Kamada^{2,3}, Akira Yoshikawa^{1,2,3}

E-mail: rikito.murakami.d4@tohoku.ac.jp

【背景】 良質なバルク結晶を育成する上で、炉内熱環境の最適化は避けがたい課題である。従来、結晶育成炉内における熱環境のアセスメントは、しばしば有限要素法等の熱流体シミュレーションと実験における温度計測結果との比較を通じて行われてきた。一方でこうした計算による予測には、物性値の不確かさや形状の簡素化などにもなう現実との不一致、断熱材の劣化による熱伝導率の変化や、揮発物による表面輻射率の変化といった影響を受けるために、炉内環境のデジタルツインとしての再現を行うことは困難であった。この課題に対し我々は、(i) 状態方程式を用いたステップ応答のシステム同定と、(ii) ガウス過程による不確かさを包含したサロゲートモデリング、を組み合わせることで、現実の炉内環境をより正確に再現するシステムの構築を行うことを目指した。ここで、融液成長におけるメニスカスの動的安定性には、熱と形状の2つの自由度が関与する。そこで本研究では、形状の自由度を制限でき、かつ動的応答が高速に取得できる Dewetting マイクロ引下げ (μ -PD) 法を対象に解析を行った。

【手法と結果】 濡れ性の低いセラミックス坩堝を用いた合金単結晶線材の高速育成法である Dewetting μ -PD 法により、 $\phi 0.8\text{mm}$ のイリジウム合金線材を育成した[1]。引下速度ないし投入熱量をステップ状に増大し、坩堝直下の線材および坩堝底面の温度変化を二色式放射温度計によって測定した。続いて有限要素法ソフトである COMSOL Multiphysics を用いて炉内環境を再現する軸対称モデルを作製した (図1)。第一に入力変数に関する網羅的な感度解析を行い、放射温度計の観測点における温度に与える影響度を定量化した。影響度の高い変数を対象に、実験計画法により選定された独立性の高い変数群に対する計算を行い、ガウス過程回帰によってサロゲートモデルを構築した。なおこの際、引下速度のステップ状の上昇を模擬した非定常計算を行い、得られた温度プロファイルを動的モデルを用いてシステム同定することにより系の動的挙動を定量化し、サロゲートモデルに組み込んだ。温度計測点におけるステップ応答の実測値と従来の計算値、サロゲートモデルを用いたキャリブレーション後の値の比較から、より再現性の高いモデル構築手法の有効性を実証した。

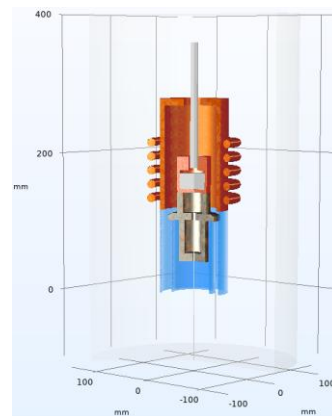


図1 Dewetting μ -PD 法のジオメトリ

[1] R. Murakami, et al., ACS Omega. 6 (2021) 8131–8141.

μ -PD 法による $\text{Ca}_{0.582}\text{Sr}_{0.418}\text{F}_2$ 単結晶作成

Growth of $\text{Ca}_{0.582}\text{Sr}_{0.418}\text{F}_2$ single crystals by μ -PD method

福田結晶研¹, 阪大レーザー研², 東北大 IMR³

○安藤宏孝¹, 熊谷毅¹, 高橋和也¹, 猿倉信彦², 杉山和正³, 福田承生¹

Fukuda Crystal Lab.¹, ILE, Osaka Univ.², IMR, Tohoku Univ.³

○Hiroyuki Ando¹, Tsuyoshi Kumagai¹, Kazuya Takahashi¹, Nobuhiko Sarukura²,

Kazumasa Sugiyama³, Tsuguo Fukuda¹

E-mail: ando@fxtal2002.com

【はじめに】 $\text{Ca}_{0.582}\text{Sr}_{0.418}\text{F}_2$ (以下、CSF)は CaF_2 に Sr が加わることにより、立方晶系で晶出し、結晶格子が強化され、 CaF_2 よりも高品質、高性能¹⁾が期待されている。我々はチョクラルスキー法によりレンズが作成出来るサイズでの結晶²⁾作成を検討しているが、今回、新たな試みとしてマイクロ引下げ(μ -PD)法にて CSF を作成し、結晶の結晶性、結晶特性を検証した。

【実験内容】結晶作成は既に報告³⁾してきた CaF_2 と同様の方式とし、白金とカーボン坩堝を使用した。坩堝の底部孔の形状は複数用意した。原料は事前に混合熔融したスカベンジャー有、無の2種類の CSF 原料を準備し、それを砕いた欠片を坩堝に投入、シードは CaF_2 単結晶 $\langle 111 \rangle$ 方位を使用した。雰囲気は真空引き後、Ar ガスで複圧、育成中は Ar ガスを 1.0L/min で常時フローとした。熔融直前の原料にシードタッチし、温調後に引下げによる育成を開始。作成結晶は光学観察、X 線による格子定数、XRC(半値幅)、光透過率を測定し、既存の CaF_2 と比較した。

【結果】図1に $\phi 2\text{mm}$ 孔のカーボン坩堝でスカベンジャー無しで作成した $\phi 2\text{mm} \times 215\text{L}$ の CSF 結晶の一部と断面を示す。結晶外観は全体で透明であり、高い透明度の結晶が作成出来た。結晶方位は $\langle 111 \rangle$ 。また、図2に $8\text{mm} \times 2\text{mm} \times 95\text{L}$ 孔のカーボン坩堝でスカベンジャー無しで作成した $8\text{mm} \times 2\text{mm} \times 95\text{L}$ の板状結晶を示す。結晶方位は $\langle 111 \rangle$ 。カーボン坩堝を使用した実験では結晶形状の制御が可能である。今後は各種測定結果から本実験の有用性を検証し、結晶品質及び結晶特性、結晶形状制御の向上を継続実験していく予定である。

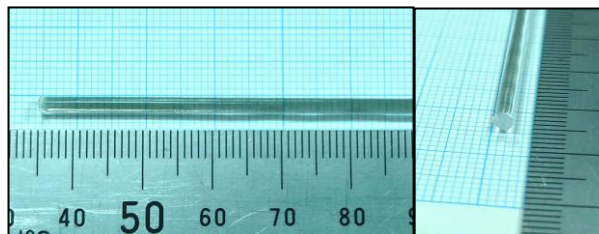


図1 棒状 CSF 結晶($\phi 2\text{mm} \times 215\text{L}$)

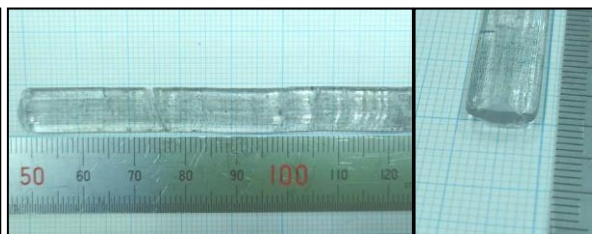


図2 板状 CSF 結晶($8\text{mm} \times 2\text{mm} \times 95\text{L}$)

1) D. Klimm., et al., JCG, (2008) 310, 152-155.

2) K. Takahashi., et al. JCG, (2024), 628, 127541.

3) 里永知彦ら 2004 年 春季 第 51 回応用物理学関係連合講演会

ダイヤモンド膜成長用の格子整合する $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ 単結晶基板

Lattice-matched $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ single crystal substrates for diamond film growth

福田結晶研¹, 東北大 μSIC ², 東北大金研³,

○熊谷毅¹, 安藤宏孝¹, 田勢美雪¹, 高橋和也¹, 鈴木茂², 杉山和正³, 福田承生¹

Fukuda Crystal Lab.¹, μSIC , Tohoku Univ.², IMR, Tohoku Univ.³

○Tsuyoshi Kumagai¹, Hiroyuki Ando¹, Miyuki Tase¹, Kazuya Takahashi¹, Shigeru Suzuki²,

Kazumasa Sugiyama³, Tsuguo Fukuda¹

E-mail: kumagai@fxtal2002.com

【はじめに】現在、ダイヤモンドの CVD 成長にはダイヤモンド基板、Ir / sapphire 基板が使われている。それぞれ、大口径のダイヤモンドが無い、サファイアとダイヤモンドが格子整合しないなどの問題がある。我々はダイヤモンドと格子不整合が小さな Ni 及び Cu に注目して、それらの単結晶の開発を行ってきた^{1),2)}。今回、ダイヤモンドと格子整合が期待される $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ 単結晶に着目し、CZ 法を用いて、 $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ 単結晶作成及びその基板を作製し評価を行った。また、CVD 成長では基板の温度が上がることから、Ni-Cu 単結晶の格子の熱膨張についても評価を行った。

【実験内容】Vegard 則からダイヤモンドの格子定数 $3.57 \text{ \AA}$ なので、原料の組成は Ni : 53.0 at%、Cu : 47.0 at%と推測され、また状態図で固相線、液相線が離れている為、狙いの結晶組成より Cu リッチの原料を用いた。また比較のために結晶組成の原料での育成も行った。原料の Cu と Ni をアルミナ坩堝に入れて、Ni 単結晶シードを用いて CZ 法で結晶を作成した。インゴットの表面をラウエで評価した。格子定数、組成を測定し、切断、研磨で(111)基板を作成して XRC などの評価を行った。また高温 X 線回折により格子の熱膨張について評価した。



Fig.1 $\phi 2''$ $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ ingot

【結果】Fig.1 に作成した $\phi 2''$ の Ni-Cu 単結晶インゴット、Fig.2 に作製した(111)ウエハを示す。インゴット表面で明瞭なラウエパターンが得られており、単結晶であることが確認できた。結晶の荒れた表面は、状態図より Ni と Cu は全率固溶するが、液相線と固相線に差があるため過冷却状態での成長になり易く不安定な成長を引き起こしたと推察される。また結晶は、Cu:48.8 at%の時に格子定数は $3.56 \text{ \AA}$ でダイヤモンドとほぼ同値であった。当日、詳細な情報を報告する。

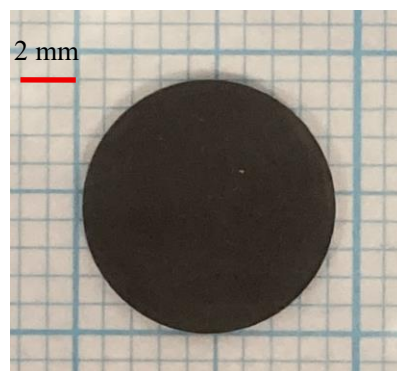


Fig. 2 $\phi 9 \text{ mm}$ $\text{Ni}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}$ wafer

1) Kawamata, T., Kumagai, T., Sugiyama, K., & Fukuda, T., et al. JCG (2021) 573, 126271.

2) Takahashi, K., Kumagai, T., Sugiyama, K., & Fukuda, T., et al. JCG (2025) 649, 127957.

Transient Process Conditions during Ammonothermal Crystal Growth of GaN

FAU Erlangen-Nuremberg¹, Nagoya Univ.², Tohoku Univ.³ °Saskia Schimmel¹, Daisuke Tomida²,

Kohei Shima³, Tohru Ishiguro³, Yoshio Honda², Shigefusa F. Chichibu³, Hiroshi Amano²

E-mail: saskia.schimmel@fau.de

The ammonothermal method is a key technology for producing gallium nitride (GaN) bulk crystals [1-3]. In this contribution, we elucidate the changes of thermal field and fluid flow during the transition from etch-back to growth conditions. This transition is controlled by an inversion of the set temperatures of the heaters. While we have previously investigated the changes of outer autoclave wall temperature distribution [4], this study focuses on the transient conditions inside the autoclave (GaN crystals, GaN nutrient, supercritical ammonia, baffle, autoclave wall). The temperature difference between nutrient and seed depends strongly on seed position, particularly at quasi-stable conditions for etch-back and crystal growth, respectively. In the temperature profile plot in Fig. 1 a), this is highlighted by red and pink arrows, respectively. This simulation result is in clear agreement with the seed position dependency of the remaining thickness of seeds and the growth rates that were experimentally determined from cleavage planes of crystals grown at the respective positions (Fig. 1 b). An insight gained solely via the numerical simulations is that during the set temperature inversion process, significant temperature differences occur between seeds and surrounding fluid (Fig. 1 c). Further results will be presented.

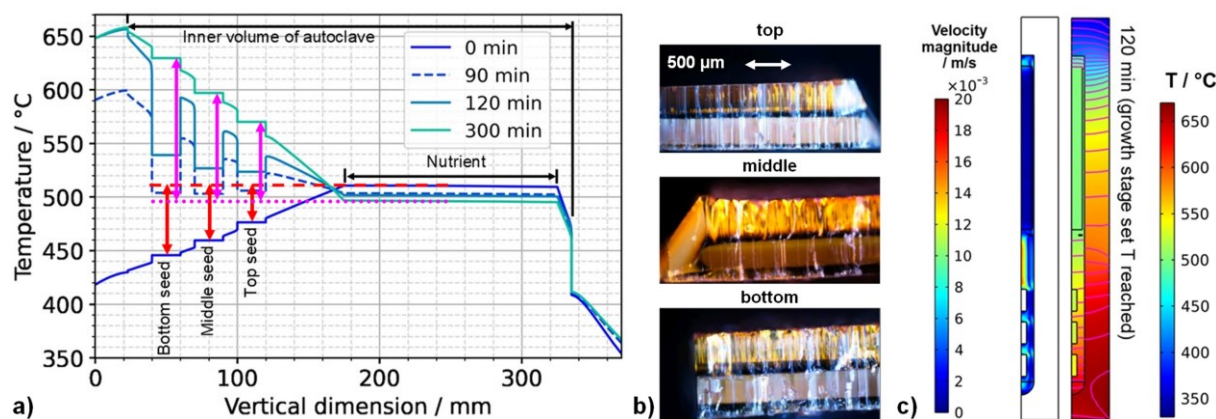


Fig. 1 a) Temperature profiles along the center of the autoclave (simulated). Red arrows highlight temperature differences between nutrient and seeds at quasi-stable conditions of the etch-back phase of the process. Pink arrows highlight equivalent temperature differences at quasi-stable growth stage conditions. b) UV fluorescent micrographs of cleavage planes of crystals grown at the top, middle, and bottom seed positions. c) Flow velocity and temperature distribution upon reaching of the set temperatures (simulated). Figures based on [5].

Acknowledgements: Funding by JSPS (grant number P19752) and Alexander von Humboldt Foundation (Feodor Lynen Return Fellowship) as well as support by a Casiozaidan research grant are acknowledged.

[1] R. Dwilinski et al., Acta Phys. Pol. A 88 (1995) 833–836. [2] D. Tomida et al., Appl. Phys. Express 13 (2020) 055505. [3] T. Wostatek et al., Materials 17 (2024) 3104. [4] S. Schimmel et al., Crystals 11 (2021) 254. [5] S. Schimmel et al., Materials 16 (2023) 2016.

VB 法で育成した Fe-Ga 単結晶の格子定数評価

Lattice constant evaluation of Fe-Ga single crystals grown by vertical Bridgman method

住友金属鉱山¹

○泉聖志¹, 大久保和彦¹, 佐藤昌明¹, 大迫千峰¹

Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.¹

○Kiyoshi Izumi¹, Kazuhiko Okubo¹, Masaaki Sato¹, Kazutaka Osako¹

E-mail: kiyoshi.izumi.d3@smm-g.com

【はじめに】

我々は垂直ブリッジマン(VB)法を用い、IoT (Internet of Things)向けの磁歪式振動発電に使用可能な Fe-Ga 磁歪合金単結晶を育成している[1]。振動発電デバイスの発電出力を安定化するために、Fig. 1 に示す平面研削を利用した Fe-Ga 板の加工技術を開発した[2]。今回我々は、本加工技術の格子定数への影響を調査したので、その結果を報告する。

【実験方法】

カーボンヒーターを用いた抵抗加熱式 VB 炉にて、主面方位(100)の Fe-Ga 種子結晶を用い、坩堝降下速度 5mm/hr.にて 1.7 インチ角の Fe-Ga 角柱単結晶を育成した。Fig. 2 (a)のように、角柱単結晶を側面と平行にワイヤーソーで切断し、表面2面を鏡面研磨した 8×7.5×1.1mm Fe-Ga 素子を作製し、側面2方向も鏡面研磨した(Fig 2 (b)参照)。次に、二次元X線回折装置による表面および側面2方向の(200)回折角測定より、3方向の格子定数を評価した。次に上記素子の表面2面を平面研削し、8×7.5×1.0mm Fe-Ga 素子とし(Fig 2 (c)参照)、側面2方向の(200)回折角測定より、2方向の格子定数を評価した。

【結果】

Fig. 2 に格子定数の評価結果を示すが、鏡面研磨仕上げでは3方向の格子定数に規則性は見られなかった。平面研削仕上げでは表面の加工変質層により回折角測定ができなかったが、側面2方向に注目すると、y方向の格子定数が大きくなっており、平面研削により y 方向に引張応力が優位に発生していると考えられる。

[1] 泉 他, 第 68 回応用物理学会春季学術講演会, 17p-Z32-5 (2021)

[2] 泉 他, 第 82 回応用物理学会秋季学術講演会, 10p-N221-4 (2021)

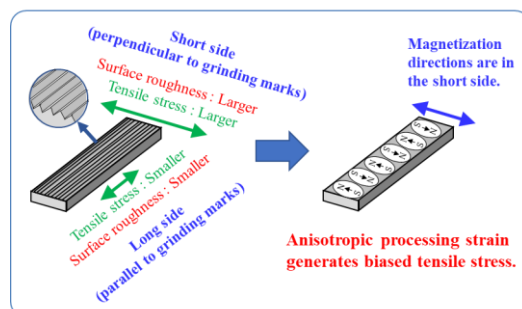


Fig.1 Control method of magnetization directions by the surface grinding

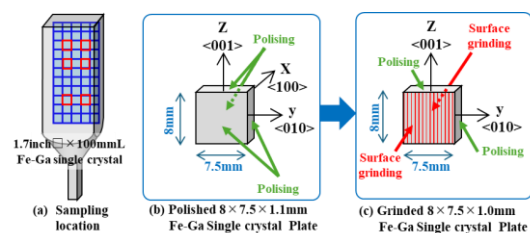


Fig.2 Details of the samples for lattice constant evaluation

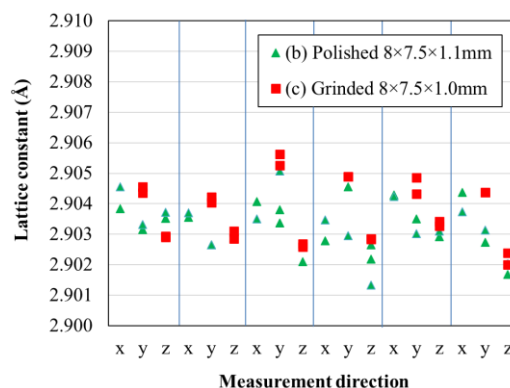


Fig.3 Relationship between measurement direction and lattice constant of Fe-Ga plates

Cz 法による 2 インチ径 $\text{Ca}_3\text{Ta}(\text{Ga},\text{Al})_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ 圧電単結晶の連続育成

Continuous Growth of 2-inch $\text{Ca}_3\text{Ta}(\text{Ga},\text{Al})_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ Piezoelectric Single Crystals by Cz method

東北大金研¹, 東北大 NICHe², 秋田県立大³, C&A⁴

○横田 有為^{1,2}, 大橋 雄二³, 庄子 育宏⁴, 吉川 彰^{1,2}

IMR, Tohoku Univ.¹, NICHe, Tohoku Univ.², Akita Pref. Univ.³, C&A⁴

○Yuui Yokota^{1,2}, Yuji Ohashi³, Yasuhiro Shoji⁴, Akira Yoshikawa^{1,2,4}

E-mail: yui.yokota.a5@tohoku.ac.jp

[緒言] 高温における安定した圧電性能や室温近傍の高い周波数温度安定性、水晶と比較した高速起動性などの特徴によって、次世代の振動子やセンサー等の圧電素子として応用が期待されているランガサイト系圧電材料 $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ (CTGS) において、我々は Ga サイトへの Al 置換を行った $\text{Ca}_3\text{Ta}(\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x)_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ (CTGAS) 単結晶を作製し、結晶構造や材料定数、圧電特性の Al 置換量依存性を明らかにしてきた^[1,2]。CTGAS 単結晶の量産製造に対する開発として、チョクラルスキー (Cz) 法による 2 インチ径のバルク単結晶に既に成功しており^[3]、その事業化に向けて効率的な結晶育成プロセスの確立が必要となる。そこで、本研究では Cz 法による 2 インチ径 CTGAS 単結晶の結晶育成において、結晶育成後の坩堝内残メルトを活用した再チャージを行うことで、坩堝の洗浄を行うことなく、連続して結晶育成が可能となる連続結晶育成プロセスの開発を目的とした。

[実験方法] Ir 坩堝を用いた高周波誘導加熱型 Cz 法による 2 インチ径の $\text{Ca}_3\text{Ta}(\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x)_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ もしくは $\text{Ca}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$ 単結晶の育成を行った。連続結晶育成プロセスとして、結晶育成後の坩堝内残メルトに追加の原料を再チャージすることで、育成によって減少した分の原料を追加し、次の結晶育成を行った[図 1(a)]。育成した 2 インチ径単結晶の組成分析には ICP 発光分光分析を用いた。また、育成結晶の面内の音速分布評価を超音波マイクロスペクトロスコピー (UMS) 法で行った。

[結果・考察] 連続結晶育成した 2 インチ径の CTGAS 単結晶を図 1(b) に示す。1 回目の結晶育成によってクラックフリーの 2 インチ径単結晶を得ることができたため、坩堝内残メルトを利用して再チャージを行い、2 回目の単結晶育成を行った。2 回目の結晶育成においても、同様に 2 インチ径の単結晶がクラックフリーで育成することができた。一方で、さらに再チャージした後、3 回目の結晶育成を行ったところ、結晶内にクラックが発生した^[4]。この結晶内クラックの発生は、同じ原料融液で再現したことから、その原因が定比組成と調和溶融組成のずれから生じる融液組成の変化にあると考えた。そこで、ICP 分析によって育成した単結晶の組成分析を行ったところ、育成された単結晶は定比組成から僅かにずれた化学組成を有していることが分かった。調和溶融組成で連続結晶育成を行った結果に関しては、当日報告する。

[1] Y. Yokota, et al., *Mater. Today Commun.* 37 (2023) 107506; *J. Cryst. Growth* 468 (2017) 321.

[2] Y. Ohashi, Y. Yokota, et al., *Jpn. J. Appl. Phys.* 56(7) (2017) 07JB03.

[3] A. Yoshikawa, Y. Yokota, et al., *J. Cryst. Growth* 452 (2016) 135.

[4] Y. Yokota, et al., *J. Cryst. Growth* 652 (2025) 128013.

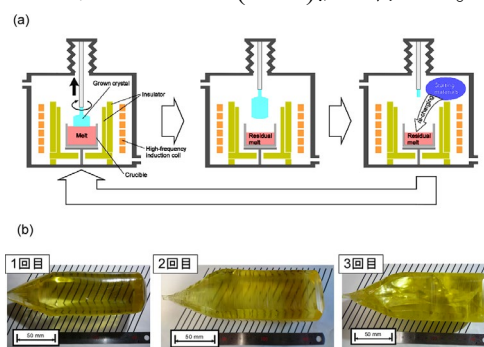


Fig.1. (a) Schematic diagram of continuous growth by Cz method. (b) 2-inch CTGAS single crystals by continuous growth using stoichiometric composition.

Te を含む層状オキシカルコゲナイドの単結晶育成

Single crystal growth of layered oxychalcogenides containing tellurium

産総研¹, 東京理科大², 東北大³ ○加藤隆寛^{1,2}, 岩佐祐希¹, 横田有為³,

石田茂之¹, 吉川彰³, 西尾太一郎², 永崎洋¹, 荻野拓¹

AIST¹, Tokyo univ. Sci.², Tohoku univ.³

E-mail: katou.takahiro@aist.go.jp

層状複合アニオン化合物は複数種のアニオンによって構成される層の積層構造を持ち、多彩な機能性を示す。ほぼ全ての化合物が分解溶融型と考えられていたが、我々は層状オキシカルコゲナイド $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Se}_2\text{O}_2$ やその類縁化合物が調和溶融を示し、融液成長法による単結晶育成が可能であることを報告している[1]。これまで単結晶育成に成功しているのは $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Se}_2\text{O}_2$ 、 $\text{Sr}_2\text{ZnCu}_2\text{S}_2\text{O}_2$ などカルコゲナイドが S・Se のもののみだが、類縁の Te 化合物では $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Te}_2\text{O}_2$ で高い熱電特性[2]、 $\text{Ba}_2\text{CoAg}_2\text{Te}_2\text{O}_2$ で Co^{2+} の特殊なスピン状態が報告されるなど、興味深い物性が報告されている。しかし、これらの報告は多結晶体を用いた評価のみであり、異方性や粒界の影響が考慮されていない。そこで本研究では、 $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Te}_2\text{O}_2$ ならびに中間組成である $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)_2\text{O}_2$ の単結晶育成及び物性評価を試みた。

多結晶体を固相反応法により合成し、熱分析および単結晶育成を試みた。 $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Te}_2\text{O}_2$ 多結晶試料を Pt 容器に密閉し熱分析を試みたところ、容器と融液が反応し、試料が分解していた。次に試料を Al_2O_3 容器に入れ Ar 雰囲気下で熱分析をしたところ、昇温過程において、 970°C および 1070°C 付近に 2 つの吸熱ピークが観察された。熱分析後の試料は溶融しており、重量は 0.7% 程度増加していた。これらのピークのうち、どちらが溶融ピークか判別するため、石英管に試料を真空封入し、 970°C および 1070°C にて焼成した試料を比較した。Fig. 1 に $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Te}_2\text{O}_2$ 試料の XRD パターンを示す。 970°C で焼成した試料は溶融凝固により結晶粒が成長したため(00 l) ピークが強くなっており、また相分解は発生していなかった。一方で 1070°C で焼成した試料では $\text{Cu}_{1.85}\text{Te}$ が生成していたため相の分解に由来するピークの可能性が高い。単結晶育成のため多結晶試料をタングステン管に挿入した状態で石英管に封入し、 1000°C で 6 h 焼成後、 2°C/h で徐冷を行った。Fig. 2 に示す通り、育成後の試料から $1.0 \times 0.5 \text{ mm}^2$ 程度の平板状結晶が得られた。中間組成の単結晶やその物性については講演にて議論する。

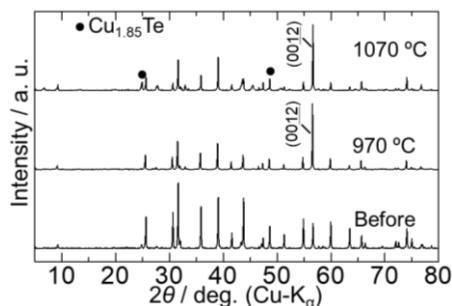


Fig. 1 XRD patterns of $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Te}_2\text{O}_2$ before and after melt-solidification.

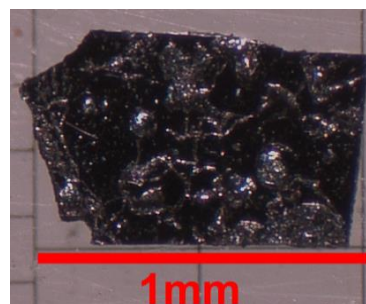


Fig. 2 As grown single crystal of $\text{Sr}_2\text{CoCu}_2\text{Te}_2\text{O}_2$

[1] T. Kato et al., *J. Korean. Ceram. Soc.* 2025 Vol. 62 498-503 [2] D. Song et al., *J. Mater. Chem. C*, 2018 Vol 6 12260

熔融特性を利用した層状オキシニクタイトの単結晶育成

Single crystal growth of layered oxynictides by utilizing their melting properties

東京理科大学¹ 産業技術総合研究所²

八巻ちひろ^{1,2}, 加藤隆寛^{1,2}, 西尾太一郎¹, 荻野拓²

Tokyo university of science¹, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology²

Chihiro Yamaki^{1,2}, Takahiro Kato^{1,2}, Taichiro Nishio¹, Hiraku Ogino²

E-mail: Yamaki.chihiro@aist.go.jp

【背景と目的】層状複合アニオンは構造や元素選択の自由度が高く、多種多様な機能性発現する。しかし多元系で蒸気圧の高い元素を多く含むことから、多くの物質が分解熔融型と考えられてきた。我々は $\text{Sr}_2\text{ZnCu}_2\text{Se}_2\text{O}_2$ など、21222 型と呼ばれる構造を持つ層状オキシカルコゲナイドで調和熔融を示す物質が多く存在していること、アルカリ土類金属サイトや遷移金属サイトを全置換した場合でも多くの場合調和熔融性が維持されることを明らかにしている[1]。一方、 $\text{Sr}_2\text{M}_3\text{As}_2\text{O}_2$ ($M = \text{Mn}, \text{Zn}$) など、21222 型構造にはニクタイト (P, As, Sb, Bi) を含む化合物も数多く報告されている。これらは比較的高い熱電特性を持ち、単結晶化により特性向上が期待出来るだけでなく、鉄系超伝導体関連物質としても興味深い。そこで本研究では、調和熔融性が 21222 型層状オキシニクタイトでも維持されるか検討を行った。

【実験方法・結果】多結晶試料を固相反応法により合成した。目的組成に従い、原料粉末を N_2 雰囲気下で混合・ペレット成型し、タンマン管に入れ石英管に真空封入した。 $\text{Sr}_2\text{Mn}_3\text{As}_2\text{O}_2$ は 900°C で 15 h 焼成することで単相の多結晶を得た(Fig.1Before)。層状オキシカルコゲナイドでは試料を Pt 容器に密閉して熱分析装置で熔融特性を評価することが可能だったが、オキシニクタイトは Pt 容器とニクタイトが反応し、この方法では測定が行えなかった。そこで、 25°C 間隔で焼成温度を変化させ、試料の相および結晶粒サイズの変化を観察した。その結果、 $\text{Sr}_2\text{Mn}_3\text{As}_2\text{O}_2$ は 1200°C 前後で融解することが分かった。Fig 1 に熔融前後の試料の XRD パターンを示す。熔融後の試料もほぼ単相の $\text{Sr}_2\text{Mn}_3\text{As}_2\text{O}_2$ であり、分解は見られなかった(Fig.1After)。また昇温後の試料には Fig2 に示すように $100\mu\text{m}$ 程度の結晶が多数含まれており、結晶成長が起こっていることも確認された。したがって $\text{Sr}_2\text{Mn}_3\text{As}_2\text{O}_2$ は調和熔融もしくはそれに非常に近いと考えられる。熔融特性と物性の詳細については当日発表する。

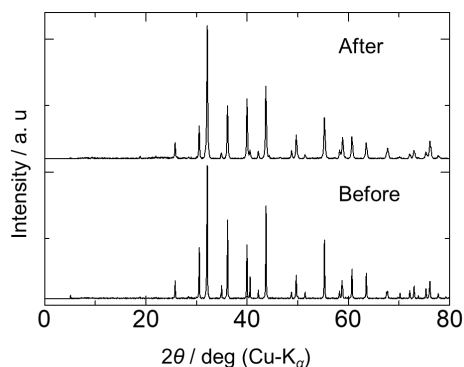


Fig1 XRD patterns of $\text{Sr}_2\text{Mn}_3\text{As}_2\text{O}_2$ before and after

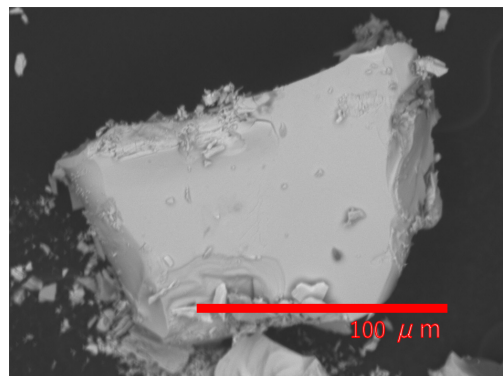


Fig2 SEM image of $\text{Sr}_2\text{Mn}_3\text{As}_2\text{O}_2$ single crystal

[1] T. Kato et al., Ceram. Int., 2024, 50, 21505

15 Crystal Engineering | Poster presentation : 15.2 II-VI and related compounds

[7a-P03-1~2] 15.2 II-VI and related compounds

[7a-P03-1]

Growth and characterization of CdTe single crystals by THM using off-stoichiometric polycrystals

○Hayato Tsuru¹, Akira Nagaoka¹, Isshin Sumiyoshi², Yoshitaro Nose², Kenji Yoshino¹
(1.Miyazaki Univ., 2.kyoto Univ.)

[7a-P03-2]

Evaluation of surface flatness in BeZnTe layers grown on InP substrates

○Eisuke Mogi¹, Ichirou Nomura¹ (1.Sophia Univ.)

オフストイキオメトリフィード多結晶を用いた THM 法による CdTe 単結晶成長と評価

Growth and characterization of CdTe single crystals by THM using off-stoichiometric polycrystals

°都留 颯人¹, 永岡 章¹, 住吉 孝心², 野瀬 嘉太郎², 吉野 賢二¹宮崎大工¹, 京大院工²

E mail: hn21214@student.miyazaki-u.ac.jp

1. はじめに

CdTe 単結晶は約 1.5 eV のバンドギャップおよび大きな原子番号を有するため、X 線検出器や γ 線検出器の材料として高いポテンシャルを持つ。放射線検出性能を最大化するためには、優れた電荷収集効率だけでなく、結晶中の余剰キャリアを抑制して高い電気抵抗を維持することが不可欠である[1]。Te 溶媒を用いた移動ヒーター法 (THM 法) では、ストイキオメトリに近い多結晶 CdTe に n 型ドーパントを導入して自己補償効果によって高抵抗化を図ってきた[2]。ドーピング挙動を適切に制御するには、THM 法に使用されるフィード多結晶のネイティブ欠陥の発生を理解、制御する必要がある。しかし、フィード組成をあえてオフストイキオメトリにした場合に、THM プロセスにおける欠陥形成の詳細や電気特性の変化はまだ不明な点が多い。本研究では、フィード多結晶の Cd/Te 組成比を意図的にオフストイキオメトリにし、CdTe 単結晶を成長させた。THM 法による成長後の単結晶中におけるネイティブ欠陥生成や電気特性に与える影響を評価する。

2. 実験方法

CdTe のチャンク (5N) に Cd (6N) および Te (6N) を添加し、Cd/Te 比を 0.83, 0.90, 1.00, 1.10, 1.20 とした多結晶を 1100 °C で 50 h 加熱して調製した。得られた多結晶と Te 溶媒 (フィード CdTe: Te = 50:50 mol %) を石英管に真空封入し、THM 法を用いて単結晶成長させた。成長条件は、成長温度 900 °C, 温度勾配 50 °C/cm, 成長速度 2–3 mm/day とした。得られた結晶を X 線回折 (XRD) 測定、X 線ロックアップカーブ (XRC) 測定、走査型電子顕微鏡 (SEM)、エネルギー分散型 X 線分析 (EDX)、ホール効果測定およびフォトルミネッセンス測定 (PL) により評価した。

3. 実験結果および考察

オフストイキオメトリ多結晶では XRD および SEM-EDX 解析から Cd および Te の析出物が確認された。一方で THM 法によって成長させた単結晶サンプルは Cd, Te が均一に分布していることが確認された。Fig. 1 に多結晶及び単結晶の比抵抗を示す。オフストイキオメトリ多結晶 CdTe (Cd/Te = 0.83–1.20) では Cd/Te > 1 の領域では n 型、Cd/Te ≤ 1 の領域では p 型を示し、Cd/Te 比を変化させると比抵抗は減少し、キャリア濃度が増加した。一方、THM 法にて成長させた単結晶では Cd/Te = 1.2 で仕込んだサンプルが $\rho = 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 、Cd/Te = 0.83 で仕込んだサンプルが $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ という高抵抗値を示した。これらの結果より、オフストイキオメトリ多結晶では過剰な Cd, Te がキャリア濃度や抵抗率に大きく影響する一方で、THM 法にて成長させた単結晶では溶媒中の再溶解により高い結晶品質と均一な組成制御が可能であることが示唆された。

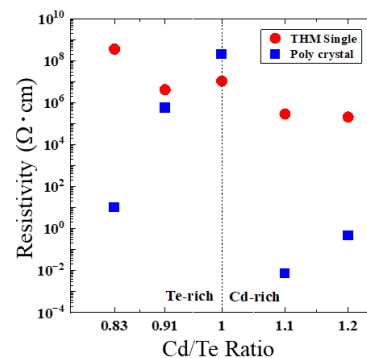


Fig. 1 Resistivity of CdTe as a function of Cd/Te ratio: Comparison between THM single and polycrystals

4. まとめ

本研究では THM 法に使用する Feed 多結晶の Cd/Te 組成 (0.83–1.20) を意図的にオフストイキオメトリにし、CdTe 単結晶を作製した。XRD 測定、SEM-EDX 測定、XRC 測定の結果から高品質な CdTe 単結晶成長が成功したことが確認された。また、ホール効果測定から Cd/Te ≤ 1 で仕込んだ多結晶由来の単結晶において高抵抗値が得られ、深い準位欠陥の存在が示唆された。

5. 引用文献

- [1] M. Funaki et al. *Proc. Int. Workshop on Semiconductor PET*, (2007).
- [2] K. Biswas and M.-H. Du. *New Journal of Physics* 14, 063020 (2012).

InP 基板上 BeZnTe における表面平坦性の評価

Evaluation of surface flatness in BeZnTe layers grown on InP substrates

上智大理工 ○(M1) 茂木英介, 野村一郎

Sophia Univ., Eisuke Mogi and Ichirou Nomura

E-mail: i-nomura@sophia.ac.jp

背景 : InP 基板上 II-VI 族半導体は可視光を含む幅広い波長域に対応する光デバイス等、様々な応用が期待される。特に、InP 基板に格子整合する BeZnTe は広い禁制帯幅(約 2.8eV)で且つ p 型ドーピング特性に優れ、更に Be を含むことで結晶強化も図れ、デバイス応用上重要な材料である[1]。本研究では、InP 基板上に作製した BeZnTe 層の結晶性を評価するため表面平坦性に着目し、Be 組成や格子不整合度との関係を調べたので報告する。

結果と考察 : 最初に試料を分子線エピタキシー (MBE) 法を用いて(100)InP 基板上に作製した。試料作製では、先ず InP 及び InGaAs バッファ層を成長後、ZnCdSe バッファ層、BeZnTe 層 (600nm)、ZnTe キャップ層 (5nm) を順次積層した。BeZnTe 層成長において Zn と Te の分子線供給量は固定し、Be セル温度 (Be 供給量) を変えて Be 組成の異なる試料を複数用意した。作製した試料は SEM 観察、XRD 測定及び原子間力顕微鏡 (AFM) 観察により評価した。Fig.1 に AFM 測定結果の一例として Be セル温度が 1020°C の場合の 3D-AFM 像を示した。この測定で得られた表面粗さの実効値 (RMS 値) は 0.690nm であった。Fig.1 及び表面 SEM 観察においても特に欠陥等の構造は見られず、高い平坦性が得られた。Fig.2 には RMS 値と XRD 測定から求めた BeZnTe の格子不整合度との Be セル温度依存性を示した。図より、Be セル温度が 994°C において格子整合していることが示された。一方、Be セル温度が格子整合条件よりも高い 1020°C において RMS 値が最も低い値となり、より平坦性が高いことが分かった。このことから、表面平坦性は格子整合だけでなく Be 組成も影響している複合的な要因に依ると考えられた。

文献 : [1] S.-B. Che, et al, JCG 214/215, 2000, p. 321 (2000).

謝辞 : 本研究の一部は、文科省科研費基盤 C(#23K03975)の援助を得て行われた。

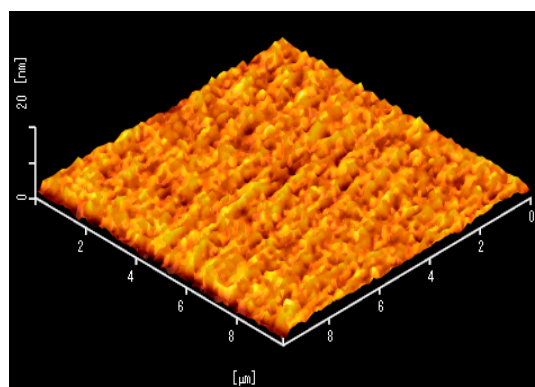


Fig.1 A 3D-AFM image of BeZnTe with Be cell temperature of 1020 °C.

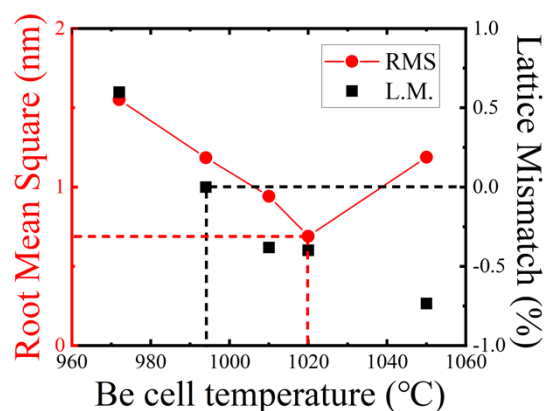


Fig.2 Dependence of RMS values obtained by AFM measurements and lattice mismatch of BeZnTe layers on Be cell temperature.

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.2 II-VI and related compounds

[8a-N305-1~3] 15.2 II-VI and related compounds

[8a-N305-1]

Consideration of the methods to increase Ga sublimation for increasing the film thickness of AgGaTe₂ thin films

○(M2)Tatsuya Sasaki¹, Masakazu Kobayashi^{1,2} (1.Waseda Univ., 2.Waseda Inst.)

[8a-N305-2]

Fabrication and optical characterization of CdTe/ZnTe quantum dots using Te desorption method

○Kotaro Tanaka¹, Mustofa Muhamad¹, Katsuhiko Saito¹, Qixin GUO¹, Tooru Tanaka¹ (1.Saga Univ.)

[8a-N305-3]

MBE Growth of P-doped ZnTe thin films using Zn₃P₂ source

○Hana Ogawa¹, Mustofa Muhammad¹, Katuhiko Saito¹, Guo Qixin¹, Tooru Tanaka¹ (1.Saga univ.)

AgGaTe₂ 薄膜の膜厚増加に向けた Ga 昇華量の増加方法の検討

Consideration of the methods to increase Ga sublimation for increasing the film thickness of AgGaTe₂ thin films

早大先進理工¹, 早大材研² ○(M)佐々木達也¹ 小林正和^{1,2}

Waseda Univ. Dept.of.EE.&BS.¹, Waseda Univ. Lab.for Mat.Sci.&Tech.² ○T.Sasaki¹, M.Kobayashi^{1,2}

E-mail: sasatatsu@fuji.waseda.jp

1. 研究背景

I-III-VI₂ 族カルコパイライト化合物である AgGaTe₂ に着目し、これを p 型層に用いた Glass / Mo / p-AgGaTe₂ / n-ZnIn₂S₄ / ZnO: Al 構造の太陽電池を作製している。AgGaTe₂ 薄膜はバッファ層である Ag₂Te を RF スパッタ法により堆積した後に近接昇華法によって Ga-Te 化合物を昇華・拡散させることで製膜している。現在作製している AgGaTe₂ 薄膜の膜厚は 1μm 程度であり、膜厚をさらに厚くすることでより多くの光を吸収できるようになることが期待される。また、AgGaTe₂ 薄膜の膜厚を増加させるためには Ag₂Te の膜厚を増加させただけで、十分量の Ga を拡散させる必要がある。以上より、近接昇華法でさらに多くの Ga を昇華させることが求められるため、本研究では Ga の昇華量を増加させる方法について検討を行った。最近では、⁽¹⁾近接昇華法における昇華時間の短縮により、過剰加熱によって生じていた AgGaTe₂ 薄膜内の穴を減らすことができた。このとき、Ga の昇華量を増加させる目的でソース原料である GaTe の量を増加させたものの、昇華する Ga の量は増加しない問題が発生していた。この理由として、ソース原料の量を増加させたとしても短い昇華時間では全体が十分加熱されることはなく、原料の量が違っても同じ昇華時間だと同じ量の原料しか昇華温度には到達していないことが考えられた。ここで、昇華温度に到達する原料の量を増加させるため、昇華温度よりもやや低い温度まで一旦昇温してから昇華温度へと昇温するという方法を考えた。具体的には、原料を昇華させる温度は 650℃であるが、それよりも前に 650℃よりもやや低温かつ Ga の昇華は発生しないと考えられる温度である 600℃~620℃まで昇温させて保持した後に 650℃へと昇温を行う。そのため本研究では、まず 620℃でソース原料を 65min 過熱して一旦原料全体の温度を 620℃にした後に、加熱温度を 650℃へと昇温して 15min 過熱することにより Ga の昇華量を増加させることを目指した。

2. 実験結果

XRF 測定結果を Table.1 に示す。620℃で加熱を行ってから昇華を行うことで Ga の昇華量を増加させることができ、ほぼストイキオメトリな AgGaTe₂ 薄膜を作製することができた。

XRD θ-2θ 測定結果を Fig.1 に示す。24.9°付近の AgGaTe₂ 由来のピークを増加させることができた。このことから、従来よりも AgGaTe₂ 薄膜の膜厚を増加させることができたといえる。ただ、25.8° 付近の Ga-rich な化合物である AgGa₅Te₈ 由来の回折ピークは出現せず、Ag-rich な化合物である Ag₉GaTe₆ 由来の回折ピークが出現した。

Ga の昇華量を増加させることができ、AgGaTe₂ 薄膜をストイキオメトリな状態で膜厚を増加させることができた。現在の薄膜はやや Ag の割合が多い状態になっていることから、さらに Ga の昇華量を増加させることで、膜厚を増加させた状態かつ Ga-rich な AgGaTe₂ 薄膜の作製を目指していく。そのためにソース原料の量を増加させることも検討している。

参考文献

(1)佐々木達也, 小林正和, 17p-K310-2, 第 72 回応用物理学会 春季学術講演会

Table.1 XRF 測定結果

T _{source} , T _{depo}	650℃ 15min		620℃ 65min annealing →650℃ 15min	
	Intensity (10 ³ count)	Conc. (mol%)	Intensity (10 ³ count)	Conc. (mol%)
Ag	17	23.6	37	27.8
Ga	290	23.8	460	22.9
Te	8.3	52.6	14	49.3

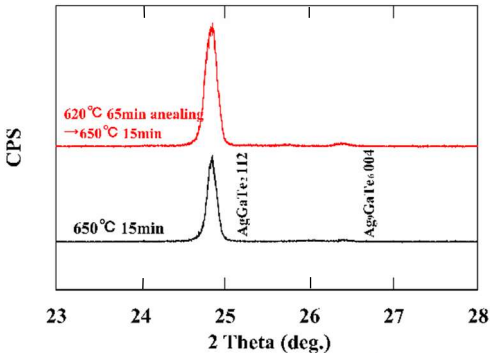


Fig.1 XRD θ-2θ 測定結果

本研究の一部は、
早稲田大学特定研究課題及び
環境整合材料基盤技術
共同研究拠点の援助により行われた。

Te 脱離法を用いた CdTe/ZnTe 量子ドットの作製と光学特性評価 Fabrication and optical characterization of CdTe/ZnTe quantum dots using Te desorption method

佐賀大院理工 田中 公太郎, ムハマド ムストファ, 齊藤 勝彦, 郭 其新, 田中 徹

Saga Univ. : K. Tanaka, M. Mustofa, K. Saito, Q. Guo, T. Tanaka

E-mail : 24730015@edu.cc.saga-u.ac.jp

1. はじめに

近年, 太陽電池の高効率化の手法として量子ドットを用いた中間バンド型太陽電池の研究が盛んに行われており, 代表的なものは分子線エビタキシー法 (MBE) を用いた InAs/GaAs などの III-V 族系量子ドットである[1]。II-VI 族系の CdTe と ZnTe はバンドギャップがそれぞれ 1.44eV と 2.26eV で, 価電子帯のエネルギーが隣接した Type-I ヘテロ接合を形成することから量子ドット中間バンド型太陽電池への応用に適した材料である。CdTe/ZnTe 量子ドットは Tinjod らが考案した Te 脱離法[2]と呼ばれる手法を用いて形成が確認されているが, 量子ドットのサイズや密度の制御ができていないのが現状である。そこで本研究では, Te 脱離後の保持時間や CdTe の積層数が形成される量子ドットのサイズや密度にどのような効果があるかを明らかにすることを目的とし, MBE を用いて CdTe 量子ドットの作製と光学特性の評価を行った。

2. 実験方法

MBE により GaAs(100)基板上に基板温度 250°Cにて ZnTe バッファ層を成長した。その後, 基板温度 400°Cにて再び ZnTe バッファ層を成長することで, 表面平坦性の優れた薄膜を得た。この ZnTe バッファ層上に基板温度 280°Cで CdTe 層を数 ML 成長した後, 基板温度を 170°Cに下げて Te を蒸着し, Te 脱離法を用いて量子ドット形成を誘起させた。Te を脱離させた後, 基板温度を変えずに数分間保持することで, CdTe 量子ドットの形成に与える効果を調べた。Te 脱離後の保持時間は 1min(#1), 13min(#2)とした。作製した試料の評価は反射高速電子線回折(RHEED), 原子間力顕微鏡(AFM), フォトルミネッセンス(PL)測定等により評価した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に CdTe 積層数 5ML で Te 脱離後の保持時間 1min(#1), 13min(#2) で作製した試料の RHEED 結果を示す。保持時間が短い試料は明瞭なスポットパターンが得られ, 保持時間が長くなると Fig. 1(b)に示すようにスポットパターンに加えストリークパターンも観察された。このことから, 保持時間を長くすることで表面の平坦化が進んだと推測される。Fig. 2 に, 同じ試料の AFM 像を示す。#1(1min) では量子ドットの直径は 30~80nm, 高さは 3~12nm であった。#2(13min) では直径が 30~65nm, 高さは 3~11nm であり, #1(1min) と比べてサイズが小さく, 密度も小さくなっていた。この結果から保持時間により量子ドットの形状や大きさ, 密度が変化することが分かった。これは RHEED の結果と一致している。PL 等については当日報告する。

[1] 岡田 至崇, 八木 修平, 大島 隆治, 応用物理 79 (2010) 206.

[2] F. Tinjod et al., Appl. Phys. Lett. 82 (2003) 4340.

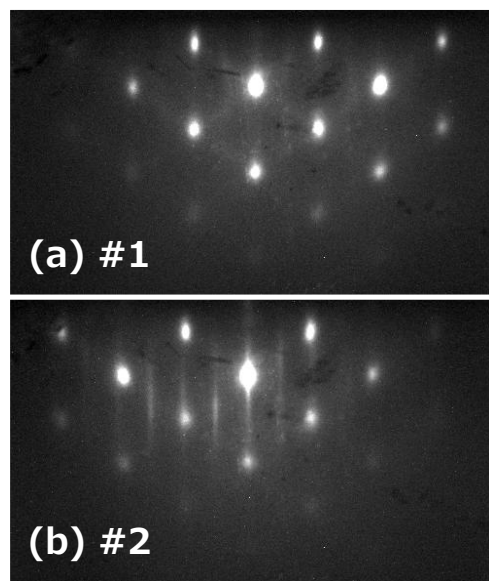


Fig. 1. RHEED patterns for samples with retention time (a) #1(1min) and (b) #2(13min) after Te desorption.

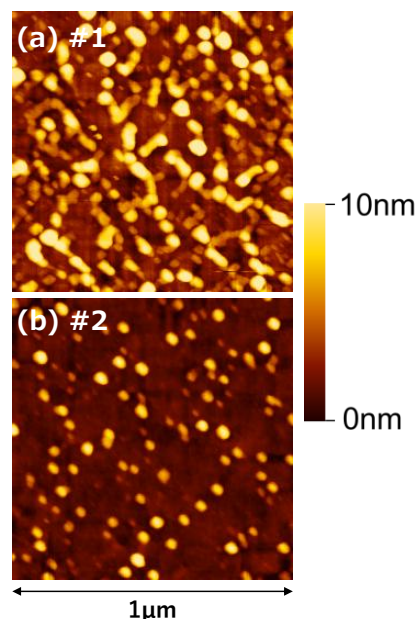


Fig. 2. AFM images for samples with retention time (a) #1(1min) and (b) #2(13min) after Te desorption.

Zn₃P₂ を用いた P ドープ ZnTe 薄膜の MBE 成長

MBE Growth of P-doped ZnTe thin films using Zn₃P₂ source

佐賀大院理工, °小川 はな, ムハマド ムストファ, 齊藤 勝彦, 郭 其新, 田中 徹

Saga Univ., °H. Ogawa, M. Mustofa, K. Saito, Q. Guo, T. Tanaka

E-mail: 25730008@edu.cc.saga-u.ac.jp

1. はじめに

テルル化亜鉛 (ZnTe) は 2.26eV のバンドギャップを持つ直接遷移型半導体である。近年, ZnTe 系高不整合材料である ZnTeO を用いた中間バンド型太陽電池が期待されているが, 太陽電池の高効率化のためには光吸収層のみならず周辺技術の確立も必要であり, 中でも p 型 ZnTe エピタキシャル膜の伝導制御は重要な課題の一つである。前回我々は分子線エピタキシー (MBE) による ZnTe 成長において, Zn₃P₂ が P ドーパント源として有望であり, Zn₃P₂ フラックスにより ZnTe 薄膜のホール濃度を制御可能であることを明らかにした[1]が, 他の成長条件がドーピング特性に与える影響については未検討であった。本研究では, 基板温度と供給 II/VI 族比が P ドープ ZnTe 薄膜の諸特性に与える影響を評価した。

2. 実験方法

P ドープ ZnTe 薄膜は MBE により GaAs(100)基板上に 1 時間成長した。この際, 基板温度を 300°C ~ 400°C, Zn/Te 供給フラックス比を 0.6 ~ 1.25 の範囲で変化させた。Zn₃P₂ フラックスは 1.0×10^{-4} Pa 一定とした。成長した薄膜に対して, フォトルミネッセンス(PL)測定, ホール効果測定, 二次イオン質量分析(SIMS)分析による評価を行った。

3. 結果と考察

Fig. 1 に基板温度を変化させて作製した薄膜の低温 PL スペクトルを示す。Fig. 1(a) に示すように基板温度 300°C の薄膜において, 2.33eV 付近に伝導帯-アクセプタ準位間遷移(FB)発光, 2.37eV 付近に束縛励起子(I_a)発光がみられる[2]。成長温度が上がるにつれて FB, I_a の強度が大きくなっている傾向がみられ, P の活性化が示唆される。また, Fig. 2 に Zn/Te フラックス比を変化させて作製した薄膜の低温 PL スペクトルを示す。基板温度は 400°C 一定とした。Zn/Te フラックス比 1.25 の薄膜で 2.33eV 付近に FB 発光, 2.37eV 付近に I_a 発光がみられる[1]。Zn/Te フラックス比が小さくなるにつれて I_a 発光のピーク強度は小さくなっており, Zn リッチな成長条件下であるほど P が活性化することがわかる。

[1] Mustofa 他, 2025 第 72 回応用物理学会春季学術講演会 15p-K302-8.

[2] M. Mustofa, et al., Jpn. J. Appl. Phys. 134, 193101 (2023).

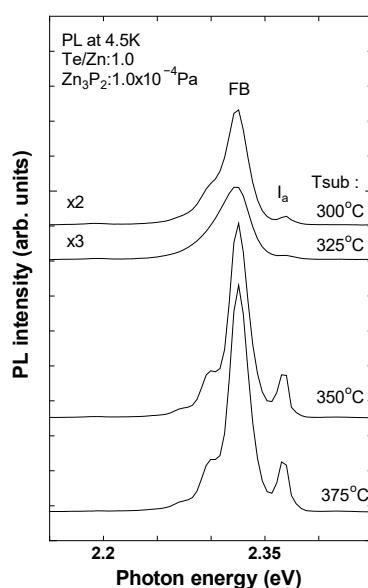


Fig. 1 PL spectra for P-doped ZnTe thin films grown at different substrate temperature.

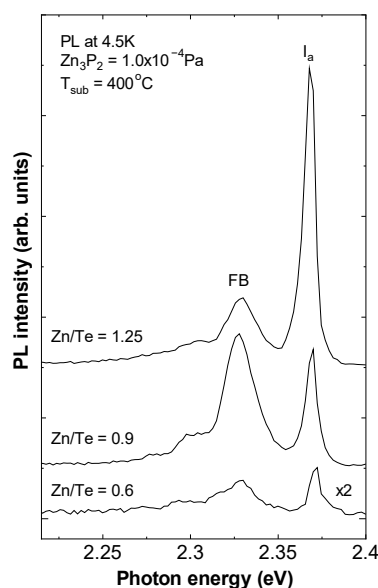


Fig. 2 PL spectra for P-doped ZnTe thin films grown with different Zn/Te flux ratio at 400°C.

15 Crystal Engineering Poster presentation : 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[7a-P04-1~10] 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[7a-P04-1]

Electron Concentration Dependence of Optical Absorption Properties of Si-doped GaAsN

OToma Sadakuni¹, Mitsuto Hiranuma¹, Takashi Tsukasaki², Miki Fujita³, Toshiki Makimoto¹
(1.Waseda Univ., 2.ADCAP, 3.NIT, Ichinoseki College)

[7a-P04-2]

Growth Temperature Dependence of Photoluminescence Characteristics of AlGaAsN

OSawa Abe¹, Natsu Minami¹, Sota Tanaka¹, Takashi Tsukasaki², Miki Fujita³, Toshiki Makimoto¹
(1.Waseda Univ., 2.ADCAP, 3.NIT, Ichinoseki College)

[7a-P04-3]

Growth Condition Optimization of Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb Heterostructure for High Electron Mobility and Low Sheet Resistance

ORyuto Machida¹, Kouichi Akahane¹, Shinsuke Hara¹, Akifumi Kasamatsu¹, Issei Watanabe¹
(1.NICT)

[7a-P04-4]

Size Control and PL Characteristics for 2-Layer Stacked InSb Quantum Dots on GaSb

OTaiga Kito¹, Yuto Onoda¹, Arisa Seguchi¹, Shin-ichiro Gozu², Akira Endoh¹, Hiroki Fujishiro¹
(1.TUS, 2.AIST)

[7a-P04-5]

Growth of Al_xIn_{1-x}Sb thin films by magnetron sputtering

OYuto Arij¹, Hiroyuki Yaguchi¹, Sachie Fujikawa¹ (1.Saitama Univ.)

[7a-P04-6]

Growth and characterization of InSb_{1-x}N_x thin films by MBE

OYuki Shirakawa¹, Kosuke Teramae¹, Hiroyuki Yaguchi¹, Sachie Fujikawa¹ (1.Saitama Univ.)

[7a-P04-7]

Raman scattering characterization of InSb_{1-x}N_x thin films grown by sputtering

OKosuke Teramae¹, Hiroyuki Yaguchi¹, Sachie Fujikawa¹ (1.Saitama Univ.)

[7a-P04-8]

Effect of Different Growth Conditions on the Growth Model of Low-Temperature-Grown GaAs_{1-x}Bi_x

OFumiya Abe¹, Tatsuyoshi Arakawa¹, Yoriko Tominaga¹, Keisuke Minehisa², Fumitaro Ishikawa²
(1.Hiroshima Univ., 2.Hokkaido Univ.)

[7a-P04-9]

Droplets Formation on the Surface of Low-Temperature-grown In_yGa_{1-y}As_{1-x}Bi_x after Annealing

OKyosuke Ariyoshi¹, Tatsuyoshi Arakawa¹, Yoriko Tominaga¹, Keisuke Minehisa², Fumitaro Ishikawa² (1.Hiroshima Univ., 2.Hokkaido Univ.)

[7a-P04-10]

Fabrication of Porous Si(001) substrate with different porosity and evaluation of its effects on GaAs/Porous Si(001)

○Shintaro Osaki¹, Ryunosuke Minamoto¹, Hidetosi Suzuki¹ (1.Miyazaki Univ.)

Si ドープ GaAsN の光吸収特性における電子濃度依存性

Electron Concentration Dependence of Optical Absorption Properties of Si-doped GaAsN

○貞國 冬篤¹, 平沼 光登¹, 塚崎 貴司², 藤田 実樹³, 牧本 俊樹¹

(1. 早大理工, 2. ADCAP, 3. 一関高専)

°T. Sadakuni¹, M. Hiranuma¹, T. Tsukasaki², M. Fujita³ and T. Makimoto¹

(1. Waseda Univ., 2. ADCAP, 3. NIT, Ichinoseki College)

E-mail: toma2377@fuji.waseda.jp

はじめに : 低い窒素組成の GaAsN では、窒素組成が増加するのに伴って、バンドギャップエネルギーが減少する。このため、GaAsN は多接合型太陽電池への応用が期待されている。このような太陽電池への応用には GaAsN の基礎物性の解明が必要である。本研究室では、Si ドープ GaAsN に関して、Si 原子の活性化機構について研究を行った^[1]。本研究では、RF-MBE 法を用いて、Si ドープ GaAsN を成長し、光吸収特性を評価した。

実験 : RF-MBE 法を用いて、半絶縁性 GaAs(001)基板上に 500 nm の Si ドープ GaAsN を成長した。成長温度は 480 °C である。また、電子濃度(n)は 2×10^{16} から $7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ であり、N 組成([N])は 0.75 から 0.84 % である。そして、室温において Si ドープ GaAsN における光吸収特性の電子濃度依存性を評価した。

結果と考察 : 光の反射率と透過率から算出した吸収係数 α と光子エネルギー $h\nu$ を用いて、Si ドープ GaAsN における $(\alpha h\nu)^2$ の光子エネルギー依存性の一例を Fig. 1 に示す。Si ドープ GaAsN の n は $4 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ であり、[N]は 0.75% である。 $(\alpha h\nu)^2$ と光子エネルギーの関係から光吸収端(E_{ab})を導出した。導出した E_{ab} はバンドギャップエネルギーよりも局在準位の深さだけ低い値を取るものと考えられる。そして、アンドープ GaAsN の E_{ab} ^[2] に比べて、すべての Si ドープ GaAsN における E_{ab} は増加した。Si ドープ GaAsN における E_{ab} とアンドープ GaAsN における E_{ab} の差分(ΔE_{ab})の電子濃度依存性を Fig. 2 に示す。Si ドープ GaAsN において ΔE_{ab} が n に伴って増加した。Si ドープ GaAsN 内に分布した局在準位のうち、 s の増加に伴って、深い準位から電子で埋まる。そのため、 n の増加に伴って、電子は浅い準位の局在準位まで励起する必要があるので、電子濃度とともに ΔE_{ab} が大きくなったものと考えられる。

参考文献 : [1] T. Tsukasaki *et.al.*, J. Cryst. Growth, 514 (2019) 45-48.

[2] 藤森他, 第 67 回応用物理学会春季学術講演会, 13p-PA5-2 (2020).

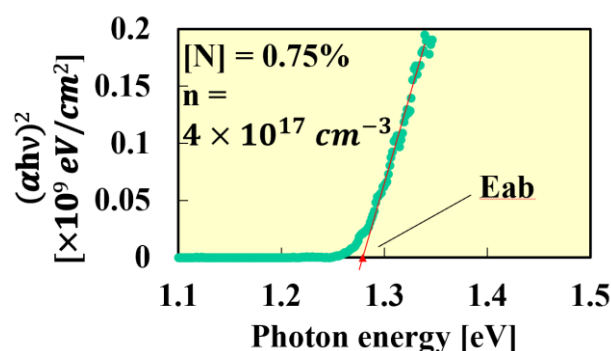


Fig. 1 . Photon energy dependence of $(\alpha h\nu)^2$ of Si doped GaAsN.

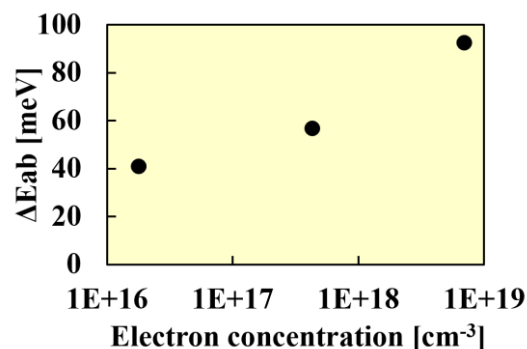


Fig. 2 . Electron concentration dependence of ΔE_{ab} of Si doped GaAsN.

AlGaAsN におけるフォトルミネッセンス発光の成長温度依存性

Growth Temperature Dependence of Photoluminescence Characteristics of AlGaAsN

○安部紗和¹, 南 奈津¹, 田中 創太¹, 塚崎 貴司², 藤田 実樹³, 牧本 俊樹¹

(1. 早大理工, 2. ADCAP, 3. 一関高専)

°S. Abe¹, N. Minami¹, S. Tanaka¹, T. Tsukasaki², M. Fujita³ and T. Makimoto¹

E-mail: as-whitejune@ruri.waseda.jp

はじめに : GaAsN 系混晶では、低い窒素組成領域 ($[N] < 3\%$) においてバンドギャップボウイングを示す。しかしながら、GaAs と N の混和性が低いことから、GaAsN 混晶中には局在準位などの欠陥が増加することにより、高品質な結晶成長が困難であるという課題がある。これに対して、GaAsN に少量の Al を添加すると、N の As 位置への配置が促進されることにより、N 分布が均一化するという報告例がある^[1]。この性質を利用することにより、本研究室において、AlGaAsN の研究を進め、AlGaAsN からのフォトルミネッセンス (PL) 発光を初めて観測した^[2]。本研究では、成長温度を低くすることにより、PL 発光ピークの大幅な増加を観測したので、その結果について報告する。

実験 : RF-MBE 法を用いて、半絶縁性 GaAs(001) 基板上に 500 nm の Be ドープ AlGaAsN を成長した。成長温度は 480 °C と 580 °C であり、N 組成は、それぞれ、0.42 % と 0.34 % である。また、Al 組成は約 5 % であり、Be 不純物濃度は $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ である。そして、8 mW の He-Ne レーザを用いて、10 K から 100 K の範囲で PL 測定を行った。

結果と考察 : 480 °C で成長した Be ドープ AlGaAsN の PL 発光ピークにおける成長温度依存性を Fig. 1 に示す。この結果から、局在準位を介する PL 発光ピーク①と伝導帯を介するピーク②を観測した。580 °C で成長した Be ドープ AlGaAsN と比較して、ピーク①の PL 発光強度を約 20 倍に増加させることができた。また、低温において、GaAsN では局在準位に関するピーク①が支配的^[3]であるのに対して、AlGaAsN では伝導帯由来のピーク②の強い発光を観測できた。

参考文献 : [1] G. Kolhatkar, *et al.*, J. Appl. Phys., 115 (2016) 163513.

[2] 南奈津他, 第 84 回応用物理学会秋季学術講演会, 22p-P10-15 (2023).

[3] 田中創太他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-P09-4 (2024).

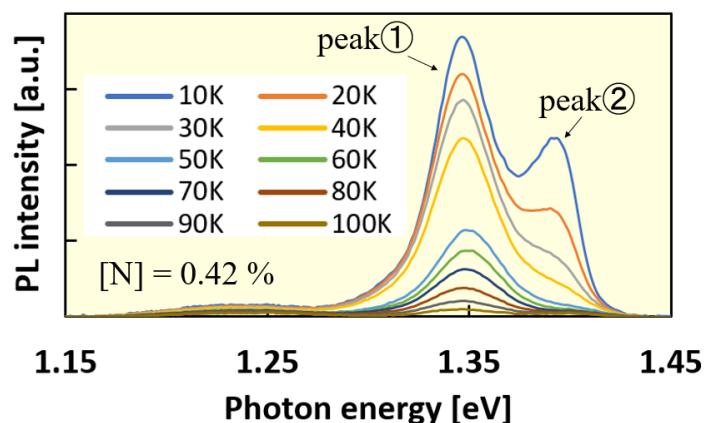


Fig. 1 : Growth temperature dependence of PL spectra of Be-AlGaAsN.

高電子移動度および低シート抵抗のための
Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb ヘテロ構造の成長条件最適化

Growth Condition Optimization of Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb Heterostructure

for High Electron Mobility and Low Sheet Resistance

情報通信研究機構 ○町田 龍人, 赤羽 浩一, 原 紳介, 笠松 章史, 渡邊 一世

NICT, °Ryuto Machida, Kouichi Akahane, Shinsuke Hara, Akifumi Kasamatsu, Issei Watanabe

E-mail: machida@nict.go.jp

InSb 系高電子移動度トランジスタ (HEMT) の高速・高周波化には、高品質な AlInSb/InSb ヘテロ構造の形成が重要である。本研究は、Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb ヘテロ構造のメタモルフィックバッファ層の成長温度および膜厚、n⁺キャップ層の成長温度をそれぞれ最適化した。

Al_{0.15}In_{0.85}Sb バッファ層の結晶性の成長温度依存性から、バッファ層の成長温度を 460 °C に最適化した後、半絶縁性 GaAs(001)基板上の Al_{0.15}In_{0.85}Sb 単一バッファ層に Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb ヘテロ構造を分子線エピタキシー成長した (Fig. 1)。バッファ層膜厚を 0.3 から 1.5、3.0 μm と増加させると、Al_{0.15}In_{0.85}Sb 004 反射における X 線回折 ロッキングカーブ測定の半値全幅はそれぞれ 782 から 522–704、403–441 arcsec と減少し、ホール効果測定 (A~D は as-grown の、E~H は n⁺キャップ層除去後の試料) より得た InSb チャネル層の電子移動度 (μ) はそれぞれ 12,800 から 18,100–18,600、21,500–23,900 cm²/Vs と増加した。シート電子濃度は 0.9–1.2 × 10¹² cm⁻² でほぼ一定であった。これら結果は、バッファ層の結晶性は膜厚増加によって改善され、チャネル層の μ はバッファ層の結晶性に依存していることを示していた。また、試料 E~H の as-grown の R_{sheet} (n⁺キャップ層とチャネル層を合わせたシート抵抗) は、Te ドープ n⁺-InSb キャップ層の成長温度を下げると 60–65 から 52、45 Ω/sq.と減少した。この結果は InSb にドープされた Te の活性化率が改善されたことに起因すると推測される。先行研究で HEMT 作製に用いた AlInSb/(Ga)InSb ヘテロ構造と比較して、これら R_{sheet} の値はそれぞれ 10–20、22–31%低く、HEMT の更なる高周波化に寄与する可能性がある。結論として、成長温度の最適化のみで、簡易な単一の厚膜バッファ層上へ、高い μ および低い R_{sheet} を有する Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb ヘテロ構造の形成に成功した。

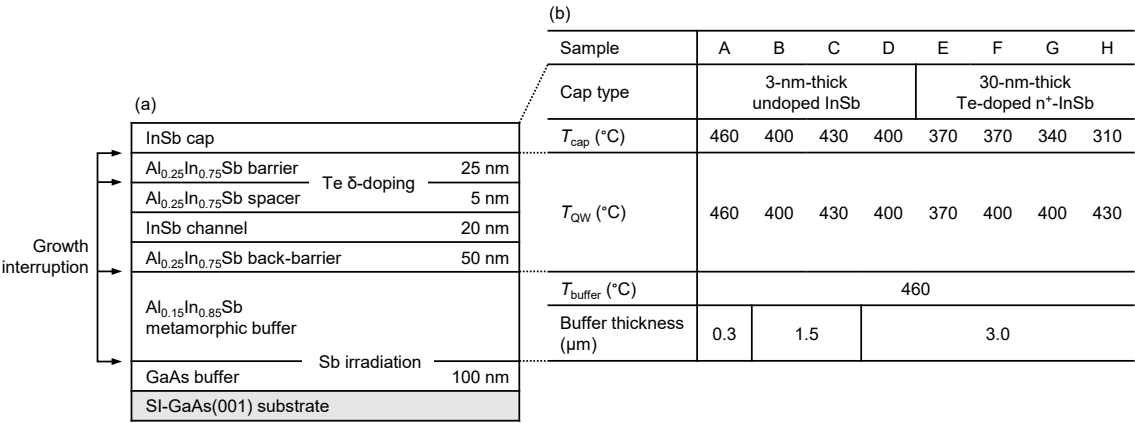


Fig. 1 (a) Cross-sectional schematic of Al_{0.25}In_{0.75}Sb/InSb heterostructure grown on semi-insulating GaAs(001) substrate with 0.3-, 1.5-, and 3.0-μm-thick Al_{0.15}In_{0.85}Sb single metamorphic buffer layers. (b) Growth conditions of samples A–H.

GaSb 上 2 層積層 InSb 量子ドットのサイズ制御と PL 特性

Size Control and PL Characteristics for 2-Layer Stacked InSb Quantum Dots on GaSb

○鬼頭 大河¹, 小野田 悠人¹, 瀬口 侑沙¹, 牛頭 信一郎², 遠藤 聡¹, 藤代 博記¹

(東理大先進工¹, 産総研²)

○T. Kito¹, Y. Onoda¹, A. Seguchi¹, S. Gozu², A. Endoh¹, H. I. Fujishiro¹ (TUS¹, AIST²)

E-mail: 8124516@ed.tus.ac.jp

【背景】中赤外領域 (2~5 μm) で動作する光学式ガスセンサは、これに用いる発光素子の発光強度を高める必要がある。このための手法の一つとして、量子ドットを用いる方法がある。我々は、分子線エピタキシー (MBE) 法を用いて InSb 量子ドットの形成を試みており、単層で約 1.7 μm の発光波長を得たが、更なる長波長化が必要である[1]。その手段として、ドットの近接多層積層が有効である[2]。我々は 2 層近接積層による長波長化に成功した (1.85 μm) [3]。しかしながら、2 層目のドットの直径が 1 層目の 2 倍以上に増大し、ドット密度が半分に減少した。本研究では、上下のドットが物理的に結合するような 2 層積層 InSb 量子ドットを作製し、ドットのサイズ・密度や PL 特性を評価し、近接積層との違いを調べた。

【実験・結果】InSb 量子ドットは MBE 法により形成した。まず、GaSb(100)基板上に 133 nm の GaSb バッファ層を成長させた後、2.3 ML の InSb を堆積した。次に、単層ドットの上に GaSb スペース層を成長させ、その上に再び 2.3 ML の InSb を成長させた。なお V/III 比は 2 とした。ドットのサイズ及び密度の評価には原子間力顕微鏡 (AFM) を用いた。Fig. 1 に、単層及び 2 層積層ドットの 2 層目の直径ヒストグラムを示す。単層ドットの平均直径は 38.9 nm であったのに対し、スペース層厚 s が 1.0, 0.8, 0.6 nm の場合の 2 層目ドットの平均直径はそれぞれ 60.5, 56.7, 50.3 nm であり、近接積層で見られた直径の大幅増大は抑制された。またドット密度は、単層で $2.71 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 、2 層積層では $s=1.0, 0.8, 0.6 \text{ nm}$ に対してそれぞれ 1.36×10^{10} , 2.44×10^{10} , $2.95 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ であった。このように、スペース層を薄くすると、ドット直径は減少し、密度は増加する傾向が見られた。これは、2 層目のドットが 1 層目のドットを“種結晶”として物理的に結合して成長するために、1 層目のドットの直径、密度に近づいたと考えられる。更に、2 層積層におけるドットの平均高さ h は、 $s=1.0, 0.8, 0.6 \text{ nm}$ に対してそれぞれ $h=0.80, 1.06, 1.27 \text{ nm}$ となった。

Fig. 2 に、AFM 測定から推測されるスペース層厚変化に伴う積層ドットモデルを示す (1 層目 $h=1 \text{ nm}$)。 $s=1.0 \text{ nm}$ の場合、1 層目と 2 層目のドットは接しており、0.6 nm になると 1 層目のドットが 2 層目にめり込むような構造となっている。このため、2 層目ドットの高さはめり込み分だけ加算されて高くなり、スペース層厚が薄くなるにつれてドット高さが増加すると考えられる。加えて、 $s+h$ は全ての成長条件でほぼ一定である。Fig. 3 に、2 層積層ドットの 77 K における PL スペクトルを示す。スペース層が薄くなると発光強度が減少するが、これは非発光ドットの量が 2 層目の h が高くなると増大することを示している。一方、発光エネルギーに大きな変化は見られなかった ($660 \pm 3 \text{ meV}$, 発光波長 1.88 μm)。これは、 $s+h$ が一定であることから、2 層積層ドットの実効的な高さが変わらないためと推測される。

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 24K07580 の補助によって行われた。

【参考文献】[1] E. Kuwabara *et al.*, Phys. Status Solidi A **221**, 2300659 (2024). [2] Y. Nakata *et al.*, J. Cryst. Growth **175/176**, 713 (1997). [3] T. Kito *et al.*, Abst. CSW2025, p. 401.

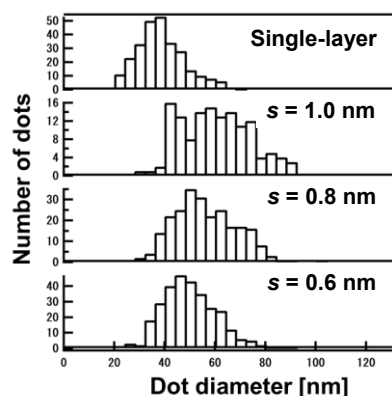


Fig. 1 Histograms of dot diameters for single-layer and 2-Layer stacked quantum dots.

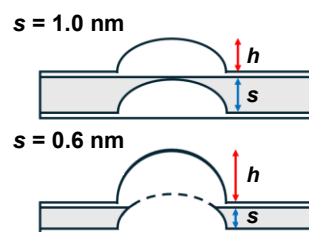


Fig. 2 Staked quantum dots models with different spacer layer thickness.

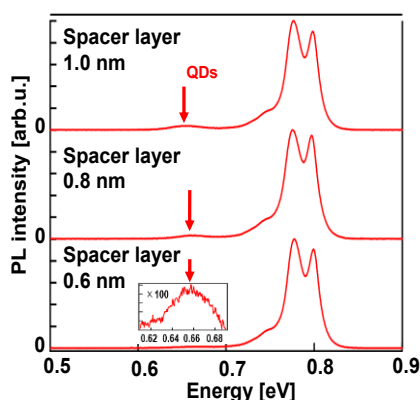


Fig. 3 PL spectra of 2-Layer stacked quantum dots at 77 K.

マグネトロンスパッタ法による $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 薄膜成長

Growth of $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ thin films by magnetron sputtering

埼玉大院理工[○](M2)有路 結斗, 矢口 裕之, *藤川 紗千恵

Saitama Univ.,[○]Yuto Ariji, Hiroyuki Yaguchi, *Sachie Fujikawa

*E-mail: fujikawa@mail.saitama-u.ac.jp

大気窓領域である波長 8~14 μm 帯の遠赤外線光デバイス、医療、農業、防犯、発電など多分野での応用が期待されている。吸収端波長が 7.3 μm である InSb に N を導入することで起こるバンドギャップボーイングにより、吸収端波長長波長側へシフトする InSbN を光吸収層に用いることで、大気窓領域に対応する遠赤外線光デバイス構造を検討している。これまで、スパッタ法を用いた PIN 構造の作製し、整流動作の確認を行ってきた[1]。しかし、InSb を用いた PIN フォトダイオードはバンドギャップエネルギーが小さいため、室温(300 K)付近で熱励起キャリアの影響を受けやすく、拡散電流が大きくなる問題がある。この問題を解決するために、バンドギャップの大きな AlInSb ポテンシャルバリア層を p 型層と光吸収層の間に導入することで、拡散電流の抑制が可能である[2]。本研究では、InSb 系 PIN 構造の AlInSb ポテンシャルバリア層導入による高機能化に向けた前段階として、スパッタ法を用いて Al ターゲットに印加する RF 電力を制御することで $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 薄膜の成長を試みた。

$\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 薄膜は、マグネトロンスパッタ法により半絶縁性 GaAs(100)基板上 $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ に InSb ターゲットへの DC 電力の印加と同時に Al ターゲットへ RF 電力を印加して成長させた。Al の RF 電力は、(a) 0 W [1], (b) 60 W, (c) 70 W, (d) 80 W, (e) 90 W, (f) 110 W と変化させた。成長時の圧力 0.5 Pa、InSb ターゲットの DC 電力 100 W、成長時間 30 分、成長温度 300°C、基板回転速度 10 rpm は固定した。作製した試料を XRD 測定で得られた 2θ の値から Vegard 則により AlInSb 薄膜の Al 組成を算出した。

Fig. 1 は、Al の RF 電力を変化させた $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 薄膜の XRD による 2θ - θ スキャン解析結果を示す。Al の RF 電力上昇に伴い InSb の (111) 面、(220) 面、(311) 面のピーク等が広角側にシフトし、Al 組成が高くなることを確認した。さらに、Al の RF 電力増加と共に In(101) のピーク強度が高くなることを観測した。これは In 原子が Al 原子に置換され Sb 原子と結合できなかつた In 原子の影響があると考えられる。Fig. 2 は、Al の RF 電力と $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 混晶薄膜の Al 組成の関係について示す。Fig. 1 の各々の試料の InSb(111) のピークをガウス関数でフィッティングした角度から、Al 組成は (b) 17.0 %, (c) 36.9 %, (d) 54.8 %, (e) 58.1 %, (f) 80.0 % と算出した。この結果から、Al の RF 電力を大きくすると Al 組成は閾値 50 W 付近から直線的に増加することがわかった。以上の結果から、スパッタ法において InSb ターゲットと同時に Al ターゲットの電力を制御して印可することで、 $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ 薄膜の Al 組成制御ができることがわかった。

【謝辞】本研究の一部は、(公財)旭硝子財団、(公財)高橋産業経済研究財団、(公財)日本板硝子材料工学助成会、(公財)徳山科学技術振興財団の援助を受けた。

【参考文献】[1]有路結斗 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-P09-9 (2024). [2]上之 康一郎, 2014 年度九州大学博士論文。

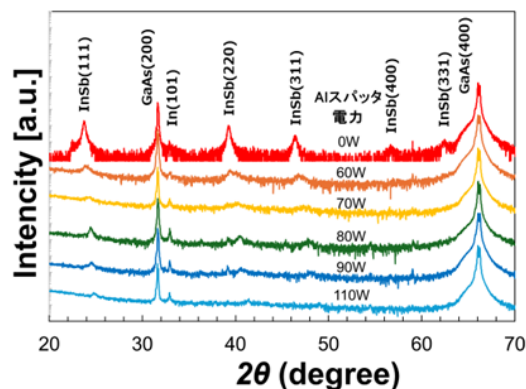


Fig. 1. XRD 2θ - θ scan of $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ thin film.

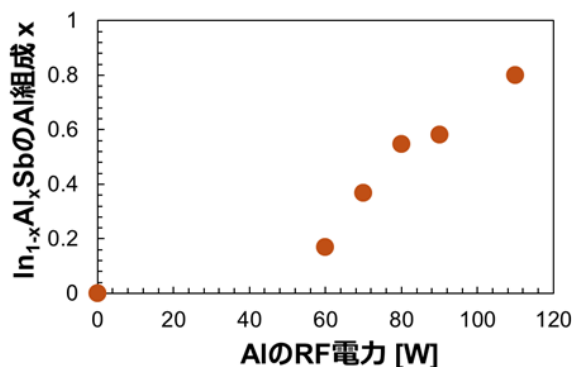


Fig. 2. RF power of Al and Al composition x of $\text{Al}_x\text{In}_{1-x}\text{Sb}$ thin film.

MBE 法による $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜の成長と特性評価

Growth and characterization of $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ thin films by MBE

埼玉大院理工 ○(M2) 白川 裕暉, (M1) 寺前 航介, 矢口 裕之, *藤川 紗千恵

Saitama Univ., °Yuki Shirakawa, Kosuke Taramae, Hiroyuki Yaguchi, Sachie Fujikawa

*E-mail: fujikawa@mail.saitama-u.ac.jp

RoSH 条約・水俣条約等により、Hg、Cd 材料等を使用しない遠赤外光デバイスの開発が求められている。 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 混晶半導体は、窒素(N)の導入によりバンドギャップエネルギーを低下させることが可能であり[1]、遠赤外光デバイスへの応用が期待されている。吸収端波長が $7.3\mu\text{m}$ である InSb に N を導入することで、バンドギャップボーイングが生じ、吸収端波長をより長波長側へシフトさせることができる。この性質を活用することで、大気窓領域(波長 $8\sim 14\mu\text{m}$)に対応した遠赤外線光デバイスの実現が可能となる。 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜において、この波長帯に対応するバンドギャップを得るためには、N 組成比を $0.02\sim 0.1$ 程度にすることが有効であると報告されている[1]。本研究では、分子線エピタキシー(MBE)法を用いて、窒素ラジカル照射電力や成長条件を制御することで、 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜の成長を試みた。

分子線エピタキシー(MBE)法を用いて、半絶縁性 GaAs (100)基板上に Sb 照射サーマルクリーニングを施した後[2]、 InSb (膜厚 $0.5\mu\text{m}$ 、成長温度 500°C 、V/III 比 5) / InSbN (膜厚 $0.5\mu\text{m}$ 、成長温度 500°C 、V/III 比 2) 構造を成長した。窒素ラジカル照射には、RF 電力 $0\sim 300\text{W}$ の範囲で制御を行った。成長した試料は、X 線回折(XRD)等を用いて結晶構造評価を行った。

Fig. 1 は、各試料の X 線回折法による 2θ - ω スキャンの測定結果を示す。RF 電力を 150W に設定した試料では、 $\text{InSb}(400)$ 及び $\text{InSbN}(400)$ に対応する 2 つの回折ピークが観測された。ベガード則に基づいて InSbN 薄膜の N 含有率を算出すると、約 3.5% であった。一方、RF 電力を 300W に設定した試料では、単一の回折ピークのみが観測され、 InSb (RF 電力 0W) と比較すると僅かに低角側へシフトしていた。この結果は、RF 電力が高過ぎることで格子間に N が混入され、格子間隔が増加したことに起因すると考えられる。

【謝辞】本研究の一部は、(公財)日本板硝子材料工学助成会、(公財)徳山科学技術振興財団の援助を受けた。

【参考文献】[1]藤川紗千恵 他, 第 83 回応用物理学会秋季学術講演会, 22p-P10-2. (2022), [2]白川裕暉 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-P09-7 (2024).

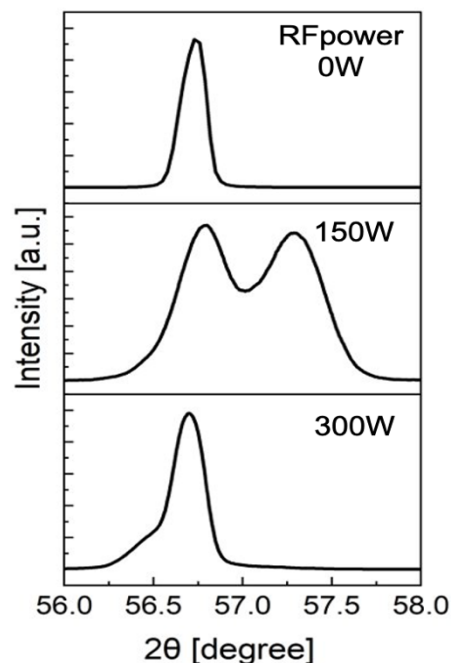


Fig. 1. XRD 2θ - ω scans of $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$

スパッタ法で作製した $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜のラマン散乱特性評価

Raman scattering characterization of $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ thin films grown by sputtering

埼玉大院理工 ○(M1)寺前 航介, 矢口 裕之, *藤川 紗千恵

Saitama Univ., °Kosuke Taramae, Hiroyuki Yaguchi, Sachie Fujikawa

*E-mail: fujikawa@mail.saitama-u.ac.jp

$\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 混晶半導体は、N 組成を制御することでバンドギャップボーイング効果によりバンドギャップの狭小化が可能であり、遠赤外光デバイスへの応用が期待されている。これまで、スパッタ法による InSbN 薄膜の作製が可能であることを報告してきた[1]。ラマン分光法は、物質に光を照射した際に生じるラマン散乱光を解析することで、分子構造や結晶構造を非破壊で評価する手法である。本研究では、スパッタ法により作製した窒素組成及び成長温度の異なる $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜について、ラマン分光法を用いて物性評価を行った。

$\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜は、DC スパッタ法を用いて成長温度を室温(RT)、150℃、300℃に設定して成長させた。さらに、N 組成は Ar と N_2 ガスの流量比を変化させることで制御し、 $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ ($x=0\sim0.2$) 薄膜を作製した[1]。これらの試料を Renishaw 社製の顕微ラマン分光装置 inVia を用いてラマンスペクトル測定を行った。得られたスペクトルは、ローレンツ関数によりフィッティングを行い、N 流量比及び成長温度によるスペクトルの変化を解析した。

Fig.1 は、成長温度を 300℃に固定し、N 流量比を変化させた際にラマン分光法により得られたラマンスペクトルである。N 流量比 0 (InSb)で観測された 189cm^{-1} のピークは InSb の LO モード、 179cm^{-1} のピークは InSb の TO モードである。また、N 流量比 0 のみで検出される 153cm^{-1} のピークは Sb の E_g モード、 119cm^{-1} のピークは Sb の A_{1g} モードに対応する[2]。N 流量比の増加に伴い InSb の TO モード及び LO モードが共に減衰し、新たに 150cm^{-1} にブロードなピークが観測された。このブロードなピークは InSb がアモルファス化によって生じたものであると考えられる。また、他の成長温度において作製した試料においても同様に N 流量比を増加により結晶性が劣化する傾向が確認された。

Fig.2 は、N 流量比 0.02 の $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜において、成長温度を変化させた際に得られたラマンスペクトルである。TO モードにおいては、N 流量比 0 の条件と比較して成長温度の減少に伴い顕著に低波数側へのピークシフトが確認された。このシフトは、フォノンの相関長の短縮や、N の導入による TO モードに関する微視的な電場が変化したことと起因すると考えられる[3]。さらに、成長温度の上昇に伴ってスペクトルの半値幅が減少し、結晶性の向上が示唆された。これらの結果から、DC スパッタ法で作製した $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ 薄膜は、N 流量比が高くなるほどアモルファス化しやすく、一方で成長温度を高くすることで、結晶性の改善が可能であることが確認された。

【謝辞】本研究の一部は、(公財)池谷科学技術財団、(公財)村田学術振興財団、(公財)旭硝子財団、(公財)高橋産業経済研究財団、(公財)日本板硝子材料工学助成会の援助を受けた。

【参考文献】[1] 藤川紗千恵 他, 第 81 回応用物理学会秋季学術講演会、21p-P05-9 (2023). [2] J. Lv, D. Yan, et.al., Vacuum, 227,113445 (2024). [3] Y. H.Zhang,et.al.,J.Phys.D:Appl.Phys.,43,305405 (2010).

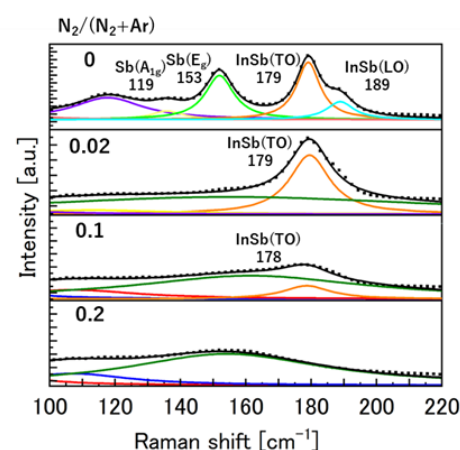


Fig. 1. Raman spectrum of $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ (Tg: 300℃) thin films

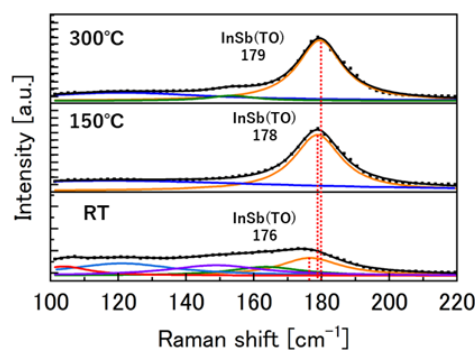


Fig. 2. Raman spectrum of $\text{InSb}_{1-x}\text{N}_x$ (N_2 flow ratio 0.02) thin films

低温成長 $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ の成長モデルに対して異なる成長条件が与える影響

Effect of Different Growth Conditions on the Growth Model

of Low-Temperature-Grown $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$

広島大学先進理工系科学研究科¹, 北海道大学量子集積エレクトロニクス研究センター²

°阿部 史弥¹, 荒川 竜芳¹, 富永 依里子^{1*}, 峰久 恵輔², 石川 史太郎^{2*}

Grad. School of Adv. Sci. Eng., Hiroshima Univ.¹, RCIQE, Hokkaido Univ.²

°Fumiya Abe¹, Tatsuyoshi Arakawa¹, Yoriko Tominaga^{1*}, Keisuke Minehisa², Fumitaro Ishikawa^{2*}

*E-mail: ytominag@hiroshima-u.ac.jp

1. **研究背景** : 本研究は, 光源にファイバーレーザを用いた省スペースかつ低コストなテラヘルツ (THz) 時間領域分光システムの実用化を最終目標としている. その実現のため, 光通信帯光源が利用可能な THz 波発生検出用光伝導アンテナ (PCA) を開発する必要がある. 本研究グループではその PCA 用半導体として低温成長 $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ を提案している. そのため, 当該材料で PCA に求められる短キャリア寿命, 高移動度, 高抵抗という特性を満たすことが求められ, そのためにはアンチサイト As や Ga 空孔のような点欠陥と密度を緻密に制御する必要がある. 本グループではラングミュアの吸着等温式に基づく三元混晶 $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ の分子線エピタキシャル (MBE) 成長時の成長モデル[1]を本研究に最適化し, 結晶成長前の成長条件設定時に適用している[2]. 今回は, 低温成長 $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ の MBE 成長時の異なる成長温度や成長速度が $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ の組成や結晶性に与える影響を明らかにし, 当該成長モデルの検証を行った.

2. **実験方法** : $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ 試料は, GaAs(001) 基板上に MBE 法を用いて成長温度 230 – 300 °C, 成長速度 0.2 – 1.0 $\mu\text{m}/\text{h}$ で成長した. 成長後に X 線回折 (XRD) 測定を行い, 試料内の Bi 組成を算出した.

3. **結果及び考察** : 図 1 に, 異なる成長温度で成長した $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ の XRD カーブを示す.

Sample 1-3 はそれぞれ 230 °C, 260 °C, 300 °C の成長温度で成長させた試料であり, 成長温度以外の成長条件はすべて同一とした. 低温成長 $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ 層由来の回折ピーク角度は成長温度に依存していない. この結果から, 低温成長 $\text{GaAs}_{1-x}\text{Bi}_x$ の Bi 組成に対する成長温度の影響は軽微なものであることが示唆される. この結果は成長モデルに基づく Bi 組成の予想とは異なる結果であった. 実測値と事前の計算値が異なる値をとった理由として成長速度の影響が考えられる. 当日は成長速度を変化させた試料の XRD 測定結果についても説明し, 成長モデルについて更に考察する.

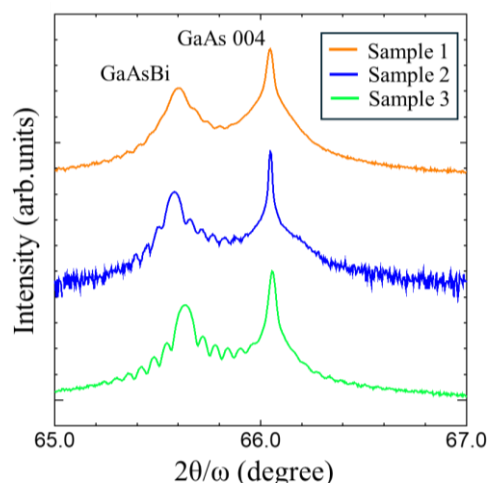


図 1 各試料の XRD カーブ.

謝辞 : 本研究の一部は, 科学研究費助成事業 21H01829, 21H05566, 21KK0068, ならびに池谷科学技術振興財団, 村田学術振興・教育財団の各助成によって遂行された.

参考文献 : [1] X. Lu, et al., APL 92, 192110 (2008).

[2] 梅西達哉ら, 12p-N406-6, 第 82 回応用物理学会秋季学術講演会, 2021 年.

低温成長 $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ の熱処理による表面ドロップレットの形成

Droplets Formation on the Surface of Low-Temperature-grown $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ after Annealing

広島大学大学院先進理工系科学研究科¹, 北海道大学量子集積エレクトロニクス研究センター²

°(M2)有吉 亨介¹, 荒川 竜芳¹, 富永 依里子^{1*}, 峰久 恵輔², 石川 史太郎²

Grad. School of Adv. Sci. Eng., Hiroshima Univ.¹, RCIQE., Hokkaido Univ.²

°Kyosuke Ariyoshi¹, Tatsuyoshi Arakawa¹, Yoriko Tominaga^{1*}, Keisuke Minehisa², Fumitaro Ishikawa²,

E-mail: ytominag@hiroshima-u.ac.jp

- 研究背景:** 本研究では, 低温成長 (LTG) $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ を用いた実用的なテラヘルツ (THz) 時間領域分光システムの構築を最終目標としている. THz 波発生・検出用の光伝導アンテナ (PCA) 用半導体に求められる特性の一つは, 高抵抗 ($\sim 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$) であることである. 従来利用されてきた低温成長 GaAs では熱処理によって As 凝集体を形成することでホッピング伝導を抑制し, 高抵抗を得ている[1]. 一方, (LTG) $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ への熱処理による影響は明らかにされていない. そこで今回は, 比較的高い In, Bi 両組成を持つ (LTG) $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ 試料に熱処理を施した際に形成される表面液滴について報告する.
- 実験方法:** $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}_{1-x}\text{Bi}_x$ は, GaAs(001) 基板上に分子線エピタキシー (MBE) 法を用いて 250 °C で成長した. 成長後, 試料の In, Bi 両組成はラザフォード後方散乱法を用いて測定した. 熱処理は, 600 °C で 20 分間水素雰囲気中で行った. 熱処理前後の試料表面はレーザー顕微鏡と走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した. また, SEM 付属のエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) により熱処理後に形成された液滴の構成元素を解析した.
- 結果及び考察:** In 組成 12.0 %, Bi 組成 11.0 %の試料の表面は, 熱処理前は比較的均一であったが, 熱処理を施すと表面に液滴状構造が観察された. 図1に, その表面 SEM 像と液滴の EDS スペクトルを示す. EDS の結果, 液滴部分では平坦な部分と比較して In, Bi の特性 X 線の強度が大きかった. このことから, 液滴は Bi と In を主構成元素としていることが示された. Flores らの研究では, 特定の時間-温度経路を経た Bi 含有試料において, 三方晶 Bi, Ga, および In を含む三相ナノ粒子が形成されることが報告されている[2]. この In-rich 部分では In_4Bi 結晶の形成が予想され, EDS マッピングから, 凝集したナノ粒子部分で As 原子が確認されなかった[2]. 本研究の EDS マッピングにおいても, 熱処理後の試料の液滴部分では As の特性 X 線は他の元素と比較して小さく, $\text{In}_{0.12}\text{Ga}_{0.88}\text{As}_{0.89}\text{Bi}_{0.11}$ を熱処理することにより, Bi と In を主構成元素とする液滴が表面に形成されたと考えられる.

謝辞: 本研究の一部は, 科学研究費助成事業 21H01829, 21H05566, 21KK0068, ならびに池谷科学技術振興財団, 村田学術振興・教育財団の各助成によって遂行された.

参考文献: [1] I. S. Gregory et al., PRB **73**, 195201 (2006). [2] S. Flores et al., Surf. Interfaces **56**, 105490 (2025).

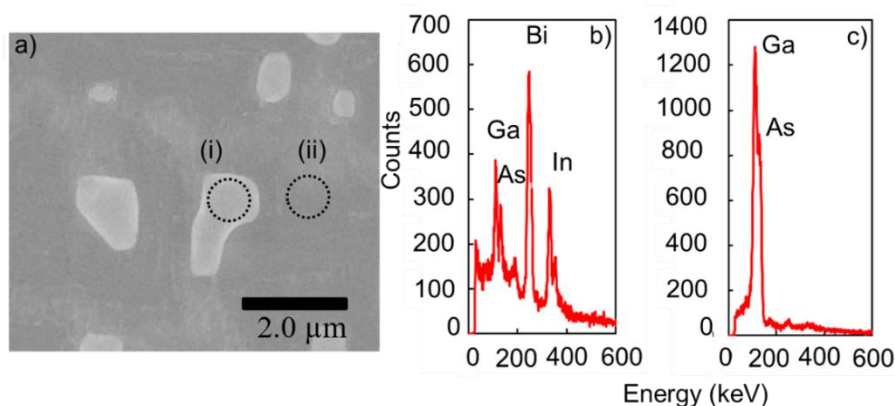


図 1. 低温成長 $\text{In}_{0.12}\text{Ga}_{0.88}\text{As}_{0.89}\text{Bi}_{0.11}$ 試料の熱処理後の

- a) 表面 SEM 像 b) (a) (i) に示した液滴部分の EDS スペクトル
c) (ii) の基板部分の EDS スペクトル

気孔率の異なる Porous Si(001)基板の作製と Porous 形状が GaAs/Porous Si(001)に与える影響 Fabrication of Porous Si(001) substrate with different porosity and evaluation of its effects on GaAs/Porous Si(001)

宮崎大工, [○]大崎進太郎, 源龍之介, 鈴木秀俊

Univ. of Miyazaki, [○]S. Osaki, R. Minamoto, H. Suzuki,

E-mail: hk20007@student.miyazaki-u.ac.jp

1. はじめに

Si 基板上への GaAs 薄膜成長は低コストかつ高効率な太陽電池の実現に期待されているが実用化には至っていない[1]。格子定数差及び熱膨張係数差起因の応力による欠陥形成が理由である。これらの応力を基板側で緩和させることを目的として、表面を多孔質化させた Porous Si(多孔質 Si)を基板に利用する研究が行われている[2]。過去の研究より Porous Si 層の気孔率、孔の深さや GaAs 膜厚の変化が GaAs/Porous Si(001)の歪み量に与える影響が分かっている[3,4]。高品質な GaAs/Porous Si の作製条件の探索には、孔の深さや気孔率といった Porous Si の形状を任意に調整する必要がある。しかし、過去の研究ではこれらを作り分けるための基礎情報が不足している。そこで本研究では、まずは Porous Si を作製する条件を増やし、条件の変化が Porous 形状に与える影響を調べた。この結果をもとに気孔率の異なる Porous Si の作り分けを行い、気孔率の違いが GaAs/Porous Si(001)に与える影響を解明することを目的とした。本予稿では紙面の都合上、陽極酸化時間、電流密度およびフッ酸濃度が、孔の深さ、気孔率に与える影響についてのみ記述する。

2. 実験方法

本研究では、厚さ $525 \pm 25 \mu\text{m}$ で抵抗率 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}^2$ の P 型 Si(001)基板を用いた。Porous Si は HF 溶液を用いた陽極酸化によって作製した。陽極酸化条件は、時間を 10, 60 秒、電流密度を 15, 30 mA/cm^2 、HF 濃度を 13~38%の範囲で変化させた。HF 濃度は HF 水溶液(46%)と $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (96%)の混合により変化させた。作製した Porous Si の気孔率、孔の深さを算出するために、表面及び断面を走査型電子顕微鏡(SEM)によって観察した。気孔率及び孔の大きさは、表面 SEM 画像に対して画像処理ソフト(ImageJ)を用いた処理を行い、明度の差から孔を抽出した。孔の深さは、断面 SEM から 10 箇所の高さの平均により算出した。作製した Porous Si 基板上的 GaAs 薄膜を MBE 法により成膜した。

3. 実験結果

Porous Si(001)の孔の深さの陽極酸化条件に対する依存性を図 1 に示す。HF 濃度の増加に伴い孔はより深くなる傾向を示した。また、電流密度や陽極酸化時間が高い方が孔はより深くなった。

次に、気孔率の陽極酸化条件に対する依存性を図 2 に示す。HF 濃度の増加に伴い気孔率がより低くなる傾向を示した。また、電流密度や陽極酸化時間に対する気孔率の変化は小さかった。

以上の結果をまとめる。HF 濃度の増加に伴い孔は深くなり気孔率は小さくなる。また、電流密度や陽極酸化時間に対して孔は深くなるが気孔率の変化は小さい。これらを踏まえると、陽極酸化時間を変化させることで気孔率一定で孔の深さを変えた形状を作製できると考えられる。ただし、この際はフッ酸濃度変化による孔の深さの変化を、陽極酸化時間で調整する必要がある。

会議当日は、孔の深さ一定で気孔率を変化させた Porous Si 上に GaAs 薄膜成長を行った結果を報告する。

参考文献

- [1] M. Yamaguchi, J. Mater. Res **6**(2), 376 (1991).
- [2] M. Lajnef, *et al.*, Am. J. Appl. Sci, **605-609**, 5(5), (2008).
- [3] 源龍之介, 第 83 回秋季学術講演会, 21a-A105-8 (2022)
- [4] 源龍之介, 令和 5 年度宮崎大学修士論文, (2024).

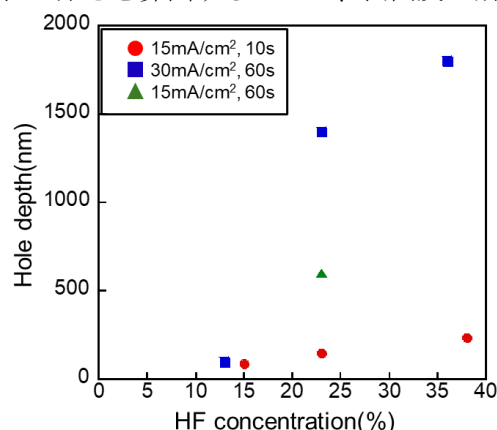


Fig. 1 Dependence of pore depth on anodic oxidation conditions.

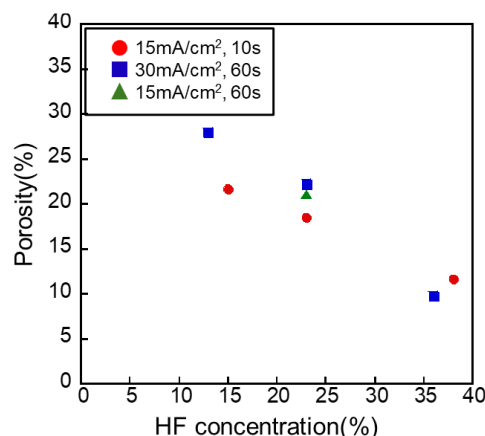


Fig. 2 Dependence of porosity on anodic oxidation conditions.

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[9a-N305-1~11] 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[9a-N305-1]

[The 58th Young Scientist Presentation Award Speech] Evaluation of spin-polarization amplification dynamics in dilute nitride InGaAsN quantum dots grown at low temperature via time-resolved photoluminescence

○Ayano Morita¹, Junichi Takayama¹, Akihiro Murayama¹, Satoshi Hiura¹ (1.Hokkaido Univ.)

[9a-N305-2]

Nitrogen composition dependence of circularly polarized luminescence properties of dilute nitride GaNAs multiple quantum wells

○Hiroto Kise¹, Keisuke Minehisa², Junichi Takayama¹, Akihiro Murayama¹, Fumitaro Ishikawa², Satoshi Hiura¹ (1.IST, Hokkaido Univ., 2.RCIQE, Hokkaido Univ.)

[9a-N305-3]

Circularly polarized luminescence properties of dilute nitride InGaAsN/GaAs quantum wells grown at low temperature

○Eita Tagawa¹, Keisuke Minehisa², Ayano Morita¹, Hiroto Kise¹, Junichi Takayama¹, Fumitaro Ishikawa², Akihiro Murayama¹, Satoshi Hiura¹ (1.IST,Hokkaido Univ., 2.RCIQE,Hokkaido Univ.)

[9a-N305-4]

Thermal stability of donors and acceptors in InGaAsN

○(P)Masahiro Kawano¹, Hirotaka Tamashiro¹, Nobuaki Kojima¹, Yoshio Ohshita¹ (1.Toyota Tech. Inst.)

[9a-N305-5]

Molecular Beam Epitaxial Growth and Optical Characteristics of Nitrogen δ -doped GaAs Nanowires with different amounts of Nitrogen

○Mahiro Sano^{1,2}, Keisuke Minehisa^{1,2}, Hidetoshi Hashimoto^{1,2}, Fumitaro Ishikawa² (1.Hokkaido Univ., 2.Hokkaido Univ. RCIQE)

[9a-N305-6]

Optical characterization of InAs/GaAsSb superlattices on InAs substrates fabricated by metalorganic vapor deposition

○Kohei Yamamoto¹, Hidetoshi Suzuki¹, Masakazu Arai¹, Takeshi Fujisawa², Koji Maeda¹ (1.Miyazaki Univ., 2.Housei Univ.)

[9a-N305-7]

Effect of the number of GaAs layers on N distribution in GaAsN/GaAs superlattice thin films fabricated by ALE method.

○Toranosuke Takeo¹, Koto Hayato¹, Suzuki Hidetoshi¹, Kawano Masahiro² (1.Miyazaki Univ., 2.Toyota Inst.)

[9a-N305-8]

Structural defect analysis of selective MOVPE regrown films on InP micro templates fabricated by lateral aspect ratio trapping method

○Hiroya Homma¹, Hiroki Sugiyama¹, Tatsurou Hiraki¹, Tomonari Sato¹, Shinji Matsuo¹ (1.NTT)

[9a-N305-9]

Selective MOVPE growth in microcavity for the fabrication of InP/InGaAs lateral HBTs

○Shota Watanabe¹, Yasuyuki Miyamoto¹ (1.Science Tokyo)

[9a-N305-10]

Improved electron mobility of polycrystalline InGaAs thin films via solid-phase crystallization

○(M1)Yutaka Kiyono¹, Koki Nozawa¹, Seo Jisol¹, Takashi Suemasu¹, Kaoru Toko¹ (1.Univ. of Tsukuba)

[9a-N305-11]

Habit change in crystal growth shape: How the nanoscale Kardar-Parisi-Zhang rough surfaces affect the mesoscale shape

○Noriko Akutsu¹, Akira Kusaba¹, Yoshihiro Kangawa¹, Kozo Fujiwara², Kensaku Maeda³, Yasuhiro Akutsu⁴ (1.RIAM, Kyushu Univ., 2.IMR Tohoku Univ., 3.JAIST, 4.Grad. School of Sci. Osaka Univ.)

低温成長した希薄窒化 InGaAsN 量子ドットにおける 時間分解分光によるスピン偏極増幅ダイナミクスの評価

Evaluation of spin-polarization amplification dynamics in dilute nitride InGaAsN quantum dots grown at low temperature via time-resolved photoluminescence

北大院情報科学 ○森田 彩乃, 高山 純一, 村山 明宏, 樋浦 諭志

Faculty of Information Science and Technology, Hokkaido Univ.

○Ayano Morita, Junichi Takayama, Akihiro Murayama and Satoshi Hiura

E-mail: yuzu0226lavendar@eis.hokudai.ac.jp

III-V 族半導体量子ドット(QD)は強い量子閉じ込め効果により高い発光再結合確率と長いスピン緩和時間を持つため、電子スピン偏極を円偏光に変換するスピン偏極発光デバイスの活性層として注目されている[1]。我々は微量の窒素を添加した希薄窒化 InGaAsN QD では電子準位が深く電子の熱脱離を抑制できるため、室温以上でも高輝度発光することを実証した[2]。また、420°Cの低温で成長した InGaAsN QD では電子のスピン偏極度に対応する発光の円偏光度が室温で増幅することを報告した[3]。本研究では、その電子スピン偏極の増幅ダイナミクスを定量的に評価するため、円偏光時間分解フォトルミネッセンス(PL)測定とそれに対するレート方程式解析を行った。

図1に試料構造と InGaAsN QD の伝導帯の模式図を示す。高周波窒素プラズマ支援分子線エピタキシー法により GaAs(100)基板上に 420°Cで $\text{In}_{0.4}\text{Ga}_{0.6}\text{As}_{0.99}\text{N}_{0.01}$ QD を成長させた。 σ^+ 円偏光レーザーで GaAs 層を励起し、室温で円偏光時間分解 PL 測定を行った。QD の円偏光 PL 強度と対応する円偏光度(CPD)の時間変化を図2に示す。CPD は円偏光 PL 強度 $I_{\sigma^{\pm}}$ を用いて $\text{CPD} = (I_{\sigma^+} - I_{\sigma^-}) / (I_{\sigma^+} + I_{\sigma^-})$ と定義し、QD の発光準位における電子スピン偏極度を反映する。CPD は時間初期では33%であったが50 ps後に最大40%まで増幅された。QD へのスピン注入、QD での発光再結合とスピン緩和、欠陥準位のスピン捕獲を考慮したレート方程式によるフィッティング結果を図2の実線に示す。その結果、少数個スピンの捕獲時間に対して多数個スピンの捕獲時間が十分に長いことがわかった。これは欠陥準位が QD の発光準位から少数個スピンを選択的に捕獲したことを示している。当日は、スピン増幅ダイナミクスの励起強度依存性について詳細に議論する。

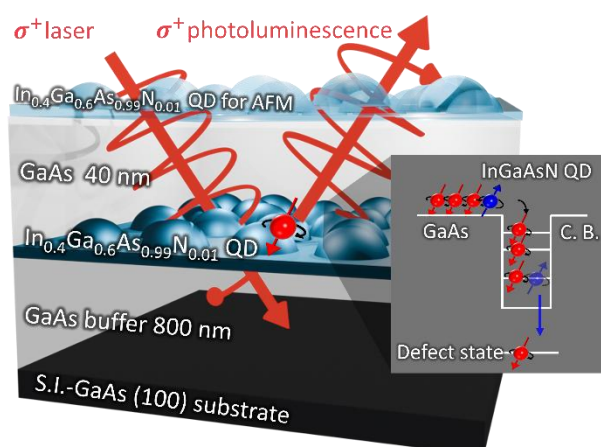


Fig. 1 Schematic illustration of InGaAsN QD sample structure and capture of QD minority spin by deep-level defect state.

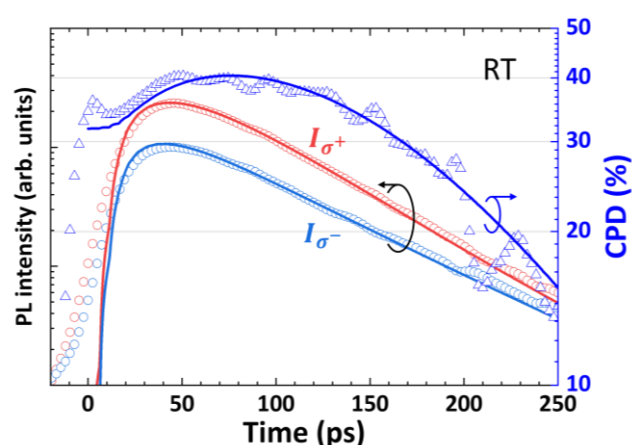


Fig. 2 Circularly polarized PL time profile and corresponding CPD of dilute nitride InGaAsN QD at room temperature (RT). Solid lines indicate the best-fitted results of rate equation.

References:

- [1] K. Etou et al., Phys. Rev. Appl. **19**, 024055 (2023). [2] A. Morita et al., J. Appl. Phys **134**, 224303 (2023). [3] 森田彩乃 他, 2024 年第 71 回応用物理学会春季学術講演会, 24p-22A-1

希薄窒化 GaNAs 多重量子井戸における円偏光発光特性の窒素組成依存性

Nitrogen composition dependence of circularly polarized luminescence properties

of dilute nitride GaNAs multiple quantum wells

北大院情報科学¹, 北大量子集積²

○木瀬 寛都¹, 峰久恵輔², 高山 純一¹, 村山 明宏¹, 石川 史太郎², 樋浦 諭志¹

IST, Hokkaido Univ.¹, RCIQE, Hokkaido Univ.²,

○H. Kise¹, K. Minehisa², J. Takayama¹, A. Murayama¹, F. Ishikawa², and S. Hiura¹

E-mail: h.kise@eis.hokudai.ac.jp

情報社会の急速な発展に伴った消費電力の急増に対して情報通信の省電力化が要求されており、電子のスピン情報と円偏光を用いたスピン光電変換技術が研究されている[1]。半導体から放出される円偏光は電子のスピン偏極に対応するため、円偏光の向きを切り替えるには電子スピンの向きを切り替える必要がある。しかし GaAs に僅かな窒素を添加した希薄窒化 GaNAs においては、2%以上の N 組成では価電子帯の分裂によって軽い正孔の準位が重い正孔のそれより高くなり、光選択則により伝導電子と軽い正孔の発光再結合確率が増加することで、円偏光選択励起に対して反転した極性を持つ円偏光発光が得られる [2]。また、この GaNAs は、1%程度の低い N 組成では、伝導電子のスピン偏極を増幅するスピン機能性材料としても研究されている [3]。先行研究では GaNAs の歪みについて調べるために膜厚 1000 nm 以上のバルク構造で円偏光フォトルミネッセンス(PL)測定が実施されたが、本研究では GaNAs を反転円偏光発光層として利用するために膜厚 10 nm の多重量子井戸(MQW)構造を作製し、その円偏光 PL 特性について調べた。

試料はプラズマ支援分子線エピタキシー法を用いて、成長速度を 0.15 ML/s から 0.22 ML/s まで変化させ、N 組成の異なる 3 種類の試料を作製した。試料構造は GaAs(100)基板上に GaAs バッファを 100 nm 成長し、10 nm の GaAs と GaN_xAs_{1-x} を 5 回ずつ繰り返し積層させた MQW である。X 線回折測定により N 組成はそれぞれ $x = 2.0\%$ / 2.4% / 3.2% と推定された。 σ^+ 円偏光レーザーを励起光とした円偏光 PL 測定により、N 組成の増加に伴って発光強度の減少とスペクトルの長波長化が見られた (図 1)。これは N 組成の増加による伝導帯の深化および GaNAs 中の欠陥準位の増加による電子捕獲の増加が関係していると考えられる。また、 σ^+ と σ^- の PL ピーク位置が N 組成の増加に伴って大きく分離し、低エネルギー側で GaNAs に特有の負の円偏光度(CPD)が観測された。ここで、CPD は円偏光 PL 強度 I_{σ^+} を用いて $(I_{\sigma^+} - I_{\sigma^-}) / (I_{\sigma^+} + I_{\sigma^-})$ で定義される。N 組成が増加することによって、 σ^- 円偏光を放出する、すなわち電子の多数個スピンと LH との発光再結合が長波長化したため、より大きな負の CPD が観測されたと考えられる。

References:

- [1] N. Nishizawa et al., *Micromachines* **12**, 644 (2021).
- [2] A. Yu. Egorov et al., *J. Appl. Phys.* **98**, 013539 (2005).
- [3] Y. Huang et al., *Nat. Photonics* **15**, 475 (2021).

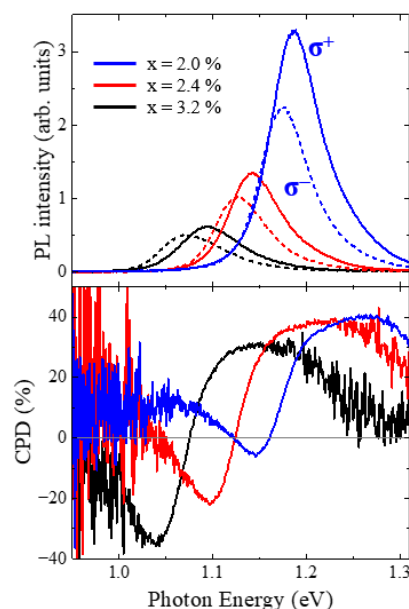


Fig. 1 Co-circularly (solid line, σ^+) and cross-circularly (dashed line, σ^-) polarized PL spectra and corresponding CPD of GaNAs MQW samples with different nitrogen composition measured at room temperature.

低温成長した希薄窒化 InGaAsN/GaAs 量子井戸の円偏光発光特性

Circularly polarized luminescence properties of dilute nitride InGaAsN/GaAs quantum wells grown at low temperature

北大院情報科学¹, 北大量子集積² [○]多川 英汰¹, 峰久 恵輔², 森田 彩乃¹, 木瀬 寛都¹,
高山 純一¹, 石川 史太郎², 村山 明宏¹, 樋浦 諭志¹
IST, Hokkaido Univ.¹, RCIQE, Hokkaido Univ.²

[○]E. Tagawa, K. Minehisa, A. Morita, H. Kise, J. Takayama, F. Ishikawa, A. Murayama and S. Hiura
E-mail: tagawa.eita.m4@elms.hokudai.ac.jp

III-V 族化合物半導体に数%程度の窒素を添加した希薄窒化物半導体は、バンドギャップボーイングによる通信波長帯での発光の実現[1]と欠陥準位を利用した特異な光スピン機能の発現[2]が注目されている。なかでも、GaNAs は 400℃の低温で成長することで、欠陥準位のスピンフィルタリング効果により室温で伝導電子のスピン偏極を増幅できる[3,4]。しかし、GaNAs は価電子帯において GaAs との間で量子閉じ込めを導入できず、高い発光効率が得られないという発光材料としての本質的課題がある。そこで本研究では伝導帯と価電子帯の両方で量子閉じ込めを導入できる InGaAsN[5]に着目し、低温成長した InGaAsN/GaAs 量子井戸の円偏光発光特性を調べた。

本研究では、プラズマ支援分子線エピタキシー法により 5 nm の GaAs 層と In_{0.2}Ga_{0.8}As_{0.975}N_{0.025} 層を繰り返し積層した多重量子井戸(MQW)試料と、比較用として InGaAs/GaAs MQW 試料を作製した (図 1)。GaAs 層を σ^+ 円偏光で励起することでスピン偏極キャリアを生成し、室温で QW 層の円偏光フォトルミネッセンス(PL)特性を調べた。図 2(a, b)に各試料の円偏光 PL スペクトルと円偏光度(CPD)を示す。ここで、CPD は円偏光 PL 強度 I_{σ^+} を用いて、 $CPD = (I_{\sigma^+} - I_{\sigma^-}) / (I_{\sigma^+} + I_{\sigma^-})$ と定義する。InGaAsN 試料は InGaAs 試料に比べて窒素添加により発光エネルギーがレッドシフトした。また、InGaAs 試料と同等の PL 強度が得られ、CPD は 20%から 45%に増大した。InGaAsN 試料では低温成長した GaNAs と同様にスピンフィルタリング効果により少数個の電子スピンが欠陥準位に捕獲されてキャリア損失が生じる一方で、InGaAs 試料に比べて電子準位が深く電子の熱脱離が生じにくいため、高い円偏光度と発光強度の維持が実現したと考えられる。

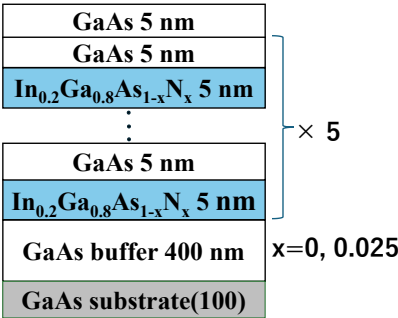


Fig. 1 Schematic of multiple quantum well sample structure.

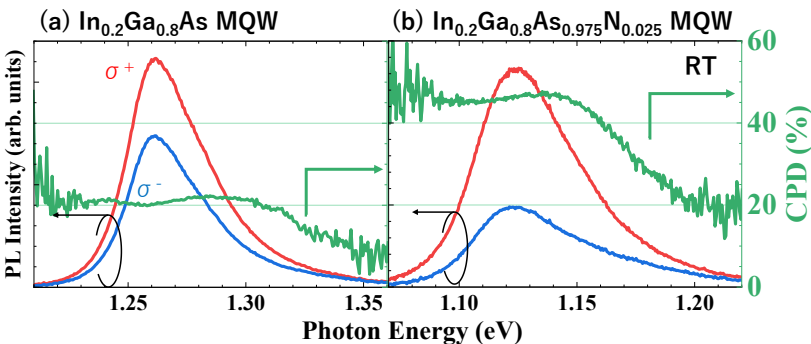


Fig. 2 Circularly polarized PL spectra and corresponding CPD of (a) In_{0.2}Ga_{0.8}As MQW and (b) In_{0.2}Ga_{0.8}As_{0.975}N_{0.025} MQW.

References:
[1] M. Sopanen et al., Appl. Phys. Lett. **76**, 994 (2000).
[2] D. Lagarde et al., phys. stat. sol. (a) **204**, 208 (2007).
[3] X. J. Wang et al., Nat. Mater. **8**, 198 (2009).
[4] Y. Huang et al., Nat. Photonics **15**, 475 (2021).
[5] M. Kondow et. al, Jpn. J. Appl. Phys. **35**, 1275 (1996).

InGaAsN 中のドナーおよびアクセプタの熱安定性

Thermal stability of donors and acceptors in InGaAsN

豊田工業大学 ○(P)河野 将大, 玉城 大天, 小島 信晃, 大下 祥雄

Toyota Technological Institute, °M. Kawano, H. Tamashiro, N. Kojima, Y. Ohshita

E-mail: mkawano@toyota-ti.ac.jp

1.はじめに

InGaAsN は多接合太陽電池の効率を上げる材料として注目されている。我々は化学ビームエピタキシー(CBE)を用いて InGaAsN を作製し研究してきた。しかし、InGaAsN には高濃度のドナー・アクセプタが存在し、我々の先行研究では、キャリア濃度と移動度の測定温度依存性からドナー濃度 N_D とアクセプタ濃度 N_A を求め、その時の N_A/N_D の比がほぼ一定だったことから、従来示されてきたアクセプタの起源は N-H 起因欠陥であることに加えて、ドナーの起源も N-H 関連の欠陥の可能性あることを示してきた[1]。

本研究では、微傾斜 GaAs(001)基板上に作製した InGaAsN 薄膜に対しアニールを行い、アニール前後のホール効果測定からドナー・アクセプタ濃度を見積もり、特にドナー不純物濃度のアニール時間依存性から、ドナーが N-H 起因欠陥である可能性を検討し、ドナー・アクセプタの熱安定性を明らかにすることを目的とした。

2.実験方法

本研究では CBE で InGaAsN を成長させ、成長基板は GaAs(001)で[010] (AB-step)の方向に 2° 傾斜した基板を使用した。In, Ga, As, N の原料はそれぞれ TEIn, TEGa, TDMAAs, MMHy を用いた。成長温度は 420°C、成長時間は 60 min. とした。成膜された $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_{1-y}\text{N}_y$ の組成は、 $y=1.2\%$ 、 $x=3.2\%$ であった。ホール効果測定の電極としては AuZn を使用し、 N_2 雰囲気下で 400°C、15 min. で InGaAsN 試料を熱処理しコンタクトを形成した。測定は 80~380K で行った。この試料を 450°C、30min. で熱処理しホール効果測定を行った。

3.実験結果および考察

成長させた InGaAsN のアニール前後のキャリアタイプは全て p 型であった。移動度の温度依存性を図 1 に示す。丸は熱処理前、三角は熱処理後である。熱処理前は測定温度増加とともに移動度が増加し、260K で最大値となった。熱処理後は熱処理前の場合と比較し移動度は全体的に増加した。本試料におけるドナー不純物レベルはアクセプタレベルと比較して浅く、かつ、その濃度はほぼ同等であるため、180K 以下の温度領域における移動度の増加は、熱処理によるドナー不純物濃度の低下を意味している。キャリア濃度の温度依存性と合わせて考察した結果、熱処理により N-H 起因とされるアクセプタ不純物の濃度も熱処理により低下する結果が得られた。熱処理によるドナーおよびアクセプタ不純物濃度の低下程度はほぼ同じであったことから、それらの熱安定性は大きく変わらない。以上の結果から、ドナーの起因はアクセプタと同じ N-H 系であることが熱処理の実験からも示唆された。

参考文献

[1] H. Tamashiro, *et. al.*, The 83rd JSAP Autumn Meeting, 21a-A105-7 (2022).

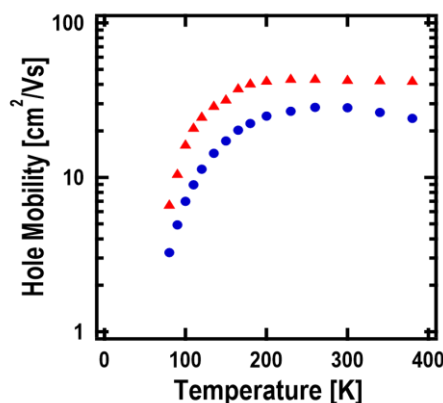


Fig.1 Measurement temperature dependence of hole mobility.

窒素導入量を変化させた窒素 δ ドープ GaAs ナノワイヤの 分子線エピタキシャル成長と光学特性評価

Molecular Beam Epitaxial Growth and Optical Characteristics of Nitrogen δ -doped GaAs Nanowires with different amounts of Nitrogen

北大情科院¹, 北大量集セ²

○(M1)佐野 真浩^{1,2}, (D)峰久 恵輔^{1,2}, (D)橋本 英季^{1,2}, 石川 史太郎²

Hokkaido Univ.¹, Hokkaido Univ. RCIQ²

○M. Sano^{1,2}, K. Minehisa^{1,2}, H. Hashimoto^{1,2}, F. Ishikawa²

E-mail: sano.mahiro.h8@elms.hokudai.ac.jp

【はじめに】希薄窒化物半導体は、V 族原子の数パーセントが窒素で置換された III-V 族半導体で、著しいバンドギャップの減少を示し、近赤外領域の光電子デバイス応用を可能にする.[1] この材料では通常、ホスト結晶内にランダムに分布する窒素原子の効果が広く研究されてきた。一方、単一格子面に元素を導入する δ ドーピングは、キャリア密度と波動関数の精密な制御を可能にする[2]. GaAs における窒素の δ ドーピングは、N-N ペアや窒素クラスターに関連した局在状態に起因する、線幅が極めて狭い離散的な発光線を生成することが示される一方、高濃度では広がったバンドの形成につながる[3]. 我々の以前の研究は、窒素 δ ドーピングを用いた GaAs 関連薄膜のバンド構造制御を行っていた[4]. 本研究では、分子線エピタキシー(MBE)により窒素をシェル層中にデルタドーブした GaAs ナノワイヤ(NW)を成長し、その特性の δ ドープ窒素量依存性について検討した結果を報告する。

【実験・結果】MBE により、GaAs NW コアを n-Si (111)基板上に形成し、シェル層成長中に As₄ 圧下で成長中断し窒素プラズマを照射することで窒化層を形成した後、GaAs 成長を再開することで窒素 δ ドープ層を有する GaAs NW を成長した。

GaAs シェル中の δ ドープ窒素量は、GaAs(001)面の単原子層(ML)において 0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.3 ML に相当する 6 種の試料を成長させた。Figure 1. に 6 試料の室温フォトルミネッセンス(RT-PL)測定結果を示す。すべての試料で窒素 δ ドープによる発光波長の長波長化が確認された。一方、0.15 ML で一旦発光波長が短波長側に戻

る傾向がみられた。これは、窒素を一原子層にドーピングすることにより生じる特徴的な歪と結晶構造の変

化、さらにこれに伴うバンド構造変化が原因である可能性が考えられた。

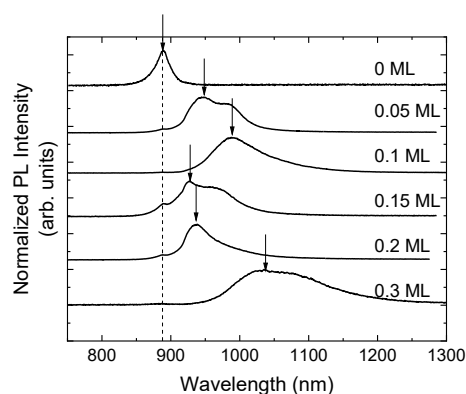


Figure1. RT-PL measurement results for samples with different amounts of δ -doped nitrogen.

[1] See, e.g., Dilute Nitride Semiconductors, edited by M. Henini (Elsevier, Amsterdam, 2005).

[2] Delta-doping of semiconductors, edited by E. F. Schubert, Cambridge University Press, Cambridge, (1996).

[3] P. R. C. Kent and Alex Zunger, Phys. Rev. B 64, 115208 (2001).

[4] F. Ishikawa, S. Furuse, K. Sumiya, A. Kinoshita, M. Morifuji, J. Appl. Phys. 111, 053512 (2012).

有機金属気相成長法で作製した InAs 基板上 InAs/GaAsSb 超格子の 光学的特性の評価

Optical characterization of InAs/GaAsSb superlattices on InAs substrates fabricated
by metalorganic vapor deposition

宮崎大工¹, 法政大学理工², 山元康平¹, 荒井昌和¹, 藤澤剛², 鈴木秀俊¹, 前田幸治¹

Univ. of Miyazaki¹, Univ. of Hosei², K. Yamamoto¹, M. Arai¹, T. Fujisawa², H. Suzuki¹, K. Maeda¹

E-mail: hk20050@student.miyazaki-u.ac.jp

はじめに 波長 2-10 μm の中赤外帯域には分子振動の吸収線が存在し、これを利用したガスの選択的な検出のための発光・受光素子が開発されている。超格子(SL)の層厚を変化させることで発光波長の制御が可能になることから、この波長域の素子として InAs/GaSb タイプII超格子構造が注目されている。しかし、格子定数の差により自由な層厚の SL を成長させることができない。そこで、V族比で 8.2%As を含んだ GaAsSb を用いると InAs 基板と格子整合した SL が作製できる。これにより欠陥が減少することが期待される。本研究では有機金属気相成長法(MOVPE)法を用いて作製した InAs/GaAsSb 超格子 (SL) について、フォトルミネッセンス(PL)法を用いて発光強度を測定し、ラマン分光法および X 線回折法(XRD)を用いて評価した結晶性との関係調べた。

試料作製・評価方法 試料は、InAs 基板上に InAs 層の膜厚 2.8 nm、GaAsSb 層の膜厚 13.4 nm の超格子を有機金属気相成長法 (MOVPE) で作製した。SL の $\text{GaAs}_x\text{Sb}_{100-x}$ として $x = 9.45$ から 13.8 をここでは、格子整合系と呼び、 $x = 1$ から 1.5 を不整合系と呼ぶ。 x の値は XRD より求めた。超格子層数は 5 層から 30 層とした。発光特性は PL 法を用い、光源は Nd:YAG レーザ (532 nm、235 mW)、InSb 液体窒素検出器を使用し、20 K で測定した。PL 強度は転位などの欠陥が少ない程強くなる。ラマン分光法は室温で TO 禁制 (100) 面に垂直に入射、後方散乱配置で測定し、フィッティングにはローレンツ関数を用いた。これより原子間の結合の乱れを評価した。ピークの同定は文献 [1] を主に用いた。XRD は(004)のサテライトピークの中から 1 次の超格子のピークをガウスフィッティングにより半値幅 (FWHM) を求めた。これより SL の周期性を評価した。

結果・考察 Fig. 1 にラマン測定による GaSb-like LO モードの半値幅と 3700-5300 nm の PL 面積強度の関係を示す。このモードのみ半値幅と PL 面積強度には負の相関がみられた。LO モードの半値幅が大きくなるほど PL 面積強度が小さくなり、非発光過程が増加した。また他のモードでは相関が見られなかった。Fig. 2 に XRD 半値幅と PL 面積強度の関係を示す。横軸の XRD の半値幅より整合系の方が不整合系より半値幅が小さいことから、転位などが少ないことが確認できた。しかし、縦軸の PL 面積強度との関係では、整合系よりも不整合系の方が強く、PL 面積強度と XRD 半値幅には正の相関があった。GaSb-like LO モードから得られた原子結合の乱れは、非発光過程の増加の要因になったが、XRD の半値幅の大きさは PL 面積強度を上げる要因にはつながっていない。超格子層の周期性の乱れより、ラマン分光法で観察される原子結合の乱れが非発光の欠陥として強く働いているといえる。

参考文献 [1] A.Fasolino *et al.* Phys. Rev. B 33, 8889 (1986)

謝辞 本研究の一部は JSPS 科研費 22K04245 の助成により行いました。

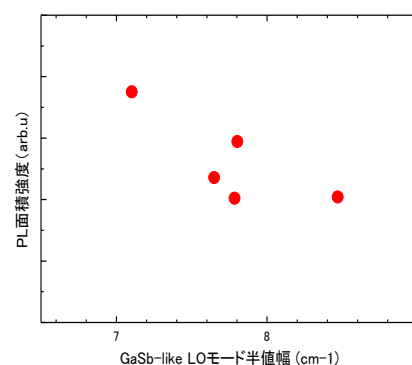


Figure 1: Relationship between FWHM of GaSb-like LO modes and PL area intensity.

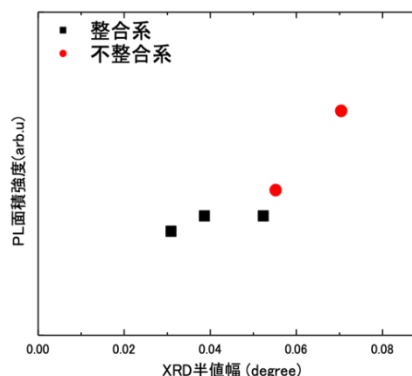


Figure 2: Relationship between FWHM of XRD and PL area intensity

ALE 法で作製された GaAsN/GaAs 超構造薄膜における GaAs 層数の N 分布への影響

Effect of the number of GaAs layers on N distribution in GaAsN/GaAs superlattice thin films

fabricated by ALE method

○(M1)竹尾 虎之助¹, 古藤 隼人¹, 河野 将大², 鈴木 秀俊¹

1 宮崎大学 2 豊田工業大学

T. Takeo¹, H. Koto¹, H. Suzuki¹, M. Kawano²

1 University of Miyazaki, 2 Toyota Technological Institute

E-mail: hn21191@student.miyazaki-u.ac.jp

はじめに

高効率多接合型太陽電池の材料として、InGaAsN が注目されている。しかし、N 添加による電気特性の悪化が報告されており、この原因として N 分布の不均一化が考えられている^[1]。そこで、GaAsN に注目し、原子層エピタキシー(ALE)法を用いて N 分布を意図的に制御した GaAsN 薄膜の成長を試みている^[2]。我々はこれまでに、GaAs 基板上に GaAsN 層のみ積層したものと、GaAsN 層 1 層を積層した後に GaAs 層を 1~9 原子層を周期的に積層したもの(それぞれ、(1:0)、(1:1)~(1:9)と表記)を作製し構造特性の評価を行っている^[3]。過去に作製された GaAsN/GaAs 超構造では、ほぼ想定通りの構造が形成されてはいたが、周期やその傾きが異なる複数の領域が混在していることが判明している。しかし、その詳細な構造や、周期等の乱れが GaAs 層数の違いに依存して変化するのかは不明である。超構造の周期や傾きは X 線回折(XRD)法により評価することができるが、本構造は N 組成が小さく、大学が所有する通常の XRD 装置では回折強度が小さく評価が難しい。

そこで本研究では高輝度 X 線が利用可能な放射光を用いた逆格子マッピング(RSM)測定により、ALE 法で作製した GaAsN/GaAs 超構造中の詳細な N 分布と、GaAs 層数の N 分布への影響を明らかにすることを目的とする。

評価方法

本研究では、佐賀県立九州シンクロトロン光研究センターの BL07 および BL15 に設置された X 線回折装置を用いて測定を行った。試料は、過去に作製された GaAsN/GaAs 超構造薄膜(1:2)、(1:5)、(1:9)に対して、(004)Bragg 回折と、その±1 次の超構造回折近傍の RSM 測定を実施した。測定には、15[keV]の高輝度 X 線を利用し、 2θ を 31.5~36.6[deg]、 ω を 16.1~18.2[deg]の範囲で変化させた。それぞれの角度分解能は 0.0001[deg]である。これらの測定により、各層数における周期のみだれ具合や原子層の傾き具合を比較した。

実験結果と考察

測定した RSM 図の例を示し、解析方法を説明する。(1:2)の(004)近傍と+1 次の測定例をそれぞれ図 1(a)と(b)に示す。(004)近傍には GaAs 基板と GaAsN/GaAs 超構造に起因するピークが観察される。図 1(b)には+1 次の超格子(SL)回折ピークが確認できる。+1 次の SL 回折ピークは 2 つに分裂し、Bragg ピークに対して傾いていた。この結果は、GaAsN/GaAs 超構造内に周期が異なる領域が複数存在し、それぞれの超構造が(004)面に対して別方向に傾いていることを示している。本研究では、測定した全ての試料に対して、SL 回折ピークが 2 つに分裂していると仮定し、それぞれの逆空間中の位置から各超構造中の周期および傾き角の差を算出した。RSM から算出した周期の差と SL 回折ピークの傾き角の差の GaAs 層数による変化を図 1(c)に示す。いずれも、GaAs 層数の増加に伴って大きくなっている。これは、GaAs 層数の増加するにつれて SL 中の周期の乱れが大きくなることを示している。

この乱れが GaAsN 層のみが原因と考えると、GaAs 層数が少ないほど GaAsN 層の層数が増えるため、周期の乱れが大きくなることが予想されるが、実際は周期等の乱れには GaAs 層が影響していると考えられる。

参考文献

- [1] H. Suzuki, *et al.*, Thin Solid Films 540, 79-83 (2013).
- [2] M. Kawano, *et al.*, J. Cryst. Growth 649 127915 (2025).
- [3] H. Koto, *et al.*, J. Appl. Phys. 64 04SP36 (2025).

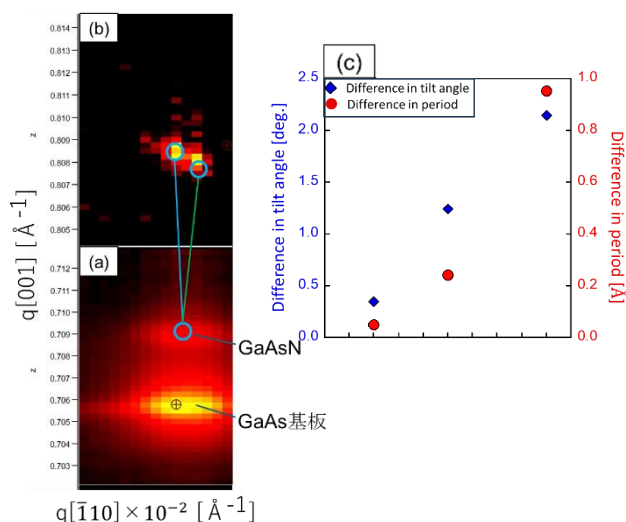


Fig.1 Examples of RSM measurements near (a) (004) in (1:2) and (b) +1st order (c) Variation of the difference between period and tilt angle with respect to the number of GaAs layers.

Lateral Aspect Ratio Trapping 法により形成した InP マイクロテンプレート上選択 MOVPE 成長薄膜の構造欠陥解析 Structural defect analysis of selective MOVPE regrown films on InP micro templates fabricated by lateral aspect ratio trapping method

日本電信電話株式会社 NTT 先端集積デバイス研究所
 ○本間 寛弥, 杉山 弘樹, 開 達郎, 佐藤 具就, 松尾 慎治
 NTT Device Technology Labs., NTT Corporation,
 °H. Homma, H. Sugiyama, T. Hiraki, T. Sato, and S. Matsuo

E-mail: hiroya.honma@ntt.com

【はじめに】直接成長法を用いた Si 導波路結合型 III-V 光デバイスのモノリシック集積に向け、Lateral Aspect Ratio Trapping (LART)法[1]による III-V マイクロテンプレート (Micro Template: MT) 横方向成長技術が注目されている。我々は、LART 法により形成した InP MT 上に III-V 族半導体薄膜を選択再成長し、SOI 基板上に光デバイスを集積する技術を開発している。LART 法では、横方向成長において積層欠陥や回転双晶などの面欠陥が形成されやすい事が、最近指摘されている[2, 3]。今回、これらの面欠陥が InP MT 上の選択再成長薄膜の結晶構造に与える影響について調べたので報告する。

【実験】縦型 MOVPE 装置を用い、TMIn、TEGa、TBAs、TBP、PH₃、AsH₃を原料として結晶成長を行った。LART 法用基板の作製手順、InP MT の成長条件は既報告[2]と同様である。MT 上部の酸化膜を除去した後、選択再成長により InGaAs/InP multi quantum well (MQW)構造の成長を試みた。光学顕微鏡と断面 TEM により構造を評価した。

【結果】Fig.1 に選択再成長後の MT 上面の光顕像(a)と、同試料の断面 (図中点線) の TEM 像(b)の一例を示す。試料上面には[110]方向に沿って伝播する直線状のコントラストが観察された。これは Si 基板/MT 界面で形成され、MT 内を貫通する積層欠陥が、選択再成長層に伝搬して生じたものと考えられる。一方、Fig. 1 (b)より、再成長層は Si 種結晶の方位を受け継ぎ、(001)方向に垂直なヘテロ界面を有する MQW がほぼ設計通りに形成されていることが分かった。Fig.2 は、Fig.1 に示した試料と同一ウエハ上に形成された別の試料の光顕像(a)、断面 TEM 像(b)である。試料表面には[110]方向に沿った線状のコントラストが観測された。Fig. 2(b)から、MT は高密度の双晶面を含んでおり、試料上面に Si 種結晶の方位とは異なる高指数面が露出していることがわかる。Fig.2(a)で観測された線状のコントラストは、MT の高指数表面を起点とした異常再成長による表面モフォロジーのうねりに対応しており、ここでは[001]方向への正常な MQW 構造が形成できなかったものと考えられる。このように、MT 内の積層欠陥と回転双晶は再成長層の正常な成長を妨げることがわかった。MT 上に所望の III-V 族ヘテロ構造からなる光デバイスを形成するためには、これらの結晶欠陥を排除した MT を作製する必要がある。

[Ref.] [1] Y. Han et al., *Appl. Phys. Lett.* 114, 192105 (2019).

[2] H. Homma et al., *J. Crystal Growth* 648, 127903 (2024).

[3] J. Li et al., *APL Mater.* 12, 111101 (2024).

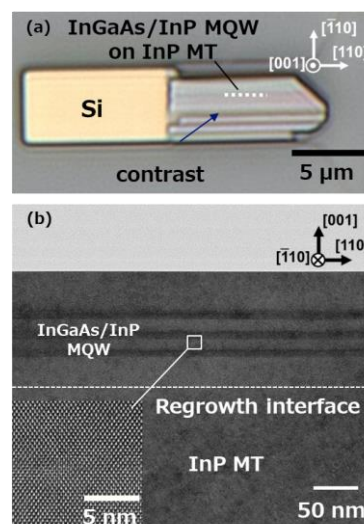


Fig. 1. (a) Nomarski image and (b) cross-sectional TEM image of a sample.

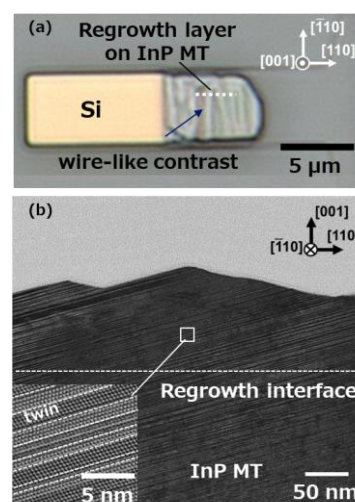


Fig. 2. (a) Nomarski image and (b) cross-sectional TEM image of another sample.

InP/InGaAs ラテラル HBT 製作に向けた微細空洞内 MOVPE 選択成長

Selective MOVPE growth in microcavity for the fabrication of InP/InGaAs lateral HBTs

東京科学大学, °渡辺 翔太, 宮本 恭幸

Science Tokyo., °Shota Watanabe, Yasuyuki Miyamoto

E-mail: Watanabe.s.ce@m.titech.ac.jp

1. 背景・目的

誘電体空洞に横方向ヘテロ接合構造を成長させラテラル HBT を作製する. ラテラル HBT は従来の縦型に比べ寄生容量が削減され高速動作が期待される. 本報告では, 光露光による InP 空洞内選択成長の結果[1]を基に, 電子ビーム露光で InP 基板上に微細誘電体空洞を形成し, InP/InGaAs ヘテロ接合を成長させた結果を報告する.

2. 作製構造・プロセス

InP(110)基板上に SiO₂, HSQ レジストによる空洞系を電子ビーム露光で形成した. 構造を図 1 に示す. 成長起点のホールは直径 500nm 円形, 200×500nm² 長方形, 空洞高さは 360nm と 720nm の 2 種とした. 横型 MOVPE 装置で, InP/InGaAs HBT 構造を成長し, 空洞内結晶評価は SEM で行った.

3. 実験結果

図 2(a)は直径 500nm 円形, 図 2(b)は 200×500nm² 長方形ホールの成長後 SEM 像である. ホールを微細化と, 横方向成長が顕著となり, ホール内が結晶で埋まった後に横方向成長が始まると考えられ, 前回の結果[1]と一致している. しかし, 図 3 から空洞の高さが大きいほど成長が顕著になる[1]という結果は得られなかった. 図 4(a)に空洞内成長構造を, 図 4(b)に成長後の空洞系を剝離後, InGaAs 層を僅かにエッチングした結晶の SEM 像を示す. 空洞内で InP/InGaAs ヘテロ接合構造が確認され, この横方向 HBT 構造へ電極をとった結果は当日報告する.

参考文献

[1]小林他, 秋季応物, 18a-B2-3 (2024)

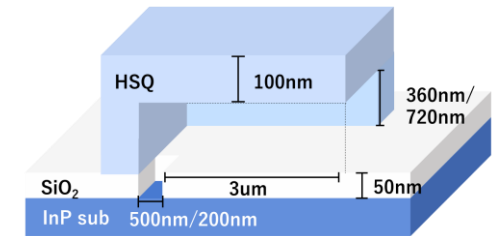


Fig. 1. Schematic diagram of a cavity for selective growth.

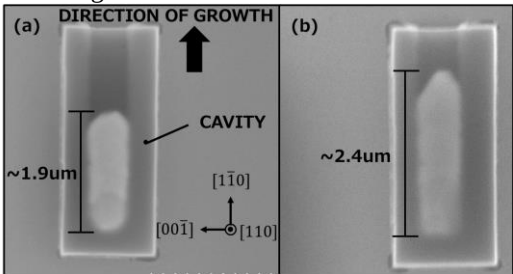


Fig.2.SEM image of crystal growth.
(a)Diameter 500 nm circular. (b)200×500nm² hole.

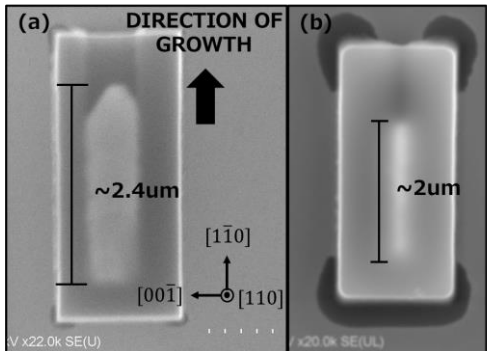


Fig.3.SEM image of crystal growth.
(a)Cavity height 360nm. (b) Cavity height 720nm.

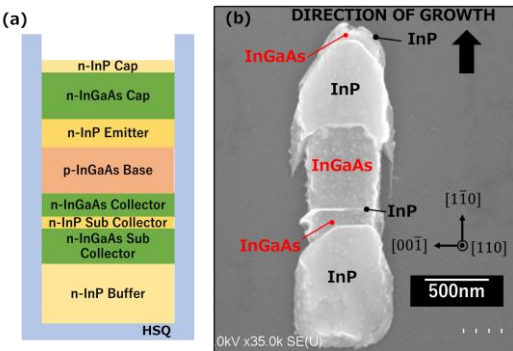


Fig.4. InP/InGaAs heterojunction in a cavity.(a)Epitaxial layer structure of HBTs. (b) Crystal in a cavity after wet etching of InGaAs layers.

多結晶 InGaAs 薄膜の固相成長によるキャリア移動度の向上

Improved electron mobility of polycrystalline InGaAs thin films via solid-phase crystallization

筑波大院 数理物質 清野碩, 野沢公暉, Seo Jisol, 末益崇, 都甲薫

Univ. of Tsukuba, Y. Kiyono, K. Nozawa, Seo Jisol, T. Suemasu, and K. Toko

E-Mail: kiyono.yutaka.11972.a@gmail.com

【はじめに】 薄膜トランジスタの高性能化に向け、高いキャリア移動度を有する多結晶半導体薄膜の絶縁基板上形成が研究されてきた。特に、III-V族化合物半導体(InGaAs 等)は、高い電子移動度 μ_n (9000–40000 $\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$) を有することから、薄膜トランジスタの材料として有望である[1]。本研究では、高移動度多結晶 IV 族材料の合成手法として有力な固相成長法[2,3]を InGaAs に適用し、高 μ_n な多結晶 InGaAs 薄膜合成を目指した。その結果、InGaAs 薄膜の堆積温度 T_d 及び InGa に対する As の割合 $R_{\text{InGa/As}}$ が重要なパラメータであることを明らかにした。

【実験方法】 分子線堆積法を用いて石英ガラス基板上に In、Ga、As を同時蒸着し、 $\text{In}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ を成膜した(膜厚:100 nm)。このとき $T_d = 50\text{--}150\text{ }^\circ\text{C}$ 及び $R_{\text{InGa/As}} = 0.7\text{--}1.0$ で変調した。その後、熱処理温度 T_g を変調(500–700 $^\circ\text{C}$)しながら 10 分間熱処理を施した(Fig. 1(a))。組成の同定には EDX、結晶性評価には Raman 分光法と EBSD 測定、電気的特性評価にはホール効果測定を用いた。

【結果・考察】 初めに、前駆体の InGaAs 薄膜の結晶性評価を行った。取得したラマンスペクトルから、 $T_d = 100\text{ }^\circ\text{C}$ において $R_{\text{InGa/As}} = 0.85$ を境に結晶状態が変化していることがわかる(Fig. 1(b))。これは過剰な As の存在により In–As、Ga–As の結合が妨げられるためである。次に $R_{\text{InGa/As}} = 0.83$ の試料に対して T_d を変調した結果を示す(Fig. 1(c))。この結果から $T_d = 100\text{ }^\circ\text{C}$ を境に結晶状態が変化している事がわかる。これは成膜中に与えられる熱エネルギーが結晶化に寄与するためだと考えられる。このようにして $R_{\text{InGa/As}}$ と T_d を変調してラマン分光法により堆積時の結晶化状態を調べた(Fig. 1(d))。この結果から、 $R_{\text{InGa/As}}$ と T_d が共に小さい領域において堆積時に非晶質になることがわかる。続いてこれらの試料のうち、Sample A, B, C, D に対して $T_g = 500\text{--}700\text{ }^\circ\text{C}$ で変調した際の電気特性を示す。電子密度 n に関して、Sample A は T_g によらず 10^{16} cm^{-3} 後半程度の低い値で一定であるのに対して Sample B, C, D は T_g により変化し、 $T_g = 700\text{ }^\circ\text{C}$ で $3 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ に達した(Fig. 2(a))。また μ_n に関しては、Sample A は T_g の増加に合わせて向上し、 $T_g = 700\text{ }^\circ\text{C}$ で $830 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ に達した。また Sample B, C, D では、 T_g の増加によりわずかに増加したが、劇的な変化は見られなかった。(Fig. 2(b)) 以上のことから、適切な堆積条件で固相成長を誘起することで、 μ_n が劇的に向上することがわかった。発表ではこれらの μ_n 向上機構についてより詳細に議論する。

[1] M. Saito *et al.*, Mater. Sci. Semicond. Process. 124, 105623 (2021). [2] K. Toko *et al.*, Sci. Rep. 7, 16981 (2017).

[3] K. Nozawa *et al.*, Appl. Phys. Lett. 122, 201901 (2023).

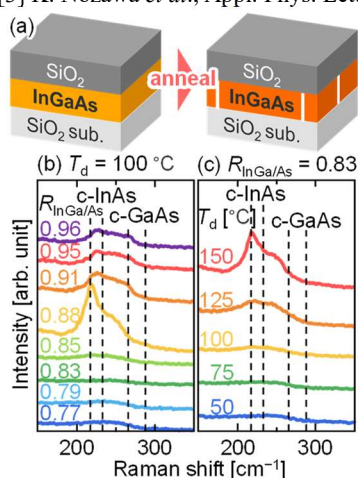


Fig. 1. (a) Schematic of the samples. (b) Raman spectra with $T_d = 100\text{ }^\circ\text{C}$ and each $R_{\text{InGa/As}}$ (c) Raman spectra with $R_{\text{InGa/As}} = 0.83$ and each T_d . (d) Influence of $R_{\text{InGa/As}}$ and T_d on crystallization of InGaAs during deposition.

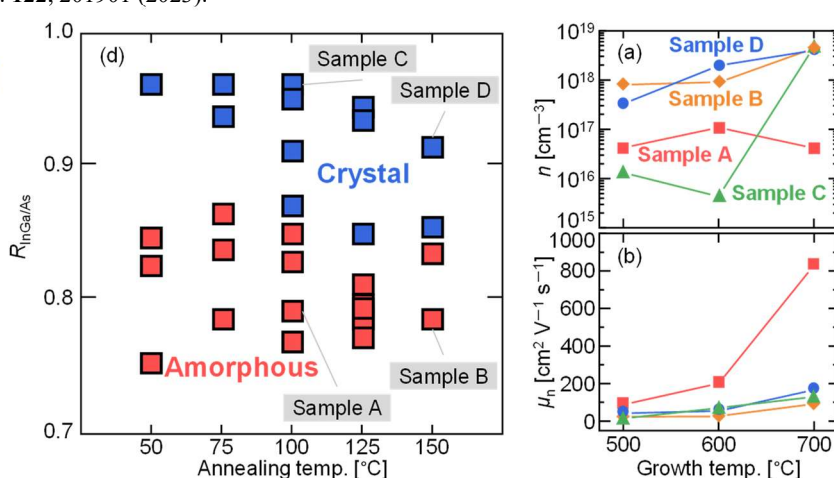


Fig. 2. Electrical properties of the samples. (a) n and (b) μ_n .

平衡状態に近い結晶成長形における晶相・晶癖変化: ナノスケール Kardar-Parisi-Zhang ラフ面の影響

Habit change in crystal growth shape: How the nanoscale Kardar-Parisi-Zhang rough surfaces affect the mesoscale shape

九大応力研¹, 東北大金研², 北陸先端大³, 阪大院理⁴

○阿久津 典子¹, 草場 彰¹, 寒川 義裕¹, 藤原 航三², 前田 健作³, 阿久津 泰弘⁴

RIAM Kyushu Univ.¹, IMR Tohoku Univ.², JAIST³, Grad. School of Sci. Osaka Univ.⁴

○Noriko Akutsu¹, Akira Kusaba¹, Yoshihiro Kangawa¹,

Kozo Fujiwara², Kensaku Maeda³, Yasuhiro Akutsu⁴

E-mail: akutsu@riam.kyushu-u.ac.jp

ゆっくり変化する平衡状態に近い結晶成長形について、Müller-Krumbhaar ら (MBK) [1] の時間に依存したギンツブルクーランダウの思想に基づいた結晶表面成長の式から成長形を求めた。その式で必要になる、表面スティフネスと表面カイネティック係数を密度行列繰り込み群法とモンテカルロ法で異方性も含めてそれぞれ計算した [2]。

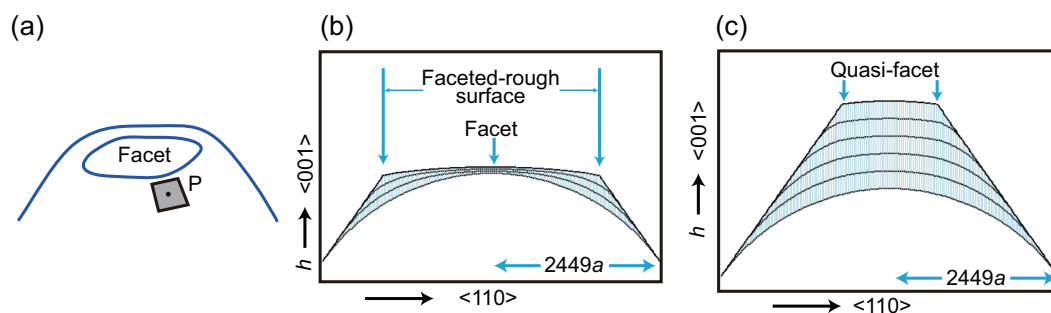


図 1: (a) Schematic illustration of the micrometer crystal shape and a nanoscale tangential plane at point P. (b) and (c) Intersection of crystal growth shapes in the (110) plane based on surface quantities in the nanoscale tangential plane, $k_B T / \epsilon = 0.63$. The initial shape is a sphere with a radius of $3000a$, where $a = 1$ is the lattice constant. Lines: from bottom to top, $t/\tau = 0$ to $12,000$ (or $20,000$) for every $4,000$. (b) $\Delta\mu/\epsilon = 0.8$. (c) $\Delta\mu/\epsilon = 2.2$. The figure is taken from Ref. [2] and licensed under CC BY 4.0 (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0>). The figure is changed.

成長駆動力 $\Delta\mu$ が増大するにつれて、(001) 面がスムーズ → Kardar-Parisi-Zhang (KPZ) カイネティック・ラフ面 (図 1 (b)) → Berezinskii-Kosterlitz-Thouless ラフ面 (図 1 (c)) と変化する。それにつれて、結晶の晶癖も変化することが得られた。特に、(001) 面とその微斜面が KPZ カイネティック・ラフ面の場合、十分大きい結晶粒では真のファセット端が island-on-island 構造のため不確定になる。すなわち、原子的にはスムーズだが熱力学的にはラフな面であるファセット化ラフ面になり、隣のファセット面との境界がファセット化ラフ面の境界と観測されることになる。平衡状態近傍における Si 融液中の Si 結晶粒の成長形 [2] についても議論する。

参考文献

- [1] Müller-Krumbhaar, H.; Burkhardt, T.W.; Kroll, D.M. A generalized kinetic equation for crystal growth. *J. Cryst. Growth* **1977**, *38*, 13–22.
- [2] Akutsu, N.; Kusaba, A.; Kangawa, Y.; Fujiwara, K.; Maeda, K.; Akutsu, Y. Faceted-Rough Surface on a Crystallite's Shape with Nanometer-Scale Kardar-Parisi-Zhang Kinetic Rough Surfaces for Interface-Limited Growth. *Appl. Surf. Sci.* **2025**, *708*, 163579.

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[10a-N402-1~11] 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[10a-N402-1]

Improving optical property of InP/InAs heterostructure nanowire array grown by self-catalyzed vapor-liquid-solid mode

○Guoqiang Zhang^{1,2}, Haoche Zhou¹, Masato Takiguchi^{1,2}, Hideki Gotoh³, Haruki Sanada¹ (1.NTT BRL, 2.NTT NPC, 3.Hiroshima Univ.)

[10a-N402-2]

Selective-area growth of InGaAs nanowire on SOI with SiON/W/SiO₂ multi-layer mask

○Keita Taniyama¹, Yuki Azuma¹, Kai Fujimoto¹, Junichi Motohisa¹, Katsuhiro Tomioka¹ (1.GS of IST and RCIQE, Hokkaido Univ.)

[10a-N402-3]

Selective-area MOVPE of WZ-AlInP fins on InP(111)A

○Yuki Azuma¹, Ziyue Zheng¹, Taniyama Keita¹, Uchida Ryosei¹, Junichi Motohisa¹, Katsuhiro Tomioka¹ (1.RCIQE)

[10a-N402-4]

Thermal annealing effect of InAs nanowires by selective-area growth

○Doma Hachimiya^{1,2}, Yuki Azuma^{1,2}, Keita Taniyama^{1,2}, Ryosei Uchida^{1,2}, Katsuhiro Tomioka^{1,2}, Junichi Motohisa^{1,2} (1.Hokkaido Univ., 2.RCIQE)

[10a-N402-5]

Utilization of droplet etching for a 100% yield of vertical GaAs nanowires on 2-inch SiO_x/Si(111) wafers

○Keisuke Minehisa¹, Mahiro Sano¹, Sota Wajima¹, Takuto Goto¹, Kaito Nakama¹, Fumitaro Ishikawa¹ (1.Hokkaido Univ. RCIQE)

[10a-N402-6]

Interfacial Strain near Pinholes at the Nucleation Stage of Self-Catalyzed GaAs NWs on Si(111)

○Kaito Nakama^{1,2}, Fumitaro Ishikawa^{1,2} (1.Hokkaido Univ., 2.Hokkaido Univ. RCIQE)

[10a-N402-7]

Effect of Quantum Well Number on the Optical Properties of GaAs/GaNAs/GaAs Core Multi-Shells Nanowires on 2-inch Si Wafer

○Kantaro Sugihara^{1,2}, Keisuke Minehisa^{1,2}, Mahiro Sano^{1,2}, Ishikawa Fumitaro² (1.Hokkaido Univ., 2.Hokkaido Univ. RCIQE)

[10a-N402-8]

N composition changes influenced by Sb surfactant effect in GaAs/GaInNAsSb core-multishell nanowires

○(M2)Takuto Goto¹, Kaito Nakama¹, Hidetoshi Hashimoto¹, Keisuke Minehisa¹, Fumitaro Ishikawa¹ (1.Hokkaido Univ. RCIQE)

[10a-N402-9]

MBE growth of GaSb nanowires using HSQ mask

○(D)Soh Komatsu¹, Masashi Akabori¹ (1.CNMT, JAIST)

[10a-N402-10]

Radiation-Based Evaluation of the Onset of Compositional Grading Non-Uniformity in the SGB Layer Caused by Dislocation Slip Plane Anisotropy in Lattice-Mismatched InGaAs Solar Cells

○Naoki Hashimoto¹, Akio Ogura², Mitsuru Imaizumi³, Hidetoshi Suzuki¹ (1.Miyazaki Univ., 2.Tsukuba Univ, 3.Sanjo City Univ)

[10a-N402-11]

Effects of distance between holes of Porous Si substrate on GaAs thin film growth

○Momoko Sakuma¹, Ryunosuke Minamoto¹, Hidetoshi Suzuki¹ (1.Miyazaki Univ.)

Improving optical property of InP/InAs heterostructure nanowire array grown by self-catalyzed vapor-liquid-solid mode

Guoqiang Zhang^{*1,2}, Haochen Zhou¹, Masato Takiguchi^{1,2}, and Hideki Gotoh³, Haruki Sanada¹

¹NTT Basic Research Laboratories, ²NTT Nanophotonics Center, NTT Corporation,

³Research Institute for Semiconductor Engineering, Hiroshima Univ.

*E-mail: guoqiang.zhang@ntt.com

III-V compound semiconductors typically exhibit problematic non-radiative recombination at exposed surfaces.¹ The high surface recombination velocity reduces the internal quantum efficiency of optical devices made from these semiconductors. Such recombination losses can be more pronounced in nanowires because of their high surface-to-volume ratio.² This motivated the present study to obtain nanowires with high crystalline quality and suppressed surface recombination to improve optical yield. In this study, we grow vertical InP/InAs nanowires on InP(111) substrates by self-catalyzed vapor-liquid-solid (VLS) approach. We find photoluminescence (PL) lifetimes are as long as 3-5 ns, which are almost unaffected by surface passivation. Moreover, PL measurements revealed lasing behavior from the nanowire array at significantly low excitation power.

We grew InP/InAs nanowire array with an axial heterostructure by self-catalyzed VLS mode in an MOVPE chamber.³ We used substrates with an open window array formed by SiN_x masking films deposited on InP(111) substrates. Site-controlled indium particles were selectively formed on open window areas at 500 °C via a self-assembly process.⁴ Nanowire growth was initiated from these indium catalyst particles. Each nanowire contained an optically active region composed of 20 periods of an InP (10 nm)/InAs (9 nm) heterostructure.

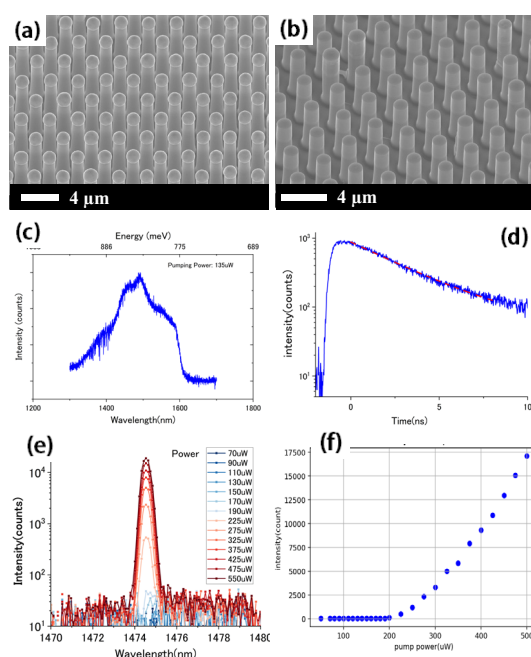


Fig. 1. SEM images of nanowires (a) after growth and (b) after chemical etching to remove indium particles. (c) PL spectrum from a single nanowire. (d) Time-resolved PL at RT. (e) Lasing spectrum with increasing power and (f) L-L curve.

Figure 1a shows nanowire array grown with 3-μm-pitch and 2-μm-diameter open window. After growth, the indium particles were removed by piranha chemical etching (Fig. 1b). Individual nanowires show telecom-band PL at room temperature with a lifetime of 3-5 ns (Figs. 1c and 1d), comparable to that reported for InGaAs/InP nanopillars after ammonium sulfide treatment⁵. Note that the observed long lifetime was obtained from bare nanowires, and sulfur passivation did not result in significant further improvement. Our previous study showed a lifetime one order of magnitude shorter;⁶ the improvement may be attributed to suppressed impurity incorporation, possibly caused by replacing the stainless-steel chamber with one made of high-purity quartz. We also observed lasing behavior from the nanowire array under lower pumping power than previous (Figs. 1e and 1f). These results indicate that these InP/InAs nanowires have improved optical properties and therefore potentially can function as building blocks for high-efficiency optical devices. This work was supported by JSPS KAKENHI (23K26581, 23K26485).

References:

1. Boroditsky, M., *et al.*, *Journal of Applied Physics* (2000) **87** (7), 3497
2. Jacob, B., *et al.*, *ACS Applied Electronic Materials* (2022) **4** (7), 3399
3. Zhang, G., *et al.*, *Opt. Continuum* (2024) **3** (2), 176
4. Zhang, G., *et al.*, *ACS Nano* (2015) **9** (11), 10580
5. Higuera-Rodriguez, A., *et al.*, *Nano Letters* (2017) **17** (4), 2627
6. Zhang, G., *et al.*, *Science Advances* (2019) **5** (2), eaat8896

SiON/W/SiO₂多層膜マスクを用いたSOI上InGaAsナノワイヤ選択成長 Selective-area growth of InGaAs nanowire on SOI with SiON/W/SiO₂ multi-layer mask

北海道大学情報科学院および量子集積エレクトロニクス研究センター

○谷山 慶太, 東 佑樹, 藤本 開, 本久 順一, 富岡 克広

Graduate School of IST and RCIQE, Hokkaido Univ.

○Keita Taniyama, Yuki Azuma, Kai Fujimoto, Junichi Motohisa, Katsuhiro Tomioka

E-mail: taniyama.keita.e1@elms.hokudai.ac.jp

[背景] 電界効果トランジスタ(FET)はゲート構造・チャネル材料に新技術を導入し微細化を進めることで性能を向上してきた。しかし、FET のスイッチ機構は熱電子輸送のゲート電界変調であるため、駆動電圧を決定するサブスレッショルド係数(SS)に最小物理限界(60 mV/桁)が生じ、微細化・高密度集積化とともに消費電力が増大している。この課題を克服するためには、ゲート構造・チャネル材料に加え、新たなスイッチ機構の導入が必要である。そこで、我々は III-V 族化合物半導体ナノワイヤ(III-V NW)/Si 界面の量子トンネル効果によるスイッチ機構に注目し、InGaAs NW チャネル縦型ゲートオールアラウンド FET(VGAA-FET)およびトンネル FET(-TFET)を Silicon-on-Insulator(SOI)基板上で実証し、高性能化の検討を行っている[1]。本素子の集積回路化には、SOI 基板上でソース端子とともに InGaAs NW チャネルを集積させ多層電極構造を形成する必要がある。そのため本報告では、高融点金属層を有した SiON/W/SiO₂ 多層膜マスクを形成した SOI 基板上における InGaAs NW 選択成長について検討したので報告する。

[実験方法] 図 1 に SiON/W/SiO₂ 多層膜マスク SOI 基板上の InGaAs ナノワイヤ選択成長の工程を示す。初めに、熱酸化法により SiO₂ 膜を形成した p 型 SOI(111)基板(SOI 層厚 600 nm)に、スパッタリング法により W、SiON を堆積させたのち、電子線リソグラフィとドライ/ウェットエッチングで開口部を形成した。次に、マスク基板表面を洗浄した後、AsH₃ による表面処理とパルス成長法により SOI(111)表面に(111)B 極性表面を形成した[2]。最後に、有機金属気相成長(MOVPE)法で、InGaAs NW を成長した。成長温度は 670°C、V/III 比は 319、成長時間は 10 分とした。

[実験結果] 図 2 に多層膜マスク SOI(111)基板上の InGaAs ナノワイヤ選択成長結果を示す。図から、SiON/W/SiO₂ 多層膜マスク SOI(111)基板上において垂直配向した InGaAs NW が SOI 上に直接成長したことが分かる。成長した InGaAs NW は{-110}垂直ファセットと(111)B 上面に囲まれた六角柱構造を有していた。これにより、多層膜マスク構造においても AsH₃ 表面処理とパルス成長法により(111)B 極性表面が形成されることが示された。また、NW 直径(約 90 nm)に対して開口パターンの直径が大きくなった (230 nm)。これは、基板表面洗浄工程により W 層のサイドエッチングが進行し、各材料層の開口部直径に差が生じたためだと考えられる。W 層をソース端子とするためには、InGaAs NW と W 層をコンタクトさせる必要があり、W との反応が小さい洗浄方法の検討が必要である。当日は、実験方法・結果の詳細に加え、洗浄方法の検討を行った結果についても報告する。

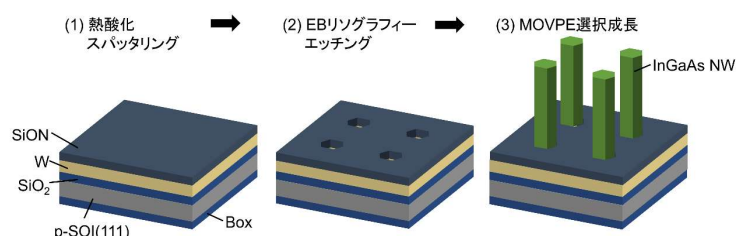


図 1 SiON/W/SiO₂ 多層膜マスク上 InGaAs NW 選択成長

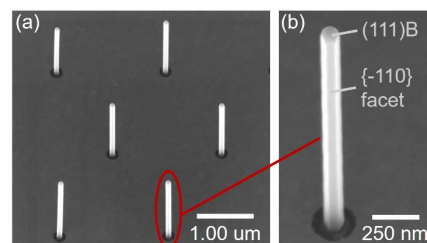


図 2 InGaAs NW SEM 像と拡大図

参考文献

- [1] K. Taniyama *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys., **64** (2025) 04SP62.
[2] K. Tomioka *et al.*, Nano Lett., **8** (2008) 3475.

MOVPE 選択成長法による WZ-AlInP フィン成長と評価

Selective-area MOVPE of WZ-AlInP fins on InP(111)A

°(D)東 佑樹, 鄭 子ヨウ, 谷山 慶太, 内田 凌聖, 本久 順一, 富岡 克広

Graduate School of IST and RCIQE, Hokkaido Univ.

°Yuki Azuma, Ziye Zheng, Keita Taniyama, Ryosei Uchida, Junichi Motohisa, Katsuhiko Tomioka

E-mail: azuma@rciqe.hokudai.ac.jp

【背景/目的】ナノサイズ発光ダイオード (Light-emitting Diode: LED) では、緑色～黄色波長帯で高輝度、高効率で発光する材料候補が少ない課題がある。我々はこの課題に対して、構造相転移によるウルツ鉱型構造(WZ)AlInP 単結晶薄膜の作製と、その高輝度 LED への応用を目指している^[1]。WZ-AlInP はすべての混晶比で直接遷移型のバンドギャップを持つため^[2]、その混晶比を制御することで緑色～黄色で高輝度・高効率発光する可能性がある。今回は、WZ-AlInP 単結晶の大面积成長に向けて、AlInP フィンの選択成長とその評価を行なったので報告する。

【実験方法】InP(111)A 基板上に SiN を 20 nm スパッタリングし、電子ビームリソグラフィとイオン反応性エッチングおよびウェットエッチングで図 1 内挿図のように開口パターンを、幅 100、200、400 nm、長さ 1000、2000 nm の組み合わせで形成した。次いで、有機金属気相選択成長法で AlInP フィンを成長した。成長条件は、原料としてターシャリーブチルホスフィン(TBP)、トリメチルアルミニウム(TMAI)、トリメチルインジウム(TMIn)、成長温度 660 °C、V/III 比 22.8、成長時間 18 分で、気相中での III 族原料内の Al 比率は 6 %とした。フォトルミネッセンス(PL)測定は室温、励起光波長 532 nm で行なった。X 線回折(XRD)は室温で測定した。

【結果と考察】図 1 にそれぞれの開口パターンでの AlInP フィン選択成長結果を示す。図 1(a)

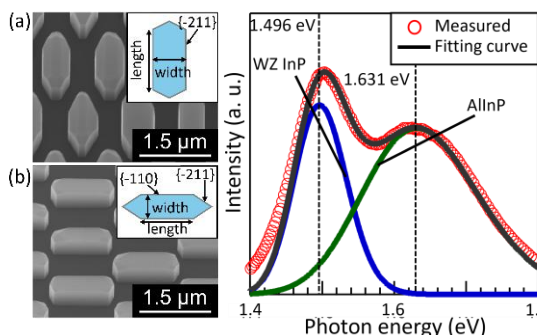


Figure 1. Growth results of the AlInP nanofins using the different masks.

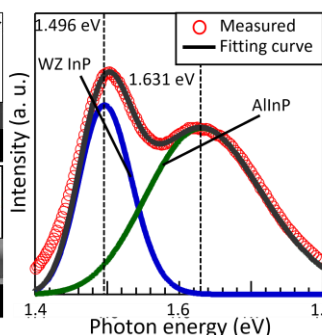


Figure 2. PL spectra of the AlInP nanofins.

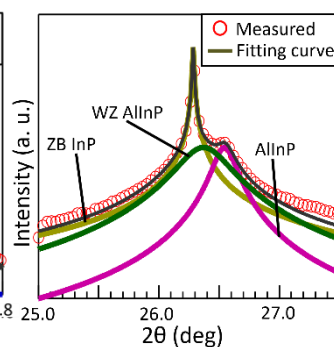


Figure 3. XRD diffraction pattern of the AlInP nanofins.

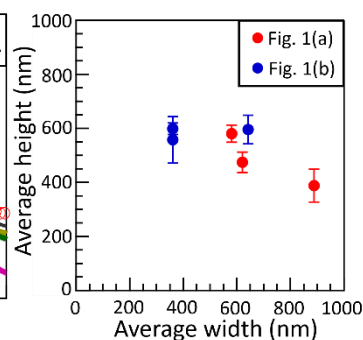


Figure 4. Height vs width of the AlInP nanofins.

では{-211}面と{-110}面の二つの側面ファセットを持ち、図 1(b)では{-110}ファセットのみが出現した。また、フィン上面で凹凸構造が形成された。

図 2 に AlInP フィンアレイの PL スペクトルを示す。作製したフィンは 1.496 eV、1.631 eV にピークを持つ発光スペクトルを示した。発光起源について、1.496 eV は WZ-InP、1.631 eV は Al 固相比が 11%の AlInP フィンに由来すると考えられる。他方、AlInP の PL スペクトルの半値幅が広いことから、フィン内の Al 原子の取り込みが不均一であることを示している。

図 3 に AlInP フィンアレイの XRD の回折パターンを示す。作製したフィンは 26.28、26.37、26.55°にピークを示した。それぞれのピークの起源について、26.28°は ZB-InP 基板、26.37°は Al 組成 11%の AlInP フィン、26.55°は Al 組成 14%の AlInP フィン由来であると考えられる。

図 4 に作製したフィンの平均高さや平均幅のグラフを示す。図 4 から、成長したフィンは高さ 600 nm 付近に集中しており、高さ方向の成長が飽和する傾向がある。これは Al 原子と In 原子のフィン側面上での拡散長によって高さ方向の成長が制限されたためと考えられる。作製した開口パターンより幅が大きいことから、高さ方向が飽和した後、フィンは横方向に成長したと考えられる。

【参考文献】

- [1] F. Ishizaka *et al*, Nano Lett. **17**, 1350 (2017).
[2] A. De *et al*, Phys. Rev. B **81**, 155210 (2010).

InAs ナノワイヤ選択成長における熱処理エッチングの検討

Thermal annealing effect of InAs nanowires by selective-area growth

北海道大学情報科学院および量子集積エレクトロニクスセンター¹

○(M1)八宮 道馬¹, 東 佑樹¹, 谷山 慶太¹, 内田 凌聖¹, 本久 順一¹, 富岡 克広¹

GS of Information Science and Technology and RCIQE, Hokkaido Univ.¹

○Doma Hachimiya¹, Yuki Azuma¹, Keita Taniyama¹, Ryosei Uchida¹, Junichi Motohisa¹,

Katsuhiro Tomioka¹

hachimiya.doma.r8@elms.hokudai.ac.jp

電界効果トランジスタ (FET) の微細化が進むにつれ、リーク電流の増加や寄生容量の増大などの課題が顕著になっている。このため、ゲートオールアラウンド (GAA) 構造や高移動度チャネル材料の導入が検討されている。本研究グループでは、次世代 FET 構造として、Si 上に選択成長した III-V 族化合物半導体ナノワイヤ(III-VNW)チャネルの縦型 GAA (VGAA) FET 素子を実証してきた[1]。しかしながら、選択成長法は、リソグラフィ技術の最小分解能とエッチング工程で、ナノワイヤ径が決定されるため、原子層スケールの径を有した NW チャネル成長が困難である。そこでナノワイヤの微細化技術として、選択成長法に熱処理エッチング工程を導入することで、結晶核サイズに匹敵する径を有した極微細 III-VNW チャネルを形成できると着想した。本研究では、有機金属気相選択成長法による InAs NW 成長工程において、熱アニールエッチングによる NW 直径の微細化について検討したので報告する。

実験では、Si (111) 基板上に熱酸化膜を 25nm 形成し、電子線リソグラフィとエッチングによって開口部を形成した後、MOVPE 法で InAs NW を成長した。成長原料はトリメチルインジウム (TMIn)とアルシン(AsH₃)とした。次いで、NW 成長後、AsH₃ 雰囲気中 (1.25 × 10⁻⁵ atm, 2.5 × 10⁻⁵ atm) で基板温度 580°C、600°C で 5 - 30 分アニールした。

図 1 に InAs ナノワイヤ (NW) の成長結果を示す。Si(111)基板上に垂直に配向した六角柱構造の NW が形成され、熱アニールによって直径・高さ共に減少することが分かった。図 2 に熱アニール処理有無の NW 平均高さと直径の関係を示す。熱処理を行わない場合、ナノワイヤ成長機構で表面拡散過程が支配的になるため、NW の高さは直径の二乗に反比例する。他方、熱アニール処理を導入すると、NW 形状は平坦なファセット面を持つ六角柱形状を維持したまま、この関係から外れ、アニール時間の増加とともに大きく外れることが分かった。これは、(111)B 面および{-110}面のエッチング速度が異なることを示している。図 3 に、高さ方向 ([111]B 方向) および直径方向 (<-110>方向) の熱アニール処理によるエッチング速度を示す。平均高さおよび直径のエッチング速度は、開口直径に対して線形に増加する傾向が得られた。また、[111]B 方向のエッチング速度は、{-110}面のエッチング速度よりも 50 倍程度速くなった。これは、各ファセット面の表面積と In/As 吸着原子の熱脱離過程に起因することを示し、{-110}面は(111)B 面よりも結合密度が高いことから、[111]B 方向のエッチング速度が<-110>方向より速くなると考えられる。今後は、これらの熱アニールに関する知見から、InAs NW のさらなる微細化について議論する。

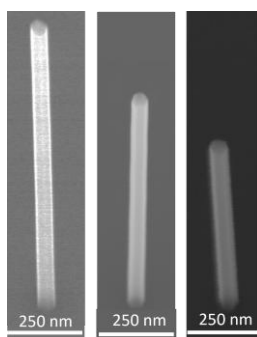


図 1: InAs NW 選択成長結果(左)と熱アニール結果 (真ん中 580°C, 15 min・左 600°C, 30 min)

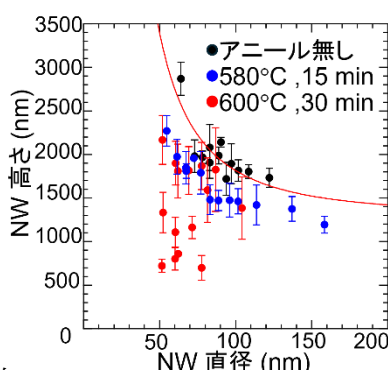


図 2: NW 直径と高さの関係と熱アニールによる変化

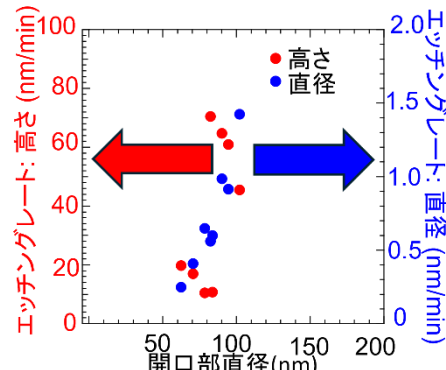


図 3: 開口部直径の変化による直径・高さ方向のエッチングレート変化

参考文献

- [1] K. Tomioka *et al.*, Nature **488**, 189-192 (2012)

2 インチ SiO_x/Si (111) ウエハ上垂直 GaAs ナノワイヤの 100%収率に向けたドロップレットエッチングの活用

Utilization of droplet etching for a 100% yield
of vertical GaAs nanowires on 2-inch SiO_x/Si(111) wafers

北大量集セ

○峰久 恵輔, 佐野 真浩, 和島 颯汰, 後藤 拓翔, 中間 海音, 石川 史太郎

Hokkaido Univ. RCIQE

○Keisuke Minehisa, Mahiro Sano, Sota Wajima,

Takuto Goto, Kaito Nakama, Fumitaro Ishikawa

E-mail: minehisa.keisuke@rciqe.hokudai.ac.jp

【はじめに】 III-V 族半導体である GaAs ナノワイヤ(NW)の Si 上への集積は、成熟した Si 技術に優れた電氣的・光学的特性を付与できるため、次世代デバイスへの応用が期待されている。NW に基づく太陽電池等において出力を最大化し、NW 同士の接触による導通を避けるためには、収率 100%の高密度垂直 NW の大面積成長が望ましい。Tauchnitz 等は、Si 基板表面に存在する SiO_x へのナノホール形成と NW の核形成を独立に制御できるドロップレットエッチング(DE)を用い、10⁶-10⁹ cm⁻² の範囲で NW の数密度を制御しつつ、80%までの垂直収率を達成した^[1]。Ga 液滴の数密度は基板温度に、直径は Ga 照射量に依存する。これらの Ga 液滴を蒸発させることで Si 表面の自然酸化膜がエッチングされ、SiO_x 上に数および大きさが制御されたナノホール(NW の核形成サイトとして機能)が形成される。

【実験・結果】本研究では、分子線エピタキシー(MBE)法を用いた Ga 自己触媒 Vapor-Liquid-Solid 成長により、我々の従来の NW 成長プロセス^[2]に先立ち DE を導入することで、2 インチ Si(111)基板上垂直 GaAs NW の収率制御を試みた。液滴形成時の基板温度は 340°C (液滴数密度: 3.2×10⁸ cm⁻²)、Ga 供給量は GaAs(001)上での平面成長速度 0.1 ML/s となるように設定し、Ga 照射時間を 0 から 200 秒の範囲で変化させた。形成された Ga 液滴は 750°C で 20 分間蒸発させ、その後基板温度を 560°C に降温し NW 成長を行った。NW は基板全面で均一に形成されており、長さは約 3 μm、直径は 60~120 nm である(直径は Ga 照射時間増加で減少)。図 1 に垂直収率の DE 時 Ga 照射時間依存性を示す。Ga 照射時間の増加に伴い垂直収率は増加し、150 秒以上では 99%以上に達した。また、反射率測定から 150 秒試料(NW 数密度: 6.3×10⁸ cm⁻²)は可視から近赤外域にわたって 1%以下の低反射率を示し、挿入図のように黒色を呈した。以上より、2 インチ Si(111)基板全面で高密度(10⁸ cm⁻² 以上)、且つ 99%以上の垂直収率を有する GaAs NW を成長した。

1. T. Tauchnitz, *et al. Cryst. Growth Des.* **17**, 5276 (2017).
2. K. Minehisa *et al.*, *ACS Appl. Nano Mater.* **7**, 21852 (2024).

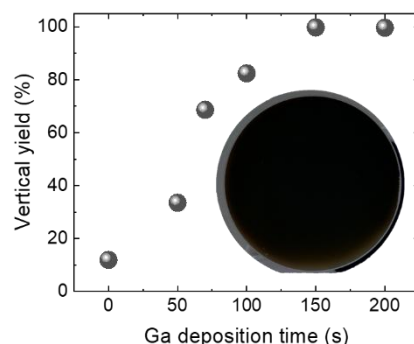


Figure 1. The vertical yield as a function of Ga deposition times. The inset shows a photograph of a 2-inch Si wafer after NW's growth of a Ga deposition time of 150 s.

Si (111) 基板上 Ga 自己触媒 GaAs ナノワイヤ初期核生成期のピンホール近傍界面歪状態

Interfacial Strain near Pinholes at the Nucleation Stage of Self-Catalyzed GaAs NWs on Si(111)

北大情科院¹, 北大量集セ²

○中間 海音^{1,2}, 石川 史太郎^{1,2}

Hokkaido Univ.¹, Hokkaido Univ. RCIQE²

○Kaito Nakama^{1,2}, Fumitaro Ishikawa^{1,2}

E-mail: nakama.kaito@rciqe.hokudai.ac.jp

GaAs ナノワイヤ(NW)は、高いキャリア移動度や光電変換効率から、電子・光学的に優位な特性から、太陽電池、センサー、発光素子などの応用が研究されてきた。NW の Si 基板上へのエピタキシャル成長により、Si テクノロジーへの直接の融合が容易となり、これを用いた次世代の半導体システム開発が期待できることになる。Ga 自己触媒による分子線エピタキシー(MBE)法を用いた気相-液相-固相(VLS)成長は、エッチングなどの基板の前処理を施すことなく、NW の核形成と結晶成長が可能である。ここで NW の形態、配向及び結晶性の制御を可能とするためには、核生成、歪み、および 初期段階の成長を包括的に理解することが重要である。本研究では、初期の成長時間を段階的に変化させた試料を作製し、Si(111)上の自己触媒 GaAs NW の核生成と初期成長段階を系統的に調べた[1]。

Si(111)基板上に MBE 法を用いて GaAs NW を VLS 成長させた。600℃で熱処理後、基板温度を 500 °Cに下げ、NW を成長させた。NW 成長時の As₄ フラックスは 4.4×10^{-6} Torr とし、Ga フラックスを GaAs(001)基板上で 1 ML/s となる供給量とした。図 1(a)は成長時間 71 秒試料のピンホール周辺縦断面高角度散乱暗視野走査透過電子顕微鏡像(HAADF-STEM)である。Si 基板とその表面酸化膜が存在し、その上部領域には数十ナノメートルの粒子が観察される。図 1(b)は、ピンホール領域の拡大 HAADF-STEM である。表面酸化膜に局所的に存在するピンホール内に Si とコヒーレントな格子縞が観察され、Si 基板上に単結晶 GaAs が形成されていることが考えられた。2次元高速フーリエ変換から得られた A 点、B 点、C 点の(111)面と(220)面の面間隔を、GaAs と Si の格子定数とともにプロットしたものを図 1(c)に示す。GaAs と Si 基板との間では連続的に格子間隔が変化し、良好なエピタキシャル成長が可能となる格子歪みが生じていることを示唆している。

[1] Nakama, Kaito, et al. Japanese Journal of Applied Physics 64.6 (2025): 065501.

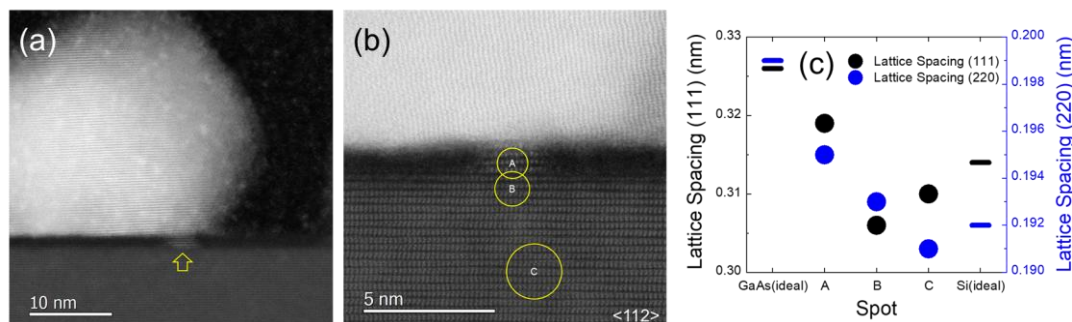


Figure 1. (a) HAADF-STEM of the Si substrate surface near pinhole, showing GaAs nanoparticles after 71 s of growth. (b) High-magnification HAADF-STEM of the region marked by an arrow. (c) Interplanar spacings of the (111) and (220) planes at Points A, B, and C, plotted alongside the fundamental lattice constants of GaAs and Si.

2 インチシリコン基板上 GaAs/GaNAs/GaAs コア-マルチシェルナノワイヤ における光学特性の量子井戸数依存性

Effect of Quantum Well Number on the Optical Properties of
GaAs/GaNAs/GaAs Core Multi-Shells Nanowires on 2-inch Si Wafer

北大情科院¹, 北大量集セ²

○(M1)杉原 貴太郎^{1,2}, (D)峰久 恵輔^{1,2}, (M1)佐野 真浩^{1,2}, 石川 史太郎²

Hokkaido Univ.¹, Hokkaido Univ. RCIQ²

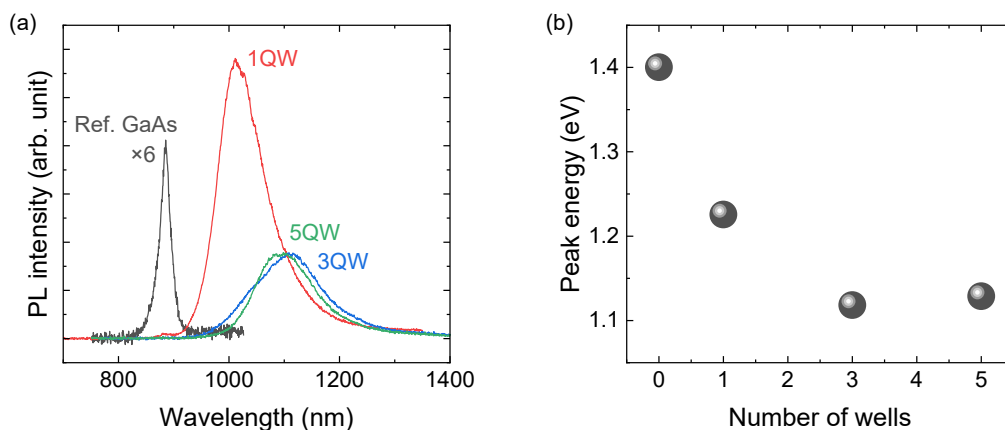
○K. Sugihara^{1,2}, K. Minehisa^{1,2}, M. Sano^{1,2}, F. Ishikawa²

E-mail: sugihara.kantarou.t4@elms.hokudai.ac.jp

III-V族半導体ナノワイヤ(NW)は、ナノスケールでの光エレクトロニクスにおける構成要素の中で有望な半導体材料として期待されている。GaAs は高い電子移動度と光電変換効率を持ち、関連化合物とのヘテロ接合を用いて、太陽電池やレーザーなどの光学デバイスに活用されている。希薄窒化物 GaNAs は少量の N を導入することで格子定数及びバンドギャップを変化させることができ、長波長領域の光デバイス材料として期待されている[1]。本研究では GaAs/GaNAs/GaAs コア-マルチシェル NW の量子井戸(QW)数を変化させた光学特性について調査した結果を報告する。

分子線エピタキシー(MBE)法を用いて Ga 自己触媒 Vaper-Liquid-Solid 成長により、2 インチ p-Si(111)基板上に GaAs/GaNAs/GaAs コア-マルチシェル NW を成長させた。今回、GaNAs シェルの膜厚を 7 nm、QW 数を 0, 1, 3, 5 と変化させた試料を作製した。作製した試料の NW の平均直径は 395 nm、長さは 4.9 μm 、NW 密度は $2.2 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 、垂直収率は 75%と試料間で均一であった。Figure 1.(a)-(b)に室温でのフォトルミネッセンス(PL)測定によって得られた(a)PL スペクトル、(b)ピーク波長の QW 数依存性を示す。QW 数増加に伴い、ピーク波長の長波長化を確認した。基板全体は暗く観察された。反射率測定の結果、基板上的ワイヤ群による効率的な光吸収により、全試料で可視から近赤外域に渡って 0.5%以下の低反射率を示した。[2]

Figure 1. (a) PL spectra for the GaAs/GaNAs/GaAs core-multishell NW samples with varying number of



QWs. (b) The dependance on the number of QWs for the PL peak energy.

[1] M. Weyers et al., Jpn. J. Appl. Phys. 31, L853 (1992). [2] K. Minehisa et al., Nanoscale Adv., 5, 1651, 2023.

GaAs/GaInNAsSb コア-マルチシェルナノワイヤにおける Sb サーファクタント効果が与える N 組成の変化

N composition changes influenced by Sb surfactant effect

in GaAs/GaInNAsSb core-multishell nanowires

北大量集セ

○(M2)後藤 拓翔, (D)中間 海音, (D)橋本 英李, (D)峰久 恵輔, 石川 史太郎
Hokkaido Univ. RCIQE¹

Takuto Goto, Kaito Nakama, Hidetoshi Hashimoto, Keisuke Minehisa, Fumitaro Ishikawa

E-mail: goto.takuto.v6@elms.hokudai.ac.jp

III-V 半導体ナノワイヤ(NW)は、ナノスケールの寸法、高い電子移動度、光電変換効率により、小型化された次世代の光学及び電子デバイスの有望な候補として期待できる。希薄窒化物 GaInNAs は、In と少量の N を導入により調整可能な格子定数とバンドギャップを有する点が特徴である。GaInNAsSb は Sb の GaInNAs への添加により、広い通信帯域を網羅することが期待される赤外光を発する材料である。この可能性は、結晶品質を改善する Sb のサーファクタント効果とバンドギャップ低減に起因する[1]。本研究では、分子線エピタキシー (MBE) により成長した GaAs/GaInNAsSb コア-マルチシェル NW 内の Sb が N 組成に与える影響と、その特性について主に電子顕微鏡観察から検討した結果を報告する。

MBE により、GaAs NW コアは n-Si(111)基板上に Ga 自己触媒 VLS 成長で形成し、その後、シェル (GaAs/GaInNAs(Sb)量子井戸(QW)を含む) は、Ga 液滴の結晶化後に動径方向に成長する。3 周期の GaInNAs(Sb)/GaAs QW を持つ 3 つの NW 試料を、成長時 Sb ビーム等価圧力 (BEP) をそれぞれ 0, 6.7×10^{-6} , 8.7×10^{-6} Pa に変化させて作製した。全ての試料について NW 断面構造を走査透過型電子顕微鏡 (STEM) により観察した。その結果、いずれの試料においても良好な 3 重の想定した QW 積層構造が形成されていることを確認した。QW 周辺の N に関するエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) 元素マッピング Figure 1.に示す。Sb 照射量の増加に伴い、N 強度の増加と QW 内における分布がより明確に確認された。これは、Sb 供給がナノワイヤシェルに GaInNAs 層中の N 導入を促進することを初めて明確に観察した結果と考えている。N 取り込み量の促進は室温フォトルミネッセンス (PL) 測定にも影響を与え、Sb BEP が増加するにつれて、発光波長が 1120 nm から 1250 nm へレッドシフトを示し、Sb サーファクタントが GaInNAs 系に有効な材料であることが考えられた。

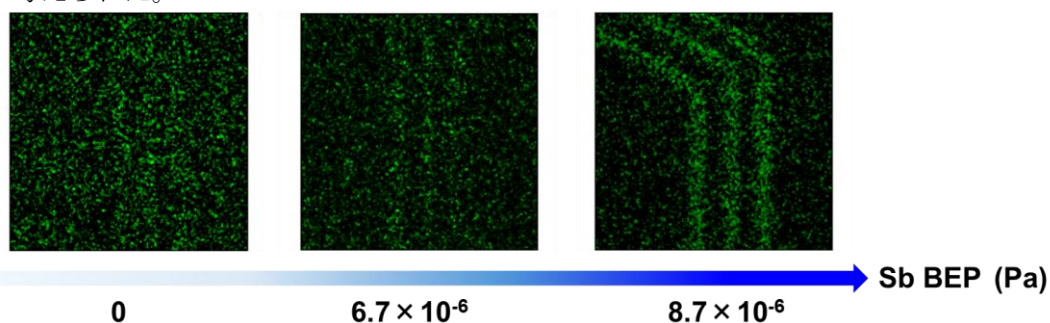


Figure 1. EDS elemental mapping of N around GaInNAs(Sb) QW arranged in order of Sb BEPs

[1] J. S. Harris Jr., et al., Phys. Stat. Sol. 244, 2707 (2007)

HSQ マスクを用いた GaSb ナノワイヤの MBE 成長

MBE growth of GaSb nanowires using HSQ mask

北陸先端大 ナノマテリアルテクノロジーセンター ○(D)小松 颯, 赤堀 誠志

CNMT, JAIST, °Soh Komatsu, Masashi Akabori

E-mail: s2420022@jaist.ac.jp

【背景・目的】 半導体ナノワイヤは Gate-All-Around (GAA) FET のチャンネルとして注目を集めている構造である[1]。また、GaSb は Si や他の III-V 族半導体と比較して正孔移動度が高い($\sim 1000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$)ことから p 型 FET 材料として注目されている。しかしながら、Sb によるアンチサーファクタント効果により GaSb ナノワイヤ成長は難しく[2]、分子線エピタキシー(MBE)法による成長報告はわずか 2 件である[3, 4]。これらは Si(111)基板上的 GaAs ナノワイヤの上に成長した報告[3]と Si(111)基板の劈開面で成長した報告[4]である。一方、半導体ナノワイヤの成長方法としてハイドロジェンシルセスキオキサン(HSQ)の表面にできたピンホールを用いる手法が知られており、我々はこれまでに GaAs(001)基板上的 GaAs ナノワイヤ成長[5]、GaAs(111)B 基板上的 GaAs/InAs コアシェルナノワイヤ成長[6]について報告している。今回、HSQ マスクを用いた GaAs(001)基板表面への GaSb ナノワイヤ成長に成功したので報告する。

【実験方法・結果】 GaAs(001)基板表面に HSQ(東京応化 OCD Type-12)をスピンコートし、大気中で(150 °C, 2 分)および(300 °C, 10 分)、MBE 中で(370 °C, 2 時間)のベーキングを行っている。今回行った GaSb ナノワイヤ成長は、Ga(BEP $\sim 2.5 \times 10^{-8}$ Torr)と Sb(BEP $\sim 6.0 \times 10^{-7}$ Torr)を照射し、基板温度 570 °C で 4 時間成長を行った。

図 1(a)に基板を 22 ° 傾けて撮影した GaSb ナノワイヤの SEM 像を、図 1(b)にナノワイヤ先端付近の SEM 像と EDS から得られた各元素の分布量(Atomic%)を示す。図 1(b)の Area1 より、ナノワイヤ先端に Ga ドロップレットがあることから気相-液相-固相(VLS)成長が生じていることがわかる。また、Area2 よりナノワイヤが GaSb であることが確認できた。ここで Sb の信号が Ga より強く出ているのは、アンチサーファクタント効果により Sb がナノワイヤ表面に多くいるためと考えられる。これらの条件下で得られたナノワイヤの平均太さは約 230 nm、長さは約 2000 nm であった。

本研究は、東芝デバイス&ストレージ(株)学術奨励金の支援を受けたものである。

- [1] IRDS 2023 “More Moore” 技術報告書.
- [2] M. Borg, *et al.*, *Nanotechnology* **24**, 202001(2013).
- [3] X. Yu, *et al.*, *Nanoscale* **8**, 10615(2016).
- [4] L. Wen, *et al.*, *Nanotechnology* **31**, 155601(2020).
- [5] D. Q. Tran, *et al.*, *Physica E* **99**, 58 (2018).
- [6] D. Q. Tran, *et al.*, *J. Cryst. Growth* **564**, 126126 (2021).

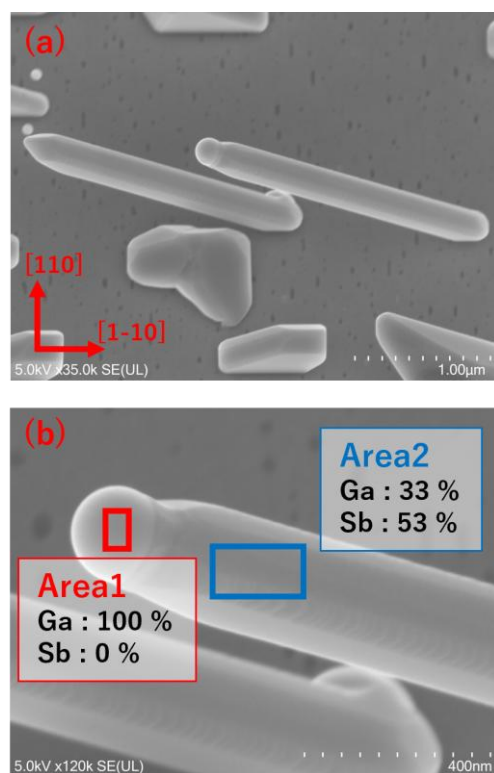


図 1 (a) : ナノワイヤ全体の SEM 像
(b) : ナノワイヤ先端付近の SEM 像

**格子不整合系 InGaAs 太陽電池転位すべり面の異方性による
SGB 層傾斜不均一の発生位置の放射線を用いた評価
Origin of non-uniform dislocation glide planes in SGB layers
in Lattice-Mismatched InGaAs Solar Cells evaluated by synchrotron X-ray**

○橋本直樹¹, 小倉 暁雄², 今泉 充³, 鈴木 秀俊¹

1 宮崎大学, 2 筑波大学, 3, 三条市立大学

○N. Hashimoto¹, A. Ogura², M. Imaizumi³, H. Suzuki¹

1 University of Miyazaki, 2 University of Tsukuba, 3 Sanjo City University

E-mail: hn21273@student.miyazaki-u.ac.jp

はじめに

近年、発電効率が高い III-V 族化合物太陽電池として、逆積み式太陽電池である、格子不整合系 3 接合 InGaP/GaAs/InGaAs 太陽電池が注目されている。従来の格子整合系よりも最適なバンドギャップ(E_g)の組み合わせにより、高効率化を実現している。しかし、InGaP/GaAs/InGaAs においては、ウェハ面内で電気特性がばらつくという問題点が存在する。この原因として、格子不整合となる GaAs/InGaAs の間に挿入されている InGaP 傾斜組成バッファ層(SGB)層において、転位すべり面の分布が不均一となっている点が指摘されている[1]。転位すべり面の分布不均一とは、異なるすべり面をもつ転位が支配的になる領域が一つの太陽電池セル内に混在している状態を示す。この際、SGB 層の傾斜不均一が発生する。変換効率向上には、この転位すべり面の分布不均一の発生原因の究明が必要である。

そこで本研究では、InGaAs 太陽電池の転位すべり面の分布不均一発生の起源を明らかにするため、SGB 層の傾斜不均一が発生する位置の解明を目的とした。なお、複数の太陽電池セルに対して多数の測定を行うため、高輝度な X 線を利用可能な佐賀県立シンクロトン光研究センター(SAGA-LS)を利用した。

実験方法

本研究では、微傾斜 GaAs(001)基板上に作製された 1 cm 角の格子不整合系 InGaAs 太陽電池セルを評価した。SGB 層のすべり面の不均一性を評価するため、SAGA-LS の BL7 にて、004 逆格子点近傍の逆格子マッピング(RSM)測定をセル面内の 7x7 の箇所で行った。この系では支配的なすべり面を変化させる要因として、表面ステップと InGaP 自然超格子の二つが挙げられる[2]。支配的な転位すべり面が異なることにより、成長層の格子面が異なる方向に傾斜する。高輝度な放射光を用いた RSM では SGB 層も含めた各層の傾斜が評価できる。そのため、すべり面不均一の発生箇所を議論可能である。各測定箇所の SGB 層のピーク位置変化から、原子面の傾斜変化を複数のグループに分け、傾斜の不均一が発生する箇所の違いを考察した。

実験結果

RSM の測定例を図 1 に示す。縦軸が基板成長方向、横軸が面内方向を表している。一番上が基板ピーク、白い四角で囲んであるピークが SGB 層、その下にあるのが InGaAs 層に起因するピークである。白い点線が基板垂直方向を表しており、この線に対して右または左に傾斜している場合はそれぞれ表面ステップまたは InGaP 自然超格子の影響がすべり面の偏りに支配的な影響を与えている。図 1 では SGB 層の中で基板ピークに近い初期は白い点線の右側にピークが見られ、表面ステップの影響を受けて傾斜していることがわかる。SGB 層の格子定数が InGaAs 層に近づくにつれ傾斜方向は変化し、後期は InGaP 超構造の影響が支配的になる。その上に積層された InGaAs 層も InGaP 超構造の影響を受けた傾斜となっている。

同様に RSM 測定結果から SGB 層の傾斜変化を分類したところ、図 2 のように 7 グループに大別された。ここで、図 1 はグループ 1 に分類される。In 組成 30% の InGaAs 太陽電池に対して面内 SGB 層の変化をグループ分けした結果を図 3 に示す。上部はグループ 5、下側の領域はグループ 1 が多く、その境界にグループ 2, 7 が見られる。グループ 5 は単調にステップ起因で傾斜する領域である一方、グループ 1, 2, 7 は途中から変化が大きくなる領域であり、直線的な変化の領域から曲線的な変化へとグラデーションのような分布が見られた。他の太陽電池試料に対して同様の評価を行ったところ、グループ 1, 7 のように初期の傾向が中盤になって逆の方向に変化する傾向が多い領域において特性が悪い傾向が見出された。

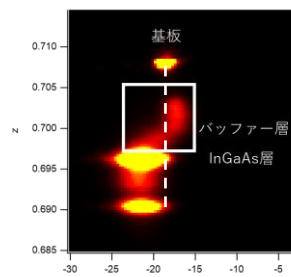


Figure 1. Example of RSM Measurement

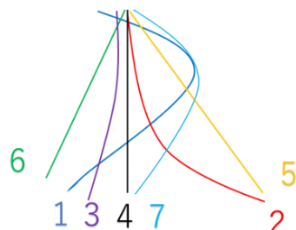


Figure 2. Classification Patterns of Grading Transitions in the SGB Layer

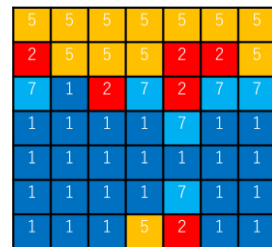


Figure 3. In-Plane Grading Pattern Distribution of InGaAs Solar Cell 402 (In 30%, $V_{oc} = 0.53$ V)

謝辞: 本研究で用いた太陽電池資料は JAXA から提供された。また、本研究の一部は JSPS 科研費 23K04603 の助成により行った。

参考文献

- [1] J. Okubo, et al. 33rd International Photovoltaic Science and Engineering Conference, TuP-32-52 (2022).
- [2] A. Ogura, et al., J. Cryst. Growth, **533** (2020) 125432.

Porous Si 基板の孔間距離が GaAs 薄膜成長に与える影響

Effects of distance between holes of Porous Si substrate on GaAs thin film growth

宮崎大工

○佐久間桃子, 源龍之介, 鈴木秀俊

Univ. of Miyazaki, ○M. Sakuma, R.Minamoto, H. Suzuki

Email: hk20024@student.miyazaki-u.ac.jp

1. はじめに

Si 基板上の GaAs 薄膜成長は低コストかつ高効率の太陽電池の実現のために期待されているが、格子定数差および熱膨張係数差に起因した応力による欠陥形成により、実用化には至っていない^[1]。これらの応力を基板側で緩和させることを目的として、表面を多孔質化した Porous Si(多孔質 Si)を基板に利用する研究が行われている^[2]。本研究では、GaAs/Porous Si 成長において Porous Si 基板の孔間距離が成長層の歪み量に与える影響を解明することを目的とした。

2. 実験方法

本研究では、Porous Si の孔間距離を 6 または 8 nm と変化させて作製し、その上に GaAs 薄膜を分子線エピタキシー(MBE)法を用いて成長させた。ここで、孔間距離の定義を図 1 に示す。灰色の部分 Porous Si の断面図である。このうち凹んでいる部分が Porous Si の孔であり、孔と孔の距離の平均を孔間距離とした。Porous Si は、抵抗率 $0.02 \Omega \cdot \text{cm}^2$ の p 型 Si(001)基板を 46%HF と $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ の混合溶液中で陽極酸化し作製した。孔間距離は、46%HF と $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ の混合割合で制御した。また、孔の深さは陽極酸化時間を調整することで $1.8 \times 10^2 \text{ nm}$ で統一した。

GaAs 薄膜は、Porous Si 基板上に低温成長と本成長の 2 段階で成長させた。低温成長はすべて基板温度 300°C で膜厚 13 nm とした。本成長は 500°C で行い、膜厚は孔間距離 6 nm の基板では 38, 63, 73, 87, 110, 192 nm、孔間距離 8 nm の基板では 63, 87, 110 nm とした。成長した GaAs 膜の歪み量を 004 回折点近傍の X 線回折(XRD)測定により評価した。また、Si 基板の Bragg ピーク近傍に Porous Si 層に起因する回折ピークが観察されたため、成長前後の XRD 測定により、Porous Si 層の歪み量の変化を評価した。

3. 実験結果

孔間距離 6 および 8 nm の Porous Si(001)基板上に作製した GaAs 薄膜における GaAs 層及び成長前後の Porous Si 層の歪み量の GaAs 膜厚増加に伴う変化を図 2 に示す。なお、膜厚 38 nm では GaAs 膜のピークを得られなかったため歪み量は算出してない。

まず、孔間距離 6 nm の Porous Si(001)上での GaAs 膜の歪み量の変化に注目する。膜厚 87 nm 以下では膜厚増加に伴い歪み量は減少する傾向が見られたが、膜厚 110 nm 以上では変化が見られなかった。成長後の Porous Si(001)基板の歪み量は、膜厚増加に伴い増加し膜厚 87 nm において最大となったが、膜厚 110 nm 以上では減少した。

次に、孔間距離 8 nm の Porous Si(001)に成長した場合の歪み量の変化との比較を行う。GaAs 層の歪み量に注目すると、膜厚 100 nm 以上では差は小さいが、100 nm 未満では孔間距離 6 nm の場合と逆の傾向であった。Porous Si の歪み量は、孔間距離 6 nm の場合と同様に、GaAs 膜厚 87 nm の時に最大となり、110 nm では減少した。しかし、GaAs 膜の歪み量の違いが大きい膜厚 63 nm では、GaAs 層の歪み量が小さい孔間距離 8 nm の方が 6 nm より成長後の Porous Si(001)基板の歪み量が大きかった。

膜厚 63 nm での GaAs/Porous Si(001)表面状態を走査型電子顕微鏡で確認したところ、孔間距離 8 nm では平坦な GaAs 膜が形成されず、開口部が存在していた。膜厚が 100 nm 未満では、孔間距離が大きいと表面に凹凸が形成されており、GaAs 膜厚が平均値よりも大きくなった領域が形成されることで Porous Si(001)基板側で大きな歪みが生じていると考えられる。

参考文献

- [1] M. Yamaguchi, J. Mater. Res. **6**, (2), 376 (1991).
[2] M. Lajnef, et al., Am. J. Appl. Sci, **605–609**, 5(5), (2008).

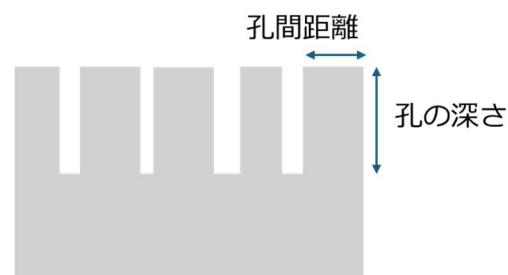


Fig.1 Cross-sectional view of Porous Si substrate and definition of distance between holes

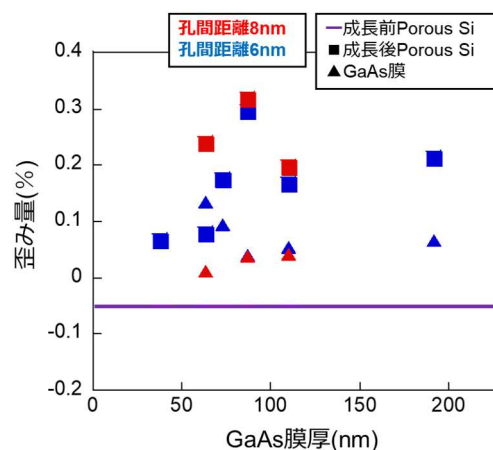


Fig.2 Changes in strain amount of growth layer and substrate before and after growth with increasing thickness of GaAs/Porous Si(001) film with different distances between holes in substrate

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[10p-N402-1~11] 15.3 III-V-group epitaxial crystals, Fundamentals of epitaxy

[10p-N402-1]

Substrate temperature measurement method for MBE equipment using thermography

○Satoshi Shimomura¹, Riku Eguchi¹, Hiroto Imai¹, Zhi-Run Li¹ (1.Ehime Univ.)

[10p-N402-2]

Transition selective Photoluminescence of InSb quantum dots on GaSb substrate

○Shinichirou Gozu¹, Taiga Kitoh², Emin Kuwabara², Kyosuke Yamamoto², Satoshi Endoh², Hiroki Fujishiro² (1.AIST, 2.TUS)

[10p-N402-3]

C-band Quantum Dot Lasers Grown Using All-Arsenic Materials

○JINKWAN KWOEN¹, Jihye Jung¹, Masahiro Kakuda¹, Yasuhiko Arakawa¹ (1.NanoQuine, Univ. Tokyo)

[10p-N402-4]

Dependence of threshold current characteristics on p-type doping concentration in co-doped InAs/GaAs quantum dot lasers

○Masahiro Kakuda¹, Jinkwan Kwoen¹, Yasuhiko Arakawa¹ (1.UTokyo)

[10p-N402-5]

Formation of above-barrier states in GaAs layer caused by lattice mismatched strain by growth of InAs quantum dots

○Takato Suzuki¹, Osamu Kojima¹, Toshiyuki Kaizu², Osamu Wada³, Takashi Kita³ (1.Chiba Inst. Tech., 2.Univ. of Electro-Commun., 3.Kobe Univ)

[10p-N402-6]

Height distribution analysis of InAs quantum dots grown on GaAs layer by cumulative distribution function

○Haruto Okuizumi¹, Ronel Roca¹, Itaru Kamiya¹ (1.Toyota Tech. Inst.)

[10p-N402-7]

Effect of low- temperature initial layer on strain relaxation in GaAs/Si

○Shota Hayakawa¹, Yuito Yasukochi¹, Nobuaki Kojima¹ (1.Toyota Tech. Inst.)

[10p-N402-8]

Effects of surface reconstructions on the photoluminescence properties of buried InGaAs/GaAs quantum well after air exposure

Zhao Ma^{1,2}, ○Takaaki Mano¹, Akihiro Ohtake¹, Takashi Kuroda^{1,2} (1.NIMS, 2.Kyushu Univ.)

[10p-N402-9]

Polarity Control in GaAs/Ge/GaAs{111} Heterostructures

○Akihiro Ohtake¹, Yusuke Hayashi¹, Takaaki Mano¹ (1.NIMS)

[10p-N402-10]

A theoretical explanation of misorientation-direction-dependent backward diffusion of Zn in (100) InP during metalorganic vapor-phase epitaxy

○Kazuhiro Mochizuki¹, Hiroshi Ohta¹, Tomoyoshi Mishima¹, Fumimasa Horikiri¹, Tomoaki Nishimura¹ (1.Hosei Univ.)

[10p-N402-11]

Generation of optical nonlinear effect in a $\text{In}_{0.05}\text{Ga}_{0.95}\text{As}/\text{GaAs}$ multiple quantum well

○Koudai Aoyama¹, Osamu Kojima¹, Tomoya Inoue², Takasi Kita² (1.Chiba Inst. Tech., 2.Kobe Univ.)

サーモグラフィを用いた MBE 装置の基板温度測定法

Substrate temperature measurement method for MBE equipment using thermography

愛媛大学理工, °下村 哲, 江口 陸, 今井 大登、李 志潤

Ehime Univ., °Satoshi Shimomura, Riku Eguchi, Hiroto Imai, Zhi-Run Li

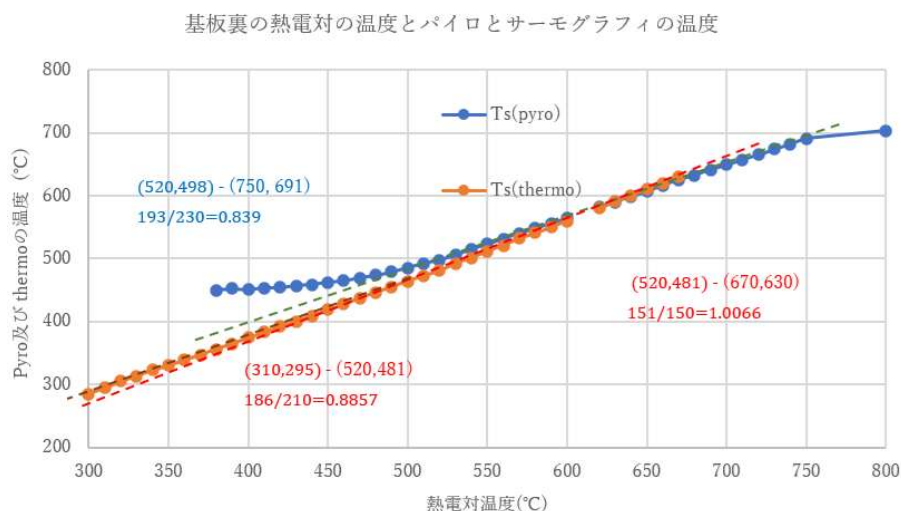
E-mail: zxe01614@nifty.com

これまで、GaAs 基板温度の測定に、波長 $0.8\ \mu\text{m}$ の熱線を検出する Si のフォトダイオードも用いたパイロメータを使用してきた。波長 $0.8\ \mu\text{m}$ は GaAs 基板で吸収されるため GaAs 基板が透けて下のヒーターが見えないからである。しかしながら、このパイロメータが測定できる温度は 460°C 以上で、それより低い基板温度は、基板下の熱電対の示す温度とパイロメータの $460 \sim 600^\circ\text{C}$ の温度関係を外挿して熱電対の示す温度で決めてきた。前回、波長 $7.5 - 14\ \mu\text{m}$ の赤外線を検出し 温度測定範囲が $-60 \sim 650^\circ\text{C}$ にあるサーモグラフィを用いて基板温度測定が可能であることを示した。

GaAsBi は GaAs に近い組成領域で Bi 1 %あたりバンドギャップが $88\ \text{meV}$ 減少する。Bi 組成がわずかに 11 %で、光通信帯レーザで使われる $1.55\ \mu\text{m}$ の波長の光子エネルギー ($0.8\ \text{eV}$) に等しいバンドギャップを有する半導体発光材料が実現できることを示している。基板温度を 400°C 以下に下げれば Bi 組成は増えるが、 350°C より低くなると光学的品質が下がる。 350°C 近傍の温度を正確に測定することが重要になる。サーモグラフィでは $7.5 \sim 14\ \mu\text{m}$ の赤外線を検知する。この波長域の赤外線は GaAs 基板を透過するため、GaAs 基板の裏側は金属を蒸着するか、モリブデンの基板ホルダーにインジウムで貼り付けヒーターの赤外線を遮る必要がある。

今回、アルミを基板裏に蒸着した 2 inch GaAs 基板を MBE マニピュレータに取り付け、パイロメータの測定値とサーモグラフィの測定値を基板裏の熱電対の温度に対してプロットした。パイロメータの測定値は熱電対温度 500°C から 750°C まで直線にのるが、 500°C 以下では、傾きが徐々に緩くなり直線から外れていく。一方、サーモグラフィの測定値は二つの直線で近似でき、 520°C 以上で傾きは 1、 520°C

以下になると傾きが 0.89 と緩くなる。パイロメータの放射率は 0.198, サーモグラフィの放射率は 0.13 と設定した。温度較正はアルミニウムの融点 660°C を用いた。



GaSb 基板上 InSb 量子ドットの遷移選択フォトルミネッセンス測定

Transition selective Photoluminescence of InSb quantum dots on GaSb substrate

産総研¹, 東理大先進工² ○牛頭 信一郎¹, 鬼頭 大河², 桑原 笑明², 山本 恭輔², 遠藤 聡²,
藤代 博記²

AIST¹, TUS², °S. Gozu¹, T. Kito², E. Kuwabara², K. Yamamoto², A. Endoh², H. I. Fujishiro²

E-mail: s-gozu@aist.go.jp

中赤外領域(2-5 μ m)で動作する光学式ガスセンサは分子検出が可能で、環境計測等の需要が高まっている。その光源応用を見据えて、GaSb 基板上 InSb 量子ドットの研究を行ってきた[1,2]。そのフォトルミネッセンス(PL)は基板である GaSb と InSb 量子ドットからの PL で構成され、InSb 量子ドットからの PL スペクトルは若干の広がりを持ち、GaSb からの PL とオーバーラップしていた。一方、発光遷移にはそれぞれ固有の緩和時間がある。PL 測定に使用する励起レーザーを適当な周波数で変調し、ロックインアンプ(LA)により適切な位相角度による検出を行うことで、遷移を選択して PL 測定を行う方法が開発された[3,4]。本研究ではその手法を用いて InSb 量子ドットの PL を選択的に測定することを目的とした。

InSb 量子ドットは分子線エピタキシー法により形成した。GaSb(100)基板上に GaSb バッファ層を 133nm 成長させ、その後 InSb を 2.5 分子層(ML)成長させた。InSb の成長レートは 0.075 ML/s とし、V/III (Sb₄/In) 比は 2 である[2]。PL スペクトルは強度変調された発光波長 660nm の半導体レーザーで励起した。検出器は長波長 InGaAs フォトダイオードを使用し、強度変調されている PL 信号は LA によって復調し FTIR で分光した。測定温度は 77K である。挿入図は無変調時の PL スペクトルである。GaSb 由来の P1,P2 と InSb 量子ドット由来の P_{dots} が確認できる。図 1 は 10MHz で変調した時の復調角依存 PL 測定スペクトルである。復調角が 0° の時は無変調時と同じピークが確認された。一方、特定の角度では選択的に遷移が見えた。100° の時は P1, P2 が確認され、95° の時は主に P2 が確認できる。65° の時の PL 強度は 95° ,100° の時とほぼ同じで、PL 強度減少により P_{dots} が消失したわけではない。この遷移選択は緩和時間の差を位相差に変換したことにより得られていると考えている。

[1] 桑原他, 第 83 回応用物理学会秋季学術講演会, 22p-P10-1 (2022). 小野田他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-P09-12 (2024).

[2] E. Kuwabara et. al., Phys. Status Solidi A, **221**, 2300659(2024).

[3] 牛頭, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 17a-B2-5 (2024).

[4] S. Gozu, Jpn. J. Appl. Phys., **64**, 022006(2025)

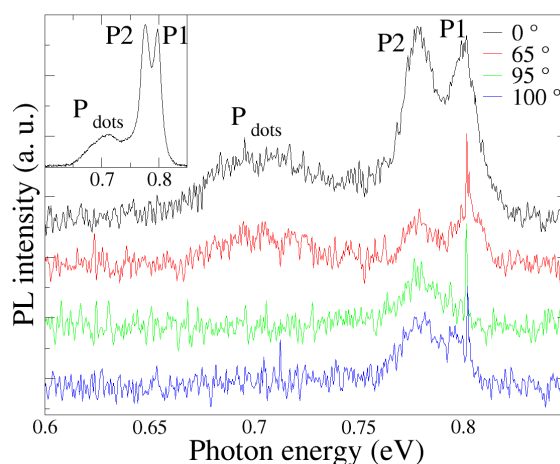


図 1 10MHz で変調した時の復調角依存 PL スペクトル. 挿入図 無変調時の PL スペクトル

全ヒ素系材料で成長された C バンド量子ドットレーザ

C-band Quantum Dot Lasers Grown Using All-Arsenic Materials

東大ナノ量子, °權 晋寛, 鄭 智恵, 角田 雅弘, 荒川 泰彦

NanoQuine, Univ., °Jinkwan Kwoen, Jihye Jung, Masahiro Kakuda, Yasuhiko Arakawa

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

InP 基板上の量子ドット (QD) レーザは、10 Tbps を超える超高速光トランシーバー向けの非常に有望な光源として注目されている。長波長領域における優れた熱安定性、低消費電力動作、光フィードバック耐性により、次世代の光通信システムに理想的である [1]。しかしながら、多層スタック構造において精密な波長制御および構造安定性を実現するには、歪みの蓄積や V 族元素の相互拡散といった課題がある。これらの課題に対処するために、InP 基板上に低インジウム組成の部分キャップ層を導入する新たな成膜手法が提案された[2]。本研究では、この手法により、全ヒ素系材料で成長された C バンド量子ドットレーザを実現したので、報告する。

すべての試料は、InP(001)基板上に分子線エピタキシー (MBE) 法により成長させた。低インジウム組成の部分キャップを利用した III-ヒ素系 InAs QD レーザ構造を作製した。成長は酸化膜除去済みの n 型 InP(001)基板上に行われ、低屈折率 Si ドープ InAlAs 層、InAlGaAs 層、そして 8 層の QD 構造を含む多層構造を形成した。QD は、GaAs 下地層の上に形成し、4 nm の InAlGaAs 層で部分キャップ、さらに 16 nm のスペーサ層で上部をキャップした。図 1 は、8 層の QD 積層構造成長中の基板湾曲の変化を示しており、歪みの蓄積が抑制されていることがわかる。これは、部分キャップ層が歪み補償層として有効に機能していることを示している。図 2 は、作製した QD レーザの特性評価結果である。電極幅 100 μm の広幅レーザにおいて、パルス駆動条件下でのしきい電流は 3.1 A であり、発振波長は C バンドの 1.54 μm であった。

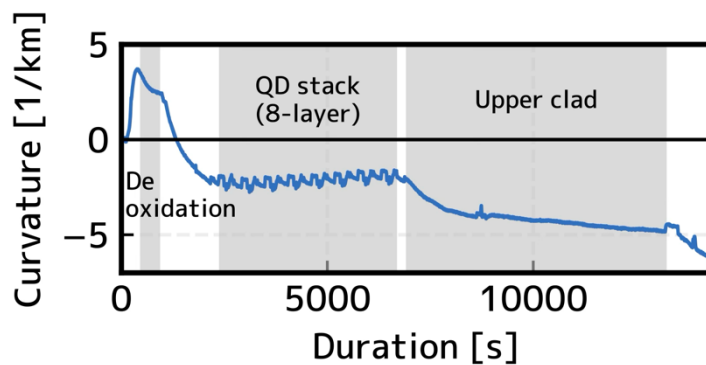


Figure 1 In-situ curvature measurement results during the growth of the entire QD laser structure.

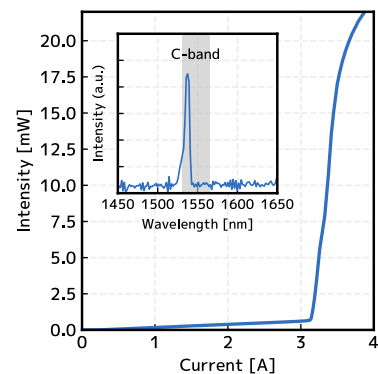


Figure 2 Characteristics of the light-current (L-I) curve

この成果の一部は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (N E D O) の委託業務 (JPNP16007)、JST Moonshot R&D JPMJMS2064 および JSPS 科研費 JP23K04598 の助成により遂行された。

[1] I Y. Arakawa, and H. Sakaki, Appl. Phys. Lett. **40**(11), 939–941 (1982).

[2] J. Kwoen, et. al, Electron. Lett. **61**(1), 1–4 (2025).

Co-doped InAs/GaAs 量子ドットレーザにおける 閾値電流特性の p 型ドーピング濃度依存性

Dependence of threshold current characteristics on p-type doping concentration in co-doped InAs/GaAs quantum dot lasers

東大ナノ量子機構 °角田 雅弘, 權 晋寛, 荒川 泰彦

NanoQuine, The Univ. of Tokyo, °Masahiro Kakuda, Jinkwan Kwoen, Yasuhiko Arakawa

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

InAs/GaAs 系自己形成量子ドット(QD) レーザにおいて p 型変調ドーピングに加えて QD 中に直接 n 型ドーピング[1]を行う co-doping により、室温での閾値電流が低減した n 型ドーピング濃度の最適化で温度安定性が向上することが報告されている[2,3]。しかしながら、温度安定性に大きく影響を及ぼす p 型ドーピング濃度を变化させた co-doping の効果については、これまで検討されてこなかった。今回我々は co-doping を行った InAs/GaAs QD レーザにおいて、閾値電流特性の p 型ドーピング濃度依存性を調べたので報告する。

分子線エピタキシー法により co-doping を行った 10 層積層 InAs/GaAs QD (面内密度 $4\sim5\times10^{10}\text{ cm}^{-2}$) を AlGaAs クラッド層で挟んだレーザ構造を n-GaAs(001)基板上に作製した。ここで QD1 層あたりの n 型ドーピング濃度を $5\times10^{10}\text{ cm}^{-2}$ とし、p 型ドーピング濃度を $0, 2\times10^{11}, 5\times10^{11}\text{ cm}^{-2}$ とした 3 種類のレーザウエハを作製した。このウエハより共振器長 2 mm、電極幅 100 μm のブロードエリアレーザを作製し、温度を変えてパルス電流注入によるレーザ光出力測定を行った。発振波長は室温で 1250 nm、175 $^{\circ}\text{C}$ では 1330 nm 程度で、高温でも基底準位のための発振であった。

図 1 に各 p 型ドーピング濃度に対する閾値電流密度 J_{th} の温度依存性、図 2 に 30 $^{\circ}\text{C}$ から 175 $^{\circ}\text{C}$ までの J_{th} の p 型ドーピング濃度依存性を示す。30 $^{\circ}\text{C}$ では p 型ドーピング濃度増大とともに J_{th} が増大しているが、温度増加とともに p 型ドーピングによる温度安定性向上の効果が現れ、175 $^{\circ}\text{C}$ では $2\times10^{11}\text{ cm}^{-2}$ において J_{th} が最小となった。一方、 $5\times10^{11}\text{ cm}^{-2}$ では 175 $^{\circ}\text{C}$ においても 0 cm^{-2} (n 型ドーピングのみ) よりも高い J_{th} であった。発表では n 型ドーピングなしとの比較も含めて議論を行う。[謝辞] 本成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務(JPNP21029)の結果得られたものである。[参考文献][1] T. Inoue et al., J. Appl. Phys. **108**, 063524 (2010).

[2] Z. R. Lv et al., Appl. Phys. Lett. **121**, 021105 (2022). [3] H. Deng et al., Adv. Phys. Res. **3**, 2400045 (2024).

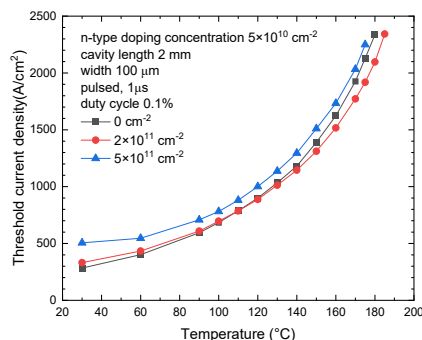


Fig.1 Temperature dependence of threshold current density of co-doped InAs/GaAs QD lasers with various p-type doping concentrations.

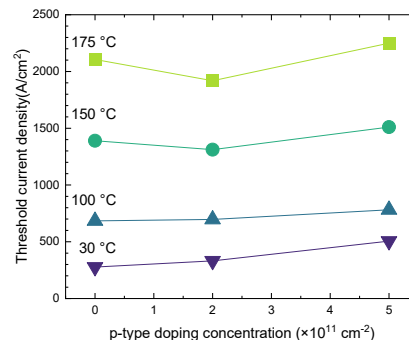


Fig.2 P-type doping concentration dependence of threshold current density of co-doped InAs/GaAs lasers at 30-175 $^{\circ}\text{C}$.

InAs 量子ドット成長に起因する格子不整合歪みによる GaAs 層における above-barrier 状態の形成

Formation of above-barrier states in GaAs layer caused by lattice mismatched strain by growth of InAs quantum dots

千葉工大¹, 電通大², 神戸大³ ○鈴木 崇斗¹, 小島 磨¹, 海津 利行²,
和田 修³, 喜多 隆³

Chiba Inst. Tech.¹, Univ. of Electro-Commun.², Kobe Univ.³, ○T. Suzuki¹, O. Kojima¹, T. Kaizu²,
O. Wada³, T. Kita³

E-mail: s21A4082DJ@s.chibakoudai.jp

我々はエピタキシャル成長に伴う格子不整合歪みによって形成される above barrier 状態[1]に注目しており、2 次の非線形光学効果である差周波混合過程を用いたテラヘルツ電磁波発生について報告している[2]。以前、我々は GaAs 基板上的 InAs 量子ドットにおいて、歪みによって GaAs 層に形成された above barrier 状態を励起することでテラヘルツ電磁波が発生することを報告した[3]。しかしながら、この above barrier 状態に生成されるキャリアが非線形分極の形成に果たす役割は、明確ではない。そこで、今回我々は、発光励起スペクトルから above barrier 状態を明らかにすることを目的に研究を行ったので、その結果について報告する。

試料には、分子線エピタキシー法で GaAs 基板上に作製した InAs 量子ドットと 50 nm の GaAs スペース層を 20 周期成長した構造を用いた。なお、試料表面の低温成長 GaAs 層[3]をケミカルエッチングにより除去した。図 1(a)に示す発光スペクトルは、GaAs のバンドギャップエネルギー近傍で幅広いスペクトルを示している。このエネルギー近傍における光吸収特性を明らかにするために、量子ドットの発光ピークエネルギーで検出した発光励起スペクトルを(b)に示す。1.35 eV 付近と 1.42 eV 付近の構造はそれぞれ wetting layer と GaAs に起因すると考えられる。一方、1.50 eV に明確なピークが観測されており、これが above barrier 状態の形成を示唆していると考えられる。この準位に生成されるキャリアが、差周波混合過程の形成に必要な 2 次の非線形分極の源であると考えられる。

謝辞: 科研費 22K04218、25K01270

[1] T. Worren et al., Phys. Rev. B. **58**, 3977 (1998).

[2] O. Kojima et al., Appl. Phys. Express **16**, 051002 (2023).

[3] 鈴木 他、2024 年第 85 回応用物理学会秋季学術講演会 18a-B2-7.

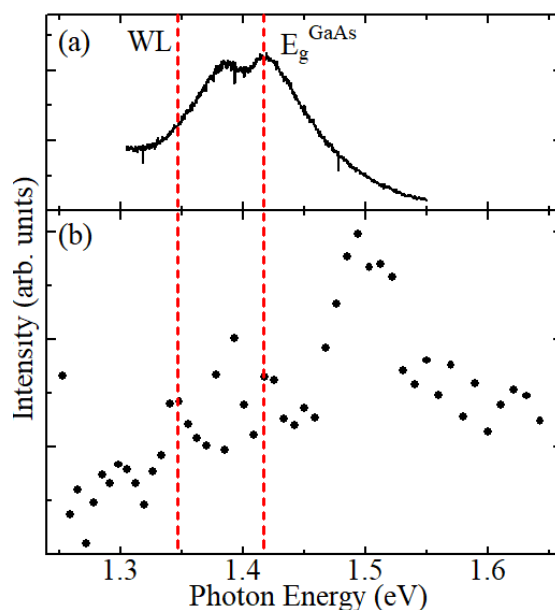


Fig. 1(a) 発光スペクトル、(b) 発光励起スペクトル。

累積分布関数による GaAs 層上に成長させた InAs 量子ドット高さ分布解析

Height distribution analysis of InAs quantum dots grown on GaAs layer
by cumulative distribution function

豊田工大, ○(D)奥泉陽斗, ロカ ロネル クリスチャン, 神谷 格

Toyota Technological Institute, ○Haruto Okuizumi, Ronel Christian I. Roca, Itaru Kamiya.

E-mail : sd24502@toyota-ti.ac.jp, roca.ronel@toyota-ti.ac.jp, kamiya@toyota-ti.ac.jp

[背景・目的] Stranski-Krastanov (SK) モードを用いて GaAs 上に形成される InAs 量子ドット(QD) は、半導体デバイス素子としての応用が期待され、現在盛んに研究されている[1]。InAs QD の蛍光波長領域はその高さに強く依存するため[2]、QD の高さ分布の詳細な解析は欠かせず、原子間力顕微鏡(AFM)が広く用いられている。しかし、熱ドリフトや基板面の凹凸によりこの同定は必ずしも容易ではない。本発表では、SK モードにより成長させた InAs QD の高さ分布を累積分布関数によって AFM 像から簡便かつ正確に得る手法を提案する。

[実験方法] 試料は、分子線エピタキシー(MBE)で作製した。GaAs (001) 基板を 600 °C にて酸化膜除去を行った後 590°C に降温し、GaAs バッファ層を 100 nm 堆積させた。次に、基板温度を 500°C に下げ、GaAs バリア層 30 nm と SK モードによる平均膜厚 2.1 ML の InAs QD を成長させ、急冷し、成長を終了した(図 1)。試料を MBE から取り出した後、試料表面を AFM により測定し、QD の高さ分布を解析した。

[実験結果] 試料の AFM 像を図 2(a)に示す。AFM 像内にある高さが h 以下である InAs QD の個数を、AFM 像内にある QD の個数で割った値を Φ とし、QD の高さ h に対する Φ を図 2(b)の青の点で示した。この時 Φ は、正規分布 $\mathcal{N}(6.9 \text{ nm}, 1.1 \text{ nm})$ の累積分布関数によりカーブフィッティングすることができ(図 2(b)の橙の実線)、InAs QD の詳細な高さ分布を表現している。この解析手法は、累積分布関数を適切に選択することにより、例えば multimodal な QD 高さ分布を持つ試料[3]にも応用することが期待できる。

[謝辞] 本研究は文科省の補助下、豊田工大スマートエネルギーセンターの一環として行われた。

[参考文献]

- [1] 例えば M. Kuntz, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **85** (2004) 843. [2] 例えば L. Chu, *et al.*, J. Appl. Phys. **85** (1999) 2355.
[3] H. Kissel, *et al.*, Phys. Rev. B **62** (2000) 7213.

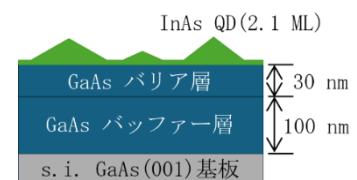


図 1 試料構造

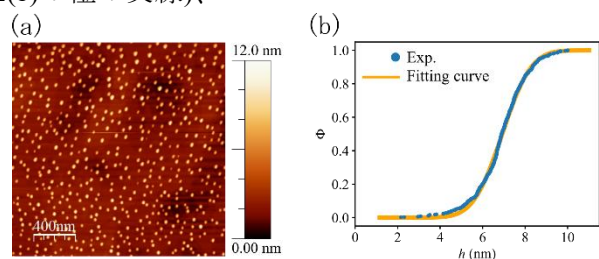


図 2 (a) AFM 像(2 μm 四方) (b) AFM 像から計算した Φ (青の点)と Φ のフィッティングカーブ(橙の実線)

Si 上 GaAs 成長における低温初期層が歪緩和に与える影響

Effect of low- temperature initial layer on strain relaxation in GaAs/Si

豊田工大 早川祥太, 安河内唯人, 小島信晃

Toyota Tech. Inst., Shota Hayakawa, Yuito Yasukochi, Nobuaki Kojima

E-mail: sd24443@toyota-ti.ac.jp

Si 上 GaAs エピタキシャル成長においては、成長温度から室温への降温過程において、両者の熱膨張係数差により、膜中に多数の転位が形成されることが知られている。我々はこれまでに、MBE-XRD 装置(spring8 ビームライン 11XU)によって結晶成長中の逆格子マッピングをその場測定することで、Si 上 GaAs 二段階成長の低温成長初期層に MEE(Migration Enhanced Epitaxy)法を用いることにより、降温過程中の(111)面欠陥生成が強く抑制され、転位密度が低減されることを見出してきた。生成する面欠陥密度の異方性は、GaAs 層の歪み緩和過程が異方性を持つことを示唆する。本研究では、各成長過程中的 GaAs 層の歪みの時間変化を解析し、低温初期層の成長方法が歪み緩和と転位生成に与える影響について検討した。

GaAs 層は MBE-XRD 装置を用いて[110]方向に 4° 傾斜した微傾斜 Si(001)基板上に成長した。低温初期層に MEE 法及び MBE 法を用いて 300°C で 70 nm 成長し、その後 20 分間 585°C で熱処理を行った。2 段階目は MBE 法 570°C で 1.6 μm 成長した。得られた(022)面のその場逆格子マッピングの解析を行い、逆格子ピーク座標値を比較した。

得られた逆格子マップを Fig.1, 降温過程での[110]方向の逆格子ピーク座標値の温度依存性を Fig.2 に示す。Fig.2 内に Si 無歪結晶と GaAs 無歪結晶の逆格子座標値の温度依存性も示す。逆格子ピーク座標値が無歪結晶の値より小さいと引っ張り歪、大きいと圧縮歪に対応する。Fig.1 から各試料の GaAs 層は少なくとも 2 つのピークを含む。これは、[110]方向に歪の異なる 2 つの GaAs の領域が存在することを示唆する。[-1-10]側のピークを peak1, [110]側のピークを peak2 と呼称する。Fig.2 から初期層 MEE 法の試料では、peak2 が降温前から降温後にかけて大きな圧縮歪が残留する。この圧縮歪の存在が降温過程で(111)面欠陥生成の抑制に関係していると考えられる。

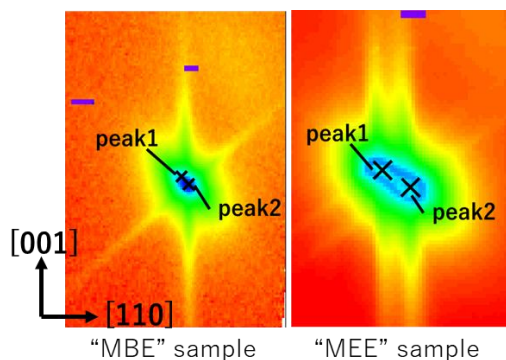


Fig. 1 Reciprocal Space Mapping of 022 during the temperature drop process

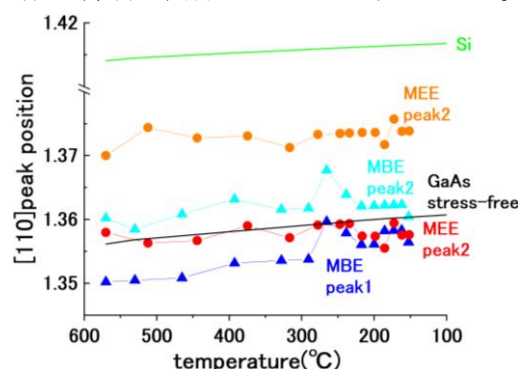


Fig. 2 Temperature dependence of the peak position during the temperature drop process

謝辞：本研究は文部科学省委託事業ナノテクノロジープラットフォーム課題（課題番号：2019A-H08）として QST 微細構造解析プラットフォームの支援を受けて実施した。

大気暴露後の InAs/GaAs 量子井戸の発光特性に与える表面再構成の影響

Effects of surface reconstructions on the photoluminescence properties of buried

InGaAs/GaAs quantum well after air exposure

NIMS¹, 九大² Ma Zhao^{1, 2}, 〇間野 高明¹、大竹 晃浩¹、黒田 隆^{1, 2}

NIMS¹, Kyushu Univ.², Zhao Ma^{1, 2}, 〇Takaaki Mano¹, Akihiro Ohtake¹, Takashi Kuroda^{1, 2}

E-mail: MANO.Takaaki@nims.go.jp

【はじめに】分子線エピタキシー法などにより結晶成長した III-V 族化合物半導体ヘテロ構造を大気中に取り出すと、空気中の酸素や水蒸気により、表面から少しずつ酸化が進行する。この表面酸化膜は光学・電気特性へ悪影響を及ぼすことが知られている。最近我々は、GaAs に埋め込まれた量子構造の発光特性の向上を目的に、成長後の表面の溶液処理による硫黄終端に関する再検討を行った。その結果、表面の砒素酸化物の量と発光強度の低下量に相関性があることを見出した[1]。そこで今回、大気に取り出す前に異なる再構成表面を形成することにより、表面の砒素原子数を制御し、それらの表面を大気暴露により酸化させた際の発光特性への影響を調べたので報告する[2]。

【実験】分子線エピタキシー法により GaAs/InGaAs QW/GaAs(100)を結晶成長し、アモルファス砒素キャップにより表面保護した後に、大気中に取り出して分割したものを出発試料として用いた。分割した試料を分子線エピタキシー装置に戻して、アモルファス砒素キャップを蒸発させた後に、基板温度と雰囲気を制御することにより、As-rich-c(4×4)α及び Ga-rich-(4×6)再構成表面を形成して大気中に取り出し、一定時間大気中に放置した後 XPS 及び PL 測定を行い、大気暴露による発光特性への影響と表面化学状態の変化を調べた。

図 1(a)に、二つの試料の取り出し直後の低温 PL スペクトル (内挿図)、及び、0~30 日大気暴露後の積分 PL 強度変化を示す。どちらの試料も大気取り出し後 2 時間で大幅に強度が低下し、その後、緩やかな変化へと移行するが、c(4×4) αの試料は、(4×6)と比較して取り出し直後から 30 日後まで一貫して 11%ほど強度が低いことが分かった。これは、酸化が内部に進行した後も、再表面の違いに起因する悪影響が残っていることが示唆される。約 30 分間の大気暴露後の表面の化学状態を XPS により測定した結果、図 1(b)に示すように、表面再構成の違いを反映して、c(4×4) αでは砒素酸化物、(4×6)の方がガリウム酸化物が多く形成されていることが分かった。この結果から、再表面の砒素酸化物が、発光強度に大きな悪影響を及ぼすことが確認された[3,4]。

本研究の一部は、ATLA(JPS004596)のサポートにより行われた。

【参考文献】 [1] Jpn. J. Appl. Phys. 63, 121002 (2024), [2] J. Appl. Phys. (2025) in press, [3] Jpn. J. Appl. Phys. 31, L924 (1992), [4] Appl. Surf. Sci. 254, 7565 (2008).

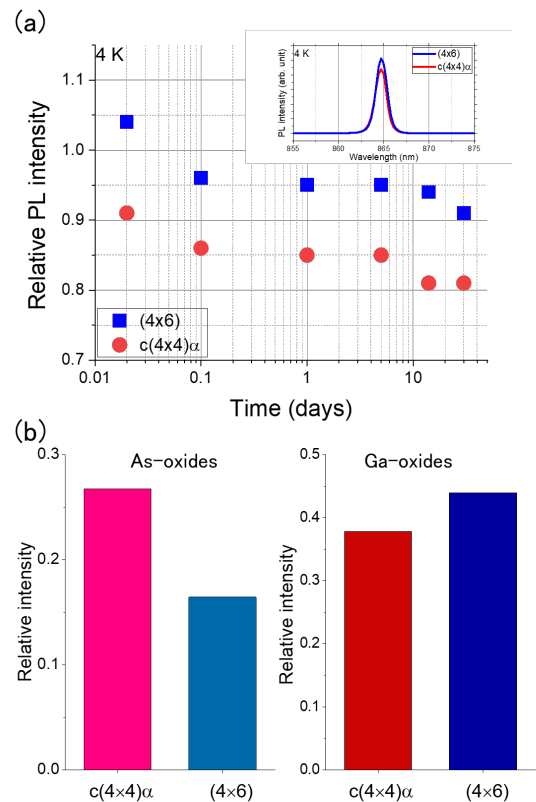


図 1 (a) 低温 PL 発光強度の大気暴露時間依存性。内挿図は、取り出し直後の発光スペクトル。(b) XPS 測定から見積もられる取り出し直後の砒素酸化物及びガリウム酸化物由来の積分ピーク強度の比較。

GaAs/Ge/GaAs{111}ヘテロ構造における極性制御

Polarity Control in GaAs/Ge/GaAs{111} Heterostructures

物材機構¹ ○大竹 晃浩¹, 林 侑介¹, 間野 高明¹

NIMS¹, ○Akihiro Ohtake¹, Yusuke Hayashi¹, Takaaki Mano¹

E-mail: OHTAKE.Akihiro@nims.go.jp

【はじめに】GaAs等のIII-V族半導体は、LiNbO₃やLiTaO₃等の光学材料と比べて高い非線形感受率を有することから、非線形光学デバイスへの応用が期待されている。GaAs結晶は光学的に等方であるため、通常の複屈折を利用した位相整合を取ることができず、疑似位相整合(QPM: Quasi-Phase Matching)構造の作製が必要となる。QPM構造の作製には周期的な極性反転を用いた方法が有効であり、これまでに、GaAs{113}および{111}薄膜成長時にGe中間層を挿入することで、Ge層の上下のGaAs膜の極性を反転させる試みがなされている[1,2]。しかしながら、Ge中間層上における成長膜極性の自在な制御は実現していない。本報告では、GaAs(111)A, B基板上に成長させた極薄Ge層の表面をGaあるいはInで終端した後にGaAs成長を行うことによって、基板表面の極性に関わらず成長膜の極性が制御できることを紹介する[3]。

【結果および考察】GaAs(111)A-(2x2)および(図1(a)、1(b))GaAs(111)B-($\sqrt{19} \times \sqrt{19}$)表面(図1(c)、1(d))を作製し、その上に10BLのGe層を成長させた。Ge層の表面を1ML相当のGaで終端した後にGaAs成長を行うと、GaAs成長表面は(2x2)構造を示すことから、GaAs(111)Aが成長したことが分かる(図1(a)、1(c))。一方、Ge層の表面を1MLのInで終端した後に成長を行うと、GaAs成長中のRHEEDパターンは(1x1)もしくは弱い($\sqrt{19} \times \sqrt{19}$)周期を示し、(111)B面方位での成長が示唆される(図1(b)、1(d))。いずれの極性の成長においても成長膜の結晶性は良好で、回転双晶や積層欠陥等の生成は抑制されている。

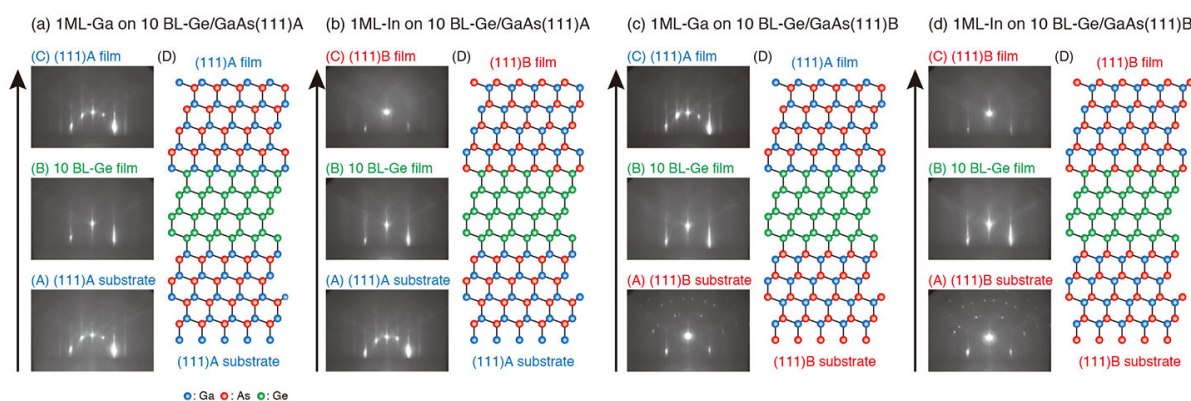


図 1: GaAs/Ge/GaAs{111}ヘテロ構造の模式図(D)と RHEED パターン(A-C)

[1] S. Koh, et al., Jpn. J. Appl. Phys., Part 2 **38**, L508 (1999).

[2] X. Lu, et al., Appl. Phys. Express **11**, 015501 (2018).

[3] A. Ohtake and Y. Hayashi, Appl. Phys. Lett. **126**, 201601 (2025).

(100) InP 有機金属気相エピタキシーにおける ω 方向依存 Zn 基板側拡散の理論的説明

A theoretical explanation of misorientation-direction-dependent backward diffusion of Zn in (100) InP during metalorganic vapor-phase epitaxy

法政大 ○望月 和浩, 太田 博, 三島 友義, 堀切 文正, 西村 智朗

Hosei Univ. ○K. Mochizuki, H. Ohta, T. Mishima, F. Horikiri, T. Nishimura

E-mail: kazuhiro.mochizuki.66@hosei.ac.jp

はじめに InP の有機金属気相エピタキシーにおける p 型不純物である Zn の基板側拡散がオフ方向に依存する現象[1]を, キンクの平均移動速度 V_{kink} の相違から説明した[2]ので報告する。

仮定 (111)A 面方向へオフした InP(100)表面のステップ(A ステップ)におけるキンク密度は, (111)B 面方向へオフした InP(100) 表面のステップ(B ステップ)におけるキンク密度に比較して低い[3]。A ステップにおける V_{kink} は B ステップにおける V_{kink} より高速と考え, 以下を仮定した。

- 1) A ステップまで表面拡散した Zn は, キンクで格子位置に取り込まれる時間的余裕が無い場合, 格子間位置(Zn_i)に入り, kickout 機構[4]により拡散する。
- 2) B ステップまで表面拡散した Zn は, キンクで In 副格子位置(Zn_{In})に取り込まれ, dissociative 機構[4]により拡散する。また, 正孔(h)濃度は Zn_{In} 濃度(C_s)にほぼ等しい。
- 3) P 過剰雰囲気下の InP (100)表面における点欠陥形成エネルギーのフェルミエネルギー(E_F)依存性は, P 過剰雰囲気下の InP (110)表面における点欠陥形成エネルギーの E_F 依存性[5]に等しい。

オフ方向	キンク密度	キンク速度	仮定			
			Zn 位置	成長初期 導電型	格子間Zn密度 決定機構	平衡定数
(111)A 面	低	高	格子間	半絶縁性またはp	kickout: $\text{Zn}_i^{2+} + \text{V}_{\text{In}}^{3-} = \text{Zn}_{\text{In}}^-$	$K_A = C_s / (C_i C_{\text{V}_{\text{In}}})$
(111)B 面	高	低	In サイト	p	dissociative: $\text{Zn}_i^{2+} = \text{Zn}_{\text{In}}^- + \text{In}_i^+ + 2h$	$K_B = C_s^3 C_{\text{In}}^- / C_i$

検討 InP バルクにおける Zn_{In} および Zn_i の形成エネルギーの E_F 依存性[6]を考慮すると, E_F が禁制帯下半分に位置する場合, Zn_{In} , Zn_i , V_{In} (バルク)および In_i (表面)の電荷状態は, それぞれ-1, +2, -3, +1 である。 Zn_i 密度に比較して Zn_{In} 密度が無視できる場合の C_s の鉛直(z)方向拡散方程式

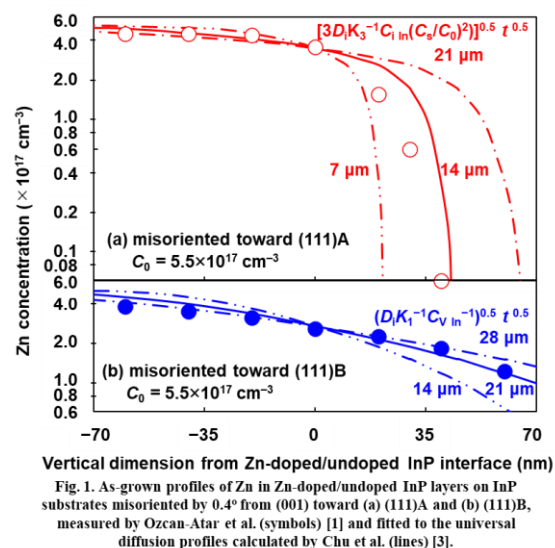
$$\frac{\partial C_s}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \frac{3D_i C_s^2 C_{\text{In}}}{K_A} \frac{\partial C_s}{\partial z} \quad [(111)\text{A 面方向オフ}] \quad (1a)$$

$$\frac{\partial C_s}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \frac{D_i}{K_B C_{\text{V}_{\text{In}}}} \frac{\partial C_s}{\partial z} \quad [(111)\text{B 面方向オフ}] \quad (1b)$$

は, Chu らのユニバーサル拡散分布[4]において, ソース濃度 $C_0 = 5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$, 時間 $t = 3276 \text{ s}$ [1], ならびに次数 $n = 2$ [(111)A 面方向オフ]および 0 [(111)B 面方向オフ], 平衡定数 $K = 3K_A^{-1} C_{\text{In}} (C_s/C_0)^2$ [(111)A 面方向オフ]および $K_B^{-1} C_{\text{V}_{\text{In}}}^{-1}$ [(111)B 面方向オフ]とすると, 実験結果[1]が再現した(Fig. 1)。

まとめ A および B ステップにおける V_{kink} の相違に基づき, 実験結果[1]を説明できた。

[1] A. Ozcan-Atar et al., Appl. Surf. Sci. **688**, 162360 (2025). [2] K. Mochizuki et al., Jpn. J. Appl. Phys. **64**, 038006 (2025). [3] A. Gocalinska et al., Phys. Rev. B **86**, 165307 (2012). [4] S.N.G. Chu et al., J. Appl. Phys. **78**, 3001 (1995). [5] A. Höglund et al., Phys. Rev. B **74**, 075332 (2006). [6] A. Höglund et al., *ibid* **77**, 113201 (2008).



In_{0.05}Ga_{0.95}As/GaAs 多重量子井戸における非線形光学効果の発生

Generation of optical nonlinear effect in a In_{0.05}Ga_{0.95}As/GaAs multiple quantum well

千葉工大工, 神戸大院工^A ○青山 偉大, 小島 磨, 井上 知也^A, 喜多 隆^A

Chiba Inst. Tech, Kobe Univ.^A ○K. Aoyama, O. Kojima, T. Inoue^A, T. Kita^A

E-mail: s22A4003CV@s.chibakoudai.jp

格子不整合条件で作製した半導体結晶に波長が異なる 2 つのレーザー光を照射すると、差周波混合によりテラヘルツ電磁波が発生する[1, 2]。これは、レーザー光の照射によって二次的非線形分極を生成するために、格子不整合歪みが利用できることを示唆している。その一方で、この非線形分極の生成に必要な歪みの量は明らかでないことから、前回、In 濃度が異なる InGaAs/GaAs 多重量子井戸を作製し、その光学特性について報告した[3]。そこで今回我々は、これらの試料において差周波混合信号を測定したので、その結果について報告する。

試料には、分子線エピタキシー法で GaAs 基板上に作製した In_{0.05}Ga_{0.95}As/GaAs 多重量子井戸を用いた。GaAs の成長中に In を照射し、3 nm で In のシャッターを閉じることで井戸層とした。障壁層となる GaAs は 10 nm で、量子井戸周期数は 50 である。図 1(a)に室温で測定した光変調反射スペクトルを示す。1.385 eV 付近に観測される信号が量子井戸の重い正孔励起子による応答である。図中の破線は GaAs のバンドギャップエネルギーを示しており、ここで観測される信号は障壁層である GaAs の応答である。光変調反射スペクトルは表面電場の変調に起因することから、このように信号が観測されているということは、表面電場の存在を示しているが、フランツケルディッシュ振動が観測されていないことから、電界が弱い or above barrier 準位に局在している可能性が考えられる。図 1(b)は、差周波混合信号の励起光強度依存性である。破線は励起光強度に対する二乗の傾きを示している。なお、レーザーのエネルギー差から見積もったテラヘルツ電磁波の周波数は 9.06 THz である。15 mW 付近から概ね 2 乗で信号が増加しており、非線形分極の生成を示唆している。In 濃度が 5% であることから、格子不整合率は 0.4% 程度であるにもかかわらず、このような非線形性が観測されている。その生成機構は不明ではあるが、この結果は、極微小な歪みであっても非線形分極の生成が可能であることを示していると考えている。

謝辞: 科研費 25K01270

[1] O. Kojima et al., APEX **16**, 051002 (2023).

[2] O. Kojima et al., JJAP **64**, 011005 (2025).

[3] 小島 他 2025 年第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 17a-K302-2.

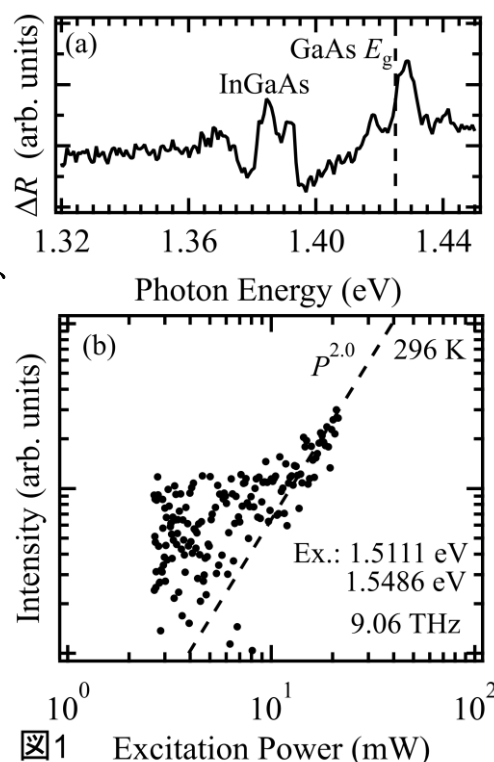


図1 Excitation Power (mW)

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

[7a-N301-1~11] 15.4 III-V-group nitride crystals

[7a-N301-1]

Study of Al/AlN layer formation during low-temperature AlN growth by RF-MBE under Al-rich conditions

○Ren Tanaka¹, Sigeharu Kawabata¹, Trang Nakamoto², Takashi Fujii³, Tsutomu Araki¹
(1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO, 3.ROST)

[7a-N301-2]

Microstructural Characterization of RF-MBE Low-Temperature-Grown AlN Films Using Transmission Electron Microscopy

○Sigeharu Kawabata¹, Ren Tanaka¹, Trang Nakamoto², Takashi Fujii³, Tsutomu Araki¹
(1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO, 3.ROST)

[7a-N301-3]

Improved Crystallinity of Semipolar (11-22) AlN by Sputtering and Annealing Method

○Daiki Kobayashi¹, Ryota Akaike^{1,2}, Kensei Oya¹, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Hideto Miyake^{1,2} (1.Grad. Sch. of Eng., Mie Univ., 2.IC-SDF, Mie Univ., 3.ORIP, Mie Univ.)

[7a-N301-4]

High-Temperature AlN Growth on Sputtered AlN by Metalorganic Vapor Phase Epitaxy

○(M2)Yuto Matsubara¹, Koki Fujii¹, Yusuke Takayanagi¹, Yukiya Hayashi¹, Soki Shimizu¹, Yuusuke Takashima^{1,2}, Yoshiki Naoi^{1,2}, Atsushi Maeoka³, Atsushi Osawa³, Shigeru Takatsuji³, Takahiro Kimura³, Kentaro Nagamatsu^{1,2} (1.Faculty of Science and Engineering, Tokushima Univ., 2.pLED, Tokushima Univ, 3.SCREEN Holdings Co. Ltd.)

[7a-N301-5]

Crystallographic Orientation Control of Nonpolar AlN via Thermal Treatment of r-Plane Sapphire Substrates

○Shinnosuke Mori¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Hideto Miyake^{1,2}
(1.Grad. Sch. of Eng., Mie Univ., 2.IC-SDF, Mie Univ., 3.ORIP, Mie Univ.)

[7a-N301-6]

AlN epitaxial growth on diamond (111) substrates by AFHT-MOCVD

○Xu-Qiang Shen¹, Hiromitsu Kato¹, Yukako Kato¹, Toshiharu Makino¹, Kazutoshi Kojima¹
(1.AIST)

[7a-N301-7]

Estimation of Screw Dislocation Density in AlN from X-ray Rocking Curve

○Rennosuke Hara¹, Ryouta Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Hideto Miyake^{1,2}
(1.Grad. Sch. of Eng., Mie Univ., 2.IC-SDF, Mie Univ., 3.ORIP, Mie Univ.)

[7a-N301-8]

Unique strain relaxation mechanism of GaN and AlGaIn on AlN substrates

○Shun Washiyama¹, Shin-ichiro Inoue¹ (1.NICT)

[7a-N301-9]

Fabrication of AlGaIn Multiple Quantum Wells on Semipolar (11-22) AlN by Sputtering and Annealing Method

○Kensei Oya¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Hideto Miyake^{1,2}
(1.Grad. Sch. of Eng., Mie Univ., 2.IC-SDF, Mie Univ., 3.ORIP, Mie Univ.)

[7a-N301-10]

In-situ ohmic contacts on Si-doped AlGa_{0.9}N with high Al content via pulsed sputtering

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

[7a-N301-11]

Fabrication of AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN multi-channel transistor with ultra-high breakdown voltage

○Takao Kozaka¹, Kohei Ueno¹, Hiroshi Fujioka¹ (1.IIS)

RF-MBE 法を用いた低温 AlN 成長における Al リッチ成長条件下での Al/AlN 積層構造形成

Study of Al/AlN layer formation during low-temperature AlN growth by RF-MBE under Al-rich conditions

立命館大理工¹, R-GIRO², 立命館大総研³ ○田中練¹, 川端重温¹, 中本トラン², 藤井高志³, 荒木努¹
Ritsumeikan Univ.¹, R-GIRO², ROST³, °R. Tanaka¹, S. Kawabata¹, T. Nakamoto², T. Fujii³, T. Araki¹

E-mail: re0173hv@ed.ritsume.ac.jp

我々は、保護膜としてなどデバイスプロセスにおける AlN 利用を想定して、RF-MBE 法を用いた低温での AlN 成長を検討してきた^[1]。その結果、低温(300°C)成長では、Al と N の供給量比(III/V 比)に対して、AlN 薄膜の成長様式が大きく異なることを明らかにした。特に、Al リッチ条件下では、Al と N を同時供給しているにもかかわらず、Al/AlN 積層構造が繰り返し形成されることを見出した。そこで本研究では、Al リッチ条件下における低温 AlN 成長メカニズムの解明を目的とし、成長温度を変化させたときの AlN の成長挙動とそれに伴う構造変化について検討した。

実験では、RF-MBE 法を用いて、GaN(膜厚 2 μm)/Sapphire テンプレート基板上に約 10 nm の GaN バッファ層を成長した後、窒素プラズマパワー250 W、窒素流量 1.0 sccm、Al フラックスを 2.9×10^{-7} Torr (Al/N = 1.75)、成長温度を 300°C とし、60 分間 AlN を成長させた。TEM 観察の結果、この試料においては AlN と Al が交互に積層した構造が観察されている。この Al/AlN 積層構造の形成メカニズムを明らかにするため、積層構造が得られた条件を基準とし、成長温度のみを 300°C~600°C の範囲で変化させて実験を行った。

Fig. 1 に 300°C および 600°C で成長した AlN の SEM 像を示す。どちらの表面にも余剰 Al の堆積物が見られるが、300°C 成長では基板全面にわたって堆積しているのに対して、600°C 成長では Al が局所的に確認できる。これは、高温によって Al の表面拡散が促進され、AlN 表面での余剰 Al の凝集が起こりやすくなったためと考えられる。Fig. 2 に XRD 2θ-ω 測定結果を示す。全ての成長温度において、Al(111)からの回折ピークが確認されるが、300°C および 400°C では、高角度側にシフトしており、Al は引張歪を受けながらエピタキシャル成長していることが示唆される。一方、600°C 成長試料ではピークシフトが観察されなかったことから、300°C および 600°C では成長様式が異なると考えられる。これらの詳細な結果に加えて、300°C 成長における Al/N 比の依存性についても評価を行い、それらについても議論する。

謝辞 本研究の一部は、科研費基盤研究(B)(24K01366)、増屋記念基礎研究振興財団研究助成の支援を受けて行われた。

[1] 河上結馬、荒木努他 第 83 回応用物理学会秋季学術講演会 21p-B101-15 (2023)

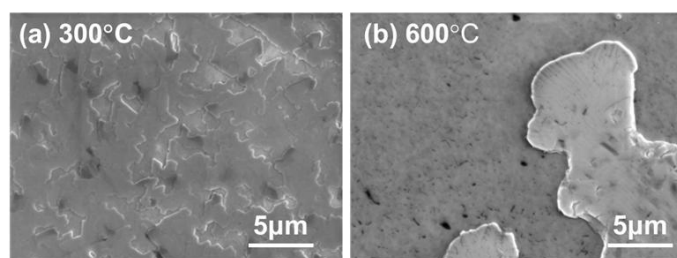


Fig. 1 SEM images of AlN grown at (a) 300°C and (b) 600°C

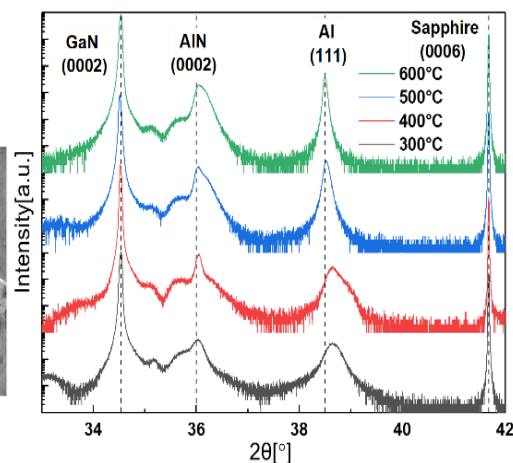


Fig. 2 2θ-ω profiles of AlN grown on GaN template substrate

透過電子顕微鏡を用いた RF-MBE 低温成長 AlN の極微構造評価

Microstructural Characterization of RF-MBE Low-Temperature-Grown AlN Films Using Transmission Electron Microscopy

立命館大理工¹, R-GIRO², 立命館大総研³ ○川端重温¹, 田中練¹, 中本トラン², 藤井高志³, 荒木努¹

Ritsumeikan Univ.¹, R-GIRO², ROST³, °S. Kawabata¹, R. Tanaka¹, T. Nakamoto², T. Fujii³, T. Araki¹

E-mail: re0185vk@ed.ritsumei.ac.jp

我々は、RF-MBE 法を用いて低温での AlN 結晶成長条件を検討してきた。その際、基板温度が 300°C の Al リッチ条件下で原料を同時供給にて成長させたサンプルでは、Al と AlN が積層構造になっていることを見出した[1]。300°C という成長温度は、Al の融点 (約 660°C) より低いいため、分子線で供給した過剰な Al が AlN 薄膜の成長中に結晶化して存在していると考えられるが、この Al/AlN 積層構造の成長メカニズムについてはよくわかっていない。そこで本研究では、Al リッチ条件下での低温 AlN 成長中に生じる Al/AlN の積層構造と成長温度の関係について、透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて構造評価し、検討した結果について報告する。

本研究では、c 面 GaN テンプレート基板上に約 10 nm の GaN バッファ層を成長した後、RF-MBE 法を用いて AlN を 60 min 成長させた。成長条件は、Al フラックス 2.9×10^{-7} Torr、窒素プラズマパワー 250 W、窒素流量 1 sccm に固定し、成長温度 300°C から 600°C の間で変化させた。断面 TEM 観察用試料は FIB 加工装置を用いて、電子線入射方位が e-beam // AlN [11-20] となるように作製し、JEOL JEM-2100 Plus (加速電圧 200 kV) にて観察した。

Fig. 1 に、基板温度 300°C で成長したサンプルの断面 TEM 像を示す。膜厚 240 nm の 60 分成長中、Al と N を同時供給し続けているが、10 nm ~ 100 nm の厚さからなる Al/AlN 積層構造が繰り返されて成長している。またこうした積層構造は複数箇所にて TEM 観察を行った結果においても確認されたが、Al および AlN の厚さは均一ではなかった。Fig. 2 には、Al/AlN 界面において取得した制限視野回折 (SAD) 像を示す。得られた回折パターンから、Al と AlN は、Al (111) // AlN (0001)、Al [1-21] // AlN [1-100] の関係でエピタキシャル成長していると考えられる。Fig. 3 には、成長初期領域の AlN/GaN テンプレート基板界面付近から取得した高分解能 TEM 像を示す。観察の結果、この領域では AlN の成長が先行し 5 nm 程度成長してから、Al 層の形成が開始されていることがわかった。その他の温度で成長した結果についても当日あわせて報告する。

謝辞 本研究の一部は、科研費基盤研究(B) (24K01366)、増屋記念基礎研究振興財団研究助成の支援を受けて行われた。

[1] 河上結馬、荒木努他 第 83 回応用物理学会秋季学術講演会 21p-B101-15 (2023)

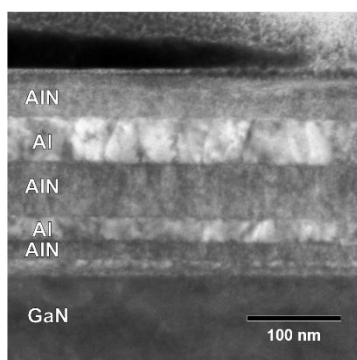


Fig. 1 Cross-sectional TEM image of AlN grown at 300°C under Al-rich condition.

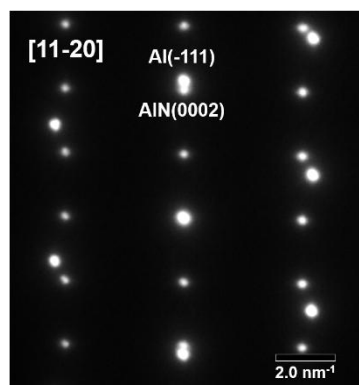


Fig. 2 SAD pattern from Al/AlN layer.

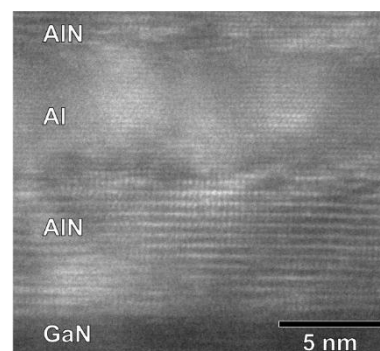


Fig. 3 HRTEM image of initial region of AlN/GaN template.

スパッタ・アニール法による半極性(11 $\bar{2}2$)AlN の結晶性向上 Improved Crystallinity of Semipolar (11-22) AlN by Sputtering and Annealing Method

三重大学 工学部¹, 半導体センター², 研基機構³

○小林 大樹¹, 赤池 良太^{1,2}, 大矢 健世¹, 安永 弘樹^{2,3}, 中村 孝夫^{1,2}, 三宅 秀人^{1,2}

Mie Univ. Grad. Sch. of Eng.¹, IC-SDF², ORIP³

°D. Kobayashi¹, R. Akaike^{1,2}, K. Oya¹, H. Yasunaga^{2,3}, T. Nakamura^{1,2}, and H. Miyake^{1,2}

E-mail: akaike@elec.mie-u.ac.jp

高 Al 組成の AlGaIn を用いた極性面上短波長発光デバイスでは、量子閉じ込めシュタルク効果による内部量子効率の低下だけではなく、 c 軸に垂直な方向への発光が支配的となることに起因した光取り出し効率の低下も問題となるため、半極性面上への素子形成が期待されている。我々は、スパッタ法 AlN 膜の Face-to-Face 配置でのアニールによる高品質な AlN テンプレート(FFA Sp-AlN)開発を進めており[1]、 m 面サファイア基板上の(11 $\bar{2}2$)面 AlN 膜の作製にも本手法が有効であることを報告してきた[2]。さらに、 c 面 AlN 膜においてはアニール温度を昇降する熱サイクルアニール (TCA) や、スパッタ堆積とアニールを 2 回行うダブルスパッタ・アニール (DTA) によって、より結晶性の高い AlN の作製も報告している[3,4]。本研究では、 m 面サファイア基板上の(11 $\bar{2}2$)面 AlN 膜においてもさらなる結晶性の向上を目指し、これらの方法で (11 $\bar{2}2$) AlN 膜を作製し、結晶性を調べた。

サファイアの c 軸方向に 0.2° のオフ角を有する m 面サファイア基板の上に RF スパッタ法を用いて AlN 膜を 450 nm 堆積した。比較のため作製した従来条件の基板については、1680°C で 3 時間の face-to-face 高温アニール処理(FFA)を施した。TCA については 1600°C と 1650°C で昇温と降温を繰り返し、合計 39 時間 FFA 処理を行った。DTA については、1 層目と 2 層目それぞれ膜厚 450 nm で合計 900 nm、アニール時間それぞれ 3 時間で合計 6 時間とした。Figure 1 に従来条件、TCA、DTA それぞれの X 線ロッキングカーブ(XRC)の半値全幅(FWHM)を示す。AlN (11 $\bar{2}2$)回折において X 線の入射方向が $[1\bar{1}00]$, $[1\bar{1}23]$ いずれの場合も良好な結晶性が得られた。Figure 2 に DTA を施した基板と単層 900 nm のスパッタ成膜後 6 時間 FFA 処理を施した基板の XRC 測定結果を以下に示す。単層 900 nm の成膜ではダブルピークが確認された一方で、DTA ではシングルピークの良好な結晶性が得られた。XRC の結果より、 m 面サファイア基板上の(11 $\bar{2}2$)面 AlN 膜の作製においても TCA や DTA が有効であると考えられる。

[1] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016). [2] K. Oya *et al.*, Phys. Stat. Solidi (b) accepted (2025). [3] D. Wang *et al.*, Appl. Phys. Express **13**, 095501 (2020). [4] D. Wang *et al.*, Appl. Phys. Express **14**, 025505 (2021).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 (25K01680)、JST-SICORP (JPMJSC22C1)、NEDO 「官民による若手研究者発掘支援事業」 (21502153-0)、NEDO 「先導研究」 の支援により行われた。

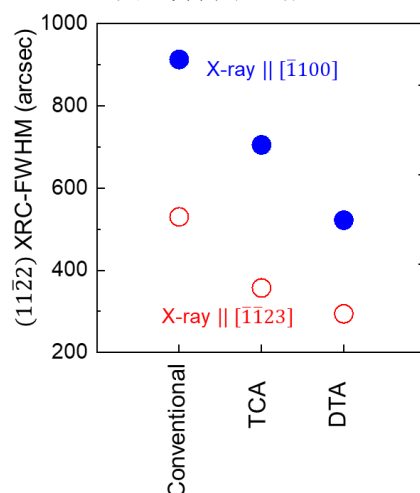


Fig.1 XRC-FWHM conventional conditions, thermal cycle annealing, and double sputtering and annealing.

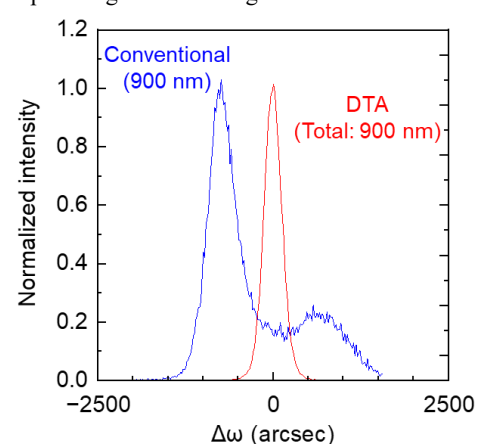


Fig.2 XRC measured on a sample with 900 nm thick AlN after conventional annealing, and double sputtering and annealing.

スパッタ AIN 上への MOVPE 法による AIN の高温成長

High-Temperature AlN Growth on Sputtered AlN by Metalorganic Vapor Phase Epitaxy

徳島大理工¹, 徳島大ポスト LED フォトニクス研究所², (株)SCREEN ホールディングス³

○松原優翔¹, 藤井滉樹¹, 高柳祐介¹, 林悠希矢¹, 清水蒼輝¹, 高島祐介^{1,2}, 直井美貴^{1,2},
前岡淳史³, 大澤篤史³, 高辻茂³, 木村貴弘³, 永松謙太郎^{1,2}

Faculty of Science and Engineering, Tokushima Univ.¹, pLED, Tokushima Univ.²,
SCREEN Holdings Co. Ltd.³

○Yuto Matsubara¹, Koki Fujii¹, Yusuke Takayanagi¹, Yukiya Hayashi¹, Soki Shimizu¹,
Yuusuke Takashima^{1,2}, Yoshiki Naoi^{1,2}, Atsushi Maeoka³, Atsushi Osawa³,
Shigeru Takatsuji³, Takahiro Kimura³, Kentaro Nagamatsu^{1,2}

E-mail: y.matsubara@ee.tokushima-u.ac.jp

背景 高い殺菌効果を有するデバイスとして期待されている AlGaIn 系深紫外 LED や LD は近年大きな発展を遂げている。深紫外 LED ではスパッタ成膜した AlN を高温でアニールする手法を用いることによって波長 230, 236, 263 nm で外部量子効率が 0.6, 1.4, 8.0 % と世界最高レベルの特性を持つデバイスが報告されている[1,2]。また、深紫外 LD では深紫外 LED 同様にスパッタ成膜した AlN を高温アニールすることによって波長 298 nm で UV-B LD の室温パルス発振を実現している[3]。このように、スパッタ成膜した AlN をアニールする手法は高効率な深紫外発光デバイスの下地層として有望視されている。一方で長時間の高温アニール処理および高温処理後の取り出し工程が必要となる。我々のグループではジェットエンジンの機構を応用した MOVPE 装置で 1700 °C の高温により高品質な AlN の成長を実現している[4]。本研究ではさらなる AlN の結晶性改善を目指してスパッタリング法を高温成長と組み合わせることでアニール処理を行わずに高品質な AlN 実現への可能性を考え、実験を行った。

実験方法 本研究では DC スパッタリングにより成膜した 60 nm および 464 nm の膜厚が異なる 2 種類のスパッタ AlN 上へ MOVPE により AlN を 1700°C で成長させた。スパッタ AlN の膜厚は XRD-2 θ scan 測定のスキャンピークより導出した。MOVPE による AlN の成長は成長前の H₂ クリーニングや窒化処理を行わずに 1700°C まで昇温したのち 15 分間で AlN を約 3 μ m 成長させた。成長後の AlN の結晶性は XRD の 0002 面と 10 $\bar{1}2$ 面の ω スキャンにより行った。

実験結果 スパッタ AlN の各膜厚での違いによる結晶性への影響を評価するため 2 種類の異なる膜厚を持つスパッタ AlN 上に MOVPE により AlN をダイレクト成長させた。図 1 に成長後の AlN の結晶性を XRD により測定した結果を示した。図 1(a)には 0002 面、図 1(b)には 10 $\bar{1}2$ 面に対する結果である。図 1(a)に示しているように 0002 面で 60 nm のスパッタ AlN 上に成長した結果、15 分の短い時間で成長しているにもかかわらず FWHM で 36 arcsec と高品質な結晶性が得られた。一方で 464 nm 上では 199 arcsec と大きな向上は見られなかった。また、図 1(b)の結果より 10 $\bar{1}2$ 面での結晶性は各膜厚で大きな向上・悪化は見られなかった。これらの傾向は各膜厚でのスパッタ AlN の c 軸格子定数の違いによるものと予測しているが現状、明確なメカニズムは明らかとなっていない。一方で本研究において得られた結果はスパッタリング法と高温成長を組み合わせることは 0002 面での結晶性を大きく改善できる手法であることが示された。

参考文献

- [1] K. Uesugi *et al.*, Appl. Phys. Express **17**, 042008 (2022) [3] K. Sato *et al.*, Appl. Phys. Express **13**, 031004 (2020)
[2] K. Uesugi *et al.*, Appl. Phys. Express **15**, 055501 (2024) [4] K. Nagamatsu *et al.*, Sci. Rep. **13**, 2438 (2023)

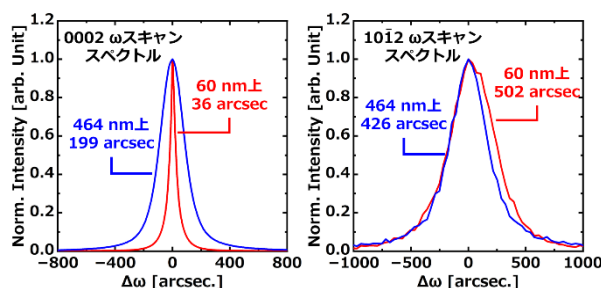


Fig. 1. The results of XRD measurement. (a) The spectra of 0002 ω scan. (b) The spectra of 10 $\bar{1}2$ ω scan.

r 面サファイア基板の熱処理による非極性面 AlN の面方位制御 Crystallographic Orientation Control of Nonpolar AlN via Thermal Treatment of r -Plane Sapphire Substrates

三重大 院工¹, 半導体・デジタル未来創造センター², 研究基盤推進機構³

○(M2) 森 新之助¹, 赤池 良太^{1,2}, 安永 弘樹^{2,3}, 中村 孝夫^{1,2}, 三宅 秀人^{1,2}

Grad. Sch. of Eng.¹, IC-SDF², ORIP Mie University.³

°Shinnosuke Mori¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, and Hideto Miyake^{1,2}

E-mail: akaike@elec.mie-u.ac.jp

高 Al 組成の AlGaIn を利用した極性面上の短波長発光デバイスにおいては、量子閉じ込めシュタルク効果による内部量子効率の低下に加え、 c 軸に垂直方向への発光が支配的となることに起因する光取り出し効率の低下も課題となっている。これらの課題を解決するため、 r 面($\bar{1}012$)サファイア基板上への a 面($11\bar{2}0$)窒化物半導体の成長が注目されている[1]。しかし、MBE 法では半極性面の混在が報告されており、バッファ層成長時の V/III 比により面方位の制御が可能であることが示されている[2]。高品質結晶を実現するには、こうした複数ドメインの混在を抑制することが不可欠である。我々はこれまで、スパッタ法による成膜と高温アニールを組み合わせた r 面サファイア基板上の AlN 成長において、基板のオフ角や成長条件が面方位に与える影響を報告してきたが[3]、 r 面サファイアの表面状態についての詳細な検討は行われてこなかった。本研究では、 r 面サファイアの熱処理が、その上に成長させた AlN の面方位と結晶性に与える影響を調べた。

実験では、 c 軸投影方向へ -0.5° のオフ角を有する r 面サファイア基板に対し、大気雰囲気中で 1 時間の熱処理 (1100-1400°C) を施した。続いて RF スパッタ法により基板温度 200°C で 450 nm の AlN を成膜し、face-to-face 配置[4]にて 1650°C で 15 時間の高温アニール処理を行った。X 線回折極点図測定の結果、熱処理基板上に成長させた AlN は全ての条件でシングルドメインの a 面成長が確認された。一方、未処理基板上に成長させた AlN では a 面と半極性面($11\bar{2}6$)の混在が確認された。Fig.1 に、熱処理基板および未処理基板上に成長した AlN の AFM 像を示す。 a 面 AlN の表面は AlN の m 軸方向に伸長した構造、半極性面が混在している AlN では粒状のドメイン構造が観察された。Fig. 2 に各基板熱処理条件で成長させた AlN の X 線ロックインカーブ(XRC)の半値全幅(FWHM)を示す。対称面 AlN($11\bar{2}0$)回折の FWHM は、X-ray//[0001]_{AlN}と//[10 $\bar{1}0$]_{AlN}のどちらにおいても基板の熱処理により顕著に減少し、結晶性の大幅な向上が確認された。

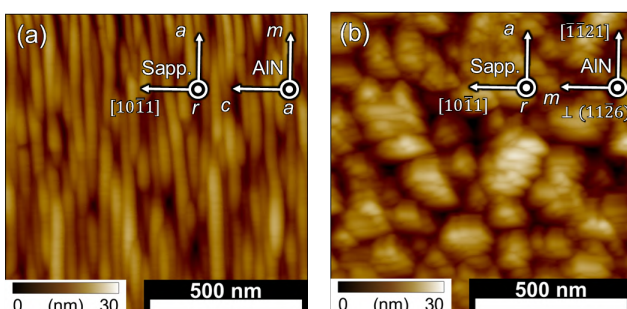


Fig.1 AFM images of AlN films grown on r -plane sapphire: (a) with surface treatment at 1400 °C, (b) without surface treatment.

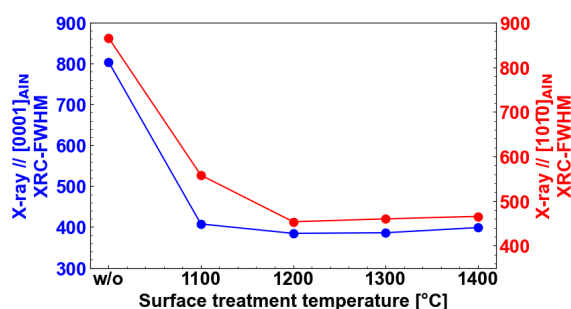


Fig.2 Effect of surface treatment temperature of r -plane sapphire substrates on the XRC-FWHMs of a -plane AlN films.

[1] S. Tomohiko *et al.*, J. Cryst. Growth **229** 63 (2001) [2] R. Chandrasekaran *et al.*, phys. stat. sol. (c) **4**, 1689 (2007)

[3] Y. Ogawa *et al.*, J. Appl. Phys. **135** 193106 (2024). [4] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 基盤研究 (B) (25K01680)、NEDO 「官民による若手研究者発掘支援事業」、戦略的基盤技術高度化支援事業 (22682440) の支援により行われた

AFHT-MOCVD 法における Diamond(111) 基板上への AlN エピタキシャル成長

AlN epitaxial growth on diamond (111) substrates by AFHT-MOCVD

産総研 °沈旭強、加藤宙光、加藤有香子、牧野俊晴、児島一聡

AIST °X.Q. Shen, H. Kato, Y. Kato, T. Makino and K. Kojima

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

はじめに： 近年、ハイブリッド量子システム応用に向け AlN/Diamond 構造を持つ表面弾性波 (SAW) デバイスが提案され、その研究開発が進んでいる[1, 2]。現状の AlN/Diamond 構造の SAW デバイスでは、高い c 軸配向多結晶 AlN 薄膜を使用している。また、下地の基板が多結晶 Diamond から単結晶 Diamond に置き換えることによって SAW デバイス特性が改善されることが報告されている[3]。従って、単結晶 AlN/単結晶 Diamond 基板構造を持つ SAW デバイスの性能のさらなる向上に期待されている。しかし、Diamond 基板上に高品質な単結晶 AlN エピタキシャル成長は難しく、その探索研究が必要である。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) [4]を用い、Diamond(111)基板上に単結晶 AlN ヘテロエピタキシャル成長を試みたので、その結果を報告する。

実験： 単結晶 Diamond(111)基板上への AlN ヘテロエピタキシャル成長が AFHT-MOCVD 成長法を用い行われた。成長条件として、成長温度が 1600℃で、原料ソースが TMA、窒素ガス及び水素ガスである。成長された AlN エピ膜が XRD、SEM 及び STEM によって評価された。

結果： 図 1 に XRD の ω -2 θ スキャンスペクトルを示す。図から分かるようにシングル AlN (0002) ピークが観察され、Diamond (111) 基板上に単結晶 AlN ヘテロエピタキシャル成長が実現したことが分かった。更に非対称 Φ -scan の結果、6 個の回折ピークが観察され、従来報告があった面内の 30 度回転ドメインが存在していないことが明らかである。成長された AlN 表面モロロジーを SEM で評価した所、クラックの発生がエピ膜の厚みに依存することが分かった。更に AlN エピ膜中の微細構造を STEM 観察により評価し、様々な知見が得られた。詳細について当日に発表する。

謝辞:本研究の一部は JST Moonshot R&D grant (Grant No. JPMJMS2062)の助成を受けたものである。

[1] M. B. Assouar *et al.* JAP **101**, 114507 (2007).

[2] M. Yamamoto *et al.* JAP **134**, 215104 (2023).

[3] S. Fujii *et al.* IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control **60**, 986 (2013).

[4] X.Q. Shen *et al.* CrystEngComm **20**, 7364 (2018).

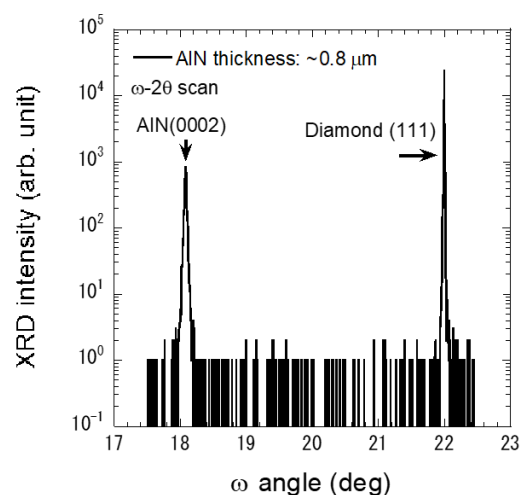


図 1 AlN/Diamond(111)サンプルの XRD の ω -2 θ スキャンスペクトル

X線ロッキングカーブからの AlN 膜における螺旋転位密度の推定

Estimation of Screw Dislocation Density in AlN from X-ray Rocking Curve

三重大院工¹, 三重大半デセンター², 三重大研基機構³○原 蓮之介¹, 赤池 良太^{1,2}, 安永 弘樹^{2,3}, 中村 孝夫^{1,2}, 三宅 秀人^{1,2}¹Grad. Sch. of Eng., ²IC-SDF, ³ORIP, Mie Univ.Rennosuke Hara¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{2,3}, Hideto Miyake^{1,2}

E-mail: akaike@elec.mie-u.ac.jp

我々は、サファイア上にスパッタ法で AlN 膜を堆積し、Face-to-Face 配置でアニールを行うことで、高い結晶性を有する AlN テンプレート(FFA Sp-AlN)を作製している[1]。螺旋転位は AlGaIn 成長でヒロックを形成することから、その密度の低減は UVC-LED の効率向上に重要である。FFA Sp-AlN の(0002)X 線ロッキングカーブ(XRC)の半値全幅(FWHM)は 10 arcsec 程度であり、装置の測定限界のため、(0002)XRC の FWHM から螺旋転位密度を推定するのは困難である。一方で、XRC の強度分布に着目すると、Fig.1 に示すようにシャープな成分とブロードな成分の 2 成分存在することが分かる[2]。そこで、この XRC のブロードな成分の強度から FFA Sp-AlN 膜の螺旋転位密度を推定する。

螺旋転位密度は、FFA Sp-AlN 上に AlGaIn 成長を行って、形成されたヒロックをカウントすることで測定した[3]。また、XRC は強度を規格化して、ローレンツ関数とガウス関数を合わせた形状を持つ擬フォークト関数を用いて、2 成分でフィッティング解析した。

Fig. 2 に、ヒロック密度と(0002)XRC におけるブロードな成分のピーク強度の関係を示す。ヒロック密度が 10^4 cm^{-2} 以上の場合、ブロードな成分のピーク強度とヒロック密度に正の相関があることが分かる。これは、螺旋転位がチルト揺らぎを形成することからブロードな成分を増大させると考えられる。したがって、ブロードな成分のピーク強度に着目すれば、ヒロック密度を推定できると考えられる。一方で、ヒロック密度が 10^4 cm^{-2} 未満の場合には、ブロードな成分のピーク強度に場所依存が生じていることから相関が低い。したがって、面内の均一性も併せて評価する必要があるといえる。

[1] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016). [2] K. Uesugi *et al.*, Coatings **11**, 956 (2021). [3] K. Uesugi *et al.*, Appl. Phys. Express **15**, 055501 (2022).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 (25K01680)、JST-SICORP (JPMJSC22C1)、NEDO「官民による若手研究者発掘支援事業」(21502153-0)、NEDO「先導研究」の支援により行われた。

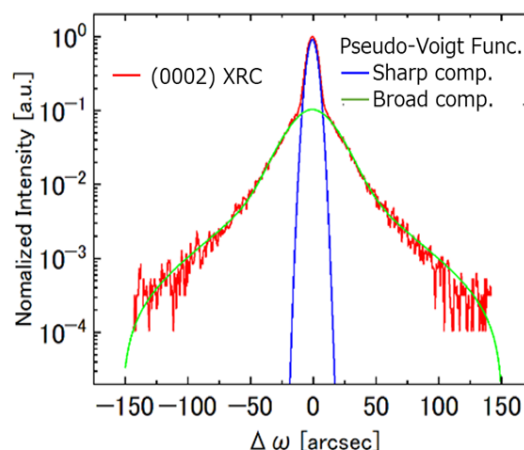


Fig. 1 A fitting result of (0002) XRC of FFA Sp-AlN.

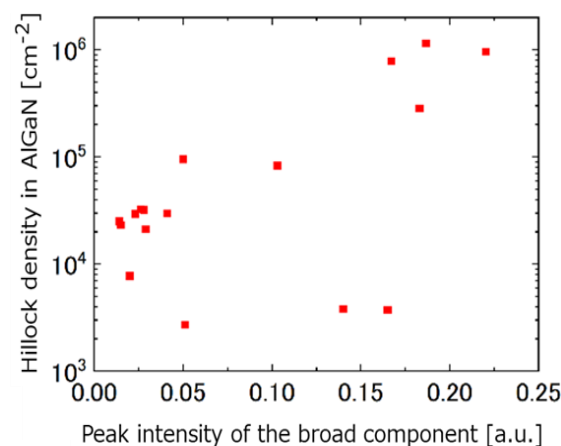


Fig. 2 Relationship between hillock density and the intensity of broad component of AlN(0002) XRC

AlN 基板上 GaN、AlGaIn の特異な歪緩和機構

Unique strain relaxation mechanism of GaN and AlGaIn on AlN substrates

情報通信研究機構¹、鷲山瞬¹、井上振一郎¹

NICT¹, ¹Shun Washiyama,¹ and Shin-ichiro Inoue¹

E-mail: s_washiyama@nict.go.jp, s_inoue@nict.go.jp

圧縮応力が発生する AlN 上の GaN、AlGaIn 成長では、実験的に観察される歪緩和の臨界膜厚は、People-Bean や Matthews-Blakeslee らのモデルから推測される臨界膜厚よりも大きいことが知られている[1]。歪緩和により発生する転位等欠陥の発生を抑制、あるいは歪自体を制御するには緩和機構の理解が不可欠であるが、未だ解明されていない。本研究では、圧縮応力系における GaN、AlGaIn の緩和機構に関する知見を得るため、様々な条件下で AlN 基板上に成長させた GaN、AlGaIn 層の歪緩和を評価した。

GaN、AlGaIn 層を単結晶 AlN(0001)基板上に有機金属化学気相成長法(MOCVD 法)により成長させた。異なる膜厚の試料表面を原子間力顕微鏡により観察し、表面形態から成長モードを評価した。X 線回折を用いた非対称面における逆格子空間マッピングにより成長層の AlN 基板に対する歪緩和を評価し、初期成長モードや膜厚が歪緩和に与える影響を調べた。

Fig. 1 に 3D、2D 成長させた GaN の(11.4)面における逆格子マッピングを示す。Fig. 1(a)の 3D-GaN では、膜厚 5 nm の成長初期段階において既に格子緩和位置にブロードなピークがみられ、AlN 上で GaN の格子不整合歪が緩和していることがわかった。Fig. 1(b)に示すように、この成長モードでは膜厚が大きくなるとピーク位置は変化せず強度のみが増大した。一方、GaN が 2D 成長する場合、膜厚 5 nm の初期成長時には GaN のストリーク状ピークは AlN ピークと同等の Q_x を示し、Pseudomorphic 成長 (歪成長) していることがわかった。2D モードで成長させた膜厚 100 nm の GaN(Fig. 1(d))では、歪位置と緩和位置のいずれにもピークがみられた。この試料の 2θ - ω スペクトルでは、非対称な GaN ピークがみられ、フィッティングから歪成長した GaN の膜厚は 20 nm 程度と見積もられ、緩和層と歪層の二層構造であることが示唆された。これらより、AlN 基板上に成長させた GaN の歪緩和は初期成長モードに大きく依存することがわかった。

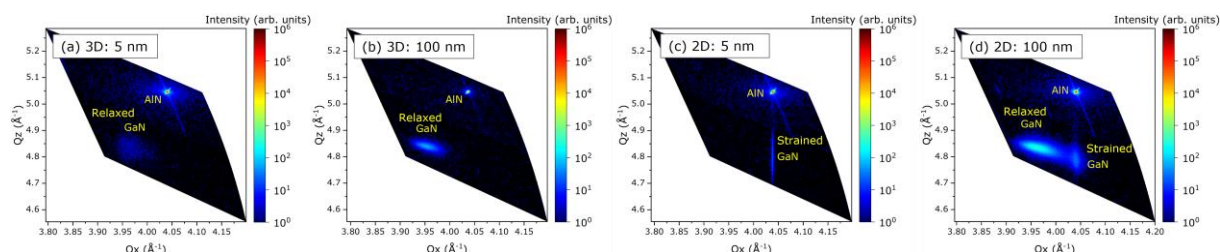


Figure 1: (11.4) plane reciprocal space mapping of 3D-GaN ((a) and (b)) and 2D-GaN ((c) and (d)) layers on AlN substrates. GaN thickness are 5 nm for (a) and (c) and 100 nm for (b) and (d), respectively.

[1] Rathkanthiwar *et al.*, Appl. Phys. Lett. **120**, 202105 (2022)

スパッタ・アニール法による半極性(11 $\bar{2}$ 2)AlN 上への AlGaN 多重量子井戸作製 Fabrication of AlGaN Multiple Quantum Wells on Semipolar (11 $\bar{2}$ 2) AlN by Sputtering and Annealing Method

三重大 院工¹, 半導体・デジタル未来創造センター², 研究基盤推進機構³

○(M2)大矢 健世¹, 赤池 良太^{1,2}, 安永 弘樹^{2,3}, 中村 孝夫^{1,2}, 三宅 秀人^{1,2}

Grad. Sch. of Eng.¹, IC-SDF², ORIP³, Mie Univ.

Kensei Oya¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Hideto. Miyake^{1,2}

E-mail: akaike@elec.mie-u.ac.jp

AlGaN 系深紫外発光デバイスでは、量子閉じ込めシュタルク効果による内部量子効率の低下や偏光スイッチングによる光取り出し効率の低下が課題として挙げられ、これらの解決策として非極性面の利用が注目されている。我々はスパッタ法(Sp)と face-to-face 配置でのアニール(FFA)[1]を組み合わせることで、高品質な半極性(11 $\bar{2}$ 2)AlN テンプレート((11 $\bar{2}$ 2) FFA Sp-AlN)の作製に成功している[2]。本研究では(11 $\bar{2}$ 2) FFA Sp-AlN 上に高効率な発光素子を実現すべく、有機金属気相成長法(MOVPE)法を用いて AlGaN 多重量子井戸構造(MQWs)の成長を行った。

m 面サファイア基板上に高周波スパッタ法を用いて AlN 膜を 450 nm 堆積し、1680°C で 3 時間、N₂ 雰囲気下で高温アニール処理を施すことで(11 $\bar{2}$ 2) FFA Sp-AlN を作製した。続いて、MOVPE で AlN 層と Si ドープ AlGa_N 層、活性層を順に成長させ、Figure 1 に示す(11 $\bar{2}$ 2)面上 AlGa_N-MQWs 構造を作製した。AlN 層と Si ドープ AlGa_N 層の成長温度は 900°C で固定し、膜厚はそれぞれ 200 nm とした。活性層は Al 組成 70%、膜厚 2 nm の AlGa_N 井戸層と Al 組成 90%、膜厚 6 nm AlGa_N バリア層からなる 10 周期の量子井戸構造(10MQWs)とし、成長温度 T_{Mo} を 900~1200°C の範囲で変化させた。Figure 2 に各温度で作製した 10MQWs の室温 PL スペクトルを示す。活性層の成長温度の上昇に伴い PL 強度が著しく向上し、 T_{Mo} = 1200°C で作製された試料からは波長 230 nm のバンド端遷移由来の発光が観測された。また、高温で成長させた試料ほど表面平坦性は悪化することが AFM 像から確認されており、ポテンシャル揺らぎが増大した結果キャリアの局在化が引き起こされ、PL 発光強度の増大に繋がった可能性がある。

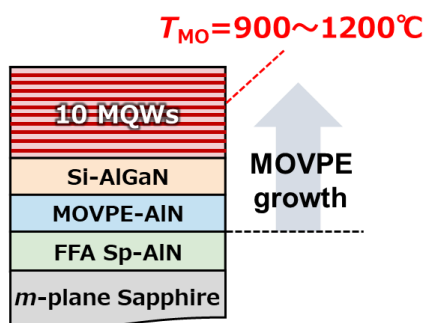


Fig. 1 The schematic image of AlGa_N-MQWs structure fabricated on (11 $\bar{2}$ 2) FFA Sp-AlN.

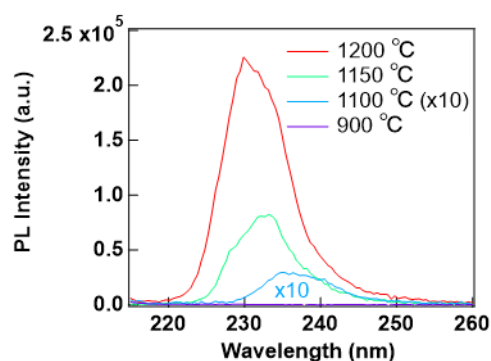


Fig. 2 PL spectra of (11 $\bar{2}$ 2) AlGa_N-MQWs fabricated at T_{Mo} during the growth of MQW ranging from 900 °C to 1200 °C.

[1] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016). [2] K. Uesugi *et al.*, JSAP Fall Meeting, 20p-B201-10 (2022).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 (25K01680)、JST-SICORP (JPMJSC22C1)、NEDO 「官民による若手研究者発掘支援事業」 (21502153-0)、NEDO 「先導研究」 の支援により行われた。

スパッタ成長高 Al 組成 Si-doped AlGa_N への *in-situ* オーミック電極の形成

In-situ ohmic contacts on Si-doped AlGa_N with high Al content via pulsed sputtering

東京大学生産技術研究所 °内藤 愛子, 上野 耕平, 藤岡 洋

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, °Aiko Naito, Kohei Ueno, Hiroshi Fujioka

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

【背景】高 Al 組成 n 型 AlGa_N は、パワーデバイスや深紫外発光素子への応用が期待される一方、伝導帯端位置が高く、接触金属との間に大きなポテンシャル障壁が生じやすい。一般にオーミック接触の形成には Ti や V を用いた多層電極の高温アニール処理が必要であるが、電極金属の拡散やクラスター形成などの構造不均一化などの課題がある。^[1, 2] これまでの研究で我々のグループではパルススパッタ堆積(PSD)法を用いて高濃度縮退 n 型 AlGa_N 成長を実現し、その電気特性を評価してきた。^[3] 本研究では、高濃度縮退 n 型 AlGa_N のスパッタ成長後に、大気曝露せず同スパッタ装置内で Ti 電極を形成する *in-situ* プロセスを試みたところ、良好なオーミック特性が得られたため、その詳細について報告する。

【実験方法】パルススパッタ堆積装置を用いて、AlN(0001)/sapphire テンプレート基板上に成長温度 600~700°C 程度で Si 添加 Al_{0.6}Ga_{0.4}N 薄膜 ($[n] = 4.6 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) を 270 nm 成長した。室温まで冷却後、同スパッタ装置内 Ar 雰囲気下で Ti を 15 nm 程度堆積させ、*in-situ* で Ti/Al_{0.6}Ga_{0.4}N 界面を形成した。参照用として大気暴露後、EB 蒸着を用いて *ex-situ* で Ti/Al_{0.6}Ga_{0.4}N 界面を形成した試料も用意した。いずれの試料もアニール処理は行わずに TLM 測定を実施した。

【結果と考察】図 1 には *in-situ* および *ex-situ* で形成した Ti/Al_{0.6}Ga_{0.4}N 試料の I-V 測定の結果を示す。*ex-situ* 試料では、I-V カーブは非線形な立ち上がりが見測された。これは高 Al 組成 AlGa_N に対してノンアロイオーミック形成が困難であるという他グループの報告と一致している。一方、*in-situ* 試料では、0 V 近傍から I-V curve は線形に立ち上がり、抵抗値も大幅に改善していることが分かる。図 2 に示す TLM プロットから *in-situ* 試料の固有接触抵抗は $\rho_c = 3.7 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm}^2$ と求められた。これは高 Al 組成 AlGa_N に対してノンアロイオーミックとして極めて低い値である。以上の結果から、*in-situ* オーミック電極形成技術は高 Al 組成 n 型 AlGa_N に対するオーミック特性の改善に極めて有望であることがわかる。

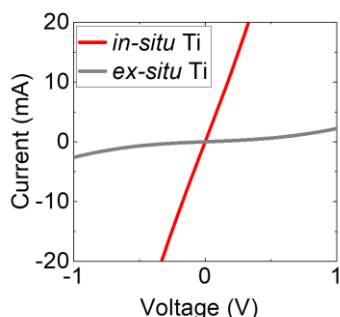


Fig.1 I-V curve of Si-doped AlGa_N (Gap spacing = 4.9 μm).

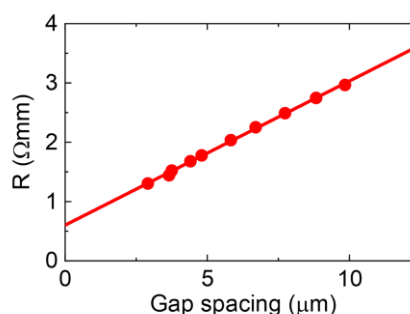


Fig.2 TLM plots of Si-doped AlGa_N with *in-situ* Ti electrode.

【参考文献】[1] H. Cao, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **125**, 081602 (2024). [2] S. M. Jung, *et al.*, Semicond. Sci. Technol. **30** 075012, (2015). [3] Y. Nishikawa *et al.*, Appl. Phys. Lett. **122**, 232102 (2023).

【謝辞】本研究の一部は JST ALCA-Next JPMJAN23E3、科研費 (JP24H00310)、科研費 (JP23K26557)、JST 次世代研究者挑戦的研究プログラム JPMJSP2108 等の助成を受けて行われたものである。

超高耐圧 AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN マルチチャネルトランジスタの作製

Fabrication of AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN multi-channel transistor with ultra-high breakdown voltage

東京大学生産技術研究所 °小坂鷹生, 上野耕平, 藤岡洋

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo

°Takao Kozaka, Kohei Ueno, Hiroshi Fujioka

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

【背景】 Al-rich AlGa_xN は極めて大きな絶縁破壊電界を示し、AlN とのヘテロ界面において良質な電子伝導層の 2 次元電子ガス (2DEG) を形成できることから、次世代パワーデバイスの半導体材料として期待されている[1]。しかし、Al-rich AlGa_xN は Al 組成が大きくなるほど電子親和力が小さくなり、電極からの電子注入が困難になることから、チャネル層の Al 組成が 90% の HEMT については良好なオーミック特性を実証した報告例がない。本研究では、パルススパッタ堆積 (PSD) 法による 600°C の低温結晶成長を用いて、高電子密度の Si ドープ n 型 Al_{0.9}Ga_{0.1}N 電極結晶を結晶成長することで、超高耐圧の AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN マルチチャネルトランジスタにおいても良好なオーミック特性を実現したので報告する。

【実験方法】 Fig. 1(a) に作製したマルチチャネルトランジスタの模式図を示す。Fig. 1(b) に示すように、AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN マルチチャネル構造は、PSD 法を用いて Al 極性の AlN 単結晶および AlN/Sapphire テンプレート上にアンドロップでコヒーレントに結晶成長させた。また、Si ドープの n 型 Al_{0.9}Ga_{0.1}N 電極結晶は、PSD 法を用いて SiO₂ マスクにより部分選択的に結晶成長させ、その後、Al 組成を 90% から 0% まで線形傾斜した n 型 Al_xGa_{1-x}N 層を連続的に結晶成長させた。この時のグロスレートは全 Al 組成に渡って 400 nm/h で固定した。

【結果と考察】 Fig. 1(c) に示す n 型 AlGa_xN の室温ホール効果測定の結果から、Al 組成 50% から 90% において電子密度が $1 \times 10^{20}/\text{cm}^3$ を超えていることが分かる。このような高電子密度の n⁺⁺Al_{0.9}Ga_{0.1}N 電極結晶に対して、膜厚 40 nm の組成傾斜 [x: 0.9→0] n⁺⁺Al_xGa_{1-x}N を金属電極とのコンタクト層として再成長させることで、Fig. 1(d) に示すように、Al 組成が 90% のチャネル層に対して良好なオーミックコンタクトが形成され、接触抵抗は 1.3 Ωmm の非常に小さな値を示した。このような良好なオーミック特性を示す AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN HEMT の破壊電圧を測定したところ、Fig. 1(e) に示すようにゲートドレイン間距離が 3.1 μm の時に 2150 V の値を示し、破壊電界は 7.1 MV/cm となった。また、0.6 μm の時に最大で 9.1 MV/cm の破壊電界を示した。以上より、PSD 法による低温結晶成長を用いることで、Al 組成 90% の AlGa_xN に対しても高電子密度の Si ドープ n 型 AlGa_xN 電極結晶を作製することが可能となり、良好なオーミック特性を持つ超高耐圧 AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN HEMT が実現可能となることがわかる。

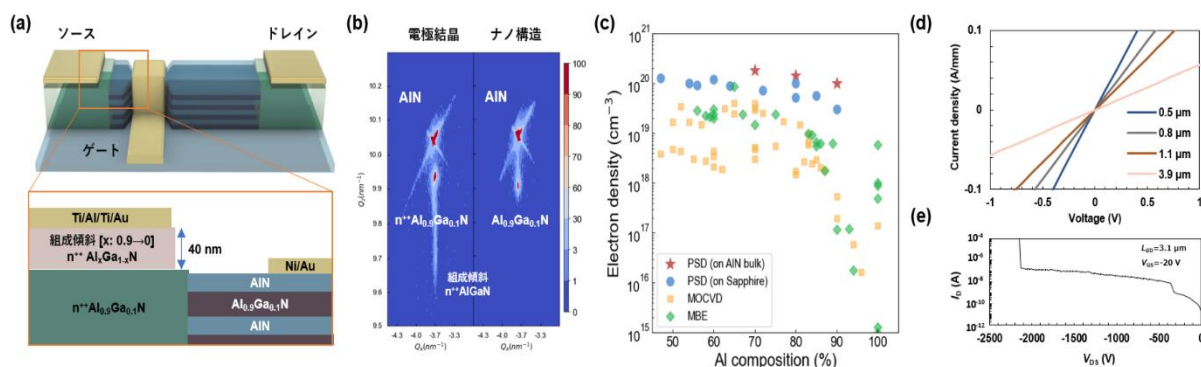


Fig. 1 (a) 3D schematic and cross-sectional schematic of AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N multi-channel transistor with n⁺⁺Al_{0.9}Ga_{0.1}N contact. (b) The reciprocal space mapping near 1015 diffractions of n⁺⁺Al_xGa_{1-x}N electrode crystal and AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN structure. (c) Electron density of Si-doped Al_xGa_{1-x}N on AlN bulk and on Sapphire by room temperature Hall-effect measurement. (d) Two terminal *I*-*V* characteristics using TLM patterns of the AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN structure on AlN bulk with n⁺⁺Al_{0.9}Ga_{0.1}N contact. (e) Breakdown characteristics of AlN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN HEMT on bulk AlN with a gate to drain spacing of 3.1 μm at V_{GS} = -20 V.

【参考文献】 [1] A. G. Baca *et al.*, J. Vac. Sci. Technol. A **38**, 020803 (2020).

【謝辞】 本研究は JST ALCA-Next JPMJAN23E3、科研費(JP24H00310, JP23K26557)等の助成を受けて行われたものである。

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

[8a-N301-1~11] 15.4 III-V-group nitride crystals

[8a-N301-1]

AlN molar fraction dependence of hole concentration in polarization-doped AlGa_N without Mg doping

○Teppei Takehisa¹, Hibiki Muto¹, Sena Miura¹, Marina Fujita¹, Kenta Takase¹, Hisanori Ishiguro¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹, Yoshiki Saito², Koji Okuno² (1.Meijo Univ., 2.TOYODA GOSEI)

[8a-N301-2]

ITO film thickness dependence of highly reflective ITO/Al electrodes for deep ultraviolet LED

○Kenta Takase¹, Naoki Hamashima¹, Ryuunosuke Oka¹, Sena Miura¹, Teppei Takehisa¹, Hibiki Muto¹, Marina Fujita¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹, Hisanori Ishiguro¹, Yoshiki Saito², Koji Okuno² (1.Meijjo Univ., 2.TOYODA GOSEI)

[8a-N301-3]

Study on Graded AlGa_N Layer in AlGa_N-based Far-UVC LEDs

○Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Shuhei Ichikawa^{4,5}, Kazunobu Kojima⁴, Masahiko Tsuchiya⁶, Hideto Miyake^{1,2} (1.Grad. Sch. of Eng., Mie Univ., 2.IC-SDF, Mie Univ., 3.ORIP, Mie Univ., 4.Grad. Sch. of Eng., Osaka Univ., 5.UHVEM, Osaka Univ., 6.Stanley Electric Co.)

[8a-N301-4]

No presentation

[8a-N301-5]

Countermeasures for the degradation of 275-nm-band AlGa_N LEDs

○Shigefusa Chichibu¹, Kohei Shima¹, Koji Okuno², Masaki Oya², Atsushi Miyazaki², Shin-ya Boyama², Yoshiki Saito², Yoshio Honda³, Hiroshi Amano³, Hisanori Ishiguro⁴, Tetsuya Takeuchi⁴ (1.Tohoku Univ., 2.Toyoda Gosei, 3.Nagoya Univ., 4.Meijo Univ.)

[8a-N301-6]

Low-Temperature Annealing and Interface Reaction Analysis for Ohmic Contacts in AlGa_N UV-B LDs

○(M1)Ryota Watanabe¹, Takumu Saito¹, Shundai Maruyama¹, Rintaro Miyake¹, Shogo Karino¹, Yusuke Sasaki¹, Naoki Kitta¹, Seiya Kato¹, Yuma Miyamoto¹, Sion Kamiya¹, Sho Iwayama¹, Yasuo Koide¹, Hideto Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.Mie Univ.)

[8a-N301-7]

AlGa_N UV-B refractive index waveguide laser diodes: dependence of Optical characteristics and etching effects

○(M2)Rintaro Miyake¹, Takumu Saito¹, Shundai Maruyama¹, Shogo Karino¹, Yusuke Sasaki¹, Shion Kamiya¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Naoki Kitta¹, Seiya Kato¹, Syo Iwayama¹, Motoaki Iwaya¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Hideto Miyake² (1.Meijo Univ., 2.Mie Univ.)

[8a-N301-8]

Improvement of optical gain by low-temperature growth in AlGaIn-based UV-B

○(M2)Shundai Maruyama¹, Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹, Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Shion Kamiya¹, Sho Iwayama¹, Hideto Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ, 2.Mie Univ)

[8a-N301-9]

Impact of Growth Temperature on PL FWHM in AlGaIn Layers of LD-Designed Samples

○(M2)Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹, Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Shion Kamiya¹, Sho Iwayama¹, Hideto Miyake², Yoshihiro Kangawa³, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.Mie Univ., 3.Kyushu Univ.)

[8a-N301-10]

Demonstration of high carrier injection efficiency (>50%) AlGaIn-based UV-B laser diodes

○(M2)Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹, Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Shion Kamiya¹, Sho Iwayama¹, Hideto Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.Mie Univ.)

[8a-N301-11]

Reliability Evaluation in AlGaIn-based UV-B Laser Diodes

○(M1)Shion Kamiya¹, Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹, Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Sho Iwayama¹, Hideto Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.Mie Univ.)

Mg 添加しない分極ドープ AlGa_{1-x}N 正孔濃度の AlN モル分率依存性

AlN molar fraction dependence of hole concentration in polarization-doped AlGa_{1-x}N without Mg doping

名城大・理工¹, 豊田合成株式会社², ○竹久哲平¹, 武藤響己¹, 三浦聖央¹, 藤田麻里奈¹,
高瀬健太¹, 石黒永孝¹, 竹内哲也¹, 上山智¹, 岩谷素顕¹, 齋藤義樹², 奥野浩司²

Fac. Sci & Tec, Meijo Univ.¹, TOYODA GOSEI Co., Ltd.²,

○T. Takehisa¹, H. Muto¹, S. Miura¹, M. Fujita¹, K. Takase¹, H. Ishiguro¹,

T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Iwaya¹, Y. Saito², K. Okuno²

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

深紫外LEDやレーザーダイオードでは、分極ドーピングによる組成傾斜AlGa_{1-x}N層が用いられている。しかし、この分極ドープAlGa_{1-x}N層の正孔濃度の報告例は多くなく、AlN上でMg添加しない高AlNモル分率分極ドープAlGa_{1-x}N層でp型を示した報告例はほとんどない。我々のグループでは、Mg添加をしない上記分極ドープ層のp型化を初めて報告したが、電荷中性条件に基づく理論値と同等の正孔濃度は得られなかった[1]。今回、我々はAlN上にMg添加をしない様々なAlNモル分率差の分極ドープAlGa_{1-x}N層上に格子緩和のないAlGa_{1-x}Nコンタクト層を有する構造でホール測定用試料を作製し、その正孔濃度を実測した。

AlN上に、AlNモル分率差0.4(1→0.6)、0.6(1→0.4)、0.8(1→0.2)の組成傾斜を有する50 nmのMg添加をしない分極ドープAlGa_{1-x}N層、約15 nmの高濃度Mg添加AlGa_{1-x}Nコンタクト層(AlNモル分率は組成傾斜層の終端組成と一致)を積層した試料をMOVPE法により作製した。測定時のコンタクト層での並列伝導防止のため、電極直下以外の部分のコンタクト層を除去し、Ni/Au電極を形成した(Fig. 1)。Fig. 2に、室温でのホール測定による比抵抗・正孔濃度のAlNモル分率差依存性、移動度の平均AlNモル分率依存性を示す。異なるAlNモル分率差においてp型伝導が確認され、比抵抗は約2 Ω・cm、正孔濃度は理論値と良い一致を示した。移動度をフィッティング[2]をすると、合金散乱ポテンシャルは0.8 eVと見積もられた。Ga_{1-x}N/AlNヘテロ界面の価電子帯バンドオフセットは0.7~0.85 eVと報告されており[3]、近い値であった。

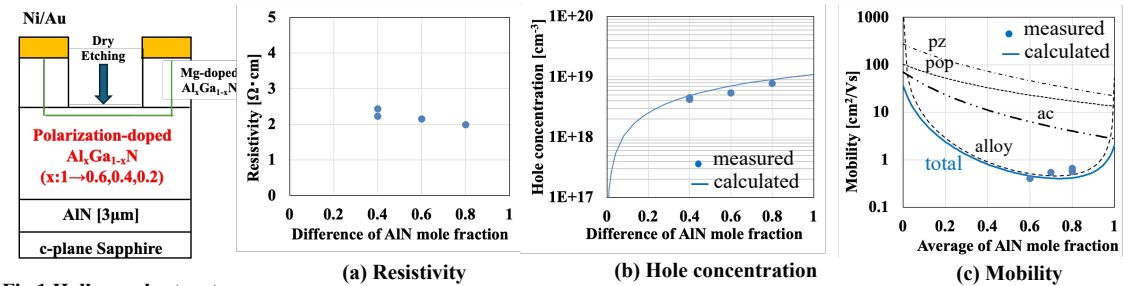


Fig.1 Hall sample structure

Fig.2 Dependence of AlN mole fraction difference and average

【謝辞】 本研究の一部は、環境省「革新的な省CO₂型環境衛生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。

【参考文献】 [1] 竹久哲平 他、第85回応用物理学会秋季学術講演会 20p-C42-3 (2024). [2] T. Kumabe et al., Appl. Phys. Lett. 122, 252107 (2023). [3] I. Vurgaftman et al., J. Appl. Phys. 89, 5815 (2001).

深紫外 LED に向けた高反射 ITO/Al 電極の ITO 膜厚依存性

ITO film thickness dependence of highly reflective ITO/Al electrodes for deep ultraviolet LED

高瀬 健太¹, 浜島 直紀¹, 岡 龍乃介¹, 三浦 聖央¹, 竹久 哲平¹, 武藤 響己¹
 藤田 麻里奈¹, 竹内 哲也¹, 上山 智¹, 岩谷 素顕¹, 石黒 永考¹, 斎藤 義樹², 奥野 浩司²
 1.名城大・理工, 2.豊田合成株式会社

K. Takase¹, N. Hamashima¹, R. Oka¹, S. Miura¹, T. Takehisa¹, H. Muto¹

M. Fujita¹, T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Iwaya¹, H. Ishiguro¹, Y. Saito², K. Okuno²

1. Fac.Sci&Tec, Meijo Univ., 2. TOYODA GOSEI Co.,Ltd

E-mail: 253428019@ccmailg.meijo-u.ac.jp

深紫外 LED の電力変換効率は 10 %程度である [1]。電力変換効率改善には、光取り出し効率の改善が必要であり、p 電極の反射率を高める構造が求められる。当研究室では反射率 30 %(@ $\lambda=270\text{ nm}$)の Ni/Au 電極を用いた場合、電力変換効率が 2.6 %程度である為、ITO/Al 電極を用いた高反射電極の研究を行っている[2]。ITO/Al 電極では ITO 膜厚の薄膜化による光出力増加と電圧上昇のトレードオフの関係が課題であり、最適な I TO 膜厚に関する検討はほとんど行われていない。そこで、本研究では ITO/Al 電極での高効率化を目的とし、ITO 膜厚の異なる LED デバイスを作製し、反射率測定、I-V-L 測定を行い、比較した。

Fig. 1 に、(a)LED 構造、(b)反射率測定用サンプル構造を示す。LED 構造では p-Al_{0.35}Ga_{0.65}N コンタクト層上に、ITO 層と、150 nm Al 層を蒸着した。ITO 膜厚はそれぞれ 1,3,5,7,10 nm と変化させたサンプルを作製した。Fig. 2 に各膜厚における LED の光出力(@40 mA)と反射率を示す。反射率は ITO の薄膜化により単調に増加した。しかし、光出力は、ITO 層の薄膜化によって反射率が増加しているにも関わらず、ITO 膜厚 5 nm 以下では低下傾向を示した。一方、駆動電圧は ITO 膜厚の薄膜化に伴い単調に増加していた。現状、この光出力低下の原因は不明である。Fig. 3 に、電流値 40 mA 時の電力変換効率を示す。ITO 膜厚 5 nm で最大値を確認した。この ITO 膜厚 5 nm の LED は 4 mA 時に電力変換効率 4.7 %を示し、これは、従来の Ni/Au の場合と比較すると約 1.8 倍の増加を示していた。

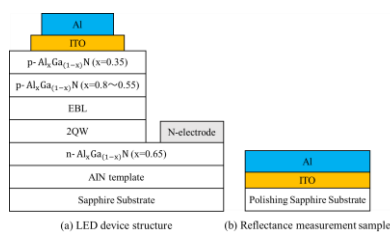


Fig.1 Sample structure

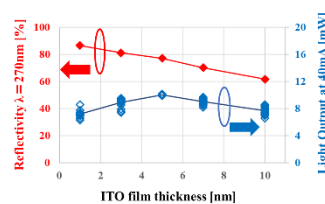


Fig.2 L&R for ITO film thickness

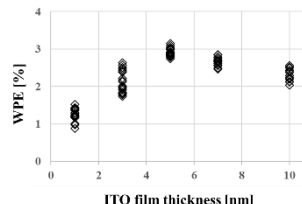


Fig.3 WPE of each ITO film thickness

【参考文献】 [1] J. Wang, et al., Adv. Electron. Mater. 2025, 11, 2300840 (1 of 26) [2] Youn Joon Sung et al 2021

Jpn. J. Appl. Phys. 60 112002

【謝辞】本研究の一部は環境省「革新的な省CO₂型環境衛生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。

AlGa_N 系 far-UVC LED における組成傾斜層の検討

Study on Graded AlGa_N Layer in AlGa_N-based Far-UVC LEDs

三重大・院工¹, 半デセンタ―², 研基機構³, 阪大・院工⁴, 電顕セ⁵, スタンレー電気⁶

○赤池 良太^{1,2}, 安永 弘樹^{2,3}, 中村 孝夫^{1,2}, 市川 修平^{4,5}, 小島 一信⁴, 土谷 正彦⁶, 三宅 秀人^{1,2}

Mie Univ.^{1,2,3}, Osaka Univ.^{4,5}, Stanley Electric Co.⁶

○R. Akaike^{1,2}, H. Yasunaga^{2,3}, T. Nakamura^{1,2}, S. Ichikawa^{4,5}, K. Kojima⁴, M. Tsuchiya⁶, H. Miyake^{1,2}

E-mail: akaike@elec.mie-u.ac.jp

波長 230 nm 以下の far-UVC 光は細菌・ウィルスの不活性化が可能である一方で人体に無害である。一方、AlGa_N 系 far-UVC LED の効率は長波長の LED と比べて低く、外部量子効率(EQE)の要素の 1 つである電流注入効率(CIE)の悪化が原因の 1 つだと考えられている。我々は、従来使用されてきた MQW 構造(Fig. 1 (a))ではなく、厚い単層 AlGa_N 発光層 (>数 10 nm) を有するダブルヘテロ (DH)構造(Fig. 1 (b))を活性層として使用することで、CIE の向上に取り組んできた[1]。一方、p 型クラッド層に組成傾斜 AlGa_N 層を用いることで AlGa_N 系 UV レーザダイオードが実現されている[2]。我々は、far-UVC LED でも p 型クラッド層に組成傾斜層を用いてきたが、CIE と寿命特性のさらなる向上を目的に、p 型クラッド層の幅や Mg ドーピング等の検討を行ったので報告する。

LED 構造は、c 面サファイア基板上に膜厚 600 nm の AlN を RF スパッタ法により堆積させて高温アニールを施すことによって AlN テンプレート(FFA Sp-AlN[3])を作製し、続いて有機金属気相成長法により、AlN、n 型 Al_{0.88}Ga_{0.12}N、単層 Al_{0.85}Ga_{0.15}N 発光層(~100 nm)、AlN-EBL、組成傾斜層、p 型 GaN を成長させた。発光波長は 225 nm である。組成傾斜層の狙い Al 組成は 0.98→0.53 である。組成傾斜層の [Mg]濃度および厚さは Cp₂Mg 流量および成長時間を調節することで変化させた。

Fig. 2 に LED の EQE を示す。[Mg]を $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ から 0 に減少させることで、EQE が向上し、265 nm 帯の LED と同傾向である。Mg を添加すると、ドナー性の補償欠陥の形成により CIE が低下したと考えられる。一方、膜厚を 22 nm から 12 nm に減少させると、EQE が低下した。これについては、265 nm 帯の LED と逆傾向である。Far-UVC LED では、EBL の最適膜厚が大きくなる一方で、組成傾斜層の膜厚が薄いと実効的な EBL 膜厚が小さくなり、CIE が低下したと考えられる。

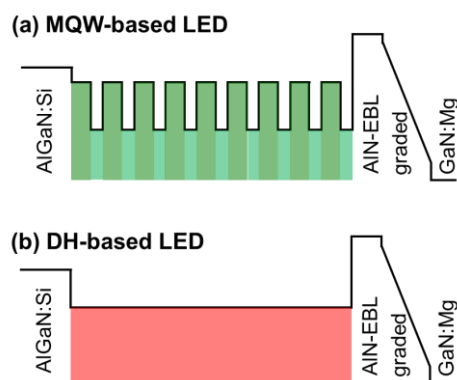


Fig. 1 Schematic images of (a) MQW-based and (b) DH-based far-UVC LEDs.

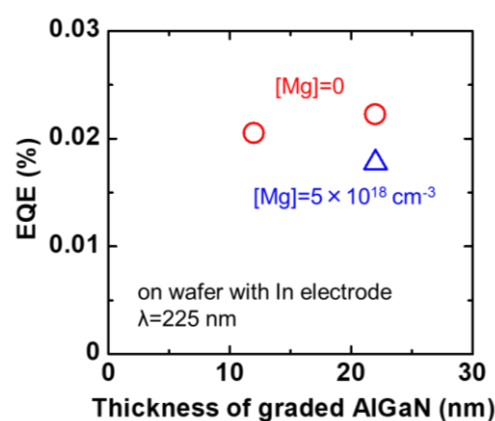


Fig. 2 Graded AlGa_N thickness dependence on EQE of far-UVC LEDs emitting at 225 nm.

[1] K. Uesugi *et al.*, Appl. Phys. Express **17**, 042008 (2024). [2] Z. Zhang *et al.*, Appl. Phys. Express **12**, 124003 (2019).

[3] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 (25K01680)、JST-SICORP (JPMJSC22C1)、NEDO「官民による若手研究者発掘支援事業」(21502153-0)、NEDO「先導研究」の支援により行われた。

275 nm 帯 AlGaIn 量子井戸 LED の劣化対策

Countermeasures for the degradation of 275-nm-band AlGaIn LEDs

東北大多元研¹, 豊田合成², 名大 IMaSS³, 名城大理工⁴

○秩父重英¹, 嶋紘平¹, 奥野浩司², 大矢昌輝², 宮崎敦嗣², 坊山晋也², 齋藤義樹²,

本田善央³, 天野浩³, 石黒永孝⁴, 竹内哲也⁴

Tohoku Univ.¹, Toyoda Gosei Co. Ltd.², Nagoya Univ.³, Meijo Univ.⁴

○S. F. Chichibu¹, K. Shima¹, K. Okuno², M. Oya², A. Miyazaki², S. Boyama², Y. Saito²,

Y. Honda³, H. Amano³, H. Ishiguro⁴, T. Takeuchi⁴

○E-mail: chichibulab@yahoo.co.jp

【はじめに】Fig.1(a)に一般的な構造図を示す AlGaIn 量子井戸(QW)深紫外(DUV) LED は低環境負荷・省エネルギー小型固体光源として医療、水・空気の浄化（殺菌・ウイルス不活化）、高度情報通信、励起光源等への応用が進められており、高出力・高信頼性 260-280 nm 帯 LED の実現は急務である。しかしながら同図(b)のⅠに示すように、UVA や可視 LED では観られない初期劣化と称される 100 時間以内に光出力が低下する現象[1-5]により高出力と長寿命の両立は困難であった。

我々は 275 nm 帯 LED の初期及び中長期劣化前後で各種評価を行い[4,6]、p-AlGaIn 層に存在する非輻射再結合中心である空孔クラスタ(III 族空孔と複数の N 空孔)を不活性化していた H が素子駆動時に離脱し H⁺として n-AlGaIn 層へ電界ドリフトし電流注入効率(CIE)が低下するモデル[4]を提案した。更に、Fig.1(b)のⅡに示す中長期劣化も H⁺ドリフトの空間的な不均一性を起源とする CIE の漸減による劣化であることを報告した[6]。本報告では、当該モデルに従って対策を施した 275 nm 帯 AlGaIn QW LED の評価結果について議論する。

【実験結果と考察】Fig.1(a)の p-AlGaIn 層  に対し劣化対策を行ったサファイア基板上的 LED [5]に対し高電流密度条件でエージング試験および井戸層選択励起時間分解フォトルミネッセンス測定を行った。本対策により 100 時間での初期劣化量は半分以下となり予測寿命は 3 万時間を超えた。また数千時間エージング後も室温発光寿命に変化は無かった。従って内部量子効率に変化せず CIE の低下が初期及び中長期劣化の主原因であると考えられる。p-AlGaIn 層の空孔クラスタ濃度を低減して p 層での再結合を抑制し CIE の低下を防ぐことが肝要である[4-6]と考えられる。

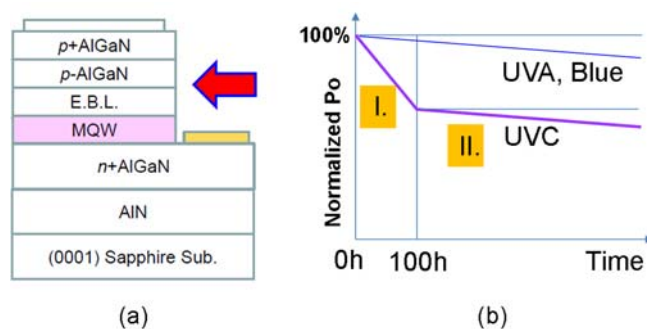


Fig.1 Schematic representations of (a) a layer structure and (b) degradation modes of representative 275-nm-band LEDs [5].

【謝辞】本研究は環境省「革新的な省 CO₂ 型環境衛生技術等の実用化加速のための実証事業」及び文科省クロスオーバーアライアンスの援助を受けた。

【文献】[1]Piva, Meneghini 他 Photon. Res. **8**, 1786 (2020). [2]Ruschel, Kneissl 他 APL **117**, 241104 (2020). [3]Glaab, Kneissl 他 JAP **131**, 014501 (2022). [4]秩父他 APL **122**, 201105 (2023). [5]齋藤他 ICNS14 OD13-1 (2023). [6]本田他 SPIE PW 13366-47 (2025).

AlGa_N 系 UV-B LD における V 系 n 型電極の低温アニールプロセスと界面反応の解析Low-Temperature Annealing and Interface Reaction Analysis for Ohmic Contacts in AlGa_N UV-B LDs○(M1) 渡辺峻太¹, 齋藤巧夢¹, 丸山峻大¹, 三宅倫太郎¹, 狩野祥吾¹, 佐々木祐輔¹,橘田直樹¹, 加藤晴也¹, 宮本侑菜¹, 神谷始音¹, 岩山章¹,小出康夫¹, 三宅秀人², 竹内哲也¹, 上山智¹, 岩谷素顕¹, ¹名城大・理工, ²三重大・院・工○(M1) R. Watanabe¹, T. Saito¹, S. Maruyama¹, R. Miyake¹, S. Karino¹, Y. Sasaki¹,N. Kitta¹, S. Kato¹, Y. Miyamoto¹, S. Kamiya¹, S. Iwayama¹,Y. Koide¹, H. Miyake², T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Iwaya¹, Meijo Univ¹, Mie Univ²

E-mail:253428045@ccmailg.meijo-u.ac.jp

本研究グループでは、AlGa_N 系 UV-B レーザーダイオード (LD) の高性能化に向けた研究を進めている。その一環として、MOVPE による結晶成長温度を 800°C まで低温化することで、急峻なヘテロ接合の形成とそれに伴うキャリア注入効率の向上を確認した。一方、AlGa_N 系材料では n 型電極のオーミック接触形成において、通常は 800~900°C 程度の比較的高温でのアニール処理が必要とされている。前回の報告では、700°C の低温でも長時間のアニールによってオーミック接触の形成が可能であることを示した。

本報告では、n 型電極に対する低温アニール条件の最適化に向けた検討結果について述べる。検討では、Cl₂-ICP エッチング法により n 型 AlGa_N 層までエッチングしたウェハー上に、V/Al/Ti/Au (x/80/40/100 nm) の電極構造を持つ TLM パターンを形成し、V 膜厚を変化させた試料に対し、700°C でのアニール処理を行った。Fig. 1 に試料構造を示す。

V 膜厚 20 nm を基準 (ref) として、各試料の I-V 特性およびオーミック性が確認された場合にはコンタクト抵抗を算出した。Fig. 2 に、700°C でアニール時間を変化させた TLM 試料のコンタクト抵抗の時間依存性を示す。V 膜厚 20 nm、700°C・20 分アニール時において最小値 $8 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}^2$ のコンタクト抵抗が得られ、V 膜厚が薄いほど短時間でのアニールによりオーミック性が得られる傾向が確認された。一方、V を除いた試料ではオーミック性は得られたものの、高抵抗となる傾向を示した。また、V 膜厚が 40 nm の場合、いずれのアニール時間においてもショットキー特性を示した。これらの結果から、V 膜厚の違いにより、界面反応に伴う金属間化合物生成が AlGa_N とのコンタクト特性に影響を与えていることが示唆された。さらに、V を用いない構成では Al が AlGa_N 界面全体に広がり、コンタクト抵抗が悪化する可能性が示された。以上より、V 膜厚によりアニール時の界面反応生成物に変化し、それがコンタクト抵抗の差異を生むと考えられる。当日は、SEM および EDX による表面形状と電極構成元素の分析、さらに XRD による反応生成物の同定結果をもとに、本研究の詳細について議論する。

謝辞:本研究の一部は科研費・基盤 A(No. 22H00304), NEDO 先導研究の援助により実施した。

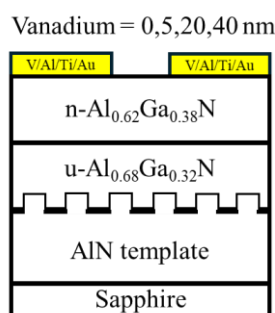


Fig.1 Sample structure

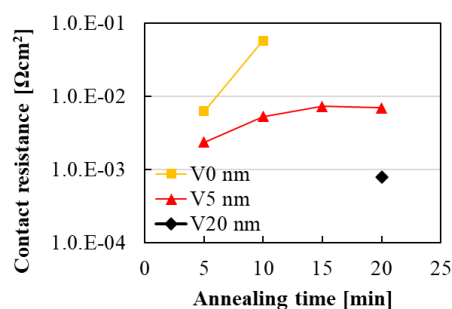


Fig.2 Annealing time dependence of contact resistance

AlGa_N 系 UV-B 屈折率導波型半導体レーザーの光学特性の依存性とエッチング影響

AlGa_N UV-B refractive index waveguide laser diodes: dependence of Optical characteristics and etching effects

[○](M2)三宅倫太郎¹, 齋藤巧夢¹, 丸山峻大¹, 狩野祥吾¹, 佐々木祐輔¹, 神谷始音¹, 渡辺峻太¹,
宮本侑菜¹, 橋田直樹¹, 加藤晴也¹, 岩山章¹, 岩谷素顕¹, 竹内哲也¹, 上山智¹, 三宅秀人²

¹名城大・理工,²三重大・院・工

[○]R. Miyake¹, T. Saito¹, S. Maruyama¹, S. Karino¹, Y. Sasaki¹, S. Kamiya¹, R. Watanabe¹,
Y. Miyamoto¹, N. Kitta¹, S. Kato¹, S. Iwayama¹, M. Iwaya¹, T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, H. Miyake²
Meijo Univ¹, Mie Univ²

E-mail: 243428044@ccalumni.meijo-u.ac.jp

本研究では、格子緩和された高品質 AlGa_N テンプレート上に UV-B 半導体レーザー (LD) を作製し、室温でのパルス発振を実現した。さらに、UV-B LD の高性能化に向けて、キャリア注入効率 (η_i) の向上、光閉じ込め係数の増加、内部損失 (α_i) の低減による閾値電流の低減およびスロープ効率の改善に取り組んできた。特に、リッジ導波路などの屈折率導波路構造の導入により特性改善を達成し、第 72 回応用物理学会春季学術講演会では、リッジ深さと α_i の関係について報告した[1]。しかし、 α_i の増加がエッチング量の影響か、Al 組成差の大きいヘテロ界面のエッチングによるものかは未解明であった。本報告では、p 層側のガイド層に従来の 50 nm に加え 120 nm とした試料を用い、屈折率導波型および利得導波型 UV-B LD を作製し、光閉じ込めとエッチングダメージのトレードオフについて検討した結果を示す。

Fig. 1 にデバイス構造を示す。p 層側ガイド層厚が 50 nm のサンプル(a)と 120 nm の(b)を用い、参考文献[1]に基づき、ICP ドライエッチングおよび TMAH 溶液によりエッチング量を制御して LD を作製した。本研究では活性層からの膜厚 X に着目し、その厚さ依存性を評価した。室温パルス駆動下で外部微分量子効率の共振器長依存性を測定し、構造特性を解析した。Fig. 2 に X に対する α_i の関係を示す。 α_i は X の減少とともに低下したが、(a)では 50 nm 以下、(b)では 100 nm 以下で逆に増加した。このことから、Al 組成差の大きいヘテロ界面のエッチングが LD 特性を劣化させる要因であることが示唆され、屈折率導波構造を作製する上での重要な知見を得た。

[1] S. Tanaka *et al*, Appl. Phys. Express **14**, 094009 (2021).

謝辞：本研究の一部は、科研費・基盤 A (22H00304)、NEDO 先導研究の援助によって実施された。

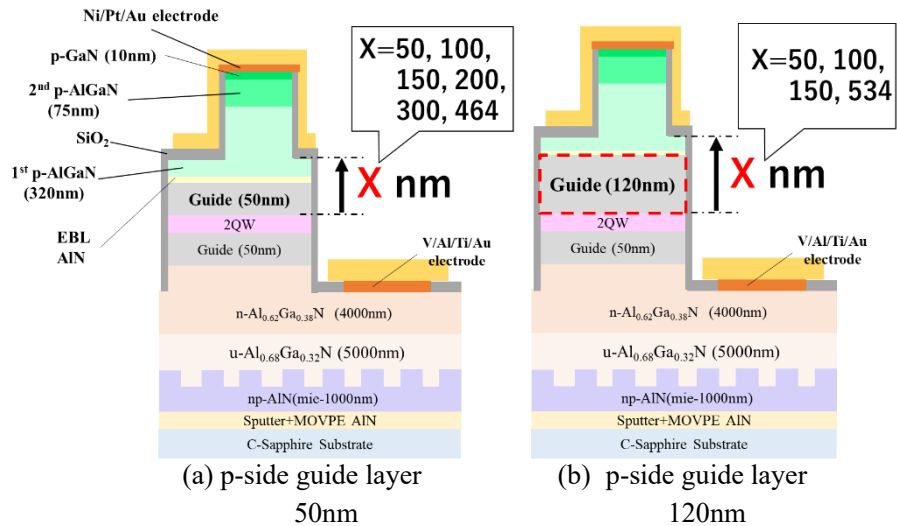


Fig. 1 Schematic sample structure

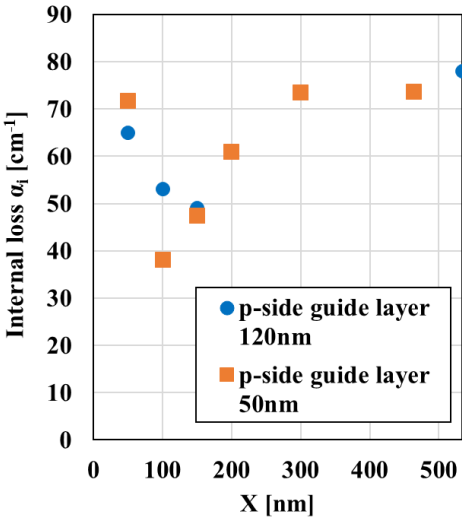


Fig. 2 Relationship between α_i and remaining etching depth

AlGa_N 系 UV-B レーザーにおける低温成長の利得特性改善効果Improvement of optical gain by low-temperature growth in AlGa_N-based UV-B

○丸山峻大¹, 齋藤巧夢¹, 三宅倫太郎¹, 佐々木祐輔¹, 狩野祥吾¹, 加藤晴也¹, 橘田直樹¹,
渡辺峻太¹, 宮本侑菜¹, 神谷始音¹, 岩山章¹, 三宅秀人², 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹

¹名城大・理工, ²三重大・院・工

○S. Maruyama¹, T. Saito¹, R. Miyake¹, Y. Sasaki¹, S. Karino¹, S. Kato¹, N. Kitta¹, R. Watanabe¹,
Y. Miyamoto¹, S. Kamiya¹, Iwayama¹, H. Miyake², S. Kamiyama¹, T. Takeuchi¹, M. Iwaya¹

¹Meijo University, ²Mie University

E-mail: 243428042@ccmailg.meijo-u.ac.jp

本研究グループでは、AlGa_N 系 UV-B レーザーダイオード (LD) の特性向上に向けた検討を進めている。その一環として、MOVPE 成長条件の最適化を行い、特に結晶成長温度を低下させることで、guide 層と EBL (電子ブロッキング層) との界面に急峻なヘテロ接合が形成され、キャリア注入効率の向上に伴うデバイス特性の改善が確認された。一方で、成長温度の低下が活性層の光学特性に及ぼす影響については十分に明らかになっていない。

本報告では、異なる成長温度で作製した AlGa_N 系 UV-B LD の光学特性を詳細に評価した結果を示す。使用した試料は、Fig. 1 に示す UV-B LD 構造[1]において、Guide 層より上部を 750~1000°C の範囲で異なる成長温度で成膜したものである。各試料は、励起長 50~250 μm のストライプ構造として設計し、励起長依存の発光強度を測定した。得られたデータから VSL (Variable Stripe Length) 法により、ネットモード利得 ($\Gamma g - \alpha_i$) および利得スペクトル形状を算出した。

代表的な結果として、成長温度ごとのネットモード利得の励起密度依存性を Fig. 2 に示す。この結果、ネットモード利得が正に転じるために必要な励起パワー密度が成長温度に依存して大きく変化することが明らかとなった。具体的には、1000°C 成長試料では 100 kW/cm²を要したのに対し、750°C で成長した試料では約 1/4 に相当する 25 kW/cm²で同様の転換が得られた。

さらに、得られた利得スペクトルを比較した結果、1000°C 成長試料の半値幅が 160 meV であるのに対し、750°C では 95 meV まで狭窄しており、低温成長により利得スペクトルが急峻化することが確認された。この結果は、成長温度を低下させることが UV-B LD の光学利得特性の改善に寄与することを示唆している。

参考文献: [1] R. Kondo *et al.* Appl. Phys. Lett. **121**, 253501 (2022).

謝辞: 本研究の一部は科研費・基盤 A(22H00304) NEDO 先導研究の援助にて実施された。

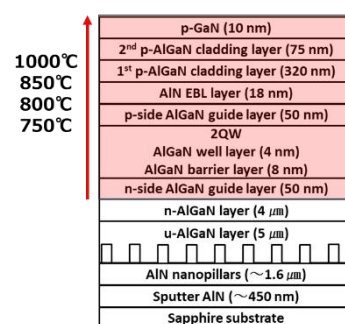


Fig.1 サンプル構造

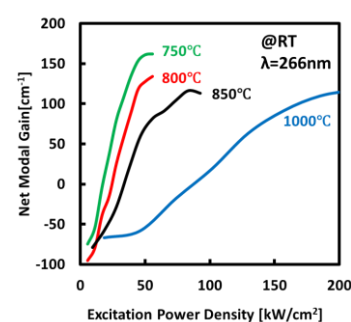


Fig.2 利得特性

AlGaIn 系 UV LD における PL 半値幅に対する成長温度の影響

Impact of Growth Temperature on PL FWHM in AlGaIn Layers of LD-Designed Samples

齋藤巧夢¹, 三宅倫太郎¹, 丸山竣大¹, 佐々木祐輔¹, 狩野祥吾¹, 加藤晴也¹, 橋田直樹¹,
渡辺峻太¹, 宮本侑菜¹, 神谷始音¹, 岩山章¹, 三宅秀人², 寒川義裕³,

上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹

¹名城大・理工, ²三重大・院・工, ³九州大・応力研

Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹,
Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Shion Kamiya¹, Sho Iwayama¹,
Hidetō Miyake², Yoshihiro Kangawa³, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹

¹Meijo University, ²Mie University, ³Kyushu University

E-mail: 243428019@ccalumni.meijo-u.ac.jp

高品質な AlGaIn 結晶を得るには、1000℃以上の高温での MOVPE 成長が有効であることが多く報告されている^[1]。一方、近年注目されている分極ドーピングを用いた紫外 LED や LD では、キャリア注入効率を高めるため、Al 組成差の大きなヘテロ界面を急峻に形成する必要がある。これに対し、ヘテロ界面直後に低温キャップ層を導入する手法や、p 型コンタクト層まで一貫して低温成長を行う手法が提案され、低温成長によりデバイス特性の大幅な向上が報告されている^[2,3]。しかし、AlGaIn 系デバイスにおける活性層の最適成長温度については、詳細な検討が十分に行われていない。そこで本報告では、活性層の成長温度を変化させた試料を比較し、成長温度がデバイス特性に及ぼす影響を議論する。

図 1 に示すように、n ガイド層から p-GaN 層までを 750～1000℃で成長させた 4 試料を作製し、それぞれの PL 発光スペクトルを測定した。図 2 には、1000℃および 750℃で成長させたサンプルの規格化 PL スペクトルを、横軸に光エネルギーをとって示す。半値幅を比較すると、1000℃試料では 169 meV、750℃試料では 103 meV となり、750℃成長により約 40%の狭帯域化が見られた。図 3 には、各成長温度での半値幅と、他材料系も含めた発光波長との関係を示す。これにより、AlGaIn の発光スペクトルは他材料系に比べて広いこと、また活性層の低温成長により半値幅が減少し、他材料系と比べて同等に近い半値幅となることが確認された。この変化は、組成揺らぎや量子井戸の急峻性の変化に起因すると考えられる^[4]。第 1 原理計算により、高温成長では窒素・III 族空孔を起点とする複合欠陥が支配的で、これがゆらぎの主因であることが示された。一方、低温成長では窒素欠陥が主に形成され、複合欠陥の抑制がゆらぎの低減に寄与していると考えられる。

謝辞：本研究の一部は、科研費・基盤 A(22H00304)、NEDO 先導研究の援助によって実施された。

References

[1] H. Amano. Journal of Physics: Conference Series **326**, 012002 (2011).
[2] Z. Zhang *et al.* Appl. Phys. Lett. **124**, 061109 (2024).
[3] T. Saito *et al.* Phys. Status Solidi A **250**100 (2025).
[4] Y. Kangawa *et al.* Cryst. Growth Des. **25**, 740-746 (2025).

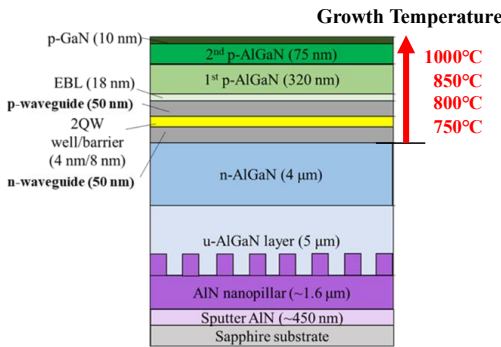


Fig.1 Sample structure diagram

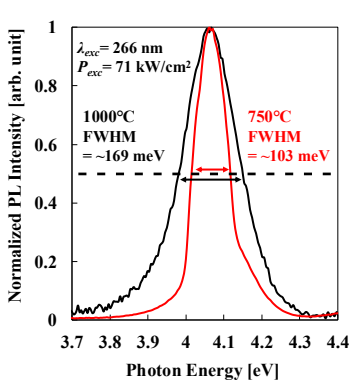


Fig.2 Photoluminescence spectrum

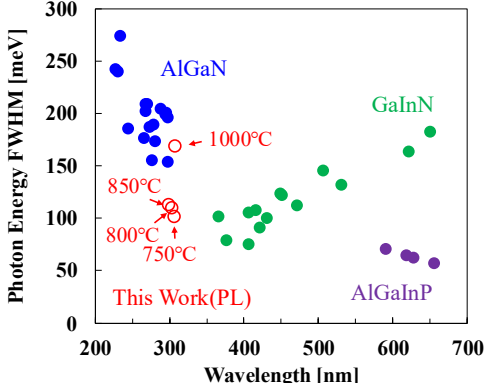


Fig.3 FWHM of Photon Energy vs. Wavelength

AlGaIn 系 UV-B レーザーダイオードにおける高注入効率動作 ($\eta_i>50\%$) の実証

Demonstration of high carrier injection efficiency ($>50\%$) AlGaIn-based UV-B laser diodes

(M2) 齋藤巧夢¹, 三宅倫太郎¹, 丸山竣大¹, 佐々木祐輔¹, 狩野祥吾¹, 加藤晴也¹, 橘田直樹¹, 渡辺 峻太¹, 宮本 侑菜¹, 神谷 始音¹, 岩山章¹, 三宅秀人², 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹

¹名城大・理工, ²三重大・院・工

Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹,
Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Shion Kamiya¹,
Sho Iwayama¹, Hideto Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹

¹Meijo University, ²Mie University,

E-mail: 243428019@c alumni.meijo-u.ac.jp

我々はこれまでに、AlGaIn 系 UV-B レーザーダイオード (LD) の室温パルス発振に成功している。しかし、分極ドーピングを導入した UV LD においては、キャリア注入効率 (η_i) が約 10~15% と低く、高出力化には η_i の向上が不可欠である[1,2]。近年の報告では、電子ブロック層 (EBL) とガイド層の界面に形成される意図しない Al 組成傾斜層が η_i 低下の一因であることが示されている[2,3]。さらに、Al 組成差の大きいヘテロ界面では、点欠陥に起因した原子拡散が生じやすく、それを低温成長により抑制できることが理論・実験の両面から報告されている[4,5]。一方で、UV LD において分極ドーピングを用いながら高い η_i を達成した例はこれまで報告されておらず、その実現が強く求められている。そこで本研究では、MOVPE 法により低温で成長した AlGaIn 系 UV-B LD において、ヘテロ界面における Al 組成傾斜層の抑制効果と η_i の向上について検討した。

図 1 に示す LD 構造を用い、n-guide 層から p-GaN コンタクト層までをそれぞれ 1,000°C および 750°C で成長させた 2 種のサンプルを作製し、利得導波型・両面アンコートの LD デバイスを試作した。共振器長は 100~1000 μm 、p 電極幅は 5~20 μm とした。デバイスプロセス後、断面 STEM 像の Z コントラストにより EBL/p-guide 層界面の Al 組成傾斜層膜厚を評価した。また、パルス幅 50 nsec・デューティ比 0.01% の条件で J-V-L 特性を測定し、外部微分量子効率 (η_d) の逆数の共振器長依存性から、 η_i および内部損失 (α_i) を導出した。

その結果、1,000°C および 750°C 成長サンプルにおいて、それぞれの EBL/p-guide 界面に形成された Al 組成傾斜層の膜厚は 29 nm および 1~2 nm であった。また、図 2,3 に示すようにデバイス特性は大幅に向上し、これまでで最高となる光出力 521 mW を達成した。また、 η_i は 18% から 50% へと約 2.8 倍向上した。これは、分極ドーピングを導入した UV LD においても 50% 以上の高い η_i を実現可能であることを初めて実証した成果であり、高効率 UV LD の実現に向けた重要な知見である。当日は、デバイス構造、成長条件、評価結果の詳細について報告する。

謝辞：本研究の一部は、科研費・基盤 A (22H00304), NEDO 先導研究の援助によって実施された。

References

- [1] R. Kondo *et al.* Appl. Phys. Lett. **121**, 253501 (2022).
- [2] Z. Zhang *et al.* Appl. Phys. Lett. **124**, 061109 (2024).
- [3] T. Saito *et al.* Phys. Status Solidi A **250**, 2500100 (2025).
- [4] Y. Kangawa *et al.* Cryst. Growth Des. **25**, 740-746 (2025).
- [5] T. Saito *et al.* Appl. Phys. Lett. **126**, 082102 (2025).

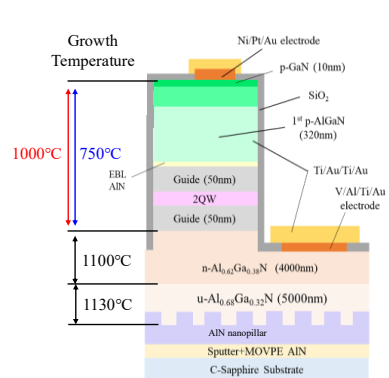


Fig.1 Device structure diagram

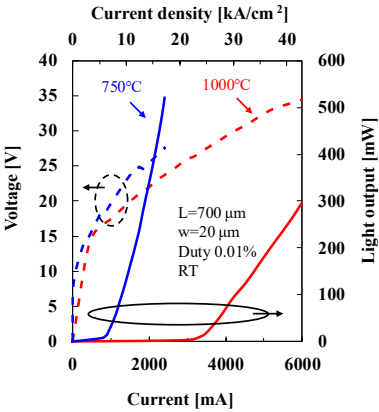


Fig.2 J-V-L Curve
15-037

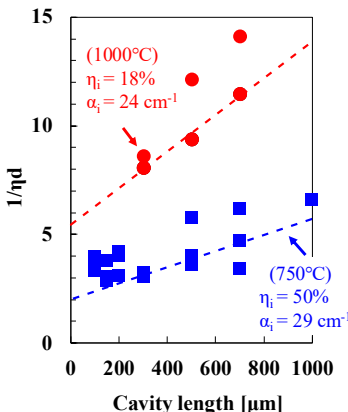


Fig.3 $1/\eta_d$ vs Cavity Length

AlGaIn 系 UV-B レーザーダイオードにおける信頼性評価

Reliability Evaluation in AlGaIn-based UV-B Laser Diodes

(M1)神谷始音¹, 斎藤巧夢¹, 三宅倫太郎¹, 丸山竣大¹, 佐々木祐輔¹, 狩野祥吾¹, 加藤晴也¹, 橘田直樹¹, 渡辺峻太¹, 宮本侑菜¹, 岩山章¹, 三宅秀人², 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹

¹名城大・理工, ²三重大・院・工

Shion Kamiya¹, Takumu Saito¹, Rintaro Miyake¹, Shundai Maruyama¹, Yusuke Sasaki¹, Shogo Karino¹,

Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Ryota Watanabe¹, Yuma Miyamoto¹, Shion Kamiya¹, Sho Iwayama¹, Hideto

Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹

¹Meijo University, ²Mie University

E-mail:253428010@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループでは、AlGaIn 系 UV-B レーザーダイオード (LD) の開発を進めている。近年、AlGaIn の低温成長技術によりキャリア注入効率の向上や光学利得の増大が可能となり、デバイス性能の大幅な向上が実現されている。一方、実用化に向けては、デバイスの信頼性向上が重要な課題である。本検討では、作製した UV-B LD に対して大電流を印加し、素子が破壊に至るまでの挙動を調査するとともに、破壊モードの解析を行った。

【実験方法】本実験では、ガイド層以降を 750°C で成長させた端面コーティングをしていない UV-B LD を評価対象とした。デバイスはバー状態で 50 個用意し、室温・パルス駆動条件（パルス幅 50 ns、デューティ比 0.01%）において、レーザー発振が確認できなくなるまで順次電流値を増加させ、破壊モードを評価した。さらに、破壊後の素子を SEM および光学顕微鏡で観察し、破壊の原因やメカニズムを解析した。

【実験結果】破壊後の素子は大きく 2 種類に分類された。一つは I-V 特性がダイオードとしての挙動を保っているが発振しなくなるもの、もう一つは I-V 特性自体も失われているものである。評価対象の 65% が前者に該当した。前者に分類される素子の I-V-L 特性を Fig. 1 に示す。光出力は最大約 450 mW に達していた。このように、ダイオード特性を保持しつつ発振が停止した素子の端面を SEM で観察したところ、いずれも活性層に亀裂を伴う COD (Catastrophic Optical Damage) による端面破壊が確認された (Fig. 2)。LD における素子破壊には複数のモードが報告されているが、GaInN 系 LD では 1.4 W で COD が発生したという報告もあり^[1]、AlGaIn 系 UV-B LD の信頼性向上においても、COD の抑制すなわち端面破壊の防止が重要であると考えられる。

謝辞：本研究の一部は、科研費・基板 A(22H00304), NEDO 先導研究の支援によって実施された。

Reference

[1] S. Okauchi *et al.* Blue-Violet Laser Diode for Optical Data Storage 37, 267 (2008).

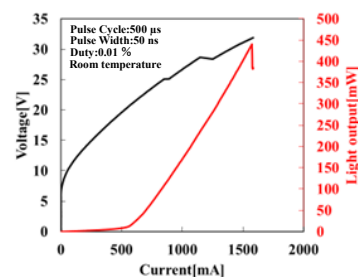


Fig. 1 I-V-L curves



Fig. 2 X-SEM image

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

[8p-N301-1~19] 15.4 III-V-group nitride crystals

[8p-N301-1]

Direct growth of InGaN nanocolumns via nanotemplate selective-area growth using Ni mask

○Satoshi Ishikawa¹, Nozomu Tomiyama¹, Rie Togashi¹, Katsumi Kishino¹ (1.Sophia Univ.)

[8p-N301-2]

Honeycomb-latticed InGaN/GaN nanocolumns grown by nanotemplate selective-area growth using Ni mask for plasmonic crystal applications

○Nozomi Tomiyama¹, Satoru Ishikawa¹, Rie Togashi¹, Katsumi Kishino¹ (1.Sophia Univ.)

[8p-N301-3]

Influence of GaN Nanocolumn Height on the Selective Area Growth of GaInN

○Takuto Katogi¹, Ryuta Shindo¹, Takumi Umemoto¹, Tomohiro Yamaguchi¹, Toru Honda¹, Takeyoshi Onuma¹, Rie Togashi², Katsumi Kishino² (1.Kogakuin University, 2.Sophia University)

[8p-N301-4]

Bandgap Prediction of GaN based Topological PhC by Machine Learning

○Hinaki Sugiura¹, Akihiko Kikuchi^{1,2} (1.Sophia Univ., 2.Sophia Semiconductor Research Inst.)

[8p-N301-5]

Observation of resonance peaks in InGaN/GaN topological PhC ring resonator

○Hayato Kurata¹, Hinaki Sugiura¹, Seiichi Kataoka¹, Akihiko Kikuchi^{1,2} (1.Sophia Univ., 2.Sophia Semiconductor Research Inst.)

[8p-N301-6]

Epitaxial growth of red GaInN-based multi quantum shells on porous AlGaIn DBR substrates for improving optical properties

○Aoi Nakagawa¹, Weifang Lu², Haruki Hotta¹, Takuya Takahashi¹, Koki Yamada¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.Xiamen Univ.)

[8p-N301-7]

Optimization of n-GaN Nanowire Growth using a Face-Down MOVPE System

○(M1)Koki Yamada¹, Seiji Ishimoto², Naoto Fukami¹, Aoi Nakagawa¹, Haruki Hotta¹, Takuya Takahashi¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.E&E co.ltd)

[8p-N301-8]

Investigation of Mg concentration dependence during p+-GaInN growth for quantum-shell devices using nanowire structures

○Takuya Takahashi¹, Kazumasa Niwa², Aoi Nakagawa¹, Koki Yamada¹, Haruki Hotta¹, Naoto Fukami¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution Co., LTD.)

[8p-N301-9]

Investigation of Ohmic Contacts for GaInN Nano pyramid LEDs

○Haruki Hotta¹, Aoi Nakagawa¹, Takuya Takahashi¹, Kouki Yamada¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ.)

[8p-N301-10]

Characterization of carrier dynamics in a core-shell InGaN nanowire LED

○Sota Komiyama¹, Shuhei Ichikawa^{1,2}, Renji Okuda³, Masaya Ueda³, Naoki Sone³, Akihiro Nomura³, Satoshi Kamiyama⁴, Hiroshi Tabata¹, Kazunobu Kojima¹ (1.The Univ. of Osaka, 2.Research Center for UHVEM, The Univ. of Osaka, 3.Koito Manufacturing Co., Ltd., 4.Meijo Univ.)

[8p-N301-11]

Circularly polarized blue-light emission from InGaN chiral nanopillar arrays fabricated by HEATE

○Yuu Urushibata¹, Takumi Ueki², Akihiko Kikuchi^{2,3}, Takao Oto¹ (1.Yamagata Univ., 2.Sophia Univ., 3.Sophia Semicon.)

[8p-N301-12]

Emission efficiency and carrier dynamics in green-emitting InGaN/GaN nanopillars

○Hikaru Yokosawa¹, Shunya Kosuge¹, Takeki Aikawa², Umito Kurabe², Akihiko Kikuchi^{2,3}, Takao Oto¹ (1.Yamagata Univ., 2.Sophia Univ., 3.Sophia Semicon.)

[8p-N301-13]

Red-emission enhancement from honeycomb-latticed InGaN/GaN nanocolumn tops by using surface plasmon polariton coupling around nanocolumn lateral surface

○Kyohei Koseki¹, Hiroto Otsuka¹, Jumpei Yamada^{2,3}, Koichi Okamoto⁵, Rie Togashi^{3,4}, Katsumi Kishino³, Takao Oto¹ (1.Yamagata Univ, 2.Keio Univ, 3.Sophia Nanotech, 4.Sophia Univ, 5.Osaka Metro. Univ)

[8p-N301-14]

Cathodoluminescence studies of layered BN epilayers grown by chemical vapor deposition on a sapphire substrate

○Shigefusa Chichibu¹, Takumi Kasuya¹, Haruto Tsujitani¹, Kazuhiko Hara², Kohei Shima¹ (1.Tohoku Univ., 2.RIE, Shizuoka Univ.)

[8p-N301-15]

Strain compensated AlGaIn/InGaIn distributed Bragg reflector

○Takeshi Kawashima¹, Morimasa Kaminishi¹, Chiharu Kimura¹, Shunichi Sato¹ (1.Ricoh)

[8p-N301-16]

Emission Wavelength Peak control of GaInN MQWs on AlInN/GaN DBR

○Shoki Arakawa¹, Naoki Shibahara¹, Taiki Kitamura¹, Atsunori Tokushi¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ.)

[8p-N301-17]

Investigation of growth conditions for resonance wavelength uniformity in VCSELs

○Taiki Kitamura¹, Shoki Arakawa¹, Shibahara Naoki¹, Atsunori Tokushi¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹ (1.Meijo Univ.)

[8p-N301-18]

Reducing device resistance for higher efficiency of GaN-based vertical-cavity surface-emitting lasers

○Atsunori Tokushi¹, Naoki Shibahara¹, Shoki Arakawa¹, Taiki Kitamura¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹ (1.Meijo Univ.)

[8p-N301-19]

Effect of aperture on laser characteristics of GaN-based vertical-cavity surface-emitting lasers

○Naoki Shibahara¹, Shoki Arakawa¹, Atsunori Tokushi¹, Taiki Kitamura¹, Satoshi Kamiyama¹,
Motoaki Iwaya¹, Tetsuya Takeuchi¹ (1.Meijo Univ.)

Ni マスクを用いたナノテンプレート選択成長法による InGaN ナノコラムの直接成長

Direct growth of InGaN nanocolumns via nanotemplate selective-area growth using Ni mask

上智大理工¹, °(M1)石川 慧¹, (M2)富山 望¹, 富樫 理恵¹, 岸野 克巳¹

Sophia Univ.¹, °Satoshi Ishikawa¹, Nozomu Tomiyama¹, Rie Togashi¹, Katsumi Kishino¹

E-mail: s-ishikawa-3w5@eagle.sophia.ac.jp

はじめに： ナノコラム(NC)は直径数 10～数 100 nm の柱状結晶で、InGaNC では周期(L)や直径によって可視光全域の発光色制御が得られる。我々のグループで、GaNC 基板上にトップダウンエッチングナノピラー構造を形成し、これをナノテンプレートとして選択成長を行い、均一な NC 成長を実現してきた。^[1,2] ここでは Ti ナノドットマスクとドライエッチングによって下地ナノピラー構造を作製したが、GaNC と Ti のエッチング選択比が小さく、サイドエッチングが生じやすいため、ナノピラー側面がテーパ形状となっており、直径による高さバラツキの発生が課題であった。本研究では、この課題を Ni ナノドットマスクパターンによって解決し、ナノテンプレート上に n-GaNC ナノコラム成長を介さないで InGaNC NC の直接成長を行ったので報告する。

実験結果： HVPE 成長 GaNC テンプレート基板上に、ALD 法により SiO₂ を成膜し、電子線リソグラフィ(EBL)でナノパターンを描画した。次に、電子線ビーム蒸着により Ni を蒸着し、リフトオフ処理によってナノパターンを Ni ナノドットパターンに転写した。これをマスクとして RIE-ICP ドライエッチングを行い、引き続いて Ni マスクおよび SiO₂ 層のウェットエッチング除去を行い、均一なナノピラー構造ナノテンプレートを作製した。Fig. 1 に Ni マスクを用いて作製した周期 $L = 120$ nm, 280 nm におけるナノテンプレートの鳥瞰 SEM 像を示した。Ni ナノドットマスクによって周期によらず平坦な (0001) c 面トップを有する高アスペクト比のナノテンプレートが得られた。このナノピラー構造を RF-MBE によるナノテンプレート選択成長に用いながら、ナノピラー上に直接 InGaNC を成長させ、バルク InGaNC NC アレイを得た。Fig.2 は成長 InGaNC NC の室温 PL スペクトルである。ナノコラム周期の変化に応じて発光波長が 551～668 nm の範囲で変化し、In 組成および発光波長がナノコラム周期によって制御が可能であることが示唆された。詳細は当日議論する。

謝辞： 本研究は、公益財団法人池谷科学技術振興財団 単年度研究助成 (2025 年度) および公益財団法人村田学術振興・教育財団 研究助成 (2025 年度) の支援を受けて実施した。

参考文献： [1] K. Yamano *et al.*, Appl. Phys. Lett. **112**, 091105 (2018). [2] 吉村、富樫、野村、岸野、第 83 回応用物理学会秋季学術講演会 23p-C200-2 (2022).

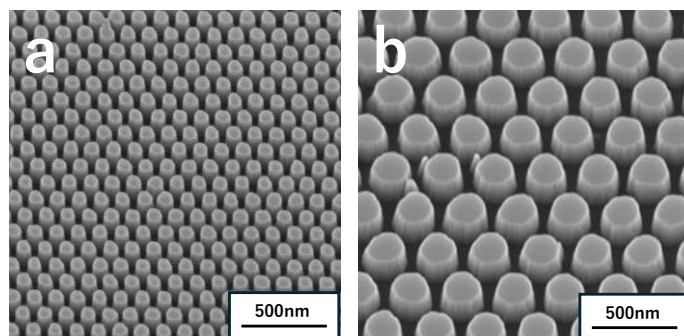


Fig. 1 Bird's-eye view SEM images of GaN nanopatterns fabricated using nanotemplates with a Ni mask: columns period (a) $L = 120$ nm, and (b) $L = 280$ nm.

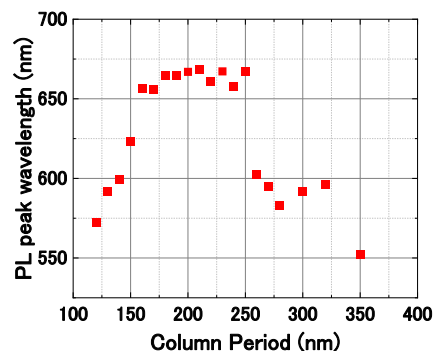


Fig. 2 Room-temperature PL peak wavelength as a function of nanocolumn period L .

プラズモニック結晶応用を目指したNi マスクナノテンプレート選択成長法によるハニカム格子 InGaN/GaN ナノコラムの作製

Honeycomb-latticed InGaN/GaN nanocolumns grown by nanotemplate selective-area growth using Ni mask for plasmonic crystal applications

上智大理工¹ ○(M1) 富山望¹, 石川慧¹, 富樫理恵¹, 岸野克巳^{1*}

Sophia Univ.¹, ○N. Tomiyama¹, S. Ishikawa¹, R. Togashi¹, K. Kishino^{1*}

*E-mail: kishino@sophia.ac.jp

はじめに：ナノコラム構造に金属を蒸着するとプラズモニック結晶として機能する。中でもハニカム格子ナノコラムは、プラズモニックナノコラム LED に適した格子配列を有する^[1]。我々のグループはこれまでに、ナノテンプレート選択成長法^[2,3]を用いて赤色発光ナノコラムを作製に成功した。しかし、最隣接コラム間距離(a)が大きい領域($a > 200\text{nm}$)では、コラム間に異常成長が生じる課題があった。本研究では、Ni マスクを用いたナノテンプレート作製により充填率を高め、コラム間の異常成長の抑制と高輝度赤色発光 InGaN/GaN ナノコラムの作製を目指し研究を行った。

実験結果：HVPE-GaN/sapphire(0001)基板上に SiO₂を 50 nm 成膜後、電子線リソグラフィ(EBL)によりハニカム格子状のナノホールをパターンニングし、Ni を 50 nm 蒸着・リフトオフすることで Ni ドットパターンマスクを作製した。ICP ドライエッチングによりナノピラーを形成後、ピラニア酸およびバフファードフッ酸により Ni と SiO₂を除去し、ナノテンプレートを得た。得られたテンプレート上に、RF-MBE 法を用いて n-GaN, n-AlGaIn/GaN, InGaIn/GaN 超格子(SL)、InGaIn/AlGaIn 多重量子井戸(MQW)を順次成長させた。Fig. 1 は Ni マスクおよび従来の Ti マスクを用いて作製したナノテンプレートの鳥瞰および俯瞰 SEM 像である。Ni マスクを用いた場合、c 面に対応する平坦なトップ形状が得られ、マスク充填率は約 50%と、Ti マスクの約 35% に比べて高かった。Fig. 2 は n-AlGaIn/GaN 成長後の SEM 像である。Ni マスクでは高い充填率を維持できているため、遮蔽効果が十分に効きコラム間の異常成長を抑制することができた。一方、コラム形状に関しては顕著な差異は見られなかった。詳細については当日議論する。

謝辞：本研究の一部は、公益財団法人池谷科学技術振興財団 単年度助成金(2025 年度)および公益財団法人村田学術振興・教育財団研究助成(2025 年度)の支援を受けて実施した。

参考文献： [1] T. Oto *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 115001 (2023). [2] 吉村、富樫、野村、岸野、第 83 回応用物理学会秋季学術講演会 23p-C200-2 (2022). [3] K. Yamano *et al.*, Appl. Phys. Lett. **112**, 091105 (2018).

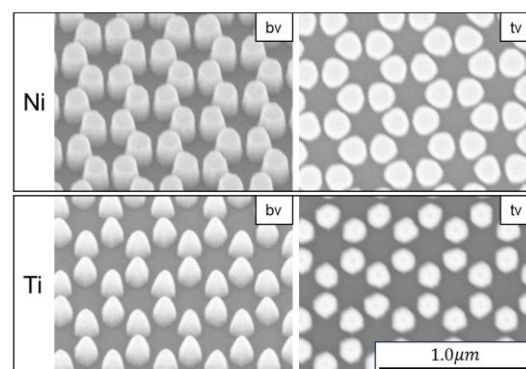


Fig. 1 SEM images of honeycomb lattice nanotemplates fabricated with Ni and Ti masks ($a = 200\text{ nm}$).

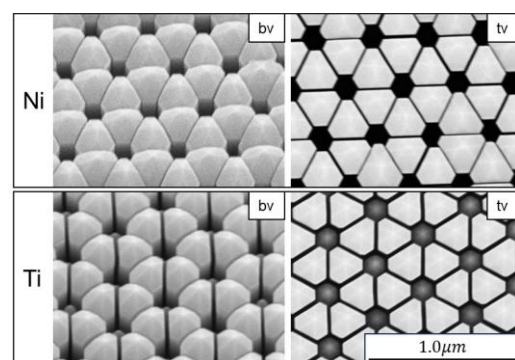


Fig. 2 SEM images of n-AlGaIn/GaN honeycomb lattice nanocolumn arrays grown on Ni- and Ti-mask-based nanotemplates ($a = 220\text{ nm}$).

下地 GaN ナノコラムの高さが GaInN 選択成長へ与える影響

Influence of GaN Nanocolumn Height on the Selective Area Growth of GaInN

工学院大学¹, 上智大学² ○(M1)加藤木 巧斗¹, 進藤隆太¹, 梅本匠¹

山口智広¹, 本田徹¹, 尾沼猛儀¹, 富樫理恵², 岸野克巳²

Kogakuin Univ.¹, Sophia Univ.², °T. Katogi¹, R. Shindo¹, T. Umemoto¹

T. Yamaguchi¹, T. Honda¹, T. Onuma¹, R. Togashi², K. Kishino²

E-mail: cm25024@ns.kogakuin.ac.jp

はじめに 本グループは、ナノコラムを用いて GaInN での赤色発光の高効率化に取り組んでいる。ナノコラムには歪み緩和効果^[1]や貫通転位フィルタリング効果^[2]が発現し、高 In 組成 GaInN 発光において課題とされる GaN との格子不整合や転位・欠陥による発光効率低下を抑制する可能性を有している。また、そのナノコラムの形状均一化やナノコラム間の異常成長の抑制において、欠かせない技術が選択成長法である。これまで、選択成長法は GaN ナノコラムから開拓され、Ti マスク選択成長法やナノテンプレート選択成長法が確立された。

我々は、その GaN ナノコラム上に GaInN buffer 層や GaInN/GaInN MQW を成長し、歪みを可能な限り低減することの可能性を探ってきた^[3]。本研究では、さらなる歪み低減のため、基板上から GaInN で構成されたナノコラムの実現に取り組む。そこで、GaInN buffer 層の下地となる GaN ナノコラムに着目し、下地 GaN ナノコラムの高さが GaInN 選択成長に与える影響を調べた。

実験方法 本研究では、GaN ナノコラムの成長時間を調整することで高さを制御し、その上の GaInN ナノコラムの成長に与える影響を調べた。今回は Ti マスク選択成長法を用い、基板上に周期 100~600 nm からなるナノホールパターンを三角格子状に形成した。そこに、GaN ナノコラムを 0(未成長), 20, 40, 60 分間成長の 4 つのサンプルを用意し、その上に GaInN ナノコラムを 50 分間成長した。これらのサンプルを走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。

実験結果 図1に GaInN 成長後の周期 L=600 nm における各サンプルの俯瞰 SEM 像を示す。GaInN 成長前、全てのサンプルで異常成長は確認されなかったが、GaInN 成長後、一部のサンプルで異常成長が確認された。特に、GaN 0 分間成長サンプルは、全ての周期で異常成長が発生し、ナノコラムが成長しなかった。GaN 20, 40, 60 分間成長では、ナノコラムは成長し、異常成長もナノコラム間に発生したが、GaN 成長時間が長くなるに伴い異常成長は抑制される傾向がみられた。

図2は GaN ナノコラムの高さとナノコラム間距離を異常成長の有無によってプロット分けしたものである。この図より、GaN ナノコラムの高さと成長時間は比例関係にあることが読み取れる。また、ナノコラム間距離が短いパターンでは異常成長が抑制されやすいことが示された。つまり、GaInN の選択成長にはある値より GaN ナノコラム高さが高く、ナノコラム間距離が短い必要があるといえる。これは、GaInN 成長中、GaN ナノコラムによる遮蔽効果が働いている可能性を示唆しており、その遮蔽効果を利用することで異常成長の抑制が可能であると考えられる。その詳細な値については当日に議論する。

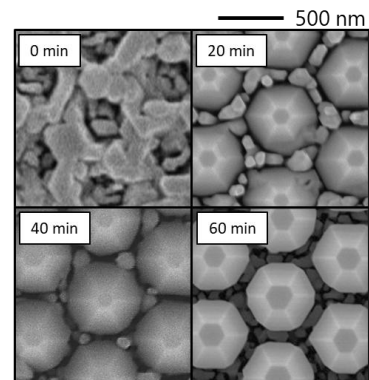


Fig.1 Top-view SEM images of nanocolumns with a 600-nm period lattice at various growth times.

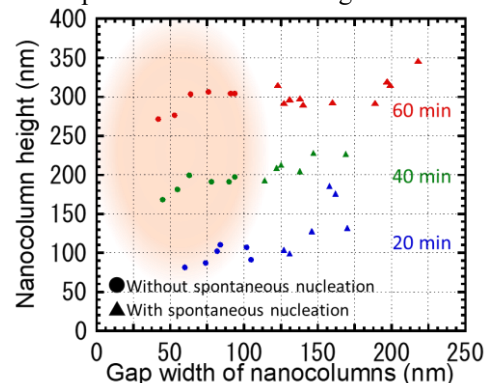


Fig.2 Relationship between the shape of GaN nanocolumns and spontaneous nucleation.

参考文献

- [1] Y. Kawakami *et al.*, J. Appl. Phys. 107, 023522 (2010).
- [2] K. Kishino *et al.*, Nanotechnology 26, 225602 (2015).
- [3] 進藤他, 第 85 回応用物理学会秋季講演会, 17a-C42-3 (2024).

機械学習を用いた GaN 系トポロジカル PhC のバンドギャップ予測
Bandgap Prediction of GaN based Topological PhC by Machine Learning

上智大理工¹, 上智大半導体研²

○杉浦 雛姫¹, 菊池 昭彦^{1,2}

Sophia Univ.¹, Sophia Semiconductor Research Institute²

○Hinaki Sugiura¹, Akihiko Kikuchi^{1,2}

E-mail: kikuchi@sophia.ac.jp

はじめに：トポロジカルフォトリック結晶 (PhC) は、トポロジーの異なる PhC の界面に生じるエッジモードにより、散乱の少ない特異な光伝搬が可能であり、次世代光デバイスとして注目されている。赤外域ではデバイス応用の研究が盛んに行われている一方、可視光域での報告は依然として限定的である。我々は、可視光で動作可能な GaN ベースのトポロジカル PhC デバイスの開発を目指して研究を行ってきた[1-3]。従来、トポロジカル PhC の設計・評価段階で、グローバルバンドギャップ (GBG) 波長帯の予測には、3 次元 FDTD 法による高コストな計算が不可欠であった。これに対し本研究では、複数の構造パラメータから GBG を短時間で推定可能な機械学習モデルを構築することで研究の効率化を図った。また、得られたモデルを用いて、GaN 系トポロジカル PhC における三角形空孔の幾何構造と GBG の関係についても知見を得たので報告する。

実験方法・結果：Fig.1 に示す格子定数 a_0 、三角形の辺の長さ T 、角の曲率半径 r 、膜厚 h の 4 つの構造パラメータを変数として、GBG の上端および下端波長を予測するサロゲートモデルを検討した。ランダムフォレストを含む複数の代表的な機械学習手法を比較し、平均二乗誤差平方根 (RMSE) を指標とする性能評価の結果、2 次多項式を用いた重回帰モデルが最も高い精度を示した。また、p-GaN (60nm) / MQW (42nm) / n-GaN (50nm) / AlInN (300nm) / GaN / (0001) Al₂O₃ 構造のエピウエハを HEATE 法[4, 5]と AlInN の選択エッチングにより加工して作製したメンブレン型 PhC を用いて、モデルの推定値と実測値を比較した。Table 1 に、試料の表面 SEM 像から取得した構造パラメータをもとに推定した GBG と実測したバンド構造から得た GBG の結果を示す。

両者は良い一致を示しており、本モデルの妥当性が実験的に裏付けられた。さらに、構築したモデルを用いて三角形の形状 (r と T/R_0 , $R_0=a_0/3$) と GBG 幅の関係を Fig.2 のヒートマップとして可視化したところ、 T が大きな領域では r が大きくても広い GBG が得られることが見いだされた。これは、ナノ加工において r を極端に小さくすることが難しいことから、可視域 PhC デバイスの設計において有用な知見である。

参考文献：[1] K. Yoneta et al., Jpn. J. Appl. Phys., 61, SC1078 (2022). [2] Y. Takano et al. ICNS14, OD7-2, Fukuoka, 2023. [3] H. Sugiura et al, IWN, COP-5, 2024. [4] R. Kita et al. Jpn. J. Appl. Phys., 54, 046501 (2015). [6] T. Honda, et al, Phys. Stat. So. A 23006898 (2024).

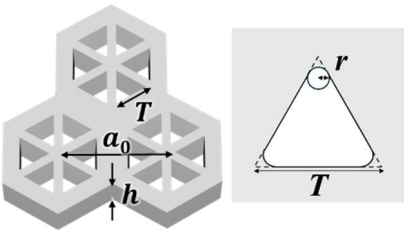
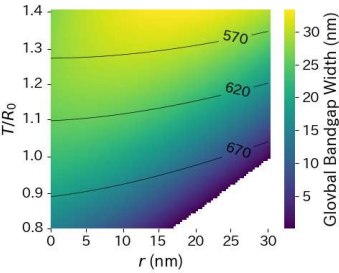


Fig.1. Schematic diagram of Trivial PhCs.

Table 1. Comparison of experimental values and estimated values from the prediction model for global band gaps in five samples.

sample	A	B	C	D	E
a_0	305.9	356.5	405.6	452.0	507.1
T	119.5	130.7	148.1	167.4	185.5
r	19.7	20.1	20.6	22.2	21.9
h	165.3	165.3	165.3	165.3	165.3
Pred.	453~469	524~539	577~594	623~641	683~703
Exp.	465~475	512~530	576~582	628~635	698~705

Fig.2 Heat map of global band gaps based on combinations of one side of a triangle (T) and curvature radius (r) with $a_0 = 450$ nm, $h = 175$ nm. The black line indicates the center wavelength between the lower and upper photonic bands.



InGaN/GaN 系トポロジカル PhC 共振器構造における共振ピークの観測

Observation of resonance peaks in InGaN/GaN topological PhC ring resonator

上智大理工¹, 上智大半導体研²

倉田 隼也斗¹, 杉浦 雛姫¹, 片岡 生一¹, 菊池 昭彦^{1,2}

Sophia Univ.¹, Sophia Semiconductor Research Institute²

°Hayato Kurata¹, Hinaki Sugiura¹, Seiichi Kataoka¹, Akihiko Kikuchi^{1,2}

E-mail: kikuchi@sophia.ac.jp

はじめに:トポロジカルフォトニック結晶(PhC)は、欠陥や曲げに対する高いロバスト性を持つ一方向光伝搬[1]や、フォトニックバンド端の固有モードの違いを利用したトポロジカル面発光レーザ[2]など、特に近赤外域において活発に研究されているが、可視域における報告は極めて少ない。

我々は、低損傷加工技術である水素雰囲気異方性熱エッチング(HEATE)法[3]とAlInN犠牲層の選択エッチングを組み合わせることで、メンブレン型 GaN 系トポロジカル PhC[4]を作製し、可視域でのトポロジカルエッジ伝搬の観測[5]や、InGaN 発光層を有するトポロジカル PhC リング共振器構造におけるリング状蛍光発光の観測等[6, 7]を報告してきた。本研究では、InGaN/GaN メンブレン型トポロジカル PhC リング共振器構造において、共振ピークと考えられる鋭いスペクトルを観測したので報告する。

実験方法・結果:p-GaN(60nm)/MQW(42nm)/n-GaN(50nm)/AlInN(300nm)/GaN/(0001) Al₂O₃構造を有するエピウェハを用い、先行報告[4-7]と同様のプロセスでメンブレン型PhCリング共振器構造を作製した。PhC構造は、六つの三角空孔で構成される六角形クラスタを周期 a_0 で配列し、三角空孔の重心と六角形クラスタ中心の距離 R により、 $R < a_0/3$ の領域をTrivial PhC、 $R > a_0/3$ の領域をTopological PhCとなる。共振器構造は、中央にTrivial PhCを一边6クラスタの正六角形状に配置し、その周囲にTopological PhCを一边14クラスタの正六角形状に敷き詰めた。この構造は、文献[2]とはPhCの配置が反転している。Fig.1に作製した共振器の上面SEM像、Fig.2に波長395nmのCWレーザ光を均一に照射して得られた蛍光顕微鏡像を示す。蛍光像では、中心のTrivial PhC部に強い発光が確認された。次に、Fig.2中に示した未加工部(a)、Topological領域(b)、Trivial領域(c)の発光スペクトルを、直径約1 μ mの範囲で測定した結果をFig.3に示す。構造中心の(c)において、半値全幅1.8nmの鋭いピークが観測され、このピーク位置は励起光強度を大きく変化させてもほぼ一定であった。また、ブロードな発光も未加工部に対して7.3倍に増強された。

謝辞:本研究の一部は、JSPS 科研費 JP24K00950 の援助を受けて行われた。

参考文献: [1] S. Barik et al., New J. Phys., 18, 113013 (2016). [2] Z-K Shao et al., Nature Nanotechnology., 15, 67-72 (2020). [3] R. Kita et al. Jpn. J. Appl. Phys., 54(2015) 046501. [4] K. Yoneta et al., Jpn. J. Appl. Phys., 61, SC1078 (2022). [5] Y. Takano et al., META 2023, 4A22-3 (2023). [6] U. Kurabe et al., 71st JASP Spring Meeting, 23a-11E-3 (2024). [7] H. Sugiura et al., 72st JASP Spring Meeting, 18p-A34-14 (2025).

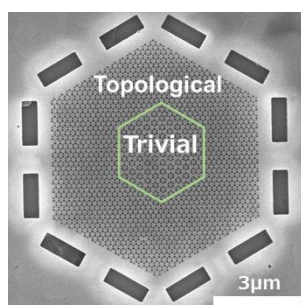


Fig.1 Top view SEM image of a InGaN/GaN Topological PhC ring cavity.

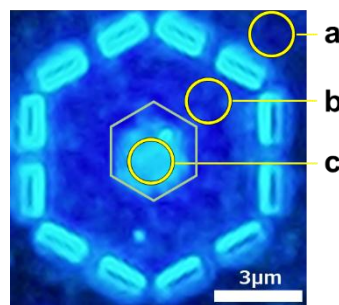


Fig. 2 Fluorescent image of InGaN/GaN Topological cavity under 375nm laser irradiation.

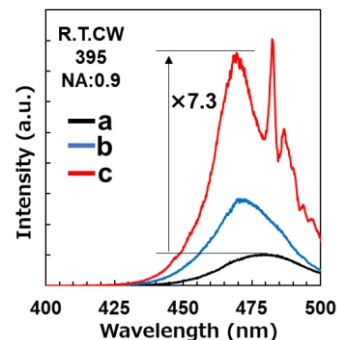


Fig. 3 Room-temperature PL spectra of an InGaN/GaN Topological PhC cavity.

光学特性向上を目的とした Porous AlGaIn DBR 上への赤色 GaInN 系量子殻のエピタキシャル成長

Epitaxial growth of red GaInN-based multi quantum shells on porous AlGaIn DBR substrates for improving optical properties

1. 名城大学、2. 厦門大学 [○](M2)中川碧¹、Weifang Lu²、(M1)堀田陽生¹、(M1)高橋拓也¹、
(M1)山田航己¹、上山智¹、竹内哲也¹、岩谷素顕¹

1.Meijo Univ.、2.Xiamen Univ. [○]Aoi Nakagawa¹、Weifang Lu²、Haruki Hotta¹、Takuya Takahashi¹、
Koki Yamada¹、Satoshi Kamiyama¹、Tetsuya Takeuchi¹、Motoaki Iwaya¹

Email: 243428031@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループでは、GaInN 量子殻 (MQS) を用いた(1-101)面が支配的な六角ナノピラミッド構造により、赤色発光を実現している。現状では、well 層における In 組成の不均一性が原因で発光スペクトルが非常にブロードになるという課題がある。そこで新たな手法として、硝酸を使用した電解エッチングにより n-AlGaIn 層に多孔質が形成された u-AlGaIn/n-AlGaIn 多孔質分布ブラッグ反射鏡 (Porous DBR) を有する基板に注目した。[1]この Porous DBR 層は 600 nm 付近で最大 96 %の反射率を有しているため、赤色 LED の光取り出し効率の向上に期待できる。本検討では、Porous DBR 上に n-GaInN ピラミッド層および MQS 成長を試み、発光スペクトルの狭線化を目的とした。

【実験方法および結果】本実験では Porous DBR 基板および比較用として GaN テンプレートの 2 つの基板を使用し、SiO₂を膜厚 30 nm スパッタした後、ナノインプリントにより 320 nm のホールを形成した。Fig.1 に示すように、n-GaInN 層および MQS を MOVPE に成長を行った。結晶構造および光学特性について SEM での観察および CL 測定によって比較した。Fig.2 から Porous DBR 上でも同様に六角ピラミッド状に結晶成長をしていることが観察された。CL のパングロマトイック像では、GaN テンプレート上では開口部以外の表面においてダークスポットが複数観察されるが Porous DBR 上では観察されず、発光面積が広いことが分かった。Porous 層により高 In 組成の n-GaInN 層とのひずみを緩和することで結晶性の良い n-GaInN 層が形成されたと考えられる。MQS の CL スペクトルは測定箇所によりピーク位置が異なり、n-GaN、Porous DBR 上のどちらにおいても(1-101)面内で well 層における In 組成の分布は生じていた。Fig.3 のように赤色発光を示す 600 nm 以上の発光部では、n-GaN 上に成長した MQS の CL スペクトルの半値全幅が 80 nm に対し、Porous DBR 上に成長した MQS では 30 nm と大きく減少しており、スペクトルの強度は 1.2 倍であった。これは、Porous DBR 層による共振効果によるものだと考えられる。これらの結果より、Porous DBR 上での成長は、結晶性向上および CL スペクトルの狭線化が示唆された。

【参考文献】 [1]Yan Bao,et al, ACS.Appl.Electron.Mater, 2025, 7, 4628-4638

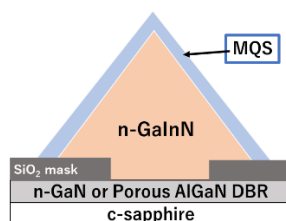


Fig.1 sample structure

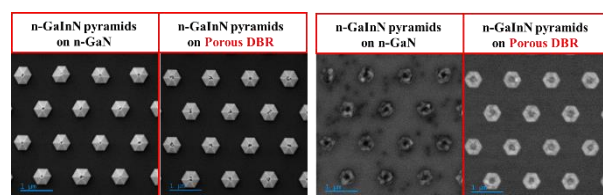


Fig.2 SEM and CL images of n-GaInN pyramids

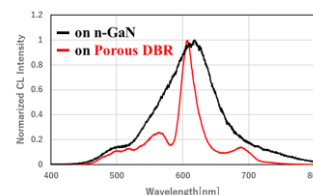


Fig.3 CL spectra of MQS

【謝辞】本研究の一部は NEDO 先導研究、科学技術交流財団「産学協創チャレンジ研究開発」、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304) の援助により実施した。

フェースダウン式 MOVPE 装置による n-GaN ナノワイヤ成長の最適化

Optimization of n-GaN Nanowire Growth using a Face-Down MOVPE System

○山田航己¹、石本聖治²、深水直斗¹、中川碧¹、堀田陽生¹、高橋拓也¹、
上山智¹、竹内哲也¹、岩谷素顕¹

(1. 名城大学、2. (株)E&E エボリューション)

○Koki Yamada¹, Seiji Ishimoto², Naoto Fukami¹, Aoi Nakagawa¹, Haruki Hotta¹, Takuya Takahashi¹,
Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹

(1. Meijo Univ., 2. E&E Evolution CO., LTD.)

Email: 253428043@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループでは、コアシェル型 GaN ナノワイヤ(NW)を用いた LD の研究を行っている。NWの利点は下地層から貫通転位が伝搬しないことから、無転位結晶が実現可能である。NW 側面の非極性面(m 面)量子殻活性層(Multi-quantum shell: MQS)の活用により、従来の LD に比べ高出力・高効率化が期待できる。しかし、得られた量子殻構造の発光素子は、未だ発光効率が不十分で発振には至っていない。その一つの要因として n-GaN NW 成長中に発生する島状成長・異常成長があり、それらの低減が重要である。本研究グループでは従来、フェースアップ式 MOVPE 装置を用いてきたが、異常成長の原因となるパーティクルが落下しやすく、NW 成長においては不利であった。そこで今回、新たな試みとしてフェースダウン式 MOVPE 装置を用いて NW 成長条件の検討をした。

【実験方法】フェースダウン式 MOVPE 装置で、n-GaN NW を様々な条件で成長させ、SEM を用いて Fig.2 に示す SEM 像を観察し、島状成長・異常成長の 1cm²あたりの密度を測った。その際の成長条件のパラメータとしては、TMG の流量、成長温度、成長時の圧力、NH₃ 流量のコントロールによる V/Ⅲ比を変更した。

【結果と考察】n-GaN NW 成長において TMG 流量と成長温度を変化させた時の島状成長の密度を Fig.1(a)に、異常成長の密度を Fig.1(b)に示す。Fig.1(a)の結果から、TMG 流量を増加させ、成長温度が高くなるにつれて島状成長の密度が増加することが示された。これは、フェースアップ式とは逆の傾向を示した。フェースアップ式では TMG の供給量を増やし、1185℃付近での成長が最も島状成長・異常成長を抑制できるとされている^[1]。しかし、フェースダウン式においては、高温での成長中に炉内で分解された n-GaN NW の一部が舞い上がり、基板に付着したことが原因で島状成長の密度が増加したと考えられる。また、Fig.1(b)に示すように、フェースダウン式では異常成長密度が低く安定していることが確認された。フェースアップ式では炉内環境によって異常成長密度が大きく影響を受けるため、成長条件による抑制は厳しいとされてきた。しかし、Fig.1(b)よりフェースダウン式では異常成長密度が炉内環境に大きく左右されず、成長条件によってある程度は制御可能と考えられる。よってフェースダウン式では、TMG 流量を減少させ成長温度 1100℃付近で NW の成長を行う必要があると考える。

【参考文献】[1] 深水直斗“GaN ナノワイヤ成長時の島状成長、異常成長抑制に関する検討”(名城大学 理工学部 令和 5 年度卒業論文)

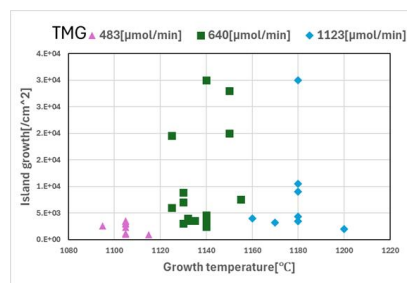


Figure 1.(a) Variation in island growth density with growth temperature and TMG flow rate

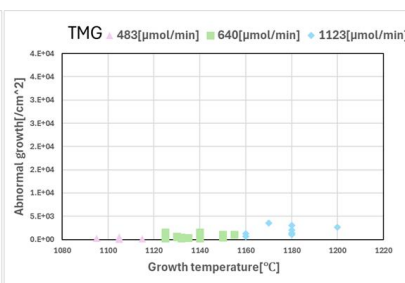


Figure 1.(b) Variation in Abnormal growth density with growth temperature and TMG flow rate

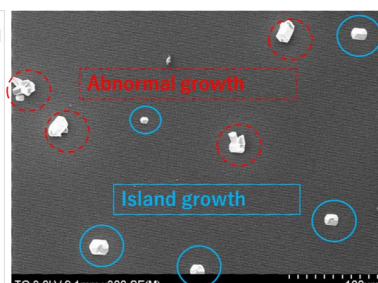


Figure 2. Surface SEM images of abnormal growth and island growth

【謝辞】

本研究の一部は NEDO 先導研究、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304)、科学技術交流財団産学協創チャレンジ研究開発の援助により実施した。

ナノワイヤ構造を用いた量子殻デバイスにおける p⁺-GaN 成長時の Mg 濃度依存性の検討

Investigation of Mg concentration dependence during p⁺-GaN growth for quantum-shell devices using nanowire structures

1. 名城大学 2. (株)E&E エボリューション ○(M1)高橋拓也¹、丹羽一将²、(M2)中川碧¹、
(M2)深水直斗¹、(M1)山田航己¹、(M1)堀田陽生¹、上山智¹、竹内哲也¹、岩谷素顕¹

1.Meijo Univ. 2.E&E Evolution Co., LTD. ○Takahashi takuya¹, Niwa Kazumasa², Aoi Nakagawa¹, Naoto Fukami¹,
Yamada kouki¹, Hotta Haruki¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹

Email: 253428020@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループでは、トンネル接合層を用いた n-GaN 埋め込み型量子殻レーザーの実現を目指している。特に、p⁺-GaN 層の形成はデバイス性能に直結する重要な要素である。しかし、従来の構造では p⁺-GaN 層の(0001)面の膜厚が薄いことによってデバイス動作時の電流リークが生じていた。本検討では、ナノワイヤ構造における p 層の(0001)面の膜厚が Mg ドーピング濃度によって変化することに着目し Mg 濃度の制御によって膜厚を最適化することで量子殻構造の均一性とデバイス特性の向上を試みた。

【実験方法および結果】本実験では GaN テンプレート上に n-AlGaIn を 200nm 成長させその上に SiO₂ を膜厚 30nm でスパッタし、ナノインプリントリソグラフィ加工で SiO₂ パターンを作製しこの基板を MOVPE 装置を用いて n-GaN ナノワイヤを成長させその上に MQS、p-GaN、p⁺-GaN の順に各層の成長を行い p⁺-GaN 層の Mg 濃度を変化させたサンプルを作成した。c 面方向の膜厚は断面 SEM により評価し Mg 濃度との関係を調べた。また、リーク電流の有無についても I-V 測定により評価した。Fig.1 には、p⁺-GaN 層まで結晶成長を行ったナノワイヤ構造を示す。Fig.2 (a)に、Mg 流量 700sccm で成長した p⁺-GaN ナノワイヤの表面 SEM および断面 SEM 像を示す。700 sccm の高流量条件では、c 面方向の成長が抑制され、均一ではあるが膜厚が薄い傾向が見られた。また、I-V 測定において電流がリークしていることが確認できた。Fig.2 (b)に、Mg 流量 70sccm で成長した p⁺-GaN ナノワイヤの表面 SEM および断面 SEM 像を示す。70 sccm の低流量条件では、c 面成長が顕著に進行し、膜厚の増加および層構造の均一化が明確に確認された。これは、Mg 濃度が高い場合に結晶面における成長障害や表面吸着が影響して成長が抑制される一方、Mg 流量を抑えることでその影響が軽減され、より均一な成長が促進されたためと考えられる。以上のことから Mg ドーピング濃度、特に供給流量は、p⁺-GaN 層の c 面方向の成長挙動に顕著な影響を与えることが明らかとなった。Mg 流量を低減することで、c 面の膜厚を増加させ、成長の均一性が向上することが確認された。結果は当日報告する。

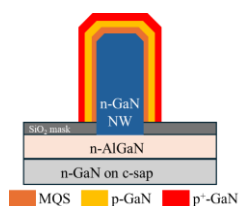
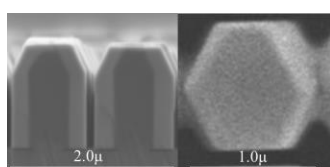
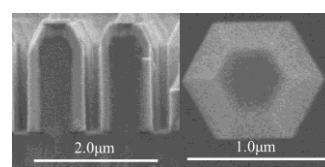


Fig1. Schematic diagram of MQS device



(a) Mg supply rate of 700 sccm



(b) Mg supply rate of 70 sccm

Fig.2 SEM images of MQS structure

【謝辞】本研究の一部は NEDO 先導研究、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304)、科学技術交流財団産学協創チャレンジ研究開発の援助により実施した。

GaInN nano pyramid LED のオーミック電極に関する検討 Investigation of Ohmic Contacts for GaInN Nano pyramid LEDs

1. 名城大学 ○(M1)堀田陽生¹、(M2)中川碧¹、(M1)高橋拓也¹、(M1)山田航己¹、
上山智¹、竹内哲也¹、岩谷素顕¹

1. Meijo Univ. ○Haruki Hotta¹, Aoi Nakagawa¹, Takuya Takahashi¹, Kouki Yamada¹,
Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹

Email: 253428035@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループでは、GaInN 量子殻 (MQS) を用いた(1-101)面が支配的な六角ナノピラミッド構造により、ピラミッドの n 層を GaInN にすることで高効率赤色発光を目指している(Fig.1)。赤色発光を示す MQS は、高温プロセスによって劣化しやすいという課題を持っており、LED デバイス化においては発光層の熱的損傷を防ぐために、全工程の低温化が不可欠である。特にオーミック電極形成時に用いられるアニール処理は、材料特性に影響を与えるため、慎重な温度管理が求められる。一般に、GaN 系デバイスでは Ti/Al/Ti/Au 電極のアニール温度として 700℃前後が標準とされるが、本研究ではデバイス全体の熱ダメージを最小化する目的で、従来よりも低い温度でのアニール条件でも安定なオーミック接触が得られるかを検討した。また、低温条件下でも金属と半導体の界面反応が十分に進行するよう、Ti/Al/Ti/Au 積層構造の最初の Ti 層の厚さを一般的な 30 nm から 10 nm に薄く設定し、界面反応を促進する工夫を加えた。

【実験方法および結果】MOVPE 法により、n-GaInN 層を有する GaInN ナノピラミッド LED 構造を作製した。この構造に対し、実装工程を想定したデバイスプロセスを適用し、Ti/Al/Ti/Au 電極(10/100/20/150 nm)の特性を評価した(Fig. 2)。工程はフォトリソグラフィ、ICP ドライエッチングによるメサ形成、SiO₂膜、ITO 膜の成膜、N₂雰囲気下 5 分、様々なアニール温度 (450~600 °C) での熱処理を施し、デバイス特性を測定した。450℃、475℃でアニールしたサンプルでは、順方向電流が小さく、電極と半導体界面における反応が不十分であったと考えられる。一方、600℃、550℃では過剰な拡散により抵抗が増加し、特に Au の拡散によって界面構造が乱れた可能性がある。これらの結果を踏まえ、500℃でアニールした試料が最も低い抵抗値を示し、安定した I-V 特性が得られた(Fig.3)。また、TLM 測定によって 500℃アニール時のコンタクト抵抗率を評価した結果、オーミック接触の指標である $10^{-4} \sim 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}^2$ に近い値が得られた。これは、実装時に必要とされる接触安定性を満たす条件であると考えられる。よって、今回の 500℃プロセスは低温条件として有効であることが分かる。その他詳細な評価は発表当日に報告する。

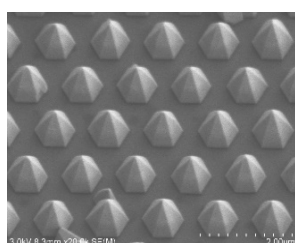


Fig.1 六角ナノピラミッド構造

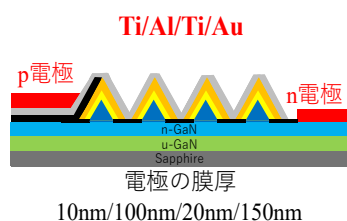


Fig.2 Ti/Al/Ti/Au 電極

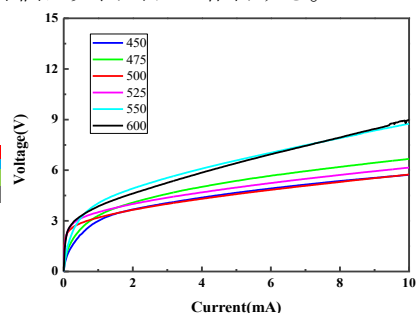


Fig.3 各アニール温度の I-V 特性

謝辞 : 本研究の一部は文部科学省・私立大学研究ブランディング事業、NEDO 先導研究、科学技術交流財団「産学協創チャレンジ研究開発」、および科学研究費補助金基盤研究 A(22H00304)の援助により実施した。

コアシェル型 InGaN ナノワイヤ LED のキャリアダイナミクス評価

Characterization of carrier dynamics in a core-shell InGaN nanowire LED

阪大院工¹, 阪大超高压電顕センター², 小糸製作所³, 名城大理工⁴○小見山 颯太¹, 市川 修平^{1,2}, 奥田 廉士³, 上田 雅也³, 曾根 直樹³,
野村 明宏³, 上山 智⁴, 田畑 博史¹, 小島 一信¹The Univ. of Osaka¹, Research Center for UHVEM, The Univ. of Osaka²,
Koito Manufacturing Co., Ltd.³, Meijo Univ.⁴○Sota Komiyama¹, Shuhei Ichikawa^{1,2}, Renji Okuda³, Masaya Ueda³, Naoki Sone³,
Akihiro Nomura³, Satoshi Kamiyama⁴, Hiroshi Tabata¹, and Kazunobu Kojima¹

E-mail: sota.komiyama@sfm.eei.eng.osaka-u.ac.jp

【研究背景】InGaN 系青色発光ダイオード(LED)と蛍光体を組み合わせた白色光源は、照明や車載用ヘッドライト用光源として広く普及している。青色領域での InGaN 量子井戸 LED は、低電流域で極めて高い外部量子効率を示す一方で、大電流駆動時に効率が低下する効率 droop 現象が課題となっている。効率 droop 抑制を目的として、*c* 面サファイア基板上にボトムアップ成長させたコアシェル型ナノワイヤ InGaN LED の研究がこれまでになされてきた[1]。本構造では、ナノワイヤ側壁部に形成される量子井戸(*m* 面や *r* 面)を利用することで、従来の *c* 面 InGaN 量子井戸 LED と比較して、電流注入面積に対する発光層の実効的な体積増加と共に、輻射再結合寿命の短寿命化を実現できる。これにより、大電流駆動時において発光層内でのキャリア密度減少に伴う効率 droop 抑制が期待できる。

一方で、上記ナノワイヤ LED は、その成長プロセスが従来 LED とは異なるため、結晶性や発光特性の評価は重要な要素となる。そこで本研究では、有機金属化合物気相成長(MOVPE)法によりボトムアップ成長させたコアシェル型 InGaN ナノワイヤ LED (Fig. 1)に対して時間分解フォトルミネッセンス(PL)測定を行い、キャリア寿命を含めた発光特性の評価を行ったので報告する。

【実験方法・結果】励起光源として Ti:Sapphire レーザー(パルス幅~100 fs、繰り返し周波数 4 MHz)の第二高調波(3.26 eV)を使用し、InGaN 層のみを選択励起した時間分解 PL 測定を行った。この際、サンプルからの発光は試料表面方向から取り出した。

上記ナノワイヤ LED の PL 強度の温度依存性から、300 K における PL 強度は、11 K での PL 強度の 30.7%であった。11 K における時間分解 PL 測定の結果を Fig. 2 に示す。ナノワイヤ LED における、バンド端近傍 (NBE) 発光の減衰曲線から見積もられたキャリア寿命は約 150 ps であり [Fig. 2 (a)]、同様の条件で作製した従来型の *c* 面 InGaN 量子井戸 LED におけるキャリア寿命[10 ns, Fig. 2 (b)]と比較して極めて短いことが分かった。この短キャリア寿命は、*m* 面 InGaN 量子井戸における報告値[2]に近く、ナノワイヤ側壁の量子井戸部における短い輻射再結合寿命を反映したものと考えられる。また、キャリア寿命の発光エネルギー依存性から、いずれの発光エネルギーにおいても同様の短いキャリア寿命が観測された [Fig. 2 (b)の inset]。このことは、上記ナノワイヤ LED において、側壁の非極性面からの発光が支配的であることを示しており、効率 droop 抑制にむけて良好な特性が得られたと言える。

[1] 上山 他, 日本結晶成長学会誌 **45**, 3 (2018). [2] M. Funato *et al.*, *J. Appl. Phys.* **103**, 093501(2008).

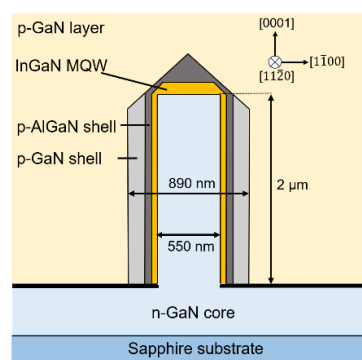
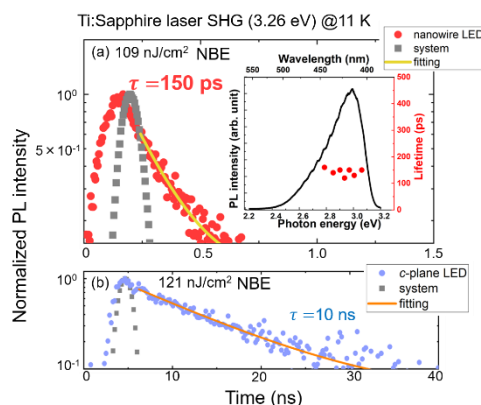


Fig. 1: Schematic of a nanowire LED.

Fig. 2: Decay curves of NBE emission in (a) a nanowire and (b) a *c*-plane LEDs. Energy dependence of lifetime in the nanowire is also shown.

HEATE 法で作製した InGaN 系キラル型ナノピラーアレイからの青色円偏光発生 Circularly polarized blue-light emission from InGaN chiral nanopillar arrays fabricated by HEATE

山形大院理工¹, 上智大理工², 上智大半導体研³

○漆畑 友優¹, 植木 拓海², 菊池 昭彦^{2,3}, 大音 隆男¹

Yamagata Univ.¹, Sophia Univ.², Sophia Semicon.³

○Y. Urushibata¹, T. Ueki², A. Kikuchi^{2,3}, and T. Oto¹

E-mail: t-oto@yz.yamagata-u.ac.jp

InGaN に周期ナノ構造を導入することで、ナノ構造効果による発光効率の向上に加えて、フォトリソニック結晶効果により光の状態を制御できる。本研究では、InGaN が本来持たない光機能性を単位格子構造の設計で発現することを試み、面内鏡映対称性を破ったキラル構造を導入した。キラル構造は左右円偏光に対して複素屈折率が異なる光学活性を持つため、小型可視円偏光光源の実現が期待される。実際、赤外領域でⅡ型キラル構造からの円偏光発生が報告されている[1]。本研究グループではこれまでに水素雰囲気異方性熱エッチング(HEATE)法[2]で InGaN 系λ型キラルナノピラーアレイを作製し、可視領域での旋光性発現を報告した[3,4]。本研究では、青色領域で光学活性が発生するキラル型ナノピラー構造を作製し、青色円偏光の発生を観測した。

厳密結合波解析法で光学活性が発現するナノピラーアレイ構造の最適化を行い、HEATE 法で試料を作製した。λ型ナノピラー構造からの青色発光の左右円偏光成分(I_L , I_R)をそれぞれλ/4 板を用いて直線偏光に変換し、直線偏光子で各成分を取り出して円偏光度 $P_c = (I_R - I_L) / (I_R + I_L)$ を評価した。Fig. 1 にピラー径 $D = 200$ nm, 周期 $L = 700$ nm のλ型ナノピラー構造とメサの PL スペクトルを比較した結果を示す。先行研究[3]ではピラー同士が結合していたが独立して作製することに成功し、メサに対して PL 強度が~15 倍増加し、歪緩和効果に起因するブルーシフトが観測された。次に、 P_c の評価結果を Fig. 2 に示す。メサ構造では円偏光度はほとんど観測されなかったが、λ型ナノ構造では $|P_c| \sim 0.15$ の円偏光が観測され、さらに左右構造において正負が反転する結果が得られた。以上より、λ型ナノピラーはキラル構造として機能していることが示された。

謝辞：本研究は池谷科学技術振興財団の支援を受けて行われた。

[1] K. Konishi. ..., M. Kuwata-Gonokami, Phys. Rev. Lett. **106**, 057402 (2011). [2] R. Kita, ..., A. Kikuchi, Jpn. J. Appl. Phys. **54**, 046501 (2015). [3] 浅井, ... 大音, 第 83 回応用物理学会秋季学術講演会, 23a-C200-2 (2022) [4] T. Oto *et al.*, APWS2024, WA3-5 (2024).

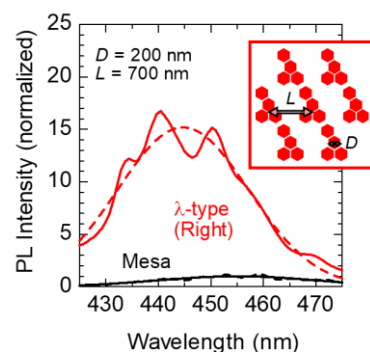


Fig. 1: PL spectra of mesa and λ-type nanopillars.

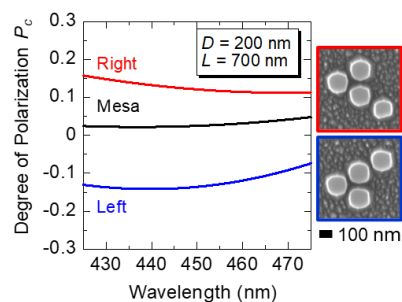


Fig. 2: P_c values of mesa and left / right λ-type nanopillars.

緑色発光 InGaN/GaN ナノピラーの発光効率とキャリアダイナミクス

Emission efficiency and carrier dynamics in green-emitting InGaN/GaN nanopillars

山形大院理工¹ 上智大理工² 上智大半導体研³

○横澤 光¹, 小菅 駿也¹, 相川 健喜², 倉邊 海史², 菊池 昭彦^{2,3}, 大音 隆男¹,

Yamagata Univ.¹, Sophia Univ.², Sophia Semicon.³,

○H. Yokosawa¹, S. Kosuge¹, T. Aikawa¹, U. Kurabe¹, A. Kikuchi^{2,3}, and T. Oto¹

E-mail: t-oto@yz.yamagata-u.ac.jp

マイクロ LED ディスプレイの材料として InGaN が注目されているが、長波長領域での発光効率低下が課題である。InGaN にナノ構造を導入することで、ナノ構造効果による発光効率の向上が期待されるが、そのメカニズムの理解がデバイス性能の更なる向上に極めて重要である。本研究グループでは、これまでに水素雰囲気異方性熱エッチング(HEATE)法[1]で作製した青色 InGaN ナノピラーで表面再結合の飽和現象を観測し、発光効率の直径 D 依存性を明らかにしてきた[2, 3]。本研究では、In 組成の違いによるナノ構造効果の変化を明らかにすることを目的とし、HEATE 法により D の異なる緑色 InGaN ナノピラーを系統的に作製し、PL 再結合確率 τ_{PL}^{-1} を評価した。

図 1 に緑色ナノピラーにおける τ_{PL}^{-1} の D^{-1} 依存性を示す。青色ナノピラーと比較して、全体的に τ_{PL}^{-1} が大幅に増加し、 D の減少に伴って τ_{PL}^{-1} が低下するという異なった傾向を示した。緑色 InGaN では QCSE 増大に伴う輻射成分の低下を考慮すると、結晶性が悪く非輻射成分が大きく増加した結果を反映している。また、In 組成不均一性による面内ポテンシャル揺らぎが大きいため、キャリアの拡散距離が短くなり、表面再結合が起きにくいと考えられる。以上から、緑色 InGaN では HEATE によって貫通転位隔離効果が顕著に起こり、転位密度が減少したと考えられる。さらに、文献[2]の方法により求めた IQE の D 依存性を図 2 に示す。緑色ナノピラーでは表面再結合が抑制され貫通転位隔離効果が顕著に表れた結果、青色ナノピラーと異なり D の減少に伴って IQE が増加したと考えられる。

謝辞：本研究は TI-FRIS, 池谷科学技術振興財団の支援を受けて実施された。

[1] R. Kita, ..., A. Kikuchi, Jpn. J. Appl. Phys. **54**, 046501 (2015). [2] 大音, ..., 菊池, 信学技報 **124**, 9-12 (2024). [3] 小菅, ..., 大音, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 14a-K401-5 (2025).

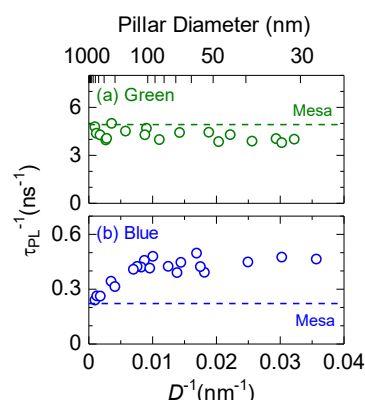


Fig. 1: D^{-1} dependence of τ_{PL}^{-1} value in (a) green- and (b) blue-emitting InGaN/GaN nanopillars.

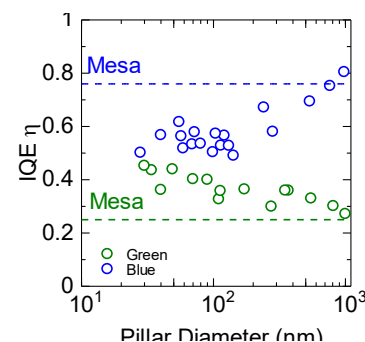


Fig. 2: D dependence of IQE in green and blue InGaN/GaN nanopillars.

ナノコラム側面での表面プラズモンポラリトン結合を用いた
ハニカム格子 InGa_N/Ga_N ナノコラムトップからの赤色発光増強
Red-emission enhancement from honeycomb-latticed InGa_N/Ga_N nanocolumn tops
by using surface plasmon polariton coupling around nanocolumn lateral surface

山形大院理工¹, 慶應大理工², 上智大ナノテク³, 上智大理工⁴, 阪公大院工⁵

○小関恭平¹, 大塚拓登¹, 山田純平^{2,3}, 岡本晃一⁵, 富樫理恵^{3,4}, 岸野克巳³, 大音隆男¹

Yamagata Univ.¹, Keio Univ.², Sophia Nanotech.³, Sophia Univ.⁴, Osaka Metro. Univ.⁵

○K. Koseki¹, H. Otsuka¹, J. Yamada^{2,3}, K. Okamoto⁵, R. Togashi^{3,4}, K. Kishino³, and T. Oto¹

E-mail: t-oto@yz.yamagata-u.ac.jp

InGa_N 系発光素子において赤色発光効率を改善するため、本研究室では規則配列 InGa_N/Ga_N ナノコラム(NC)上のプラズモニック結晶(PIC)導入に関する研究を推進してきた。ナノコラムプラズモニック結晶(NC-PIC)[1]ではナノ結晶効果と表面プラズモンポラリトン(SPP)結合が同時に得られ、発光効率の飛躍的改善が期待される。実際に、ハニカム格子 NC 上に Ag-PIC を導入することによって、~5.9 倍の赤色発光増強を達成した[2]。しかし、作製した NC-PIC はコラムトップが埋まっているため電流注入を考慮した構造になっておらず、基板裏面から光を取り出す必要があり、光取り出し効率の低下が懸念される。本研究では、ハニカム格子 NC 側面に Ag ナノ構造を導入し表面励起で 6 倍を超える赤色発光増強を達成したので報告する。

ハニカム格子 NC 間を塗布ガラス(SOG)で埋め込んで BHF によるエッチングを行った後、Ag を蒸着した。混酸を用いて活性層下までエッチングすることで NC 側面に Ag ナノ構造を作製した。半導体レーザ(405 nm, CW)を用いて NC トップ側から InGa_N 活性層を選択励起し、Ag ナノ構造導入の影響を評価した。図 1 に最隣接コラム間距離 $a = 220$ nm, コラム直径 $D = 190$ nm のハニカム格子 NC における PL 測定の結果を示す。Ag ナノ構造の導入により、表面励起での発光増強を達成した。発光増強機構を調べるために、図 2 に PL 測定から得られた発光増強率と FDTD 法で計算した電界増強率を示す。発光増強率は SPP 共鳴波長の計算結果とほぼ一致しており、PIC 起因の発光増強が起こったと考えられる。波長 624 nm の赤色領域で最大 6.3 倍の発光増強が得られたが、先行研究(裏面励起)[2]の発光増強率(5.9 倍)を上回る結果となった。

謝辞：本研究は TI-FRIS, 光科学技術研究振興財団の支援を受けて実施された。

[1] T. Oto, ..., K. Kishino, Appl. Phys. Lett. **111**, 133110 (2017). [2] 白鳥, ..., 大音, 第 84 回応用物理学会秋季学術講演会, 20p-B101-9 (2023).

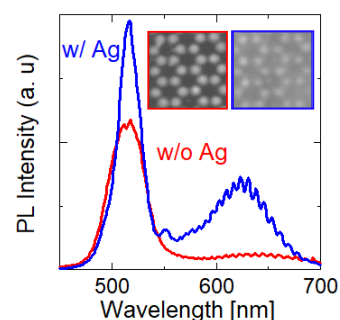


Fig. 1: PL spectra of InGa_N NCs with honeycomb lattice before and after Ag at lateral surface.

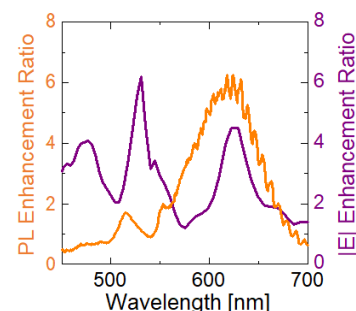


Fig. 2: Enhancement ratio of PL and electric field.

サファイア基板上に CVD 成長させた層状 BN 薄膜の陰極線蛍光評価

Cathodoluminescence studies of layered BN epilayers grown by
chemical vapor deposition on a sapphire substrate

東北大多元研¹, 静大電子研²

○秩父重英¹, 粕谷拓生¹, 辻谷陽仁¹, 原和彦², 嶋紘平¹

IMRAM-Tohoku Univ.¹, RIE, Shizuoka Univ.²

°S. F. Chichibu¹, T. Kasuya¹, H. Tsujitani¹, K. Hara², and K. Shima¹

E-mail: chichibulab@yahoo.co.jp

【はじめに】積層順 AA'で表される六方晶(h)層状 BN は、間接遷移型半導体[1,2]でありながら室温において禁制帯幅(約 6 eV)に相当する波長 215 nm 付近の高効率発光を呈す[2,3]ため深紫外発光材料として期待できる。近年、積層順 AB のグラファイト型 Bernal BN (bBN)[4,5]や積層順 ABC の菱面晶 BN (rBN) [6]の存在・成長が報告されているが、大型かつ品質の高い層状 BN ポリタイプ結晶を得るのは困難である。静大の原らは、原料に BCl₃/NH₃を用いた減圧 CVD 法による c 面サファイア基板上への BN 薄膜成長を報告してきた[7-9]。我々はそれら薄膜の評価を通じ、成長条件によっては bBN が混入することを明らかにした[10]が、母体が hBN ではなく rBN である可能性が示され[9]、多形 BN の発光スペクトルについて精査する必要があると考えられる。本講演では、異なる成長条件で堆積された、bBN セグメントを含む BN 薄膜のカソードルミネッセンス(CL)測定結果について考察する。

【試料】CL 測定を行った BN 薄膜は、BCl₃-NH₃-N₂系ガスを用いて 1300-1400 °C、15 kPa で c 面サファイア基板に CVD 成長させた c 軸配向エピタキシャル層であり、サブマイクロメートル四方の平坦な表面を有するピラー状結晶とそれらの間の平野部から構成されている[7-9]。

【結果と考察】Fig. 1 に bBN セグメントを含む rBN 薄膜の典型的な CL スペクトルを示す。高エネルギー側から bBN に起因する発光(6.035 eV)、主として rBN の間接遷移励起子(iX)の発光群(5.7~6.0 eV)[6]、iX のフォノンレプリカや積層乱れに起因する 5.5 eV 帯[11]が観測された。各発光の CL 強度は成長温度、原料ガスの供給 V/III 比、供給シーケンスに応じて変化した。当日は、CVD 成長条件が hBN/bBN や rBN セグメント形成に与える影響についても考察する。

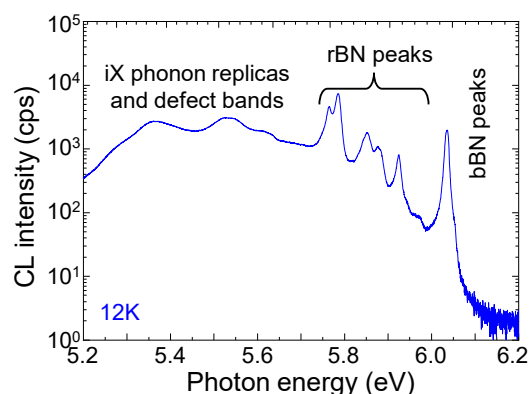


Fig. 1. Representative CL spectrum at 12 K of the BN film grown by CVD on a sapphire substrate.

【謝辞】測定の一部は高屋竣大氏も分担した。科研費(18K04231, 20K20993, 23K17757, 23K22786)およびクロスオーバー・アライアンス/MEXT 等の助成を受けた。【文献】[1] Arnaud 他 PRL **96**, 026402 (2006). 他 [2] Cassabois 他 Nat. Photon. **10**, 262 (2016). [3] 渡邊 他 Nat. Mater. **3**, 404 (2004). [4] Rousseau 他 PR Mater. **5**, 064602 (2021). [5] Rousseau 他 ACS Nano **16**, 2756 (2022). [6] Zanfrognini 他 PRL **131**, 206902 (2023). [7] 梅原 他 JJAP **55**, 05FD09 (2016). [8] 梅原 他 JJAP **60**, 075502 (2021). [9] 太田 他 24 秋応物 18a-P07-3. [10] 秩父 他 APL **120**, 231904 (2022). [11] Cassabois, Valvin, Gil PRB **93**, 035207 (2016).

歪補償 AlGaN/InGaN ブラッグ反射鏡

Strain compensated AlGaN/InGaN distributed Bragg reflector

リコー, °川島 毅士, 上西 盛聖, 木村 千春, 佐藤 俊一

Ricoh Co. Ltd., °Takeshi Kawashima, Morimasa Kaminishi, Chiharu Kimura, Shunichi Sato.

E-mail: takeshi.tk.kawashima@jp.ricoh.com

近年、GaN-VCSEL の開発が活発に進められている。下部反射鏡に AlInN/GaN DBR を用いた GaN-VCSEL は、多層膜反射鏡(DBR)の成長に約 10 時間を要することが報告されている[1]。しかし、製造コストを考慮すると DBR の成長時間を数時間に短縮することが望ましい。成長時間が長くなる主要因の一つとして、AlInN の成長速度が改善されたとはいえ 500nm/h と遅いことが挙げられる。そこで、トリメチルガリウムの供給量により成長速度の制御が可能で、1 μ m/h 以上の成長速度が得られる AlGaN、InGaN、GaN を用い、実用的な成長時間で高反射率の DBR を実現したので報告する。

Fig.1 は波長 440nm の AlGaN/InGaN 歪補償 DBR の 1 周期の構造である。低屈折率層に Al_{0.60}Ga_{0.40}N/GaN の多層膜構造を、高屈折率層に In_{0.04}Ga_{0.96}N を用いている。AlGaN に生じる引張歪と InGaN に生じる圧縮歪を相互に補償することでクラックや欠陥の発生を抑制している。GaN は低屈折率層の平坦化と、AlGaN 成長時の InGaN 保護を目的として挿入している。この周期構造を持つ 60.5 周期の DBR を、(0001)c 面 GaN 基板上に MOCVD で成長させた。図 2 は DBR の反射率スペクトルで、中心波長 441.7nm において 100%に近い反射率が得られ、計算結果に良く一致した。成長条件の最適化および成長中断の短縮により、1 周期を約 5 分、60.5 周期を約 5 時間で成長している。詳細は当日報告する。

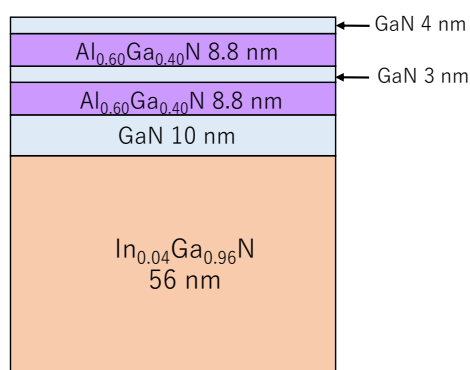


Fig. 1 Schematic of the strain-compensated AlGaN/InGaN DBR with a unit-period

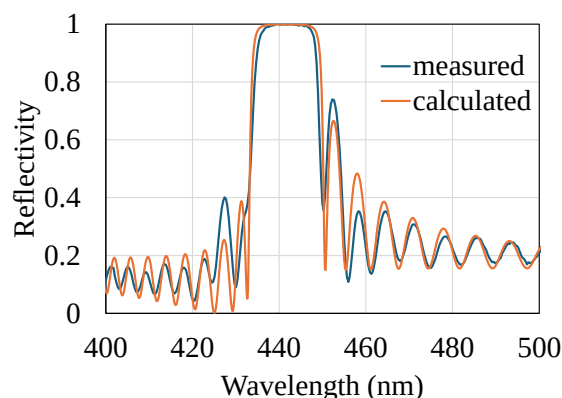


Fig. 2 Reflectivity spectrum of 60.5-period DBR

参考文献

[1] T. Takeuchi, S. Kamiyama, M. Iwaya, and I Akasaki, Rep. Prog. Phys. **82** (2019) 012502.

AlInN/GaN DBR 上 GaInN 量子井戸活性層の発光ピーク波長制御

Emission Wavelength Peak control of GaInN MQWs on AlInN/GaN DBR

名城大・理工¹〇(M2) 荒川 将輝¹, 柴原 直暉¹, 北村 太希¹, 禿子 温教¹,

竹内 哲也¹, 上山 智¹, 岩谷 素顕¹

Meijo Univ.¹, °Shoki Arakawa¹, Naoki Shibahara¹, Taiki Kitamura¹, Atsunori Tokushi¹,

Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹

E-mail: 243428002@ccalumni.meijo-u.ac.jp

我々は、GaN 系面発光レーザ（VCSEL）において、20%を超える電力変換効率を報告した^[1]。VCSEL の更なる効率向上に向けた課題として、デチューニング量の制御が挙げられる。そのためには、GaInN 量子井戸活性層の精密な発光ピーク波長制御が必要である。我々は、サセプタ表面温度制御により、GaN 基板上活性層における発光ピーク波長で±2nm の制御が可能であることを実証した^[2]。本報告では、AlInN/GaN DBR 上活性層でも同様の制御が可能か検討した。

まず、Fig. 1 に示すように、c 面 GaN 基板を用い、下部 DBR なし LED 構造、AlInN/GaN 40 ペア DBR 上 LED 構造の 2 種類の試料をそれぞれ作製し、室温 PL スペクトル測定（パルス YAG レーザー：4 倍波使用）、室温 EL スペクトル測定（電流密度：30kA/cm²）を行った。Fig. 2 に、EL スペクトルの最大強度波長を 0nm と基準化して、PL、EL スペクトルを示す。その結果、下部 DBR なしでは、PL、EL スペクトルともに、同様のスペクトルが得られた。一方、40 ペア DBR 上では、PL スペクトルはスペクトル形状が大きく変化した一方、EL では、DBR なしの場合と同等のスペクトル形状が得られた。以上より、DBR 上では、EL スペクトルを用いることにより、DBR の影響を受けない発光ピーク波長の評価が可能と判断した。

次に、Fig. 3 に、GaInN 量子井戸構造成長中におけるサセプタ表面温度と、下部 DBR なし LED 構造および 40 ペア DBR 上 LED 構造の発光ピーク波長との関係を示す。40 ペア DBR 上 LED 構造の EL 発光ピーク波長が、下部 DBR なし LED 構造の PL 発光ピーク波長より約 8nm 短波長側に位置していた。以上より、40 ペア DBR 上 LED 構造の発光ピーク波長が約 8nm 短波長化することを考慮すれば、波長制御が実証可能であると考えられる。

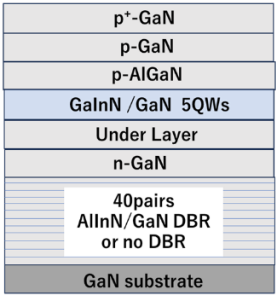


Fig. 1: Sample layer structure (40pairs or no DBR)

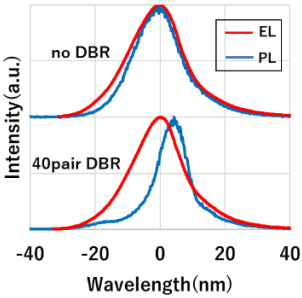


Fig. 2: PL・EL emission spectrum

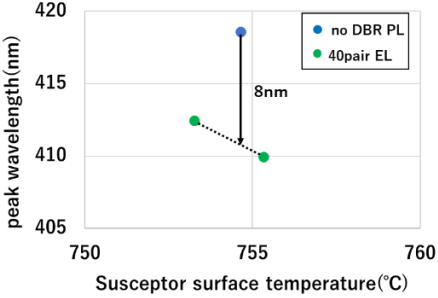


Fig. 3: Comparison of peak wavelength

[参考文献] [1] R. Watanabe, *et al.*, *APL* **124**, 131107 (2024). [2] 荒川将輝 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 16p-A21-3, 2024/9/16. [謝辞] 本研究の一部は、基盤 S(23H05460) の援助により実施した。

VCSEL 共振波長の面内均一化に向けた成長条件の検討

Investigation of growth conditions for resonance wavelength uniformity in VCSELs

名城大・理工¹, 荒川 将輝¹, [○]北村 太希¹, 柴原 直暉¹, 禿子 温教¹,

竹内 哲也¹, 岩谷 素顕¹, 上山 智¹

Fac.Sci.&Tech., Meijo Univ.¹, Shoki Arakawa¹, [○]Taiki Kitamura¹,

Naoki Shibahara¹, Atsunori Tokushi¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹

E-mail: 253428014@ccalumni.meijo-u.ac.jp

近年、GaN 面発光レーザー (VCSEL) の研究開発が進められており、高効率化やアレイ化の展開が期待されている。特にアレイ化に向けて、素子特性の均一化が求められる。これを妨げる要因の一つに、VCSEL 共振器の共振波長の面内不均一が挙げられる。我々の GaN VCSEL では、基板外周 16 mm から中心に向けて共振波長が徐々に長くなり、3 mm 付近までに約 1.5% の増加が見られた。これにより、ミラー損失が 3 倍以上に増加すると見積もられ、実際、素子特性が大きく変化している。本研究では、共振波長の面内均一性の改善を目的に、共振器の 7 割を形成する n-GaN の成長条件、特に成長圧力に着目して検討を行った。

MOVPE 法により、サファイア基板上に 10 ペアの AlInN/GaN DBR を形成後、傾向把握のために、n-GaN の代わりとして、4λ アンドープ GaN 共振器を成長圧力 10、15、20、90 kPa (VCSEL と同じ) と変化させて形成した (Fig. 1)。共振波長は、反射率スペクトル測定から、DBR のストップバンド内に見られるディップを測定することにより判断した。ここで、本実験ではサファイア基板を用いたため、Fig. 2 に示すように、ディップそのものが指し示す波長は基板に起因する干渉から影響を受ける。そこで、ディップの半値幅を求め、その半値幅の中央値を共振波長と定義した。この定義に基づいて、基板外周 16 mm から基板中心に向かって 3 mm までの各位置で測定を行った。このとき、16 mm 位置において共振器長の制御^[1]を行っており、その点の共振波長を基準とした。Fig. 3 に、各成長圧力における共振波長の面内分布を示す。90 kPa における面内分布は VCSEL の分布と一致することから、VCSEL 面内不均一の要因は n-GaN であるとわかる。同様の分布は 20 kPa まで観測されたが、15 kPa では面内分布が 0.7% まで低減し、10 kPa では傾向が反転しつつ、その面内分布は 0.6% まで低減した。これにより、ミラー損失の増加は 90 kPa での約 3 倍から約 1.5 倍にまで抑制できると見積もられる。

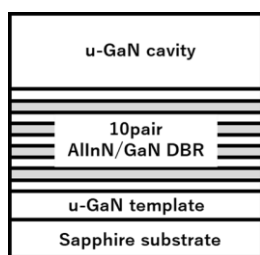


Fig.1 Sample structure

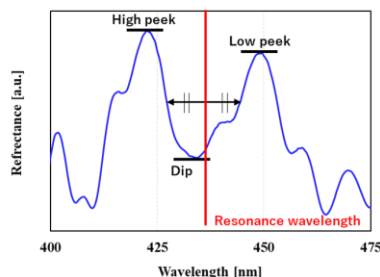


Fig.2 Resonance wavelength determination method on sapphire substrate

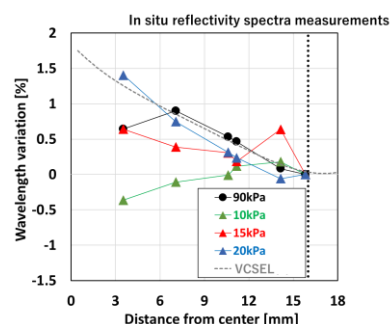


Fig.3 In-plane distribution of resonance wavelength variation

[参考文献] [1] T. Nagasawa, et al., JJAP 62, 066504 (2023).

[謝辞] 本研究の一部は、基盤 S (23H05460) の援助により実施した。

GaN 面発光レーザーの効率化に向けた素子抵抗の低減

Reducing device resistance for higher efficiency of GaN-based vertical-cavity surface-emitting lasers,

名城大・理工¹, ○(M1) 禿子温教¹, 柴原 直暉¹, 荒川 将輝¹, 北村 太希¹

竹内 哲也¹, 岩谷 素顕¹, 上山 智¹

Fac.Sci.&Tech., Meijo Univ.¹, ○Atsunori Tokushi¹, Naoki Shibahara¹, Shoki Arakawa¹,

Taiki Kitamura¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹

E-mail: 253428023@ccalumni.meijo-u.ac.jp

これまでに我々は、波長 418nm の GaN 面発光レーザー (VCSEL) の電力変換効率として 26%^[1]を報告した。この時、投入電力の約半分が電氣的損失になっており、電力変換効率向上には電圧低減が必須である。本研究では、まず、我々の GaN VCSEL の素子抵抗の内訳を検討した。その後、この抵抗の主な原因と考えられる、VCSEL 特有の横方向電流注入における抵抗低減を検討した。

Fig.1 に、上記効率 26% (電流 8.3 mA、駆動電圧 5.5 V) を示した VCSEL の I-V 特性を示す。この VCSEL の素子抵抗は 130Ωであった。この抵抗の主な成分として、Fig.2 に示すように、①ITO 横方向抵抗、②ITO/p-GaN 界面接触抵抗、③p-GaN 縦方向抵抗、および、④n-GaN 横方向抵抗が考えられる。ホール測定による、ITO、n-GaN、p-GaN 抵抗率値を用いて計算したところ、①50Ω、③30Ω、④31Ωであった。ここで、VCSEL の素子抵抗は 130Ωであることから、残りの②を含む抵抗は 19Ωと推定した。結果として、①、④の横方向の抵抗成分が大きいことがわかる。

次に上記抵抗低減を試みた。試料として、DBR がない点を除き、5 μm 径 VCSEL と同じ構造である LED を 2 種類作製した。一つ (LED1) は、④の低減として、n-GaN の膜厚を約 2.6λ (425nm) から約 12λ (1.98 μm) に増加させた構造であり、もう一つ (LED2) は、それに加え、①の低減として、抵抗率を下げた ITO 電極 ($5.7 \times 10^{-4} \rightarrow 3.2 \times 10^{-4} \Omega \text{cm}$) を用いた構造である。計算上、素子抵抗は n-GaN 膜厚増加で 24Ω、低抵抗率 ITO で 22Ω下がる。Fig.3 に各素子の J-V 特性を示す。VCSEL の素子抵抗が 130Ωであるのに対し、LED1 では 100Ω、LED2 では 74Ωであった。すなわち、n-GaN 膜厚増加で 30Ω、低抵抗率 ITO で 26Ω下がり、ほぼ計算通りの結果となった。LED2 では、駆動電圧は 4.8V (電流 8.3 mA 時) まで下がり、VCSEL において同様に電圧を下げることであれば、計算上電力変換効率が 30%を超える。

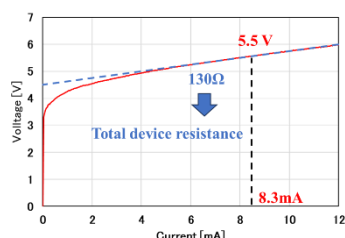


Fig.1 IV characteristics of VCSEL

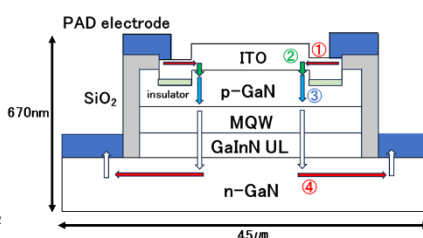


Fig.2 Current path

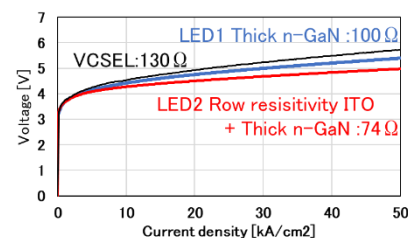


Fig.3 JV characteristics

[参考文献] [1] R. Watanabe, et al., Appl. Phys. Lett.124,131107(2024)

[謝辞] 本研究の一部は、基盤 S(23H05460) の援助により実施した。

GaN 系面発光レーザの発光径によるレーザ特性への影響

Effect of aperture on laser characteristics of
GaN-based vertical-cavity surface-emitting lasers

名城大・理工¹ ○^(M2) 柴原直暉¹, 荒川将輝¹, 禿子温教¹, 北村太希¹,
上山智¹, 岩谷素顕¹, 竹内哲也¹

Meijo Univ., Naoki Shibahara, Shoki Arakawa, Atsunori Tokushi, Taiki Kitamura,
Satoshi Kamiyama, Motoaki Iwaya, Tetsuya Takeuchi

E-mail: 243428023@ccmailg.meijo-u.ac.jp

GaN 系面発光レーザ (VCSEL) は、2008 年に室温連続発振が報告されて以降、構造設計や結晶成長技術の進展により、高効率化・高出力化に関する研究が進められてきた。我々は、GaN 系 VCSEL の電力変換効率 (WPE) として最大 26%を報告している^[1]。本研究室ではこれまでに、発光径 5~20 μm の VCSEL を作製し、発光径 5 μm の素子において、熱的ロールオーバー特性や熱抵抗の低さにより効率が向上することを確認している^[2]。さらなる高効率化を目指し、本研究では発光径を 5 μm 未満に縮小した VCSEL を新たに作製し、小径化がレーザ特性に与える影響を検討した。

Fig. 1 に示すように、GaN 基板上に VCSEL 構造を形成し、発光径 3、4、5 μm の素子を作製した。これらの素子は室温における連続波動作下で評価を行い、光出力および電流-電圧特性に基づいて WPE を算出した。図 2 に示すように、しきい値電流は発光径の縮小に伴い、5 μm で 1.0 mA、4 μm で 0.7 mA、3 μm で 0.4 mA と順に低減した。一方で、駆動電圧は小径化により上昇し、特に発光径 3 μm の素子ではスロップ効率の低下も確認された。その結果、図 3 に示すように WPE は 4 μm 素子で 27%と最も高く、5 μm で 25%、3 μm で 17%となった。これらの結果から、VCSEL の高効率動作には発光径の最適化が重要であることが示唆された。今後は、4 μm 素子において WPE が最大となった要因を詳細に解析し、光学的損失や熱抵抗の定量的な評価を通じて、さらなる高効率化を目指す。

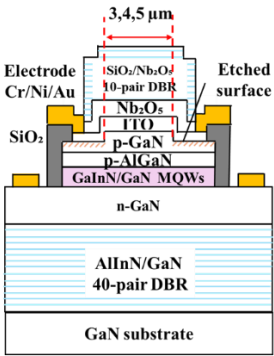


Fig. 1 VCSEL structure

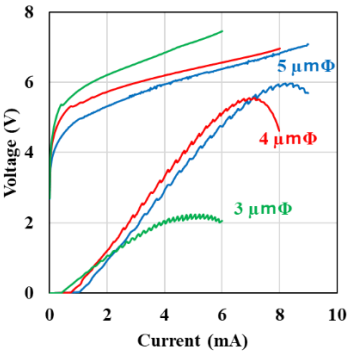


Fig. 2 I-V-L characteristics

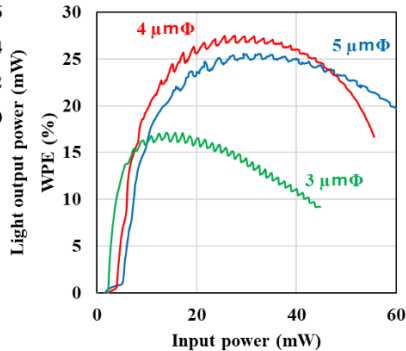


Fig. 3 Input power-WPE characteristics

[参考文献] [1] 柴原直暉 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 16p-A21-2, 2024/9/16 [2] R. Watanabe, et al., Appl. Phys. Lett. 124, 131107 (2024).
[謝辞] 本研究の一部は、科研費基盤 S(23H05460) の援助により実施した。

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

[9a-N301-1~11] 15.4 III-V-group nitride crystals

[9a-N301-1]

Study on exfoliation of epitaxial nitride thin films on graphene/SiC substrates

○(M2)Mana Tomizawa¹, Minjae Jun¹, Kohei Ueno¹, Ting Pan², Hodaka Hamamoto², Keisuke Takemoto², Kenta Emori², Hiroshi Fujioka¹ (1.Univ. of Tokyo, 2.Nissan Motor Co., Ltd.)

[9a-N301-2]

Fabrication of ternally alloy semiconductor template of AlGaIn using nanochannel epitaxy

○Shigeya Naritsuka¹, Takuya Takahashi¹, Ryuya Matsumoto¹, Kouki Nagase¹, Takahiro Maruyama¹ (1.Meijo Univ.)

[9a-N301-3]

RF-MBE GaN Growth on Patterned SiC Substrate Fabricated by PEM Stamping

○Yoshiki Okubo¹, Atsushi Ota¹, Trang Nakamoto², Takashi Fujii³, Junji Murata¹, Tsutomu Araki¹ (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO, 3.ROST)

[9a-N301-4]

Misfit accommodation in a single atomic InN layer at a highly mismatched InN/GaN

Tomiki Nagase¹, Kenta Chokawa¹, Emi Kano¹, Keisuke Fukuta¹, Kenji Shiraishi¹, Atsushi Oshiyama¹, Tsutomu Araki², Onobuyuki Ikarashi¹ (1.Nagoya Univ., 2.Ritsumeikan Univ.)

[9a-N301-5]

p-AlGaIn EBL for Improved Current Injection Efficiency Higher Quality p-AlGaIn EBL

○Mahiro Oguchi¹, Rie Togashi^{1,2}, Katsumi Kishino^{1,2} (1.Sophia Univ., 2.Sophia Nanotech.)

[9a-N301-6]

Development of Uni-Traveling-Carrier Photodiode Based on MoS₂/GaN Heterojunction for Visible-Light Detection

○Takuya Kadowaki¹, Takahiro Serikawa¹, Akihide Ichikawa¹, Yuji Ohmaki¹, Koji Usami¹, Yoichi Kawakami¹, Yoshihiro Iwasa², Hisashi Ogawa¹ (1.NICHIA Corp., 2.RIKEN CEMS)

[9a-N301-7]

Second Harmonic Generation in Horizontally Stacked AlN/SiN_x Waveguide

○Hiroto Honda¹, Masahiro Uemukai¹, Tomoyuki Tanikawa¹, Ryuji Katayama¹ (1.The Univ. Osaka)

[9a-N301-8]

Substrate exfoliation by Laser Lift-Off and surface roughening for high LEE UV-C LEDs

○(M2)Sena Miura¹, Maho Fujita¹, Teppei Takehisa¹, Hibiki Muto¹, Kenta Takase¹, Marina Fujita¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹, Hisanori Ishiguro¹, Koji Okuno^{1,2}, Yoshiki Saito^{1,2} (1.Meijo Univ., 2.Toyoda Gosei)

[9a-N301-9]

Increase in External Quantum Efficiency of Deep Ultraviolet Micro LED Arrays with Mesa Size Miniaturizing

○Yuma Yamaguchi¹, Shigeya Kimura¹, Tetsuya miyagawa¹, Rei Hashimoto¹, Shinji Saito¹, Shinya Nunoue¹ (1.Toshiba Corporation)

[9a-N301-10]

Analysis of alteration layer formed by treating AlGaIn with saturated vapor pressure water

○(DC)Eri Matsubara¹, Sho Iwayama¹, Motoaki Iwaya¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹,
Takahiro Maruyama¹, Hideto Miyake² (1.Meijo Univ, 2.Mie Univ)

[9a-N301-11]

Low-Temperature Water Lift-Off for Sapphire Removal in Vertical UV-B LEDs

○Yuma Miyamoto¹, Takumu Saito¹, Yusuke Sasaki¹, Seiya Kato¹, Naoki Kitta¹, Sho Iwayama¹,
Hideto Miyake², Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.Mie
Univ.)

グラフェン/SiC 基板上窒化物エピタキシャル薄膜の剥離に関する検討

Study on exfoliation of epitaxial nitride thin films on graphene/SiC substrates

東大生研¹, 日産自動車², ○富澤真奈¹, ジョンミンジェ¹, 上野耕平¹, 潘テン², 濱本穂高², 竹本圭佑², 江森健太², 藤岡洋¹

Univ. of Tokyo¹, Nissan Motor Co., Ltd.²,

○Mana Tomizawa¹, Minjae Jun¹, Kohei Ueno¹, Ting Pan², Hodaka Hamamoto², Keisuke Takemoto², Kenta Emori², Hiroshi Fujioka¹,

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

【背景】 グラフェンをはじめとする二次元材料を、結晶成長用基板と成長薄膜の中間層として用いた結晶成長手法は、機械的な薄膜剥離が可能であることから、フレキシブルデバイスの作製や基板の再利用を目的として研究が進められている。[1] 特に、SiC 基板のアニール処理によって形成されるエピタキシャルグラフェン(グラフェン/SiC)は、近年の単結晶成長技術の進展に伴い、8 インチ程度の大口径化が実現されており、窒化物半導体の成長用基板として有望である。[2] これまで我々のグループでは、パルススパッタ堆積(PSD)法による低温プラズマプロセスを用いることで、グラフェン/SiC 基板上に窒化物薄膜のエピタキシャル成長が可能であることを報告してきた。[3] 本研究では、グラフェン/SiC 基板上に PSD 成長した窒化物薄膜の機械的剥離プロセスについて検討を行ったので、その詳細について報告する。

【実験方法】 図 1 には剥離プロセス概略を示す。グラフェン/4H-SiC 基板(グラフェン層数: 6~7 ML)上に PSD 成長した窒化物半導体薄膜に対して、スピンドットにより液状シリコンゴムを塗布した。支持基板を貼り合わせた後、UV 照射および 60°Cでのベーキング処理によって硬化させた。その後、液体窒素中で冷却し、剥離実験を行った。

【結果と考察】 貼り合わせ後に取得した光学顕微鏡像からは、シリコンゴムと窒化物薄膜の界面が均一に形成されており、試料全体にわたって気泡の混入や薄膜のクラック発生が十分に抑制されていることを確認した。このように作製された試料を液体窒素中で冷却すると、自発的な剥離が生じた。剥離後に得られた両側の表面を AFM で観察した結果、SiC 基板のステップ構造に由来するモフォロジーが双方に観察され、急峻な剥離面が形成されていることが示された。また、ラマン散乱測定により、グラフェンの 2D ピークが両側に検出されたことから、この剥離はグラフェン層間で生じたものと考えられる。

【参考文献】 [1] H. Kim *et al.*, Nat. Rev. Methods. Primers., 2, 40, (2022) [2] W. A. de Heer *et al.*, Solid. State. Commun., 143, 92, (2007) [3] ジョンミンジェ他, 第 71 回応用物理学会春季学術講演会, 25a-21C-9

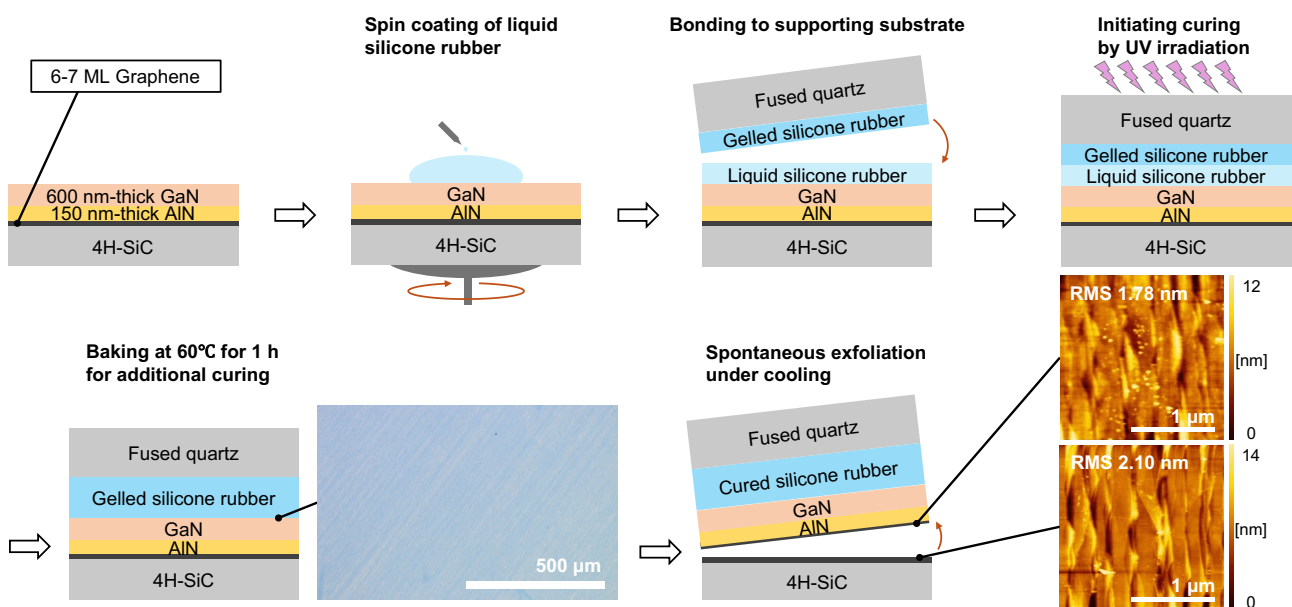


Fig.1 Schematic illustration of the exfoliation process for nitride thin films on Graphene/ 4H-SiC substrate.

ナノチャンネルエピタキシーを用いた 3元混晶 AlGa_N テンプレートの作製

Fabrication of ternally alloy semiconductor template of AlGa_N using nanochannel epitaxy

名城大理工¹ °成塚 重弥¹, 高橋 拓也¹, 松本 龍矢¹, 長瀬 瑚海樹¹, 丸山 隆浩¹

Meijo Univ.¹, °Shigeya Naritsuka¹, Takuya Takahashi¹,

Ryuya Matsumoto¹, Kouki Nagase¹, and Takahiro Maruyama¹

E-mail: narit@meijo-u.ac.jp

2元混晶基板を用いた3元混晶層の成長においては格子整合差により多量の転位が発生してしまうので、格子整合条件が保たれる所望の組成を持つ3元混晶基板の実現が待たれている。しかし、3元混晶基板はその技術的困難さにより未だ得られていない。近年、我々はグラフェンマスクを用いることにより、ナノチャンネルエピタキシーを実現した。ナノチャンネルエピタキシーでは、ナノサイズの開口を用いることでヘテロエピタキシーにおける転位の発生が抑制できる。今までに GaN ならび GaAs のナノチャンネルエピタキシーにおいて、転位密度の低減に成功している[1-2]。今回は、3元混晶である AlGa_N のナノチャンネルエピタキシーをおこない、3元混晶成長用のテンプレート基板の作製を試みたので報告する。

c 面サファイア基板上にナノサイズの開口を設けたグラフェンマスクを作製し、成長基板として用いた。分子線エピタキシーにより AlGa_N のナノチャンネルエピタキシーをおこなった。ちなみに、分子線エピタキシーでは、分子線強度の調節により自在に3元混晶の組成を制御することが可能である。また、2元混晶もしくは3元混晶の成長の難易度もほぼ変わらない。加えて、ナノチャンネルエピタキシーによれば、サファイア基板上に転位密度の低いヘテロエピタキシー層を得ることが可能である。以上より本手法によれば、転位密度の低い AlGa_N テンプレートが得られる期待が大きい。

成長した AlGa_N 層の表面 SEM 像を図1に示す。比較的平坦な成長層が得られていることが分かる。また、図2に示す X 線回折 $\theta/2\theta$ プロファイルから、回折ピークが 35.06° に検出され、AlN 組成 0.26 の3元混晶テンプレート得られたことが分かる。

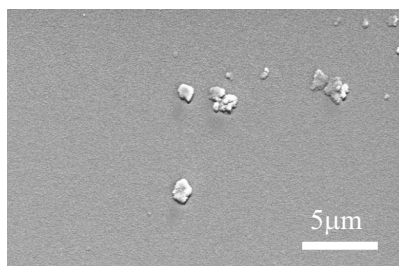


Fig.1 Surface SEM image of AlGa_N nanochannel epitaxy.

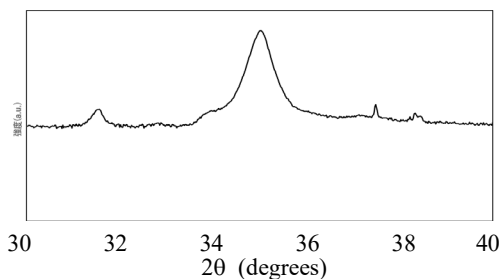


Fig.2 X-ray diffraction profile of $\theta/2\theta$ measurement of AlGa_N nanochannel epitaxy.

参考文献 [1] S. Naritsuka et al., J. Cryst. Growth, 630 (2024) 127593. [2] 大住彩花 他, 2025 応物春 25a-21C-1.

PEM スタンプ加工により作製した SiC パターン基板上への RF-MBE GaN 成長

RF-MBE GaN Growth on Patterned SiC Substrate Fabricated by PEM Stamping

立命館大理工¹, R-GIRO², 立命館大総研³

○大久保佳輝¹, 太田篤志¹, 中本トラン², 藤井高志³, 村田順二¹, 荒木努¹

Ritsumeikan Univ.¹, R-GIRO², ROST³

°Y. Okubo¹, A. Ohta¹, T. Nakamoto², T. Fujii³, J. Murata¹, T. Araki¹

E-mail: re0183ii@ed.ritsumeik.ac.jp

選択横方向成長 (ELO: Epitaxial Lateral Overgrowth) 技術は、GaN 薄膜のエピタキシャル成長に適用されることで劇的な低転位密度化を可能にし[1, 2]、青紫色半導体レーザーの実用化に道を開いた。その後も様々な基板上への ELO 技術が開発され、窒化物半導体の高品質結晶成長や光・電子デバイス応用において不可欠な技術となって発展してきている。一方、ELO に用いられる成長用基板には、マイクロオーダーの微細パターン加工を施す必要があり、フォトリソグラフィによるパターン形成、酸化膜などの成膜、エッチングなど、工程が複雑であることや加工コストが課題とされている。そこで、我々は高分子電解質膜 (PEM) を用いたパターン加工技術に着目した[3]。この方法は、複雑な装置や工程が不要で、わずか数秒間の加工時間でマイクロおよびナノスケールの酸化膜 (SiO₂) パターンを基板上に形成することが可能である。今回は、この PEM スタンプ加工により作製したパターン基板を ELO 技術に適用可能かどうか検証することを目的とし、初期検討として、RF-MBE 法を用いた GaN 成長を試みた結果について報告する。

10 mm 角 SiC(0001)基板の中央 5 mm 角領域に PEM スタンプ加工を用いて SiO₂ のストライプマスクパターンを形成した。Fig. 1 にパターン加工領域の AFM 像を示す。SiO₂ マスク部分の高さは約 80 nm で、ストライプ幅は約 2.0 μm 、間隔は約 2.5 μm である。この SiC 基板上に RF-MBE 法を用いて GaN を 60 min 成長した。窒素流量 1 sccm、窒素プラズマパワー 500 W、Ga フラックス 3.1×10^{-7} Torr、成長温度 780°C の条件で成長した。成長温度は基板ヒーター部に取り付けられた熱電対の温度である。Fig. 2 に成長後の表面 SEM 像を示す。SiO₂ マスク間の SiC 上には、パターン形成してない領域の SiC 上と同様なモフォロジーをもつ GaN が成長している。一方、SiO₂ マスク上にも成膜が起こっている様子がわかる。MBE 法では MOCVD 法と比較して成長温度が低く非平衡状態での結晶成長が起こるため、一般的に SiO₂ マスクパターンを利用した選択成長は得られにくく、選択成長を実現するためにはより高温での成長が必要である[4, 5]。Fig. 3 に加工パターン部の拡大した SEM 像を示す。SiO₂ マスク上には SiC 上と比較して荒れたモフォロジーをもつ膜が成長しており、多結晶の GaN が堆積していると考えられる。

[1] A. Ushi *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. 36, L899 (1997). [2] O.H. Nam *et al.*, Appl. Phys. Lett. 71, 2638 (1997). [3] K. Yamazaki, J. Murata *et al.*, Small Methods 8, 2301787 (2024). [4] Z. Yu *et al.*, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. 4, 447 (1999). [5] Y. Nagase *et al.*, J. Cryst. Growth 324, 88 (2011).

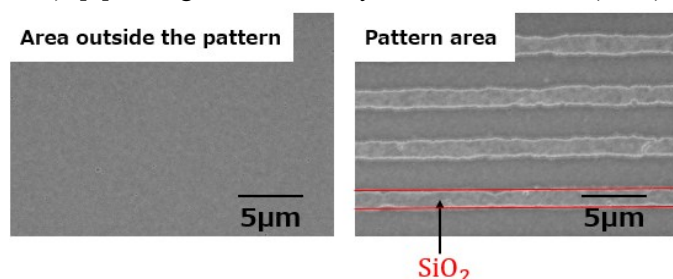


Fig. 2 Plan-view SEM images of GaN surfaces.

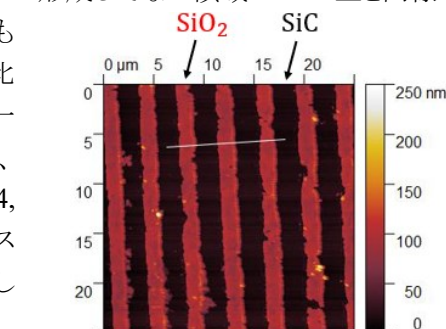


Fig. 1 AFM image of patterned SiC substrate fabricated by PEM stamping.

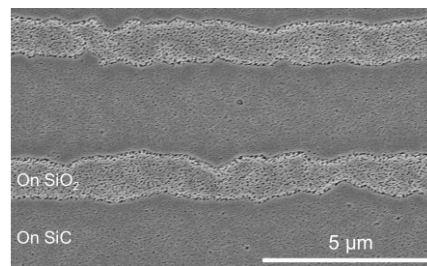


Fig. 3 SEM image of patterned SiC area.

InN/GaN(0001)界面における界面 1 原子層での格子不整合緩和

Misfit accommodation in a single atomic InN layer at a highly mismatched InN/GaN

名大¹、立命館大² 長瀬知輝¹、長川健太¹、狩野絵美¹、福田圭祐¹、

白石賢二¹、押山淳¹、荒木努²、[○]五十嵐信行¹

Nagoya Univ.¹, Ritsumeikan Univ.², Tomoki Nagase¹, Kenta Chokawa¹, Emi Kano¹, Keisuke Fukuta¹,
Kenji Shiraishi¹, Atsushi Oshiyama¹, Tsutomu Araki², Nobuyuki Ikarashi¹

E-mail: ikarashi@imass.nagoya-u.ac.jp

[はじめに]

ヘテロエピタキシャル構造を用いたバンド構造制御は、半導体物性の人為的制御の主要な技術の一つである。一方で、ヘテロ構造で不可避の格子不整合に起因する、界面の misfit dislocation (MD) は、物性の創出や制御の妨げとなってきた。とくに、格子不整合が大きいヘテロ界面(格子不整合 > 数%)の、格子不整合緩和機構は、今日でも十分に解明されていない。本研究では、InN/GaN 界面(11.1%不整合)の原子配列と格子不整合緩和機構を、原子分解能電子顕微鏡法と大規模密度汎関数計算を用いて明らかにする。

[サンプル・手法]

実験：InN/GaN(0001)構造の形成には RF-MBE を用いた。界面の原子配列の観察には HAADF-STEM 平面・断面観察を用いた。

第一原理計算：GaN と InN の各 3 原子層を重ねたモデルを用い、(0001)面の単位胞は、InN と GaN の格子不整合にあわせ、InN 9×9 と GaN 10×10 とした。計算には RSDFT[1]を用いた。

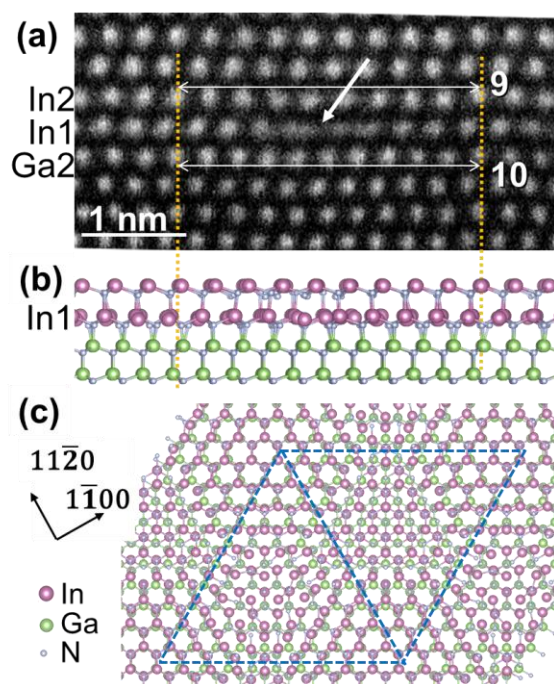
[結果と結論]

InN/GaN 界面原子配列の断面観察例を図 a に示す。輝点は III 族原子の観察像である。In1 と示した原子層の、矢印で示した近傍ではウルツ鉱構造とは異なる原子配列が観察されている。また、In1 に隣接する In2 層と Ga2 層では、図中 2 本の縦点線の間の、両層の輝点の数を比較すると、前者の原子間隔の 9 倍が、後者の原子間隔の 10 倍と一致することが観察される。

これは、In2 と Ga2 が、それぞれ、InN と GaN であることを示している。

上記結果と HAADF-STEM 平面観察結果とに基づいて、界面の原子配列を推定し、第一原理計算によって、その安定性を検討した。得られた原子配列モデルを図 b, c に示す。モデルは、この界面では、界面の InN の 1 原子層において、原子配列が変化し、この変化によって、MD を作らずに、InN と GaN をつなぐボンドのネットワークが形成されることを示している。

講演では、界面の原子配列と格子不整合緩和機構について詳述する。



(a) [11-20] HAADF-STEM image of the interface. Atomic arrangement changes at the arrowed part in In1 layer. The 9-fold distance of bright dots in In2 matches the 10-fold distance of that in Ga2.

Atomic model. (b) cross-sectional-view and (c) plan-view. Dotted diamond shows the supercell.

[1] Iwata, et al., J.Comp.Phys. **229**, 2339 (2010).

[2] Nagase et al., JAP. **137**, 055702 (2025).

電流注入効率改善のための p-AlGaN EBL の高品質化

p-AlGaN EBL for Improved Current Injection Efficiency

Higher Quality p-AlGaN EBL

上智大学理工¹, 上智大ナノテク² ○(M1)小口 真大¹, 富樫 理恵^{1,2}, 岸野 克巳^{1,2}

Sophia Univ.¹, Sophia Nanotech. Res. Center², ○M. Oguchi¹, R. Togashi^{1,2}, K. Kishino^{1,2}

E-mail: m-oguchi-3n4@eagle.sophia.ac.jp

はじめに: ナノコラム(NC)では格子歪抑制などのナノ結晶効果により、赤色域でも優れた発光特性が期待される[1]。我々のグループでは、オンウエハー-EQE: 2.1%の赤色 NC-LED を実現したが[2]、Mg の過剰ドーピングに起因する欠陥が p-GaN クラッド層にみられた。そこで前回の応用物理学会では、Mg ドープ量を減少させて LED 結晶を作製したところ、電流-電圧特性は改善されたが、AlGaIn-EBL 層の表面に凹凸が残り、その平坦化に課題が残った[3]。そこで本研究では、AlGaIn 表面平坦化を目指してシャッター制御法を採用し、成長温度を 100°C 増加させることで Al 表面マイグレーションを促進させながら LED 結晶を成長した。

実験・結果: 従来条件で AlGaIn-EBL を成長させた LED の発光近視野像とその EL スペクトルを Fig. 1(a), (b)に示す。発光分布の不均一性が見られ、これは AlGaIn-EBL 表面の凹凸によるナノコラム間の電流注入効率のばらつきに起因すると考えられる。この課題に対処するため、GaIn 基板上に Ti マスク選択成長法を用いて、InGaIn/AlIn/AlGaIn MQW (5 ペア) を発光層とする pn 接合 NC 結晶を作製した。従来条件に対して AlGaIn の成長温度を、+50°C および+100°C と高温に設定して比較を行った。AlGaIn 成長中にはシャッター制御法を適用し、窒素シャッターを断続的に閉じることで Al および Ga の表面マイグレーションを促進させた。さらに、100°C 高温条件で成長した AlGaIn-EBL 結晶では、InGaIn/AlGaIn MQW 成長後にキャップ層 (AlGaIn/GaN SL: 5 ペア) を導入し、高温成長時の In 離脱の抑制を図った。Fig. 2 は成長 NC 結晶の SEM 俯瞰像であり、従来条件 (a)に対して、100°C 高温成長条件 (b)では、より均一なトップ形状を有する NC 結晶が得られた。詳細は当日議論する。

謝辞: 本研究は、公益財団法人池谷科学技術振興財団 単年度研究助成 (2025 年度) および公益財団法人村田学術振興・教育財団 研究助成 (2025 年度) の支援を受けて実施した。

参考文献:

[1] K. Kishino and S. Ishizawa, *Nanotechnology* **26**, 225602 (2015). [2] K. Kishino *et al.*, *Appl. Phys. Express* **17**, 014004 (2024). [3] 小口, 富樫, 岸野, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 16a-P08-2 (2025).

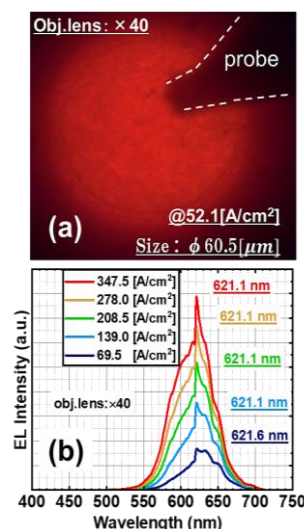


Fig. 1 (a) Near-field emission image of the NC-LED with $\phi 60.5 \mu\text{m}$ window and (b) EL spectra as a function of injection current density.

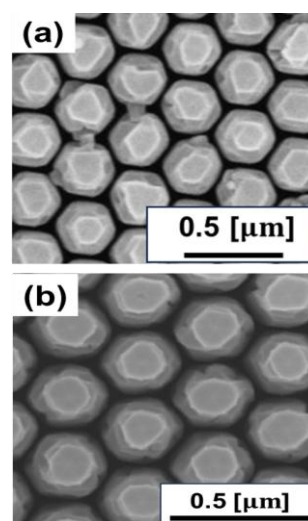


Fig. 2 Top view SEM images of AlGaIn-EBL grown at (a) conventional and (b) +100°C growth temperatures, where (b) used the shutter control method.

MoS₂/GaN ヘテロ接合を用いた可視帯域動作の単一走行キャリアフォトダイオード(UTC-PD)の開発

Development of Uni-Traveling-Carrier Photodiode Based on MoS₂/GaN Heterojunction for Visible-Light Detection

日亜化学工業(株)¹, 理研 CEMS²

○門脇 拓也¹, 芹川 昂寛¹, 市川 諒英¹, 大巻 雄治¹, 宇佐見 康二¹, 川上 養一¹, 岩佐 義宏², 小川 尚史¹

Nichia Corporation¹, RIKEN CEMS²

○Takuya Kadowaki¹, Takahiro Serikawa¹, Akihide Ichikawa¹, Yuji Ohmaki¹, Koji Usami¹, Yoichi Kawakami¹, Yoshihiro Iwasa², Hisashi Ogawa¹

E-mail: takuya.kadowaki@nichia.co.jp

【はじめに】UTC-PD は電子のみがキャリアとして移動するため、高い飽和電力と超高速動作の特徴をもち通信や高速オプトエレクトロニクス分野で注目されている[1]。しかし、より広範な応用に向け動作波長を可視領域に拡張することは、UTC-PD に必要な type-II バンドアライメントを満たす半導体の組み合わせが不足しているため困難である。今回我々は、Fig.1 に示すように光吸収層に二硫化モリブデン(MoS₂)、キャリア走行層に窒化ガリウム(GaN)を用いた 2D/3D ヘテロ構造の新しいタイプの可視域で動作する UTC-PD を考案したので報告する[2]。

【素子作製】Fig.2 に作製した MoS₂/GaN UTC-PD のデバイス構造を示す。MoS₂ は、MOCVD で GaN/Sapphire 基板に直接成膜した。その後、RIE プロセスによりメサ構造を形成し、スパッタにより電極を形成した。素子の受光面は直径 60 μm で、Sapphire 側から光を入射し動作させる。

【実験・考察】Fig.3 に作製した素子の周波数応答特性を示す。実験系は、波長 465 nm のシングルモードレーザー、位相変調器を用いた干渉計で構成し、光電流の AC 信号をネットワークアナライザで解析した。図中のグレー線は測定の実データを示し、低周波帯域で測定系の電氣的なノイズが大きいため、スムージングした結果を青線で示す。作製したデバイスは GHz 以上の高周波帯域まで応答していることがわかる。さらに図中の黒線は素子の寄生容量の実測値で計算した RC 回路モデルを示す。実験データと RC 回路モデルが良く一致していることからデバイスのカットオフ周波数は 5 GHz と見積もれた。また、量子効率約 1%であった。以上の結果から、現状の光応答帯域は RC カットオフで制約されており、GaN の電子トランスポートはずっと高速である可能性を示唆しており、MoS₂/GaN UTC-PD の動作を実証した。

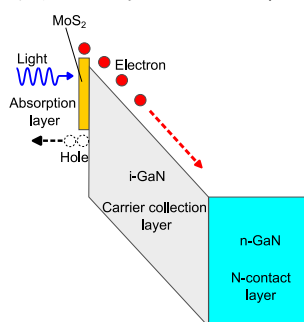


Fig.1 Band structure of a MoS₂/GaN UTC-PD

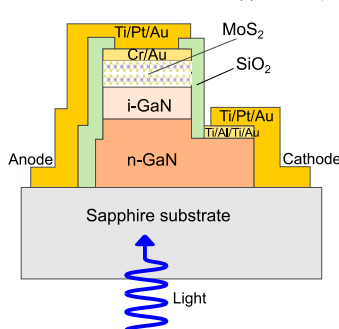


Fig.2 Cross-sectional schematic image of the device structure

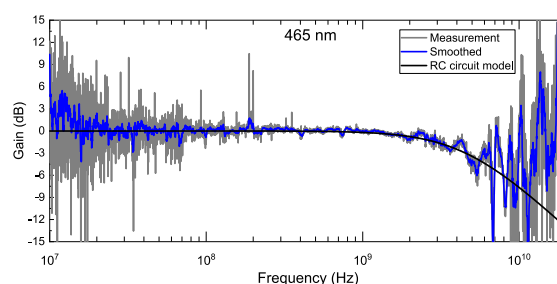


Fig.3 Frequency response characteristics of the device at a wavelength of 465 nm

[1] T. Ishibashi and H. ITO, Journal of Applied Physics, **127**(3) 031101 (2020).

[2] T. Kadowaki, et al., arXiv:2506.11488; <https://doi.org/10.48550/arXiv.2506.11488>

AlN/SiN_x 水平積層導波路による第二高調波発生

Second Harmonic Generation in Horizontally Stacked AlN/SiN_x Waveguide

阪大院工 ○本田 啓人, 上向井 正裕, 谷川 智之, 片山 竜二

The Univ. of Osaka °Hiroto Honda, Masahiro Uemukai, Tomoyuki Tanikawa and Ryuji Katayama

E-mail: honda.h@qoe.eei.eng.osaka-u.ac.jp

光パラメトリック下方変換(OPDC)によって発生する光子対やスクイーズド光は量子情報処理に用いられ、光集積回路(PIC)に OPDC デバイスを搭載することでシステムは小型化し、安定性も向上する。我々はこれまでに、強い2次の光学非線形性を有する AlN と PIC の材料として広く用いられる SiN_x を水平方向に積層した横型擬位相整合チャネル導波路を提案してきた[1]。本研究では、AlN/SiN_x 水平積層導波路を作製し、OPDC の逆過程にあたる第二高調波発生(SHG)を光ファイバ通信波長帯励起にて実証したので報告する。

AlN/SiN_x 水平積層導波路は非線形光学定数 d_{33} を有する AlN センタコアとそれをもたない SiN_x サイドコアから構成される(図1)。非線形結合係数 κ が増強されるように AlN センタコアを SH 光 TM₂₀ モードの中央の腹に配置した。また、SH 光 TM₂₀ モードと励起光 TM₀₀ モードの実効屈折率が一致し、位相整合するように導波路の幅と高さを設計した。

サファイア基板の上に厚さ 540 nm の+c-AlN 薄膜を成長させ、SiO₂ マスクを用いた ICP-RIE により幅 580 nm のセンタコアを形成した。SiO₂ マスクを除去したのち SiN_x を成膜した。センタコア上部にできた凸構造を CMP で平坦化し、重ね合わせ EB 描画とドライエッチングにより、サイドコア全体の幅が 1.09-1.45 μm と異なる幅の導波路を形成した(図2)。入出射端面は SiO₂ クラッド層堆積後、研磨により形成した。

励起光源には通信波長帯の外部共振器レーザを使用した。レーザ光を導波路入射端面に照射し、励起波長を掃引しながら SH 光の出力を測定した結果、波長 1570 nm において位相整合による SH 光強度の顕著な増大がみられた。この波長における導波路上面の全体像を図3に示す。また同波長において 75 mW の励起光を照射したとき、46 nW の SH 光が得られた。当日は SH 光のスペクトルや励起強度依存性など詳細な光学評価も報告し、OPDC に向けた TM₂₀ モードの結合方法についても紹介する。

謝辞: 本研究は科研費 JP23KJ1512, JP23K26572 の助成を受けた。AlN 及び SiN_x の成膜は日亜化学工業の岡田将典氏にご協力いただいた。

参考文献:[1] H. Honda *et al.*, Phys. Status Solidi A **221**, 2400380 (2024).

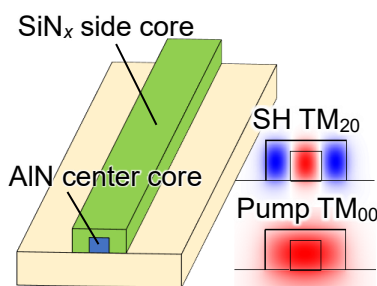


Fig. 1 Hrozonally stacked AlN/SiN_x waveguide.

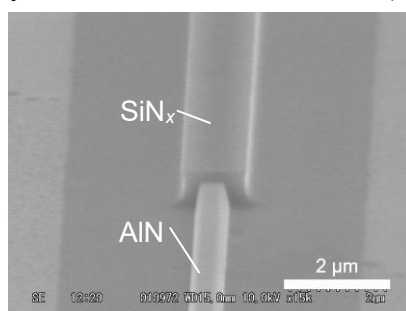


Fig. 2 Perspective SEM image of fabricated waveguide.

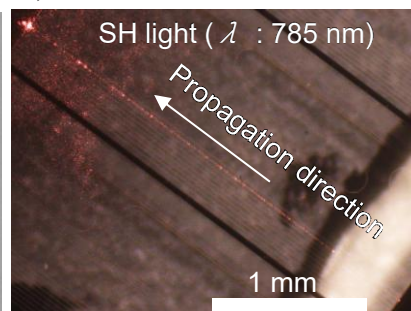


Fig. 3 Top view of SHG device.

高効率深紫外 LED に向けた LLO による基板剥離および粗面化

Substrate exfoliation by Laser Lift-Off and surface roughening for high LEE UV-C LEDs

名城大・理工¹ ○三浦 聖央¹, 藤田 真帆¹, 竹久 哲平¹, 武藤 響己¹, 高瀬 健太¹,

藤田 麻里奈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, T. Takehisa¹, H. Muto¹, K. Takase¹,

M. Fujita¹, T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Iwaya¹, H. Ishiguro¹

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

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

深紫外 LED の光取り出し効率 (LEE) 改善には基板剥離および粗面化が有効である。基板剥離手法の一つにレーザーリフトオフ (LLO) が挙げられる。我々はこれまで LLO による基板剥離のメカニズムを報告し[1]、ビームサイズと同等の 0.7 mm 角の深紫外 LED チップへの 1 回照射により基板剥離を実証した。しかし AlGaIn 系深紫外 LED において、粗面化による光出力向上の報告例[2]に対し、複数回のビーム照射による基板剥離に関しては報告例がない。今回、複数回の照射によって 1 mm 角チップの基板剥離に成功し、さらに粗面化によって LEE 向上を示唆する結果を得られたため、報告する。

1 mm 角 LED チップの p 層上に NiAu および TiPtAuPtAu を蒸着し、支持基板と接合して試料を作製した。また LLO には AlN が直接励起可能な ArF エキシマレーザー (波長 : 193 nm , 照射エネルギー密度 : 4.2 J/cm²) を使用し、複数回照射により試料全面の処理を行った。Fig. 1 に (a) 照射パターンおよび (b) 剥離後、(c) 洗浄後の光学顕微鏡像を示す。1 mm 角の基板剥離に成功した。なお複数回の照射によりビーム同士が重なる箇所は剥離後の表面状態が異なっていたが、洗浄により他と同様な表面が得られた。さらに LEE 改善に向け、剥離面の粗面化を行った。Fig. 2 にエッチング前後の鳥瞰 SEM 像、Fig. 3 に剥離前およびエッチング後の PL スペクトルを示す。420 秒のエッチングにより、明瞭なエッジを持つ粗面が形成された。さらにエッチング後の試料から剥離前の約 1.6 倍の PL 強度が得られた。以上の結果から、電流注入による光出力においても、その増大が期待される。

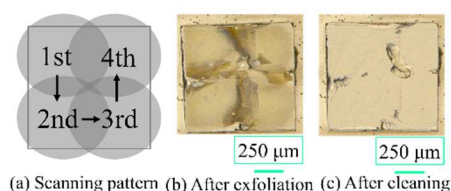


Fig.1 Micro scope images after exfoliation by LLO and cleaning

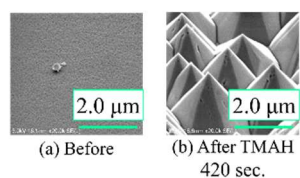


Fig.2 Bird's eye view SEM images before and after surface roughening

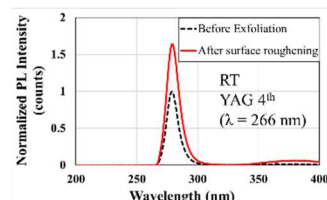


Fig.3 Normalized PL spectrum

【参考文献】 [1] K. Okuno, S. Miura, et al., Jpn. J. Appl. Phys. 64, 065504 (2025). [2] H. Aoshima, et al., Phys. Stat. Sol. C 9, No.3-4, 753-756 (2012).

【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。

メササイズ微細化に伴う深紫外マイクロ LED アレイの外部量子効率増大

Increase in External Quantum Efficiency of Deep Ultraviolet Micro LED Arrays with Mesa Size Miniaturizing

東芝 ○山口 侑真, 木村 重哉, 宮川 徹也, 橋本 玲, 斎藤 真司, 布上 真也

Toshiba Corporation, °Yuma Yamaguchi, Shigeya Kimura, Tetsuya Miyagawa, Rei Hashimoto,
Shinji Saito, Shinya Nunoue

E-mail: yuma1.yamaguchi@toshiba.co.jp

通常サイズ($\sim$ mm)の AlGaN ベースの UV-LED では、波長が短くなるにつれ外部量子効率が低くなることが知られている。これは、TM モード成分の増加による光取り出し効率の低下や高抵抗化による電流密度分布の不均一化、キャリア注入効率の低下、内部量子効率の低下によることが知られている。発光波長が 280 nm の LED の外部量子効率は 20 % に達することが報告されている一方で、発光波長が 265 nm 以下の LED の効率は報告されているもので最高 8 % である[1]。我々は発光波長 265 nm の LED を発光領域 $2\mu\text{m}\Phi$ まで微細化することによって最高 11.5 % の外部量子効率を得た。これは微細化により光取り出し効率と電流分布の均一性が改善したためと考えられる。

金属有機化学気相成長法により $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ 上に成長させた UV-LED エピウェハ上に発光領域 $2\sim 8\mu\text{m}\Phi$ のメサを含む素子をアレイ状に形成し、 $24\mu\text{m}$ ピッチの 16×16 および 32×32 の深紫外マイクロ LED アレイを作製した。図 1 は発光領域 $2\mu\text{m}\Phi$ の 32×32 深紫外線マイクロ LED アレイの発光パターンと発光スペクトルを示しており、すべての素子から発光していることが分かる。図 2 に示すように、発光領域 $2\sim 8\mu\text{m}\Phi$ のマイクロ LED は通常サイズ LED よりも高い量子効率を得られ、その最大値として 11.5 % が得られた。また、発光領域を微細化するほど外部量子効率が増大する傾向が見られており、発表ではサイズ依存性とその効果に関して議論する。

[1] J. Lang et al., Advance Electronic Mat., 11, 2300840 (2025).

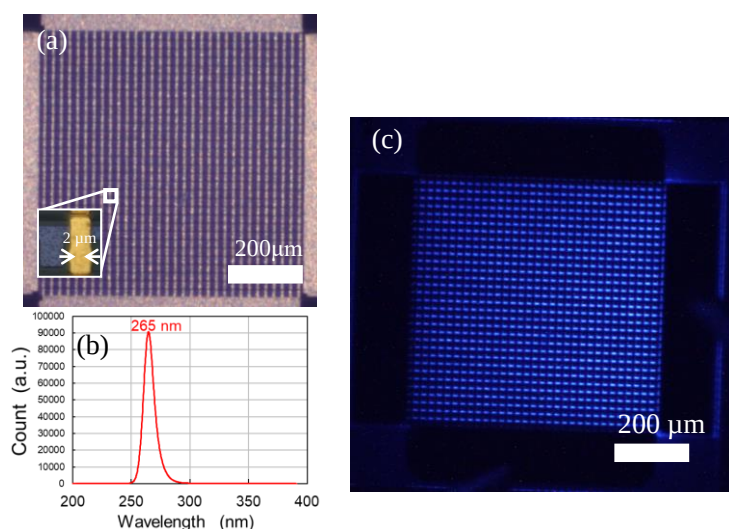


Fig.1 (a) Photograph, (b) spectrum and (c) emission pattern of a 32×32 deep-UV micro-LED array with emission areas of $2\mu\text{m}$ in diameter. For better visibility, the contrast is adjusted.

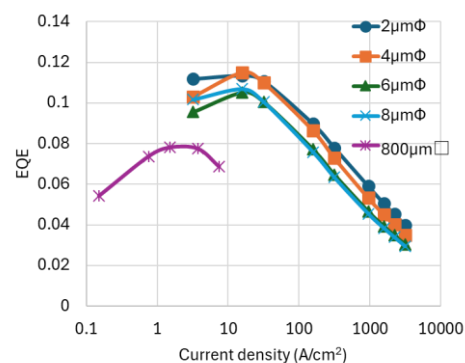


Fig.2 EQE versus current density curves for the micro-LED samples with emission areas of 2-8 μm in diameter and $800\mu\text{m}\square$.

加圧加熱水で AlGaN 膜を処理することにより形成された変質層の解析

Analysis of alteration layer formed by treating AlGaN with saturated vapor pressure water

○ 松原衣里¹, 岩山章¹, 岩谷素顕¹, 竹内哲也¹, 上山智¹, 丸山隆浩¹, 三宅秀人²¹名城大学理工, ²三重大学工○E. Matsubara¹, S. Iwayama¹, M. Iwaya¹, T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, T. Maruyama¹,
and H. Miyake²Meijo Univ.¹, Mie Univ.²

E-mail: 253441503@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループはサファイア基板上に形成した AlN ピラー上に AlGaN を結晶成長させることにより格子緩和した高品質 AlGaN を実現した。また、この高品質化した AlGaN を用いることにより UV-B 半導体レーザの動作を実証した[1]。今後、高出力化を目指すためには縦型デバイスの実現が重要であり、そのためには基板を剥離する技術の開発が不可欠である。我々は、115℃の飽和蒸気圧水を用いることにより基板の剥離が可能であることを見出した[2]。この参考文献 2 に示した断面 SEM 像では、支持基板側の剥離した AlGaN の界面に変質層が観察された。この変質層を XRD で測定した結果変質層は AlOOH であることは分かり AlN が酸化・水酸化により変質したことは分かった。しかし、GaN の化学状態は分からなかった。本報告ではその変質層を XPS により解析し、Ga が酸化・水酸化を示唆する結果が得られたので報告する。

【実験方法】参考文献 1 に記載されている方法で AlN ナノピラーを形成し、その上に Al_{0.67}Ga_{0.33}N を結晶成長し平坦化した。これを参考文献 2 に記載されている方法で剥離した。この剥離した Al_{0.67}Ga_{0.33}N の断面 SEM 像を Fig. 1 に示す。評価方法としては、XPS(日本電子,JPS-9200)を用いて変質層の化学状態を分析した。Mg K α (1253.6 eV)の X 線源を用い、放出される光電子のエネルギー分布を測定することで化学結合状態を調べ、層の構成元素の電子状態を分析した。比較のため、未処理の Al_{0.67}Ga_{0.33}N も分析し、加熱加圧水処理の影響を確認した。

【実験結果】Fig. 2 および Fig. 3 にこの剥離された変質層を XPS で測定した Ga3d、N1s のスペクトルである。剥離前の Ga3d のピークは 19.0eV にあったが、剥離後は 20.0eV と高エネルギー側にシフトした。また、N 1s ピークは剥離後には観測されなかった。これらの結果は、窒素結合がほぼ完全に解離し、Ga が加圧熱圧水処理によって酸化/水酸化されたことを示唆している。

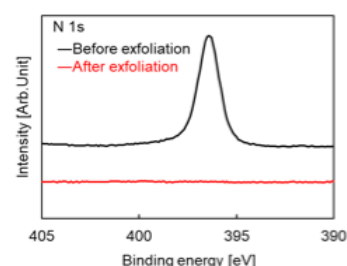
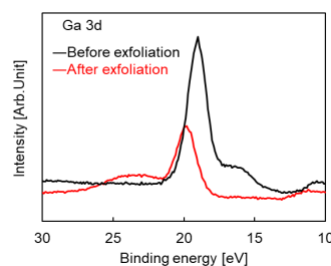
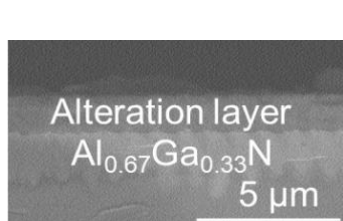


Fig. 1 試料の断面 SEM 像

Fig. 2 XPS 測定 Ga3d のスペクトル

Fig. 3 XPS 測定 N 1s のスペクトル

【参考文献】 [1] T. Omori *et al.* APEX **15** 031004 (2022). [2] E. Matsubara *et al.* APEX **15**, 116502 (2022)
[謝辞]本研究の一部は、科研費・基盤研究 A (No. 22H00304), JST CREST(JPMJCR16N2), NEDO 先端研究, および JST A-STEP 事業(JPMJTR201D) の援助によって実施された。

低温加熱水処理による AlGaIn/AlN 構造の水剥離と表面品質の改善

Low-Temperature Water Lift-Off for Sapphire Removal in Vertical UV-B LDs

名城大・理工¹, 三重大・院・工² ○(M1)宮本 侑菜¹, 齋藤 巧夢¹, 佐々木 祐輔¹, 加藤 晴也¹

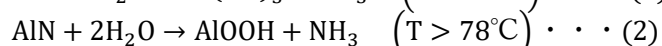
橘田 直樹¹, 岩山 章¹, 三宅 秀人², 上山 智¹, 竹内 哲也¹, 岩谷 素顕¹

Meijo University¹, Mie University², °Y. Miyamoto¹, T. Saito¹, Y. Sasaki¹, S. Kato¹,

N. Kitta¹, S. Iwayama¹, H. Miyake², S. Kamiyama¹, T. Takeuchi¹, M. Iwaya¹

E-mail: 253428038@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】本研究グループでは、サファイア基板上に形成した AlN ピラーに AlGaIn をエピタキシャル成長させて格子緩和された AlGaIn 層を形成し、その上に UV-B LD 構造を形成後、加熱・加圧水処理によりサファイア基板を剥離し、縦型 UV-B LD の室温パルス発振を実現している。縦型デバイスの作製にはサファイア基板の剥離が不可欠であり、現在は 115°C・170 kPa の条件下で加熱加圧水を用いて 2 時間処理を行い、AlN ピラーを選択的にエッチングすることで剥離を行っている。一方、粉末 AlN と水との化学反応については、参考文献 1 に以下の 2 つの反応が報告されている。



115°C で処理を行った場合、剥離表面には AlOOH 変質層が形成される。縦型 LD の作製にはこの層の除去が必要である。しかし、AlOOH は化学的に安定であるため研磨による物理的除去が必要となるが、変質層の面内分布にばらつきがあり、均一な除去が困難であった。そこで本研究では、処理温度を低下させることで、より反応性の高い Al(OH)₃ の生成を促進し、薬品による化学的除去を可能にすることを試みた。本報告では、AlOOH 変質層の形成を抑制することを目的に、処理温度を 70°C まで低温化し、処理時間を 115°C・170 kPa の場合の 20 倍に相当する 40 時間まで長くしたことでサファイア基板の剥離に成功した結果について述べる。

【実験方法】サファイア基板上に AlN ピラーを形成し、AlGaIn を結晶成長させたサンプルと AuSn をメタライズした多結晶 AlN 支持基板を図 1 のように AuSn 接合によって接合し 70°C に加熱した水で 40 時間処理して剥離を検討した。また、115°C・170 kPa で 2 時間処理して剥離した試料と比較も行った。

【実験結果】結果として、いずれの試料も剥離に成功した。Fig. 2 および Fig. 3 に、それぞれ 115°C および 70°C で剥離を行ったサンプルの表面 SEM 像を示す。70°C で処理したサンプルでは、115°C で処理したものとは異なり、大きな結晶状の構造が表面に観察された。サンプル表面の分析結果については、当日にさらに詳しく議論する予定である。

謝辞:本研究の一部は科研費・基盤 A(No. 22H00304), NEDO 先導研究の援助により実施した。

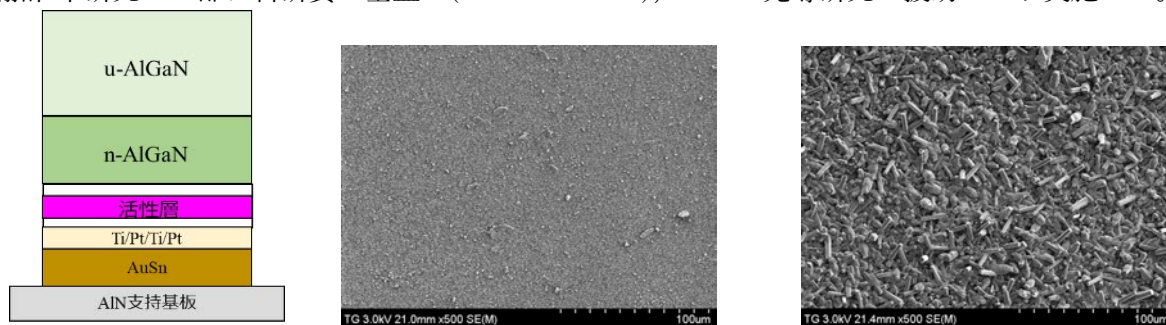


Fig. 1 Sample structure Fig. 2 SEM Image of Sample (115°C) Fig. 3 SEM Image of Sample (70°C)

[1] J. Mat. Sci. **35**, 2743 (2000), [2] Appl. Phys. Express **15**, 116502 (2022).

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

[9p-N321-1~17] 15.4 III-V-group nitride crystals

[9p-N321-1]

Thermal properties of OVPE-GaN with reduced oxygen concentration

○Kosei Asao¹, Shigeyoshi Usami¹, Masayuki Imanishi¹, Mihoko Maruyama¹, Junichi Takino², Tomoaki Sumi², Yoshio Okayama², Masashi Yoshimura³, Masahiko Hata⁴, Masashi Isemura⁵, Yusuke Mori¹ (1.The Univ. of Osaka, 2.Panasonic Holdings Corp., 3.ILE, Osaka Univ., 4.Itochu Plastics Inc., 5.Sosho-Ohshin Inc.)

[9p-N321-2]

Reduction of the Threading Dislocation Density in GaN Crystals During Facet Growth Induced by Adding Gallium Oxide in the Na Flux Method

○Masayuki Imanishi¹, Kanako Okumura¹, Keisuke Kakinouchi¹, Mitsutoshi Ueda¹, Kenichi Kawabata¹, Kosuke Murakami¹, Shigeyoshi Usami¹, Yusuke Mori¹ (1.Grad. Sch. of Eng., The Univ. of Osaka)

[9p-N321-3]

Planarization and reduction of dislocation density of GaN crystals after facet growth in the Na-flux method

○Shogo Washida¹, Masayuki Imanishi¹, Ryoutaro Sasaki¹, Kosuke Murakami¹, Shigeyoshi Usami¹, Mihoko Maruyama¹, Masashi Yoshimura^{1,2}, Yusuke Mori¹ (1.The Univ. of Osaka, 2.ILE, the Univ. of Osaka)

[9p-N321-4]

Growth of nitride nanocolumns with sub-200 nm pitch on Si(111) substrates via nanotemplate selective-area growth

○Yugo Orima¹, Kota Hoshino¹, Rie Togashi¹, Katsumi Kishino¹ (1.Sophia Univ.)

[9p-N321-5]

Growth of Si-doped GaN thin films by sputtering method

○(M2)Akinori Saito¹, Riki Kanetake¹, Taiki Kobayashi¹, Naoomi Yamada¹ (1.Chubu Univ.)

[9p-N321-6]

Improvement of mosaic spread of sputtered GaN thin film

○(M1)Riki Kanetake¹, Akinori Saito¹, Naoomi Yamada¹ (1.Chubu Univ.)

[9p-N321-7]

Fabrication and evaluation of low-resistance n-type GaN thin film with Si-GaN target

○Mirei Tokiwa¹, Koo Bando¹, Hidehiko Misaki¹, Yoshihiro Ueoka¹, Masami Mesuda¹ (1.Tosoh Corp.)

[9p-N321-8]

Investigation of non-alloyed ohmic contacts to heavily donor-doped degenerate GaN

○Kohei Okabe¹, Aiko Naito¹, Kohei Ueno¹, Hiroshi Fujioka¹ (1.IIS)

[9p-N321-9]

Effect of Growth Temperature of ScAlN on Electrical Properties of ScAlN/AlGaN/AlN/GaN Heterostructures

OTomoya Okuda¹, Takuya Maeda², Takahiko Kawahara³, Kozo Makiyama³, Ken Nakata³, Kazuhisa Ikeda¹, Atsushi Kobayashi¹ (1.Tokyo Univ. of Science, 2.The Univ. of Tokyo, 3.Sumitomo Electric Industries)

[9p-N321-10]

Ferroelectric properties of ScAlN films epitaxially grown on GaN by sputtering

OSawaki Sato¹, Yusuke Wakamoto², Takuya Maeda², Hiroshi Funakubo³, Kohei Ueno⁴, Hiroshi Fujioka⁴, Kazuhisa Ikeda¹, Atsushi Kobayashi¹ (1.Tokyo Univ. of Science, 2.The Univ. of Tokyo, 3.Institute of Science Tokyo, 4.IIS, The Univ. of Tokyo)

[9p-N321-11]

Growth of high-quality lattice-matched AlBN ferroelectric films on SiC substrate by RF reactive sputtering

OKen Shiraishi¹, Kyota Mikami¹, Tsunenobu Kimoto¹, Mitsuaki Kaneko¹ (1.Kyoto Univ.)

[9p-N321-12]

Evaluation of strain for B GaN growth on AlGaIn/QST template

OAtsuhiko Hayashi¹, Shun Nishikawa¹, Eito Kokubo², Genichiro Wakabayashi³, Yoshio Honda⁴, Hiroshi Amano⁴, Yoku Inoue¹, Toru Aoki⁵, Takayuki Nakano^{1,5} (1.Shizuoka Univ., 2.Nagoya Univ., 3.Kindai Univ., 4.IMaSS Nagoya Univ., 5.R.I.E. Shizuoka Univ.)

[9p-N321-13]

Fabrication and characterization of B GaN diodes under low V/III ratio conditions

Oryohei kudou¹, Eito Kokubo², Katsuyuki Takagi³, Genichiro Wakabayashi⁴, Yoshio Honda⁵, Hiroshi Amano⁵, Yoku Inoue^{1,6}, Toru Aoki^{1,3}, Takayuki Nakano^{1,3,6} (1.Shizuoka Univ., 2.Nagoya Univ., 3.R.I.E., 4.Kindai Univ., 5.IMaSS Nagoya Univ., 6.Shizuoka Univ. Eng.)

[9p-N321-14]

Mechanisms of epitaxially grown c-BScN layers prepared by magnetron sputtering

ORyota Maeda¹, Yoshitaka Taniyasu¹, Kazuhide Kumakura¹, Kakeru Ninomiya², Maiko Nishibori², Kazuyuki Hirama¹ (1.NTT BRL, 2.Tohoku University)

[9p-N321-15]

Band Alignment Evaluation in Sc_xB_{1-x}N Alloys

ORyu Kawashima¹, Hitoshi Mizuno¹, Kimihisa Matsumoto¹, Yuichi Ota¹ (1.Toyama Pref. Univ.)

[9p-N321-16]

Fabrication and characterization of superconducting NbN_x films on AlN prepared by high-temperature annealing

OYuki Kato¹, Takayuki Harada², Hideto Miyake³, Kazuhisa Ikeda¹, Atsushi Kobayashi¹ (1.Tokyo Univ. of Science, 2.NIMS, 3.Mie Univ.)

[9p-N321-17]

Epitaxial Growth of NbAlN films by Sputtering

ORiku Kikuchi¹, Souta Kurogi², Takahiro Kawamura³, Kazuhisa Ikeda^{1,2}, Atsushi Kobayashi^{1,2} (1.Grad.school of Tokyo Univ. of Science, 2.Tokyo Univ. of Science, 3.Mie Univ.)

酸素濃度を低減した OVPE-GaN の熱物性評価

Thermal properties of OVPE-GaN with reduced oxygen concentration

阪大院工¹, パナソニックホールディングス(株)², 阪大レーザー研³,伊藤忠プラスチック(株)⁴, (株)創晶應心⁵○(M2)浅生 晃聖¹, 宇佐美 茂佳¹, 今西 正幸¹, 丸山 美帆子¹, 滝野 淳一², 隅 智亮²,岡山 芳央², 吉村 政志³, 秦 雅彦⁴, 伊勢村 雅士⁵, 森 勇介¹The Univ. of Osaka¹, Panasonic Holdings Corp.², ILE, Osaka Univ.³,Itochu Plastics Inc.⁴, Soshio-Ohshin Inc.⁵, °K. Asao¹, Shigeyoshi Usami¹, Masayuki Imanishi¹,Mihoko Maruyama¹, Junichi Takino², Tomoaki Sumi², Yoshio Okayama², Masashi Yoshimura³,Masahiko Hata⁴, Masashi Isemura⁵, and Yusuke Mori¹E-mail: asao@cryst.eei.eng.osaka-u.ac.jp

【背景】窒化ガリウム(GaN)の気相成長法の一つである OVPE 法では, III族源に Ga₂O を使用するため, 結晶の酸素濃度が 10^{20} cm^{-3} と非常に高く, 抵抗率が $5 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ と通常の n 型基板よりも一桁低い抵抗率を実現できる[1]. しかし, 酸素濃度 $>10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の OVPE-GaN 基板は熱伝導率が, 通常の n 型基板の約 5 分の 1 に低下することが問題となっている[2]. 高熱伝導率と低い電気抵抗率を両立させるためにはより低い酸素濃度の OVPE-GaN 基板が望まれる. しかし, OVPE 法で育成した酸素濃度 10^{20} cm^{-3} 未満の GaN の熱・電気物性については未調査であった. そこで本研究では通常の n 型基板と酸素濃度 $>10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の GaN の中間の酸素濃度の OVPE-GaN 自立基板を作製し, その熱・電気物性について調査した.

【実験】Ga 原料かつ酸素のドーパントである Ga₂O 流量を低減し, 育成温度を上昇させることで, 酸素濃度を低減した OVPE-GaN を育成した. 育成した結晶の鳥瞰 SEM 像を Fig. 1 に示す. 通常, 高酸素濃度の OVPE-GaN では全面半極性面で覆われた 3D 成長を呈する[1]が, 酸素濃度を低減した OVPE-GaN では稜線部分に c 面成長セクターが表れ, 2D 成長と 3D 成長が混在した成長様式(以下, 混在成長とする)をとることがわかった. これらを自立研磨した後にホール測定, 周期加熱放射測温法によって電気抵抗率, c 面垂直方向(面直方向)と c 面平行方向(面内方向)の熱拡散率を測定した. リファレンスとして HVPE 法で育成した GaN の熱拡散率, 電気抵抗率も同様に測定した.

【結果及び考察】混在成長をとる OVPE-GaN の面直方向と面内方向の熱拡散率はそれぞれ $72.3 \text{ m}^2/\text{s}$, $43.9 \text{ m}^2/\text{s}$ となり, 電気抵抗率は $1.8 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ であった. リファレンスの HVPE 法で育成した GaN の面直方向の熱拡散率と電気抵抗率は, それぞれ $73.3 \text{ m}^2/\text{s}$, $6.3 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ となった. これより, 混在成長をとる GaN では, HVPE 法で育成された undoped GaN よりも電気抵抗率が 1/3 以下となる上に, 面直方向の熱拡散率は同程度となることがわかった. また混在成長をとる GaN では, 通常の OVPE-GaN では見られない熱拡散率の異方性も確認された. Fig.2 の断面 SEM 像に示すように, 混在成長をとる OVPE-GaN では高酸素濃度の 3D フェセットが表出した領域が柱状に存在している. 面内方向に熱伝導する際, この高酸素濃度領域によってフォノン散乱が促進されることで, 面内方向の熱拡散率が面直方向よりも低下したと考えられる.

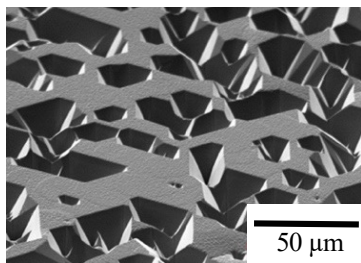


Fig.1 Bird's-eye view SEM images of OVPE-GaN with reduced oxygen concentration

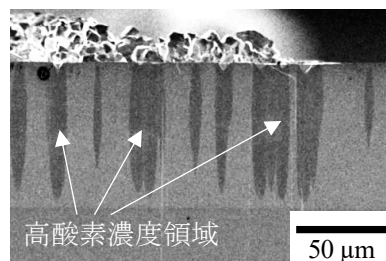


Fig.2 Cross-sectional SEM images of OVPE-GaN with reduced oxygen concentration

【参考文献】

- [1] J. Takino *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. 60 095501 (2021) [2] 浅生 他, 第 72 回春季応物, 16p-K401-11 (2025).
[3] R. B. Simon *et al.*, Appl. Phys. Lett. 105, 202105 (2014).

【謝辞】本研究は環境省「革新的な省 CO₂ 実現のための部材(GaN)や素材(CNF)の社会実装・普及展開加速化事業」の委託および JSPS 科研費(基盤研究 A)JP23H00275 の助成を受けて行われた.

Na フラックス法における Ga_2O_3 誘起ファセット成長を活用した GaN 結晶の転位密度低減

Reduction of the Threading Dislocation Density in GaN Crystals During Facet Growth
Induced by Adding Gallium Oxide in the Na-Flux Method

大阪大学大学院工学研究科

○今西 正幸, 奥村 加奈子, 植田 光寿, 垣之内 啓介, 川畑 健一, 村上 航介, 宇佐美 茂佳, 森 勇介

Grad. Sch. of Eng., UOsaka

○M. Imanishi, K. Okumura, M. Ueda, K. Kakinouchi, K. Kawabata, K. Murakami, S. Usami, and Y. Mori

E-mail: imanishi@eei.eng.osaka-u.ac.jp

【はじめに】縦型 GaN パワーデバイスの実用化のためには、低転位密度かつ安価な GaN 基板が必要とされている。我々は、Na フラックス法におけるポイントシード (PS) 技術を用い、口径 6 インチ以上の GaN 基板の作製に成功している[1]。一方、個々の PS から成長する GaN 結晶が合体する過程で転位が発生するため、転位密度は $10^4 \sim 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 程度に留まっており、その低減が求められている。近年、ハイドライド気相成長 (HVPE) 法や酸化物気相成長 (OVPE) 法において、ファセット成長中に転位同士の反応や対消滅が促進され、転位密度が 10^4 cm^{-2} 台まで減少することが報告されている[2,3]。Na フラックス法においても、酸素不純物が混入した場合にファセット成長が生じる。そこで本研究では、酸化ガリウム (Ga_2O_3) 粉末を Ga-Na 融液に添加し、意図的に酸素不純物を導入することでファセット成長を誘発し、転位密度の低減が可能か検証を行った。

【実験と結果】市販の HVPE 製 GaN 結晶 2 枚 (転位密度: $1.6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 程度) を種結晶とし、それぞれ約 0.1 mmol% 及び 0.6 mmol% の Ga_2O_3 を添加した Ga-Na 融液内で結晶成長を行った。成長温度は 883°C 、窒素圧力は 3.4 MPa とした。0.1 mmol% 及び 0.6 mmol% の Ga_2O_3 添加で得られた結晶像をそれぞれ Fig. 1(a) 及び (b) に示している。0.1 mmol% 添加では結晶に着色が見られず、無添加と同様の表面モルフォロジーであったのに対し、0.6 mmol% 添加では黒色化が見られた。0.6 mmol% 添加の結晶の断面を光学顕微鏡で観察したところ[Fig. 2(a)], 黒色化は種結晶と成長層の界面近傍で見られることが分かった。同領域をカソードルミネッセンス (CL) で観察したところ[Fig. 2(b)], 黒色化している領域の発光強度が強く、ファセット成長層であることが分かった。結晶の転位密度を多光子フォトルミネッセンス像の暗点密度で評価した結果、0.1 mmol% 添加では $9.5 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 程度であったのに対し、0.6 mmol% 添加では $1.5 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 程度と種結晶に比べて 1 桁程度減少していた。以上より、0.6 mmol% の Ga_2O_3 添加によりファセット成長が誘発され、転位密度が減少することが明らかになった。当日は、Na フラックス法で作製した種結晶上の成長結果についても報告する。

【謝辞】本研究は JSPS 科研費 JP25K01681 の助成を受けて行われた。

【参考文献】[1] M. Imanishi, *et al.*, Phys. Status Solidi RRL **18**, 2400106, (2024). [2] T. Yoshida, *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **59**, 071007, (2020). [3] J. Takino *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **60** (2021) 095501.

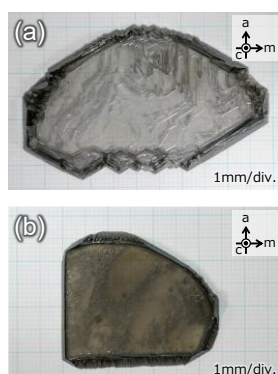


Fig. 1 Photographs of crystals grown with (a) 0.1 mmol% and (b) 0.6 mmol% addition of Ga_2O_3 into Ga-Na melt.

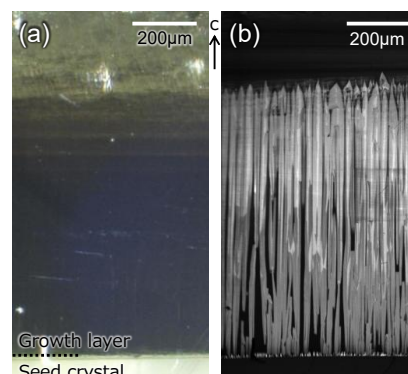


Fig. 2 (a) Optical microscope image and (b) panchromatic CL image taken at the cross section of the crystal grown with 0.6 mmol% addition of Ga_2O_3 .

Na フラックス法におけるファセット成長後の GaN 結晶平坦化及び低転位密度化

Planarization and reduction of dislocation density of GaN crystals after facet growth in the Na-flux method

阪大院工¹, 阪大レーザー研² ○鷲田 将吾¹, 今西 正幸¹, 佐々木 稜太郎¹, 村上 航介¹,
宇佐美 茂佳¹, 丸山 美帆子¹, 吉村 政志^{1,2}, 森 勇介¹

Grad. Sch. of Eng., the Univ. of Osaka¹, ILE, the Univ. of Osaka²

○Shogo Washida¹, Masayuki Imanishi¹, Ryotaro Sasaki¹, Kosuke Murakami¹,
Shigeyoshi Usami¹, Mihoko Maruyama¹, Masashi Yoshimura^{1,2}, and Yusuke Mori¹

E-mail: washida@cryst.eei.eng.osaka-u.ac.jp

【背景】 窒化ガリウム (GaN) を用いた縦型パワーデバイスの実現には低転位な GaN 基板が必要である。そこで我々は未飽和の Ga-Na 融液内におけるメルトバックを利用する低転位密度化手法を新たに提案した^[1]。種結晶表面にメルトバックを起因とする凹凸を形成し、その表面上に Na フラックス法で結晶成長をすることで $\{10\bar{1}1\}$ 面等のファセットによる成長が誘起され、転位密度の低減がみられた。しかしながら、ファセット成長による結晶表面の凹凸が残留し、結晶全体の転位密度が不明であった。Flux-Film-Coated (FFC) 法を用いた結晶平坦化はすでに確立されているが^[2]、メルトバック時に遊離した微結晶を核として多結晶が発生し、平坦化が困難となっていた。そこで、本研究ではメルトバック工程と成長工程を分離することで多結晶発生を抑制し、ファセット成長後の結晶表面を平坦化することで、メルトバックを用いた転位密度低減効果を検証した。

【実験と結果】 まず、窒素圧力及び温度を 2 MPa 及び 900 °C とし、HVPE 製結晶 (転位密度は 10^6 cm^{-2} 台) を Ga-Na 融液に 1 h 浸漬しメルトバックした。次に結晶を育成炉から取り出し洗浄し、新たな増埧及びフラックスを用いて結晶成長を行った。窒素圧力及び温度を 3.4 MPa 及び 870 °C とし、Ga-Na 融液に 72 h 浸漬したのち、FFC を用いて成長を 168 h 行った。結果として、メルトバック工程を分離することで多結晶は発生しなかった。これはメルトバック時にフラックス中に遊離していた微結晶を除去できたからだと考えられる。次に成長結晶を多光子励起フォトルミネッセンス (MPPL) 顕微鏡により観察し、結晶成長様式及び転位密度を評価した。Fig. 1 に (a) 初期成長層、(b) FFC による成長層、(c) 結晶表面における MPPL 像を示す。Fig. 1(a) において、白点線で示した弱い発光領域は *c* 面成長領域、その他の領域はファセット成長領域であり、ピラミッド状の構造が多数発生し結晶表面に凹凸が発生していたことがわかる。Fig. 1(b) の FFC による成長層において、矢印で示した一部領域のみファセットに囲まれたピットが残っていたが、Fig. 1(c) の結晶表面付近ではピットが消失していた。よって、メルトバックによりファセット成長が促進され、FFC により結晶が平坦化したことがわかった。Fig. 1(c) の白枠線は Fig. 1(b) のピット直上の領域である。この領域の平均転位密度は $8.5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ であり、その他の領域の平均転位密度は $7.0 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ であった。よって、ピット直上ではわずかに転位密度が高いものの、結晶平坦化による大幅な転位密度の増加は見られなかった。したがって、メルトバックを用いたファセット成長により結晶全面で転位密度が低減することが示された。ピット直上部の転位密度増加についてはファセット成長により転位が集約したことや、結晶結合時に新たな転位が発生したと考えられる。

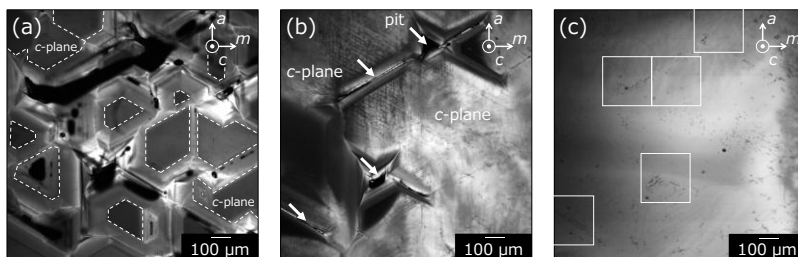


Fig. 1. MPPL images of a grown crystal of grown layer (a) in the initial growth, (b) in the FFC method, and (c) near the surface.

【参考文献】

- [1] 鷲田他、第 85 回応用物理学会秋季学術講演会、19a-C421、(2024).
- [2] M. Imanishi *et al.*, Appl. Phys. Express **12**, 045508 (2019).

【謝辞】

本研究は JSPS 科研費 JP24KJ1636 の助成を受けたものです。

ナノテンプレート選択成長法による Si (111) 基板上への 200 nm 以下の短周期窒化物ナノコラム成長

Growth of nitride nanocolumns with sub-200 nm pitch on Si(111) substrates
via nanotemplate selective-area growth

上智大理工¹, °織間 裕悟¹, 星野 航太¹, 富樫 理恵¹, 岸野 克巳¹

Sophia Univ.¹, °Yugo Orima¹, Kota Hoshino¹, Rie Togashi¹, Katsumi Kishino¹

E-mail: y-orima-3g5@eagle.sophia.ac.jp

はじめに：ナノコラム(NC)は直径数 10～数 100 nm の柱状結晶であり、無転位性や格子歪緩和などのナノ結晶効果によって優れた発光特性を示す。Si 基板上に InGa_N/Ga_N NC-LED を作製することで、フリップチップボンディングによる駆動 IC チップへの低ダメージ転写や、安価で大面積な NC-LED の実現につながる[1,2]。我々のグループは、ナノテンプレート選択成長法[2]により、MEE-AIN/AIGaN バッファ層を成長させることで、AIN/Si(111)基板上への均一な Ga_N NC の成長に成功した。さらに、厚膜 InGa_N 活性層を成長させ、純色性の高い赤色の PL 発光を得た[3]。これまで、Si 基板上では NC 周期 $L \geq 200$ nm の InGa_N/Ga_N ナノコラムの研究について報告してきたが、本研究では、より高いナノ結晶効果が期待される周期 $L \leq 200$ nm の細線領域において、ナノテンプレート選択成長法により、Si(111)基板上への InGa_N/Ga_N NC の成長を行った。

実験・結果：スパッタ法により AIN が成膜された Si(111)基板上に、ネガ型レジストを用いた電子線リソグラフィ(EBL)によりパターンを形成した。続いて、ネガ型レジストをマスクに ICP ドライエッチングにより、三角格子配列、周期 $L = 160 \sim 200$ nm のナノテンプレートを作製した。このテンプレート上に、RF-MBE 法により MEE-AIN/AIGaN バッファ層、および n-Ga_N:Si NC を 45 分間成長させた後、InGa_N バルク活性層を 6 分 30 秒成長し、InGa_N/Ga_N NC を作製した。Fig.1 は InGa_N/Ga_N NC 成長後の鳥瞰 SEM 像である。周期 $L = 160$ nm の細線領域においても、高い均一性を保った InGa_N/Ga_N NC の形成が確認された。Fig.2 は InGa_N/Ga_N NC の室温 PL 発光スペクトルである。短波長側のピークは n-Ga_N NC のファセット上に成長した低 In 組成 InGa_N からの発光、長波長側のピークはその上に成長した高 In 組成 InGa_N に由来すると考えられる。特に長波長側にて、波長 626 nm、半値全幅 88.8 nm の赤色発光が得られた。詳細は当日議論する。

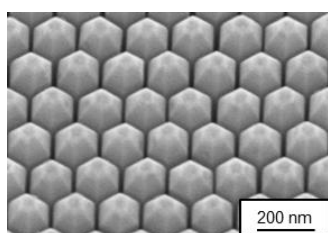


Fig. 1 Bird's-eye view SEM image of InGa_N/Ga_N NCs grown on an AlN/Si(111) substrate ($L = 160$ nm).

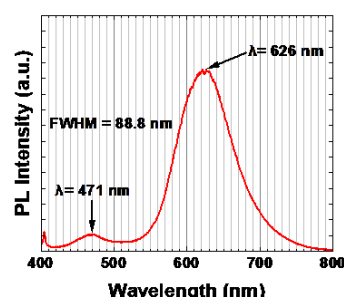


Fig. 2 RT-PL spectrum of InGa_N/Ga_N NCs grown on an AlN/Si(111) substrate ($L = 160$ nm) under 405 nm laser excitation.

謝辞：本研究は、公益財団法人池谷科学技術振興財団 単年度研究助成（2025 年度）および公益財団法人村田学術振興・教育財団 研究助成（2025 年度）の支援を受けて実施した。

参考文献：[1] H. Hayashi, ..., K. Kishino, Phys. Status Solidi A **212**, 992 (2015). [2] K. Yamano and K. Kishino, Appl. Phys. Lett. **112**, 091105 (2018). [3] K. Hoshino, R. Togashi, and K. Kishino, Phys. Stat. Sol. B **261**, 2400064 (2024).

スパッタ法による Si ドープ GaN 薄膜の成長

Growth of Si-doped GaN thin films by sputtering method

中部大院工 ○齋藤明紀, 金武凜樹, 小林大希, 山田直臣

Chubu Univ. ○A. Saito, R. Kanetake, T. Kobayashi, N. Yamada

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

【背景と目的】昨年度、我々はスパッタ法による GaN 薄膜成長において、ベイズ最適化を用いることで結晶性が最大となる成膜条件（成長温度 550°C、全圧 0.9 Pa、窒素流量比 85%）を確立した[1]。その後、共スパッタで Si ドーピングを試みたが、上記最適条件下で成長させた薄膜には Si が取り込まれてなかった。これは、高窒素分圧において Si ターゲット表面が窒化し、スパッタ率が著しく低下したためであると推察される。そこで本研究では、Si が有効に取り込まれる成長条件を確立するために、Si ターゲットへの印可電力を大きく変化させることを検討した。

【実験】GaN ターゲットと Si ターゲットを用いた RF マグネトロン共スパッタで c 面サファイア基板（c-Al₂O₃）上に Si ドープ GaN（GaN:Si）薄膜をエピタキシャル成長させた。成長条件は、昨年度確立した結晶性が高くなる条件を用いた。GaN ターゲットの印可電力（RF_{GaN}）は 30W に固定し、Si ターゲットへの印可電力（RF_{Si}）を 0~30W の範囲で変化させた。成膜後の試料については、ホール効果測定により抵抗率、キャリア濃度、移動度を、X 線回折(XRD)により結晶性を評価した。

【結果と考察】Si の投入電力を GaN のそれと同程度まで高くしないと Si がドーピングされないことがわかった。RF_{Si}/RF_{GaN}<1/2 まではこれまで同様、抵抗率（ ρ ）がほとんど変化せず Si がドーピングされていないことがわかる（Fig. 1）。RF_{Si}/RF_{GaN}=2/3 に到達すると、Si ドープが実現し、 ρ が急激に低下した。RF_{Si}/RF_{GaN} がそれ以上になると、オーバードープとなり、 ρ が再び上昇した。RF_{Si}/RF_{GaN}=2/3 で成長させた GaN:Si のキャリア濃度は $3 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ まで増大したが、移動度はたかだか $4 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ であった。移動度が低いことから、すでにオーバードープ状態であることが示唆される。

Fig. 2 は RF_{Si}/RF_{GaN}=0, 2/3, 1 で成長させた GaN:Si の XRD パターンである。すでに RF_{Si}/RF_{GaN}=2/3 の段階で結晶性が大幅に劣化していた。特に、004 ピーク

ークの強度が顕著に小さくなった。従って、オーバードープ状態になっていることが確認できた。

ドーパント源として Si ターゲットを用いた場合は、ドーピング濃度の制御が難しいことがわかった。Si ターゲットのスパッタ率が RF 電力と窒素分圧に対して非線形に変化することが原因である。今後は化合物ターゲットである SiN_x ターゲットをドーパント源に用いることを検討する。この取り組みについては当日報告する。

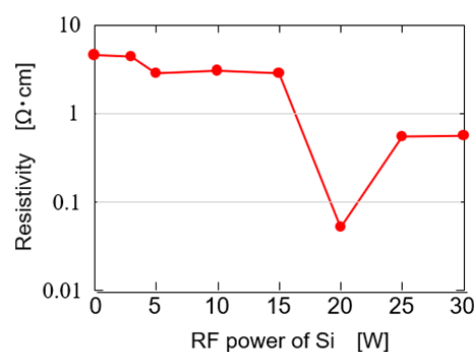


Fig. 1 RF_{Si} dependence of resistivity in GaN:Si

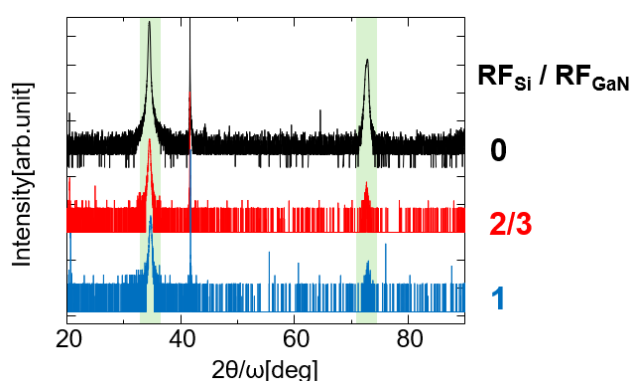


Fig. 2 XRD patterns of GaN:Si grown at different RF_{Si}/RF_{GaN}

【参考文献】

- [1] 齋藤ら, 第 15 回応用物理学会秋季学術講演会 19a-C42-7 (2024).

GaN スパッタ薄膜のモザイク性の改善

Improvement of mosaic spread of sputtered GaN thin film

中部大院工 °金武凜樹, 齋藤明紀, 山田直臣

Chubu Univ. °R. Kanetake, A. Saito, N. Yamada

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

【背景と目的】現在、GaN の成長方法は有機金属気相成長法が主流であるが、原料の有毒性や高温での成長がデメリットである。近年では、低温での薄膜成長が期待できるスパッタリング法が検討されているが、最適な成長条件は確立できていない。当研究室では、スパッタ法で GaN のエピタキシャル成長を行ってきたが、モザイク性の改善が課題であった。そこでモザイク性の改善のために成長条件を徹底的に見直した。

【実験】RF スパッタリング法にて、GaN ターゲット(東ソー製)を使用し、550 °C に加熱した c 面サファイア上に GaN をエピタキシャル成長させた。室素流量 f_{N_2} を 10-80 %、全圧 P を 0.2-3.0 Pa の範囲で変化した。ここで、 f_{N_2} は、全ガス流量(10-15 sccm)に対する窒素ガスの割合として定義する。先述の条件で c 面サファイアに GaN を成長させた後に、X 線回折のロッギングカーブ(XRC)測定にて GaN エピ膜 002 ピークの半値幅 (FWHM) を評価し、モザイク性の指標とした。

【結果と考察】Fig. 1 に FWHM の P 、 f_{N_2} 依存性をカラーマップで示す。 P と f_{N_2} を共に低くするとモザイク性が改善する。 P を 1.5 Pa に固定した場合では、 f_{N_2} を低下させると FWHM が低下し、モザイク性が向上した。低窒素、低圧条件が一番最もモザイク性の改善に効果があることがわかった。FWHM と P および f_{N_2} との相関係数を求めた結果、 P と FWHM との間に 0.72 の強い正の相関があった。一方、FWHM と f_{N_2} との間には負の相関が存在したが、相関は小さい(相関係数 = -0.34)。ここから、 P の方が GaN モザイク性の改善に強い効果があることがわかった。

Fig. 2 に XRC の全圧依存性を示す(Fig. 1 の赤枠部分: $f_{N_2} = 10\%$ に固定)。 P を 3.0 Pa から 0.2 Pa へ低下させると、FWHM が 1.24° から 0.34° へ低下し、モザイク性が改善された。このモザイク性の改善は、スパッタ粒子輸送中の運動エネルギー損失で説明できる。Ga と N が基板へ輸送される間に、気体分子

と衝突する頻度、すなわち、運動エネルギー損失は圧力に比例する。したがって、低 P の場合には、高い運動エネルギーを持って基板に到達することができる。その結果、スパッタ粒子のマイグレーションが促進されてモザイク性が改善されると考えられる。

以上をまとめると、スパッタ法を用いてモザイク性を抑制した GaN エピ層を成長させるには、Ga および N が高い運動エネルギーを持って基板に到達できるような条件設定が重要であることがわかった。

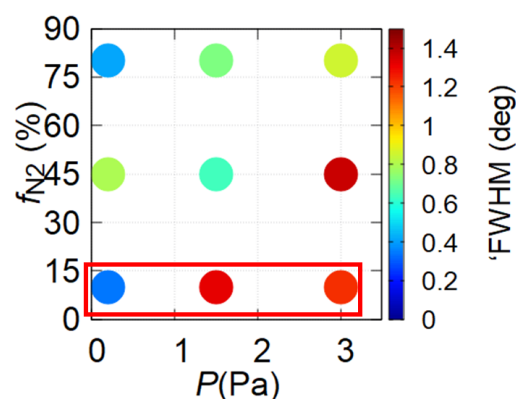


Fig. 1 Color map of the full width at half maximum of the XRC (GaN 002 reflection) as functions of P and f_{N_2} .

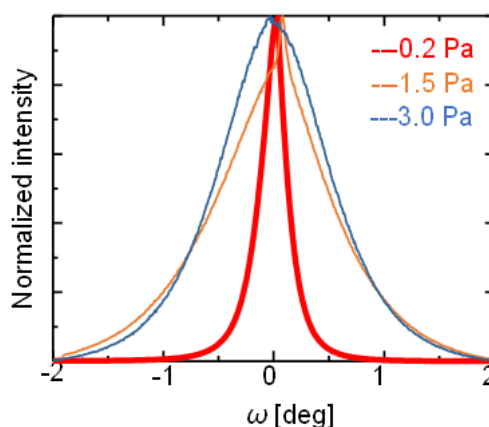


Fig. 2 XRCs of the 002 reflection of GaN epilayers grown at $P = 0.2, 1.5$, and 3.0 Pa.

Si 含有 GaN ターゲットを用いた低抵抗 n 型 GaN 薄膜の作製と評価

Fabrication and evaluation of low-resistance n-type GaN thin film with Si-GaN target

東ソー株式会社 ○常盤 美怜, 板東 廣朗, 三崎 日出彦, 上岡 義弘, 召田 雅実

Tosoh Corporation, °Tokiwa Mirei, Koo Bando, Hidehiko Misaki, Yoshihiro Ueoka, Masami Mesuda

E-mail: masami-mesuda-uy@tosoh.co.jp

【緒言】

スパッタリング法を用いた GaN の成膜は、従来の MOCVD 法のような大量のアンモニアや除害設備が不要なため、より低コストかつ低毒性なプロセスとして期待されている。

当社では、独自の焼結技術による高密度・低酸素な GaN 焼結体ターゲットを開発しており、サファイア基板上で MOCVD 法と同等の X 線ロックアップ半値幅を持つ GaN の成膜や、スパッタ GaN 薄膜の内部応力制御を報告してきた。また、Si を 10^{19} cm^{-3} から 10^{21} cm^{-3} まで添加量を変更した n 型 GaN 膜用ターゲットの開発にも成功し、 $10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 台の抵抗率を達成した^[1]。

無添加 GaN ターゲットを用いた Ga ドロップレット析出膜では、 $10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ 台の抵抗率が報告されている^[2]。しかしながら、Ga ドロップレットは洗浄を必要とするため、デバイス製造プロセスでの使用が困難である。本研究では、無添加 GaN 及び Si 含有 GaN ターゲットを用いて、Ga ドロップレットを析出しない n-GaN 膜の更なる低抵抗化について検討した。



Fig. 1 12-inch GaN target.

【実験方法および結果】

無添加 GaN ターゲット (ud-GaN)、及び $2.4 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ Si 含有 GaN ターゲット (Si(20)-GaN) を用いて、RF マグネトロンスパッタリング法により、高抵抗 GaN on サファイアテンプレート基板上に GaN を成膜した。成膜温度は 600°C とし、得られた各 GaN 薄膜の抵抗率を、Hall 効果測定により評価した。Ga ドロップレットが析出しない成膜条件において、ud-GaN を用いた場合の抵抗率は $2.3 \times 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ であった。これに対し、Si(20)-GaN を用いた場合には、 $8.6 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ の低抵抗 GaN 膜が得られた。メカニズム等、詳細は講演会にて報告する。

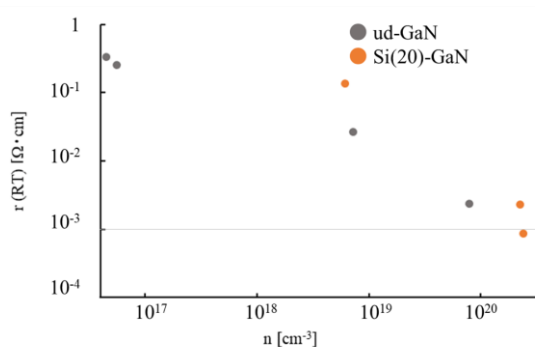


Fig.2 Resistivity versus electron concentration

[1] K. Bando *et al.*, 第 71 回応用物理学会春季学術講演会, 25a-21C-6 (2024)

[2] K. Nomura *et al.*, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 19a-C42-8 (2024)

高濃度ドナー添加縮退 GaN に対するノンアロイ接触金属の検討

Investigation of non-alloyed ohmic contacts to heavily donor-doped degenerate GaN

東京大学生産技術研究所、○岡部耕平、内藤愛子、上野耕平、藤岡洋

○Kohei Okabe, Aiko Naito, Kohei Ueno, Hiroshi Fujioka

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo

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

【背景】 GaNに対して信頼性の高い低抵抗オーミック接触を形成するためには、金属/半導体界面の特性を理解することが不可欠である。高温熱処理を伴わないノンアロイコンタクトは、急峻な金属/半導体界面を形成可能であり、接触抵抗(R_c)を精緻に評価でき、オーミック特性の詳細な議論が期待できる。これまでに我々のグループでは、スパッタ法により高電子濃度 ($[n] = \sim 5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) かつ原子レベルで平坦なドナー添加GaN薄膜を作製した。[1]前回の発表では、このような縮退GaN薄膜に対してTi電極を形成し接触抵抗を評価したところ、電子濃度の増加とともに接触抵抗が減少する傾向を得た。[2] 本研究では更なる接触抵抗の低減を目指し、スパッタ成長した高濃度ドナー添加GaNに対してVを用いたノンアロイコンタクトを形成し、オーミック特性の評価を行った。

【実験方法】 スパッタ法を用いて、AlN(0001)/Sapphire基板上に膜厚0.1-0.2 μm の高濃度Ge添加GaN薄膜を成長した。電極として、Ti/Au(15 nm/500 nm)、V/Au(15 nm/500 nm)を超真空電子ビーム蒸着装置で堆積した。TLM測定は図1に示すような4電極式のパターンを用いて、十分に寄生抵抗を低減した上で接触抵抗の評価を行った。

【結果と考察】 図1は、電子濃度 $[n] = 2.3 - 2.4 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ の試料に対してI-V測定の結果を示す。いずれの金属においても良好なオーミック特性が確認された。図2にはTiおよびVコンタクトのTLMプロットを示す。線形フィットの結果から、Vコンタクトの固有接触抵抗 $\rho_{c,sp}$ は $1.7 \times 10^{-8} \Omega \text{ cm}^2$ と求まり、Tiコンタクト ($\rho_{c,sp} = 3.2 \times 10^{-8} \Omega \text{ cm}^2$) と比較して、およそ半分程度に改善することがわかった。当日は、他の金属電極について検討した結果についても併せて報告する。

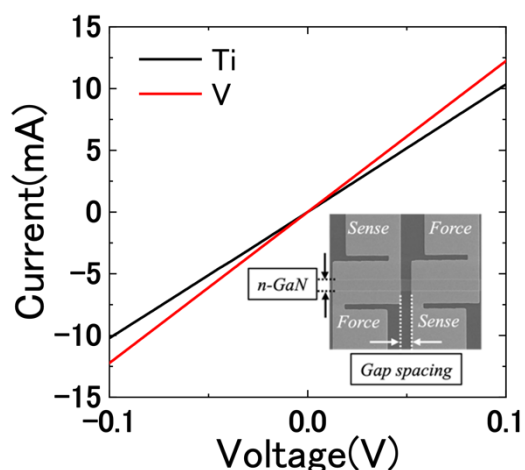


Fig.1 I-V curve of Ge-doped GaN (Gap spacing = 2.6 μm). The inset shows the TLM measurement pattern.

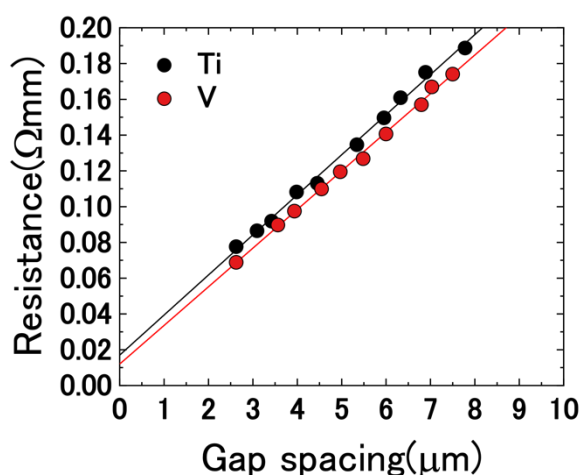


Fig.2 TLM plot of Ge-doped GaN.

【参考文献】

[1] K. Ueno *et al.*, Appl. Phys. Express **10** 101002 (2017). [2] 岡部耕平 他, 2025 年第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 17a-K401-10.

【謝辞】 本研究の一部は JST ALCA-Next JPMJAN23E3、科研費 (JP24H00310)、科研費 (JP23K26557)、JST 次世代研究者挑戦的研究プログラム JPMJSP2108 等の助成を受けて行われたものである。

ScAlN/AlGaN/AlN/GaN ヘテロ構造の電気特性への ScAlN 成長温度の影響

Effect of Growth Temperature of ScAlN

on Electrical Properties of ScAlN/AlGaN/AlN/GaN Heterostructures

奥田朋也¹, 前田拓也², 河原孝彦³, 牧山剛三³, 中田健³, 池田和久¹, 小林篤¹

理科大院先進工¹, 東大院工², 住友電工³

Tokyo Univ. of Science¹, The Univ. of Tokyo², Sumitomo Electric Industries³

Tomoya Okuda¹, Takuya Maeda², Takahiko Kawahara³,

Kozo Makiyama³, Ken Nakata³, Kazuhisa Ikeda¹, Atsushi Kobayashi¹

E-mail: 8224518@ed.tus.ac.jp

ScAlN は自発分極が AlN よりも大きく、*c* 面 GaN との格子整合性にも優れていることから、GaN-HEMT の新規バリア層材料として注目されている^[1]。我々は、スパッタ法を用いて AlGaN/AlN/GaN ヘテロ構造上に ScAlN 薄膜のエピタキシャル成長をおこない、構造特性と電気特性の評価を行ってきた^[2,3]。これまでに、ScAlN 薄膜のエピタキシャル成長後にアニール処理を施すことで、シートキャリア濃度と移動度が向上することが明らかになっている^[3]。このことから、基板温度が ScAlN 薄膜の電気特性に影響を及ぼす可能性が示唆される。そこで本研究では、異なる成長温度で ScAlN 薄膜を作製し、成長温度が電気特性に与える影響を評価した。

6H-SiC 基板上に MOCVD 法を用いて作製された AlGaN (Al 組成 20 %, 3 nm) /AlN (1 nm) /GaN ヘテロ構造上に、600 °C から 800 °C の範囲で ScAlN をスパッタ再成長させた。Sc 組成は Sc と Al ターゲットに供給するパルス電源の出力電力で制御を行った。作製した試料の表面形状を RHEED と AFM、結晶構造を XRD、Sc 組成を XPS でそれぞれ評価した。また、van der Pauw 法によるホール効果測定を用いて、ScAlN/AlGaN/AlN/GaN ヘテロ構造のシート抵抗、シートキャリア濃度、移動度評価をした。

成長させた ScAlN 薄膜の表面の RHEED パターンからウルツ鉱型構造かつ表面平坦性の高い ScAlN 薄膜のエピタキシャル成長が確認できた (Fig.1)。成長温度が高くなるにつれて明瞭なストリークパターンへ変化したことから、成長温度の上昇に伴って ScAlN 薄膜の表面結晶性に影響を与えることが示唆された。また、成長温度 775 °C の Sc_{0.08}Al_{0.92}N/AlGaN/AlN/GaN ヘテロ構造の逆格子子マップ像から、ScAlN 薄膜が AlGaN/AlN/GaN ヘテロ構造上にコヒーレント成長していることが分かった (Fig.2)。ホール効果測定から、ScAlN の成長温度が上がるにつれてシートキャリア濃度と移動度が上昇することが分かった (Fig.3)。特に成長温度 775 °C では、シートキャリア濃度 $1.4 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ 、移動度 $1331 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ に達した。これらの結果は、スパッタ法で作製した ScAlN が GaN-HEMT の新たなバリア層材料として有望であることを示唆するものである。

[1] O. Ambacher *et al.*, J. Appl. Phys. **130**, 0 (2024). [2] T. Okuda *et al.* Appl. Phys. Lett. **126**, 052105 (2025). [3] 奥田 他, 第 72 回春季応用物理学会学術講演会, 17a-K401-4 (2025).

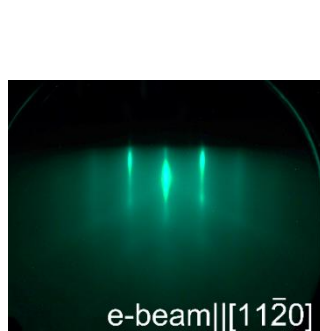


Fig.1 RHEED pattern of ScAlN grown at 775 °C

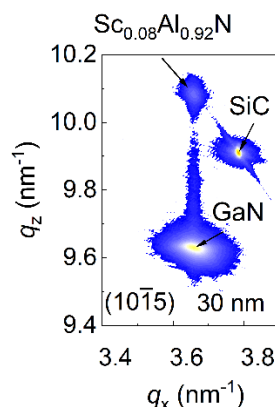


Fig.2 101̄5 RSM for ScAlN films grown at 775 °C

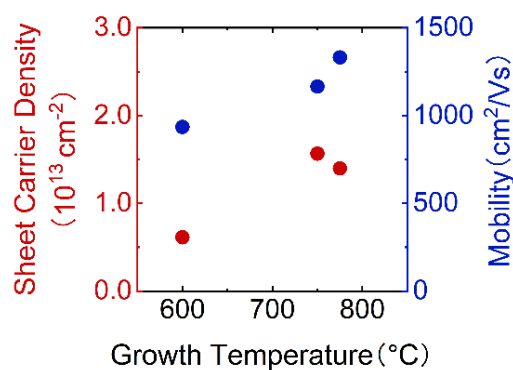


Fig.3 Dependence of electrical properties on growth temperature of ScAlN films

スパッタ法で n 型 GaN 上にエピタキシャル成長させた ScAlN の強誘電性

Ferroelectric properties of ScAlN films epitaxially grown on GaN by sputtering

理大院先進工¹, 東大院工², 科学大物院³, 東大生研⁴

○佐藤 早和紀¹, 若本 裕介², 前田 拓也²,

舟窪 浩³, 上野 耕平⁴, 藤岡 洋⁴, 池田 和久¹, 小林 篤¹

Tokyo Univ. of Science¹, The Univ. of Tokyo², Institute of Science Tokyo³, IIS, The Univ. of Tokyo⁴

○ Sawaki Sato¹, Yusuke Wakamoto², Takuya Maeda²,

Hiroshi Funakubo³, Kohei Ueno⁴, Hiroshi Fujioka⁴, Kazuhisa Ikeda¹, and Atsushi Kobayashi¹

E-mail:8225520@ed.tus.ac.jp

AlN に Sc を添加して得られる ScAlN は、分極反転のエネルギー障壁が低く、強誘電性を示すことが報告されている^[1]。ScAlN は、Pb(Zr,Ti)O₃や HfO₂系強誘電体よりも大きな残留分極を有し、薄膜化しても強誘電性を損なわないなどの優れた特徴を持つため^[2]、次世代不揮発性メモリへの応用が期待されている。また、ScAlN は、Sc 組成 18%程度で GaN と面内格子定数が一致するため、GaN 上に高品質なエピタキシャル薄膜を成長させることができる^[3]。しかし、GaN 上にエピタキシャル成長させた ScAlN の結晶性と強誘電性の関係は明らかにされていない。本研究では n 型 GaN 上にスパッタ法を用いて ScAlN 薄膜をエピタキシャル成長させ、その構造特性と強誘電特性の評価を行った。

n 型 GaN/サファイア基板上に、スパッタ法を用いて、ScAlN 薄膜をエピタキシャル成長させた。Sc 組成は、Sc と Al ターゲットへの供給電力をコントロールすることで制御した。成長時の基板温度は 450 °C から 750 °C の範囲に設定した。下部電極を n 型 GaN、上部電極を Pt とする、MFS (Metal-Ferroelectric-Semiconductor) 構造を作製し、電気特性の評価を行った。強誘電性は *P-E* 測定および PUND 測定で評価した。

Fig. 1 に、作製した Sc_{0.2}Al_{0.8}N 薄膜 (膜厚 115 nm) の XRD 2 θ / ω スキャン結果を示す。GaN の 0002 回折とともに ScAlN のウルツ鉱構造に起因する 0002 回折が観察され、*c* 軸配向していることが確認できた。Fig. 2 に ScAlN 10 $\bar{1}5$ 逆格子マップを示す。ScAlN と GaN の *q_x* 座標が一致していることから、ScAlN が GaN 上にコヒーレント成長していることが分かった。なお、AlN の回折はテンプレート基板に含まれる AlN 層によるものである。Fig. 3 に周波数 45 kHz、ピーク電圧 87 V の三角パルス電圧を印加した際の *P-E* および *I-E* カーブを示す。強誘電体特有のヒステリシス特性と、分極反転に起因する変位電流が観測された。負電圧領域では分極値が大きくヒステリシスループは閉じていない。これは ScAlN/n 型 GaN 界面のトラップ準位やバンド傾斜によるリーク電流による影響だと考えられる。当日は、ScAlN の Sc 組成や成長温度がリーク電流や強誘電性に与える影響を議論する予定である。

[1] S. Fichtner *et al.*, J. Appl. Phys., **125**, 114103 (2019). [2] D. Wang *et al.*, Appl. Phys. Lett. **122**, 052101 (2023). [3] S. Zhang *et al.*, J. Appl. Phys., **114**, 243516 (2013).

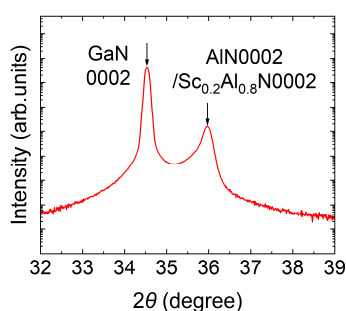


Fig. 1 XRD 2 θ / ω scan of Sc_{0.2}Al_{0.8}N /GaN/AlN/Sapphire heterostructure

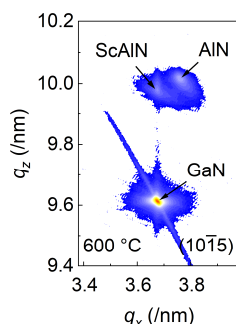


Fig. 2 10 $\bar{1}5$ RSM for ScAlN/GaN/AlN/Sapphire

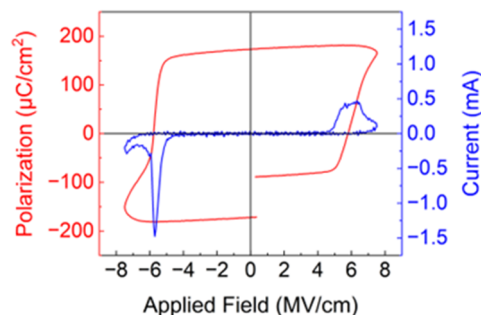


Fig. 3 *P-E* and *I-V* loop of ScAlN /GaN/AlN/Sapphire

反応性 RF スパッタリングによる SiC 基板上への 格子整合 AIBN 強誘電体高品質膜の成長 Growth of high-quality lattice-matched AIBN ferroelectric films on SiC substrate by RF reactive sputtering

京大院工, °白石 健, 三上 杏太, 木本 恒暢, 金子 光顕

Kyoto Univ., °K. Shiraishi, K. Mikami, T. Kimoto, and M. Kaneko

E-mail: kshiraishi@semicon.kuee.kyoto-u.ac.jp

高温動作可能な不揮発性メモリの実現に向けて、高いキュリー温度を有する窒化物強誘電体が注目されている。窒化物強誘電体における分極は c 軸方向に存在するため、優れた強誘電特性、すなわち高い抗電界および大きな残留分極を得るためには、高品質かつ c 軸配向した薄膜の成長が不可欠である。窒化物強誘電体の中でも、窒化ホウ素アルミニウム(AIBN)は、B 組成が約 5% で、高温動作可能な論理回路として有望な材料である 4H-SiC と格子整合するため、AIBN/SiC 構造は、高温動作集積回路実現に向けた有望なヘテロ構造と考えられる。本研究では、反応性高周波スパッタリングによって SiC 上に AIBN 薄膜を成長させた。X 線回折(XRD)を用いて、堆積した AIBN の B 組成・結晶性を評価し、さらに SiC 上の AIBN 薄膜における分極ヒステリシスを測定した。XRD ω -scan による評価を行ったところ、SiC 上に成長した AIBN は、SiC と格子整合する B 組成で、これまで報告がある FWHM で最も小さい値を示すスパッタ AIBN 膜が得られたので報告する。

図 1 に作製した試料の構造模式図を示す。SiC 上に AIBN を成長した試料と、SiC 上に Pt を堆積した後、AIBN を成長した試料を作製した。AIBN は、Al と B を混合した $\text{Al}_{0.95}\text{B}_{0.05}$ ターゲットを用い、RF スパッタリングにより成長した。AIBN 成長時の基板温度は 400°C 、成長圧力は 0.6 Pa に固定し、RF パワー、および N_2 流量は変化させた。AIBN 成長後、上部電極として Pt を堆積した。Pt 上 AIBN 試料は、SiC 上に堆積した Pt を下部電極として用い、SiC 上 AIBN 試料は、上部電極を堆積した後、SiC 裏面に Al 下部電極を蒸着した。

図 2 に XRD 2θ - ω スキャンから得られた B 組成、および ω スキャンから得られた半値全幅 (FWHM) の関係を示す。Pt 上試料の FWHM は 2° 程度と大きい値であったのに対して、SiC 上試料では、B 組成が 4.5% に近づくにつれて FWHM が小さくなる傾向が見られた。ベガード則を用いて B 組成 4.5% の AIBN における格子定数を計算すると、SiC との格子不整合度が 0.2% 以下の格子定数であることが分かった。この結果から、SiC 上 AIBN の FWHM は、SiC と格子整合することで小さくなり、結晶性が向上することを示唆している。また、本研究で得られた SiC 上 AIBN における FWHM の最小値は 0.9° であり、この結果はこれまで報告されているスパッタ AIBN 膜の FWHM としては最も小さい値である。図 3 に作製した SiC 上・Pt 上 AIBN キャパシタの分極-電界特性を示す。Pt 上 AIBN キャパシタでは、 2 MV/cm 程度の電界で AIBN の不可逆的な破壊が起こり、大きな分極ヒステリシスループを得ることができなかった。一方で、SiC 上 AIBN キャパシタでは、Pt 上 AIBN よりも不可逆的な破壊に至る電界が大きく ($\sim 5\text{ MV/cm}$)、分極ヒステリシスも Pt 上 AIBN キャパシタよりも大きいことが分かった。この結果は、結晶性が良好な AIBN において、破壊電界が大きくなることで、大きな残留分極が得られる可能性を示唆している。

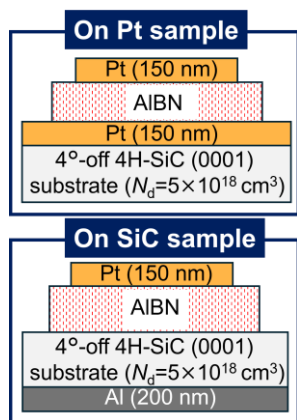


Fig. 1. Schematic diagram of the fabricated “on SiC” sample and “on Pt” sample.

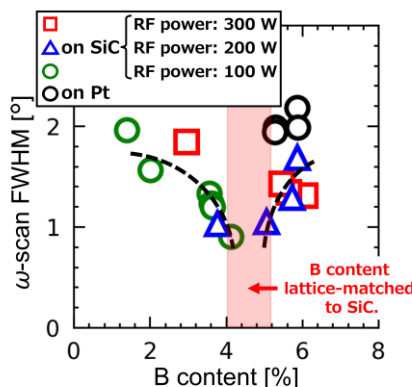


Fig. 2. Relationship between B content and ω -scan FWHM values of AIBN layers.

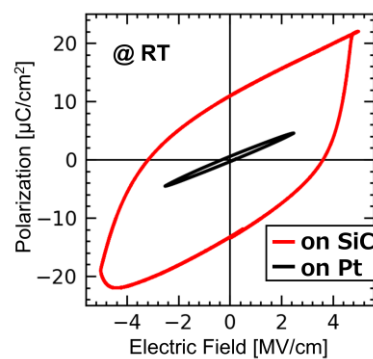


Fig. 3. Polarization hysteresis obtained from the “on SiC” Sample and “on Pt” Sample.

AlGaN バッファ層を用いた QST 基板上の BGaN 成長における歪の評価

Evaluation of strain for BGaN growth on AlGaN/QST template

¹ 静大院工, ² 名大院工, ³ 近大原研, ⁴ 名大 IMASS, ⁵ 静大電研

○林敦景¹, 西川瞬¹, 小久保瑛斗², 若林源一郎³, 本田善央⁴, 天野浩⁴, 井上翼¹, 青木徹⁵, 中野貴之^{1,5}
Shizuoka Univ.¹, Nagoya Univ.², Kindai Univ.³, IMASS Nagoya Univ.⁴, R.I.E. Shizuoka Univ.⁵
°A. Hayashi¹, S. Nishikawa¹, E. Kokubo², G. Wakabayashi³, Y. Honda⁴, H. Amano⁴, Y. Inoue¹, T. Aoki⁵, T. Nakano^{1,5}
E-mail: hayashi.atsuhiro.20@shizuoka.ac.jp

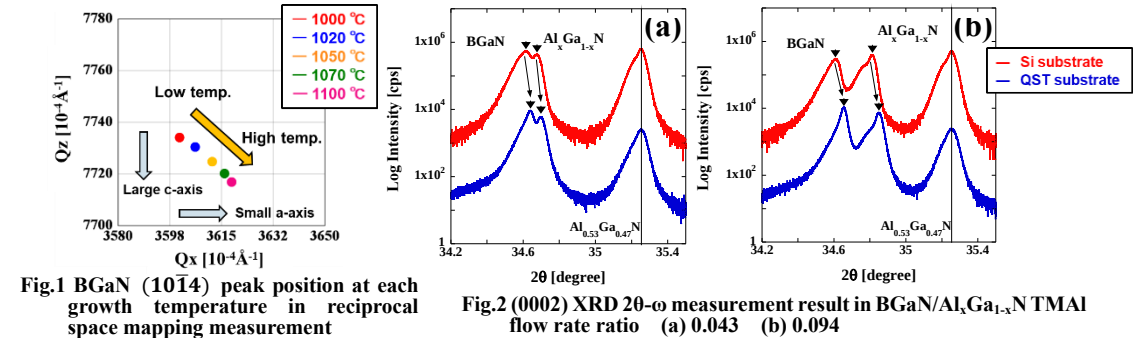
【緒言】中性子捕獲断面積の大きい B 原子を含む BGaN は新たな中性子イメージングセンサーとして期待されている[1]。中性子イメージングセンサーでは Flip-Chip 構造が用いられ、BGaN 層を読み出し用 ASIC 回路に貼り合わせることで作製が可能である。しかし、BGaN 成長に Si および c-Al₂O₃ 基板を用いた場合、熱膨張係数差により発生する基板の反りが貼り合わせに影響を及ぼすといった課題がある。そこで、GaN との熱膨張係数差が小さい QST 基板を用いて、反りの小さい BGaN デバイスの作製を行っている。さらに AlGaN バッファ層を用いることで、BGaN 層の歪を制御した結晶成長が可能となり、表面におけるクラックの抑制が達成された[2]。しかし、QST 基板などの Si 系基板上への BGaN 成長は十分な検討が行われていない。そこで本研究では、AlGaN/QST および AlGaN/Si テンプレートを用いた BGaN 成長の成長温度依存性および AlGaN バッファ層の格子定数依存性について評価を実施した。

【実験方法】BGaN および Al_xGa_{1-x}N 結晶は有機金属気相エピタキシー(MOVPE)法を用いて作製した。III 族原料には TMGa、TMB、TMAI を使用し、V 族原料には NH₃ を使用した。テンプレートは Si、QST 基板上に Al_{0.53}Ga_{0.47}N バッファ層を形成した AlGaN/Si、QST テンプレートを使用した。各テンプレート上に成長温度：1000~1100 °C で BGaN 層を成長し、成長温度依存性評価を実施した。さらにテンプレート上に TMAI 流量比:0.033~0.094 で Al_xGa_{1-x}N を作製し、BGaN 層のバッファ層における格子定数依存性評価を実施した。

【結果】各成長温度で成長した QST テンプレート上の BGaN 層を X 線逆格子マッピング測定により評価した。図 1 に各成長温度でのピーク位置を示す。ピーク位置は成長温度の上昇に伴い圧縮歪が増加する方向に変化することが確認された。図 2 に各 TMAI 流量で作製した Al_xGa_{1-x}N および B_xGa_{1-x}N の 2θ-ω 測定結果を示す。Al_xGa_{1-x}N、B_xGa_{1-x}N ピークともに Si 基板におけるピーク位置は QST 基板と比較して低角側に確認された。この結果は Si 基板上の Al_xGa_{1-x}N および B_xGa_{1-x}N の c 軸長は QST 基板上のものより大きいことを示している。これらのサンプルは同時に成長を行っており、基板材料のみが異なる。したがって、基板の熱膨張係数差による反りが、室温での各層にかかる歪応力に大きな影響を及ぼしていることが示唆された。これらの条件に基づいてデバイス作製を行い、BGaN 検出器を用いた放射線検出特性評価を実施した。結果は当日の発表にて報告を行う。

【参考文献】 [1] T. Nakano, *et al*, JAP. **130** (2021) 124501 [2] 林敦景 他, 第 85 回秋季応用物理学会(2024) 20a-A24-4

【謝辞】本研究の一部は、科研費補助金(19H04394、23H00099)の援助により実施された。実験に使用した QST 基板は信越化学株式会社より提供していただいた。各テンプレートはローム株式会社にて作製し提供していただいた。



低V/III比条件下で作製した BGaN ダイオードの諸特性評価 Characterization of BGaN diodes grown under low V/III ratio conditions

静大創造¹, 名大院工², 静大電研³, 近大原研⁴, 名大 IMaSS⁵, 静大工⁶

○工藤涼兵¹, 小久保瑛斗², 都木克之³, 若林源一郎⁴, 本田善央⁵, 天野浩⁵,
井上翼^{1,6}, 青木徹^{1,3}, 中野貴之^{1,3,6}

Shizuoka Univ.¹, Nagoya Univ.², R.I.E.³, Kindai Univ.⁴, IMaSS Nagoya Univ.⁵

○R. Kudo¹, E. Kokubo², K. Takagi³, G. Wakabayashi⁴, Y. Honda⁵, H. Amano⁵,
Y. Inoue¹, T. Aoki^{1,3}, T. Nakano^{1,3}

E-mail: kudo.ryohei.19@shizuoka.ac.jp

【緒言】中性子半導体検出器は中性子イメージングや原子炉内核計装など、多岐にわたる分野で応用が期待されている。中性子イメージングにおいては微弱な中性子線を確実に検出するため、高い中性子検出効率が求められる。一方、原子炉内核計装は高放射線雰囲気下において高い n/γ 弁別比を達成する必要があることから、低 B 組成によってパルスモードでの信号検出が期待される。このように、BGaN 検出器開発において中性子捕獲元素である B の組成制御は重要な課題となっている。これまでの研究では B 原料ガスであるトリメチルボロン(TMB)の流量を変化させることにより B 組成の調整を試みてきたが、B が結晶中に取り込まれる詳細なメカニズムに関しては十分に理解されていない。有機金属気相エピタキシー(MOVPE)法を用いた AlGaN の成長においては成長中の V/III 比を低下させることで NH_3 と Al 原料の気相反応が抑制され、Al 原料の取り込みが増加することが報告されている[1]。一方、BGaN 成長においては B 組成と広い範囲での V/III 比条件の関係は未だ報告されていない。そこで本研究では BGaN 成長における V/III 比条件を変化させ、V/III 比が B 原子取り込みに及ぼす影響を調査した。

【実験方法】本研究では MOVPE 法で BGaN 層およびデバイス構造の成長を行った。BGaN 層は V/III 比の検討、および V/III 比 1185 の条件を用いて異なる TMB 流量で作製した。さらに BGaN 膜厚 $1\ \mu\text{m}$ のデバイス作製を行った。BGaN 層の構造特性評価には SEM 観察、AFM 測定および X 線回折(XRD)測定を用いた。さらに作製した BGaN 検出器を用いて放射線検出測定を行った。 α 線照射測定における放射線源には ^{241}Am 密封放射線源を使用した。中性子照射は近畿大学原子炉 UTR-KINKI にて、熱中性子束 $1 \times 10^7\ \text{n}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ で行った。

【結果】V/III 比条件の検討により、V/III 比の減少により BGaN 層の表面平坦性が向上することを確認した。この結果は気相反応で形成されたアダクトの取り込みが抑制されていることを示唆している。さらに V/III 比 1185 で B 組成の異なる 3 つの BGaN 膜を作製し、BGaN(0002) XRD- $2\theta/\omega$ 測定および(0002)X 線ロックアップカーブ(XRC)測定の半値全幅(FWHM)により B 組成および結晶性を評価した。 $2\theta/\omega$ 測定の結果から、B 組成は TMB 流量比に対して線形に増加していることを確認した。従来の V/III 比条件では TMB 流量比($\text{TMB}/(\text{TMGa}+\text{TMB})$)が 0.0078 以下では B が取り込まれず、B 組成と TMB 流量比が比例の関係から外れることが確認されていたが、本研究で用いた V/III 比条件では B 組成が流量比と共に増加することが確認された。この結果から V/III 比を小さくしたことにより B 原料の気相反応が抑制され、B の取り込み効率が向上したことが考えられる。

作製した BGaN 膜のうち TMB 流量比が異なる 2 つのサンプルを用いてデバイスを作製し、 α 線検出特性を評価した。Fig. 1 に各 BGaN デバイスにより得られた α 線エネルギースペクトルを示す。Fig. 1 より、B 組成の異なる 2 つのデバイスでスペクトルピークの FWHM は同程度であった。この結果は、B 組成の増加によるデバイス特性の劣化が小さいことを示唆している。以上の結果から、低 V/III 比条件での BGaN 結晶成長によりデバイス特性を維持した状態で B 組成の変化が可能であると考えられる。近畿大学での中性子検出特性評価の結果については当日報告を行う。

【謝辞】本研究の一部は科研費補助金(19H04394、23H00099)、名古屋大学未来材料・システム研究所における共同利用・共同研究、近畿大学原子炉等利用共同研究、JST 次世代研究者挑戦的研究プログラム JPMJSP2167 の援助により実施された。

【参考文献】[1]A.V. Kondratyev, *et. al.*, J. Cryst. Growth 272, (2004) 420-425

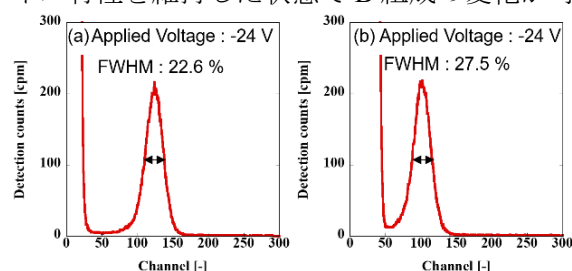


Fig. 1 α -particles-energy-spectra of BGaN devices with BN mole fraction of (a)0.28 %, (b)0.56 %

c-BScN エピタキシャル薄膜のスパッタリング成長機構

Sputtering-growth mechanism of c-BScN epitaxial layers

日本電信電話(株) NTT 物性科学基礎研究所¹,東北大学 国際放射光イノベーション・スマート研究センター²○前田 亮太¹, 谷保 芳孝¹, †熊倉 一英¹, 二宮 翔², 西堀 麻衣子², 平間 一行¹NTT Basic Research Lab. NTT Corporation¹, Tohoku University²○R. Maeda¹, Y. Taniyasu¹, †K. Kumakura¹, K. Ninomiya², M. Nishibori², K. Hirama¹

E-mail: ryota.maeda@ntt.com

【はじめに】立方晶窒化ホウ素(c-BN)は 6.3 eV のバンドギャップを有する間接遷移型半導体で、高耐圧電子デバイスへの応用が期待されている[1]。立方晶窒化スカンジウム(c-ScN)も 0.9~2.5 eV のバンドギャップを有する間接遷移型半導体である。c-BN と c-ScN の混晶である立方晶窒化ホウ素スカンジウム(c-BScN)は、c-BN とヘテロ構造を形成することでキャリアの閉じ込めを利用した c-BN 系デバイスへの応用が期待できる。これまでに我々はスパッタリング法を用いてダイヤモンド(111)基板上に c-BN(111)および c-BScN(111)のエピタキシャル成長を報告してきた[2]。本研究では、c-BScN エピタキシャル薄膜の結晶構造・結合構造の成長温度、バイアス電圧、Sc ターゲットの出力依存性を系統的に調査し、その成長機構を明らかにした。

【実験】マグネトロンスパッタリング装置を用いてダイヤモンド(111)基板上に BScN 薄膜を成長した。スパッタリングターゲットには熱分解窒化ホウ素(PBN)と Sc を用いた。成長温度(T_g)を 860°C, 945°C, 1023°C, 1100°C の 4 点で変化させ、各 T_g に対して Sc ターゲットの出力を 0~90 W の範囲で変化させた。成長中は、負の基板バイアス電圧を印加することで、正に帯電したプラズマ中のイオンを成長中の薄膜表面に照射している。各温度、各 Sc ターゲットの出力においてバイアス電圧の値を変化させた。スパッタリングガスには Ar と N₂ を使い、N₂ 流量比[N₂/(Ar+N₂)]を 30% とした。BScN 薄膜の成長前に膜厚約 20 nm の c-BN バッファ層をダイヤモンド基板上に成長している。

【結果】Fig.1 に 860°C で成長した BN および BScN 薄膜の Sc ターゲット出力およびバイアス電圧依存性を示す。青丸のプロットは sp³ 結合のみの phase-pure な c-BScN 薄膜が成長した成長条件、×印のプロットは sp² 結合の BN 相が混在した成長条件である。Sc ターゲット出力を高くして Sc 供給量を増やすほど、phase-pure な c-BScN 薄膜を成長するためにはより高いバイアス電圧の印加が必要であることが分かった。成膜中に照射しているイオンは、sp³ 結合相の形成を促進すると同時に sp² 結合相をエッチングする役割を担っており、高いバイアス電圧ではイオンエネルギーが増大し、sp² 結合相のエッチング速度が向上する。このことから、Sc 供給量を増やすほど成長中の sp² 結合相の生成速度が上昇していると考えられる。Fig.2 に Sc 供給量を一定(Sc ターゲット出力 60 W)とした場合の X 線 2 θ / ω 測定結果の T_g 依存性を示す。全ての T_g で c-BN バッファ層と c-BScN(111)薄膜のエピタキシャル成長を確認した。一方、1023°C 以上では相分離が起こっており、ScN が混在した。 T_g が高いほど N が B よりも Sc と優先的に結合しやすくなり、一部が凝集して ScN になっていると考えられる。Fig.3 に T_g と Sc ターゲット出力に対する成長相図を示す。相分離の抑制には低い T_g が有効であり、 T_g が低いほど Sc 供給量が多い成長条件においても phase-pure な c-BScN 薄膜の成長が可能であることがわかった。

【参考文献】[1] J. Y. Tsao *et al.*, Adv. Electron. Mater., **4**, 1600501 (2018). [2] 前田他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会 (2025).

†現所属: 北大量集せ, Current address: RCIQE, Hokkaido Univ.

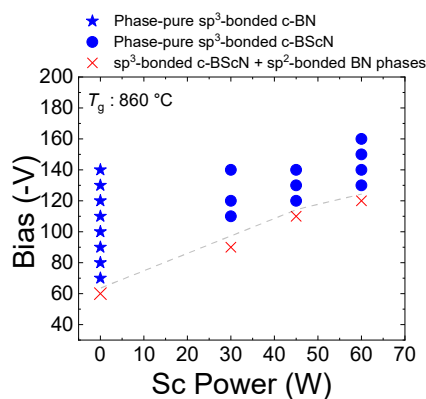


Fig.1 Growth phase diagram of BN and BScN layers grown at various Bias and Sc target powers.

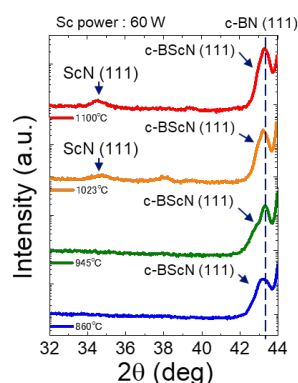


Fig.2 X-ray 2 θ / ω measurement of c-BScN grown at various temperature.

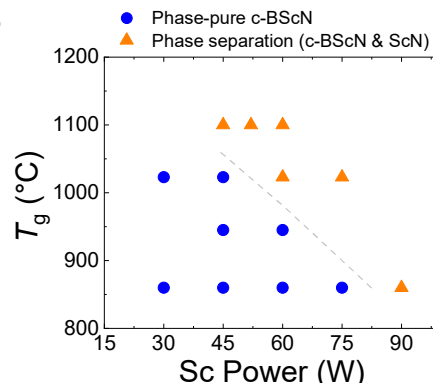


Fig.3 Growth phase diagram of BScN layers grown at various temperatures and Sc target powers.

Sc_xB_{1-x}N 混晶におけるバンドアライメントの評価

Band Alignment Evaluation in Sc_xB_{1-x}N Alloys

富山県立大¹, [○](M1)河島 龍, 水野 斎, 松本 公久, 太田 優一

Toyama Pref Univ.¹, [○]Ryu Kawashima, Hitoshi Mizuno, Kimihisa Matsumoto, Yuichi Ota

E-mail: u554006@st.pu-toyama.ac.jp

【はじめに】立方晶窒化ホウ素(c-BN)に Sc を導入した c-ScBN 混晶の結晶成長が世界で初めて報告された[1]。この c-ScBN 混晶の電子構造特性を明らかにすることで、実験に先行した材料特性の予測と設計に寄与することが期待される。本研究では密度汎関数理論(DFT)に基づく第一原理計算によって、Sc_xB_{1-x}N 混晶の Sc 組成 x を変化させたときのバンドギャップ E_g と Branch-Point Energy(BPE)の計算[2]からバンドアライメントを推定し、評価した。

【実験/計算条件】本研究で使用した閃亜鉛鉱構造の Sc_xB_{1-x}N 混晶のモデルは、“Supercell program”を用いて2×2×2のスーパーセルモデル(原子数16個)を作成した。各 Sc 組成 x での原子の配置は、構造安定化を行い最もエネルギーが低いモデルを採用した。 k 点数は4×4×4、カットオフエネルギーは50 Ry とし、全ての電子状態計算は Quantum Espresso によって行った。

【結果】Fig.1 にハイブリッド汎関数 Gau-PBE を用いて計算した Sc_xB_{1-x}N 混晶の E_g を示す[3]。Fig.1 よりバンドギャップボウイングが確認され、このボウイングパラメータ b は約 11.3 eV となった。これは従来の InGaN 等と比較して大きな値であり、この原因としては c-BN と立方晶窒化スカンジウム(c-ScN)の E_g と格子定数の差が大きいためであると考えられる[4]。Fig.2 では BPE を基準とした Sc_xB_{1-x}N 混晶のバンドアライメントを示す。Sc 組成 $0.250 \leq x \leq 0.750$ では他の組成と比較して、VBM が BPE に対して相対的に近くに位置しているため、p 型ドーピングが期待できることを見出した。

参考文献 [1] 前田 他, 第72回応用物理学会春季学術講演会 17a-K401-9 (2025). [2] A. Schleife. *et al*, Appl. Phys. Lett. **94**, 012104 (2009). [3] Jong-Won Song. *et al*, J. Chem. Phys. **135**, 071103 (2011). [4] H.-L. Shi, *et al*. Eur. Phys. J. B **66**, 439 (2008).

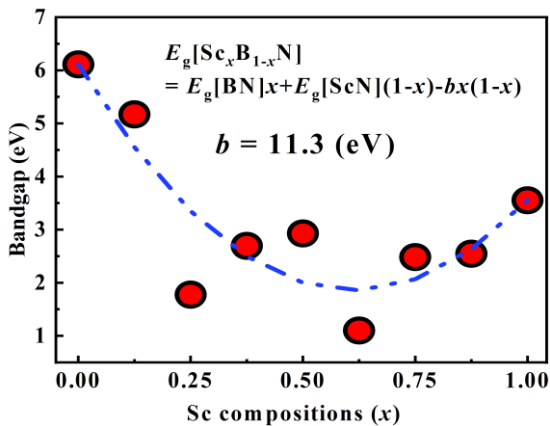


Fig. 1 Bandgap of Sc_xB_{1-x}N alloys at each Sc concentration x

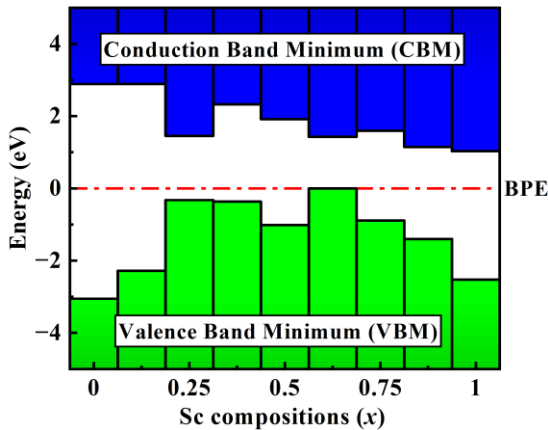


Fig. 2 Band alignment of Sc_xB_{1-x}N via BPE

高温アニールした AlN 上への超伝導体 NbN_x 薄膜の作製と評価 Fabrication and characterization of superconducting NbN_x films on AlN prepared by high-temperature annealing

理科大院先進工¹, NIMS², 三重大院工³

○加藤雄貴¹, 原田尚之^{1,2}, 三宅秀人³, 池田和久¹, 小林篤¹

Tokyo Univ. of Science¹, NIMS², Mie Univ.³

○Yuki Kato¹, Takayuki Harada², Hideto Miyake³, Kazuhisa Ikeda¹, Atsushi Kobayashi¹

E-mail: 8225509@ed.tus.ac.jp

NbN_x は高い超伝導転移温度を有し、AlN との格子整合度が小さい (−0.2%) ことから、超伝導体/半導体接合の材料として注目されている^[1]。スパッタ成長と face-to-face 高温アニールを組み合わせた AlN/sapphire テンプレート (FFA Sp-AlN) では、極めて低い貫通転位密度の高品質結晶が報告されている^[2]。このような AlN 上には、結晶欠陥が少なく超伝導転移温度の高い NbN_x 薄膜が成長する可能性がある。しかし、FFA Sp-AlN 上にどのような結晶構造を有する NbN_x が成長するかは不明である。そこで本研究では、FFA Sp-AlN 上に NbN_x 薄膜をスパッタ法で成長させ、その構造特性と電気特性の評価を行った。

FFA Sp-AlN 上に MOVPE で AlN を 160 nm ホモエピタキシャル成長させたテンプレートを NbN_x 成長用基板とし、NbN_x 薄膜をスパッタ法で成長させた。成長温度は 800 °C から 1100 °C、膜厚は 5 nm から 25 nm の範囲で制御した。NbN_x 薄膜の表面形状は RHEED と AFM、結晶構造は XRD、膜厚は XRR によってそれぞれ評価した。さらに、³He 冷凍機による冷却システムを用いて四端子抵抗測定を行い、超伝導転移温度を測定した。

Fig. 1 に AlN 上に成長させた NbN_x の XRD 2θ/ω スキャンの結果を示す。成長温度の上昇に伴い、高角側へのピークシフトが確認された。これは、NbN_x の δ 相から γ 相への結晶構造の変化に由来するものと考えられる。Fig. 2 に成長温度が異なる NbN_x 薄膜 (a) 800 °C、(b) 1100 °C の AlN11 $\bar{2}$ 4 回折周辺の逆格子マップ測定結果を示す。成長温度 800 °C では、NbN_x に対応する回折ピークが 1 つであるのに対して、1100 °C では 3 つの回折ピークが現れた。詳細な構造解析から、前者は δ-NbN、後者は γ-Nb₄N₃ と同定した。また、超伝導転移温度は、δ-NbN では 13.7 K、γ-Nb₄N₃ では 9.6 K であった。当日は、NbN_x の結晶構造とドメイン構造、表面平坦性、超伝導特性の関係についても議論する予定である。

[1] A. Kobayashi *et al.*, Appl. Phys. Express **13**, 061006 (2020). [2] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155-159 (2016).

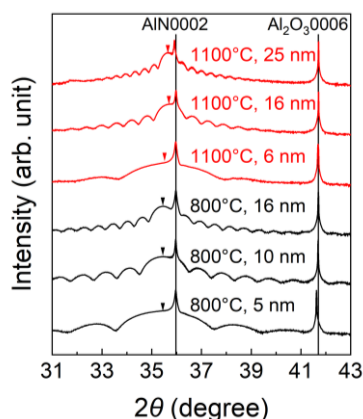


Fig.1 XRD 2θ/ω scans of NbN_x films grown on AlN

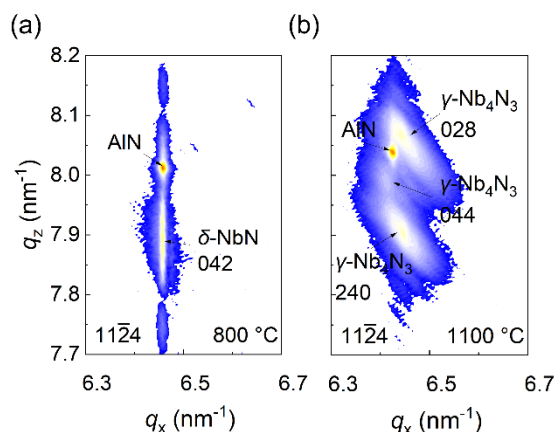


Fig.2 RSM around AlN11 $\bar{2}$ 4 where NbN_x films were grown at (a) 800 and (b) 1100 °C

スパッタ法による NbAlN 薄膜のエピタキシャル成長

Epitaxial Growth of NbAlN films by Sputtering

理科大大院先進工¹, 理科大先進工², 三重大院工³

○菊池立貢¹, 黒木颯太², 河村貴宏³, 池田和久^{1,2}, 小林篤^{1,2}

Grad.school of Tokyo Univ. of Science¹, Tokyo Univ. of Science², Mie Univ.³

○Riku Kikuchi¹, Souta Kurogi², Takahiro Kawamura³, Kazuhisa Ikeda^{1,2}, Atsushi Kobayashi^{1,2}

E-mail:8225513@ed.tus.ac.jp

最近、AlN に遷移金属等を添加したウルツ鉱型 $X\text{AlN}$ ($R=\text{Sc}, \text{Y}, \text{Yb}, \text{B}$) が強誘電性を示すこと明らかになり、従来の強誘電体に替わる材料として研究が進められている^[1]。また、AlN に Nb を添加した NbAlN も、ウルツ鉱型構造を示すことが報告されており^[2]、新たな窒化物強誘電体材料としての可能性が期待されている。しかし、ウルツ鉱型 NbAlN のエピタキシャル成長はこれまでに報告されておらず、Nb 組成と格子定数の関係など、基礎物性に関しても未解明である。本研究では、NbAlN の強誘電性発現に向けた基礎的検討として、ウルツ鉱型 NbAlN のエピタキシャル成長を試みた。

スパッタ法を用いて c 面 sapphire 及び AlN/sapphire 上に NbAlN 薄膜を作製した。成長温度 800 °C とし、膜厚は 40~80 nm の範囲で NbAlN を作製した。Nb と Al ターゲットへの供給電力を制御することで Nb 組成を 5~27% の間で変化させた。作製した薄膜の結晶構造を XRD、表面モフォロジーを AFM と RHEED、Nb 組成を XPS によってそれぞれ評価した。

Fig.1 に、sapphire 上に作製した NbAlN 薄膜の XRD 測定結果を示す。すべての試料で NbAlN の 0002 回折ピークが観察され、各ピーク位置は Nb 組成の増加に伴い低角側へシフトしていた。これは、Nb 組成の増加に伴い c 軸方向の格子定数が大きくなったことを示す。また、Nb 組成 16% と 27% の試料では Nb110 回折ピークが観察された。Fig.2 に sapphire および AlN/sapphire 上に作製した NbAlN 薄膜の $2\theta/\omega$ スキャンを比較した。AlN 上に成長させた試料では、フリンジを伴う NbAlN の 0002 回折が観察でき、sapphire 上に作製した NbAlN と比べて結晶性に優れた NbAlN 薄膜が得られたことがわかる。Fig.3 に AlN 10 $\bar{1}$ 5 周辺の逆格子マップを示す。NbAlN と AlN の Q_x の値が一致していることから、NbAlN が AlN 上にコヒーレント成長していることが示唆される。当日は、NbAlN の格子定数 c/a 比、表面平坦性、および DFT 計算で評価した構造安定性についても議論を行う予定である。

[1] S. Calderon *et al.*, APL Mater. **12**, 021105 (2024). [2] S. Fichtner *et al.*, J. Appl. Phys. **125**, 114103 (2019).

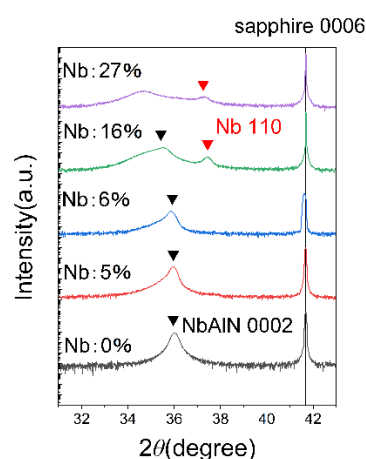


Fig.1 XRD $2\theta/\omega$ scans of the NbAlN films grown on sapphire substrates

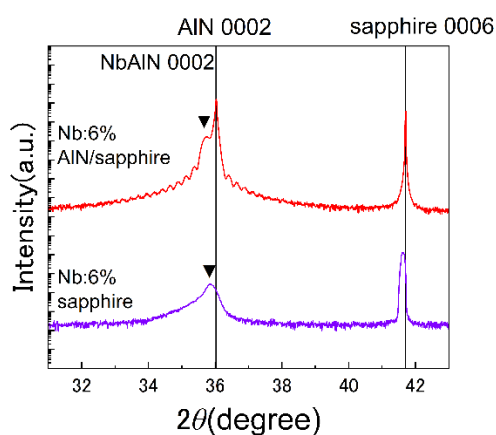


Fig.2 XRD $2\theta/\omega$ scans of the NbAlN films grown on sapphire and AlN/sapphire substrate

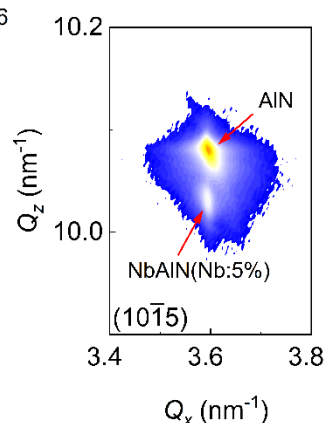


Fig.3 10 $\bar{1}$ 5 RSM of the NbAlN film on AlN/sapphire substrate

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

[9p-N301-1~19] 15.4 III-V-group nitride crystals

[9p-N301-1]

[Invited Talk] Nano-scale electric field and charge imaging using scanning transmission electron microscopy

○Satoko Toyama¹, Takehito Seki¹, Naoya Shibata^{1,2} (1.Univ. of Tokyo, 2.JFCC)

[9p-N301-2]

Tilt-scan DPC-STEM Analysis of Polarity-Inverted AlN Crystals

○Shigetaka Tomiya¹, Zentaro Akase¹, Kazunori Iwamitsu¹, Akira Yasuhara², Tomohiro Tamano³, Ryota Akaike³, Hideo Miyake³ (1.NAIST, 2.JEOL, 3.Mie Univ.)

[9p-N301-3]

High-Speed 3D Imaging of Threading Dislocations in GaN Using Stimulated Raman Scattering

○Shun Takahashi¹, Yusuke Wakamoto¹, Kazuhiro Kuruma², Takuya Maeda¹, Yasuyuki Ozeki^{1,2} (1.UTokyo, 2.RCAST)

[9p-N301-4]

Stress evaluation and strain component analysis of heterojunction semiconductors grown with different crystal system

○Kanata Shibuta¹, Shyun Koshiba¹, Yasuhiro Tanaka¹, Masaru Terabayashi¹, Hidefumi Akiyama² (1.Kagawa Univ., 2.Tokyo Univ.)

[9p-N301-5]

Evaluation of dislocation structure in AlGaIn grown on sputter-annealed AlN

○Hiroki Yasunaga^{1,2}, Ryota Akaike^{2,3}, Kensei Oya³, Shinnosuke Mori³, Takao Nakamura^{2,3}, Hideto Miyake^{2,3} (1.Mie Univ. ORIP, 2.Mie Univ. IC-SDF, 3.Mie Univ. Grad. Sch. of Eng.)

[9p-N301-6]

X-ray absorption fine structure of praseodymium ions implanted in gallium nitride

○Shinichiro Sato¹, Eri Yokozuka¹, Shiro Entani¹, Naotsugu Nagasawa¹, Hiroyuki Saitoh¹, Takuya Tsuji², Daiju Matsumura², Shin Ito³, Manato Deki³, Yoshio Honda³, Hiroshi Amano³, Shugo Nitta⁴, Michal Bockowski⁵ (1.QST, 2.JAEA, 3.Nagoya Univ., 4.Mie Univ., 5.PAS)

[9p-N301-7]

Analysis of three-state double LO phonon scattering mechanism in GaN-based THz-QCL

○Koki Yabe^{1,2}, Airu Takahashi^{1,2}, Akira Kaneko^{1,2}, Sachie Fujikawa^{2,1}, Hiroyuki Yaguchi², Shashank Mishra¹, Hideki Hirayama¹ (1.RIKEN, 2.Saitama Univ.)

[9p-N301-8]

Characterization of in-gap states in n⁺⁺ and p⁺⁺ layers of GaN tunnel junctions

○Motoki Kondo¹, Raiya Hirose¹, Kazuki Osada¹, Daichi Imai¹, Tetsuya Takeuchi¹, Takao Miyajima¹ (1.Meijo Univ.)

[9p-N301-9]

Development of time-resolved heat energy transport analysis method in GaN films using a pump-probe Raman scattering spectroscopy with sub-nanosecond pulse lasers

○(D)Yusuke Ishii¹, Thee Ei Khaing Shwe¹, Masatomo Sumiya², Motoaki Iwaya³, Daisuke Iida⁴, Kazuhiro Okawa⁴, Bei Ma¹, Yoshihiro Ishitani¹ (1.Chiba Univ., 2.NIMS, 3.Meijo Univ., 4.KAUST)

[9p-N301-10]

Evaluation of Non-Radiative Recombination processes in GaN using Laser Heterodyne Photothermal Displacement Method

○Yuta Hosokoshi¹, Yoshio Honda², Atsuhiko Fukuyama¹ (1.Univ. of Miyazaki, 2.Univ. of Nagoya)

[9p-N301-11]

Evaluation of Defects in Highly Carbon-doped GaN Layers

○(M2)Momoko Inayoshi¹, Anna Honda², Hirotaka Watanabe², Yoshio Honda², Takeshi Kato², Noriyuki Taoka¹, Wakana Takeuchi¹ (1.Aichi Inst. of Tech., 2.Nagoya Univ.)

[9p-N301-12]

Optical characterization of GaN crystals grown by Quartz-free hydride vapor phase epitaxy

○Yuki Monnai¹, Fujikura Hajime², Konno Taichiro², Shota Kaneki², Koshi Sano¹, Shuhei Ichikawa^{1,3}, Tabata Hiroshi¹, Kazunobu Kojima¹ (1.Grad. Sch. of Eng., The Univ. of Osaka, 2.Sumitomo Chemical Co. Ltd., 3.Research Center for UHVEM, The Univ. of Osaka)

[9p-N301-13]

Luminescence study of electron-beam-irradiated GaN

○Kohei Shima¹, Masahiro Horita^{2,3}, Jun Suda^{2,3}, Shoji Ishibashi⁴, Akira Uedono⁵, Shigefusa Chichibu¹ (1.IMRAM-Tohoku Univ., 2.Nagoya Univ., 3.IMaSS-Nagoya Univ., 4.CCS-Univ. of Tsukuba, 5.Univ. of Tsukuba)

[9p-N301-14]

$E || c$ cryogenic excitonic modal gain and propagation loss of hydride vapor-phase epitaxy grown AlN substrates studied by variable stripe length method

○Takumi Ikeshima¹, Ryota Ishii¹, Mitsuru Funato¹ (1.Kyoto Univ.)

[9p-N301-15]

Analysis of temperature dependence of $A_1(\text{LO})$ mode frequency of BGaN alloys by Raman scattering spectroscopy

○Hiroya Urasawa¹, Atsuhiko Hayashi², Soutaro Takenaka², Yusuke Ishii¹, Bei Ma¹, Takayuki Nakano², Yoshihiro Ishitani¹ (1.Chiba Univ., 2.Shizuoka Univ.)

[9p-N301-16]

Band alignment at the interface between InGaN photoelectrode and NiO co-catalyst

○Yudai Yamashita¹, Kazuhide Kumakura¹, Kazuyuki Hiramatsu¹, Yoshitaka Taniyasu¹ (1.NTT BRL)

[9p-N301-17]

Carrier diffusion processes in InGaN QWs measured by temperature-dependent time-resolved photoluminescence measurements

○Osuke Ito¹, Kotaro Akiyama¹, Yuta Sakurai¹, Atsushi A. Yamaguchi¹, Maiko Fukui², Tatsushi Hamaguchi^{3,4} (1.Kanazawa Inst. of Tech., 2.ETH, 3.Kyushu Univ., 4.Mie Univ.)

[9p-N301-18]

Principal Component Analysis of Cathodoluminescence Emission Spatial Structures in InGaN Quantum Well

○(M2)Ryunosuke Fuku¹, Zentaro Akase¹, Kazunori Iwamitsu¹, Shigetaka Tomiya¹ (1.Nara Institute of Science and Technology)

[9p-N301-19]

Bayesian Inference Analysis of Time-Resolved Photoluminescence Decay Behavior in an InGaN Quantum Well

○Kazunori Iwamitsu¹, Itsuki Shimbo², Zentaro Akase¹, Toshiya Yokogawa¹, Atsushi Yamaguchi², Shigetaka Tomiya¹ (1.NAIST, 2.Kanazawa Inst. of Tech.)

微分位相コントラスト STEM による半導体界面の電場・電荷直接観察

Nano-scale electric field and charge imaging using scanning transmission electron microscopy

東大工¹, JFCC² ○遠山慧子¹, 関岳人¹, 柴田直哉^{1,2}Univ. of Tokyo¹, JFCC², °Satoko Toyama¹, Takehito Seki², Naoya Shibata^{1,2}

E-mail: toyama@sigma.t.u-tokyo.ac.jp

半導体デバイスの微細化に伴い、ナノスケールでの電場・電荷分布がデバイス特性を左右するため、その計測技術が極めて重要となっている。微分位相コントラスト走査透過電子顕微鏡法 (Differential Phase Contrast Scanning Transmission Electron Microscopy: DPC STEM) は、細く絞った電子線を試料上で走査し、透過電子線が電場や磁場によって受ける偏向を分割検出器で捉え、試料内部電磁場を可視化する手法である。図 1a に DPC STEM を用いた電場と磁場観察の模式図を示す。DPC STEM は原子スケールに及ぶ高い空間分解能を持ち、原子構造観察と電磁場を同時に可視化することが可能である一方、結晶界面では回折条件変化によるアーティファクトが定量的な解析を困難にしていた。我々は近年このアーティファクトを抑制し、界面の電磁場を定量的に観察する手法を開発した¹。その結果として GaN 系半導体ヘテロ接合界面における二次元電子ガスの局所観察 (図 1b)² や、酸化物粒界電荷と粒界偏析の相関性の解明³、強誘電体中のチャージドメイン壁の電荷可視化⁴ などの成果を挙げている。

本研究は、様々な電子材料における結晶界面や欠陥の局所電荷状態を解明し、特性発現メカニズムの理解を深化させる強力な手法であり、今後のさらなる応用が期待される。

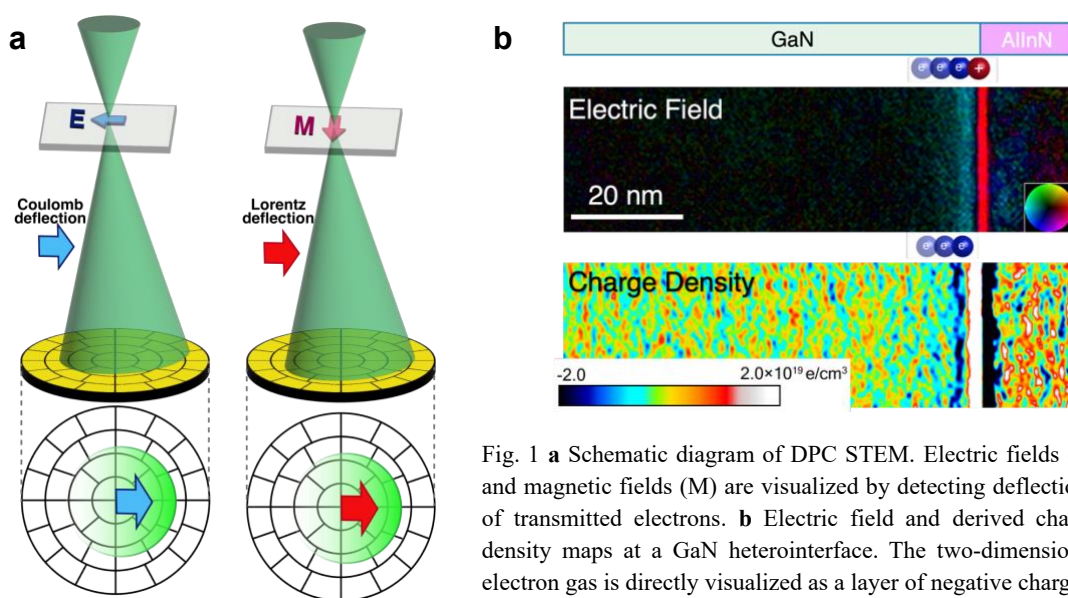


Fig. 1 **a** Schematic diagram of DPC STEM. Electric fields (E) and magnetic fields (M) are visualized by detecting deflections of transmitted electrons. **b** Electric field and derived charge density maps at a GaN heterointerface. The two-dimensional electron gas is directly visualized as a layer of negative charge.

References

1. Toyama, S. et al., *Nature Reviews. Electrical Engineering* **2**, 27 (2024).
2. Toyama, S. et al., *Nature Nanotechnology* **18**, 521 (2023).
3. Toyama, S. et al., *Nature Communications* **15**, 8704 (2024).
4. Takamoto, M., Toyama, S. et al., *Science Advances* in press (2025).

極性反転 AlN 結晶の Tilt-scan DPC-STEM による電場可視化解析

Tilt-scan DPC-STEM Analysis of Polarity-Inverted AlN Crystals

奈良先端大¹, 日本電子² 三重大³

○富谷 茂隆¹, 赤瀬 善太郎¹, 岩満 一功¹, 安原 聡², 玉野 智大³, 赤池 良太³, 三宅 秀人³

NAIST¹, JEOL², Mie Univ.³ Shigetaka Tomiya¹, Zentaro Akase¹, Kazunori Iwamitsu¹,

Akira Yasuhara², Tomohiro Tamano³, Ryota Akaike³, Hideo Miyake³

E-mail: s.tomiya@dsc.naist.jp, stomiya@naist.ac.jp

近年、微細構造内の電場分布を可視化する手法として、走査透過型電子顕微鏡法 (STEM) における微分位相コントラスト (DPC) 法が注目されている [1, 2]。DPC 法では、電子ビームが試料内部の電場によって偏向される量を検出することで、実空間における電場分布の可視化が可能となる。しかし、結晶性試料では、結晶由来の回折による強いコントラスト (回折コントラスト) が DPC 信号に重畳し、電場分布の定量評価を困難にするという課題がある。

この問題に対し、近年提案された Tilt-scan DPC 法では、電子線の走査に同期して照射角度を変化させながら複数の DPC 信号を取得し、それらを平均化することで回折コントラストを効果的に抑制できる[3]。この手法により GaN/AlGaN 異種接合界面における界面近傍の電場分布の明瞭な可視化が可能となっている[4]。

AlN 結晶は c 軸方向に強い自発分極を有しており、極性が反転した領域の界面においては、きわめて大きな電場の発生が予測される。近年、スパッタリングおよびアニール処理を組み合わせることで、AlN における極性を制御し、複数の極性反転層からなる多層構造の形成が実現されている[5]。

本研究では、N 極性から Al 極性、あるいはその逆の極性反転を有する AlN 多層構造試料に対して、Tilt-scan DPC-STEM 法を適用し、界面における電場分布の可視化を試みた。図には、N 極性から Al 極性へと反転した界面を含む試料について、取得した HAADF-STEM 像および DPC 像を示す。Tilt-scan 機能を OFF とした通常の DPC 像では、回折コントラストの影響が顕著であり、電場分布の抽出が困難であった。一方、Tilt-scan 機能を ON にした場合、層内の回折コントラスト由来のアーティファクトが大きく抑制され、界面における電場の符号反転が明瞭に観察された。この結果は、極性反転に伴う自発分極方向の変化に起因する電場の変化を反映したものであると考えられる。

発表では、Al 極性から N 極性へと反転した界面における DPC-STEM 観察結果の報告を行うと同時にこれらの界面での DPC コントラストの詳細について議論する。

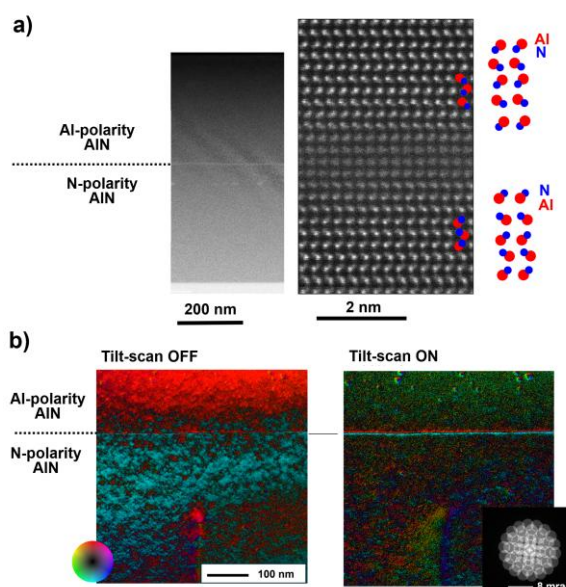


Figure: (a) HAADF-STEM image and (b) DPC image (color map of electric field vectors) of the N-to-Al polarity inversion interface. In (b), the left image was acquired with Tilt-scan OFF condition, and the right image was acquired with Tilt-scan ON condition. The inset at the bottom right of panel (b) shows the 54-electron beam pattern on the detector plane, captured by the CCD camera with the de-tilt coils turned off. This pattern represents the tilt angle distribution used to acquire image (b). Tilt-scan ON reduces noise in the image, and the electric field distribution at the interface can be clearly

- [1] N. Shibata et al., Nature Phys., 8, 611-615 (2012).
- [2] N. Shibata et al., Acc. Chem. Res., 50, 1502-1512 (2017).
- [3] Y. Kohno et al., Microscopy, 71, 111-116 (2022).
- [4] S. Toyama et al., Nature Nanotech. 18, 521-538 (2023).
- [5] T. Tamano et al., Appl. Phys. Lett. 126, 032108 (2025).

誘導ラマン散乱を用いた GaN 結晶中転位の高速 3D イメージング

High-Speed 3D Imaging of Threading Dislocations in GaN Using Stimulated Raman Scattering

東大院工¹, 東大先端研² ○高橋 俊¹, 若本 裕介¹, 車 一宏², 前田 拓也¹, 小関 泰之^{1,2}
EEIS, UTokyo¹, RCAST, UTokyo², °Shun Takahashi¹, Yusuke Wakamoto¹, Kazuhiro Kuruma²,
Takuya Maeda¹, and Yasuyuki Ozeki^{1,2}

E-mail: shun.takahashi@ginjo.t.u-tokyo.ac.jp

窒化ガリウム(GaN)は、高い絶縁破壊電界などの優れた物性を有し、高耐圧・低損失なパワーデバイスの実現に向けて注目されている。縦型パワーデバイスの実用化に向けて、GaN 基板の結晶欠陥の理解と低減が必要不可欠であり、高速かつ正確な転位評価手法が求められている。これまでに多くの手法が提案されており、中でも多光子励起フォトルミネッセンス(MPPL)法[1]やラマン顕微鏡法[2]は非破壊でのイメージングが可能である。しかし、いずれの手法も転位種の断定は困難、ラマン顕微鏡法は非常に低速、といった問題があった。今回、誘導ラマン散乱(SRS)顕微鏡法[3]を GaN 結晶中の貫通転位観察に応用し、転位がもたらす歪みの高速 3 次元イメージングに成功したので報告する。また MPPL イメージングも同時に行い、SRS と MPPL の情報を掛け合わせることで、らせん転位の識別や転位の位置・歪み方向などの詳細な解析が可能となることを見出した。

SRS 顕微鏡法は、同期した 2 色のピコ秒光パルスによりラマン信号を増幅することで高速化を実現する。本研究では、ピコ秒光パルスであるポンプ光($\lambda = 795 \text{ nm}$, $f_{\text{rep}} = 76 \text{ MHz}$)とストークス光($\lambda \sim 832 \text{ nm}$, $f_{\text{rep}} = 38 \text{ MHz}$) [4]を合波し試料へ入射した後、透過側で SRS 信号を、反射側で MPPL 信号をそれぞれ取得した。試料には c 面 GaN 単結晶基板を用いた。

図 1(a)に SRS イメージング結果を示す。画素滞在時間 $4 \mu\text{s}$ 、15 回積算、計 10 波数で SRS 画像を取得し、 E_2^H モードのピークシフト量を求めた。SRS 画像中に多数存在するダイポールパターンは、貫通転位の刃状成分がもたらす圧縮・引張歪み対であり、微小なピークシフトを検出できている。図 3(b)に同時取得した MPPL 画像を示す。暗点は転位位置に対応しており、ほぼ全ての転位について、MPPL の暗点と SRS の歪み対の位置が一致していることが分かる。一方、矢印で示した転位は MPPL でのみ検出されている。これは貫通転位の刃状成分のみを捉える SRS と全ての転位を検出する MPPL の性質から、らせん転位であると考えられる。らせん転位は p-n ダイオードのリーク電流源になることが知られており[5]、本手法は、そのようなデバイス性能への影響が大きならせん転位の識別に適用できることを示唆している。次に、 c 軸方向に沿って SRS・MPPL 画像を取得し、貫通転位の 3 次元マッピングを行った(図 1(c))。成長に伴う転位の移動・会合などを歪み方向(バーガースベクトルの面内成分方向)も含めて可視化できていることが分かる。以上から、本イメージング手法を用いることで、高速・3 次元での詳細な転位評価が期待できる。

謝辞 本研究は、JSPS KAKENHI (JP23H00271, JP23KJ0729), JST CREST (JPMJCR2331) の助成を受けて実施された。

参考文献 [1] T. Tanikawa *et al.*, Appl. Phys. Express **11**, 031004 (2018). [2] N. Kokubo *et al.*, Appl. Phys. Express **11**, 061002 (2018). [3] C. W. Freudiger *et al.*, Science **322**, 1857 (2008). [4] S. Takahashi *et al.*, Opt. Express **33**, 3890 (2025). [5] S. Usami *et al.*, Appl. Phys. Lett. **112**, 182106 (2018).

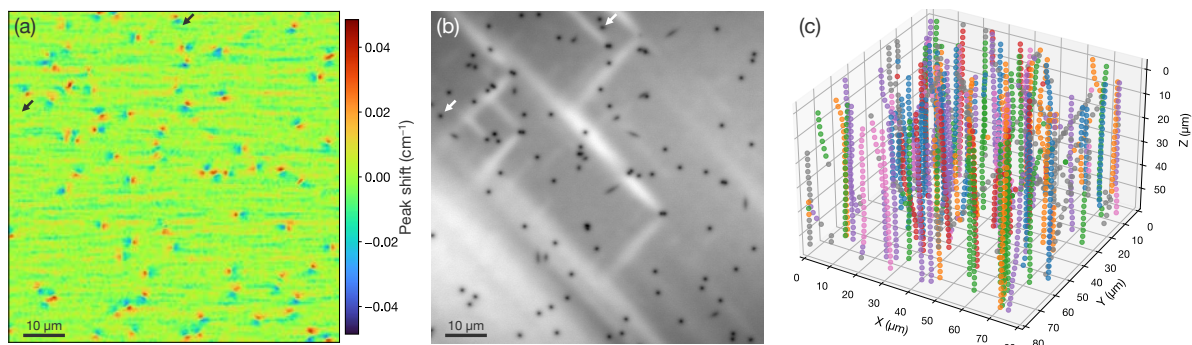


Fig. 1. (a) SRS and (b) MPPL images of a c -plane bulk GaN substrate. (c) 3D visualization of threading dislocations using multimodal SRS and MPPL imaging. Marker colors indicate different directions of the edge components of Burgers vectors.

異なる結晶系で成長させたヘテロ接合半導体の 応力評価と歪み成分解析

Stress evaluation and strain component analysis of heterojunction semiconductors
grown with different crystal system

香川大院工¹, 東京大学² ◯(M2) 澁田 彼方¹, 小柴 俊¹, 田中 康弘¹, 寺林 優¹, 秋山 英文²
Kagawa Univ.¹, Tokyo Univ.² ◯Kanata Shibuta¹, Syun Koshiba¹, Yasuhiro Tanaka¹,
Masaru Terabayashi¹, Hidefumi Akiyama²
E-mail:s24g513@kagawa-u.ac.jp

【緒言】 ダイヤモンド構造に異なる結晶系である WZ(Wurtzite)型の窒化物半導体を成長させた。その結果、Si(001)基板の上に c 軸配向に成長し、ヘテロ界面の面内では Si<110>//GaN<11-20>または <1-100> が対応していることが電子線回折の結果より示唆されている。本研究ではラマン散乱のピークシフトからこれらの相互作用関係を明らかにした。

【実験】 測定サンプルには、RF-MBE 法により Si(001)基板の上に成長した GaN/AlN 超格子を用いた。ラマン測定には NRS-3100(JASCO 製)を用いた。励起波長は 532.070[nm]とした。Si の<110>面間隔 (1.92 Å) と GaN 及び AlN の<1-210>面間隔(1.595 Å,1.532 Å)、<10-10>面間隔 (2.762 Å,2.695 Å)を比較してどのような組み合わせが相互作用しているかの検討を行った。

Fig.1 に E₂^Hモードに注目したラマンスペクトルを示す。このスペクトルは、基板の Si のスペクトルをバックグラウンドとして処理している。GaN は引張方向にシフトする場合と圧縮方向にシフトする場合の両方を確認した。この要因として、GaN と AlN の膜厚比が離れている場合 (37:1) AlN はほぼ無視できて Si 基板由来の引張作用が大きく働く。一方、GaN と AlN 膜厚比が近い場合 (3.6:1)、AlN 由来の圧縮作用が大きく働くため、GaN のピークは圧縮方向へシフトしていると考えられる。

また、AlN は現状引張方向へのシフトしか確認していない。これは GaN と Si の両者より AlN の格子定数(a 軸)が小さいため引張作用が大きく働くからと考えられる。

参考文献

[1]Davydov VY, Kitaev YE *et al.* Phys. Rev. B 1998; 58: 12899.
[2]F. Demangeot *et al.* Solid State Commun.100, 207 (1996).

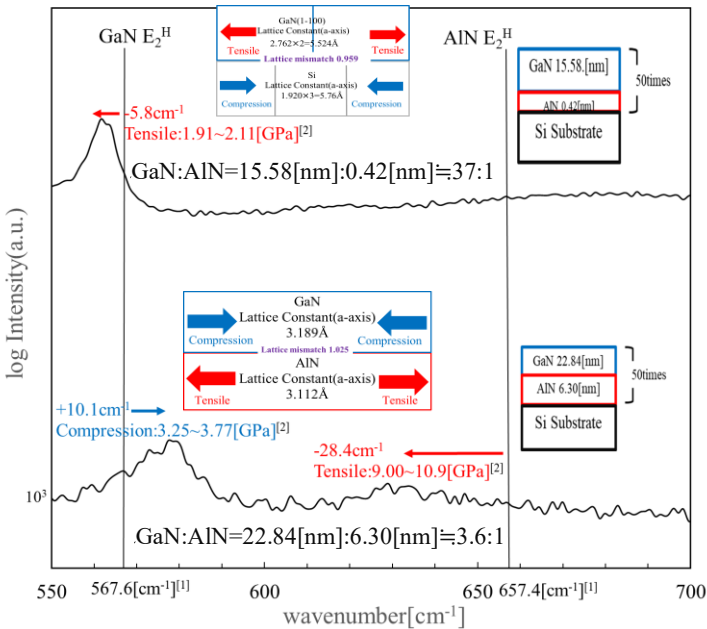


Fig.1 Raman Spectrum of 550~700[cm⁻¹]

スパッタアニール法による非極性面 AlN 上 AlGaN の転位評価

Evaluation of Dislocations in AlGaN on Nonpolar AlN by Sputter-Annealing Method

三重大研基機構¹, 三重大半デセンター², 三重大院工³

○安永 弘樹^{1,2}, 赤池 良太^{2,3}, 大矢 健世³, 森 新之助³, 中村 孝夫^{2,3}, 三宅 秀人^{2,3},

ORIP¹, IC-SDF², Grad. Sch. of Eng.³ Mie University

○Hiroki Yasunaga^{1,2}, Ryota Akaike^{2,3}, Kensei Oya³, Shinnosuke Mori³, Takao Nakamura^{2,3},
and Hideto Miyake^{2,3}

E-mail: yasunaga.opri@mie-u.ac.jp

高 Al 組成 AlGaN を用いた深紫外発光デバイスでは、極性面成長に伴う量子閉じ込めシュタルク効果 (QCSE) による内部量子効率の低下に加え、c 軸平行方向への発光偏光に起因する光取り出し効率の低下が課題となっている。これらの問題を解決する手段として、分極電場の影響を抑制可能な非極性面での成長が注目されている。非極性面成長では、結晶面内の異方性に起因する多ドメイン構造や転位の導入が顕著であり、結晶性の確保が重要な課題である。我々は、スパッタ法と face-to-face 配置でのアニール処理[1]を組み合わせることで、高品質な(1 $\bar{1}$ 22)AlN[2]や a 面 AlN テンプレート[3]を作製できている。これにより、面方位の均一性および表面平坦性に優れた非極性 AlN 基板の実現が可能となった。本研究では、非極性 AlN テンプレートに対して透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた転位構造および結晶性の評価を行った。

サファイア基板上に高周波スパッタ法により AlN を 450 nm 堆積し、face-to-face 配置の高温アニール処理により非極性面 FFA Sp-AlN を作製した。その後、MOVPE 法を用いて AlN、AlGaN 層および AlGaN 多重量子井戸 (MQWs) を成長させた。断面試料は集束イオンビームにより作製し、加速電圧 200 kV の TEM を用いて[$\bar{1}$ 100]方向からの明視野像および暗視野回折像を取得した。Fig. 1 に作製した AlGaN/AlGaN MQWs の STEM 像を示す。井戸層およびバリア層は明瞭に形成されており、界面の急峻性および周期構造の均一性から、高い構造制御性を有する MQW が形成されたと考えられる。Fig. 2 に示す断面明視野像では、結晶成長層が良好に形成されており、[1 $\bar{1}$ 20]方向に沿って転位線が延伸している様子が観察された。詳細については当日報告する。

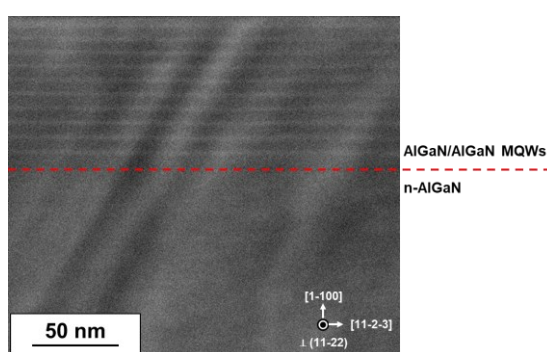


Fig.1 Cross sectional dark-field STEM image of MQWs/n-AlGaN.

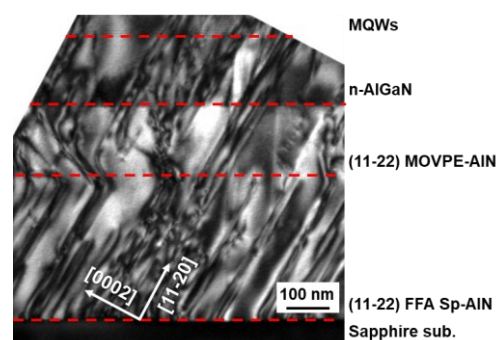


Fig.2 Cross sectional bright-field TEM image of a whole region of the sample.

[1] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016). [2] K. Uesugi *et al.*, JSAP Fall Meeting, 20p-B201-10 (2022). [3] Y. Ogawa *et al.*, J. Appl. Phys. **135**, 193106 (2024).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 (25K01680)、JST-SICORP (JPMJSC22C1)、NEDO 「官民による若手研究者発掘支援事業」 (21502153-0)、NEDO 「先導研究」 の支援により行われた。

窒化ガリウムにイオン注入したプラセオジムの X 線吸収微細構造

X-ray absorption fine structure of praseodymium ions implanted in gallium nitride

QST¹, 原子力機構², 名古屋大³, 三重大⁴, ポーランド科学アカデミー⁵

○佐藤真一郎¹, 横塚恵莉¹, 圓谷志郎¹, 長澤尚胤¹, 齋藤寛之¹, 辻卓也², 松村大樹²,

伊藤 慎³, 出来真斗³, 本田善央³, 天野浩³, 新田州吾⁴, Michał Boćkowski⁵

QST¹, JAEA², Nagoya Univ.³, Mie Univ.⁴, PAS⁵, Shin-ichiro Sato¹, Eri Yokozuka¹, Shiro Entani¹,

Naotsugu Nagasawa¹, Hiroyuki Saitoh¹, Takuya Tsuji², Daiju Matsumura², Shin Ito³,

Manato Deki³, Yoshio Honda³, Hiroshi Amano³, Shugo Nitta⁴, Michał Boćkowski⁵

E-mail: sato.shinichiro2@qst.go.jp

結晶中の孤立した希土類イオン(RE)は、量子技術の基盤要素である量子ビットや単一光子源としての応用が期待されている。我々は、RE の発光を室温で電氣的に制御可能な窒化ガリウム(GaN)半導体を母材料とした系に着目しており、イオン注入した RE の発光特性の解析や、高輝度化に向けた検討を行っている(e.g. S.-I. Sato, T. Oto, APEX 17 (2024) 072001)。イオン注入法は、特定の数の RE を特定の位置に注入できるため、量子技術応用上不可欠な技術であるものの、母材結晶に形成される照射欠陥の回復(アニール)が必要となるが、イオン注入した RE の電子状態や配位構造を実験的に観測した例はわずかであり、アニール機構については十分な理解が得られているとは言いがたい。我々の最近の研究により、イオン注入した RE の発光強度が最大となる熱処理温度は注入濃度に依存することがわかっており、これは、照射欠陥の回復と同時に RE の局所構造が変化している可能性を示唆している(S. Ito, *et al.*, NIMB 547 (2024) 165181)。

本研究では、SPRING-8 BL14B1 X 線吸収微細構造(XAFS)解析装置を用いて、GaN にイオン注入したプラセオジウム(Pr)の電子状態・周辺原子構造について解析した。Fig. 1 は、GaN:Pr の Pr L_{III} 吸収端 XANES スペクトルである。参照試料(Pr₂O₃, Pr₆O₁₁)との比較から、熱処理の有無に関係なく Pr イオンは+3 価であることがわかる。また、1200 °C キャップアニール後にスペクトル強度の増加と線幅の減少が起こっており、Pr イオン周辺の局所構造の対称性が改善されたことが示唆される。従って、熱処理による Pr イオンの発光強度増加は、価数の安定化ではなく、非発光遷移過程の減少に起因すると考えられる。

当日は、高圧熱処理による結果も含めて、EXAFS スペクトルの解析結果を紹介するとともに、Pr 発光特性(温度依存性、発光遷移寿命など)との関連について議論する。

本研究は、JST 創発的研究支援事業(JPMJFR203G)、JSPS 科研費(JP22H03880)の助成を受けて行われた。また、本研究の一部は、名古屋大学未来材料・システム研究所における共同利用・共同研究として実施された。

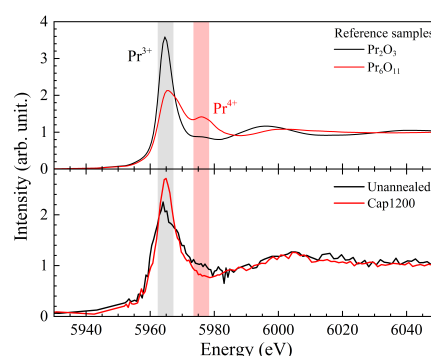


Fig. 1. Pr L_{III}-edge XANES spectra of Pr-implanted GaN (black: as implanted, red: 1200 °C cap annealed). The spectra of Pr₂O₃ and Pr₆O₁₁ are shown as reference.

GaN 系 THz-QCL の 3 準位ダブル LO フォノン散乱機構の解析

Analysis of three-state

double LO phonon scattering mechanism in GaN-based THz-QCL

理研¹, 埼玉大² ○(M1)矢部 航輝^{1, 2}, (M2)高橋 瞳瑠^{1, 2}, (M2)金子 瑛^{1, 2},

藤川 紗千恵^{2, 1}, 矢口 裕之², シャシャンク ミシュラ¹, 平山 秀樹¹

RIKEN¹, Saitama Univ.² ○Koki Yabe^{1, 2}, Airu Takahashi^{1, 2}, Akira Kaneko^{1, 2}, Sachie Fujikawa^{2, 1},

Hiroyuki Yaguchi², Shashank Mishra¹, Hideki Hirayama¹

E-mail: yabe.k.431@ms.saitama-u.ac.jp

テラヘルツ量子カスケードレーザ(THz-QCL)は, 超小型, 高効率・高出力, 狭線幅, 長寿命, 連続発振, 安価, 高耐久など優れた THz 光源として注目され, さまざまな応用が期待されている。

GaAs 系半導体は, 電子-LO フォノン散乱のエネルギー (E_{LO}) が 36 meV と室温の熱エネルギー (kT) に近く, また 5-12 THz に光吸収帯があるため, THz 帯 QCL の室温発振が難しく, 動作周波数領域は 1.2-6.03 THz に限られている。これに対し, GaN 系半導体の E_{LO} は 92 meV と大きいため, 前回, 春応物では 3-14 THz の領域で室温発振可能性を示した[1]。今回我々は, 室温の熱エネルギーに近い, 5 THz 付近において, 垂直 LO フォノン散乱, 対角 LO フォノン散乱を利用した機構により, 従来の共鳴トンネル注入型 4 準位構造よりも, 2 倍以上の光利得が得られる構造を明らかにしたので報告する。

構造は, GaN/Al_{0.13}Ga_{0.87}N 直接フォノン注入型・2 量子井戸 3 準位構造 (注入準位: INJ, 発振上位準位: ULL, 発振下位準位: LLL) で (Fig.1), 注入層にのみドーピングを仮定した, 電子はまず発振上位準位から対角 THz 遷移を経て発振下位準位へと輸送される。その後, 垂直 LO フォノン散乱によって電子は注入準位に輸送され, さらに注入準位からは熱励起を利用した対角 LO フォノン散乱を介して, 再び発振上位準位へと輸送される機構である。注入準位から発振上位準位を GaN の E_{LO} ほど離すことで, 電子の発振上位準位への選択的注入が実現されていると考えられる。当日までに, この機構が他の周波数帯にも適用可能かどうかを調査するとともに, MOCVD 法を用いて, 3 準位ダブル LO フォノン散乱機構に基づく超格子構造の成膜を行う予定である。

参考文献: [1] 矢部 航輝 他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 2025 年, 3 月

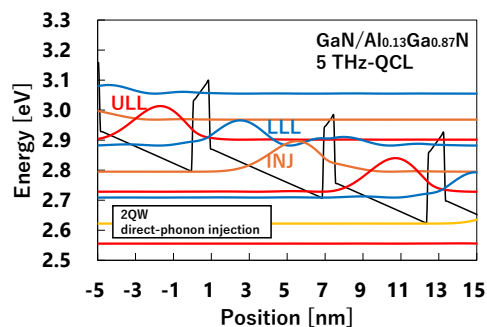


Fig.1 Band diagram of 2QW Direct-phonon injection GaN/AlGaIn THz-QCL

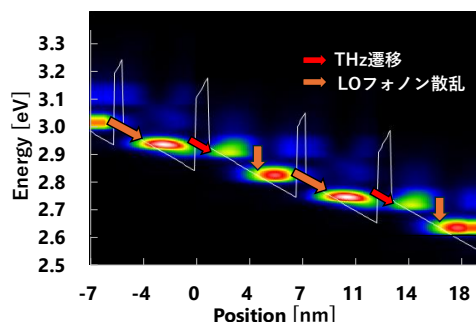


Fig.2 Density of states diagram of 2QW Direct-phonon injection GaN/AlGaIn THz-QCL

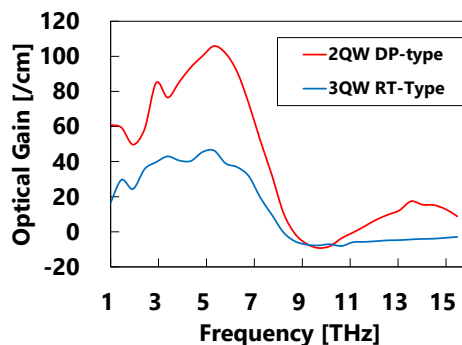


Fig.3 Difference in optical gain between conventional and new structures

GaN トンネル接合における n^{++} 、 p^{++} -GaN 各層のバンドギャップ内準位評価

Characterization of in-gap states in n^{++} and p^{++} layers of GaN tunnel junctions

名城大院理工¹, [○](M2) 近藤泉樹¹, 廣瀬礼也¹, 長田和樹¹, 今井大地¹, 竹内哲也¹, 宮嶋孝夫¹

Meijo Univ.¹, [○]M. Kondo¹, R. Hirose¹, K. Osada¹, D. Imai¹, T. Takeuchi¹, and T. Miyajima¹

E-mail: *243428018@ccmailg.meijo-u.ac.jp, **idaichi@meijo-u.ac.jp

深紫外 LED における活性層への正孔注入¹⁾や面発光レーザーにおける電流狭窄²⁾など、窒化物半導体による光・電子デバイスにおいて GaN 系トンネル接合(TJ)の活用が進んでいる。低抵抗な TJ の作製には急峻な pn 接合界面が望ましいとされているのに対し、有機金属気相成長 (MOCVD) 法で作製した GaN-TJ では pn ドーピング領域が互いにオーバーラップする緩やかな接合界面により低抵抗化することが報告されている³⁾。この従来の TJ と反する電気伝導機構を明らかにするため、我々は光熱偏向分光法(PDS 法)により厚さ 25nm の GaN-TJ 中のバンドギャップ内中間準位解析を提案し、TJ の形成によるバンド内準位密度の増加を観測した⁴⁾。一方、 n^{++} 、 p^{++} -GaN 層のみの試料ではバンド内準位に起因する PDS 信号は観測されなかった。そこで今回我々は、TJ で観測されたバンド内準位に対する n^{++} 、 p^{++} 各層の寄与、そして Mg 活性化アニールの影響の評価を目的とし、厚膜化した n^{++} -GaN および p^{++} -GaN 試料を用いてバンド内準位の評価を実施した。

図 1 に、従来評価してきた MOCVD 成長 GaN-TJ(15 nm の n^{++} -GaN と 10 nm-の p^{++} -GaN で構成)、 n^{++} -GaN(15 nm)、 p^{++} -GaN(10 nm)、および参照用 GaN テンプレートにおける室温 PL スペクトルを示す。全スペクトル積分強度は GaN-TJ が最も小さく、参照用テンプレートに対するおよそ 2 桁の減少は、PDS により見積もられたおよそ 2 桁のバンド内吸収係数増加の結果⁴⁾と比較的良好一致を示している。 p^{++} -GaN では活性化アニールにより積分 PL 強度はアニール前のおよそ 1/4 に減少した。図 2 に膜厚を 100 nm に厚膜化した n^{++} -GaN、 p^{++} -GaN(アニール有/無)、参照用 GaN テンプレートの室温 PDS スペクトルを示す。厚膜化によりいずれの試料も PDS 信号の増大が明瞭に観測され、 p^{++} -GaN では活性化アニールにより PDS 信号が増大した。PDS 信号強度は n^{++} -GaN > p^{++} -GaN となり、 n^{++} -GaN では発光性・非発光性双方のバンド内準位密度が増大している。これらの結果より、GaN-TJ のバンド内準位形成に対し n^{++} -GaN の寄与が大きい可能性が考えられる。

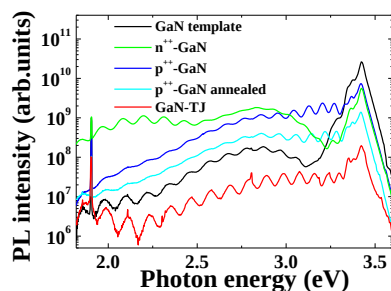


図1 GaN-TJ, n^{++} -GaN(15 nm), p^{++} -GaN(10 nm)の室温PLスペクトル

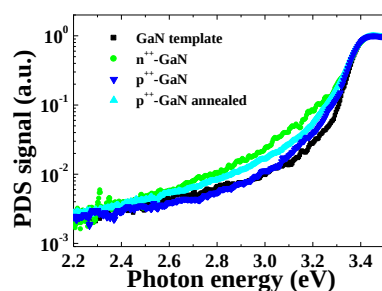


図2 膜厚100 nmの n^{++} 、 p^{++} -GaNにおける室温PDSスペクトル

1) Nagata, *et al.*, APEX, **14**, 084001 (2021). 2) Kiyohara, *et al.*, APEX, **13**, 111003(2020).

3) Akatsuka, *et al.*, APEX, **12**, 025502 (2019). 4) 近藤, 他 第 85 回 秋季応物, 19p-C42-7 (2024).

【謝辞】本研究の一部は科研費基盤研究 S (No. 23H05460)、基盤 C (No. 22K04956)、文部科学省 革新的パワーエレクトロニクス創出基盤技術研

究開発事業 JJP009777 名城大学総合研究所研究成果展開事業費の支援を受けて行われた。

サブナノ秒パルスレーザを用いたポンプ・プローブ法

ラマン分光による GaN の時間分解熱輸送解析方法の検討

Development of time-resolved heat energy transport analysis method in GaN films using a pump-probe Raman scattering spectroscopy with sub-nanosecond pulse lasers

千葉大院工¹, 物質・材料研究機構², 名城大院理工³, KAUST⁴ ○(D)石井 悠介¹, T. E. K. Shwe¹, 角谷 正友², 岩谷 素顕³, 飯田 大輔⁴, 大川 和宏⁴, 馬 蓓¹, 石谷 善博¹, Chiba Univ.¹, NIMS², Meijo Univ.³, KAUST⁴ ○Y. Ishii¹, T. E. K. Shwe¹, M. Sumiya², M. Iwaya³, D. Iida⁴, K. Ohkawa⁴, B. Ma¹, Y. Ishitani¹
E-mail: y.ishii502@chiba-u.jp

窒化物半導体は LED やパワー半導体などに応用されているが, GaN では電子-フォノン相互作用が GaAs に対して 1 桁強いため, 結晶欠陥密度の低減に伴い, デバイスのパワー増加や発光デバイスの短波長化に伴う発熱による動作特性の劣化が顕在化すると考えられる. しかしデバイス構造によるフォノン輸送制御を行う試みは極めて少なく, またフォノンのモードに依存した相互作用や, 多層構造をもつデバイスにおける界面フォノン輸送過程については未解明点が多い. 我々はこれまで GaInN/GaN ヘテロ接合構造に対して 2 波長 CW レーザを用いた熱輸送測定を行い, 界面フォノン輸送において貫通転移や格子不正転移の影響および界面における E₂(high)モードの連続性の重要性を示した^[1]. 一方でフォノン輸送制御に対して, 実時間領域におけるフォノンの界面および面内輸送のダイナミクス計測やイメージングと PL 計測の統合解析は有効であると思われる. しかし, ピコ秒領域での LO フォノン寿命の計測が行われているものの, 空間輸送については報告が殆どなく, 計測条件についても分かっていない. また, 空間分解を行った輸送計測はサーモグラフィ法では困難であり, ラマン散乱分光の適用が必要である.

電子密度 10¹⁶cm⁻³ 程度の GaN を用いて E₂(high) スペクトルのピークシフト量から試料の面内および面直方向のフォノン輸送解析性を検討した. ラマン散乱分光では, プローブ光として波長 532nm の YAG パルスレーザ (繰り返し周波: 20 kHz, パルス幅: 580 ps), およびその 2 倍波 (266 nm) と NA=0.46 の対物レンズを用いた. 遅延ステージを用いてポンプ光の光路長を制御した. 波数校正は Hg スペクトルを用いて行われ, Voigt 関数を用いたピークフィットによりピーク波数を得た. 図 1 (a) は 2 レーザを面内同一地点に照射したときのピークシフト量の時間依存性である. ピークシフトによる温度上昇検知時間は 266nm レーザの時間幅程度で観測領域を高速にフォノンが通過していると思われる. 図 1 (b) はポンプ・プローブ光の照射中心間距離をおよそ 14 μm とした場合の遅延ステージ位置変化によるピークシフトである. レンズの屈折率分散による 2 レーザのスポット径の違いを考慮すると, 実質 10 μm の距離を 100~500ps 程度かけて輸送が起こっていると思われる. 講演では励起キャリアによる熱輸送等の効果を解析した結果を報告する.

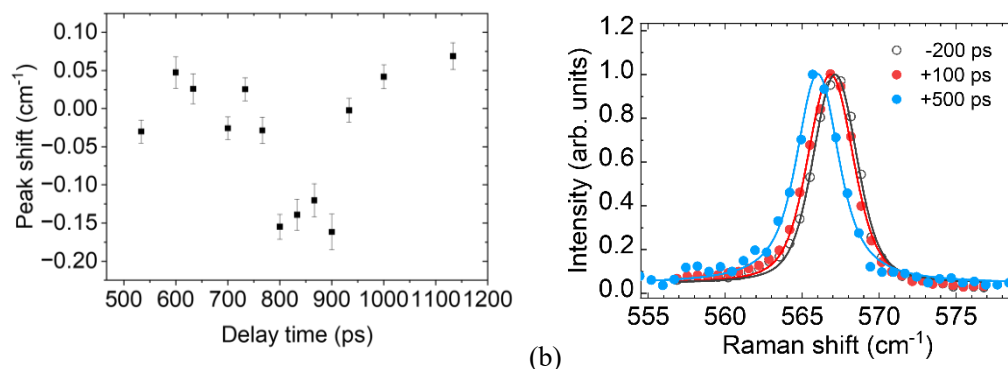


図 1 : E₂(high)モードのピークシフト. (a) 面内同一箇所への 2 レーザ照射による時間分解ピークシフト. (b) 面内で 2 レーザのビーム中心間距離 14 μm でのピークシフト.

参考文献

[1] T. E. K. Shwe *et al.*, Appl. Phys. Lett. **125**, 012105 (2024).

光ヘテロダイン光熱変位法を用いた GaN の 非発光再結合過程の評価

Evaluation of Non-Radiative Recombination processes in GaN using Laser Heterodyne Photothermal Displacement Method

宮崎大工¹, 名古屋大工²,[○]細越 裕太¹, 本田 善央², 福山 敦彦¹

Univ. of Miyazaki¹, Univ. of Nagoya², [○]Yuta Hosokoshi¹, Yoshio Honda², Atsuhiko Fukuyama¹

E-mail: hn21305@student.miyazaki-u.ac.jp

1. はじめに

窒化物半導体の内部量子効率^[1]は活性層の品質を表す重要な要素であり、山口・富谷らは、光音響 (PA)・発光 (PL) 同時計測法を提案し、GaN 単層膜や InGaN 単一量子井戸の内部量子効率を定量している^[1]。PA および PL 信号は共に相対値であるが、励起光強度依存性から比較が可能となる。ただし発光と非発光の切り分けに仮定の部分が残っており十分ではない。本研究では新たに開発した光ヘテロダイン光熱変位 (LH-PD) 法^[2]を GaN 試料に適用し、非発光再結合過程の定量を試みた。同法は非発光再結合で放出された熱で生じる表面変位量をヘテロダイン干渉技術で検出する手法で、検出された表面変位量から試料内で生じた発熱量を逆算できる可能性がある。

2. 試料詳細と実験方法

本研究では3つの試料を用意した。一つは市販の n-GaN 基板 (GaN-bulk) で、厚さは 0.37 mm、転位密度は $2.0 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 程度であった。他の二つはエピタキシャル膜で、GaN 基板上 (On-GaN : 3 μm , 転位密度 10^6 cm^{-2}) と Sapphire 基板上 (On-Sapphire : 3 μm , 転位密度 10^8 cm^{-2}) に成長させた試料であった。表面変位量は、励起光レーザー (355 nm, $1.52 \times 10^5 \text{ W/cm}^2$) を 1000 Hz で断続化して試料表面に照射しヘテロダイン干渉計で検出した。また、測定間隔 50 μm で励起光および検出光位置を走査してマッピングを行った。

理論計算は COMSOL を用いて行った。GaN のキャリア寿命は数十 ns^[3]と励起光の照射周期よりも十分短く、光励起キャリアのほとんどは拡散することなくその場で全て再結合すると見なせる。そのため本計算では、キャリア拡散は無視し発生した熱の伝搬のみを考慮した。

3. 実験結果と考察

Fig. 1 に GaN-bulk と On-Sapphire 試料の表面変位量マッピングを示す。各測定点で得られた変位量をヒストグラム化して解析したところ、GaN-bulk : 平均値 $\mu = 0.87 \text{ nm}$ 、On-GaN : $\mu = 0.97 \text{ nm}$ 、On-Sapphire : $\mu = 1.86 \text{ nm}$ と算出できた。転位密度の大きな On-Sapphire の表面変位量をもっとも大きくなったが、GaN-bulk や On-GaN の方がバラツキは大きかった。また、理論計算から GaN-bulk の表面変位量予測値は 1.50 nm であり約 58%のキャリアが発熱に寄与したと試算された。しかしながら、表面再結合速度や界面熱コンダクタンス、転位による熱伝導率低下等いくつか考慮すべき点があり、より詳細な実験および理論計算を行う必要がある。

[1] Nakano et al., Proc. SPIE 97481W (2016). [2] T. Harada, A. Fukuyama et al., J. Appl. Phys. **131**,195701 (2022).

[3] P. Scajev et al., J. Appl. Phys. **111**, 023702 (2012).

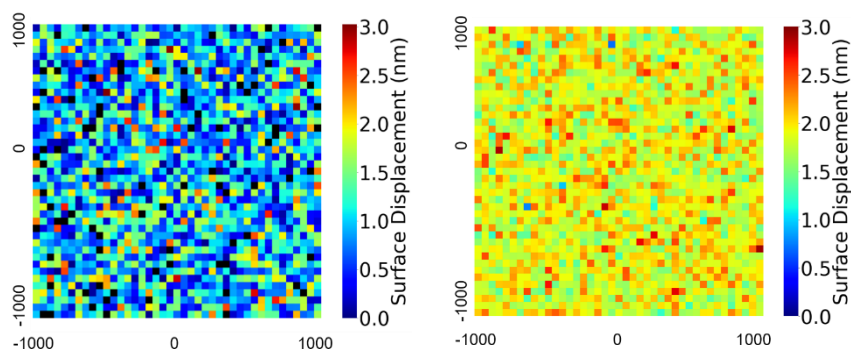


Fig. 1 Surface displacement mapping of (a) GaN-bulk and (b) On-Sapphire samples

高濃度炭素ドープ GaN 層中の欠陥評価 Evaluation of Defects in Highly Carbon-doped GaN Layers

愛知工大¹, 名古屋大².

*(M2)稲吉桃子¹, 本田杏奈², 渡邊浩崇², 本田善央², 加藤剛志², 田岡紀之¹, 竹内和歌奈¹

Aichi Inst. of Tech.¹, Nagoya Univ.²

*M. Inayoshi¹, A. Honda², H. Watanabe², Y. Honda², T. Kato², N. Taoka¹, W. Takeuchi¹

E-mail: v24707vv@aitech.ac.jp, wtakeuchi@aitech.ac.jp

【はじめに】AlGaIn/GaN 高電子移動度トランジスタ (HEMT) は、その優れた性能により、高出力電波送信用の増幅器などに広く使われている。こうした HEMT 構造では、高耐圧化を目的として、炭素(C)を意図的に添加した高抵抗 GaN バッファ層が用いられる。しかし、C を高濃度でドープすると、結晶内にさまざまな欠陥が形成され[1]、デバイス特性に悪影響を及ぼすことが報告されている。そのため、デバイスの信頼性向上には、C 関連欠陥の解明が不可欠である。本研究では、C ドープ濃度の異なる GaN 層の電気的特性評価を通じて、欠陥の影響を検討した。

【実験方法】MOVPE 法により、n 型 GaN 自立基板 (ドナー濃度: $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) 上に、異なる C 濃度 (1×10^{17} , 1×10^{18} , $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) を有する GaN 層 (厚さ $1 \mu\text{m}$) を成長した。C 濃度は成長温度を変化させることで制御し、それぞれの試料を C17, C18, C19 と呼称する。Ni/Au ($\phi 300\text{--}1000 \mu\text{m}$) をショットキー電極、Al/Ti/Au を裏面電極として形成した。電流密度-電圧 (J-V) 測定は、波長 385 nm の LED 照射下および照射なしで実施し、光パワー密度は $0\text{--}325 \text{ W/m}^2$ に変化させた。ダイオードの理想性因子 n と直列抵抗 R は以下の式より算出した：

$$I = I_s \left[\exp \left\{ \frac{q(V - IR)}{nkT} \right\} - 1 \right] \quad (1)$$

ここで、 I_s : 飽和電流、 q : 素電荷、 k : ボルツマン定数、 T : 温度、 n : 理想性因子、 R : 直列抵抗である。

【実験結果】図 1 に C19 試料の J-V 特性 (光照射有無) を示す。照射なしでの n 値は 1.2 で、良好な整流性を示した。光照射により、順・逆方向ともに電流が増加し、光励起キャリアの寄与が確認された。図 2 は、 0.5 V における電流の光パワー密度依存性を示しており、照射強度の増加に従って電流は増加し、 300 W/m^2 付近で飽和傾向を示した。このことから、キャリア生成は一定の照射強度で飽和することが示唆される。図 3 に示すように、直列抵抗 R は C ドープ濃度とともに低下し、特に光照射下で顕著な減少が見られた。これは、C ドープによって形成された欠陥が電気特性に影響していることを示唆している。なお、当日は容量-電圧 (C-V) 特性および光パルスを用いた ODLTS (Optical Deep Level Transient Spectroscopy) 法による評価結果についても併せて報告する予定である。

【参考文献】 [1] John L. Lyons *et al.*, Phys. Rev. B **104**, 075201 (2021).

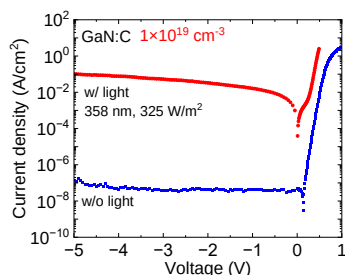


Fig. 1 J-V characteristics of the C19 sample with and without illumination.

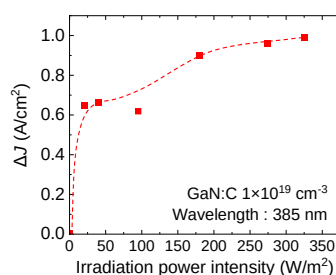


Fig. 2 Change in current at 0.5 V as a function of light intensity for the C19 sample.

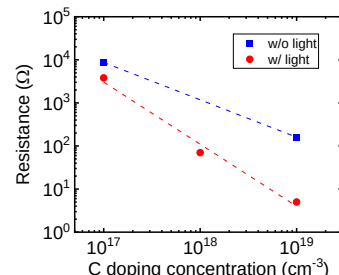


Fig. 3 Series resistance as a function of C doping concentration with and without illumination.

石英フリーハライド気相成長法による GaN 結晶に対する光学特性評価

Optical characterization of GaN crystals grown by Quartz-free hydride vapor phase epitaxy

阪大院工¹, 住友化学株式会社², 阪大電顕センター³

○(M1) 門内勇樹¹, 藤倉序章², 今野泰一郎², 金木奨太²,

佐野昂志¹, 市川修平^{1,3}, 田畑博史¹, 小島一信¹

Grad. Sch. of Eng., The Univ. of Osaka¹, Sumitomo Chemical Co. Ltd.²,

Research Center for UHVEM, The Univ. of Osaka³

○Yuki Monnai¹, Hajime Fujikura², Taichiro Konno², Shota Kaneki²,

Koshi Sano¹, Shuhei Ichikawa^{1,3}, Hiroshi Tabata¹, and Kazunobu Kojima¹

E-mail: yuki.monnai@sfm.eei.eng.osaka-u.ac.jp

【はじめに】窒化ガリウム(GaN)は広いバンドギャップを持ち、高い絶縁破壊電界や低いオン抵抗という、パワーデバイス材料として優れた物性値を有している。さらに、他のワイドギャップ半導体として知られるシリコンカーバイドに対して電子移動度、飽和電子速度が高いことから高出力のスイッチングデバイスとしての応用が期待されている。しかしながら、従来の有機金属気相成長法では、III属原料ガスに炭素を含むこと、ハライド気相成長法では、成長装置に石英部品を用いることにより、不純物の混入を防ぐことができず、デバイスにおける性能低下の原因となっていた。今回我々が用いた試料は成長炉の高温部に石英を用いない石英フリーハライド気相成長(QF-HVPE)法を用いて成長させており、炭素、シリコンおよび酸素濃度の同時削減に成功している([C]<1.0×10¹⁴ cm⁻³, [Si]<5.0×10¹⁴ cm⁻³, [O]<5.0×10¹⁴ cm⁻³)[1]。我々はこれらQF-HVPE法で作製された試料における室温での内部量子効率(IQE)を調査してきた[2]。本研究では上記の高純度GaN試料に対し、低温でのフォトルミネッセンス(PL)測定を行い、発光特性を調査した。

【実験条件と結果】HV1, HV2とラベリングした2種類のGaN結晶に対して低温のPL測定を行った。試料はともに(0001)GaN基板上にQF-HVPE法により成膜され(~20 μm) HV2では改良された成長炉により成膜されている。また、全方位フォトルミネッセンス分光法から、励起光強度を140 W/cm²とした室温におけるIQEはHV1で14.7%、HV2では42.6%と算出した。実験条件として、励起光源はHe-Cdレーザ(3.81 eV, 0.16 W/cm²)を用い、集光系としては、PLを[0001]方向に取り出し、50 cm分光器により分光、CCDカメラで検出した(エネルギー分解能は0.3 meV)。Fig. 1に各サンプルの15 KにおけるA励起子発光のピーク強度により規格化したバンド端近傍のPLスペクトルを示す。Fig. 1(a)では発光起源をSiドナーに束縛された励起子による発光(Si⁰X)、自由励起子発光[X_i (i = A, B)]としてPL excitation測定結果[3]を参考にピークをアサインした。ただし、*n*は主量子数を表す。特徴的な点として、Fig. 1(b)より、HV2ではHV1と比べ、LOフォノンレプリカのゼロフォノンライン(ZPL)に対する強度が増大するといった結果が得られた。その他詳細については当日報告する。

[1] S. Kaneki *et al.*, *Appl. Phys. Express* **18** 055502 (2025).

[2] K. Sano *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **124**, 231101 (2024)

[3] G. Callsen *et al.*, *J. Appl. Phys.* **123**, 215702 (2018).

【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）の助成事業（JPNP21005）の結果得られたものです。

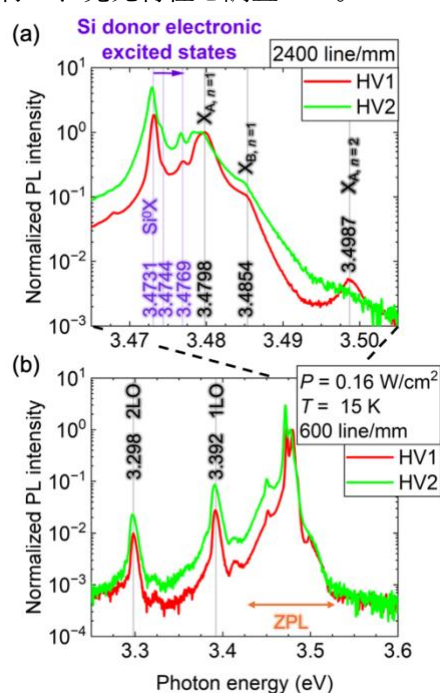


Fig. 1(a) PL spectrum of near band edge normalized at A exciton line
(b) PL spectrum including LO phonon replica normalized at A exciton line.

電子線照射 GaN のルミネッセンス評価

Luminescence study of electron-beam-irradiated GaN

東北大多元研¹, 名大工², 名大 IMASS³, 筑波大 CCS⁴, 筑波大数物系⁵

◦嶋紘平¹, 堀田昌宏^{2,3}, 須田淳^{2,3}, 石橋章司⁴, 上殿明良⁵, 秩父重英¹

IMRAM-Tohoku Univ.¹, Nagoya Univ.², IMASS-Nagoya Univ.³, CCS-Univ. of Tsukuba,⁴

Univ. of Tsukuba⁵

◦K. Shima¹, M. Horita^{2,3}, J. Suda^{2,3}, S. Ishibashi⁴, A. Uedono⁵, and S. F. Chichibu¹

E-mail: kshima@tohoku.ac.jp

GaN MOS パワーデバイスの実現には、イオン注入(I/I)による n 型および p 型 GaN セグメントの形成技術が必要である。Mg-I/I により誘起される欠陥(Ga 空孔と N 空孔の複合空孔: $V_{Ga}V_N$ [1])および活性化アニール時に形成される空孔クラスタ($(V_{Ga}V_N)_3$ 等[1])が、少数キャリア寿命を制限するミッドギャップ再結合中心として働くことが報告されている[2]。これらの複合欠陥の駆逐に加えて、デバイスの信頼性確保のためには、I/I により誘起される点欠陥(V_{Ga} , V_N , 格子間 Ga (Ga_i), および格子間 N (N_i))が形成する欠陥準位の理解も不可欠である。電子線照射は、照射エネルギーに応じて特定の原子変位ないしは分子変位を引き起こすことが可能である[3,4]。名古屋大学のグループは、450 keV 未満の電子線を照射することにより n 型 GaN 中の N 原子のみを選択的に変位させ、DLTS 測定により 2 種類の電子トラップ準位(EE1; E_c -0.13 eV, EE2; E_c -0.98 eV)を観測した[4]。他方、 V_{Ga} および V_N は深い輻射再結合中心の起源の一部と考えられている[5]ため、フォトルミネッセンス(PL)法による評価も有効であると考えられる。本講演では、電子線照射条件が n 型 GaN 中の点欠陥導入に与える影響について、PL および時間分解 PL により評価した結果を報告する。

+c 面 GaN 基板上に MOVPE 成長させた n 型 GaN 層($[Si] = 7 \times 10^{15} \sim 2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$)に対して、加速エネルギー137 keV~2 MeV で電子線照射を行った。PL および時間分解 PL 測定の励起には、それぞれ He-Cd レーザの 325 nm ラインおよびモード同期 $Al_2O_3:Ti$ レーザの第 3 高調波を使用し、弱励起条件で測定を行った。図 1 に電子線照射(675 keV)前後の GaN の PL スペクトルを示す。電子線照射により室温バンド端発光強度が一桁以上低下したため、電子線照射により非輻射再結合中心として働く $V_{Ga}V_N$ [6]等の欠陥が導入されたと考えられる。講演では電子線照射条件が少数キャリア寿命および黄色発光帯(YL)等の深い準位の発光強度に与える影響を議論する。

PL 測定を補助して頂いた東北大学 向田彰氏に感謝します。本研究は、文科省革新パワレ(JPJ009777)、CIRFE 若手活性化支援事業、クロスオーバーアライアンス等の援助を受けた。[1] 上殿他 PSSB **252**, 2794 (2015). [2] 嶋,秩父他 APL **113**, 191901 (2018). [3] Look 他 PRL **79**, 2273 (1997). [4] 堀田他 APL **118**, 012106 (2021). [5] Reshchikov 他 PRB **90**, 035207 (2014); PSSA **220**, 2200402 (2023) 等. [6] 秩父他 JAP **123**, 161413 (2018).

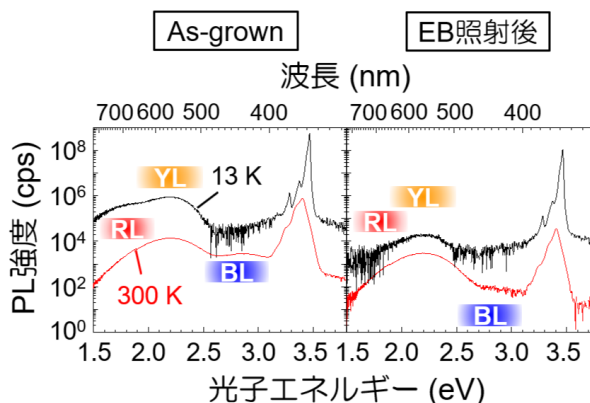


Fig. 1. PL spectra at 13 K and 300 K of as-grown and EB-irradiated GaN with an energy of 675 keV.

VSL 法を用いた HVPE 成長 AlN 基板の
極低温下 $E \parallel c$ 励起子モード利得と伝搬損失の定量

$E \parallel c$ cryogenic excitonic modal gain and propagation loss of hydride vapor-phase epitaxy grown AlN substrates studied by variable stripe length method

京大院工, ○池島 拓海, 石井 良太, 船戸 充

Kyoto Univ., ○T. Ikeshima, R. Ishii, and M. Funato

E-mail: ikeshima.takumi.57y@st.kyoto-u.ac.jp

AlGaIn 系レーザダイオードは従来の紫外線レーザに代わる技術として注目されており, これまでに UVC 領域で電流注入によるパルス発振 [1] や連続波発振 [2] が報告されている. 今後, レーザ発振領域を Far-UVC 領域に拡張するには, 高 Al 組成 AlGaIn の利得生成機構について理解を深めることが重要になると考えられる. これまでに本研究室では, AlGaIn を構成する半導体材料の AlN に注目し, AlN が $E \parallel c$ 発振することを見出し [3], Variable Stripe Length Method (VSL 法) を用いて励起子光学利得の評価を行ってきた [4]. [4] ではモード利得 g_{mod} ($g_{\text{mod}} = \Gamma g_m - \alpha$) について報告したが, 利得生成機構の理解を深めるには, g_{mod} を光閉じ込め係数 Γ , 材料利得 g_m , 伝搬損失 α といった要素に切り分ける必要がある. そこで本研究ではまず, 伝搬損失 α に着目することにする. $E \perp c$ 発振の場合, 室温における α は吸収係数測定から容易に推定可能だが, 我々の試料は $E \parallel c$ 発振しており, さらに極低温下ではこの手法を用いるのはやや困難である. 他の方法として Shifting Excitation Spot Method (SES 法) と弱励起における VSL 法 [5] が挙げられるが, 後者のほうがより簡便である. 今回は後者を用いて AlN 基板の極低温における伝搬損失 α の評価を行った.

本研究では, 株式会社トクヤマによって作製された HVPE 成長 c 面 AlN 基板を用いた [6]. 図 1(a) に基板の写真を示す. この試料を m 面で劈開し, 共振器長 $2480 \mu\text{m}$ のファブリペロー共振器構造を作製した. 励起光源には波長 193 nm の ArF エキシマレーザを用いた. 検出側にグラントムソン偏光子を配置し, $E \parallel c$ 偏光のみを検出した. 光励起発振のしきいパワー密度は $1.9 \text{ MW}/\text{cm}^2$ であった. 図 1(b) に VSL 法によって見積もった温度 12 K におけるモード利得スペクトルを示す. 励起パワー密度 $2.4 \text{ MW}/\text{cm}^2$ のスペクトルに注目すると, 先行研究で報告されている励起子フォノンレプリカ発光ピーク ($\Gamma_1^T\text{-1LO}$) と励起子・励起子散乱ピーク (P^∞) で正の利得が生じていることが分かる. 一方, 励起パワー密度 $0.46 \text{ MW}/\text{cm}^2$ では負の利得が得られたが, これは伝搬損失 α に対応していると考えられる [5]. 図 1(b) より, α はエネルギーが高くなるほど増加していることが分かる (5.97 eV まで). 表 1 に VSL 法によって見積もった $\Gamma_1^T\text{-1LO}$ ピークと P^∞ ピークにおけるモード利得 g_{mod} , 伝搬損失 α , Γ と g_m の積の値を示す. 当日は, 他の温度における α についても報告する.

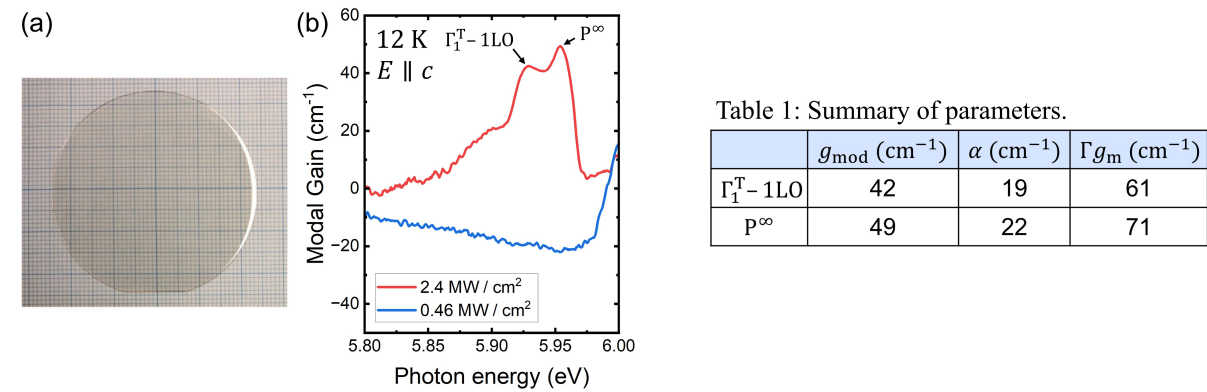


Fig. 1: (a) Photograph of a HVPE-grown AlN substrate [3].
(b) Modal gain spectra at 12 K.

参考文献

[1] Zhang *et al.*, APEX **12**, 124003 (2019). [2] Zhang *et al.*, APEX **15**, 041007 (2022).
[3] Ishii *et al.*, PRB **105**, 205206 (2022). [4] 石井他, 信学技報 **124**, LQE2024-51 (2024).
[5] Negro *et al.*, Opt. Commun. **229**, 337 (2004). [6] Nagashima *et al.*, JCG **540**, 125644 (2020).
謝辞 AlN 基板を提供してくださった株式会社トクヤマの人見達矢氏, 山本玲緒氏, 永島徹氏に感謝する.

BGaN 混晶のラマン分光による A₁(LO)モード周波数および周波数幅の温度依存性解析

Analysis of temperature dependence of A₁(LO) mode frequency and spectrum width of BGaN alloys by Raman scattering spectroscopy

千葉大院工¹, 静岡大学² ○(M1)浦澤裕哉¹, 林敦景², 竹中壮太郎², 石井悠介¹, 馬 蓓¹, 中野貴之², 石谷 善博¹

Chiba Univ.¹, Shizuoka Univ.², °H. Urasawa¹, A. Hayashi², S. Takenaka², Y. Ishii¹, B. Ma¹, T. Nakano², Y. Ishitani¹

E-mail: ishitani@faculty.chiba-u.jp

窒化物半導体は LED やパワー半導体などに応用されているが、GaN では電子-フォノン相互作用が GaAs に対して 1 桁強いため、デバイスの高出力動作時の電子特性の大きな劣化が予測される。しかしデバイス構造設計によるフォノン輸送制御を行う試みは極めて少ない。特に縦光学(LO)フォノンは電子系との相互作用が強く、室温以上の温度における電子移動度を支配する。GaN や AlN におけるこの相互作用は GaAs に比べて 1 桁以上強く、結晶欠陥の低減が進むにつれて、高出力デバイスにおける動作特性の制限効果が顕在化すると考えられる。本研究では、グリューナイゼン定数の大きい BN 成分の導入による LO フォノン分解を狙って、BN 成分を含む BGaN 混晶における非調和振動特性を評価することを目的として A₁(LO)モード周波数の温度依存性を測定・解析を行った。

MOVPE 法で成長された膜厚 1.16μm の B_{0.17}Ga_{0.93}N 混晶について、ラマン散乱分光による A₁(LO)モードピーク周波数が求められた。図 1 に試料の 2θ/ω回折カーブを示す。ラマン分光測定では結晶温度はペルティエ素子により 290K から 420K の範囲で制御され、励起には 325nm の He-Cd レーザが用いられた。図 2 に BGaN 膜のラマンスペクトルピークの温度依存性を示す。得られた周波数の温度依存性における傾きは $4.5(\pm 0.05) \times 10^{-2} \text{cm}^{-1}/\text{K}$ であり、GaN の値 $3.3(\pm 0.04) \times 10^{-2} \text{cm}^{-1}/\text{K}$ より有意に大きかった。全半値幅の傾きについては、BGaN で $3.3(\pm 0.04) \times 10^{-2} \text{cm}^{-1}/\text{K}$, GaN で $1.8(\pm 0.1) \times 10^{-2} \text{cm}^{-1}/\text{K}$ であり、差異が見られた。BN 成分の空間揺らぎによる影響とスペクトルを構成する局所フォノン成分の周波数および半値幅の温度依存性が考えられる。組成揺らぎの程度は測定温度に寄らないと考えられ、BN モル分率は小さいものの GaN とは大きな温度係数の差異があるものと思われる。

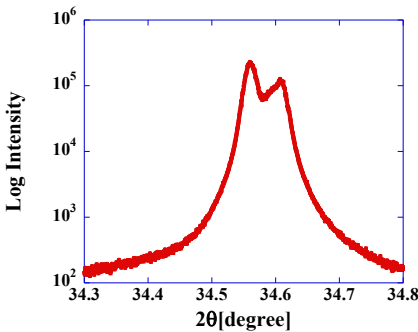


図 1 BGaN 膜の 2θ-ω回折カーブ

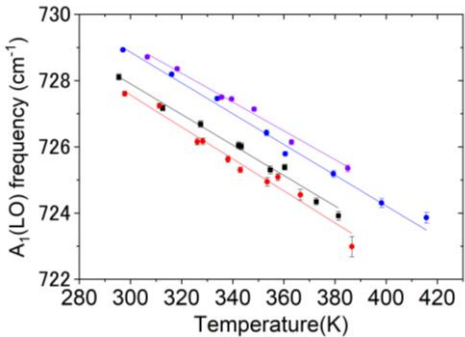


図 2 BGaN 膜のラマンスペクトルピークの温度依存性
シンボルの違いは測定場所の違いを示す。

InGaN 光電極と NiO 助触媒界面のバンドアライメント

Band alignment at the interface between InGaN photoelectrode and NiO co-catalyst

NTT 物性研 [○]山下 雄大, [†]熊倉 一英, 平間 一行, 谷保 芳孝

NTT BRL, [○]Yudai Yamashita, Kazuhide Kumakura, Kazuyuki Hiram, Yoshitaka Taniyasu

E-mail: yudai.yamashita@ntt.com

【背景】 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 混晶は赤外から紫外にわたる幅広い波長域の光を効率的に吸収できるため、太陽光を用いた水分解用の光電極材料として非常に有望である[1]. これまでに我々は、 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 光電極表面を 2 nm の NiO 助触媒層で全面被覆することで、長時間の光電気化学動作でも顕著な耐久性の向上が得られることを報告した[2]. $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 光電極に関しても、先行研究では MOD 法により NiO 粒子を表面に担持した例があり、NiO 層を全面被覆することで同様の耐久性向上が期待できる[3,4]. しかし、 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ と NiO 層との界面におけるキャリア輸送特性については十分に解明されていない. 本研究では、NiO/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 界面のバンドアライメントを X 線光電子分光(XPS)により調査し、NiO 層が光電流の取り出しに及ぼす影響を調べた.

【実験】 MOVPE 法により Al_2O_3 (0001)基板上に n^+ -GaN を形成した後、Si-doped $n\text{-In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($n \sim 10^{18} \text{ cm}^{-3}$, $x = 0.05\text{--}0.25$)を 100 nm エピタキシャル成長した. その後、Ni を 1 nm 蒸着し、290 °C, 60 min の熱処理により厚さ 2 nm の NiO を形成した. 比較として、 Al_2O_3 (0001)基板上に Ni を 20 nm 蒸着し同処理を施した NiO 試料と NiO 未堆積の $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 試料を用意した. 本研究では XPS により Ga 3d, In 4d, Ni 2p^{3/2} 内殻スペクトルと価電子帯上端 (E_V)の結合エネルギー差を求め、NiO/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ヘテロ構造の内殻スペクトルのエネルギー位置から、価電子帯バンドオフセット(ΔE_V)を算出した.

【結果・考察】 Fig. 1 に得られたバンドオフセットと、予想されるバンドアライメントを示す. In 組成($x < 0.25$)の範囲においては、In 組成によらず NiO/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 界面は Type-II, Cliff 型のバンドアライメントを示した. NiO の価電子帯上端は $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 側より平均 1.0 eV 上方に位置するため、正孔の輸送はバンドオフセットにより阻害されず、光電流の取り出しに有利であると考えられる. 一方で、伝導帯オフセット(ΔE_C)により電子の助触媒層への逆流が抑止され、界面再結合の低減が期待できる.

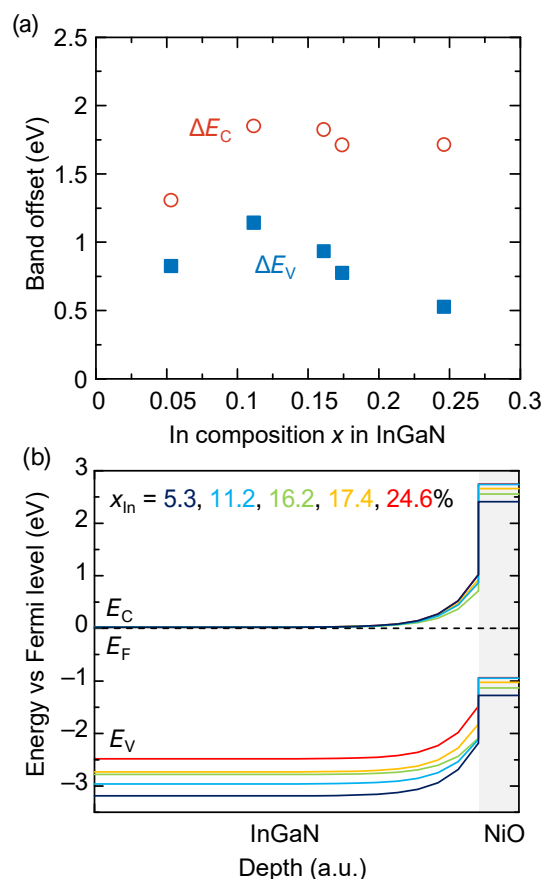


Fig. 1 (a) Band offset between InGaN and NiO as a function of In composition x in InGaN. (b) Expected band alignment of NiO/InGaN heterojunction.

[†]現所属: 北大量集セ, Current address: RCIQE, Hokkaido Univ

[1] K. Fujii *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.* **44**, No. 18 L543-L545 (2005). [2] K. Kumakura *et al.*, *The 79th JSAP Fall meeting*, 19p-PA4-22 (2018). [3] K. Kumakura *et al.*, *The 80th JSAP Fall meeting*, 18a-PB3-47 (2019). [4] S. Yotsuhashi *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **100**, 243904 (2012).

時間分解発光測定による InGaN 量子井戸におけるキャリア拡散の温度変化測定

Carrier diffusion processes in InGaN QWs measured by temperature-dependent time-resolved photoluminescence measurements

金沢工大¹, ETH², 九大³, 三重大⁴, 伊藤央祐¹, 秋山航太郎¹, 櫻井裕太¹, 山口敦史¹
福井まいこ², 濱口達史^{3,4}

Kanazawa Inst. of Tech.¹, ETH², Kyushu Univ.³, Mie Univ.⁴, Osuke Ito¹, Kotaro Akiyama¹, Yuta Sakurai¹,
Atsushi A. Yamaguchi¹, Maiko Fukui², and Tatsushi Hamaguchi^{3,4}

E-mail: c6401230@st.kanazawa-it.ac.jp

InGaN 量子井戸(QW)におけるキャリア拡散過程は、ポテンシャル揺らぎなどの影響を受け、複雑である。過去の報告では、キャリアの拡散定数が小さい($0.51 \sim 0.62 \text{ cm}^2/\text{s}$)という報告[1]もあれば、逆に大きい($6 \text{ cm}^2/\text{s}$)という報告[2]もあり、ばらついている。これまでに我々は InGaN-QW 試料表面に金属マスクを形成し、マスクに微小な穴を開け、その穴を通して光励起し時間分解発光(PL)測定を行い、拡散定数を求める実験を行ってきた[3]。本方法では、穴の径が小さいと、穴の外へのキャリア拡散によっても PL 寿命が短くなるので、穴の径を変化させて測定することによりキャリア拡散の情報が得られる。これまでは室温での測定のみ行っていたが、キャリア拡散の機構を考える上では温度変化測定することが望ましい。

そこで、本研究では極低温(2 K)から室温(300 K)までの様々な温度での測定を様々な励起強度で行った。また、これまでは PL ピーク波長における時間分解 PL 測定を行っていたが、キャリアのエネルギー緩和が測定に影響を与える懸念もあり、今回は発光全体(すべての波長)を対象に時間分解 PL 測定を行い、そこから拡散定数を求めた。なお、QW のような 2 次元系で「拡散定数」という言葉を使うのは望ましくない、という考え方もあるが、ここでは QW 面内の拡散に関する定数という意味で「拡散定数」という言葉を使用する。本研究で用いた InGaN-QW 試料の PL ピーク波長は 446 nm であり、時間分解 PL 測定では、Ti: Sapphire レーザの第 2 次高調波(385 nm)のビームを 10 倍の対物レンズを用いて試料表面に焦点を合わせて絞った(スポットサイズ $\sim 10 \text{ }\mu\text{m}$)。そして、時間相関単一光子計数法により PL 減衰曲線を取得した。再結合過程も考慮した拡散方程式を用いて、この PL 減衰曲線を理論解析し、拡散定数を求めた。図 1 は PL 時間減衰とそれを Fitting した理論曲線の例である。これを見ると、穴の存在によって PL 寿命が速くなり、また、良好なフィッティング結果を得られていることが分かる。このような実験と解析を様々な励起強度、温度で行い、求められた拡散定数を図 2 に表す。これを見ると、低温や弱励起では拡散がほとんど起こらず、温度や励起強度の上昇とともに拡散定数が増加していることが分かる。これは、温度、励起強度が上がることで非局在状態のキャリアが増加し、拡散に寄与したためだと考えられる。

謝辞: 本研究では、ソニーセミコンダクタソリューションズ株式会社より提供された試料を使用した。また、石井良太先生(京都大学)より多くの有益なご助言を頂いた。ここに感謝の意を表したい。本研究の一部は科研費(JP23K03944)の助成を受けて実施された。

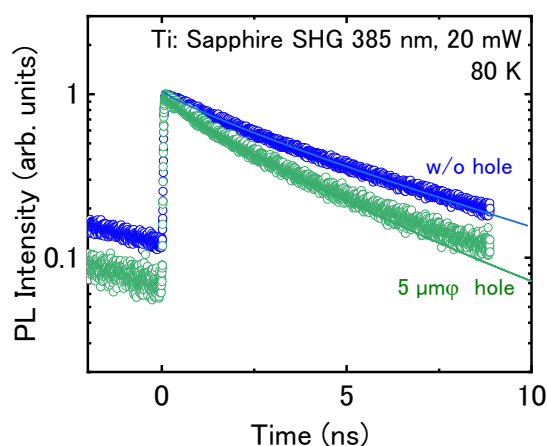


Fig. 1 Measured PL decay curves (circles) and fitted curves (solid lines) in InGaN-QW samples with/without mask holes.

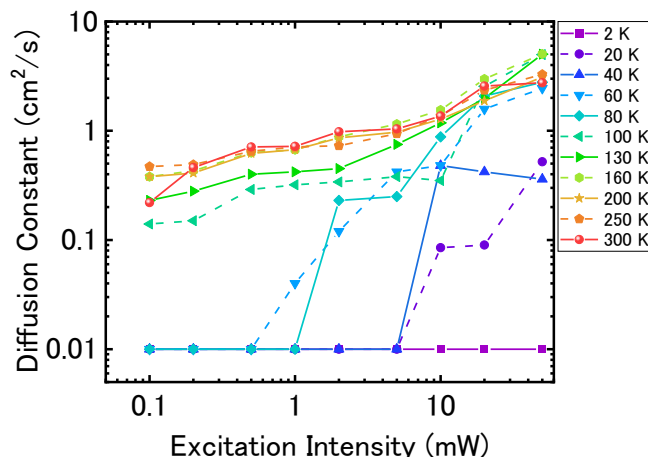


Fig. 2 Excitation power dependence of the measured diffusion constant at various temperatures.

文献 [1] K. Okamoto *et al.* Phys. Status Solidi (B) **228**, 81 (2001). [2] A. David *et al.* Phys. Rev. Appl. **15**, 054015 (2021). [3] O. Ito *et al.* IWN 2024, Honolulu, HI, USA, 2024, “Carrier diffusion processes in InGaN quantum wells measured by time-resolved PL measurements”.

PCA を用いた InGaN 量子井戸 CL 発光空間構造の解析

Principal Component Analysis of Cathodoluminescence Emission Spatial Structures in InGaN Quantum Well

奈良先端大 [○](M2) 福隆之介, 赤瀬善太郎, 岩満一功, 富谷茂隆

Nara Institute of Science and Technology [○]R. Fuku, Z. Akase, K. Iwamitsu, S. Tomiya

E-mail: fuku.ryunosuke.fw1@naist.ac.jp

InGaN 混晶半導体はインジウムの組成比を変化させることで、発光波長を広範囲にわたって変化できるので、マイクロ LED ディスプレイ等の発光デバイスへの応用が期待される。しかし、GaN と InN の非混和性が高いことから[1]、インジウム組成比の微小な揺らぎ・結晶欠陥の存在が、発光効率の低下やデバイス劣化を引き起こす要因となっている。このため、InGaN 発光デバイスの性能向上には、発光強度および発光波長の空間分布を精緻に把握・理解することが重要な課題である。

このような空間分布の把握には、電子線照射位置を試料表面上に走査させながらカソードルミネッセンス(CL)スペクトルを取得する CL スペクトルイメージング(CL-SI)が有効な手法として知られている。CL-SI は、発光波長とその空間分布を同時に取得できるので、インジウム組成比の局所的揺らぎによる発光特性の変化や、結晶欠陥に起因する非発光領域の分布を可視化することが可能である。

図 1 には In_{0.15}Ga_{0.85}N 三重量子井戸(TQW)における CL-SI データの概要を示す。図 1(A)は空間平均スペクトルであり、435 nm に発光ピークが確認される。図 1(B)はその発光波長の異なる3点(427, 435, 443 nm)における発光強度の空間分布をそれぞれ示している。各画像に共通して観察される明点や暗点は、結晶欠陥や表面ピットに起因するものと考えられる。一方で、波長ごとの分布画像全体の濃淡には差異が見られ、特に図 1(B)中・下においては、同程度のスペクトル強度にもかかわらず中心付近の発光強度分布に違いが認められる。このことから、発光波長ごとに個別に解析するだけでなく、空間分布と発光スペクトルを同時に含むデータ(サイズ: 4096×167) 全体を包括的に解析する必要がある。

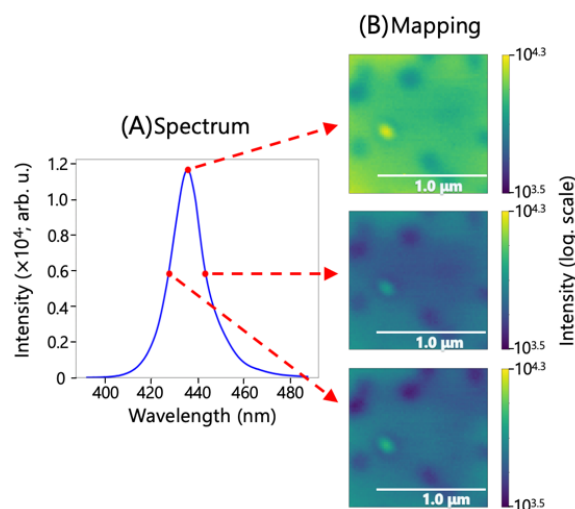


Fig. 1: Overview of CL-SI data in an InGaN TQW.

我々はこれまで、CL-SI データに対して片側直交性非負値行列因子分解(One-sided ONMF)による解析を行ってきたが[2]、本報告では、データの分散に基づいてより俯瞰的に変動特性を抽出することを目的として、主成分分析(PCA)を行った[3]。その結果、PCA の第 1 主成分は発光強度、第 2 主成分はピーク波長と強く相関していることが明らかになった。さらに第 1・2 主成分間のスコアに対してガウス混合モデル(GMM)を用いたクラスタリング[4]を行うことで、類似した CL スペクトル特性を有する画素群の分類と、それらの空間分布を可視化することに成功した。現在、このクラスタリング結果と、走査型電子顕微鏡(SEM)像およびエネルギー分散型 X 線分光法(EDX)マッピングとの対応関係を解析しており、本講演ではこれらの詳細について報告・議論する。

本研究の一部は、科研費(23K03944, 25K01269, 25K07834)の助成を受けたものである。

[1] Ho and G. B. Springfellow, Phys. Lett. **69**, 2701(1996).

[2] K. Iwamitsu et al., phys. status solidi (b), 2500040 (2025), DOI: 10.1002/pssb.202500040

[3] 杉山高一・藤越康祝・小椋透, 「多変量データ解析」, 朝倉書店, 2009, p.13-53.

[4] 佐藤義治, 「多変量データの分類」, 朝倉書店, 2009, p.154-170.

InGaN 量子井戸の時間分解フォトルミネッセンス発光減衰挙動に対する ベイズ推論解析

Bayesian Inference Analysis of Time-Resolved Photoluminescence Decay Behavior in an InGaN Quantum Well

奈良先端大¹, 金沢工大²

○岩満 一功¹, 新保 樹², 赤瀬 善太郎¹, 横川 俊哉¹, 山口 敦史², 富谷 茂隆¹

NAIST¹, Kanazawa Inst. of Tech.²,
°Kazunori Iwamitsu¹, Itsuki Shimbo², Zentaro Akase², Toshiya Yokogawa²,
Atsushi A. Yamaguchi², Shigetaka Tomiya¹

E-mail: k.iwamitsu@naist.ac.jp

InN・GaN・AlN の混晶で構成される窒化物半導体発光デバイスは、深紫外から赤外まで広範囲な発光波長を理論的に実現できるため、高精細且つ高いコントラスト表示が可能なマイクロ LED 発光ディスプレイ等への応用が期待されている。これらの実用化には、市販のデバイスシミュレータを用いた正確なシミュレーションが不可欠であるが、現状では Si 半導体で実現されているような高精度なシミュレーションには未だ至っていない。これは、窒化物半導体内部における発光キャリアダイナミクスが十分に理解されていないため、その物性の解明が急務となっている。この課題に対して、In_{0.24}Ga_{0.76}N 単一量子井戸 (SQW) 構造における、温度依存の時間分解フォトルミネッセンス発光 (TRPL) スペクトルマッピング (SM) 計測^[1]を行った。TRPL-SM データは発光波長ごとに TRPL 減衰曲線を取得できるため、各々の減衰曲線から発光寿命を推定し、発光寿命のエネルギー依存性を評価することが可能である。その際、減衰曲線のフィッティングには、以下の伸張型指数関数 (SE) [2, 3] が用いられる事が多い。

$$f(t) = A \exp \left[- \left(\frac{t}{\tau} \right)^\beta \right] \tag{1}$$

ここでは、 A は強度、 τ は発光寿命、 β は指数の変形量である。 β は通常 $0 < \beta \leq 1$ で制限されるが、これは、キャリアの速度方程式に相当する、(1) 式の時間微分：

$$\frac{df(t)}{dt} = - \frac{\beta t^{\beta-1}}{\tau^\beta} f(t) \tag{2}$$

に基づいて考察できる。(2) 式の右辺に注目すると、時間発展項 $t^{\beta-1}$ における指数は $-1 < \beta - 1 \leq 0$ の範囲にあり、時間の増加とともに、 $f(t)$ の減少量は徐々に小さくなる、すなわち減衰が緩やかになる (遅い指数関数減衰)。このような挙動は、励起準位におけるキャリアが時間経過とともに広がっていくと考えれば、自然に理解される。一方、Trachenko 等は $\beta > 1$ 、すなわち $\beta - 1 > 0$ となる圧縮型指数関数 (CE) を考慮し、金属ガラスにおける SE から CE へのクロスオーバーを再現したことを報告している [4]。この CE の場合、(2) 式右辺の $f(t)$ 減少量は時間とともに加速され、より急激な減衰 (速い指数関数減衰) を示す。これは捕獲されたキャリアの局所的な相互作用を反映しており、他の材料においても類似のメカニズムが働く可能性がある。

本研究ではベイズ推論 [5] を用いて、温度依存する TRPL-SM データのフィッティングを実施し、(1) 式によって $0 < \beta < 2$ の範囲で SE および CE を考慮した解析を行った。結果の一部として、CE/SE における指数の変形量 β の振舞を図に示し、推定値を青マーカーで、各推定値における統計分布の 95% 信用区間を青塗潰領域でそれぞれ表した。 $\beta = 1$ では一点鎖線を描画しており、単一指数関数減衰に相当する。図を見て明らかのように、指数の変形量 β は発光エネルギーに依存して変化し、速い指数関数減衰 (CE) と遅い指数関数減衰 (SE) の間を行き来する振舞が明らかになった。このような CE を経由する振舞は、ある種の高速キャリア捕獲サイトと関連している可能性があり、その詳細は講演にて発表し、議論を行う予定である。

本研究は JSPS 科研費 JP25K07834, JP23K03944, JP25K01269 の助成を受けたものである。

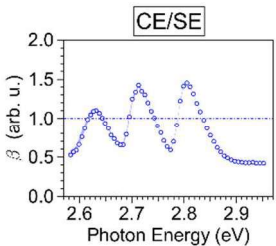


Fig.: β -behavior in CE/SE.

[1] 新保樹等, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-C42-13 (2024).
[2] F. Kohlrausch, *Pogg. Ann. Phys.* **119**, 352 (1863).
[3] F. Alvarez et al., *Phys. Rev. B* **44**, 7306-7312 (1991).
[4] K. Trachenko et al., *J. Phys. Condens. Matter* **33**, 315101 (2021).
[5] K. Nagata et al., *Neural Networks* **28**, 82-89 (2012).

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

[10a-N301-1~11] 15.4 III-V-group nitride crystals

[10a-N301-1]

Lasing Characteristics of Optically Pumped InGaN/GaN Thin-Film Core Lasers with GaN/Air-DBRs

○Sotaro Iijima¹, Yuki Takahashi¹, Shuya Sato¹, Akihiko Kikuchi^{1,2} (1.Sophia Univ, 2.Sophia Semiconductor Research Inst)

[10a-N301-2]

Measurement of acceptor concentration in LED with top GaN tunnel junction

○Kazuki Osada¹, Hisanori Ishiguro¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ.)

[10a-N301-3]

Lateral Mg activation annealing in GaN-based LEDs with bottom tunnel junctions

○Rita Higashi¹, Kazuki Osada¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹ (1.Meijo University)

[10a-N301-4]

Electrical and optical properties of two junction LED with Ga_{0.89}In_{0.11}N tunnel junctions

○(M1)Satoshi Yamaguchi¹, Kazuki Osada¹, Rita Higashi¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ.)

[10a-N301-5]

Dependence of In-containing under layer with green active layer on GaN substrates

○Yoshito Ando¹, Atsunori Tokushi¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹, Kentaro Nonaka², Yoshitaka Kuraoka², Takashi Yoshino² (1.Meijo Univ., 2.NGK Insulators, LTD)

[10a-N301-6]

High Efficient Green Emission from Ag-coated InGaN/GaN Quantum Well by Ultra-Violet Laser Irradiation and Annealing

○(M1)Naoki Ueda¹, Shun Ito¹, Tetsuya Matsuyama¹, Shunsuke Murai¹, Kenji Wada², Mitsuru Funato³, Yoichi Kawakami³, Koichi Okamoto¹ (1.Osaka Metro. Univ., 2.OMU-ESCARI, 3.Kyoto Univ.)

[10a-N301-7]

Impact of under-via n-type layer thickness on the electrical characteristics of step-free GaInN stacked monolithic μ LED arrays

○Koko Fukushima¹, Yuki Shimizu¹, Keisuke Takeya¹, Yoshinobu Suehiro¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ.)

[10a-N301-8]

Development of a Single-Cathode Driven Stacked GaInN μ LED Array Using Conductive Vias

○Yuki Shimizu¹, Koko Fukushima¹, Keisuke Takeya¹, Yoshinobu Suehiro¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Fac.Sci.&Tech, Meijo Univ)

[10a-N301-9]

Multifunctional Micro-LED Probes for In Vivo Photopharmacological Applications

○Kazuki Moriya¹, Atsushi Nishikawa², Alexander Loesing², Noriaki Ohkawa³, Hiroto Sekiguchi^{1,4}
(1.Toyohashi Tech, 2.ALLOS, 3.Dokkyo Med. Univ., 4.Meijo Univ.)

[10a-N301-10]

Flip Transfer Process of Micro-LEDs with Sn/In Metal

○Kazuto Matsui¹, Ryota Kanda¹, Atsushi Nishikawa², Alexander Loesing², Hiroto Sekiguchi^{3,1}
(1.Toyohashi Tech., 2.ALLOS, 3.Meijo Univ.)

[10a-N301-11]

Design of Linear/Nonlinear QPM Photon Pair Generation Device using InGaN Laser Epitaxial Wafer

○Takumi Wada¹, Hiroki Ogawa¹, Masahiro Uemukai¹, Tomoyuki Tanikawa¹, Ryuji Katayama¹
(1.The Univ. of Osaka)

GaN/Air-DBR 搭載 InGaN/GaN 薄膜コアレーザの室温光励起発振特性

Lasing Characteristics of Optically Pumped InGaN/GaN Thin-Film Core Lasers with GaN/Air-DBRs

上智大理工¹, 上智大半導体研究所²Sophia Univ.¹, Sophia Semiconductor Research Institute²○飯島 颯太郎¹, 高橋 勇貴¹, 佐藤 秀哉¹, 菊池 昭彦^{1,2}○Soutaro Iijima¹, Yuki Takahashi¹, Shuya Sato¹, and Akihiko Kikuchi^{1,2}

E-mail: kikuchi@sophia.ac.jp

はじめに：我々は、網膜走査型コンタクトレンズディスプレイなどへの応用を想定した、超低しきい値 InGaN レーザ光源の開発を目指している。半導体レーザの低しきい値化には、共振器端面反射率 R と活性層の光閉込め係数 ξ の増大が有効である。これまでに我々は、水素雰囲気異方性熱エッチング (HEATE) 法 [1] による高反射率 GaN/Air 分布ブラッグ反射鏡 (DBR) 構造の作製や、p-GaN/InGaN-MQW/n-GaN コア層の直下に低屈折率層を配して高 ξ を得る薄膜コア構造の理論解析および試作について報告してきた[2]。本研究では、AlInN 低屈折率層を用いた GaN/Air-DBR 搭載 InGaN/GaN 薄膜コアレーザ構造を作製し、室温における光励起発振特性を評価した。

実験方法と結果：エピウェハ構造は、p-GaN(110nm)/活性層/n-GaN(110nm)/n-AlInN(300nm)/n-GaN($\sim 4\mu\text{m}$)/(0001)Al₂O₃ であり、活性層には InGaN(2.5nm)/GaN(9nm)量子井戸を4周期積層した。HEATE 法により幅 $2\mu\text{m}$ 、長さ 194, 100, 50, $22\mu\text{m}$ の導波路を形成し。両端面には周期の異なる GaN/Air-DBR または DBR なしとした。Fig.1 に作製した端面反射鏡部の断面構造および DBR 部の上面 SEM 像の例を示す。作製した DBR 部の Air 幅は約 105nm、GaN 幅は約 132nm であった。Fig. 2 は、しきい値電流密度 J_{th} の共振器長 L 依存性であり、反射率 R を 30%、60%、90%とした場合を示した。薄膜コア構造により ξ が約 14%と高く、 $1\text{kA}/\text{cm}^2$ を大きく下回る極低しきい値動作が期待される。作製した各種の薄膜コアレーザに対して、室温において波長 355nm、パルス幅 350ps、繰返し周期 100Hz の YAG レーザを用いて光励起発振特性を評価した。その結果、 $L=22\mu\text{m}$ の DBR なし構造を除き。明瞭な発振が確認された。Fig.3 に、DBR なし共振器および7ペア DBR 付き共振器における発振波長の L 依存性を示す。いずれの構造においても、共振器長が長くなるほど発振波長は長波長化し、7ペア DBR 付き構造の方がより長波長になる傾向が見られた。発振波長は、活性層内のキャリア密度増加に伴い短波長化すると考えられ、Fig.2 に示した J_{th} の計算結果と良好な相関を示している。また、DBR 構造が反射鏡として有効に機能していることも確認された。

謝辞：本研究の一部は、JSPS KAKENHI JP24K00950 の援助を受けて実施された。

参考文献：[1]R. Kita et al. Jpn. J. Appl. Phys. 54 (2015) 046501. [2] 佐藤他, 第85回応用物理学会秋季学術講演会, 16p-A21-4, 新潟, 2024年9月。

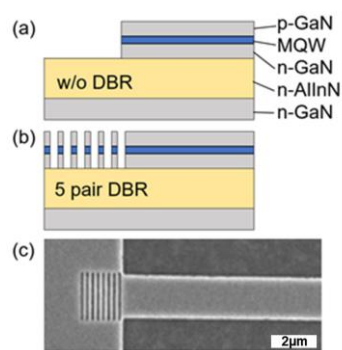


Fig.1 Cross-section of the laser facet: (a) without and (b) with 5 pair DBR. (c) Top-view SEM image of the fabricated DBR.

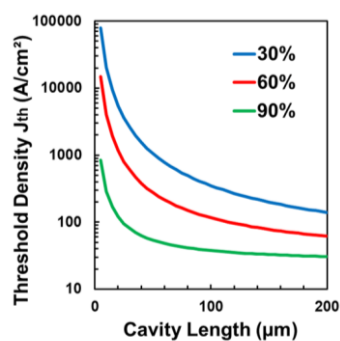


Fig.2 Threshold current vs. cavity length for the thin-film core lasers for different R value of 30, 60 and 90%.

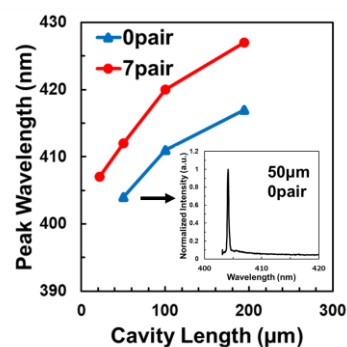


Fig. 3 Cavity length dependence of lasing wavelength in thin-film core laser.

上部 GaN トンネル接合を有する LED におけるアクセプタ濃度の測定

Measurement of acceptor concentration in LED with top GaN tunnel junction

名城大・理工 ○長田和樹, 石黒永孝, 竹内哲也, 上山智, 岩谷素顕

K. Osada, H. Ishiguro, T. Takeuchi, S. Kamiyama, M. Iwaya

E-mail: 243428013@ccalumni.meijo-u.ac.jp

GaN トンネル接合は、従来の p 型コンタクトと異なり、電流狭窄構造やタンデム構造などの付加価値を提供する新たなコンタクト層として注目を集めており、これまでに LED やレーザー、VCSEL に応用されてきた[1]。一方で、p 層中の Mg が活性化されにくいという課題がある。これは、従来 LED ではメサ上面からの水素脱離により p 層の Mg が活性化されるのに対し、上部トンネル接合では p 層が高 Si 濃度 GaN に覆われており、水素脱離が抑制されるためである[2]。その結果、メサ側面からの水素脱離が主に寄与する。本研究では、トンネル接合を上部に有する LED 中の p 層における Mg 活性化度を評価するため、メサ径の異なる試料を作製し、CV 測定により p 層のアクセプタ濃度を比較・検討した。なお、アニール条件は N₂ 雰囲気下 725°C、30 分である。

Fig. 1 に作製した上部トンネル接合を有する LED 構造を示す。p-GaN に Mg を $4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 、n-GaN に Si を $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 添加した。メサ径が 35 μm および 60 μm の 2 種類に円形電極を作製し、CV 測定を室温、1 MHz、逆バイアス領域(-20~0 V)で行った。Fig. 2 に、2 種類の円形電極における C²-V プロットを示す。いずれも直線性を有しており、CV 測定によるアクセプタ濃度評価が可能である。ドナー濃度を $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ と仮定し、この C²-V プロットの傾きと電極面積からアクセプタ濃度を算出した結果を Fig. 3 に示す。それぞれのアクセプタ濃度は、Mg 濃度 $4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ に対し、35 μm 径では $2.7 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (68%)、60 μm 径では $1.2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (31%)であった。より小さなメサ径の方がアクセプタ濃度が高く、Mg 活性化率が高いことが示された。これは、メサ側面の面積比が大きいことにより水素脱離が促進された結果と考えられ、上部トンネル接合 LED において、水素脱離が主に側面から起こることが示唆された。今後は、水素脱離に関与するアニール条件について、より詳細な検討が必要である。

n contact
n-GaN
Tunnel Junction
p-GaN 160nm Mg: $4 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$
p-AlGaIn 20nm
5QW
n-GaN 2 μm Si: $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$
GaN
Sapphire(0001)

Top TJ-LED

Fig. 1 Sample structures

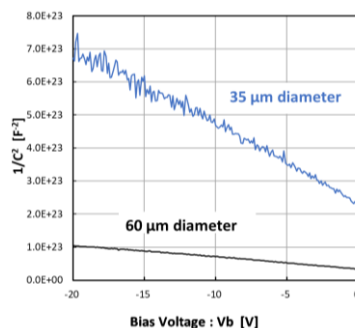


Fig. 2 C²-V characteristics

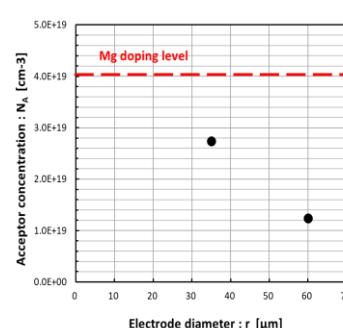


Fig. 3 Acceptor concentration

【参考文献】[1] C. Wong, et al., IEEE J., 58, 1-11(2022). [2] Y. Kuwano, et al., Jpn. J. Appl. Phys. 52 08JK12 (2013).

【謝辞】本研究は、科研費基盤 S(23H05460)の助成を受けたものです。本研究の遂行にあたり CV 測定に関してアドバイスいただきました名古屋大学の成田先生に心よりお礼申し上げます。

下部 GaN トンネル接合 LED における横方向 Mg 活性化アニール

Lateral Mg activation annealing in GaN-based LEDs with bottom tunnel junctions

名城大学¹,[○]東莉大¹, 長田和樹¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹, 上山智¹

Meijo Univ.¹,[○]Rita Higashi¹, Kazuki Osada¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Satoshi Kamiyama¹

E-mail: 243428037@ccalumni.meijo-u.ac.jp

タンデム構造や電流狭窄構造を実現する方法として、トンネル接合 (Tunnel Junction : TJ) 構造の導入が LED などの発光素子において注目されている。一方で、活性層より下部に TJ 層を有する下部トンネル接合 (Bottom-TJ) 構造では、注入効率の改善が期待されている。しかし、活性層より上部に TJ 層を有する上部トンネル接合 (Top-TJ) 構造に比べ、駆動電圧 (電流密度 3.0 kA/cm^2 時) が約 1.5 倍高い。その要因として Bottom-TJ 構造では Top-TJ 構造に比べ、不純物プロファイルや活性化アニール条件の最適化の検討が不十分であることが挙げられる¹。以上の背景より、本研究では Bottom-TJ 構造の活性化アニール条件に着目し、その最適化を行うことを目的として Bottom-TJ LED を作製、評価した。

作製した Bottom-TJ LED を Fig. 1 に示す。Sap 基板上に GaN テンプレート層、下部 n 層、TJ 層、続いて p 層、GaInN 量子井戸活性層、そして上部 n 層を有する、発光径 $35 \mu\text{m}$ の Bottom-TJ LED を作製した。活性化アニール条件の比較として、本研究室における Top-TJ 構造での条件 (725°C 、30min、 N_2 雰囲気) に加え、より高い活性化の効果が期待される O_2 雰囲気でも検討した。Fig. 2 に活性化アニール前後の AFM 像を示す。活性化アニール前の RMS 0.4 nm に対し、 N_2 アニール後は変化がなかった (0.5 nm) が、 O_2 アニール後は 3.0 nm まで悪化した。次に、Fig. 3 に J-V-L 特性 (室温 CW 動作時) を示す。ここで、測定は 2 回行った。 N_2 アニールの場合、駆動電圧 (電流密度 0.1 kA/cm^2 時) が 1 回目の測定では約 6.0 V 、2 回目の測定では約 5.0 V と低下した。一方、 O_2 アニールの場合では測定回数に関わらず約 5.0 V で一定であったことから、 O_2 アニールにおいて良好な活性化が予想される。ただし O_2 アニールの場合、 N_2 アニールの場合と比べると駆動電圧は約 1.0 V (電流密度 3.0 kA/cm^2 時) 増加し、光出力は約 70 % まで低下した。以上の結果より、 O_2 アニールは N_2 アニールよりも活性化が見込まれる一方で、表面平坦性の悪化、駆動電圧の増加や光出力の低減も引き起こしている。今後は、 O_2 アニール時の表面保護や、活性化アニール条件の最適化を進める。

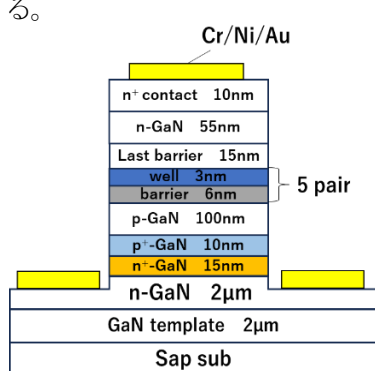


Fig. 1 LED structure

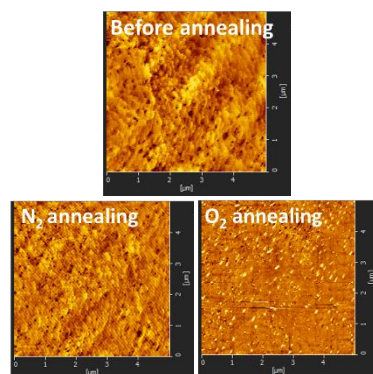


Fig. 2 AFM ($5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$)

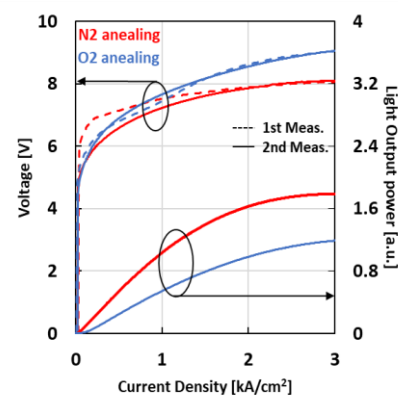


Fig. 3 J-V-L curves

参考文献 [1] Akatsuka *et al.*, APEX 12, 025502 (2019).

謝辞 本研究の一部は、基盤 S(23H05460) の援助により実施した。

Ga_{0.89}In_{0.11}N トンネル接合を有する 2 段接合 LED の電気・光学的特性

Electrical and optical properties of two junction LED with Ga_{0.89}In_{0.11}N tunnel junctions

名城大・理工¹ ○山口 哲史¹, 長田 和樹¹, 東 莉大¹, 竹内 哲也¹, 上山 智¹, 岩谷 素顕¹

Fac.Sci & Tech.,Meijo Unvi.,¹ ○Satoshi Yamaguchi¹, Kazuki Osada¹, Rita Higashi¹, Tetsuya Tekeuchi¹,

Satoshi Kamiyam¹, Motoaki Iwaya¹

E-mail: 253428042@ccmailg.meijo-u.ac.jp

トンネル接合 (TJ) は垂直共振器型面発光レーザ (VCSEL) をはじめとする様々な光デバイスに应用されている。赤外 VCSEL では、トンネル接合による多接合直列接続により 74%の電力変換効率が報告されている^[1]。我々も、高効率化を目指し、青色 VCSEL の多段接合を考えているが、下部に存在する、高い不純物濃度を有するトンネル接合の影響を受け、その上にエピタキシャル成長させる 2 段目以降の LED の発光特性が低下する懸念がある。本検討では、青色 VCSEL への応用の初期的検討として、貫通転位が観察されない、低駆動電圧なトンネル接合を用いて 2 段接合 LED を作製し、その光学的特性を評価した。

Fig. 1 に本検討で採用した、低駆動電圧な Ga_{0.89}In_{0.11}N トンネル接合の断面 STEM を示す。トンネル接合部から発生する貫通転位が観察されていないことがわかる。このトンネル接合を用いて作製した 2 段接合 LED の構造を Fig. 2 に示す。サファイア基板上に LED およびトンネル接合の成長を 2 回繰り返した。VCSEL への応用を見据えて、2 つの活性層を光強度分布の腹に、2 つのトンネル接合 p⁺-GaInN 層を節に配置した。最上部 n-GaN に 35 μm 径のアノード電極、最下部 n-GaN にカソード電極を設けた。Fig. 3 に 2 段接合 LED の J-VL 特性を示す。比較として、同様の GaInN トンネル接合を用いた 1 段接合 LED の J-VL 特性および、その数値を単純に 2 倍した J-VL 特性を示す。3.0kA/cm²までは、駆動電圧、光出力ともに 1 段接合 LED の 2 倍程度となり、2 段目の LED も 1 段目の LED と同等の特性を有することがわかった。一方で、2 段接合 LED は、1 段接合 LED の約半分の電流密度で光出力が飽和した。これは投入電力が 2 倍となる事に伴い発熱量も 2 倍となったためと考えられ、多接合 VCSEL においては熱対策がより重要になると思われる。

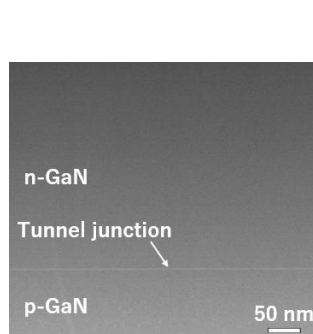


Fig. 1 Cross-sectional STEM

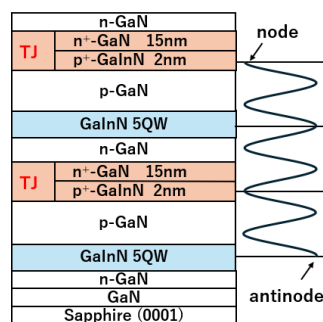


Fig. 2 Sample structure

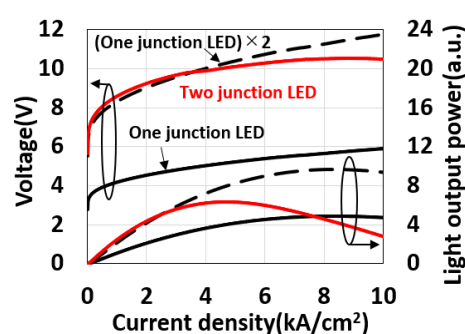


Fig. 3 J-VL characteristics

[参考文献] [1] Xiao, et al., Light Science & Applications 13,60 (2024)

[謝辞] 本研究は、科研費基盤 S(23H05460)の助成を受けたものです。

GaN 基板上窒化物緑色活性層における In を有する下地層依存性

Dependence of In-containing under layer with green active layer on GaN substrates

名城大・理工 安藤 嘉太[○], 禿子 温教, 竹内 哲也, 上山 智, 岩谷 素顕

日本ガイシ(株) 野中健太朗, 倉岡義孝, 吉野隆史

Meijo Univ., Yoshito Ando, Atsunori Tokushi, Tetsuya Takeuchi, Satoshi Kamiyama, Motoaki Iwaya

NGK Insulators, LTD., Kentaro Nonaka, Yoshitaka Kuraoka, Takashi Yoshino

E-mail: 253428001@ccmailg.meijo-u.ac.jp

GaN の高温成長に伴う点欠陥は、活性層への偏析により発光特性を劣化させることが知られている^[1]。これに対し、活性層直下に In 含有層を挿入することで、欠陥の伝搬を抑制できることが報告されている。^[1] 本研究室においても、紫色 GaInN 系 LED に GaInN 下地層を導入することで光出力が約 1.2 倍 (20kA/cm² 以上) になることを報告した^[2]。本研究では、緑色 GaInN 量子井戸に GaInN 下地層を導入し、光学的特性における、下地層の InN モル分率依存性を検討した。さらに、LED を作製し、その I-L 特性を評価した。

Fig.1 に試料構造を示す。c 面 GaN 基板上にアンドープ GaN、GaInN 下地層、GaN 中間層、3 ペアの 2nm GaInN 井戸層、0.3nm AlN cap 層、および 1.7nm GaN 障壁層を積層した。各試料では、GaInN 下地層の成長温度を 788℃、768℃、748℃と変え、InN モル分率を約 5%、約 9%、約 12% とした。Fig.2 に各試料の室温フォトルミネッセンススペクトル(励起光源:パルス 4 倍波 YAG レーザー)を示す。GaInN 下地層を導入することで各試料の PL 強度の増加が確認でき、特に、下地層の InN モル分率が約 5%の時に最も PL 強度が高く、下地層なしに比べて PL 強度は約 1.7 倍増加した。Fig.3 に各試料の表面状態(SEM)を示す。InN モル分率が約 9%以上の GaInN 下地層では InN モル分率が増加するに従い、突起物が増加し、表面状態が悪化していることが分かる。以上により、GaN 基板上緑色量子井戸において、InN モル分率が約 9%以上の試料では表面が悪化し、PL 強度は増加しないことが分かった。次に、最も PL 強度が高い下地層条件を用いて LED の作成を行い、評価を行った。結果 LED 構造においても、GaInN 下地層を導入することで下地層なしに比べて光出力は増加し、約 1.2 倍光出力が向上した。

GaN barrier [1.7nm]	} × 3pair
AlN cap [0.3nm]	
GaInN well [2nm]	
GaN interlayer	
GaInN underlayer	
undoped GaN	
GaN substrate	

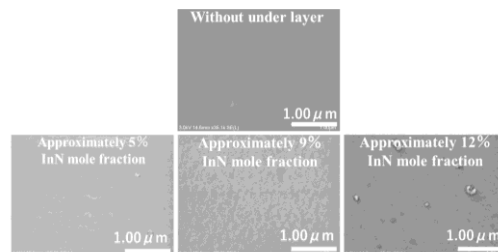
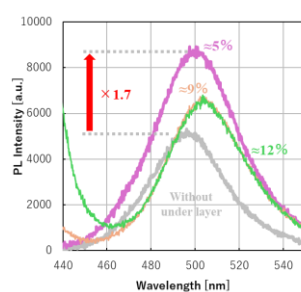


Fig.1 Sample structure

Fig.2 RT PL spectra

Fig.3 SEM images

[参考文献] [1] C.Haller, et al., Appl. Phys. Lett. **113** 111106 (2018).

[2]西川太一:応用物理学会 春季学術講演会 25p-21C-4 (2024)

[謝辞] 本研究の一部は、科研費基盤 S (23H05460) の援助により実施した。

Ag 被膜 InGaN/GaN 量子井戸の UV 照射と熱処理による高効率緑色発光

High Efficient Green Emission from Ag-coated InGaN/GaN Quantum Well

by Ultra-Violet Laser Irradiation and Annealing

阪公大院工¹, 阪公大研究推進², 京大院工³

○(M1)上田 直毅¹, (B)伊藤 駿¹, 松山 哲也¹, 村井 俊介¹, 和田 健司²,

船戸 充³, 川上 養一³, 岡本 晃一¹

Osaka Metro. Univ.¹, OMU-ESCARI², Kyoto Univ.³

°N. Ueda¹, S. Ito¹, T. Matsuyama¹, S. Murai¹, K. Wada², M. Funato³, Y. Kawakami³, K. Okamoto¹

E-mail: sr25722x@st.omu.ac.jp

1. はじめに

InGaN/GaN 量子井戸は In 組成の増加につれて発光効率が著しく減少し、緑色領域で低くなる。我々は金属皮膜による表面プラズモン共鳴(SPR)を用いた高効率青色発光に成功したが[1]、緑色領域では増強に適した金属がないために大幅な増強効果は得られていない。一方、InGaN/GaN の表面に誘電体薄膜を成膜し、UV レーザーを照射し続けることで GaN の結晶性向上に起因すると思われる緑色領域での発光効率の大幅な改善を観測した[2]。しかし導電性の低い誘電体を利用しているために、発光デバイス応用の際に電流注入を行う上で課題となる。また、レーザー照射による方法では一度に大面積に試料の発光効率を向上させるのは困難である。本研究では、これらを組み合わせ、InGaN/GaN 表面に Ag 薄膜を成膜し、強い SPR を示す波長のレーザーを試料背面から照射するとともに、試料に加熱処理を加えることによって、緑色発光の高効率化を試みた。

2. 実験方法

InGaN 活性層 3 nm、GaN 障壁層 5 nm の InGaN/GaN 単層量子井戸構造試料の表面に抵抗加熱蒸着により Ag 薄膜 60 nm を成膜した。波長 442 nm の He-Cd レーザーを試料背面から一定時間照射し、マルチチャンネル分光器による Photoluminescence (PL)測定を行い、レーザー照射時間に対する依存性を比較した。その後、試料を電気炉により N₂ 雰囲気下 100 度で 10 分間加熱してから PL 測定を行い、さらに 50 度刻みで温度を変えて 400 °Cまで PL 測定を行った。

3. 結果と考察

Ag を成膜し、100°Cで加熱した後に He-Cd レーザーを照射し続けた時の PL ピークの強度の推移を Fig.1 に示す。PL ピーク波長は一定のままで時間とともに PL 強度が増加し、20 分後には Ag 薄膜がないときに比べて約 5.3 倍の発光増強が観測できた。Fig. 2 には各温度におけるレーザー照射時間依存性を示しており、100 °Cで加熱した際に最も大きな発光増強効果が得られた。この現象は誘電体薄膜を成膜して UV 照射した際に見られた発光増強と同様の結果であることから、照射レーザーが SPR によって界面に強く局在し、それによって活性化された Ag が GaN 結晶内に侵入・拡散し、InGaN 発光層に達して空孔欠陥を埋めたことに起因すると考えられる。発光増強効果と高効率化の詳細な機構については現在解析中であり、当日詳しく議論する。

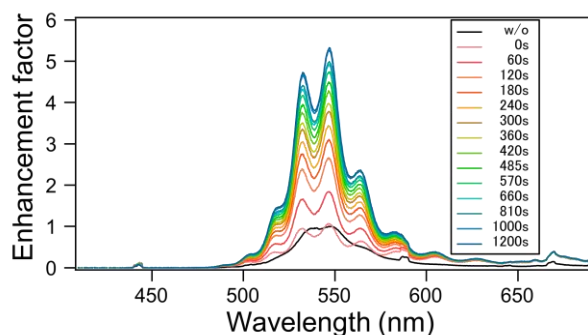


Fig.1 : PL Spectrum of the Sample at 100 °C

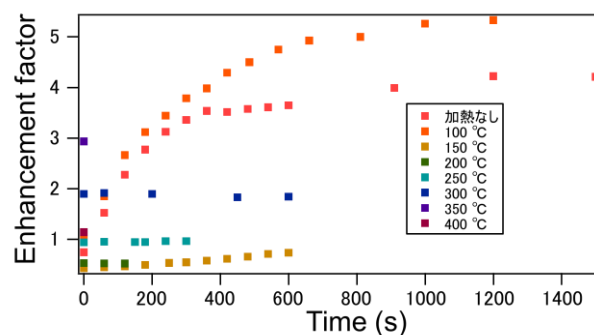


Fig.2 : Time Dependence of PL Intensity

[参考文献]

[1] K. Okamoto, et al., Nat. Mater., 3, 601 (2004)

[2] S. Kaito et al. Research Square, DOI: 10.21203/rs.3.rs-2515057/v1 (2023)

段差フリーGaInN 系積層型モノリシック μ LED アレイにおけるアノードビア直下の n 型層膜厚がデバイス特性に与える影響

Impact of under-via n-type layer thickness on the electrical characteristics of step-free GaInN stacked monolithic μ LED arrays

名城大・理工 [○]福島 瑚子, 清水 優輝, 竹谷 圭右, 末広 好伸, 上山 智, 竹内 哲也, 岩谷 素顕

Dept. of Mat. Sci. & Eng., Meijo Univ., [○]Koko Fukushima, Yuki Shimizu, Keisuke Takeya,

Yoshinobu Suehiro, Satoshi Kamiyama, Tetsuya Takeuchi, Motoaki Iwaya

E-mail : 253428030@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】モノリシック μ LED アレイは、高集積化および高輝度化が可能であることから VR/AR への応用が期待されているが、従来の LED 構造では、アノードおよびカソードメサ間に数 μm の段差が存在し、駆動回路への実装が困難であった。そこで我々は「段差フリー」と呼ばれる新構造を提案し、そのデバイス化に成功した¹⁾。この構造では、アノードから注入された電流がビアを介して低抵抗な n 型層内で拡散する設計となっている。そのため、n 型層膜厚が電流拡散に影響を与えると考えられる。本報告では、アノードビア直下の n 型層膜厚を変化させたデバイスを作製し、その膜厚がデバイス特性に与える影響について検討した。

【実験方法】Fig.1 (a)にウェハ構造を示す。本研究では、このウェハを用いてアノードビア直下の n 型層膜厚を変化させた段差フリーデバイス(画素密度 110 および 440 ppi)を作製した。n 型層膜厚の定義は Fig.1(b)に示す通りであり、50~250 nm の範囲で 50 nm 刻みで設計した。ICP-RIE によりビアを形成した後、Dektak にてビアの深さを測定することで実際の n 型層膜厚を確認した。そして、各デバイスについて 30 A/cm²の駆動条件下における発光パターンおよび発光強度を測定した。

【実験結果】110 および 440 ppi の各デバイスにおいて、n 型層膜厚が 100~250 nm の場合は、メサ全体にわたる均一な発光が観察された。一方、膜厚が 50 nm のデバイスでは発光が不均一となった。また、各 n 型層膜厚における発光強度の平均値を Fig.2 に示す。膜厚 50 nm では発光強度が有意に低下することが確認された。以上より、均一な発光特性を得るためには、n 型層膜厚の適切な制御が重要であることが示された。

〔謝辞〕本研究の一部は NEDO 先導研究の援助によって実施された。

〔参考文献〕1) 福島瑚子 他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 14p-K401-12, 2025/3/14.

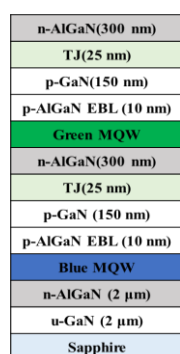


Fig.1(a) ウェハ構造図

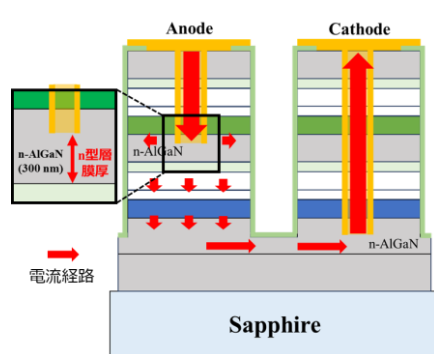


Fig.1(b) デバイス断面図

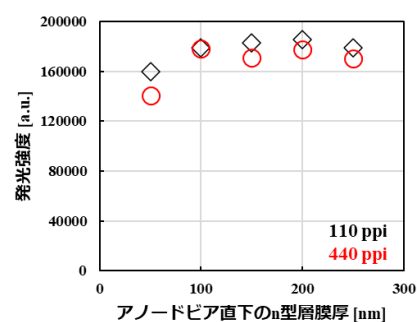
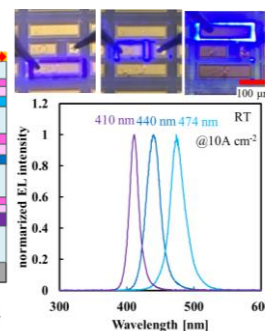


Fig.2 n 型層膜厚と発光強度の関係



多機能化マイクロ LED プローブの開発と In vivo 光薬理学への応用

Multifunctional Micro-LED Probes for In Vivo Photopharmacological Applications

豊橋技大¹, ALLOS², 獨協医大³, 名城大⁴

守屋和輝¹, 西川敦², A. Loesing², 大川宜昭³, 関口寛人^{4,1}

Toyohashi Tech¹, ALLOS², Dokkyo Med³, Meijo Univ.⁴

K. Moriya¹, A. Nishikawa², A. Loesing², N. Ohkawa³, H. Sekiguchi^{4,1}

E-mail: sekigu@meijo-u.ac.jp

現在まで、脳機能解明のために光遺伝学と呼ばれる遺伝学的ツールについての研究が多数行われてきた。光遺伝学は、特定波長光の受光によって開閉するイオンチャネルを脳神経細胞に発現させる手法であり、脳内の複雑な神経ネットワークの理解に適用されてきた。この手法の他に、近年、光薬理学と呼ばれる手法が注目を集めている。光薬理学は、遺伝子工学を用いずに薬理的化合物を光で活性化する手法であり、ヒトを含む幅広い動物に適用可能である。従来の薬物投与では局所性やタイミングの制御が困難であったが、光薬理学手法では光によって時空間的な制御が可能となる。光薬理学では、紫外域から青色光によって活性化される化合物が開発されており、特定波長の光によって薬理的な反応を時間的・空間的に操作することができる。しかし、この手法では薬物投与と局所的な光照射を同時に行う技術が必要であり、in vitro での実験は進んでいるものの、in vivo では生体内で光照射と薬物投与ができる生体埋め込みデバイスが存在しないため、報告例が極めて少ないのが現状である。

そこで、我々は光照射/電位記録/薬液投与機能を一体化した多機能プローブの開発に着手している。本研究では、生体マウスの脳内海馬における高分解能の光薬理学実験の実施に適用可能な、多機能化マイクロ LED プローブの開発について報告する。Fig.1 に、我々の想定する生体マウスの脳内海馬における光薬理学実験の脳内デバイス位置の模式図を示す。マイクロ LED 光によって薬液を反応させ、海馬の層構造において薬理学実験を高分解能で局所的に行うことを想定している。今回、可視光帯域(400~500nm)で反応可能な Rubi-Glutamate と呼ばれる光応答性化合物に着目した。Fig.2 に、Rubi-Glutamate のモル分子吸光係数と波長、開発したマイクロ LED プローブの発光スペクトルを示す。光薬理学化合物の吸収波長帯に合わせた LED を組み込むことが重要であり、作製するマイクロ LED は化合物の最大吸光点近傍の発光スペクトルとなるよう設計した。提案する光薬理学実験用脳内デバイスの実現に向けて、Fig.3 に開発した LED プローブおよび流路/電極プローブを示す。投与された化合物に適切に光照射を行うため、脳内の光散乱シミュレーションを行い、光出力と到達距離の検討を行った。また LED 光の 2 つのプローブを向かい合わせるように接合するため、フリップチップ接合技術を用いたデバイス接合実装技術の確立にも取り組んだ。現在、これらの技術を活用して、光照射/薬物投与/電位計測を一度に可能にする新たなデバイスの実装に取り組んでおり、詳細は当日報告する予定である。このマイクロ LED プローブの多機能化によって、μLED を用いた生体埋め込みデバイスの新たな展開が期待でき、生体内光薬理学実験など光遺伝学以外の分野における高分解能の動物実験への貢献が期待される。

謝辞: 本研究の一部は、科研費(23H01465, 24K21735), キヤノン財団, UBE 学術振興財団, および、旭硝子財団の援助を受けて行われた。

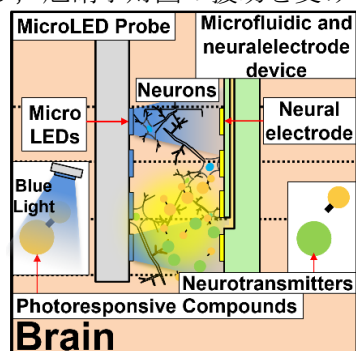


Fig.1 Development of in vivo Photopharmacology experiments using MicroLED probe.

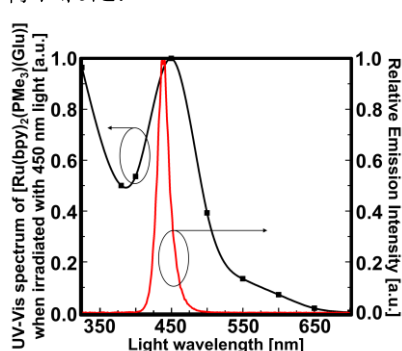


Fig.2 Spectrum of $[\text{Ru}(\text{bpy})_2(\text{PMe}_3)(\text{Glu})]$ and the spectral distribution of the developed MicroLED probe.

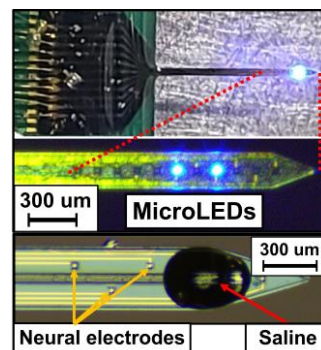


Fig.3 The developed microLED Probe (top) and drug administration/electrical potential recording device(bottom)

Sn/In 金属を用いたマイクロ LED の反転転写プロセス

Flip Transfer Process of Micro-LEDs with Sn/In Metal

豊橋技大¹, ALLOS², 名城大学³

松井竜渡¹, 神田稜太¹, 西川敦², A. Loesing², 関口寛人^{3,1}

Toyohashi Tech¹, ALLOS², Meijo Univ.³

K. Matsui¹, R. Kanda¹, A. Nishikawa², A. Loesing², H. Sekiguchi^{3,1}

E-mail: sekigu@meijo-u.ac.jp

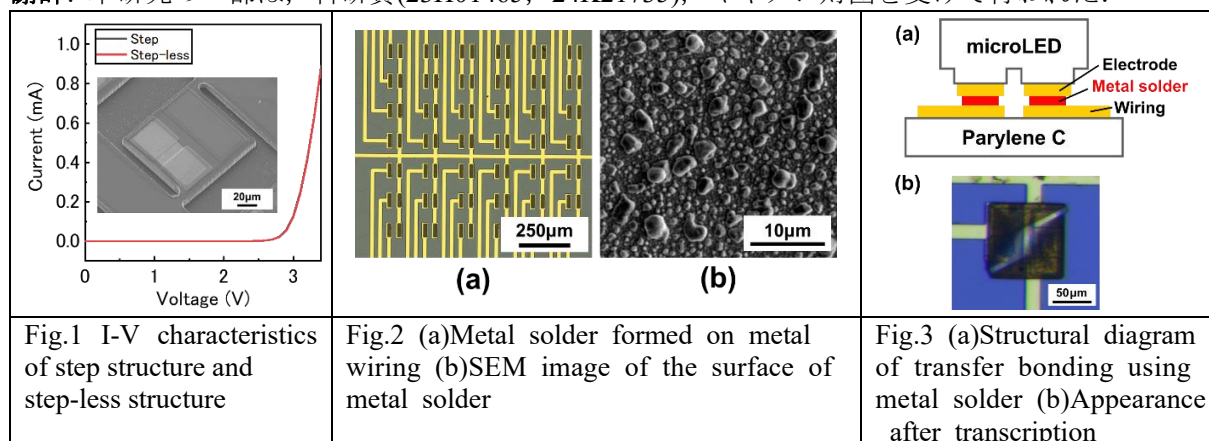
脳機能の解明に向け、外部からの光刺激によって神経細胞の活動を制御、観察する光遺伝学技術が注目されている。神経科学研究において、神経活動の操作と同時計測が重要な課題となっており、LED による光刺激と電位計測を同一方向から行うことが求められている。我々はこれまでにパターン光刺激可能なマイクロ LED フィルムの開発を行い、中空構造を持つマイクロ LED の作製技術と、熱剥離シートを用いた一括転写技術を確認してきた[1]。従来のマイクロ LED フィルム作製プロセスでは、中空構造を持つマイクロ LED を生体適合パリレンフィルム上へ一括転写した後に、半導体プロセスを用いて金属配線を形成する。しかし、この手法では金属配線が LED の電極上部に位置するため、光照射方向は転写したパリレンフィルム方向となる。一方、計測用の金属電極は半導体プロセスによりパリレンフィルム上に形成するため、測定方向が光照射方向と逆方向になってしまう。この問題により、光刺激と電位計測の同時実行において、効果的な神経活動の観察が困難となっていた。本研究では、パリレンフィルム上にマイクロ LED の配線と電極を同時形成し、LED の向きを反転させた転写方法を開発した。従来の手法とは異なり、LED 転写後に金属配線を行うのではなく、LED アレイを反転して金属配線上に直接接合することで、光照射と電位計測の方向を一致させることを可能にした。金属上への直接的な LED 転写は接着力の問題から困難であるため、転写先の配線部に低融点金属 Sn/In を形成し、接合する手法を採用した。

転写時には p 型電極と n 型電極の両方を配線金属に接合する必要があるため、金属高さを揃えることが重要である。そこで、n 型領域全面を加工せず、部分的に p 型層を残すステップレス構造を導入した。Fig.1 にステップレス LED 構造の SEM 像と従来のメサ構造による LED との電流-電圧特性比較を示す。メサ構造、ステップレス構造ともに立ち上がり電圧は 2.6V 程度の明瞭な整流特性を持ち、電気特性に差がないことを確認した。

Fig.2(a)に金属配線と LED の転写先に金属はんだを形成した様子を示す。金属配線はパリレンフィルム上に EB 蒸着法で Ti/Au を 50/200nm 蒸着し、金属はんだは Sn/In を 150nm/150nm 蒸着した (Fig.2(b))。Fig.3(a)に金属はんだを用いた転写接合の構造図を示す。マイクロ LED の反転は、まず中空構造のマイクロ LED を剥離温度の低い熱剥離シートにてピックアップし、その後反対側に剥離温度の高い熱剥離シートを張り付け、低い剥離温度で加熱することで実現した。反転させた LED と転写先である金属配線をフリップチップ接合装置にて位置合わせを行い、LED 電極と金属はんだを接触させ接触時に加熱することで、LED と金属配線を接合し (Fig.3(b))、金属配線上に配置できることを確認した。配置した LED から金属配線を介した発光を確認している。本技術により光照射と電位計測の方向が一致し、マイクロ LED と脳波計測電極の一体化デバイスや、多層配線技術を用いた高密度集積マイクロ LED アレイへの応用が期待できる。

参考文献: [1] H. Sekiguchi et al., Appl. Phys. Express, **15**, 046501 (2022).

謝辞: 本研究の一部は、科研費(23H01465, 24K21735)、キヤノン財団を受けて行われた。



InGaN レーザエピタキシャルウエハを用いた 線形/非線形擬似位相整合光子対発生デバイスの設計

Design of Linear/Nonlinear QPM Photon Pair Generation Device

using InGaN Laser Epitaxial Wafer

阪大院工 ○和田 拓巳, 小川 浩輝, 上向井 正裕, 谷川 智之, 片山 竜二

The Univ. of Osaka ○T. Wada, H. Ogawa, M. Uemukai, T. Tanikawa and R. Katayama

E-mail: wada.t@qoe.eei.eng.osaka-u.ac.jp

光量子コンピュータは励起光源・量子光源・量子回路で構成され、各要素を光ファイバで接続したシステムが報告されている[1]。これら 3 要素をワンチップにモノリシック集積すれば、さらに小型で安定なシステムが実現できる。窒化物半導体は高い光学非線形性と電気光学効果を有することから、波長変換デバイスやマッハツェンダ干渉計が報告されており、これらを InGaN レーザエピタキシャルウエハ上に作製できれば 3 要素のモノリシック集積化が可能となる。さらに InGaN 量子井戸を有する導波路は、光パラメトリック下方変換により発生した近赤外光子対に対して低損失であることも期待できる。本研究では InGaN レーザエピタキシャルウエハ上に作製可能な波長変換デバイスとして、周期的に形成した溝を線形材料で埋めた線形/非線形擬似位相整合 (QPM) 導波路を提案し、設計を行ったので報告する。

線形/非線形 QPM 光子対発生デバイスの模式図を Fig. 1 に示す。本デバイスは非線形領域であるレーザ構造導波路に形成した周期的な溝を線形材料で埋めた線形領域からなるリッジ導波路である。光パラメトリック下方変換により、TE モードのポンプ光 (波長 405 nm) から TM/TE モードのシグナル/アイドラ光 (波長 810 nm) を生じる。各領域をコヒーレンス長とすることで、非線形領域で発生した光子対が打ち消されことなく、次の非線形領域で発生する光子対と同相で増強される。線形/非線形境界におけるフレネル反射及び回折を抑制するため、GaN に近い屈折率を有する TiO₂ を線形材料として採用した。この導波路構造では波長 810 nm の光子対が導波しないが、リッジ構造上に GaN をエピタキシャル成長した導波路 (Fig. 1) においてポンプ光と光子対とも導波可能であることを見いだした。また非線形結合係数 κ の装荷 GaN 断面構造依存性 (Fig. 2) から、高さおよび幅をそれぞれ 1.1 μm 、3.0 μm と決定した。このとき線形/非線形領域におけるコヒーレンス長はそれぞれ 0.81 μm 、1.3 μm となり、 κ は 0.22 $\text{W}^{-1/2}\text{cm}^{-1}$ と見積もられた。

謝辞: 本研究は科研費 JP23K26572 の助成を受けたものです。

[1] A. Kawasaki *et al.*, nature comm. **15**, 9075 (2024).

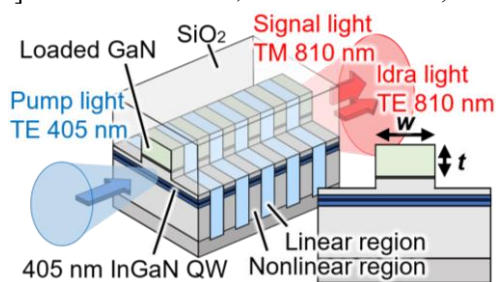


Fig. 1 Schematic of Linear/Nonlinear QPM Photon Pair Generation Device

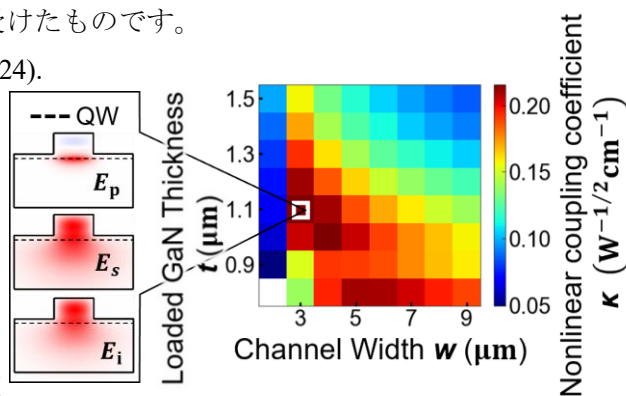


Fig. 2 Dependence of κ on Loaded GaN Size

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

[10a-P05-1~16] 15.4 III-V-group nitride crystals

[10a-P05-1]

Fabrication and evaluation of BGaN neutron detectors with AlN buffer layers

○Ryusuke Suzuki¹, Ryohei Kudo¹, Toru Oikawa¹, Eito Koubo², Genichiro Wakabayashi³, Yoshio Honda⁴, Hiroshi Amano⁴, Yoku Inoue¹, Toru Aoki⁵, Takayuki Nakano⁵ (1.Shizuoka Univ., 2.Nagoya Univ., 3.Kindai Univ., 4.IMaSS Nagoya Univ., 5.R.I.E. Shizuoka Univ.)

[10a-P05-2]

Investigation of conditions for thick growth of high-Al-content AlGaIn layers grown by RF-MBE

○Ryotaro Kasai¹, Ren Tanaka¹, Trang Nakamoto², Ryota Akaike³, Takao Nakamura^{3,4}, Hideto Miyake³, Tsutomu Araki¹ (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO, 3.Mie Univ., 4.MRPCO)

[10a-P05-3]

High temperature characteristics in normally-on recessed-gate AlGaIn/GaN heterostructure FETs

○Chihou Ri¹, Ishou Chou¹, Sho Shirasu¹, Ren Morita¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹ (1.Tokyo Univ. of Technology, 2.Inst. of Industrial Science, Univ. of Tokyo)

[10a-P05-4]

Dependence of I-V characteristics on recess depth in recessed-gate AlGaIn/GaN heterostructure FETs

○Ishou Chou¹, Sho Shirasu¹, Ren Morita¹, Zhipeng Li¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹ (1.Tokyo Univ. of Technology, 2.Inst. of Industrial Science, Univ. of Tokyo)

[10a-P05-5]

Fabrication and characterization of recessed gateless UV sensor using an AlGaIn/GaN heterostructure

○Sho Shirasu¹, Ren Morita¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹ (1.Tokyo Univ. of Technology, 2.Inst. of Industrial Science, Univ. of Tokyo)

[10a-P05-6]

Electrical properties of AlGaIn/GaN heterostructures anodized by forward bias and AlGaIn/GaN heterostructures electrochemically energized by reverse bias (II)

○Ren Morita¹, Riku Ando¹, Yoriko Suda¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹ (1.Tokyo Univ. of Technology, 2.Inst. of Industrial Science, Univ. of Tokyo)

[10a-P05-7]

Fabrication and evaluation of BGaN neutron detectors using GaN substrates

○Sotaro Takenaka¹, Tatsuhiro Sakurai¹, Ryohei Kudo¹, Eito Kokubo², Katsuyuki Takagi³, Tatsuro Oda⁴, Masahiro Hino⁵, Yoshio Honda⁶, Hiroshi Amano⁶, Yoku Inoue¹, Toru Aoki³, Takayuki Nakano^{1,3} (1.Shizuoka Univ, 2.Nagoya Univ., 3.RIE Shizuoka Univ, 4.ISSP Tokyo Univ, 5.KURNS, 6.IMaSS)

[10a-P05-8]

XRT dislocation image analysis and classification of GaN using machine learning

○Ryuya Narukawa¹, Kazuki Ohnishi¹, Yongzhao Yao¹ (1.Mie Univ.)

[10a-P05-9]

Study on crystal quality improvement in GaInN-based photovoltaic cells for optical wireless power transmission system (2)

○Sotaro Ishida¹, Manatsu Nagai¹, Takashi Egawa¹, Makoto Miyoshi¹ (1.Nagoya Inst. Tech.)

[10a-P05-10]

Performance evaluation of GaInN-based photoelectric transducers fabricated on freestanding GaN substrates under monochromatic light irradiation

○Manatsu Nagai¹, Soutarou Isida¹, Takashi Egawa¹, Makoto Miyoshi¹ (1.Nagoya Inst.Tech.)

[10a-P05-11]

Design of Semipolar (1-101) InGaN Red Quantum Well Considering In Segregation

○Kosuke Uchihara¹, Yuki Sano¹, Masahiro Uemukai¹, Tomoyuki Tanikawa¹, Ryuji Katayama¹ (1.The Univ. of Osaka)

[10a-P05-12]

Optical and Thermal Characterization of MicroLED Probes for Optogenetic Applications

○Mitsuhiro Yamada¹, Atsushi Nishikawa², Alexander Loesing², Hiroto Sekiguchi^{3,1} (1.Toyohashi Tech., 2.ALLOS, 3.Meijo Univ.)

[10a-P05-13]

Effects of the Distance between Point Seeds on the Threading Dislocation Density in GaN Crystals Grown by the Na-flux Method

○Ryotaro Sasaki¹, Masayuki Imanishi¹, Kosuke Murakami¹, Shigeyoshi Usami¹, Mihoko Maruyama¹, Masashi Yoshimura^{1,2}, Yusuke Mori¹ (1.Grad. Sch. of Eng., The Univ. of Osaka, 2.ILE, The Univ. of Osaka)

[10a-P05-14]

Growth of GaN layer by plasma-enhanced LPE method(IV)

○Haruki Nakagawa¹, Daiki Hirose¹, Fusuke Matsumura¹, Keisuke Yoshida¹, Hiroyuki Shinoda¹, Nobuki Mutsukura¹ (1.Tokyo Denki Univ.)

[10a-P05-15]

Growth of GaN layer by plasma-enhanced LPE method(V)

○(M1)Fusuke Matsumura¹, Haruki Nakagawa¹, Daiki Hirose¹, Keisuke Yoshida¹, Hiroyuki Shinoda¹, Nobuki Mutsukura¹ (1.Tokyo Denki Univ.)

[10a-P05-16]

Evaluation of Thin Films Fabricated by GaN Sputtering Targets

○Yoshihiro Ueoka¹, Mirei Tokiwa¹, Koo Bando¹, Hidehiko Misaki¹, Masahiro Uemukai², Tomoyuki Tanikawa², Ryuji Katayama², Masami Mesuda¹ (1.Tosoh Corp., 2.The Univ. of Osaka)

AlN バッファ層を用いた B GaN 中性子検出器の作製と評価

Fabrication and evaluation of B GaN neutron detectors with AlN buffer layers

¹ 静大院工, ² 名大院工, ³ 近大原研, ⁴ 名大 I MaSS, ⁵ 静大電研

○鈴木隆介¹, 工藤涼兵¹, 及川徹¹, 小久保瑛斗², 若林源一郎³, 本田善央⁴, 天野浩⁴, 井上翼¹, 青木徹⁵, 中野貴之^{1,5}

Shizuoka Univ.¹, Nagoya Univ.², Kindai Univ.³, I MaSS Nagoya Univ.⁴, R.I.E. Shizuoka Univ.⁵

○R. Suzuki¹, R. Kudo¹, T. Oikawa¹, E. Kokubo², G. Wakabayashi³, Y. Honda⁴, H. Amano⁴, Y. Inoue¹, T. Aoki⁵, T. Nakano^{1,5}

E-mail: suzuki.ryusuke.21@shizuoka.ac.jp

【緒言】核計装システムは原子炉を安全に運用するための重要な技術であり、高温、高放射線雰囲気下といった過酷環境下での中性子計測が必要な技術である。次世代炉として開発が進められている高温ガス炉(HTGR)では炉内温度が 600℃～950℃となり、従来の核計装技術の利用が困難である。そこで、過酷環境下でも動作可能なワイドバンドギャップ半導体であるボロンガリウムナイトライド (B GaN) が新規耐高温中性子検出器として期待されている[1]。これまでに開発されてきた B GaN on GaN 構造では、格子定数の違いから生じる引張歪によって B GaN 層にクラックが発生し、高温でのリーク電流が増加し、高温耐性の低下を起こしている。そこで、下地層に AlGaIn を利用し、格子整合条件および圧縮歪条件下で B GaN 成長を行うことで、クラックの抑制を目指した検討も行われているが、c-Al₂O₃ 基板上のバッファ層に GaN を利用しており、B GaN/AlGaIn 層としては引張応力となっている[2]。一方で、B GaN に対して格子定数が小さい AlN バッファ層を用いた B GaN 検出器は未だ検討されていない。そこで本研究では、c-Al₂O₃ 基板上に AlN バッファ層を堆積し、圧縮応力のみで形成された B GaN 検出器を作製し、評価を実施した。

【実験方法】B GaN 結晶成長には有機金属気相エピタキシー(MOVPE)法を用いた。III 族原料には TMGa、TMB、TMAI を使用し、V 族原料には NH₃ を使用した。c-Al₂O₃ 基板上に、AlN バッファ層を 0.5 μm、Al_{0.23}Ga_{0.77}N 層を 2.0 μm 堆積後に B GaN 層を基板温度 1020℃、圧力 30 kPa の成長条件にて 1.0 μm 成長させた。作製した B GaN 膜の構造特性評価には SEM 観察、XRD 測定および AFM 測定を用いた。

【結果】作製した B GaN 結晶の表面観察によりクラックが発生しておらず、引張応力が少ない B GaN 層が形成されていることを確認した。得られた B GaN 膜を X 線 Rocking Curve 測定および AFM 測定により評価した。図 1 に AFM-RMS 値および B GaN(0002)-XRC-FWHM 値の TMB 流量比依存性を示す。TMB 流量比の増加に伴い、結晶性、表面平坦性ともに劣化する結果となった。また、結晶性は B GaN on GaN の結晶性 (約 350 arcsec) と比較して劣化した。これは、下地層の AlGaIn 層の結晶性を引き継いで成長が行われたためであると考えられる。

次に TMB 流量比 0.0023 の条件で作製した B GaN 膜の X 線逆格子マッピング測定により、B GaN 層にかかる歪評価を行った。図 2 に測定結果より得られた B GaN と下地層のピーク位置関係を示す。バッファ層から AlGaIn 層および B GaN 層の a 軸長は徐々に増大しており、各層が格子緩和していることと、下地層からの歪が圧縮歪となっていることを確認した。さらに同条件にてデバイス作製を行った。放射線検出特性評価等の実験結果については当日発表する。

【参考文献】 [1] T. Nakano, *et al*, JAP. **130** (2021) 124501、 [2] T. Oikawa, *et al*, Proc. of 22th IGORR (2025) P-12

【謝辞】本研究の一部は中部電力(株)原子力安全技術研究所共同研究、科研費補助金(19H04394、23H00099)、岩谷科学技術特別研究助成、名古屋大学未来材料・システム研究所における共同利用・共同研究、近畿大学原子炉等利用共同研究の援助により実施された。

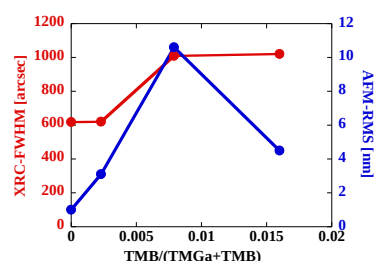


Fig. 1 Dependence of AFM-RMS values and B GaN(0002)-XRC-FWHM on TMB flow rate ratio

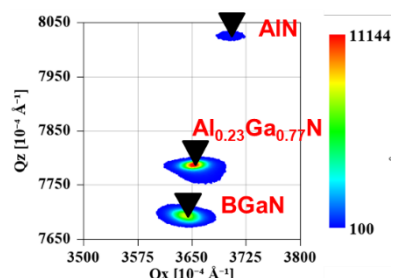


Fig. 2 B GaN(10-14) RSM measurement result for TMB flow ratio: 0.0023

RF-MBE 法による高 Al 組成 AlGa_N 薄膜の厚膜化条件の検討

Investigation of conditions for thick growth of high-Al-content AlGa_N layers grown by RF-MBE

立命館大理工¹, R-GIRO², 三重大院工³, 三重大未来図⁴ ○笠井 遼太郎¹,
田中 練¹, 中本 トラン², 赤池 良太³, 中村 孝夫^{3,4}, 三宅 秀人³, 荒木 努¹

Col. of Sci. & Eng.¹, R-GIRO², Ritsumeikan Univ., Grad. Sch. of Eng.², MRPCO³, Mie Univ.

○R. Kasai¹, R. Tanaka¹, T. Nakamoto², R. Akaike³, T. Nakamura^{3,4}, H. Miyake³, T. Araki¹

E-mail: re0168xr@ed.ritsumei.ac.jp

AlGa_N をチャンネル層とした AlGa_N チャンネル高電子移動度トランジスタ (HEMT) は、Ga_N チャンネル HEMT と比較して、高耐圧動作が期待されている[1]。我々は、RF スパッタ法と face-to-face 高温アニールを組み合わせた低転位密度 AlN (FFA-Sp AlN) 基板[2]をテンプレートとして用いて、RF-MBE 法により AlN/AlGa_N HEMT 構造の結晶成長を目指している。実際にデバイス応用を目指す上では、高 Al 組成 AlGa_N を厚膜化した時の結晶品質の悪化が課題となる。したがって、今回は AlGa_N 薄膜を厚膜化させたときの Al 組成や緩和率への影響を調べた。

c 面 FFA-Sp AlN/sapphire テンプレート基板上に AlGa_N を成長した。窒素流量 1 sccm、窒素プラズマパワー 350 W、Ga フラックス 3.6×10^{-7} Torr、Al フラックス 1.2×10^{-7} Torr、成長温度は 715 °C で固定した。ただし、成長時間を 60 min から 150 min まで変化させた。Fig. 1 に示した逆格子マッピング図より 200 nm の AlGa_N 薄膜は下地基板に対してコヒーレントに成長している一方で、300 nm 以上の AlGa_N 薄膜は緩和していることがわかる。また、Fig. 2 に各 AlGa_N 薄膜の Al 組成を示しているが、コヒーレント成長した 200 nm の AlGa_N 薄膜と比較して、緩和が進んだ 300 nm 以上の AlGa_N 薄膜において Al 組成の減少傾向がみられる。Al-N 結合が Ga-N 結合より強く Ga に対して Al が優先的に固相へ取り込まれること、歪緩和が進むまでは応力が大きいことを踏まえると、成長初期において Ga が取り込まれにくくなっていることが推測される。また、取り込まれなかった Ga は表面被覆層として表面原子の拡散を促進していると考ええる。なお、本研究の一部は、科研費基盤研究 (B) (24K01366)、増屋記念基礎研究振興財団研究助成の支援を受けて行われた。

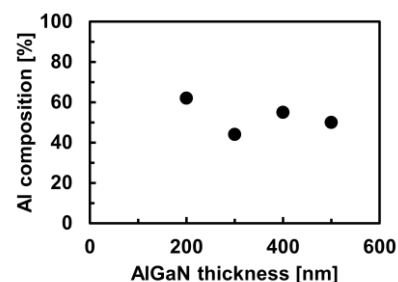


Fig.2 AlGa_N thickness dependence on Al composition.

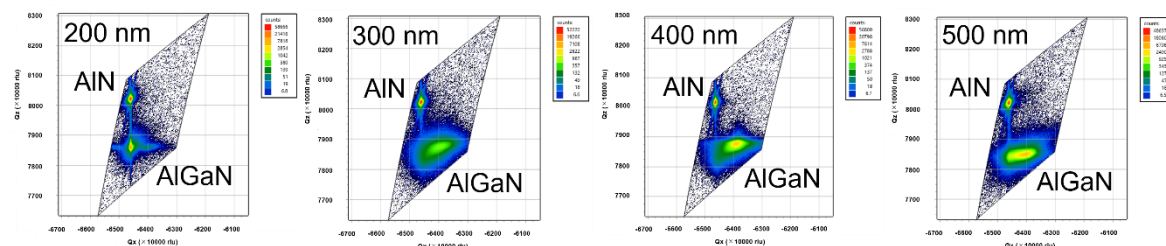


Fig. 1 Reciprocal space mappings of AlGa_N films with different thicknesses.

[1] T. Nanjo *et al.*, Appl. Phys. Express **1**, 01101 (2008).

[2] H. Miyake *et al.*, J. Cryst. Growth **456**, 155 (2016).

ノーマリーオン型リセスゲート AlGaN/GaN ヘテロ構造 FET の高温デバイス特性

High temperature characteristics in normally-on recessed-gate AlGaN/GaN heterostructure FETs

東京工科大学¹, 東京大学生産技術研究所²

°(M2) リ チホウ¹, 張 偉祥¹, 白須 翔¹, 森田 廉¹, 藤岡 洋², 前田 就彦¹

Tokyo University of Technology¹, Institute of Industrial Science, the University of Tokyo²

Zhipeng Li¹, Ishou Chou¹, Sho Shirasu¹, Ren Morita¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹

E-mail: g512405018@edu.teu.ac.jp

GaN 系ヘテロ構造 FET においては通常 GaN Cap 層が表面に積層され、AlGaN 層の酸化防止の役割を果たしているが、GaN Cap 層は 2DEG 濃度の低下も引き起こす。そこで、ここにおいてリセスゲート構造を用いると、GaN Cap 層をエッチングにより除去することで 2DEG 濃度の低下を除外し、同時にゲート電極とチャネルとの距離が縮小されてゲート容量を増大することができる。従ってリセス構造 FET はノーマリーオフ型だけではなく、ノーマリーオン型においても高い特性を得るのに有効である。そこで今回我々はノーマリーオン型のリセスゲート FET をリセス深さを系統的に変化させて作製し、デバイス特性の評価を行った（本講演会にて張発表）。本報告においては、GaN 系デバイスが高温環境にても使用可能であることに鑑みて、前記報告において深いリセスを行ったノーマリーオン型リセスゲート構造 FET の高温特性を報告する。

ヘテロ構造試料には、Metalorganic Vapor Phase Epitaxy (MOVPE) 法により成長させた Si 基板／バッファ層／300 nm i-GaN／1 nm AlN／25 nm Al_{0.25}Ga_{0.75}N／2 nm i-GaN を用いた。Fig.1 にデバイス構造を示す。作製した非リセス構造およびリセス深さ 21 nm のリセス構造の双方のノーマリーオン型 FET に対して、室温 (25°C) から 200°C までの高温デバイス特性評価を行った。

Fig.2 に相互コンダクタンス (g_m) のゲート電圧 (V_g) 依存性の温度変化を示す。両構造とも温度上昇とともに g_m は減少し、また、最大 g_m ($g_{m,max}$) を与える V_g が高電圧側にシフトする様子が観察される。Fig.3 に $g_{m,max}$ およびドレイン電流 (I_d) の温度依存性を示す。温度が 25°C から 200°C に上昇する際の $g_{m,max}$ は、非リセス構造 FET では 85.6 mS/mm から 44.4 mS/mm に (51.9%に低下)、リセスゲート構造では 181.8 mS/mm から 95.6 mS/mm に (52.6%に低下) であり、低下割合はほぼ同じであった。このように、ノーマリーオン型においてもリセスゲート構造 FET は高温においても良好な高い利得を示し、非常に魅力的な構造である。

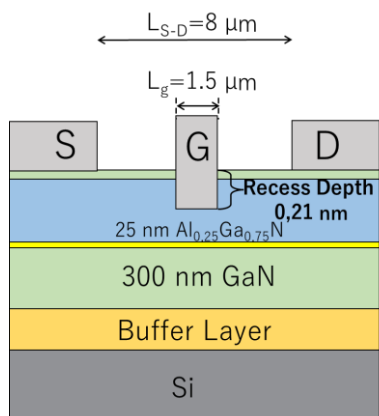


Fig.1 リセスゲート FET 構造

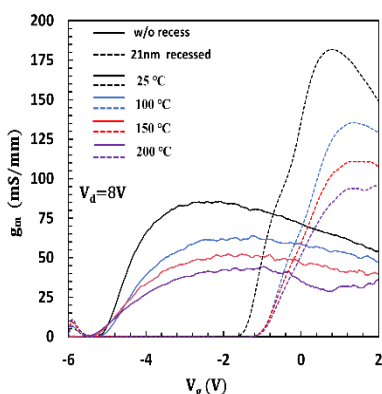


Fig.2 V_g - g_m の温度依存性

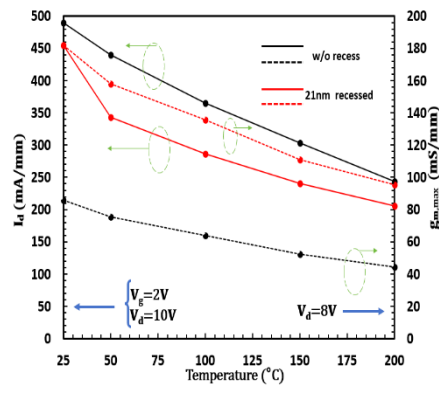


Fig.3 I_d と V_g , $g_{m,max}$ の温度依存

リセスゲート AlGaN/GaN ヘテロ構造 FET のデバイス特性の リセス深さ依存性

Dependence of I-V characteristics on recess depth in recessed-gate AlGaN/GaN heterostructure FETs

東京工科大学¹, 東京大学生産技術研究所²

°(M2)張 偉祥¹, 白須 翔¹, 森田 廉¹, リ チホウ¹, 藤岡 洋², 前田 就彦¹

Tokyo University of Technology¹, Institute of Industrial Science, the University of Tokyo²

Ishou Chou¹, Sho Shirasu¹, Ren Morita¹, Zhipeng Li¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹

E-mail: g5124029e3@edu.teu.ac.jp

GaN 系ヘテロ構造 FET においては通常 GaN Cap 層が表面に積層され、AlGaN 層の酸化防止の役割を果たしているが、GaN Cap 層は 2DEG 濃度の低下も引き起こす。そこで、ここにおいてリセスゲート構造を用いると、GaN Cap 層をエッチングにより除去することで 2DEG 濃度の低下を除外し、同時にゲート電極とチャネルとの距離が縮小されてゲート容量を増大することができる。従ってリセス構造 FET はノーマリーオフ型だけではなく、ノーマリーオン型においても高い特性を得るのに有効である。そこで本研究ではノーマリーオン型のリセスゲート FET をリセス深さを系統的に変化させて作製し、デバイス特性の評価を行った。

ヘテロ構造試料には、Metalorganic Vapor Phase Epitaxy (MOVPE) 法により成長させた Si 基板／バッファ層／300 nm i-GaN／1 nm AlN／25 nm Al_{0.25}Ga_{0.75}N／2 nm i-GaN を用いた。デバイス構造を Fig.1 に示す。ソースドレイン間隔は 8 μm、ゲート長は 1.5 μm とし、非リセス構造、リセス深さ 15 nm および 21 nm のリセス構造の 3 つの構造のデバイスを作製した。リセスは ICP ドライエッチングにより行った。I-V 特性を Fig.2 に示す。3 つのいずれの構造のデバイスも良好なピンチオフ特性と飽和特性を有する正常なデバイス特性を示している。伝達特性を Fig. 3 に示す。ゲートリセス構造におけるトレイン電流 (I_d) の低下は小さく、リセス深さ 15 nm および 21 nm のリセスゲート構造のゲート電圧 (V_g) 2 V における I_d の低下は、非リセスゲート構造の I_d と比較してそれぞれ高々 3.13% および 6.25% であった。最大相互コンダクタンス ($g_{m,max}$) はリセス深さと共に増大し、非リセス構造では 80 mS/mm、深さ 15 nm のリセス構造では 120 mS/mm (1.5 倍)、深さ 20 nm のリセス構造では 180 mS/mm (2.25 倍) であった。このように、GaN Cap 層を有する AlGaN/GaN ヘテロ構造基板を用いた FET において、ノーマリーオン型のリセスゲート構造 FET は高い利得の良好な特性を示し、非常に魅力的な構造である。

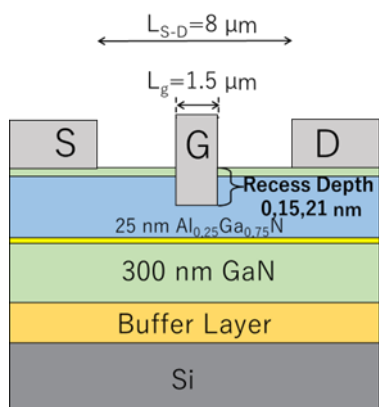


Fig.1 リセスゲート FET 構造

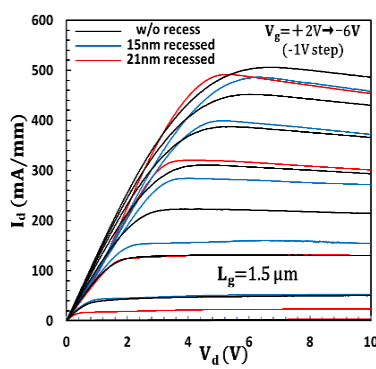


Fig.2 I-V 特性

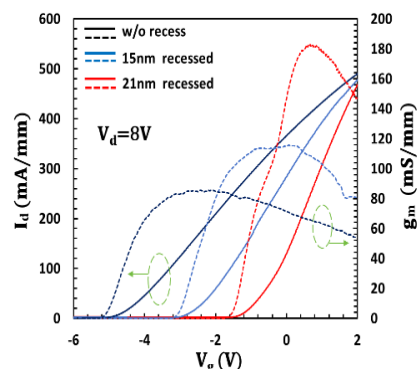


Fig.3 伝達特性

AlGaIn/GaN ヘテロ構造を用いたリセス構造ゲートレス UV センサーの作製と評価

Fabrication and characterization of recessed gateless UV sensor using an AlGaIn/GaN heterostructure

東京工科大学¹, 東京大学生産技術研究所²

°(M2)白須 翔¹, 森田 廉¹, 藤岡 洋², 前田 就彦¹

Tokyo University of Technology¹, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo²

°Sho Shirasu¹, Ren Morita¹, Hiroshi Fujioka², Narihiko Maeda¹

E-mail: g51240230c@edu.teu.ac.jp

前回我々は、薄層 AlGaIn 層 (6 nm) を有するほぼ電子空乏した AlGaIn/GaN ヘテロ構造を用いた UV センサーの作製について報告した[1]。さらに我々は高感度化をめざして、層厚が 20 nm の AlGaIn 層の AlGaIn/GaN ヘテロ構造においてリセス構造を用いた UV センサーの検討を開始し、今回、ゲートレス構造の UV センサーを作製して光応答特性評価を行ったので報告する。

Fig. 1 に今回作製した UV センサーのデバイス構造を示す。試料は、1.5 nm GaN cap / 20 nm Al_{0.21}Ga_{0.79}N / 2 μm GaN / Buffer / p-Si substrate 試料を用いた。オーミック電極は、20 nm Ti / 80 nm Al / 20 nm Ti / 100 nm Au なる層構造を形成し、また、リセスは ICP エッチングにより行った。S/D 間は 8 μm、リセス長は 2 μm とした。Fig. 1 のリセス部分を、(i)リセスしない構造、(ii)13 nm リセスした構造、(iii)15 nm リセスした構造、(iv)17 nm リセスした構造の 4 つの構造を作製した。

光特性評価において UV 光は 365 nm の紫外光 LED を使用した。Fig. 2 に(i)から(iv)の構造の光応答特性の評価結果を示す。UV 照射なしではリセスにより電流値が低下し、15 nm と 17 nm の構造で電流値が非常に小さくなった。UV 照射の状態ではリセス深さが小さいほど高い電流値が得られた。Table. 1 に Off 電流(UV 照射なし@10 V)と On/Off 比のリセス深さ依存性を示す。最も On/Off 比の大きいデバイス構造はリセス深さ 15 nm の試料であり、適切なリセス深さが存在することを示唆している。酸化膜ゲートを用いる場合には、より小さいリセス深さで大きい On/Off 比が得られる可能性が考えられ、今後の検討が必要である。

[1] 白須他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 14p-P05-5 (2025).

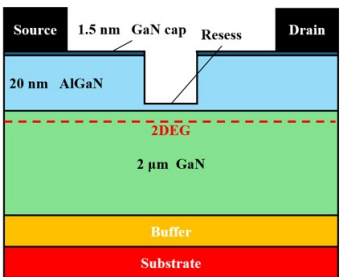


Fig. 1 リセス構造ゲートレス UV センサー構造

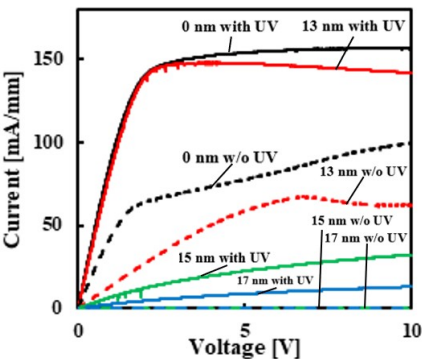


Fig. 2 UV センサーの光応答特性

Table. 1 Off 電流(UV 照射なし@10 V) と On/Off 比のリセス深さ依存性

Recess depth (nm)	Off Current (mA/mm) [Ratio]	On/Off Ratio
0	99 [1.0]	0.63
13	62 [0.63]	0.44
15	1.1×10^{-4} [1.2×10^{-6}]	3.6×10^{-6}
17	2.2×10^{-4} [2.2×10^{-6}]	1.7×10^{-5}

陽極酸化順バイアス条件および逆バイアス条件にて
電気化学的通電をした AlGaN/GaN ヘテロ構造の電気伝導特性(II)
Electrical properties of AlGaN/GaN heterostructures anodized by forward bias
and AlGaN/GaN heterostructures electrochemically energized by reverse bias (II)

東京工科大学¹, 東京大学生産技術研究所²

○(M2)森田 廉¹, 安藤 陸¹, 須田 順子¹, 藤岡 洋², 前田 就彦¹

Tokyo University of Technology¹, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo²

Ren Morita¹, Riku Ando¹, Yoriko Suda¹, Hiroshi Fujioka², and Narihiko Maeda¹

E-mail: g512404351@edu.teu.ac.jp

近年、GaN 系デバイスの作製において、低損傷なエッチング技術の開発が注目される中、我々はこれまでに n-GaN を陽極酸化後にウェットエッチングする 2 段階ウェットエッチング法を提案してきた[1]。本研究では新規材料として活用することを念頭に、順バイアス(陽極酸化) (正電圧印加)および逆バイアス(負電圧印加)それぞれで通電した AlGaN/GaN ヘテロ構造の X 線光電子分光(XPS)評価およびホール効果測定を行った。その結果、正負いずれの通電条件でも AlGaN 表面の酸化が確認され、また、いずれの通電条件でも電気伝導特性の変化が確認された[2]。今回その続報を報告する。

ヘテロ構造試料は、2 nm i-GaN / 25 nm Al_{0.25}Ga_{0.75}N / 1 nm AlN / 300 nm i-GaN / LT-Buffer / Si 基板を用いた。試料中央部 2×2 mm² に対して電解液(H₂SO₄+H₃PO₄)中で 2, 4 V と -1, -4 V の正負の電圧条件で 1 時間通電した。通電領域に対する XPS 評価を Fig.1 に示す。興味深い事に、正負両方で酸化されている。高低温 Hall 効果測定(78-473 K)の結果を Fig.2, 3 に示す。電子濃度は無通電に対し、正負共に変化量は±10 %以内であった。この結果は n-GaN における-2 V によって電子濃度が約 4-5 桁大幅に低下した結果[3]とは全く異なっている。ホール移動度は全温度領域で正負共に通電により低下し、室温移動度は 2, 4 V でそれぞれ約 8, 18 %, -1, -4 V で約 40, 93 %であった。ここでひとつの非常に興味深い結果は、総通電量が 28.0 C と非常に高く評価される。-4 V 印加で伝導特性の変化が小さいことで、通電により伝導特性は変えずに障壁層材料を変化させている可能性が考えられる。このようにヘテロ構造への正負の電気化学的通電により伝導特性の変調や障壁層材料の変化の可能性が示唆され、現象や機構の解明及びデバイス応用の今後の検討が非常に興味深い。

[1] Kiyoto et.al, JJAP 58 SCCD18 (2019). [2] 森田他, 2025 年第 72 回応用物理学会春季学術講演会 14p-P05-7. [3] 安藤他, 2025 年第 72 回応用物理学会春季学術講演会 14p-P05-8.

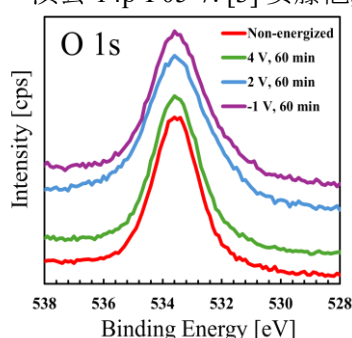


Fig. 1 XPS による酸素 1s 軌道ピーク

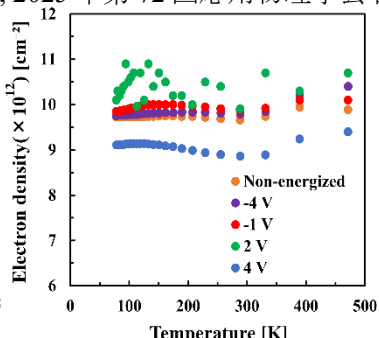


Fig. 2 電子濃度の温度依存性

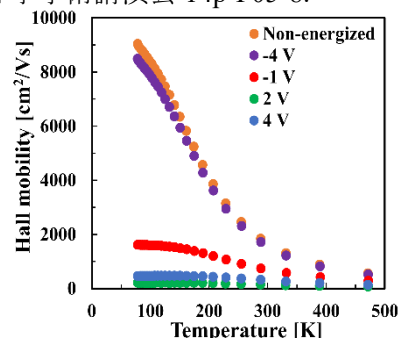


Fig. 3 ホール移動度の温度依存性

GaN 基板を用いた BGaN 自立型中性子検出器の試作および評価

Fabrication and evaluation of BGaN neutron detectors using GaN substrates

静大院工¹, 名大院工², 静大電研³, 東大物性研⁴, 京大複合研⁵, 名大 IMASS⁶

○竹中壮太郎¹, 櫻井辰大¹, 工藤涼兵¹, 小久保瑛斗², 都木克之³, 小田達郎⁴, 日野正裕⁵,

本田善央⁶, 天野浩⁶, 井上翼¹, 青木徹³, 中野貴之^{1,3},

Shizuoka Univ.¹, Nagoya Univ.², RIE Shizuoka Univ.³, ISSP Tokyo Univ.⁴, KURNS⁵, IMASS⁶

○Sotaro Takenaka¹, Tatsuhiko Sakurai¹, Ryohei Kudo¹, Eito Kokubo³, Katsuyuki Takagi³, Tatsuro Oda⁴,

Masahiro Hino⁵, Yoshio Honda⁶, Hiroshi Amano⁶, Yoku Inoue¹, Toru Aoki³, Takayuki Nakano^{1,3},

E-mail: takenaka.sotaro.21@shizuoka.ac.jp

[緒言] 中性子イメージング技術は中性子の重元素に対する高い透過性から、X線イメージングで観測困難な像が得られるとして様々な分野への応用が期待されている。中性子捕獲断面積の大きいB原子を含むBGaNは、新規中性子半導体検出器として提案され開発が行われている[1]。従来のBGaNデバイスはsapphire基板上にBGaN/GaNを結晶成長させて作製した。しかし、sapphire基板は化学的安定性が高い絶縁体であり、イメージングセンサー作製時に裏面電極の形成が困難といった課題があった。そこで本研究では、中性子イメージングセンサーの実現に向けて、GaN自立基板を用いた裏面電極を有するBGaN自立型デバイスの試作および特性評価を行った。

[実験方法] BGaN結晶成長には有機金属気相エピタキシー(MOVPE)法を用いた。III族原料にはTMGa、TMBを使用し、V族原料にはNH₃を使用した。また、各ドーパント原料にはMMSiおよびCp₂Mgを使用した。デバイスは自立型GaN基板(n-GaN)上にn型GaN、undoped-BGaN、p型およびp⁺-GaNを積層した。構造特性評価にはSEM、XRD測定を用いた。デバイス作製後、電気特性評価及び放射線検出特性評価を行った。

[結果と考察] 作製したBGaNの断面SEM像を図1に示す。GaN自立基板上へのBGaNエピタキシャル成長を確認した。XRD測定よりBNモル分率が約0.7%であり、BGaN(0002)面のXRC-FWHMは497 arcsecと比較的高品質なBGaN成長を達成した。作製した自立型BGaNデバイスに対してI-V特性測定を行い、順方向および逆方向にてダイオード特性を確認した。逆方向の耐圧は約-5Vであり耐圧が高くないことが確認された。さらに、放射線検出特性評価としてα線照射実験を行った。測定結果を図2に示す。自立型BGaNデバイスを用いた測定において、初めてエネルギーピークを確認した。耐圧が低く十分な印加電圧がかけられなかったため、S/N比が低くα線検出効率が11%と低い結果であったが、自立型BGaNデバイスの試作成功が示唆された。中性子照射実験結果については当日の発表にて報告を行う。

[参考文献] [1] T. Nakano, *et al.* JAP **130** (2021) 124501

[謝辞] 本研究の一部は名古屋大学未来材料・システム研究所における共同利用・共同研究、日本原子力研究開発機構施設供用制度、科研費補助金(19H04394、23H00099)の援助により実施された

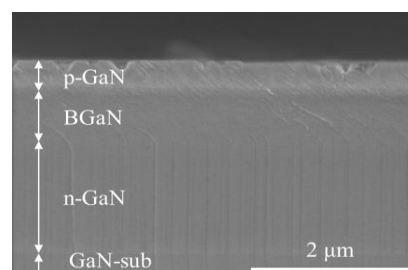


Fig. 1. cross sectional SEM image of the free standing BGaN device

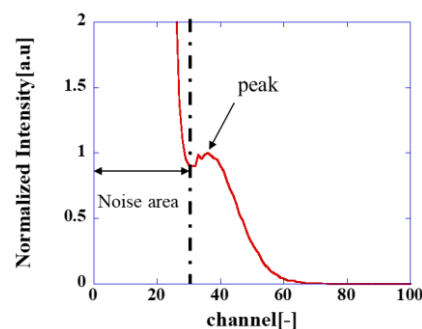


Fig. 2. Alpha particle energy spectrum using the free standing BGaN device

機械学習を用いた GaN の XRT 転位画像解析と分類

XRT dislocation image analysis and classification of GaN using machine learning

三重大 °(M1) 生川 龍也, 大西 一生, 姚 永昭

Mie Univ. °Ryuya Narukawa, Kazuki Ohnishi, Yongzhao Yao

E-mail: 425m609@m.mie-u.ac.jp

高性能な GaN 縦型パワーデバイスを高い歩留まりで製造するためには、ウェハ内に存在するキラ欠陥、特に貫通転位を非破壊かつ高精度に評価する技術が求められる。

X 線トポグラフィ (XRT) は、転位の位置と種類を非破壊で正確に評価できる有力な手法である^[1]。しかしながら、GaN ウェハ内には $10^3 \sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$ もの高密度で貫通転位が存在するため、すべてを正確に識別するのは容易ではない。そこで我々は、機械学習を用いた転位の分類手法の構築に取り組んでいる。本研究では、アモノサーマル法により作製された GaN 基板中に存在する貫通転位に対し、機械学習を用いてそのバーガースベクトルの分類を試みたので報告する。

教師用データとして、アモノサーマル法によって作製された GaN 基板を用いた。この試料は既に XRT 法を用いて貫通転位の種類が同定されており、大部分が貫通混合転位である^[1]。

まず、複数の回折条件下で取得した XRT 像に対し、ImageJ および Python を用いて、アフィン変換、ノイズ除去、転位の抽出などの画像前処理を行った。元画像の一例を Fig.1 に、処理後に抽出された転位の一部を Fig.2 にそれぞれ示す。次に、XRT 像によって得られた転位のコントラストと Ray Tracing Simulation^[2]によって得られた転位のコントラストを比較し、そのバーガースベクトルを決定した。以上の過程を通して、正解ラベル (バーガースベクトルの種類) を付与し、信頼性の高い教師データを作成した。それらの教師データを用いた機械学習によって高精度な転位の分類が可能となった。

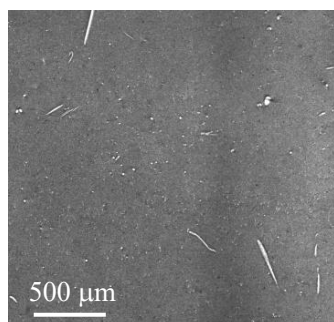


Fig.1. The XRT image obtained from a single-crystal GaN substrate with g of 11-26

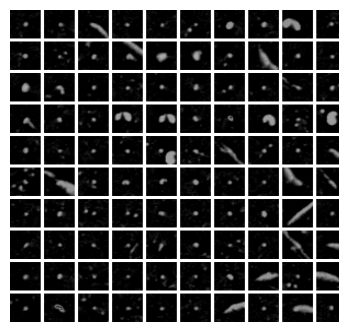


Fig.2. XRT images of individual dislocations extracted from Fig.1.

参考文献

- [1] Y. Yao *et al.*, *J. Electron. Mater.* **47**, 5007 (2018).
- [2] Y. Liu, *et al.*, *J. Cryst. Growth* **551**, 125903 (2020).

光無線給電システムに向けた GaInN 系受光素子における 結晶品質改善に向けた検討 (2)

Study on crystal quality improvement in GaInN-based photovoltaic cells for
optical wireless power transmission system (2)

○石田颯汰朗、永井真夏、江川 孝志、三好 実人 (名工大)

°S. Ishida, M. Nagai, T. Egawa, M. Miyoshi (Nagoya Inst. Tech.)

E-mail: miyoshi.makoto@nitech.ac.jp

【はじめに】 半導体レーザと受光素子を組み合わせた「光無線給電システム」は、無線電力伝送技術の有望候補の一つであり、広範囲の応用分野への適用が期待されている[1,2]。これまで我々は、光無線給電システムに向けて、GaInN/GaN 多重量子井戸 (MQW) 構造を光吸収層として備える受光素子の研究を行ってきた[3,4]。我々は、GaInN 系受光素子の性能向上に向けて、デバイスを構成する多層エピタキシャル構造の結晶品質改善に取り組んできた[5]。本研究では、結晶品質を改善した受光素子の光電変換性能評価を行ったので報告する。

【実験方法】 c 面自立 GaN 基板上に MOCVD 法を用いて図 1 に示す受光素子構造を成長した。この構成としては、厚さ 200nm の n-GaN コンタクト層、厚さ 3nm の GaInN 井戸層と厚さ 3nm の GaN バリア層からなる 42 周期の MQW 光吸収層、厚さ 250nm の p-GaN コンタクト層を備える。このエピウェハを用いて楕型電極型受光素子を作製した。作製したデバイスについて、光未照射による I - V 測定、単色光照射下での I - V 測定、EQE 測定を行った。

【結果と考察】 図 2 に光未照射による I - V 特性の評価結果を示した。これより、逆方向リーク電流と再結合電流が抑えられていることが確認された。これはエピタキシャル膜の膜質が改善されたことで、逆方向バイアス時の生成中心、順方向バイアス時の再結合中心が低減したためと考えられる。また、図 3 (a) に EQE 評価結果、図 3 (b) に単色光照射下での J - V および P - V 特性の評価結果を示した。 J - V 曲線より計算されたシャント抵抗が $92.7 \text{ k}\Omega\text{cm}^2$ と従来値を超える高い値が得られており、結晶品質改善の効果を確認できた。受光デバイスの性能としては、照射光波長 386 nm における外部量子効率 81% であり、照射強度 4 mW/cm^2 における光電変換効率は 38.5% であった。

【謝辞】 本研究は、NEDO 先導研究プログラム「移動体への光無線給電システムの研究開発」の支援を受けて実施された。

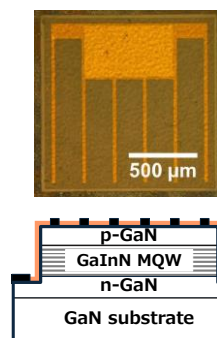


Fig.1 Schematic of GaInN-based PTs.

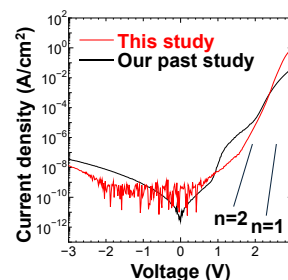


Fig.2. Comparison of dark J - V characteristics obtained in our study [4] and this study.

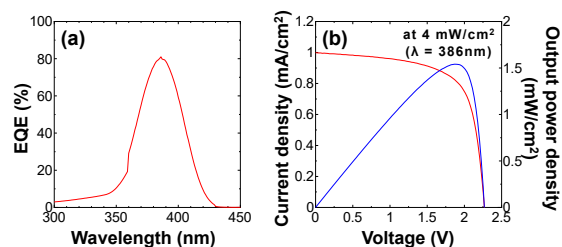


Fig.3. (a) EQE spectra and (b) J - V and P - V characteristics for PT devices.

参考文献

- [1] Miyamoto, Proc. of SPIE. 10682, 1068204 (2018).
- [2] Miyamoto, Trans. IEICE J103-C, 270 (2020).
- [3] Miyoshi *et al.*, AIP Advances 11, 095208 (2021).
- [4] Fujisawa *et al.*, Semicond. Sci. Technol. 39, 045010 (2024).
- [5] 石田他, 第72階応用物理学会春季学術講演会 (2025).

自立 GaN 基板上 GaInN 系受光素子の単色 LED 光照射による 光電変換性能の評価

Performance evaluation of GaInN-based photoelectric transducers fabricated on freestanding GaN substrates under monochromatic light irradiation

○永井真夏、石田颯汰朗、江川 孝志、三好 実人 (名工大)

°M.Nagai, S.Ishida, T.Egawa, M.Miyoshi (Nagoya Inst. Tech.)

E-mail: miyoshi.makoto@nitech.ac.jp

【はじめに】半導体レーザと受光デバイスを用いた光無線給電システムは、システムが簡便であること、比較的大きなエネルギーの長距離伝送が可能であることなどから、広範囲応用分野への適用が期待されている[1,2]。

当研究室では、光無線給電システムに向けて Ga_{0.9}In_{0.1}N/GaN 多重量子井戸(MQW)を光吸収層とする GaInN 系受光素子の研究開発を進めている[3,4]。本研究では、単色 LED 光源を用いて、光電変換性能の光照射強度依存性について調査したので報告する。

【実験方法】我々の過去報告と同様、MOCVD 法とフォトリソグラフィ法を用いて、c 面自立 GaN 基板上に 42 層の GaInN 多重量子井戸を光吸収層として備える受光素子を作製した(図 1 参照) [3,4]。今回使用した素子の低光強度の分光感度測定による外部量子効率は 78%であった。この素子にピーク波長 385nm の単色 LED 光を照射し、照射強度を変化させながら、冷却無しの環境で電流-電圧 (I - V) 測定を行った。

【結果と考察】図 2 に I - V 測定結果を、図 3 に受光素子の特性パラメータを整理した。今回は、光照射強度が最大で 606mW/cm² まで測定できた。冷却を施さない環境下では、照射強度の増加に伴い開放端電圧は上昇する一方、外部量子効率と曲線因子が減衰する傾向がみられた。

【謝辞】本研究は、NEDO 先導研究プログラム「移動体への光無線給電システムの研究開発」の支援を受けて実施された。

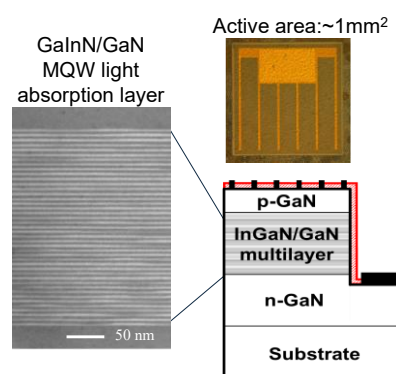


図 1 GaInN 系デバイスの構造

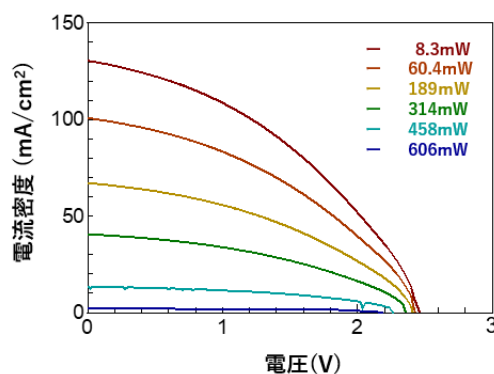


図 2 単色光照射時の電流-電圧特性

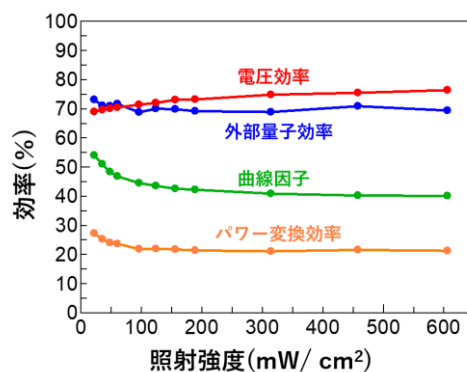


図 3 単色光照射時の光電変換性能

参考文献

- [1] Miyamoto, Proc. of SPIE. 10682, 1068204 (2018).
- [2] Miyamoto, Trans. IEICE J103-C, 270 (2020).
- [3] Miyoshi *et al.*, AIP Advances 11, 095208 (2021).
- [4] Fujisawa *et al.*, Semicond. Sci. Technol. 39, 045010 (2024).

In 偏析を考慮した半極性(1 $\bar{1}$ 01)InGaN 赤色量子井戸の設計

Design of Semipolar (1 $\bar{1}$ 01) InGaN Red Quantum Well Considering In Segregation

阪大院工 ○内原 康佑, 佐野 友軌, 上向井 正裕, 谷川 智之, 片山 竜二

The Univ. of Osaka ○K. Uchihara, Y. Sano, M. Uemukai, T. Tanikawa and R. Katayama

E-mail: uchihara.k@qoe.eei.eng.osaka-u.ac.jp

次世代ディスプレイとして注目されているマイクロ LED ディスプレイは、製造コスト低減に向けてモノリシック構造の実現が求められている。これまでに c 面 InGaN を用いたモノリシック集積が検討されているが、赤色波長領域での発光効率の改善が課題である。発光効率低下の原因として、井戸層にかかる巨大なピエゾ電界と成長中の In 偏析による実効的な障壁高さの低下が挙げられる。我々は、ピエゾ電界を低減し発光効率の向上が期待できる半極性(1 $\bar{1}$ 01) GaN の利用に着目した[1]。本研究では、半極性(1 $\bar{1}$ 01) InGaN 赤色量子井戸における電子と正孔の波動関数と重なり積分を評価し、高 In 組成 InGaN で顕著となる In 偏析の影響と c 面 InGaN 赤色量子井戸の障壁層に導入されている AlN 中間層[2]の効果を検討した。

障壁層に In 偏析による組成傾斜層を有する発光ピーク波長 630 nm 程度の $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 赤色量子井戸 (Fig. 1) について、SiLENSe を用いた 1 次元バンドシミュレーションによりバンドプロファイルと電子と正孔の波動関数を求め、電子と正孔の重なり積分 M を計算した。In 偏析を有する c 面 InGaN 赤色量子井戸では巨大なピエゾ電界と In 偏析の影響で M が 0.038 となるが、(1 $\bar{1}$ 01) InGaN 赤色量子井戸ではピエゾ電界の向きが反対方向で、かつ電界強度が小さいことにより正孔の波動関数がわずかに染み出す程度で、中間層なしでも M は 0.407 と比較的大きな値が得られた。さらに、Fig. 2(b)のように、量子井戸上部に 1.2 nm の AlN 中間層を導入すると In 偏析による正孔の染み出しを抑制することができ、 M が 1 割程度増加することが分かった。結論として Fig. 3 に示すように(1 $\bar{1}$ 01)InGaN 赤色量子井戸では AlN 中間層を導入した c 面 InGaN 赤色量子井戸と比べて 2.8~3.1 倍程度の M が見積もられ、AlN 中間層を導入しなくても高い内部量子効率が期待できることが分かった。

[1] N. Takeda *et al.*, Phys. Status Solidi B **261**, 2400071 (2024).

[2] M. Rudinsky *et al.*, Phys. Status Solidi B **261**, 2400034 (2024).

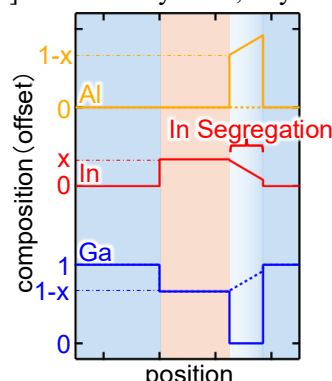


Fig. 1 Alloy profiles around InGaN quantum well.

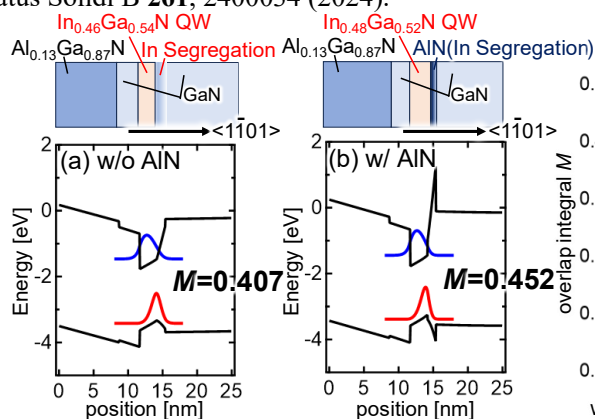


Fig. 2 Band profiles and wavefunctions around (1 $\bar{1}$ 01) InGaN wells w/ and w/o AlN interlayer.

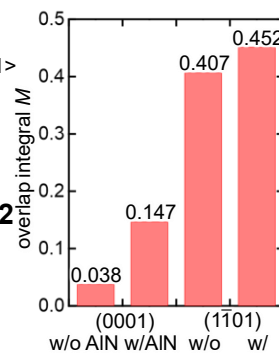


Fig. 3 Electron/hole overlap integral.

光遺伝学応用マイクロ LED プローブの光学的・熱的特性解析

Optical and Thermal Characterization of MicroLED Probes for Optogenetic Applications

豊橋技大¹, ALLOS², 名城大³

山田晃大¹, 西川敦², A. Loesing², 関口寛人^{3,1}

Toyohashi Tech.¹, ALLOS², Meijo Univ.³

M. Yamada¹, A. Nishikawa², A. Loesing², H. Sekiguchi^{3,1}

E-mail: yamada.mitsuhiro.hk@tut.jp, sekigu@meijo-u.ac.jp

脳神経ネットワークの解明に向けて特定の神経細胞を選択的に操作することが求められている。近年では、複数のマイクロ LED を集積したマイクロ LED プローブを用いた光遺伝学的手法により、複数の神経細胞を同時かつ選択的な制御が注目されている[1]。我々はこれまでに選択的光刺激が可能なマイクロ LED プローブを開発し、作製したマイクロ LED プローブをマウス脳に埋め込んで光刺激を行い、神経活動を誘発できることを実証してきた。開発したマイクロ LED プローブは複数のマイクロ LED を多点に集積しており、局所的な刺激を可能にするため、高い時空間分解能で神経細胞活動の制御が可能である。しかし、マイクロ LED プローブを効果的に活用するためには、LED からの光照射による照射範囲の正確な把握が不可欠である。また、LED 駆動に伴う温度上昇を理解し、駆動時間との関係性を精査しておくことも重要である。これまで個別の動物実験において光照射範囲や温度上昇について評価してきたが、効果的な実験計画を立てるには、これらの効果を系統的に明らかにし、高い時空間分解能を実現しつつ熱の影響を避ける駆動条件を確立することが不可欠である。

本研究では、マイクロ LED プローブの光照射特性と温度特性について系統的なシミュレーション解析を行った。まず、プローブ長さ 6 mm の先端に 50 μm 角のマイクロ LED を 150 μm 間隔で 11 個集積するように設計し、InGaN 系 LED ウエハを用いて半導体プロセスにより作製した。開発したマイクロ LED の外部量子効率はおおよそ 1% 程度である (Fig.1)。次に、作製したマイクロ LED プローブを脳組織内に刺入した際の LED 発光による光の広がりやシミュレーションにより系統的に評価した。Fig.2 は、50 μm 角の LED を一定強度で駆動した際の光の広がりやを示しており、Fig.2(a)は横方向、Fig.2(b)は深さ方向の分布を示している。いずれの方向においても、照射強度が増加すると光の到達範囲が広がる傾向が見られ、照射強度制御によって刺激範囲を精密に調整できる可能性が示された。さらに、LED の駆動パルス幅を変化させた際の脳内温度変化についても系統的なシミュレーションを行った (Fig.3)。このとき、LED の刺入深さは 2.4 mm、照射強度は 10 mW/mm² に固定し、パルス幅のみを変化させて温度変化を比較した。その結果、パルス幅が長くなるにつれて温度上昇が大きくなることが明らかとなった。温度上昇は神経細胞に悪影響を及ぼす可能性があるため、温度上昇を抑制する駆動設計が不可欠である。本研究により、マイクロ LED プローブを用いた光刺激において、光の空間的広がりやと温度的影響の両方を考慮した駆動条件の最適化が極めて重要であることが系統的に示された。光強度とパルス幅を適切に調整することで、必要な神経細胞だけを選択的に刺激しつつ、周囲の脳組織への熱によるダメージを最小限に抑える最適な駆動条件を確立できる見通しが得られた。

参考文献:[1] Yasunaga, *et al.*, *Opt. Express* **30**, 40292 (2022).

謝辞: 本研究の一部は、科研費(23H01465, 24K21735), キヤノン財団の支援を受けて行われた。

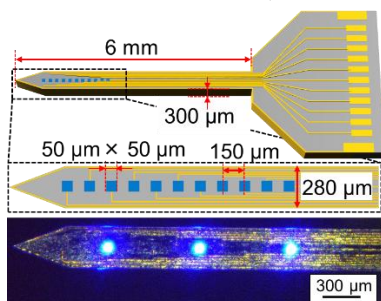


Fig.1 Schematic and emission images of the MicroLED probe

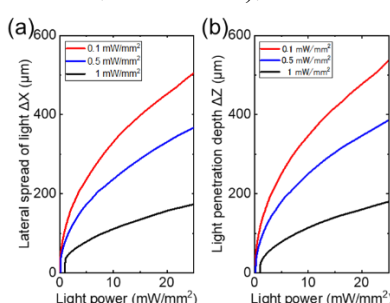


Fig.2 (a) Lateral spread of light relative to light power (b) Light penetration depth relative to light power

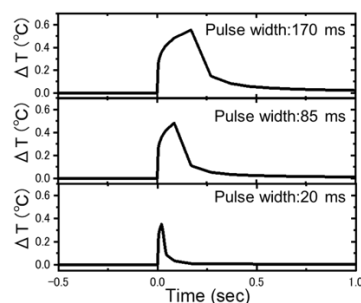


Fig.3 Temperature change when pulse width is changed

Na フラックス法におけるポイントシード間距離が GaN 結晶転位密度に与える影響

Effects of the Distance between Point Seeds on the Threading Dislocation Density in GaN Crystals Grown by the Na-flux Method

阪大院工¹, 阪大レーザー研² °佐々木 稜太郎¹, 今西 正幸¹, 村上 航介¹,
宇佐美 茂佳¹, 丸山 美帆子¹, 吉村 政志^{1,2}, 森 勇介¹

Grad. Sch. of Eng., The Univ. of Osaka¹, ILE, The Univ. of Osaka²,

°Ryotaro Sasaki¹, Masayuki Imanishi¹, Kosuke Murakami¹,

Shigeyoshi Usami¹, Mihoko Maruyama¹, Masashi Yoshimura^{1,2}, Yusuke Mori¹

E-mail: rsasaki@cryst.eei.eng.osaka-u.ac.jp

【研究背景】縦型 GaN 系パワーデバイスの実現には低転位密度の GaN 基板が必要である。我々は Na フラックス法において微小な GaN 結晶をサファイア上に配列させる multi-point seed (MPS) 法により低転位密度の GaN 結晶を作製してきた[1]。当該手法では、ポイントシード (PS) と呼ばれる微小種結晶からそれぞれ六角錐状の結晶が成長する過程で表面に凹凸が生じるため、flux-film-coated (FFC) 技術により、結晶の平坦化も行っている。FFC 技術は結晶を融液から引き上げて気相中に保持し、結晶表面の凹部に選択的に融液を残留させることで横方向成長を促進する。MPS 法と FFC 技術の組みあわせにより、転位密度が $10^3 \sim 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 程度かつ平坦な結晶の育成に成功しているが、3 つの六角錐状結晶が合体する領域に $10^5 \sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$ の高転位領域が生じることが問題となっている[2]。したがって PS の配列設計が転位密度に大きく影響すると考えられ、両者の依存性を調査する必要がある。そこで本研究では、PS 間隔に着目して調査を行った。

【実験と結果】MPS 基板を種結晶として育成温度 870°C 、窒素圧力を 3.0 MPa で育成を行った。Ga-Na 融液に種基板を 35 時間浸漬した後、 880°C に昇温し FFC 技術を用いて育成を行った。PS 径は $175 \mu\text{m}$ に固定し、PS 間隔を従来の $550 \mu\text{m}$ に加えて $825 \mu\text{m}$ に拡大した結晶を作製した。作製した結晶の表面を観察したところ、PS 間隔 $825 \mu\text{m}$ の結晶では、 $550 \mu\text{m}$ と比較してバンチングしたステップが多く見られた。次に、多光子励起フォトルミネッセンス (MPPL) を用いて結晶形状を評価した。Fig. 1(a), (d) に MPPL 像を、各観察領域における PS 及び結晶合体境界の模式図を Fig. 1(b), (e) に示す。 $550 \mu\text{m}$ で作製された結晶では、正六角形に近い形状を示したのに対して、 $825 \mu\text{m}$ では歪な形状を示した。この不均一成りが結晶高さのばらつきを引き起こし、バンチングステップの発生要因となっていると考えられる。次に、アルカリ融液エッチングを行い、エッチピットにより転位分布を調査した [Fig. 1(c), (f)]。 $825 \mu\text{m}$ で作製された結晶では、 $550 \mu\text{m}$ と比較して結晶の合体領域の数が減少し、それに伴い合体に起因する高転位領域の数も減少していた。一方、バンチングステップに起因する転位が全面的に発生しており、 1 mm 角領域における転位密度が $550 \mu\text{m}$ で $8.8 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 、 $825 \mu\text{m}$ で $2.7 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ と増加していた。以上の結果から、PS 間隔の拡大により合体領域は減少したが、不均一成長によるバンチングステップの抑制が必要であることが明らかになった。我々は現在、Ga-Na 融液の Ga 組成の低下させることで、結晶の均一性向上に取り組んでいる[3]。

【参考文献】

- [1] M. Imanishi *et al.*, Appl. Phys. Express, **12**, 045508 (2019).
- [2] R. Sasaki *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **64**, 055502 (2025).
- [3] 佐々木 他, 第 72 回 春季応物, 16p-K401-15, (2025).

【謝辞】

本研究の一部は環境省「革新的な省 CO₂ 実現のための部材 (GaN) や素材 (CNF) の社会実装・普及展開加速化事業」の委託を受けて行われた。

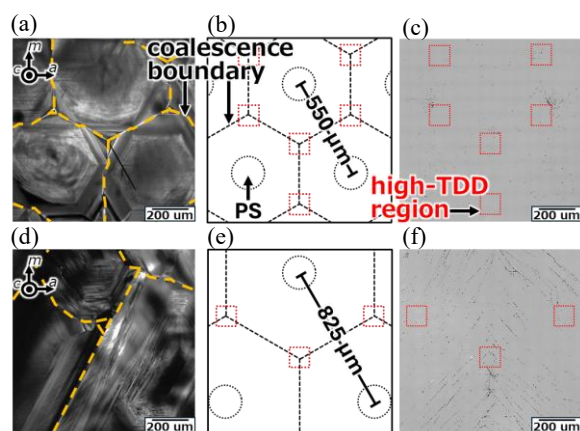


Fig. 1. (a) MPPL image with a PS distance of $550 \mu\text{m}$, (b) schematic diagram of the MPPL observation area and PS alignment design, and (c) its corresponding optical image of etch pits; (d) MPPL image with a PS distance of $825 \mu\text{m}$, (e) the schematic diagram, and (f) optical image of etch pits.

プラズマ LPE 法による GaN 層の成長 (IV)

Growth of GaN layer by plasma-enhanced LPE method (IV)

東京電機大工, [○]中川 治紀, 廣瀬 大輝, 松村 風翼, 吉田 圭佑, 篠田 宏之, 六倉 信喜

School of Engineering, Tokyo Denki University

[○]Haruki Nakagawa, Daiki Hirose, Fuseke Matsumura,

Keisuke Yoshida, Hiroyuki Shinoda, Nobuki Mutsukura

E-mail: 24kmh09@ms.dendai.ac.jp

1. はじめに

我々は、プラズマ LPE (Plasma-enhanced LPE) 法を用いた GaN 層の成長について検討を行っている。今回は、 α - Al_2O_3 (0001)基板上にスパッタリング法にて堆積した Ga へ窒素プラズマを照射する事によって GaN 層を成長し、その表面形態や結晶性について検討した。その結果、GaN 層の形成は可能であるが、表面の平坦性や結晶性においては更なる改善が必要である^[1-3]。今回は結晶性等の向上を目的に、GaN テンプレート上において GaN 層の成長を行い、その結果について検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1. Ga の堆積 スパッタリング法を用いて、GaN/ Al_2O_3 テンプレート上に Ga を堆積した。ターゲットには Ga(6-N)を、反応ガスに Ar (6-N)を用いた。プラズマの発生には高周波 (13.56 MHz) 電力を用いた。

2.2. GaN 層の成長 プラズマ LPE 法を用いて GaN 層の液相成長を行った。反応ガスには N_2 (6-N)を用いた。Ga と GaN テンプレート界面に GaN 層を成長した。

2.3. GaN 層の評価 成長した GaN 層の評価には、電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) や、X 線回折 (XRD) 装置を用いた。

3. 実験結果

Al_2O_3 基板上および GaN テンプレート上へ同条件において成長した GaN 層の表面 SEM 像を、それぞれ Fig. 1 および Fig. 2 に示す。 Al_2O_3 基板上に成長した GaN 層は、表面に六角形状のファセットが見られた。また、GaN 結晶粒の境界には、反応していない Ga が存在していることが解った。GaN テンプレート上に成長した GaN 層は、表面に Ga ドロップレットが見られ、 Al_2O_3 基板上とは大きく異なることが

解る。尚、Ga ドロップレット以外の領域は比較的平坦であることが解る。

当日は、結晶性を含めた詳細についても報告する予定である。

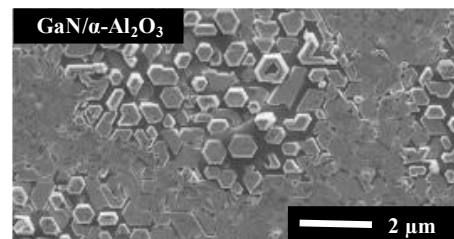


Fig. 1 Surface SEM image of GaN layer grown on α - Al_2O_3 substrate.

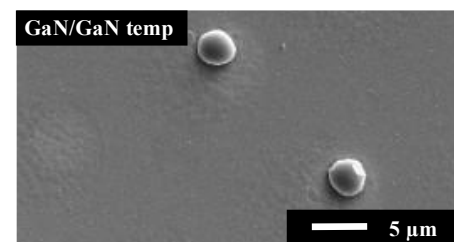


Fig. 2 Surface SEM image of GaN layer grown on GaN template.

謝辞

本研究の一部は、文部科学省「マテリアル先端リサーチインフラ」事業（課題番号 JPMXP1225UT0028）の支援を受けて実施されました。また、東芝デバイス&ストレージ株式会社学術奨励制度の支援を受けて実施されました。

参考文献

- [1] 三根 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 18a-P07-11 (2024).
- [2] 中川 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 18a-P07-12 (2024).
- [3] 廣瀬 他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 14p-P05-9 (2025).

プラズマ LPE 法による GaN 層の成長 (V)

Growth of GaN layer by plasma-enhanced LPE method (V)

東京電機大工, [○]松村 風翼, 中川 治紀, 廣瀬 大輝, 吉田 圭佑, 篠田 宏之, 六倉 信喜

School of Engineering, Tokyo Denki University

[○]Fusuke Matsumura, Haruki Nakagawa, Daiki Hirose,

Keisuke Yoshida, Hiroyuki Shinoda, Nobuki Mutsukura

E-mail: 25kmh26@ms.dendai.ac.jp

1. はじめに

我々は、プラズマ LPE (Plasma-enhanced LPE) 法を用いた GaN 層の成長について検討を行っている。本方法は、基板上に液体 Ga を堆積したのち、窒素プラズマ中の N 原子を液体 Ga へ供給することで GaN 層を成長することができる^[1-3]。しかしながら、GaN 層の膜厚は Ga の量で制限されてしまい、Ga が枯渇すると GaN 層の成長は行われなくなる。

そこで今回は、プラズマ LPE 法において連続的に GaN 層を成長させるため、Ar(6-N)/N₂(6-N)混合ガスを用いて Ga のスパッタリングを併用しながら GaN 層の LPE 成長を行い、その有効性について検討を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1. Ga の堆積 スパッタリング法を用いて、Al₂O₃(0001)基板上に Ga を堆積した。ターゲットには Ga(6-N)を、反応ガスには Ar(6-N)を用いた。プラズマの発生には高周波電力を用いた。

2.2. GaN 層の成長 Ar(6-N)/N₂(6-N)混合ガスを用いて、GaN 層の液相成長を行った。Ar⁺イオンによる Ga ターゲットのスパッタリングと同時に、N 原子を Ga/Al₂O₃ 表面へ供給することで Ga と Al₂O₃ 界面に GaN 層を成長した。

2.3. GaN 層の評価 成長した GaN 層の評価には、電界放出型走査電子顕微鏡 (SEM) や X 線回折 (XRD) 装置等を用いた。

3. 実験結果

各 Ar ガス混合比にて成長した GaN 層の表面 SEM 像を Fig. 1 に示す。(成長時間はどれも 4 min とした。) Ar ガス混合比が 0 及び 10%では、六角形や三角形のファセットを有した GaN 層のみが見られるが、20 及び 40%では、Ga が GaN 層表面に現れているのが解る。Ar ガ

ス混合比を増加させることで基板上への Ga 原子の供給量を増加することができる一方、N 原子の供給量は減少する。Ar ガス混合比の変化による GaN 層表面の違いは、成長時の Ga 原子及び N 原子の供給量の比率が関係している。当日は、結晶性等の詳細についても報告する予定である。

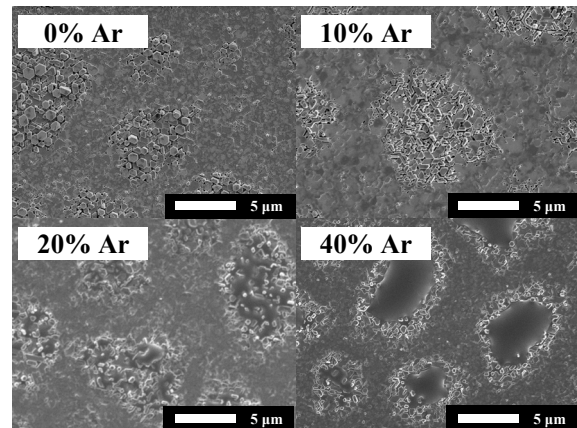


Fig. 1 Surface SEM images of GaN layers grown on Al₂O₃ substrate.

謝辞

本研究の一部は、文部科学省「マテリアル先端リサーチインフラ」事業 (課題番号 JPMXP1225UT0028) の支援を受けて実施されました。また、東芝デバイス&ストレージ株式会社学術奨励制度の支援を受けて実施されました。

参考文献

- [1] 三根 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 18a-P07-11 (2024).
- [2] 中川 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 18a-P07-12 (2024).
- [3] 廣瀬 他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 14p-P05-9 (2025).

GaN スパッタリングターゲットを用いた薄膜作製と物性評価

Evaluation of Thin Films Fabricated by GaN Sputtering Targets

東ソー(株)¹, 阪大院工², [○]上岡 義弘¹, 常盤 美怜¹, 板東 廣朗¹

三崎 日出彦¹, 上向井 正裕², 谷川 智之², 片山 竜二², 召田 雅実¹

Tosoh Corp.¹, The Univ. of Osaka², [○]Yoshihiro Ueoka¹, Mirei Tokiwa¹, Koo Bando¹,

Hidehiko Misaki¹, Masahiro Uemukai², Tomoyuki Tanikawa², Ryuji Katayama², Masami Mesuda¹

E-mail: masami-mesuda-uy@tosoh.co.jp

【背景】

スパッタリング法を用いた GaN の成膜は、従来の MOCVD 法と比較し、低温プロセス、水素フリー、除害設備が不要、高濃度のドーピングが可能という特長を有しており、例えば GaN デバイスのコンタクト領域の再成長等に有効であると期待されている^[1]。

当社では高純度 GaN スパッタリングターゲットを開発しており、同ターゲットを用いて作製した GaN 膜について報告してきた^[2]。一方で、成膜条件と膜中不純物や表面形態の関係については明らかになっているとは言い難い。本検討では、各種成膜条件と膜物性について評価した。

【実験方法および結果】

成膜パラメータを振り、SIMS 分析等で GaN スパッタ膜の各種物性を評価した。成膜条件と分析結果の一例を Table 1、Fig. 1、Table 2 に示す。到達真空度がより低い条件 B では膜中の水素と炭素の含有量が低下しており、これらはチャンバー内に残留する炭化水素由来の可能性が示唆される。一方、条件 A-B 間で膜中の酸素含有量の低下は見られなかったが、GaN ターゲット中の酸素含有量 ($\sim 10^{20}$ atoms/cm³ 相当) よりも一桁低減していることが分かった。講演会では、成膜パラメータと不純物や表面形態等の関係について考察及び議論を行う。

Table 1 Film formation conditions.

Condition	A	B
Base Pressure (Pa)	5.5×10^{-6}	3.3×10^{-7}
N ₂ /(N ₂ +Ar) (%) / Pressure (Pa)	40 / 0.5	
Deposition Temperature (°C)	600	
Power Supply / DC (V)	Pulse DC / 500	
Freq. (Hz) / Duty (%)	10,000 / 30	

※ Sample structure : Sputtered GaN films/GaN template substrates

Table 2 Average impurity content in Fig.1 (50-150nm).

Condition	A	B
C (atoms/cm ³)	1.6×10^{19}	5.7×10^{18}
H (atoms/cm ³)	1.4×10^{18}	3.7×10^{17}
O (atoms/cm ³)	2.2×10^{19}	3.5×10^{19}

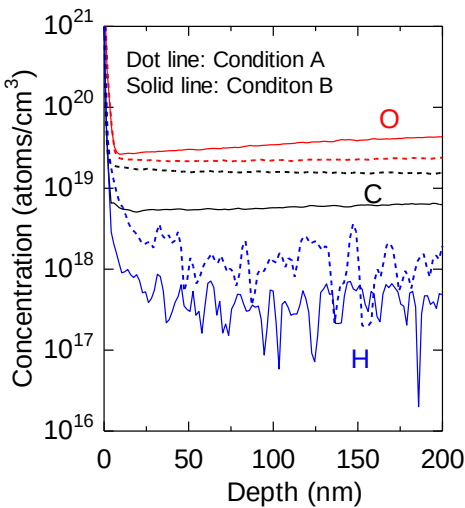


Fig. 1 SIMS analysis of sputtered GaN films.

【参考文献】

[1] Appl. Phys. Express 15, 031002 (2022).
[2] TOSOH Research & Technology Review Vol.65, pp. 3-10 (2021).

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

[10p-N301-1~13] 15.4 III-V-group nitride crystals

[10p-N301-1]

Evaluation of the polarity-inverted AlN interface using several oxidation process

○Tomohiro Tamano¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2}, Zentaro Akase⁴, Shigetaka Tomiya⁴, Hideto Miyake^{1,2} (1.Grad. Sch. of Eng. Mie Univ, 2.IC-SDF Mie Univ., 3.ORIP Mie Univ., 4.NAIST)

[10p-N301-2]

Study on surface morphology of nitrogen polar AlN by surface treatment

○Taisei Kimoto¹, Aina Hiyama Zazuli¹, Fumiya Yamanaka¹, Haruki Danbata¹, Amane Hayashiuchi¹, Ryosuke Ninoki¹, Nobuteru Hirata¹, Satoshi Kurai¹, Narihito Okada¹, Yoichi Yamada¹ (1.Grad. School of Sci. & Tech. for Innovation, Yamaguchi Univ.)

[10p-N301-3]

Theoretical study for structural stability and adsorption behavior on GaN(000-1) surface with steps and kinks

○Toru Akiyama¹, Taiki Tahara¹, Takahiro Kawamura¹ (1.Mie Univ.)

[10p-N301-4]

Study on regrowth of N-polar GaN channel in N-polar GaN/AlN HEMT

○Haruki Danbata¹, Aina Hiyama Zazuli¹, Fumiya Yamanaka¹, Taisei Kimoto¹, Amane Hayashiuchi¹, Kaito Fujiwara¹, Satoshi Kurai¹, Narihito Okada¹, Yoichi Yamada¹ (1.Grad. School of Sci. & Tech. for Innovation, Yamaguchi Univ)

[10p-N301-5]

Growth of the GaN channel layers in N-polar GaN/AlN structures using pulsed TMG supply

○Fumiya Yamanaka¹, Aina Hiyama Zazuli¹, Taisei Kimoto¹, Ryosuke Ninoki¹, Amane Hayashiuchi¹, Haruki Danbata¹, Nobuteru Hirata¹, Satoshi Kurai¹, Narihito Okada¹, Yoichi Yamada¹ (1.Grad.School of Sci. & Tech. for Innovation, Yamaguchi Univ.)

[10p-N301-6]

Transport limitation in N-polar AlN-based thin GaN channel HEMTs

○Markus Pristovsek¹, Yoann Robin¹, Xu Yang¹, Itsuki Furuhashi¹, Chengzhi Zhang², Matthew D. Smith², Martin Kuball², Sheng Zhang³, Xinhua Wang³ (1.Nagoya Univ., 2.Bristol Univ., 3.Inst. Microelectr. CAS)

[10p-N301-7]

Investigation of ScAlMgO₄ substrate removal method for fabrication of thin-film LEDs

○(M1)Minori Kinoshita¹, Ryusei Sakamoto¹, Ryoutarou Ito¹, Ai Sakakibara¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Atushi Suzuki², Seizi Ishimoto² (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution Corp)

[10p-N301-8]

Non-contact and non-destructive simultaneous measurement of thickness and electrical properties of ultrathin GaN films on ScAlMgO₄ substrates by THz-TDSE

○Kaito Tsuchida¹, Takashi Fujii^{2,3}, Toshiyuki Iwamoto³, Tsutomu Araki¹ (1.Ritsumei Univ., 2.ROST, 3.NIPPO PRECISION)

[10p-N301-9]

Investigation of InGaN Growth Conditions on ScAlMgO₄ Substrate by RF-MBE

○Yoshiaki Nishimura¹, Trang Nakamoto², Takashi Fujii³, Tsutomu Araki¹ (1.Ritsumeikan Univ., 2.R-GIRO, 3.ROST)

[10p-N301-10]

Evaluation of crystallinity of sputtered GaInN on Lu- -substituted ScAlMgO₄ substrate

○Naoto Fukami¹, Ryotaro Ito¹, Ryusei Sakamoto¹, Minori Kinoshita¹, Ai Sakakibara¹, Seiji Ishimoto², Seiya Nishimura², Atsushi Suzuki², Motoaki Iwaya¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Makoto Matsukura³, Takahiro Kojima³, Atsushi Fujita⁴, Fuminori Yoda⁴, Shiori Ii⁴ (1.Meijo Univ., 2.E and E Evolution Ltd., 3.Oxide Co., 4.Shibaura Mechatronics Co.)

[10p-N301-11]

MQW growth on sputtered GaInN on lattice-controlled ScAlMgO₄ substrate

○(M2)Ryotaro Ito¹, Ryusei Sakamoto¹, Naoto Hukami¹, Minori Kinoshita¹, Ai Sakakibara¹, Seiji Ishimoto², Seiya Nishimura², Atsushi Suzuki², Motoaki Iwaya¹, Tetsuya Takeuchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Makoto Matsukura³, Takahiro Kojima³, Atsushi Fujita⁴, Fuminori Yoda⁴, Shiori Ii⁴ (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution Ltd., 3.OXIDE Corp., 4.Shibaura Mechatronics Co.)

[10p-N301-12]

Investigation of n-GaInN growth in nitride-based red LEDs on ScAlMgO₄ substrate

○(M1)Ai Sakakibara¹, Ryotaro Ito¹, Ryusei Sakamoto¹, Naoto Hukami¹, Minori Kinoshita¹, Seiji Ishimoto², Atsushi Suzuki² (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution Ltd.)

[10p-N301-13]

Optimization of EBL composition in GaInN-based red PEDOT-LEDs on ScAlMgO₄ substrates

○Ryusei Sakamoto¹, Ryotaro Ito¹, Naoto Fukami¹, Minori Kinoshita¹, Ai Sakakibara¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Atsushi Suzuki², Seiji Ishimoto², Emi Matsuyama² (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution Ltd.)

AlN 極性反転構造における界面酸化プロセスの影響

Effect of Interfacial Oxidation Process on Polarity-Inverted AlN Structures

三重大 院工¹, 半導体・デジタル未来創造センター² 研究基盤推進機構³ 奈良先端大⁴

○玉野 智大¹, 赤池 良太^{1,2}, 安永 弘樹^{2,3}, 中村 孝夫^{1,2}, 赤瀬 善太郎⁴, 富谷 茂隆⁴, 三宅 秀人^{1,2}

Grad. Sch. of Eng. ¹, IC-SDF², ORIP³, Mie Univ. NAIST⁴

○Tomohiro Tamano¹, Ryota Akaike^{1,2}, Hiroki Yasunaga^{2,3}, Takao Nakamura^{1,2},

Zentaro Akase⁴, Shigetaka Tomiya⁴, Hideto Miyake^{1,2}

E-mail: 425D002@m.mie-u.ac.jp

III 族窒化物半導体である AlN は反転対称性がないことから、Al 極性と N 極性が存在する。我々は、AlN スパッタ時のターゲットとして AlN ターゲット(3N)と Al ターゲット(6N)を使い分け、face-to-face 配置での高温アニール処理 (FFA) を行うことにより、Al 極性と N 極性の AlN テンプレート(FFA Sp-AlN)の作製に成功した^[1,2]。この技術を応用することにより、極性反転構造を実現した^[3]。極性反転界面(IDB)は酸素を含む構造を有することが分かっており^[4]、SIMS と TEM を用いることによって、N 極性→Al 極性の IDB とスパッタ界面の位置が異なることを見出した^[4]。加えて、上層部のスパッタ前の酸化プロセスにより、この位置の違いが異なることも見出している。しかし、酸化プロセスの違いが IDB の位置や原子配列に与える影響については明らかとなっていない。そこで本研究では、様々な酸化プロセスを用いて作製された極性反転構造の、IDB とスパッタ界面の位置や原子配列の違いを TEM により評価した。

N 極性 FFA Sp-AlN に様々な方法によって酸化処理を施した。酸化プロセスとして、純水処理(RT, 5 min)、酸素熱処理(100°C, 10 min)、酸素プラズマ処理(RT, 10 min, 10 Pa)を使用した。酸化プロセス後に Al 極性 AlN を堆積し、FFA 処理を行うことで極性反転構造を作製した(Fig. 1(a))。KOH ウェットエッチングにより全ての酸化プロセスで極性が反転していることを確認した。その後、TEM により極性反転構造を観察した。

酸素プラズマ処理を用いた 2 層極性反転構造について、2 層目積層後の TEM 像を Fig. 2(a)に示す。IDB の位置に、酸素原子に起因するコントラストの違いが観察された。加えて、上層部のスパッタ前の酸素プラズマ処理に起因した界面が観察された。これは、酸素プラズマ起因のダメージであると考えられる。また、酸素プラズマ処理、純水処理を用いた IDB 付近の、TEM 像をそれぞれ Fig. 2(b), (c)に示す。それぞれの IDB の原子配列に着目したとき、構造に違いがあることから酸化プロセスの違いが IDB の位置や原子配列に与える影響が示唆された。

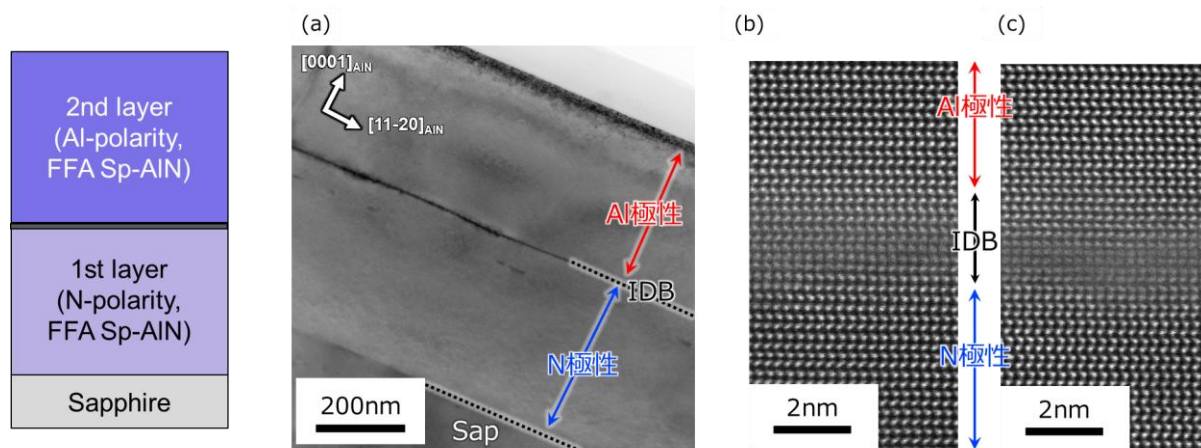


Fig.1 Cross-sectional schematic diagram.

Fig. 2(a) HAADF STEM image of the polarity-inverted AlN structure induced by oxygen plasma treatment, HADDF-STEM images near IDB induced by (b) oxygen plasma, and (c) water treatments.

【参考文献】 [1] H. Miyake *et al.*, JCG **456**, 155 (2016). [2] K. Shojiki, *et al.*, MSSP **166**, 107736 (2023). [3] S. Xiao *et al.*, JCG **502**, 41 (2018). [4] T. Tamano *et al.*, APL **126**, 032108 (2025). [5] H. Honda *et al.*, APEX **16**, 062006 (2023).

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費(25K01680)、JST-SICORP(JPMJSC22C1)、JST 次世代研究者挑戦的研究プログラム(JPMJSP2137)、NEDO「脱炭素社会実現に向けた省エネルギー技術の研究開発。社会実装促進プログラム」、「官民による若手研究者発掘支援事業」(21502153-0)、先導研究の支援により行われた。

表面処理による窒素極性面 AlN の表面状態に関する研究

Study on surface morphology of nitrogen polar AlN by surface treatment

山口大院・創成科学¹, °木本 大星¹, Aina Hiyama Zazuli¹, 山中 郁哉¹, 段島 陽樹¹,

林内 天¹, 仁ノ木 亮祐¹, 平田 靖晃¹, 倉井 聡¹, 岡田 成仁^{1,*}, 山田 陽一¹

Grad. School of Sci. & Tech. for Innovation, Yamaguchi Univ.¹, °T. Kimoto¹, A. H. Zazuli¹,

F. Yamanaka, H. Danbata, A. Hayashiuchi, R. Ninoki¹, N. Hirata¹,

S. Kurai¹, N. Okada^{1,*}, Y. Yamada¹

*E-mail: nokada@yamaguchi-u.ac.jp

現在、次世代のパワーデバイスとして Si と比較して物性値の優れた GaN や AlN などの III 族窒化物半導体が注目されている。中でも、AlN を下地として用いた高電子移動度トランジスタ (HEMT) は従来の金属極性面 AlGaIn/GaN HEMT と比較して高耐圧、高温動作が期待される。我々はこれまで AlN キャップ層なしで二次元電子ガスの発生する N 極性面に着目し、サファイア基板上に N 極性面 GaN/AlGaIn/AlN HEMT を作製し、その性能評価を行ってきた^[1]。本研究では、AlN 基板を用いることによりデバイスのさらなる性能向上を目指し、結晶成長前の表面処理が AlN 基板の表面状態に与える影響の調査を行ったので報告をする。

Fig.1 (a) に化学機械研磨 (CMP) 後の物理気相成長法により成長させた N 極性面 AlN 基板の AFM 像を示す。このとき、RMS 値は 0.44 nm であった。Fig.1 (a) に示した N 極性面 AlN 基板上に有機金属化合物気相成長装置を用いて NH₃ 及び H₂、N₂ を供給しながら 1300 °C で 10 分間アニールを行った。Fig.1 (b) にアニール後の AlN 基板の N 極性面の AFM 像を示す。CMP 研磨後の AlN 基板は平坦ではあるものの、ステップは観測できなかったが、アニールを行うことによってステップが露出した表面が得られた。このとき、RMS 値は 0.21 nm であり、表面平坦性が改善することが分かった。さらに、N 極性面 AlN テンプレートに対しても表面状態に関する実験を行っており、包括的な窒素極性面 AlN の表面のアニールに関して報告予定である。

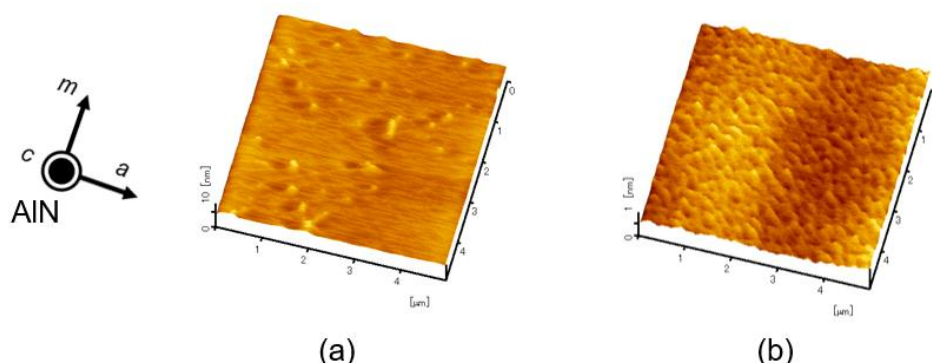


Fig.1 AFM images of N-polar AlN substrate (a) after CMP polishing and (b) after annealing

参考文献 [1] A. H. Zazuli *et al.*, Phys. Status Solidi A **221**, 2400060 (2024)

[謝辞] 本研究の一部は科研費基盤 B(24K01363)、名古屋大学未来材料・システム研究所共同利用、生体医歯工学共同研究の支援を受けて実施したものである。

ステップおよびキンクを含む GaN(000 $\bar{1}$)表面の構造安定性および吸着・脱離の挙動に関する理論的検討

Theoretical study for structural stability and adsorption behavior on GaN(000 $\bar{1}$) surface with steps and kinks

三重大院工、○秋山亨, 田原大樹, 河村貴宏

Mie Univ., ○Toru Akiyama, Taki Tahara, Takahiro Kawamura

E-mail: akiyama@phen.mie-u.ac.jp

【はじめに】近年、窒化物半導体においてN極性(000 $\bar{1}$)面上でのデバイスが注目されている[1]。特に、N極性の高電子移動度トランジスタ (HEMT) は、その高性能デバイスの実現に向けて注目されている[2]。しかしながら、有機金属気相成長法 (MOVPE) におけるN極性エピタキシャル層の作製においては、ステップバンチングやヒロック等の形成により、その作製が困難であることが報告されている[3,4]。また、これらの表面形態はステップやキンクを含む表面での原子スケールでの運動論的効果に起因すると考えられている。これまでに我々は、MOVPE成長条件を考慮した微傾斜AlN(0001)およびGaN(0001)表面上における成長過程に対する理論的検討を行い、表面上でのAlおよびGa原子の吸着の挙動と表面再構成およびステップ端における原子配列との関係を明らかにした[5,6]。本研究では、これまでの理論的アプローチをN極性GaN(000 $\bar{1}$)表面へと拡張し、微傾斜GaN(0001)表面における表面構造安定および吸着の挙動を検討する。特に、ステップ端やキンクの存在と関連づけて、MOVPE成長の表面形態との関係性を議論する。

【結果および考察】Fig. 1 は表面形成エネルギーにより決定された安定表面構造 (Ga-N 結合および N-H 結合を持つ微傾斜表面) における N 原子の吸着エネルギーの等高線図を示したものである。Ga 原子に関しては、Ga-N 結合を形成するテラス領域 (平坦面) に優先的に吸着し、最安定吸着サイトでの吸着エネルギーは-1.5 eV であり、マイグレーション障壁は~1 eV となる。Ga 極性[5]の場合とは異なり、ステップ端およびキンクにおける Ga 原子の吸着エネルギーは、テラスよりも高くなっている。一方、N 原子はステップ端やキンクへの取り込みが優先され、そこでの吸着エネルギーは-4.1 eV となる。また、キンク付近でのマイグレーション障壁が~2 eV であることも解り、N 極性面での吸着およびマイグレーションの挙動はGa極性[5]の場合とは異なっている。これらの計算結果は、MOVPE 成長における N 原子のステップ端およびキンクへの取り込みが極めて重要となり得ることを示唆している。講演では、吸着およびマイグレーションの挙動と成長カイネティクスとの関係についても議論する。

【参考文献】 [1] S. Keller *et al.*, J. Appl. Phys. **103**, 033708 (2008). [2] W. Li *et al.*, IEEE Trans. Electron Devices **70**, 2075 (2023). [3] M. Sumiya *et al.*, J. Appl. Phys. **88**, 1158 (2000). [4] S. Keller *et al.*, J. Appl. Phys. **102**, 083546 (2007). [5] T. Ohka *et al.*, Cryst. Growth & Des. **20**, 4358 (2020). [6] T. Akiyama *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **63**, 02SP71 (2024).

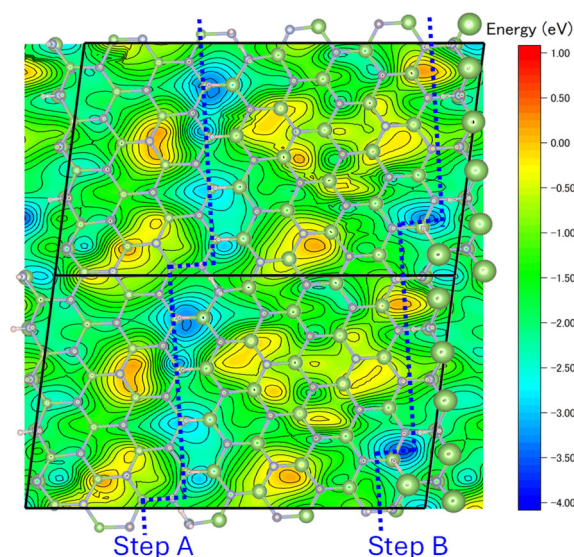


Fig. 1 Contour plots for the adsorption energy of the N adatom reconstructed GaN(000 $\bar{1}$) surface with steps and kinks. Step edges and kinks are described by blue dashed lines. The unit cell is enclosed by black rectangles. Note that the unit cells are multiplied for visual understanding.

N 極性面 GaN/AlN HEMT における GaN チャネル再成長に関する研究

Study on regrowth of N-polar GaN channel in N-polar GaN/AlN HEMT

山口大院・創成科学, °段畠 陽樹, Aina Hiyama Zazuli, 山中 郁哉, 木本大星,
林内 天, 藤原魁土, 倉井 聡, 岡田 成仁, 山田 陽一

Grad. School of Sci. & Tech. for Innovation, Yamaguchi Univ., °H. Danbata, A. Hiyama,
F. Yamanaka, T. Kimoto , A. Hayashiuchi, K. Fujiwara, S. Kurai, N. Okada¹, Y. Yamada

*E-mail: nokada@yamaguchi-u.ac.jp

近年、高耐圧性や優れた放熱性、高温動作といった利点により AlN を下地とした HEMT 構造が注目されている。特に、N 極性面 GaN/AlN HEMT 構造では GaN キャップ層が不要で、GaN が圧縮歪となることでクラックを抑制でき、高濃度の二次元電子ガスが期待される。しかし、N 極性面 AlN は結晶成長時における不純物の取り込み、点欠陥密度が大きいことからキャリア層の性能劣化につながるという課題がある。

本研究では、この課題を解決するために、GaN チャネル直前の大気開放・表面処理・中間層などについて検討し、それらと GaN チャネル性能について検討を行ったので報告する。

m 軸方向にオフ角 2.0°の *c* 面サファイア基板上に N 極性面 AlN を 700°C または 1300°C でアニールした後、650°C で GaN を再成長した。Fig.1 にそれぞれのサンプル構造、AFM 像、RMS 値を示す。AFM による表面観察では、700°C 処理後の GaN はドットライクな成長を示したが、1300°C 処理後の GaN は二次元成長に近づき、RMS 値も低減した。インジウムを用いた簡易の電流測定では、10V 印加時において 700°C 処理が 23.3 pA であったのに対し、1300°C 処理では 2.64 nA と大きく改善された。このことから、高温アニールが表面の吸着不純物除去に有効であることが示唆される。

また、AlGaIn を中間層として導入した N 極性面 GaN/AlGaIn/AlN 構造では約 13 mA と、大気開放を行わない連続成長させたサンプルと同等の電流値を示した。Fig.2 にそれぞれのサンプル構造、AFM 像、RMS 値を示す。再成長させたにも関わらず AlGaIn 中間層の導入により、電流値、表面平坦性ともに連続成長と同様の結果となった。このことより、AlGaIn 中間層が不純物・点欠陥を抑制する層として効果的であることが示唆される。

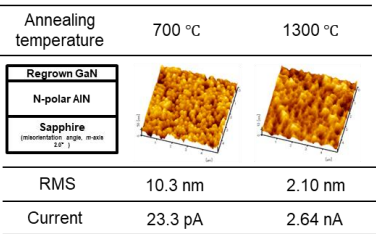


Fig.1 Schematic structure, AFM images, RMS and current values of N-polar GaN on AlN under different temperature annealing after exposing AlN to atmosphere

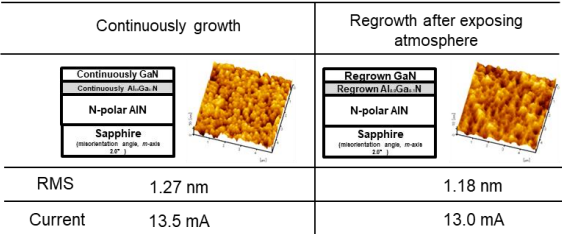


Fig.2 Schematic structure, AFM images, RMS and current values of continuously- and re-grown N-polar GaN/AlGaIn on AlN after exposing AlN to atmosphere

[謝辞] 本研究の一部は科研費基盤 B(24K01363)、名古屋大学未来材料・システム研究所共同利用、生体医歯工学共同研究の支援を受けて実施したものである

N 極性面 GaN/AlN 構造における GaN チャネル層の TMG パルス供給成長

Growth of the GaN channel layers in N-polar GaN/AlN structures using pulsed TMG supply

山口大院・創成科学

°(M2)山中 郁哉, (D)Aina Hiyama Zazuli, (M2)木本 大星, (M2)仁ノ木 亮祐, (M1)林内 天,
(M1)段島 陽樹, (M1)平田 靖晃, 倉井 聡, 岡田 成仁*, 山田 陽一
Grad.School of Sci. & Tech. for Innovation, Yamaguchi Univ.

°F. Yamanaka, A. H. Zazuli, T. Kimoto, R. Ninoki, A. Hayashiuchi,
H. Danbata, N. Hirata, S. Kurai, N. Okada*, Y. Yamada

*E-mail: nokada@yamaguchi-u.ac.jp

GaN の約 2 倍のバンドギャップを有する AlN を下地に用いた N 極性面 GaN/AlN 高電子移動度トランジスタ(HEMT)は、従来構造である Ga 極性面 AlGaIn/GaN HEMT よりも更なる大電力、高耐圧、高温動作が期待される。我々は、これまでに有機金属化合物気相成長(MOVPE)法によってチャネル層の N 極性面 GaN を低温及び高V/III比の条件で成長することで、二次元コヒーレント成長に成功した^[1]。しかしながら、作製した N 極性面 GaN/AlGaIn/AlN HEMT の動作を実証したところ、移動度が低く、デバイス性能としても最大ドレイン電流は 400 mA/mm 程度とまだ改善の余地がある。これは、N 極性面 GaN の低温成長による炭素等の不純物濃度の増加が影響していると考えている。そこで N 極性面 GaN の成長において、TMG をパルス状に供給し成長を行うことで、TMG の分解効率の改善を試み、その効果を検討した。

本実験では、MOVPE 法を用いて m 軸方向にオフ角 2.0° の c 面サファイア基板の上に N 極性面 GaN/Al_{0.9}Ga_{0.1}N/AlN 構造を成長した。N 極性面 GaN の成長温度は 650°C 、V/III比 30000 で一定とし、GaN チャネル層の成長時に TMG を間欠供給した。N 極性面 GaN 成長時のシーケンス図を Fig.1 に示す。次に、TMG の OFF 時間に対する 10 V 印加時の電流値の測定結果を Fig.2 に示す。Fig.2 より、TMG の ON 時間を 3 sec、OFF 時間を 1 sec とした時に最大の電流値が得られ、これまでの TMG と NH₃ を供給し続けて成長した GaN チャネルと比較して、約 17%増加した。また、原子間力顕微鏡(AFM)により観察した AFM 像から表面の平坦性を表す RMS(二乗平均平方根粗さ)を算出すると、TMG をパルス状に供給し成長した基板では、RMS 値が低下しており、表面平坦性の向上が見られた。さらに、X 線回折法(XRD)による逆格子空間マッピングから格子歪みの程度を表す緩和率を測定すると、TMG をパルス状に供給し成長した基板では、緩和率の改善が確認された。XRD による 2θ - ω 測定の結果から得られた N 極性面 GaN の膜厚より、各 TMG の OFF 時間で成長させた膜厚は、ほぼ一定であった。これは、TMG のパルス供給により、実効的な NH₃ の供給量が増加し、TMG の分解効率が改善され、炭素の取り込みが抑制されたことに起因すると考えている。

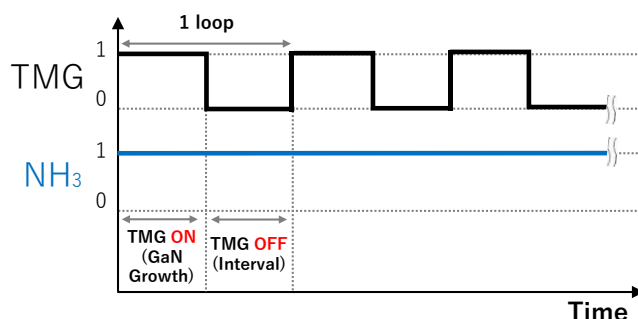


Fig.1 Growth sequence of N-polar GaN channel layer

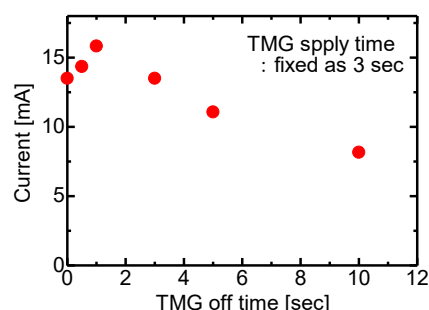


Fig.2 Current as a function of TMG off time

[謝辞] 本研究の一部は科研費基盤研究 B(24K01363)、名古屋大学未来材料・システム研究所共同利用、生体医歯工学共同研究の支援を受けて実施したものである。

[参考文献] ^[1] M.Miyamoto *et al.*, *physica status solidi (a)*, **221**, 21 (2024)

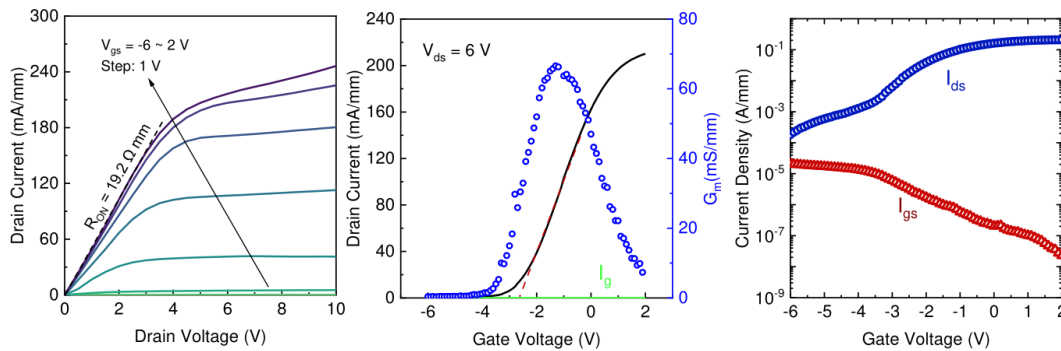
Transport limitation in N-polar AlN-based thin GaN channel HEMTsNagoya Univ.¹, Bristol Univ.², Inst. of Microelectronics, Chin. Acad. of Sci.³,Markus Pristovsek¹, Yoann Robin¹, Xu Yang¹, Itsuki Furuhashi¹, Chengzhi Zhang²,Matthew D. Smith², Martin Kuball², Sheng Zhang³, Xinhua Wang³

E-mail: pristovsek.markus.w3@f.mail.nagoya-u.ac.jp

N-polar AlN-based high electron mobility transistors (HEMTs) have intrinsic advantages over GaN-based HEMTs like the highly confined Ga-channel with direct contacts, no leaking through a back-barrier and a simple buffer structure with low thermal resistance. Because the growth of smooth N-polar AlN has been only recently mastered, first depletion-mode HEMTs have been reported by Cornell and Yamaguchi Univ. in 2022/2023. The devices from Cornell on bulk AlN substrates show low sheet resistance and thus high saturation currents, high transconductance and good RF performance. The devices from Yamaguchi on sapphire had higher sheet resistance and thus lower saturation currents. All devices showed considerable source-drain leakage in the off state and consequently low on/off ratios below 100.

We have made enhancement-mode HEMTs on sapphire, processed at Bristol Univ. using a p-NiO Schottky gate. These devices show a very high on/off ratio of 10^7 and a threshold voltage of ~ 1 V with a saturation current of 90 mA/mm. Depletion-mode HEMT processed at CAS in Beijing showed higher saturation currents up to 250 mA/mm and on/off ratios of 1000-10,000. We attribute our high on/off ratio to a direct AlN/GaN interface, avoiding the AlN/AlGaN interface in the transition layer used by the other groups which could act as a buried gate or even as a second conducting channel.

The saturation currents of our HEMTs are limited by the sheet resistance $R_s \sim 2000 \Omega/\square$. Therefore, we have studied the impact of various parameters on R_s . The largest reduction was by the channel thickness, R_s dropped from 6000 to $750 \Omega/\square$ by increasing the channel thickness from 5 nm to 10 nm and then saturated. To understand this, we have performed variable temperature Hall-measurements together with band structure calculations using $k \cdot p$ theory with a Poisson solver. Our results indicate that the wave-function probability near the surface is much higher for excited states for thinner structures compared to thicker layers, also saturating at 10 nm.



Characteristics of a $50 \times 2.4 \mu\text{m}^2$ D-mode N-polar AlN-based HEMT with a 5 nm GaN channel on sapphire.

薄膜型 LED 作製のための ScAlMgO₄ 基板除去方法の検討

Investigation of ScAlMgO₄ substrate removal method for fabrication of thin-film LEDs

○(M1)木下実乃里¹, (M2)坂本龍星¹, (M2)伊藤涼太郎¹, (M1)榊原愛¹

上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹, 鈴木敦志², 石本聖治²

1:名城大学, 2:E&E エボリューション (株)

°M. Kinoshita¹, R. Sakamoto¹, R. Ito¹, A. Sakakibara¹

S. Kamiyama¹, T. Takeuchi¹, M. Iwaya¹, A. Suzuki², S. Ishimoto²

1: Meijo University, 2: E&E Evolution Ltd.

Email:253428014@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】窒化物半導体においては、長波長化に伴って効率の低下が顕著になることが知られている。その主な要因は、GaN と GaInN の格子不整合によって生じる歪みや欠陥の生成である。この課題に対し、In 組成 $x = 0.15 \sim 0.17$ の $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{N}$ と格子整合性を有する ScAlMgO₄ (SAM) 基板が有効な対策として注目されている。SAM 基板は、c 面が良好な劈開面であり、成長後に LED 構造と基板の界面で容易に劈開可能である。したがって、薄膜型構造の形成が可能となり、光取り出し効率の向上が期待される。これまでに、カッターナイフを用いた手動による劈開が可能であることは報告されているが、その詳細手法については公開されていない[1]。さらに、劈開後に SAM 基板の一部がエピタキシャル層側に残存するため、その除去手法の確立も求められている。本研究では、SAM 基板の劈開による剥離手法と、残存部の除去プロセスの確立を検討した。

【実験方法】SAM 基板 (1 cm 角、厚さ約 400 μm) の裏面に、AlN を 25 nm 成膜した。Fig.1 に、SAM 基板の劈開工程を示す。まず、カッターナイフと WAX を用いた手動操作による劈開が可能かを確認した。続いて、劈開後にエピタキシャル層側に残存した SAM 基板の除去方法として、研削・研磨および ICP ドライエッチング (Ar および Cl₂ガス) を用い、除去レートを比較した。

【結果】Fig.2 に、カッターナイフによる劈開前後の SAM 基板の外観を示す。図から、手動による劈開が可能であることが確認された。黒く見える部分は裏面に成膜した AlN であり、SAM 基板自体は透明である。また、残存基板の除去に関する検討では、ドライエッチングによる除去レートは、Ar で $2.4 \times 10^{-3} \mu\text{m}/\text{min}$ 、Cl₂で $7.0 \times 10^{-3} \mu\text{m}/\text{min}$ であった。一方、研削・研磨による除去レートはそれぞれ 42 $\mu\text{m}/\text{min}$ および 0.30 $\mu\text{m}/\text{min}$ であった。残存層厚を 50 μm と仮定した場合、ドライエッチングでは除去に要する時間が極めて長く、実用的ではないことが分かった。したがって、実用上は研削・研磨による除去法が適していると考えられる。

【謝辞】本研究の一部は JST-A-STEP (JPMJTR201DNEDO)先導研究、および科学研究費補助金基盤研 A (22H00304) の援助により実施した。

【参考文献】[1]K. Ohnishi T. Matsuoka, *et al.*, Jpn.J.Appl.Phys.**58** (2019)SC1023.

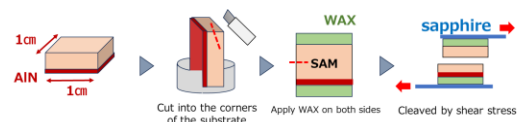


Fig. 1 The process step of cleavage

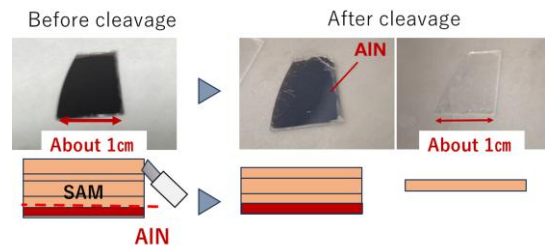


Fig. 2 Sample photos before and after cleaving

THz-TDSE による ScAlMgO₄ 基板上 GaN 極薄膜の
膜厚および電気特性の非接触・非破壊同時測定

Non-contact and non-destructive simultaneous measurement of thickness and electrical
properties of ultrathin GaN films on ScAlMgO₄ substrates by THz-TDSE

立命館大理工¹, 立命館大総研², 日邦プレシジョン³

○土田 海渡¹, 藤井 高志^{2,3}, 岩本 敏志³, 荒木 努¹

Ritsumeikan Univ.¹, ROST², NIPPO PRECISION³

○Kaito Tsuchida¹, T. Fujii^{2,3}, T. Iwamoto³, and T. Araki¹

E-mail: re0173kp@ed.ritsumei.ac.jp

ScAlMgO₄ (SAM) は、窒化ガリウム (GaN) の成長用基板として注目されている[1]。我々のグループでは、RF-MBE 法による SAM 基板上への GaN の直接成長に成功している[2]。この GaN 層の我々は膜厚および電気特性を評価するため、テラヘルツ時間領域分光エリプソメトリ (Terahertz Time-Domain Spectroscopic Ellipsometry; THz-TDSE) を用いた非破壊・非接触特性評価手法の開発に取り組んできた。SAM 基板上 GaN は急峻な界面を持ち、モデルとの一致性が高いためサンプルとして最適である。これまでの報告では、特性インピーダンスを用いたモデル (CI モデル) と Fresnel の式を用いたモデル (FR モデル) を組み合わせることで 0.8 μm 程度の SAM 基板上 GaN の電気特性と膜厚の同時推定に成功している[3]。

そこで今回は、より薄い約 0.4 μm の SAM 基板上 GaN の測定についての報告を行う。これまで用いていた FR モデルでは一般的な電気特性評価手法であるホール効果測定との乖離が大きく、正確な解析が困難であった。そこで特性インピーダンスを用いたモデル (CI モデル) による解析を行った。Fig.1 に $\tan\psi$ のフィッティング結果、Table1 にホール効果測定との比較および FR モデルによる解析結果を示す。CI モデルを用いた解析結果として、キャリア密度が $1.80 \times 10^{18} [1/\text{cm}^3]$ 、移動度が $32 [\text{cm}^2/\text{Vs}]$ であった。これらの値を用いて、FR モデルを用いて膜厚をフィッティングパラメータとして推定することで、電気特性と膜厚の同時測定を目指している。さらに、より正確な解析を行うため、ノイズ低減手法についても検討する。

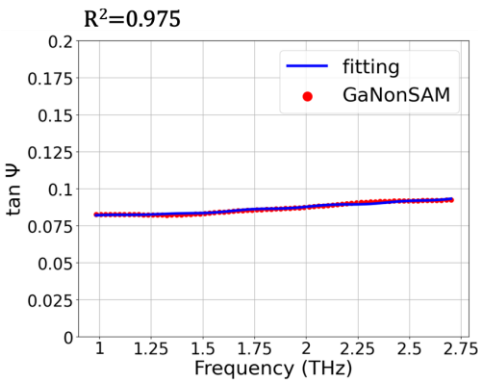


Fig.1 THz-TDSE fitting results for GaN
on 0.4 μm SAM substrate (CI model)

Table 1 Comparison of Resistivity Analysis Results

	Hall effect measurement	THz-TDSE (FR model)	THz-TDSE (CI model)
Resistivity [Ωcm]	9.98×10^{-2}	3.15	1.07×10^{-1}

[1] T. Fukuda *et al.*, J. Cryst. Growth **574**, 126286 (2021).
[2] T. Araki *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 025504 (2023).
[3] H. Watanabe, T. Araki *et al.*, Phys. Status Solidi B **261**, 2400017 (2024).

RF-MBE 法による ScAlMgO₄ 基板上 InGaN 成長条件の検討

Investigation of InGaN Growth Conditions on ScAlMgO₄ Substrate by RF-MBE

立命館大理工¹, R-GIRO², 立命館大総研³ °西村佳晃¹, 中本トラン², 藤井高志³, 荒木努¹

Ritsumeikan Univ.¹, R-GIRO², ROST³, °Y. Nishimura¹, T. Nakamoto², T. Fujii³, and T. Araki¹

E-mail: re0191sx@ed.ritsumei.ac.jp

ScAlMgO₄ (SAM) は In_{0.17}Ga_{0.83}N と格子整合するため、InGaN テンプレートの成長用基板として注目されている[1]。しかし、MOVPE や HVPE の場合、NH₃・高温環境下であることから SAM 基板構成元素の固相拡散や脱離が成長層に影響するため、バッファ層による対策が必要である[2]。一方で、RF-MBE 法を用いれば比較的低温かつ超高真空下で成長を行うことが可能なため SAM 基板上に GaN[3]および InGaN[4, 5]を直接成長させることができる。しかしながら、SAM 基板上 InGaN 成長の課題としては、格子不整合が小さいにも関わらず貫通転位密度は 10¹⁰/cm² 台であることや In 組成の精密な制御が困難であることが挙げられ、成長温度、III/V 比、In 組成などのさらなる最適化が必要である。そこで、今回はメタルリッチ条件下での In フラックス量の変化が InGaN 成長にどのような影響を及ぼすかの検討を行った。

10 mm 角の c 面 SAM 基板上に InGaN を 60 分間成長した。成長温度について、事前検討結果より、600°C 成長では InGaN への In 取り込みが不十分であったため、550°C で行った。N₂ 流量 1.0 sccm、プラズマパワー 260 W で生成した N プラズマに対するストイキオメトリ条件を GaN 成長から推定した。In 組成 17% の InGaN 成長を想定して、Ga フラックスを 2.2×10⁻⁷ Torr と固定し、flux (Ga+In) > flux (N*) のメタルリッチ条件において、In フラックスを 2.0~3.0×10⁻⁷ Torr の範囲で変化させて実験を行った。成長した InGaN の評価は、SEM、XRD で行った。

Fig. 1 に In フラックス 2.0、2.5、3.0×10⁻⁷ Torr で成長した InGaN の表面モフォロジーを、Fig. 2 に XRD 2θ-ω 測定結果を示す。In フラックス 2.0×10⁻⁷ Torr および 2.5×10⁻⁷ Torr で成長した InGaN 表面には In ドロップレットに起因する成長の痕跡が見られたが、SEM 像では In ドロップレットは確認されず、また XRD 結果からも In ドロップレットのピークは現れていなかった。一方、XRD から見積もられた InGaN の In 組成は約 1% 程度であったことから In がほとんど取り込まれていないことがわかった。In フラックス 3.0×10⁻⁷ Torr で成長した InGaN では、表面に In ドロップレットが明瞭に観察され、XRD においてもその存在が示されている。またこの条件では、In 組成約 9% の InGaN が成長しているが、InGaN からの回折ピークはブロードで組成揺らぎの存在が示唆された。

謝辞 SAM 基板は(株)福田結晶技術研究所よりご提供いただいた。本研究の一部は、科研費基盤研究(B) (24K01366) の支援を受けて行われた。

[1] T. Ozaki *et al.*, Appl. Phys. Express **12**, 011007 (2019). [2] R. Takahashi *et al.*, Appl. Phys. Lett. **120**, 142102 (2022). [3] T. Araki *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 025504 (2023). [4] Y. Kubo *et al.*, Phys. Status Solidi B **261**, 2400014 (2024). [5] 出浦桃子他、日本結晶成長学会誌 51-2-07 (2024)

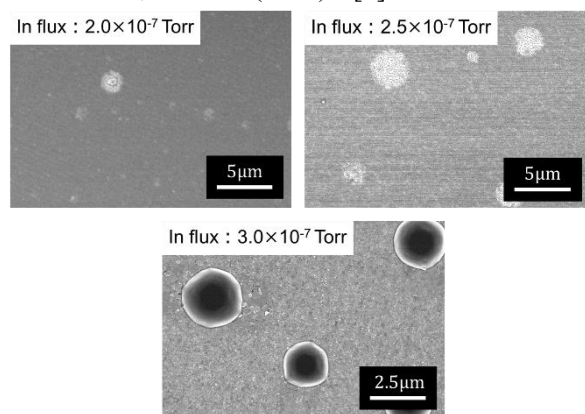


Fig. 1 SEM images of InGaN grown with different In fluxes.

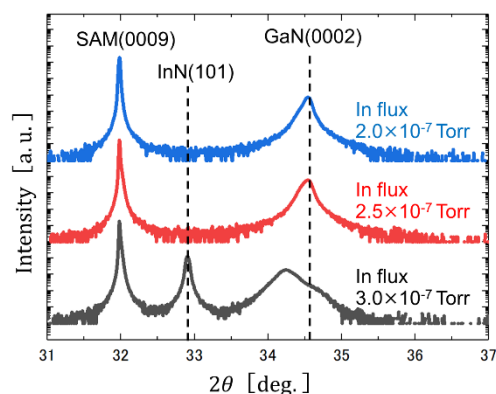


Fig. 2 XRD 2θ-ω profiles of InGaN grown with different In fluxes.

Lu 置換型 ScAlMgO₄ 基板上スパッタ成長 GaInN の結晶性評価Evaluation of crystallinity of sputtered GaInN on Lu—substituted ScAlMgO₄ substrate

○(M1) 深水直斗¹、伊藤涼太郎¹、坂本龍星¹、木下実乃里¹、榊原愛¹、石本聖治²、
西村政哉²、鈴木敦志²、岩谷素顕¹、竹内哲也¹、上山智¹、松倉誠³、小島孝広³、藤田篤史⁴、
依田文徳⁴、伊井詩織⁴

1:名城大学, 2:E&E エボリューション (株) , 3: (株) オキサイド, 4: 芝浦メカトロニクス (株)

○N. Fukami, R. Ito¹, R. Sakamoto¹, M. Kinoshita¹, A. Sakakibara¹, S. Ishimoto², S.
Nishimura², A. Suzuki², M. Iwaya¹, T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Matsukura³, T. Kojima³,
A. Fujita⁴, F. Yoda⁴, S. Ii⁴

1: Meijo Univ. 2: E&E Evolution Ltd. 3: OXIDE Corp. 4: Shibaura Mechatronics Co.

E-mail: 243428039@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】Ⅲ族窒化物半導体で高効率な赤色 LED を実現するには、量子閉じ込めシュタルク効果による外部量子効率の低下の影響を小さくすることが重要である。そのためには、多重量子井戸 (MQW) 層と下地の圧縮歪みの低減が必要で、高 In 組成かつ高品質な GaInN 下地層の成長が重要である。従来は Ga_{0.85}In_{0.15}N と格子整合する ScAlMgO₄ (SAM) 基板上に、スパッタ法で GaInN を成長させてきた。前回の春季学会で報告した SAM 基板上の Ga_{0.88}In_{0.12}N は、結晶性は良好だが表面は粗く、赤色 MQW のテンプレートとしては不十分だった。そこで本研究では、面内格子定数が大きい Ga_{0.77}In_{0.23}N と格子整合する Lu 置換型 ScAlMgO₄ 基板 (以下、格子制御 SAM 基板) を導入し、同基板上に成長した Ga_{0.83}In_{0.17}N の結晶性と表面平坦性について評価した結果を報告する。

【実験方法】本検討では、格子制御 SAM 基板上に、後窒化スパッタ法^[1]を用いて Ga_{0.83}In_{0.17}N 薄膜 (膜厚 500 nm) を成長した。成長にはセラミック GaN ターゲットおよび In メタルターゲットを用い、成長温度は 600 °C とした。スパッタ法は一般的な MOVPE 法に比べて 100 °C 以上低温で成膜が可能であり、この低温成長により相分離の抑制と結晶性の向上が期待される。

【実験結果】Fig. 1 に、後窒化スパッタ法により成膜した GaInN の XRC(0002) スペクトルを示す。半値幅は、従来の SAM 基板上では 170 arcsec であったのに対し、格子制御 SAM 基板上では 220 arcsec とやや広がっており、結晶性はやや低下した。一方、表面粗さ (RMS 値) に着目すると、SAM 基板上では 1.5 nm であったのに対し、格子制御 SAM 基板上では 0.2 nm と大幅に改善されており、格子制御 SAM 基板の方が優れた表面平坦性を示している。Fig. 2 には、両基板上にスパッタ成長した資料の AFM 像を示す。格子制御 SAM 基板では高さが 0.3 nm 程度のステップ構造が明瞭に観察され、ステップフロー成長が部分的に実現していると考えられる。一方、SAM 基板ではステップ構造は観察されず、ステップフロー成長ほとんど生じていないことが示唆される。以上の結果から、結晶性にはやや課題が残るものの、格子制御 SAM 基板は赤色 MQW のテンプレートとして有望であると期待される。

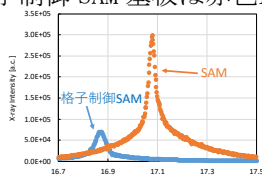


Fig. 1 XRC(0002)

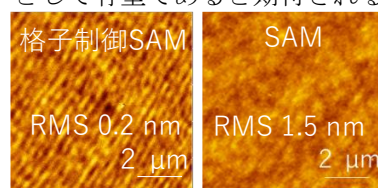


Fig. 2 AFM images of sputtered sample

【謝辞】本研究の一部は JST-A-STEP (JPMJTR201D)、NEDO 先導研究、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304) の援助により実施した。

<引用> [1] 依田文徳、他、「後窒化型スパッタ装置を用いた GaN 薄膜の評価」、第 71 回応用物理学会春季学術講演会、25a-21c-10、上智大学、2024. 3. 25.

格子制御 ScAlMgO₄ 基板上スパッタ GaInN への MQW 成長MQW growth on sputtered GaInN on lattice-controlled ScAlMgO₄ substrate

○(M2) 伊藤涼太郎¹, 坂本龍星¹, 深水直斗¹, 木下実乃里¹, 榊原愛¹, 石本聖治²,
西村政哉², 鈴木敦志², 岩谷素顕¹, 竹内哲也¹, 上山智¹, 松倉誠³, 小島孝広³, 藤田篤史⁴,
依田文徳⁴, 伊井詩織⁴

1:名城大学, 2:E&E エボリューション (株), 3:(株) オキサイド, 4:芝浦メカトロニクス (株)

○R. Ito¹, R. Sakamoto¹, N. Hukami¹, M. Kinoshita¹, A. Sakakibara¹, S. Ishimoto²,
S. Nishimura², A. Suzuki², M. Iwaya¹, T. Takeuchi¹, S. Kamiyama¹, M. Matsukura³,
T. Kojima³, A. Fujita⁴, F. Yoda⁴, S. Ii⁴

1: Meijo Univ. 2: E&E Evolution Ltd. 3: OXIDE Corp. 4: Shibaura Mechatronics Co.

E-mail: 243428006@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】 ScAlMgO₄ (SAM) 基板は Ga_{0.85}In_{0.15}N と格子整合し、高 InN モル分率の井戸層を持つ赤色 MQW の圧縮歪を減少し、量子閉じ込めシュタルク効果による外部量子効率の長波長化に伴う低下を回避できる可能性がある。この SAM 基板の Sc サイトの一部を Lu 置換して Ga_{0.78}In_{0.22}N と格子整合し、SAM 基板より更に外部量子効率の向上に期待できる格子制御 SAM 基板を用いた研究を進めている。しかし、基板上に従来 MOVPE 法で成長した MQW 下地層は相分離により平坦性が低く直上の MQW も平坦性が悪化し結晶性の低下が課題であった。本研究では格子制御 SAM 基板上の下地層に平坦性が良好なスパッタ膜を採用し、下地層直上に MQW を成長してその効果を検証した。

【実験方法】 Fig. 1 に示す格子制御 SAM 基板上にスパッタ法で成膜した n-GaInN 下地層を 500 nm を用いた試料と、比較として SAM 基板上に従来構造の MOVPE 法で Al_{0.68}In_{0.32}N バッファ層 50 nm、n-Ga_{0.85}In_{0.15}N 下地層 200 nm を成長し用いた試料を作製した。下地層直上からは各試料 MOVPE 法で従来構造と同条件の MQW 活性層 5 周期、u-GaN スペーサ層 10 nm を成長した。試料は波長 405 nm 半導体レーザーを励起光源とし室温での PL 測定と AFM 測定で表面平坦性の評価を行った。

【実験結果】 Fig. 2 に格子制御 SAM と SAM 基板上の n-GaInN 及び u-GaN まで成長した試料の AFM 像、Fig. 3 に作製した試料の PL スペクトルを示す。n-GaInN までの平坦性は格子制御 SAM 基板上の方が RMS 値 0.2 nm と良好だが u-GaN まで成長後は 22 nm と従来構造より平坦性が悪化した。これはスパッタ膜の成膜温度 600 °C に対し MQW のバリア層が 800 °C と高温で成長したため熱的影響によりスパッタ膜が分解され平坦性が悪化したと考える。また、格子制御 SAM 基板上の試料の PL 強度は従来構造の約 3 倍高い。これは表面平坦性が従来構造より劣ることによる光取り出し効率の増加が原因と考える。励起光強度も約 3 倍であるため光取り出し効率を同程度と仮定すると、内部量子効率は従来構造と同等と推定される。しかし、発光波長は従来構造より短波長側にシフトしていることから、波長を揃えた際にどの程度効率が下がるか不明であり、比較を行うには現状不十分である。このためスパッタ膜上での MQW の結晶性の向上と、発光波長を従来構造に揃え再比較を行うには成長温度等をスパッタ膜上に適した条件に改善する必要がある。

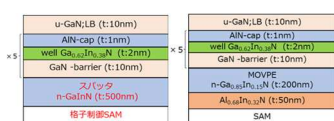


Fig. 1 Sample structure

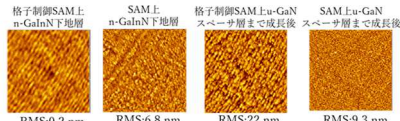
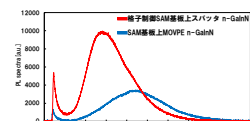
Fig. 2 AFM image (10×10 μm²)

Fig. 3 PL spectra

【謝辞】 本研究の一部は JST-A-STEP (JPMJTR201D)、NEDO 先導研究、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304) の援助により実施した。

ScAlMgO₄ 基板上赤色 LED のための n-GaInN 成長に関する検討

Investigation of n-GaInN growth in nitride-based red LEDs on ScAlMgO₄ substrate

○(M1) 榊原愛¹, (M2) 伊藤遼太郎¹, (M2) 坂本龍星¹, (M2) 深水直斗¹, (M1) 木下実乃里¹

石本聖治², 鈴木敦志², 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹

1:名城大学, 2:E&E エボリューション(株)

°A.Sakakibara¹, R.Ito¹, R.Sakamoto¹, N.Hukami¹, M.Kinoshita¹

S.Ishimoto², A.Suzuki², S.Kamiyama¹, T.Takeuchi¹, M.Iwaya¹, M.Matsukura³, T.Kojima³

1:Meijo Univ, 2:E&E Evolution Ltd.

E-mail:253428016@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】窒化物半導体を用いた LED では、発光波長が長くなるにつれて外部量子効率が低下するという課題がある。そこで本研究グループでは、Ga_{0.85}In_{0.15}N と格子整合する ScAlMgO₄ (SAM) 基板を用いた研究を行っている。SAM 基板を用いることで、高 InN モル分率赤色多重量子井戸 (MQW) における圧縮歪を低減でき、長波長化に伴う外部量子効率の低下を抑制する効果が期待される。本研究では、下地層の平坦性向上を目的とした事前調査として、SAM 基板と格子整合する GaInN 下地層の成長温度が、GaInN の結晶性および表面状態に及ぼす影響を検討した。

【実験方法】SAM 基板上に、有機金属気相成長法 (MOVPE) を用いて GaInN の単層膜を成長した。GaInN の膜厚はすべて約 50 nm に統一し、TMG および TMI の流量をそれぞれ 96.8 および 76.0 μmol/min で固定した上で、成長温度を変化させた 5 種類のサンプルを作製した。各サンプルについて、XRD により InN モル分率を測定し、成長温度に対する InN モル分率依存性を調査し、SAM 基板と格子整合する GaInN の最適成長温度を導出した。また、GaInN 表面の平坦性に与える影響についても評価を行った。

【実験結果】Fig.1 に、SAM 基板上に成長した GaInN 層の InN モル分率と成長温度の関係を示す。今回の結果より、SAM 基板と格子整合する InN モル分率 (15%) が得られる成長温度は 825°C であることが判明した。Fig.2 には、InN モル分率に対する表面粗さ (RMS 値) の変化を示す。InN モル分率が増加するほど表面平坦性は向上した。なお、InN モル分率が 15% を超えると格子不整合による平坦性の悪化が懸念されるが、今回の結果では、低温成長による影響により、平坦性の劣化は明確には見られなかった。Fig.3 には、825°C で成長させた GaInN 単層膜の膜厚を 50 nm および 500 nm とした場合の AFM 像と CL 像を示す。CL 像はパノクロマティック像であり、発光強度の分布を示している。RMS 値は膜厚の増加に伴い約 15 倍に増加し、CL 像においても 500 nm 試料では発光・非発光領域のコントラストが顕著に現れた。これらの結果から、赤色 LED の下地層として一般に用いられている膜厚である 500 nm では、表面平坦性の悪化が生じることが確認された。この原因として、高温成長に伴う In の脱離による相分離が考えられる。したがって、より低温での成長により相分離を抑制し、表面平坦性の向上が期待される。

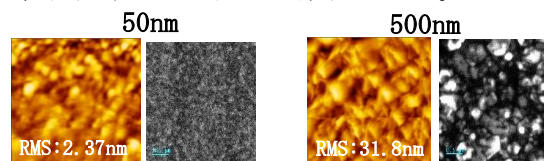
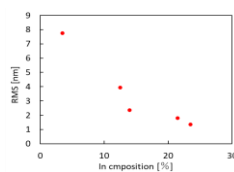
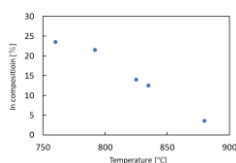


Fig.1 Temperature dependence of In composition

Fig.2 RMS

Fig.3 AFM image (5×5 μm²) & CL image

【謝辞】本研究の一部は JST-A-STEP (JPMJTR201D)、NEDO 先導研究、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304) の援助により実施した。

ScAlMgO₄ 基板上 GaInN 系赤色 PEDOT-LED における EBL 組成の最適化

Optimization of EBL composition in GaInN-based red PEDOT-LEDs on ScAlMgO₄ substrates

○(M2) 坂本龍星¹, (M2) 伊藤涼太郎¹, (M2) 深水直斗¹ (M1) 木下実乃里¹, (M1) 榊原愛¹,
上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹, 鈴木敦志², 石本聖治², 松山絵美²

1: 名城大学、2: E&E エボリューション (株)

○R. Sakamoto¹, R. Ito¹, N. Fukami¹, M. Kinoshita¹, A. Sakakibara¹,

S. Kamiyama¹, T. Takeuchi¹, M. Iwaya¹, A. Suzuki², S. Ishimoto², E. Matsuyama²

1: Meijo Univ. 2: E&E Evolution Ltd.

E-mail: 243428020@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】窒化物系 LED では長波長化するほど外部量子効率が低下する。この一因として、長波長 MQW が熱的に不安定であり、p-GaN 成長時の熱的負荷によって劣化してしまうことが挙げられる。そのため本研究では、p-GaN を PEDOT:PSS に置き換えた PEDOT-LED 構造を検討した。加えて、ScAlMgO₄(SAM)基板は Ga_{0.83}In_{0.17}N と格子整合することから、赤色 MQW の圧縮ひずみを大幅に緩和できる利点がある。そこで、PEDOT:PSS を正孔輸送層とした SAM 基板上 GaInN 系赤色 LED を作製した。この構造では p-AlGaInN-EBL のみで電子電流を閉じ込める必要がある。同時に正孔電流は MQW へ注入しなければならない。本研究では赤色 LED において p-AlGaInN-EBL 組成がデバイス特性に与える影響を調査し、電子電流の閉じ込めに最適な組成を目指した。

【実験方法】SAM 基板上に MOVPE 法により AlInN バッファー層、n-GaInN 下地層、MQW 活性層、u-GaN スペーサー層、p-AlGaInN 層を成長させた。EBL 組成が異なるものを使用し、気相比で Al_{0.15}Ga_{0.71}In_{0.14}N と Al_{0.46}Ga_{0.45}In_{0.09}N を作製した。その上から、スピンコート法によって PEDOT:PSS を塗布し、LED デバイスを作製した。Fig.1 に作製したデバイス構造図、Fig.2 に素子の顕微鏡写真を示す。また、プローバにより電気的特性の評価を行った。

【実験結果】Fig.3 に I-V 測定の結果を示す。両サンプルとも電流注入によって発光を確認することができなかった。しかし、Fig.3 に示されるように、EBL の AlN モル分率を増加させることで、1.6 V での立ち上がり電圧が確認され、良好な正孔電流の注入が可能であると考えられる。一方で、発光が得られなかった要因としては、依然としてキャリア注入効率が低いことに加え、活性層における内部量子効率の低さが考えられる。今後は発光抑制の要因解析を進めるとともに、EBL の最適化と、p-GaN を用いた SAM 基板上赤色 LED との比較を行う。

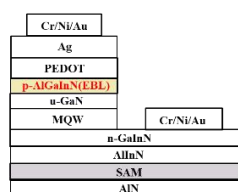


Fig 1. LED Structure

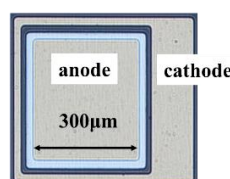


Fig 2. Micrograph of the device

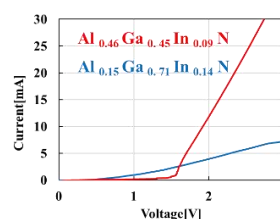


Fig 3. I-V characteristic

【謝辞】本研究の一部は JST-A-STEP (JPMJTR201D)、NEDO 先導研究、および科学研究費補助金基盤研究 A (22H00304) の援助により実施した。

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.5 Group IV crystals and alloys

[8a-N401-1~12] 15.5 Group IV crystals and alloys

[8a-N401-1]

DFT study on formation energy of SiSn, GeSn, and SiGe crystals (I)

Investigation of stable atomic configuration covering all independent configurations -

○Kouji Sueoka¹, Hibiki Bekku², Yusuke Noda³ (1.Okayama Pref. Univ., 2.Grad. School of Okayama Pref. Univ., 3.Kyushu Inst. of Technology)

[8a-N401-2]

DFT study on formation energy of SiSn, GeSn, and SiGe crystals (II)

- Searching for stable structures by using genetic algorithm -

○Hibiki Bekku¹, Koji Sueoka², Yusuke Noda³ (1.Grad. Sch. Comput. Sci. Syst. Eng., Okayama Pref. Univ., 2.Fac. Comput. Sci. Syst. Eng., Okayama Pref. Univ., 3.Kyushu Inst. Technol.)

[8a-N401-3]

Nucleus formation of Ge, Si by the core electron excitation and atom migration

○Naoto Matsuo¹, Akira Heya¹, Koji Sumitomo¹, Kazushige Yamana¹, Tetsuo Tabei² (1.Univ. Hyogo, 2.Hiroshima Univ.)

[8a-N401-4]

Rapid formation of GeH layers on Ge/Si(111) at room temperature

○Kaito Nakajima¹, Atsuki Nakayama¹, Wei-Chen Wen², Yuji Yamamoto², Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Osamu Nakatsuka^{1,3}, Masaaki Araidai^{1,3}, Masashi Kurosawa¹ (1.Nagoya Univ., 2.IHP - Leibniz Institute for High Performance Microelectronics, 3.IMaSS)

[8a-N401-5]

Effect of Al and Al₂O₃ layers on the selective area growth of GeS thin films

○Qinqiang Zhang¹, Ryo Matsumura¹, Naoki Fukata^{1,2} (1.NIMS, 2.Univ. of Tsukuba)

[8a-N401-6]

The Effect of Substrate Temperature during Hydrogen Plasma Exposure on Au on Growth of Vertically Oriented Ge Wires on Quartz Substrate

○Mihaeru Uematsu¹, Shin-ichi Kobayashi¹ (1.Tokyo Polytechnic Univ.)

[8a-N401-7]

Si Incorporation into High-Speed CWLA-Grown Ge Thin Films for Wavelength Control of Light Emission

○YUTA GOTO^{1,2}, Matsumura Ryo¹, Fukata Naoki^{1,2} (1.NIMS, 2.Univ. of Tsukuba)

[8a-N401-8]

Development of a film formation process of Ge_{1-x}Sn_x solid solutions with a high Sn composition through melting and non-equilibrium solidification via pulsed laser annealing

○(M1)Yusuke Suzuki¹, Ryoji Katsube¹, Yuki Imai¹, Shota Suzuki², Hideaki Minamiyama², Marwan Dhamrin^{2,3}, Shigehisa Shibayama¹, Osamu Nakatsuka^{1,4}, Noritaka Usami^{1,4,5} (1.Nagoya Univ., 2.Toyo Aluminium K.K., 3.Osaka Univ., 4.IMaSS, 5.InFuSS Nagoya Univ.)

[8a-N401-9]

Thermoelectric Performance of Polycrystalline Mg₂SiGeSn Thin Films

○(M1)Takenori Nakajima¹, Takamitsu Ishiyama¹, Shintaro Maeda¹, Takashi Suemasu¹, Kaoru Toko¹ (1.Univ. of Tsukuba)

[8a-N401-10]

Solid phase crystallization of P-doped Si films on high-resistivity Si(001) substrates

○Yuki Kimura¹, Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Yasuyoshi Kurokawa^{1,2}, Noritaka Usami^{1,2,3}, Osamu Nakatsuka^{1,3}, Masashi Kurosawa¹ (1.Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 2.InFuS, Nagoya Univ., 3.IMaSS, Nagoya Univ.)

[8a-N401-11]

Development of large-area SiGe/Si substrates using screen printing

○Ryo Nakao¹, Shota Suzuki¹, Moeko matsubara¹, Hideaki Minamiyama¹, Marwan Dhamrin² (1.Toyo Aluminium K.K., 2.Osaka Univ.)

[8a-N401-12]

Solid phase crystallization of amorphous Ge thin film on MgO/SiO₂ thin film

○(B)Naoto Mitsunaga¹, Haruki Ezaki¹, Haruki Yamada¹, Yuji Fuchiwaki¹, Kenichiro Takakura¹, Taizoh Sadoh², Isao Tsunoda¹ (1.NIT, Kumamoto College, 2.Kyushu Univ.)

SiSn, GeSn, SiGe混晶半導体の形成エネルギーに関する第一原理計算(I)

- 独立な原子配置を網羅した安定構造の探索 -

DFT study on formation energy of SiSn, GeSn, and SiGe crystals (I)

- Investigation of stable atomic configuration covering all independent configurations -

¹岡山県立大情報工, ²岡山県立大院情報系工, ³九工大院情報工

○末岡浩治¹, 別宮響², 野田祐輔³

¹Dept. of Communication Engineering, Okayama Prefectural University,

²Graduate School of Computer Science and Systems Engineering, Okayama Prefectural University,

³Department of Physics and Information Technology, Kyushu Institute of Technology

○K. Sueoka¹, H. Bekku², and Y. Noda³

E-mail: sueoka@c.oka-pu.ac.jp

電子デバイスや光デバイスの材料として注目されている IV 族混晶半導体について, 安定な原子配置に関する実験[1-3]と理論計算[3-6]が活発に行われている. 本研究では第一原理計算を用い, SiSn, GeSn, SiGe 混晶半導体について, 独立な原子配置を網羅して形成エネルギーを計算することにより, 安定構造を探索した.

計算に用いた m 原子のモデルを表 1 に整理する. 慣用単位胞を $2\times2\times2$ 倍した Si (Ge) の 64 原子モデルと基本単位胞を $2\times2\times2$ 倍した Si (Ge) の 16 原子モデルを用意し, その置換位置に Sn 原子または Ge 原子を n 個導入した. 64 原子モデルには 9 つの独立な近接サイトが存在し, 16 原子モデルには 4 つの独立な近接サイトが存在する. 独立な原子配置の数も表中に示している.

Si の 64 原子モデルの中心サイト#0 に Sn を配置すると, 図 1 に示すように, 他の Sn 原子はとくにサイト#3, #6 および#9 で安定となり, サイト#1, #2, #5 および#8 で不安定となる. これはサイト#0 に配置した Sn 原子の圧縮歪みがサイト#1, #2, #5, #8 を伝搬するためである. Ge 中の Sn 原子についても, Si 中の場合と同様の傾向を示した. 一方, サイト#0 に Ge を配置した場合, 他の Ge 原子は最近接のサイト#1 で最安定となり, それ以外のサイトでは Sn の場合と同様の傾向を示した.

SiSn と GeSn について, Sn 濃度が 3.12%~50.0%の範囲で最安定な原子配置は同一であった. とくに, Sn 原子 50%における最安定構造は閃亜鉛鉱型 (ZB) 構造ではなく, 図 2 に示すような, 特定の(111)面内の 3 つの Si-Sn (Ge-Sn) 結合が ZB 型であり, それに垂直な<111>方向の結合が Sn-Sn と Si-Si (Ge-Ge) が交互に繰り返す構造になっていた. SiSn と GeSn の顕著な違いは, 37.5%と 50%の Sn 濃度において, Sn-Sn を含む安定した構造が SiSn の方により多く存在することである. なお, SiGe について, 4.68%の Ge 濃度では Ge-Ge-Ge 構造が最安定であるが, 6.24%濃度では Ge-Ge 構造が 2 個ずつ分散した構造が最安定であることなどもわかった.

表 1 計算に用いたモデルのリスト

m	n	mC_n	独立な配置数	組成 (%)
64	2	49	9	3.12
	3	41664	49	4.68
	4	635376	566	6.24
16	2	120	4	12.5
	4	1820	19	25.0
	6	8008	50	57.5
	8	12870	74	50.0

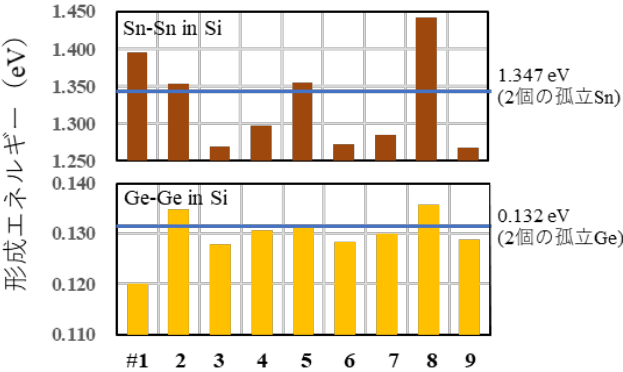


図 1 Si 中の Sn-Sn, Ge-Ge の形成エネルギーの配置依存性

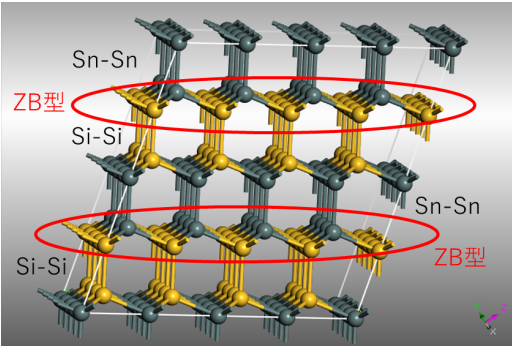


図 2 Si_{0.5}Sn_{0.5} の最安定構造

【参考文献】

1. Shibayama *et al.*, *APEX* **17** (2024) 115503. 2. Ishizuka *et al.*, *ECS Transactions* **114** (2024) 225.
3. 並木他, 第72回応物春季学術講演会 (2025) 15p-K501-8. 4. Matsutani *et al.*, *PSS(C)* **11** (2014) 1718.
5. Bekku *et al.*, *MSSP* **182** (2024) 108727. 6. 野田他, 計算力学講演会講演論文集 (2024) 37巻.

【謝辞】

本研究の一部はJST-CREST (課題番号: JPMJCR21C2) の助成を受けた.

SiSn, GeSn, SiGe 混晶半導体の形成エネルギーに関する第一原理計算(II) - 遺伝的アルゴリズムを用いた安定構造探索 -

DFT study on formation energy of SiSn, GeSn, and SiGe crystals (II)

- Searching for stable structures by using genetic algorithm -

岡山県大院情報系工¹, 岡山県立大情報工², 九工大院情報工³

○(D1)別宮 響¹, 末岡 浩治², 野田 祐輔³

Graduate School of Computer Science and Systems Engineering, Okayama Prefectural University¹,

Dept. of Communication Engineering, Okayama Prefectural University²,

Department of Physics and Information Technology, Kyushu Institute of Technology³,

○Hibiki Bekku¹, Koji Sueoka², Yusuke Noda³

E-mail: h.bekku1@gmail.com

合金化によるバンドギャップエンジニアリングや環境負荷の観点から、オプトエレクトロニクス分野で IV 族混晶系半導体が注目されており、二元系の SiSn, GeSn, SiGe 混晶半導体に関する研究が理論、実験ともに活発に行われている[1-3]。本研究では第一原理計算と遺伝的アルゴリズムを併用して形成エネルギーが低い安定な構造を探索し、SiSn, GeSn, SiGe 混晶半導体における安定原子配置の特徴を解析した。

計算にはダイヤモンド構造の Si または Ge の慣用単位胞について、各々を $2 \times 2 \times 2$ 倍した 64 原子モデルを用いた。これらのモデルの置換位置に Ge または Sn を 8, 16, ..., 56 個 (12.5%~87.5%) 導入して、SiSn, GeSn, SiGe 混晶半導体の計算モデルを作成した。また、64 原子モデル内の Si-Si, Ge-Ge, Sn-Sn の位置関係を解析し、探索したすべての構造における第 N 近接の占有率の期待値を算出することにより、各混晶半導体の原子配置について類似性や差異を明らかにした。

解析結果の例を図 1 に示す。ここで、64 原子モデルには第 9~11 近接は含まれないことに注意する。主要な結果として、原子濃度 1:1 の合金において、SiGe は第 1, 7, 12 近接, SiSn は第 3, 4, 6, 7 近接の占有率が高く、これらは Zincblende 型から大きく異なる原子配置を取っていることや、GeSn は第 2, 4, 6, 8, 12 近接の占有率が高く Zincblende 型に近い原子配置を取っていることなどが明らかとなった。

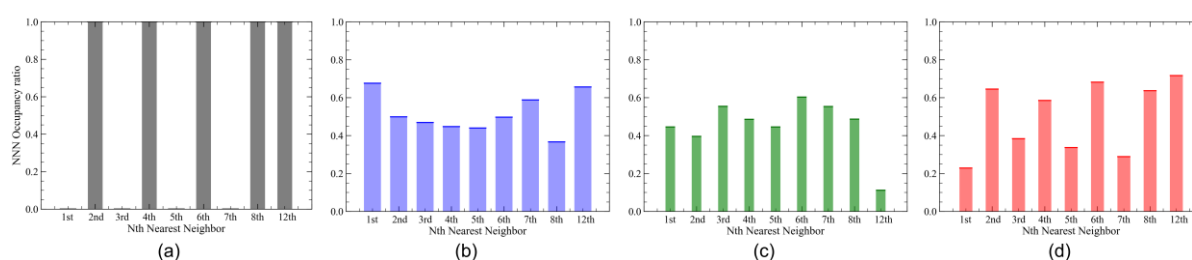


Fig.1 Occupancy ratio of Nth nearest neighbor: (a) Y-Y in Zincblende (Y = Si, Ge, Sn), (b) Si-Si in SiGe, (c) Sn-Sn in SiSn, (d) Ge-Ge in GeSn.

【参考文献】

[1] B. V. Robouch *et al.*, *J. Alloys. Compd.* **831**, 154743 (2020). [2] M. Kurosawa *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **111**, 192106 (2017). [3] B. Cao *et al.*, *ACS Appl. Mater. Interfaces* **12**, 57245–57253 (2020).

【謝辞】

本研究の一部は JST-CREST(課題番号:JPMJCR21C2)の助成を受けた。本研究における計算は名古屋大学スーパーコンピュータ「不老」を利用して実施した。

内殻軌道電子励起・原子移動による Ge, Si の結晶核形成

Nucleus formation of Ge, Si by the core electron excitation and atom migration

兵庫県立大¹ ○松尾 直人¹, 部家 彰¹, 住友 弘二¹, 山名 一成¹

広島大² 田部井 哲夫²

Univ. Hyogo¹, °Naoto Matuo¹, Akira Heya¹, Koji Sumitomo¹, Kazushige Yamana¹

Hiroshima Univ.², Tetsuo Tabei²

E-mail: nmatsuo1953@yahoo.co.jp

高機能 TFT や太陽電池を実現する為に、急速熱結晶化 (RTA)、エキシマ・レーザ (ELA)、YAG レーザ等による結晶化が開発された¹⁾。これらの方法は半導体/基板界面の温度を転移点に上昇させる為、基板を劣化させる事が懸念される。他方、Si 固層エピタキシャル成長において前処理に硬 X 線照射を行い、Si 内殻軌道 (Si1s, Si2s) 電子を励起・原子移動により熱結晶化温度を 20°C 下げた²⁾。我々は界面温度を低下させる方法として軟 X 線照射により内殻軌道 (Ge3d, Ge3p, Si2p) 励起・原子移動による結晶化方法 (Soft X-ray Crystallization, SXC) を提案した³⁾。

アンジュレータ光源を用いた SXC 法に関し、軟 X 線照射中に表面近傍において如何なる現象が起きているのかを調査して核形成に関する知見を得た。具体的には Ge 表面に Au 電極を配置し、軟 X 線照射中に電極間に流れる電流を測定した。

図 1 は電極間電圧が 0.5, 0, -0.5 V において、軟 X 線照射を測定開始後 100-200 秒行った場合のその場電流の測定結果を示す。励起電子濃度、プラズマエネルギーは各々、 $n = 5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 、 $E = 0.28 \text{ eV}$ と求められた。更に、印可電圧 0 V でも電流が流れた事から、軟 X 線照射領域では局所的に光起電力効果を生じたと考えられ、光起電力は $V = 0.38 \text{ eV}$ と求められた。又、軟 X 線照射により光透過率が増加する事⁴⁾、及び照射後屈折率が膜上部で小さくなる事⁵⁾から、軟 X 線照射により表面近傍に疑似結晶核が形成されたと考える。

参考文献

1. 例えば、H.Hamada, H.Abe, and Y.Miyai, Trans. IEICE 84, pp.65-75 (2001).
2. F.Sato, K.Goto, and J.Chikawa, Jpn.J.Appl.Phys., **30**, L.205-L.208 (1991).
3. N.Matsuo, K.Uejukkoku, A.Heya, S.Amano, Y.Takanashi, S.Miyamoto, and T.Mochizuki, Jpn.J.Appl.Phys., **46**, L.1061-L.1063 (2007).
4. A.Heya, Y.Takanashi, S.Amano, N.Matsuo, S.Miyamoto, and T.Mochizuki, Jpn.J.Appl.Phys., **48**, 050208-1-2 (2009).
5. N.Matsuo, N.Isoda, A.Heya, S.Amano, S.Miyamoto, T.Mochizuki, and N.Kawamoto, Material Trans., **51**, pp.1490-1493 (2010).

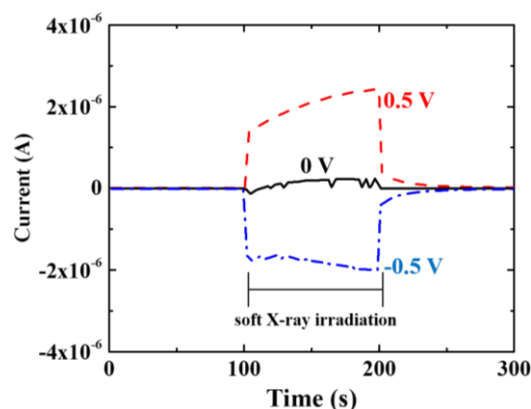


Fig.1 Measured currents at the applied voltages of 0.5, 0, and -0.5V.

室温下での Ge/Si(111)基板上 GeH 薄膜の高速形成

Rapid formation of GeH layers on Ge/Si(111) at room temperature

名大院工¹, IHP – Leibniz Institute for High Performance Microelectronics², 名大未来研³

○中嶋海都¹, 中山敦稀¹, Wei-Chen Wen², 山本裕司²,

柴山茂久¹, 坂下満男¹, 中塚理^{1,3}, 洗平昌晃^{1,3}, 黒澤昌志¹

1. Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ.,

2. IHP – Leibniz Institute for High Performance Microelectronics, 3. IMaSS, Nagoya Univ.

○Kaito Nakajima¹, Atsuki Nakayama¹, Wei-Chen Wen², Yuji Yamamoto²,

Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Osamu Nakatsuka^{1,3},

Masaaki Araidai³, and Masashi Kurosawa¹

E-mail: kurosawa@nagoya-u.jp

[はじめに] 水素修飾ゲルマネン(ゲルマナン; GeH)は, 高い電子移動度 ($2380 \text{ cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$ [1])を示すことが理論的に予測されている. GeH は, 前駆体である層状 CaGe_2 を HCl 溶液に浸漬することで合成されてきたが, 従来法では -40°C 程度の低温下で数日間を要するのが一般的であった[2-7]. この温度条件は, 類似構造をもつ CaSi_2 から SiH を合成する際に, 室温で処理を行うと Si 層状構造が酸化されるとの報告[8]に基づくと考えられる. 本研究では, 室温下での HCl 溶液処理によって, より高速, 簡便に GeH を形成できることを見出したので, その結果について報告する.

[実験方法および結果] Si(111)基板上にCVD法で歪緩和Geバッファ層を形成した後, 分子線エピタキシー法を用いて, Geバッファ層上に CaGe_2 薄膜(膜厚: 20 nm, 基板温度: 570°C)をエピタキシャル成長させた. 続いて, 試料を 27°C の HCl 溶液に浸漬することで, トポケミカル反応 ($\text{CaGe}_2 + 2\text{HCl} \rightarrow 2\text{GeH} + \text{CaCl}_2$) [2]によりGeH薄膜の形成を試みた.

浸漬時間を変化させて得られた試料の結晶構造をX線回折(XRD)法により評価した結果をFig. 1に示す. 浸漬前の CaGe_2 薄膜では, $2\theta = 17.35^\circ$ および 35.14° にそれぞれ2H- CaGe_2 002および004に帰属される回折ピークが観測された(Fig. 1(a)). 一方, 浸漬後の試料では, これらのピークは消失し, 低角側にGeH 002に帰属される新たなピークが出現した. 具体的には, 1分間および60分間浸漬の試料では, それぞれ $2\theta = 15.25^\circ$ および 14.54° にGeH 002ピークが確認された(Fig. 1(b), (c)). 本結果から評価されたGeH層間距離はそれぞれ $5.81 \text{ \AA}$ および $6.09 \text{ \AA}$ であり, 浸漬時間の増加に伴い層間距離が拡大する傾向がみられた. また, 6時間浸漬の試料ではGeHのピークが消失し, 長時間の浸漬により積層構造が崩壊する可能性が示唆された.

当日の講演では, 異なる温度条件で形成したGeH薄膜の評価結果についても報告する.

[謝辞] 本研究の一部は, JSPS 科研費 (Nos. 22H05456, 23K17760, 24H00849, 24H00850, and 24H00853) および JST-ASPIRE (No. JPMJAP2413) により実施されました.

[参考文献] [1] M. M. Khatami *et al.*, Phys. Rev. B **104**, 235424 (2021). [2] E. Bianco *et al.*, ACS Nano **7**, 4414 (2013). [3] G. Vogg *et al.*, Adv. Mater. **12**, 1278 (2000). [4] N. D. Cultrara *et al.*, Chem. Mater. **30**, 1335 (2018). [5] M. Itoh *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **61**, SC1048 (2022). [6] K. O. Hara *et al.*, Mater. Sci. Semicond. Proc. **132**, 105928 (2021). [7] Y. Uematsu *et al.*, Appl. Phys. Express **13**, 055503 (2020). [8] S. Yamanaka *et al.*, Mater. Res. Bull. **31**, 307 (1996).

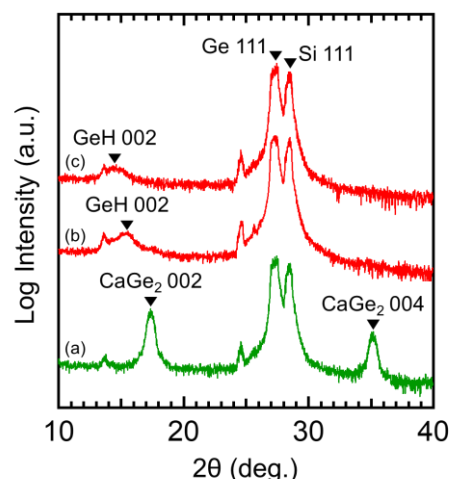


Fig. 1 XRD $2\theta/\omega$ scans of (a) CaGe_2 layers grown on Ge/Si(111) substrates, and GeH layers obtained by immersing CaGe_2 in concentrated aqueous HCl at 27°C for (b) 1 min and (c) 60 min.

GeS 薄膜の選択成長における Al 層および Al₂O₃ 層の影響

Effect of Al and Al₂O₃ layers on the selective area growth of GeS thin films

物質・材料研究機構¹, 筑波大² °張 秦強¹, 松村 亮¹, 深田 直樹^{1, 2}

NIMS¹, Univ. of Tsukuba², °Qinqiang Zhang¹, Ryo Matsumura¹, Naoki Fukata^{1,2}

E-mail: ZHANG.Qinqiang/MATSUMURA.Ryo/FUKATA.Naoki@nims.go.jp

【Background】

Germanium monosulfide (GeS) has been considered as one of the potential 2D layered semiconductors for developing next-generation functional devices [1]. We fabricated GeS field-effect transistors [2] and demonstrated growth behaviors of GeS using Al layer to reduce the formation of bulk-like GeS previously [3]. However, the dominant catalytic effect from Al layer or oxidized Al layer was not clearly understood, which results in the formation of less bulk-like GeS clusters. In this study, we investigated the effects of Al and Al₂O₃ layers on the selective area growth of GeS thin films and their birefringence.

【Experimental methods and results】

Experimental schematics for the selective area growth of GeS thin films are shown in Fig. 1. A 20 nm-thick Al₂O₃

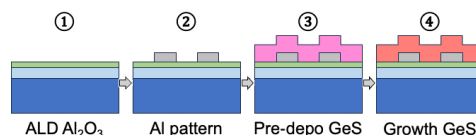


Fig. 1. Schematics for the selective area growth of GeS thin films.

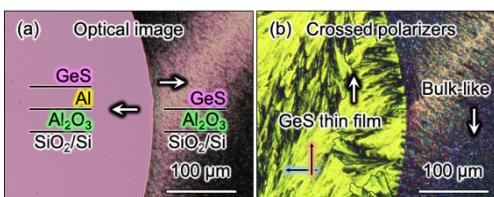


Fig. 2. Effects of Al and Al₂O₃ on the growth of GeS and their birefringence.

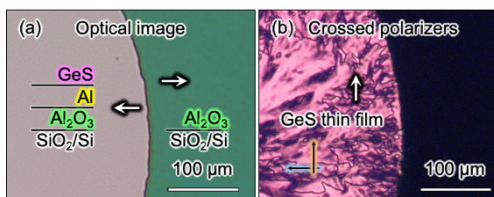


Fig. 3. Selective area behavior of Al and Al₂O₃ in the growth of GeS.

layer was formed by using atomic layer deposition (ALD) method on 300 nm SiO₂/Si substrates. Then, a 10 nm-thick thermal evaporated Al layer was deposited with a physical mask to obtain patterned Al. A horizontal quartz tube with two heating zones was utilized to achieve the selective area growth of GeS thin films using patterned Al. Crystalline behavior of GeS thin films was observed in the area with Al using crossed polarizers in optical microscopy as shown in Fig. 2 [3,4]. The formation of bulk-like GeS clusters was reduced in Al area (left-hand side of Fig. 2a,2b) compared to the area without Al (right-hand side of Fig. 2a,2b). In addition, with longer growth time and reduced growth pressure, only the area with Al shows the crystalline GeS (left-hand side of Fig. 3a,3b). Crystalline feature of GeS was not observed in the area without Al (right-hand side of Fig. 3a,3b). The different colors between Fig. 2b and Fig. 3b are mainly attributed to the thickness of crystalline GeS. Therefore, this selective area behavior in the growth of GeS is likely due to the Al layer, exhibiting a more dominant catalytic effect than the Al₂O₃ layer, as demonstrated in this abstract. The selective area growth of GeS may have the potential for achieving crystalline growth on complex surfaces, such as curved lenses and vertical nanowires.

[1] Sutter E, et al, ACS Nano (13)9352, 2019 [2] Zhang Q, et al, J Mater Chem C (12)18101, 2024 [3] Zhang Q, et al, ACS Appl Nano Mater (8)11046, 2025 [4] Shtukenberg A, et al, Chem Rev (112)1805, 2012

高配向 Ge ワイヤ成長における触媒(Au)の水素プラズマ処理温度の影響

The Effect of Substrate Temperature during Hydrogen Plasma Exposure on Au
on Growth of Vertically Oriented Ge Wires on Quartz Substrate

東京工芸大工, °(M2) 植松 実生, 小林 信一

Tokyo Polytechnic Univ., Mihaeru Uematsu and Shin-ichi Kobayashi

E-mail: m2462001@st.t-kougei.ac.jp

【はじめに】Ge は Si よりも高キャリア移動度・狭バンドギャップという特徴を持ち、Si と物理的・化学的整合性が高いことから、Ge を導入した更なる高速動作素子・高効率太陽電池が期待されている。我々は絶縁基板上の低欠陥 Ge 成長の研究を進めており、石英ガラス基板上に垂直方向に配向する Ge ワイヤを、プラズマ(PE)CVD 法による Au を触媒とした VLS(Vapor-Liquid-Solid)法により実現した[1]。本研究では、垂直方向に配向する Ge ワイヤの密度を高めるため、Ge ワイヤ成長機構の基板温度依存性[2]に続けて Au の水素プラズマ処理温度について検討を進めた。

【実験】真空蒸着法で厚さ 1.4nm の Au 膜を石英ガラス基板上に成膜した後、試料を平行平板型 PECVD 装置に移した。水素プラズマ処理を行った後、GeH₄ ガスを用いた PECVD で Ge 膜を成膜した。励起周波数は 150MHz、基板温度は 300、340℃であり、水素プラズマ処理後は温度を変えて、もしくは変えずに Ge 成膜を行った。水素プラズマ処理は投入電力 250mW/cm²、H₂ ガス流量 10sccm、全圧 16Pa で 10 分間行い、PECVD では投入電力 160mW/cm²、GeH₄ ガス流量 1sccm、H₂ ガス流量 9sccm、全圧 20Pa で成膜時間は 20 分である。成膜した試料は FE-SEM で評価した。

【結果・考察】石英基板上に Ge 膜が成長し、その膜上に Ge ワイヤが成長する[1, 2]。Figure 1 に表面 SEM 写真を示す。基板に垂直なワイヤは白丸、基板に対して斜めのワイヤはテーパー状のワイヤとして観察される。Table 1 にワイヤ密度と配向性を示す。Ge 成長温度(T_{Ge})が 300℃の試料(a), (b)は T_{Ge} が 340℃の試料(c), (d)とくらべワイヤ密度は低いが基板との角度が 45~90°のワイヤの割合は 70%と高い。水素プラズマ処理温度 T_{Au} を 340℃に上げた試料(b)のワイヤ密度は 0.27 μm^{-2} で T_{Au} が 300℃の試料(a) (0.05 μm^{-2})より高くなった。水素プラズマ処理により、Au は凝集し、Au ナノ粒子を形成する。処理温度が高くなると Au の凝集と結晶化が進み、ワイヤ密度が高くなる。

T_{Ge} が 340℃の試料(c), (d)のワイヤ密度は 0.30 μm^{-2} 台であり、低温成長よりもワイヤが多い。成長温度が上がると、Ge は Au に取り込まれやすくなり、ワイヤの核形成が促進されるため、ワイヤが増える。しかし、垂直なワイヤの割合は(c) 30.9、(d) 13.3%と低く、低温成長に比べて配向は悪化する。現在、水素プラズマ処理後の Au の構造変化の詳細について検討を進めている。

【謝辞】本研究の一部は(公財)日本板硝子材料工学助成金の援助を受けて行われた。

【参考文献】

[1] 植松 他、第 85 回応用物理学会秋季学術講演会講演予稿集、18p-P10-1 (2024)
[2] 植松 他、第 72 回応用物理学会春季学術講演会講演予稿集、16p-P07-3 (2025)

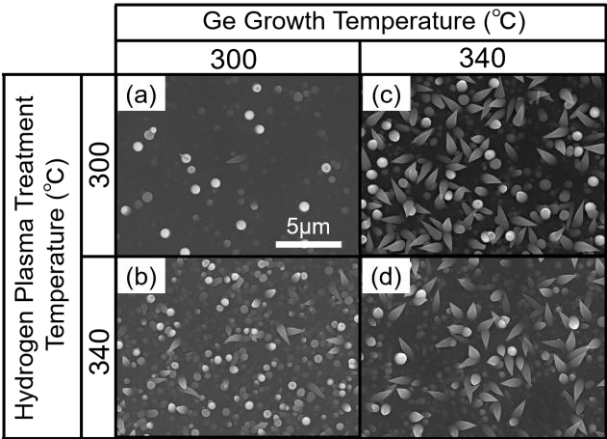


Fig. 1. Top view SEM images of Ge wires.

Table 1. ワイヤ密度と配向性

試料名	ワイヤ密度 (μm^{-2})	基板と45~90°の角度をなす Geワイヤの割合 (%)	基板に垂直なGeワイヤ の割合 (%)
(a)	0.05	78.9	78.9
(b)	0.27	74.3	57.6
(c)	0.39	53.1	30.9
(d)	0.32	49.2	13.3

発光波長制御のための高速 CWLA 成長 Ge 薄膜への Si 添加 Si Incorporation into High-Speed CWLA-Grown Ge Thin Films for Wavelength Control of Light Emission

物質・材料研究機構¹, 筑波大² ○(D1)後藤 雄太^{1,2}, 松村 亮¹, 深田 直樹^{1,2}

NIMS¹, Univ. of Tsukuba², Yuta Goto^{1,2}, Ryo Matsumura¹, Naoki Fukata^{1,2}

E-mail: GOTO.Yuta@nims.go.jp

【背景】

Ge は伸張歪や高濃度 n 型ドーピングにより擬似直接遷移を示すため、発光素子への応用が期待されている。しかし、Sb の固溶度が低いこと ($1.1 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$)、高濃度ドーピングの実現が課題となっていた。これに対し我々は、高速 CW レーザーアニールにより、Ge 薄膜中への固溶度を超える Sb ドーピングと同時に伸張歪を印加し、発光強度の増大を実証した¹。今回は将来的なバンドギャップ制御を視野に、Ge 薄膜中への Si 導入が Sb 活性化や発光特性に与える影響を調査したので報告する。

【実験手法】

洗浄した石英基板上に分子線堆積法を用いて非晶質 $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 膜を 100 nm 堆積した。堆積中に、高濃度 Sb 導入を行った ($\sim 3.2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$)。その後、試料表面に CW レーザー (波長 : 532 nm, スポット径 : $\sim 20 \mu\text{m}$, 出力 : 2000 - 3000 mW) を一次元的にスキャン照射 (速度: 15 m/s) し、結晶化を誘起した。

【結果】

$\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 膜のレーザーアニール後、Ge-Ge フォノンピークは伸張歪により 300.2 cm^{-1} から低波数側へシフトした (Fig. 1)。このシフトは石英基板との線膨張係数差による伸張歪 (296.2 cm^{-1}) の影響を超えており、Sb ドーピングの活性化が示唆された²。薄膜中の電子濃度を Hall 効果測定により求めたところ、Si 組成に関わらずレーザーアニール強度の増大に伴うキャリア活性化が確認され、いずれの組成でも $1.0 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ を超える高い電子濃度を実現した (Fig. 2)。これらの結果は、Si 組成の制御により発光波長を自在に調整できる可能性を示唆している。PL 測定によるこれらの光学特性は当日議論する。

[1] R. H. Saputro et al., *ACS Appl. Electron. Mater.*, **6**, 4297 (2024)

[2] R. Matsumura et al., *ECS J. Solid State Sci. Technol.*, **9**, 063002 (2020)

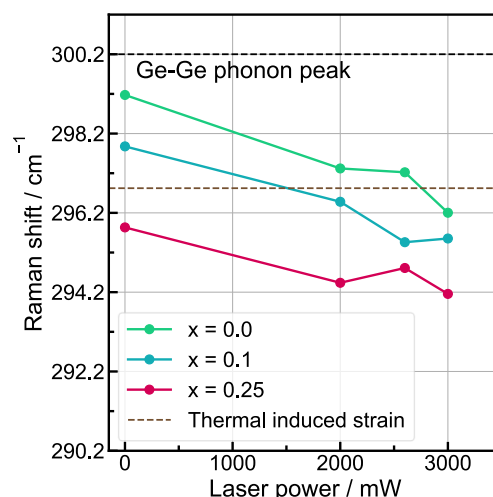


Fig. 1 Raman peak shift as a function of the laser power of Sb-doped $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ thin film.

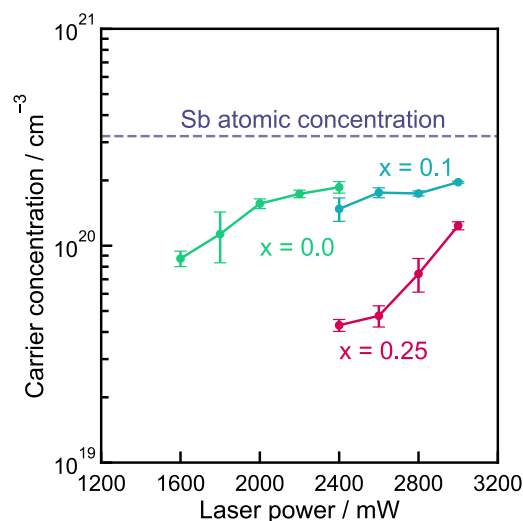


Fig. 2 Carrier density of the Sb-doped $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ as a function of the laser power. The dashed purple line indicates the initial Sb atomic concentration.

パルスレーザーを用いた溶融・非平衡凝固による 高 Sn 組成 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶製膜プロセスの構築

Development of a film formation process of $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ solid solutions with a high Sn composition through melting and non-equilibrium solidification via pulsed laser annealing

¹名大院工, ²東洋アルミ, ³阪大院工, ⁴名大未来研, ⁵名大未来機構

○鈴木 祐介¹, 勝部 涼司¹, 今井 友貴¹, 鈴木 紹太², 南山 偉明², ダムリン マルワン^{2,3},
柴山 茂久¹, 中塚 理^{1,4}, 宇佐美 徳隆^{1,4,5}

¹Grad. Eng. Nagoya Univ., ²Toyo Aluminium K.K., ³Osaka Univ., ⁴IMaSS, ⁵InFuS Nagoya Univ.

○Yusuke Suzuki¹, Ryoji Katsube¹, Yuki Imai², Shota Suzuki³, Hideaki Minamiyama³,
Marwan Dhamrin^{3,4}, Shigehisa Shibayama¹, Osamu Nakatsuka^{1,4}, Noritaka Usami^{1,2,5}

E-mail: suzuki.yusuke.z9@s.mail.nagoya-u.ac.jp

【背景】高 Sn 組成を有する $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶は、IV 族半導体でありながら直接遷移型のバンド構造を有し、高い実効キャリア移動度を示す光学的・電氣的にも魅力的な半導体材料である [1,2]。直接遷移の発現には $\sim 8 \text{ mol\%}$ 以上の Sn 組成が必要であるが [1]、これは平衡固溶限 ($\sim 1 \text{ mol\%}$) よりも高いため、非平衡を実現するプロセスが必要である。我々は、非真空下における非平衡熱処理法であるパルスレーザーアニール (PLA) を応用し、Sn ペースト塗布 Ge 基板の PLA による GeSn 混晶形成に取り組んできた [3]。本研究では、パルスレーザー照射条件と PLA 中の抜熱に着目し、高 Sn 組成 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶連続膜を作製することを目的とした。

【実験方法】 $\text{Ge}(100)$ 基板上に膜厚 $20 \mu\text{m}$ 程度の Sn ペーストをスクリーン印刷した。次に、波長 1064 nm のパルスレーザーを用い、面積 $5 \times 5 \text{ mm}^2$ の領域をスポット径 $\phi = \sim 150 \mu\text{m}$ 、スポット間隔 $\Delta s = 75\text{--}150 \mu\text{m}$ の条件で PLA を行った。なお、その他の条件は繰り返し周波数 $f_{\text{rep}} = 50 \text{ kHz}$ 、パルス幅 $w = 60\text{--}2000 \text{ ns}$ 、パルス回数 $N_p = 1\text{--}10^5$ 、出力 $P = 100\text{--}200 \text{ W}$ とした。また、一部試料には裏面に銅テープを貼り付け、抜熱環境の違いに起因した膜構造の変化を調査した。その後、塩酸中でエッチングすることで表面に残留し $\beta\text{-Sn}$ を除去した。作製した試料に対し、XRD 測定と Raman 分光法により結晶構造解析を行い、SEM-EDS 計測により断面組織と組成分布を分析した。

【結果及び考察】Fig. 1 に $P = 200 \text{ W}$ 、 $N_p = 2\text{--}5 \times 10^5$ 、 $\Delta s = 75 \mu\text{m}$ の条件で PLA 処理した Sn/Ge/銅テープ試料の Raman スペクトルを示す。パルス回数 N_p が大きいほど Raman シフトが低波数側にシフトしており、Sn 組成が高い $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶が形成されたことが示唆される。Fig. 2 に、これらのうち $N_p = 2 \times 10^5$ 、 5×10^5 の条件で作製した試料の断面 SEM 像と EDS マッピングを示す。 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶領域の Sn 組成はそれぞれ、 $N_p = 2 \times 10^5$ の場合 $3.3 \text{ mol\%}$ 、 5×10^5 の場合 $7.8 \text{ mol\%}$ であり、Raman 分光から示唆された通りパルス回数が大きいほど Sn 組成が高いことが明らかになった。特に、 $N_p = 5 \times 10^5$ の条件で作製した試料の Sn 組成は直接遷移化に必要な値に近く、その光学特性評価に興味をもたれる。講演では、光学物性評価の結果や、銅テープの有無による膜構造の変化についても併せて議論する。

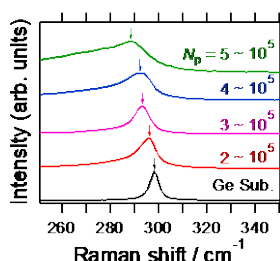


Fig. 1. Raman spectra of the Sn/Ge samples after PLA treatments with varying number of pulse N_p .

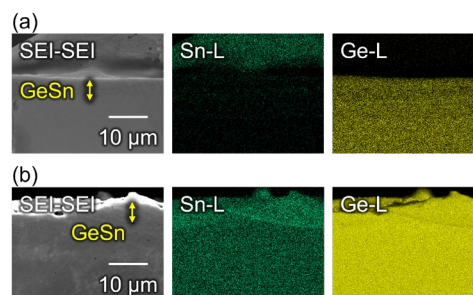


Fig. 2. Cross-sectional SEM image and the corresponding EDS maps of the Sn/Ge samples after PLA with $N_p =$ (a) 2×10^5 and 5×10^5 .

- [1] S. Gupta et al., IEDM Tech Digest (2012), [2] C. Xu et al., Appl. Phys. Lett. 114, 212104 (2019).
[3] 佐藤ら, 第 71 回応用物理学会春季学術講演会, 23p-12K-8 (2024).

多結晶 Mg_2SiGeSn 薄膜の合成と熱電性能評価Thermoelectric Performance of Polycrystalline Mg_2SiGeSn Thin Films

筑波大院 °中島丈範, 石山隆光, 前田真太郎, 末益崇, 都甲薫

Univ. of Tsukuba, °T. Nakajima, T. Ishiyama, S. Maeda, T. Suemasu, and K. Toko

E-mail: s2520314@u.tsukuba.ac.jp

【はじめに】狭ギャップ半導体である Mg_2X ($\text{X} = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Sn}$) は、室温下で比較的大きなゼーベック係数 S を有する環境調和型熱電材料として古くから注目されている[1,2]。しかし、高い熱伝導率 κ が熱電特性向上のボトルネックとなっていた。我々はこれまで多結晶混晶薄膜で κ を低減し、高い熱電特性を実証してきた[3-6]。今回、ガラス基板上への Mg_2SiGeSn の薄膜合成とその熱電特性実証、及びプラスチック基板上への展開を目標とし、研究を行った。

【実験方法】石英ガラス基板上に室温で非晶質 $\text{Mg}_2(\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x)_{1-y}\text{Sn}_y$ ($x, y: 0-1$) を 300 nm スパッタリング堆積した (Fig. 1(a,b))。続いて、Ar 雰囲気中で熱処理を (400 °C, 2 h) 施し、結晶化を誘起した。その後、 θ -2 θ XRD 測定で結晶性を、Hall 効果測定装置で移動度 μ とキャリア密度 n を、熱電特性評価装置 (Fig. 1(c)) で導電率 σ と S を測定した。

【結果・考察】作製した Mg_2Sn , $\text{Mg}_{2.5}\text{Si}$, $\text{Mg}_{0.8}\text{Ge}$, $\text{Mg}_2\text{Si}_{0.02}\text{Ge}_{0.05}\text{Sn}_{0.93}$ について、 θ -2 θ XRD パターンを示す (Fig. 2)。二元混晶試料では、それぞれの Mg_2X ($\text{X} = \text{Si}, \text{Ge}, \text{Sn}$) に起因するピークが確認された。また、 $\text{Mg}_2\text{Si}_{0.02}\text{Ge}_{0.05}\text{Sn}_{0.93}$ 試料では Mg_2Sn のピークより高角へのシフトが確認された。ゆえに、一部の Sn が Si, Ge に格子置換されていることが示唆される。したがって、合金散乱による κ の低減が期待される[7]。続いて、広範囲組成における試料の電気特性及び熱電特性を Fig. 3 に示す。Hall 効果測定より、いずれの試料も n は 10^{19} cm^{-3} オーダーであり、p 型伝導を示すことが判った。これは、Mg 空孔がアクセプター準位を形成するためであり、先行研究の結果と一致している[1]。また、 μ は Sn 組成の増加に応じて向上し、 σ は μ を反映した傾向が得られた。一方で、 S は Sn 組成が小さいほど向上した。 σ と S はトレードオフの関係にあり、半導体物性として典型的な傾向を示した。出力因子 $PF (= \sigma S^2)$ は $\text{Mg}_2\text{Si}_{0.02}\text{Ge}_{0.05}\text{Sn}_{0.93}$ 試料において最大値 $830 \mu\text{W m}^{-1} \text{ K}^{-2}$ を示した。講演当日は、本試料の κ 及び無次元性能指数 $ZT (= PF\kappa^{-1})$ の評価結果や、プラスチック上での特性についても報告する。

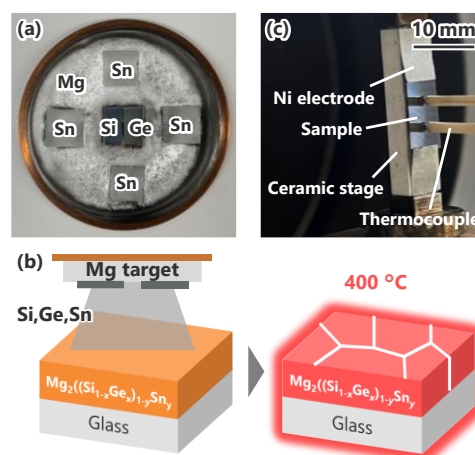


Fig. 1 (a) Photograph of $\text{Mg}_2((\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x)_{1-y}\text{Sn}_y)$ sputtering target. (b) Schematic of $\text{Mg}_2((\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x)_{1-y}\text{Sn}_y)$ synthesis. (c) Photograph of thermoelectric property evaluation.

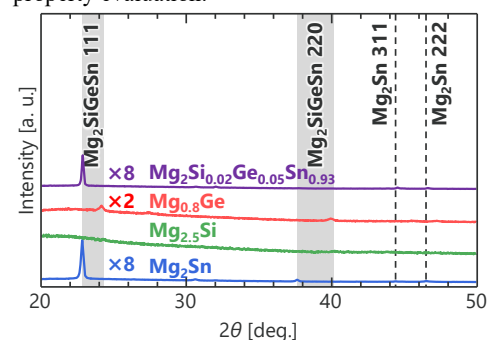


Fig. 2 θ -2 θ XRD patterns for annealed Mg_2Sn , $\text{Mg}_{2.5}\text{Si}$, $\text{Mg}_{0.8}\text{Ge}$ and $\text{Mg}_2\text{Si}_{0.02}\text{Ge}_{0.05}\text{Sn}_{0.93}$ films.

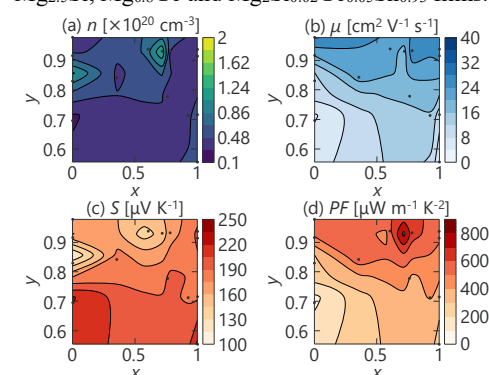


Fig. 3 Electrical and thermoelectric properties of $\text{Mg}_2((\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x)_{1-y}\text{Sn}_y)$ at room temperature. (a) Hole concentration n . (b) Hole mobility μ . (c) Seebeck coefficient S . (d) Power factor PF .

[1] C. Chen *et al.*, ACS Appl. Mater. Inter. **16**, 3520 (2024).[2] Y. Kurokawa *et al.*, Mater. Sci. Semicond. Process. **163**, 107552 (2023).[3] S. Maeda *et al.*, ACS Appl. Mater. Inter. **14**, 54848 (2022).[4] K. Toko *et al.*, Adv. Electron. Mater. **10**, 2400130 (2024).[5] T. Ishiyama *et al.*, APL Mater. **12**, 021119 (2024).[6] T. Ishiyama *et al.*, NPG Asia Mater. **16**, 17 (2024).[7] S. N. Khatami *et al.*, Phys. Rev. Appl. **6**, 014015 (2016).

高抵抗 Si(001)基板上における P ドープ Si 薄膜の固相成長 Solid phase crystallization of P-doped Si films on high-resistivity Si(001) substrates

名大院工¹, 名大未来機構², 名大未来研³

○木村優希¹, 柴山茂久¹, 坂下満男¹, 黒川康良^{1,2,3}, 宇佐美徳隆^{1,2,3}, 中塚理^{1,3},
黒澤昌志¹

1. Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 2.InFuS, Nagoya Univ., 3. IMASS, Nagoya Univ.
○Yuki Kimura¹, Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Yasuyoshi Kurokawa^{1,2},
Noritaka Usami^{1,2,3}, Osamu Nakatsuka^{1,3}, and Masashi Kurosawa¹

E-mail: kurosawa@nagoya-u.jp

[はじめに] 熱電発電は、熱エネルギーを電気エネルギーへと直接変換する技術であり、近年では低温領域での応用も期待されている。基板上薄膜の系では、低温領域で基板から薄膜へのフォノンの侵入に起因したゼーベック係数の増大、いわゆるフォノンドラッグ効果が報告されている。Bi₂Te₃/Al₂O₃基板[1]や LaNiO₃/LaAlO₃基板[2]といった薄膜ヘテロ構造においては、フォノンの侵入長がそれぞれ約 0.1 および 1 nm と非常に短く、デバイス応用の観点からは、更なる侵入長の増大が求められる。そこで本研究では、格子ミスマッチがなく、基板から薄膜へのフォノン侵入がより効果的に生じると期待される Si/Si 基板ホモ接合に着目した。本講演では、高抵抗 Si(001) 基板上において P ドープ Si 薄膜を形成し、その固相成長特性について検討した結果を報告する。

[実験方法および結果] プラズマ化学気相成長法を用いて、高抵抗 FZ-Si(001)基板上に、膜厚および P 濃度の異なるアモルファス Si 薄膜を複数形成した。具体的には、膜厚を 13–214 nm, PH₃/H₂ ガスと SiH₄ ガスの流量比を 0.05–2.5 の範囲で制御した。その後、N₂ 雰囲気中で急速熱処理(RTA)を行い、P ドープ Si 層の結晶化およびドーパントである P の活性化を促進した。

Fig. 1 に代表例として、膜厚 40 nm, PH₃/H₂:SiH₄ 流量比 0.5 の試料についてラマン分光測定を行った結果を示す。熱処理前には、アモルファス Si に由来するブロードなピーク(ピーク位置:480 cm⁻¹, 半値幅:66 cm⁻¹)が観測された。1000 °C, 10 s の RTA により、このピークが消失したことから、アモルファス Si 薄膜の結晶化が示唆された。Hall 効果測定からは n 型伝導が確認された。本講演では、熱処理過程における基板への P 拡散の有無を明らかにするとともに、得られた試料の電気・熱電物性についても議論する予定である。

[謝辞] 本研究の一部は、JSPS 科研費(No. 24H00314), サムコ科学技術振興財団, 東電記念財団, および東京科学大学総合研究院フロンティア材料研究所共同利用研究助成により実施されました。

[参考文献] [1] G. Wang *et al.*, Phys. Rev. Lett. **111**, 046803 (2013). [2] M. Kimura *et al.*, Nano Lett. **21**, 9240 (2021).

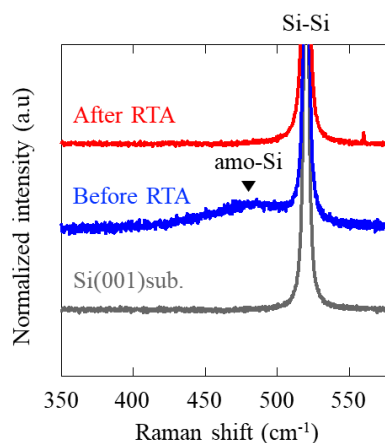


Fig. 1. Raman spectra of P-doped Si films on Si(001) substrates before and after RTA at 1000 °C, 10 s. The spectrum of Si substrate is also shown for comparison.

スクリーン印刷を用いた大面積 SiGe/Si 基板の開発

Development of large-area SiGe/Si substrates using screen printing

東洋アルミニウム株式会社¹, 大阪大学² [○]中尾 凌¹, 鈴木 紹太¹, 松原 萌子¹, 南山 偉明¹,
ダムリン マルワン^{1,2}

Toyo Aluminium K.K.¹, Osaka Univ.², [○]Ryo Nakao¹, Shota Suzuki¹, Moeko Matsubara, Hideaki
Minamiyama¹, Marwan Dhamrin²

E-mail: ryo-nakao@toyal.co.jp

【背景】 シリコンゲルマニウム (SiGe) ベースの半導体デバイスは、その高いキャリア移動度、低消費電力など優れた性能により、次世代の半導体材料として期待されている。しかしながら、Si と Ge は融点が 476°C 離れており、かつ全率固溶体であるため、Ge 含有量が制御された多結晶を含まない良好なバルク品質の SiGe 単結晶を実現することは非常に困難である。一般的な単結晶 SiGe 層の形成手法は、CVD や MBE などが挙げられるが、これらは高真空プロセスであり、大規模な装置と長時間の処理を必要とする。我々はこれまでに、高真空雰囲気が必要としない Al-Ge ペーストを用いてスクリーン印刷と熱処理で、小片サイズの Si 基板上にエピタキシャル SiGe 層の形成に成功している^[1]。本報告では 6 インチサイズの Si 基板に SiGe 層の形成を目指して、Al-Ge ペーストに含まれる Ge 源、熱処理温度等の最適化を試みた。

【実験方法】 Al 粉末と Ge 粉末を Al:Ge=7:3(モル比)で樹脂液中に分散・混練して作製したペーストを 6 インチ Si(111)基板上にスクリーン印刷により塗布し、乾燥後、IR 加熱炉にて Ar 雰囲気中で 800°C~1200°C の焼成を行い、Si 基板上に SiGe 層を形成した。さらに、機械研磨と CMP により、Al-Ge ペースト層の除去および表面の鏡面化をおこなった。

【結果と考察】 作製した SiGe/Si ウェハの断面 SEM 像を Fig.1 に示す。Si 基板上に 30 μ m 程度の厚い SiGe 層が形成されていることが確認できた。Fig.2 に示した SEM-EDX による元素プロファイルの結果から、Ge 濃度が 10%前後であることが分かる。Fig.3 に CMP 後の SiGe/Si ウェハ表面におけるレーザー顕微鏡での表面粗さ測定結果を示す。SiGe 表面の粗さは Sa 2.86 nm であり、非常に平滑であることが確認できた。これらの結果から、スクリーン印刷及び高真空を必要としない熱処理により、半導体材料として適応可能な 6 インチサイズの SiGe/Si 基板の作製が可能であることを見出した。

【謝辞】 本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の助成事業(JPN14004)の支援を受けたものである。

【参考文献】 [1]鈴木紹太, ダムリンマルワン, 生産と技術, 第 74 巻 第 3 号(2022), 51-54



Fig.1 断面 SEM 像

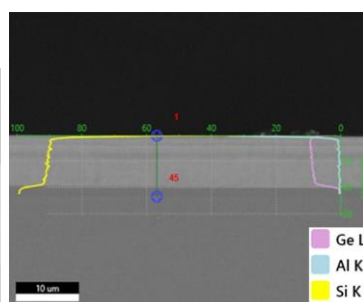


Fig.2 SEM-EDX による
元素プロファイル

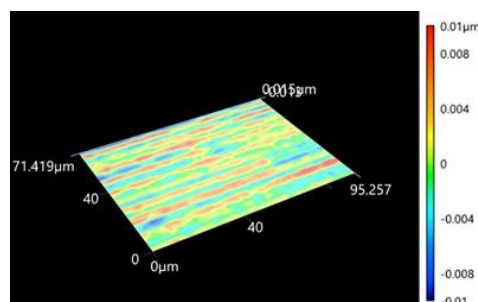


Fig.3 レーザー顕微鏡での
表面粗さ測定結果

MgO/SiO₂ 薄膜上における非晶質 Ge 薄膜の固相結晶化

Solid phase crystallization of amorphous Ge thin film on MgO/SiO₂ thin film

熊本高専¹, 九州大学² ○光永尚人^{1, (B)}, 江崎遥紀¹, 山田晴己¹, 淵脇悠史¹,

高倉健一郎¹, 佐道泰造², 角田功¹

NIT(KOSEN), Kumamoto College¹, Kyushu Univ.² ○Naoto Mitsunaga^{1, (B)}, Haruki Ezaki¹,

Haruki Yamada¹, Yuji Fuchiwaki¹, Kenichiro Takakura¹, Taizoh Sadoh² and Isao Tsunoda¹

【背景】本研究では、絶縁膜上におけるIV族半導体の固相成長について長年研究を継続している^[1,2]. 今回はMgO 薄膜上における非晶質 Ge 薄膜の固相結晶化について調査したので報告する.

【実験方法】SiO₂ 基板を洗浄後, RF スパッタ法により MgO 薄膜 (60 nm 厚) を室温成膜し, 窒素雰囲気中でプリアニール (温度: 500°C, 時間: 1 時間) を行った. プリアニール後, DC スパッタ法により非晶質 Ge (a-Ge) 薄膜 (100 nm 厚) を室温成膜し, 結晶化熱処理 (温度: 500°C, 時間: ≤16 時間) を施した.

【結果及び考察】a-Ge / SiO₂ 構造, 及び a-Ge / MgO / SiO₂ 構造に対し熱処理 (温度: 500°C, 時間: ≤16 時間) を施した試料のラマンスペクトルを図 1 (a), 及び図 1 (b) に示す. a-Ge / SiO₂ 構造では, 4 時間から 8 時間の熱処理過程において 270 cm⁻¹ 付近の非晶質 Ge に起因するピークが 300 cm⁻¹ 付近の結晶 Ge に起因するピークに変化することが分かった. 一方, a-Ge / MgO / SiO₂ 構造では, 2 時間から 4 時間の熱処理過程で非晶質 Ge に起因するピークが結晶 Ge に起因するピークに変化していた. そこで結晶 Ge に起因するピークの半値幅を解析し, 熱処理時間の関数として図 2 に整理したところ, MgO 薄膜を挿入するだけで, 結晶 Ge の Ge-Ge 結合ピークの半値幅が狭小化していることを確認した. 以上の結果から, 下地材料として MgO を選択するだけで非晶質 Ge 薄膜の固相結晶化を促進できることが分かった. 当日は, MgO 薄膜上における金属誘起固相成長の結果も報告する.

【謝辞】本研究は, 文部科学省次世代 X-nics 半導体創生拠点形成事業 JPJ011438 の助成を受けたものである.

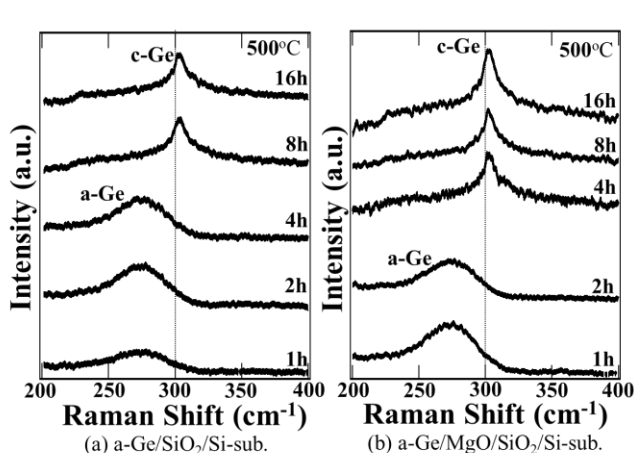


Fig. 1 Raman spectra of the samples after annealing at 500 °C.

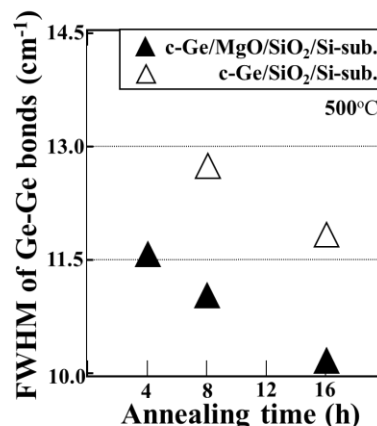


Fig. 2 Annealing time characteristic (500 °C) of FWHM of Ge-Ge bonds.

[1] K. Sumi et al., Crystal Growth, 572, 126270, (2021).

[2] H. Okamoto et al., Appl. Phys., 04EJ10 (2016).

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.5 Group IV crystals and alloys

[8p-N401-1~12] 15.5 Group IV crystals and alloys

[8p-N401-1]

Formation of high-quality epitaxial Ge layer on Si(111) substrate by sputtering method

○Taichi Okuda¹, Akio Ohta², Ryo Yokogawa^{3,4}, Masashi Kurosawa¹, Mitsuo Sakashita¹, Osamu Nakatsuka^{1,5}, Shigehisa Shibayama¹ (1.Nagoya Univ., 2.Fukuoka Univ., 3.RISE, 4.Hiroshima Univ., 5.IMaSS)

[8p-N401-2]

Sputtering heteroepitaxy of Ge_{1-x}Sn_x layers with high Sn content on Si(001) substrates

○Kousaku Goto¹, Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Masashi Kurosawa¹, Osamu Nakatsuka^{1,2} (1.Grad. Sch. Eng., Nagoya Univ., 2.IMaSS Nagoya Univ.)

[8p-N401-3]

Epitaxial Growth of GeSn Thin Films on Si via Nanochannel Sputtering through Ultra-Thin Oxide

○Kensho Ishimaru¹, Masahiro Hara¹, Takuma Kobayashi¹, Takayoshi Shimura^{1,2}, Heiji Watanabe¹ (1.UOsaka, 2.Waseda Univ.)

[8p-N401-4]

Formation of compositionally uniform Ge_{0.5}Sn_{0.5} epitaxial layer and observation of resonance Raman effect

○Kaito Shibata¹, Shigehisa Shibayama¹, Ryo Yokogawa^{2,3}, Mitsuo Sakashita¹, Masashi Kurosawa¹, Osamu Nakatsuka^{1,4} (1.Nagoya Univ., 2.RISE, 3.Hiroshima Univ., 4.IMaSS)

[8p-N401-5]

Consideration on atomic arrangement of epitaxial Ge_{0.5}Sn_{0.5} by spatial correlation model

○Ryo Yokogawa^{1,2}, Kaito Shibata³, Shigehisa Shibayama³, Mitsuo Sakashita³, Masashi Kurosawa³, Osamu Nakatsuka^{3,4} (1.RISE, Hiroshima Univ., 2.Grad. Sch. of Eng., Hiroshima Univ., 3.Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 4.IMaSS, Nagoya Univ.)

[8p-N401-6]

Structural evaluation of GaGeSb alloys for light-emitting device applications

○(M1C)Tomo Horota¹, Haruto Koto¹, Yasuhiko Ishikawa¹, Keisuke Yamane¹ (1.Toyohashi Tech)

[8p-N401-7]

Examination of Method for Evaluating Critical Thickness of SiGe/Si(110) Structures

○Koji Usuda¹, Kiu Inami^{2,4}, Naoto Kumagai^{2,3}, Toshifumi Irisawa^{2,3}, Atsushi Ogura^{1,4} (1.Meiji Univ., MREL, 2.AIST, SFRC, 3.LSTC, 4.Meiji Univ.)

[8p-N401-8]

Anisotropy Analysis of SiGe Thin Film Grown on Si (110) Off-Angle Substrates by Chemical Vapor Deposition

○(M1)Kiu Inami^{1,2}, Koji Usuda³, Naoto Kumagai^{1,4}, Toshifumi Irisawa^{1,4}, Atsushi Ogura^{2,3} (1.SFRC, AIST, 2.Meiji Univ., 3.MREL, 4.LSTC)

[8p-N401-9]

Strain Evaluation of Surface Roughness Effect in SiGe Epi. Thin Films on (110)Si Sub. by Raman Spectroscopy

○Yuta Ito^{1,2}, Kiu Inami^{1,3}, Koji Usuda⁴, Atsushi Ogura^{1,4} (1.Meiji Univ., 2.JSPS Research Fellow, 3.AIST, 4.MREL)

[8p-N401-10]

Epitaxial growth and strain engineering of $\text{Si}_{1-x}\text{Sn}_x$ films on $\text{Si}_{1-y}\text{Ge}_y$ buffer layers

○Sosei Ito¹, Masashi Kurosawa¹, Wei-Chen Wen², Yuji Yamamoto², Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Osamu Nakatsuka^{1,3} (1.Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 2.IHP - Leibniz Institute for High Performance Microelectronics, 3.IMaSS, Nagoya Univ.)

[8p-N401-11]

Evaluation of strain distribution around cracks formed on strained SiGe/Ge

○Ryota Mizoguchi¹, Keitaro Kato¹, Shibahara Yuka¹, Aikawa Mayu¹, Michihiro Yamada¹, Kohei Hamaya^{2,3,4}, Kentarou Sawano¹ (1.Tokyo City Univ., 2.Grad. Sch. Eng. Sci., The Univ. of Osaka., 3.CSRN, The Univ. of Osaka., 4.OTRI, The Univ. of Osaka.)

[8p-N401-12]

Effect of Si capping layer on lattice strain of Ge wire structures on Si

○(M1)Soki Matsushita¹, Jose A. Piedra-Lorenzana¹, Takeshi Hizawa¹, Yasuhiko Ishikawa¹ (1.Toyohashi Univ. Tech.)

スパッタリング法による Si(111)基板上高品質エピタキシャル Ge 層形成

Formation of high-quality epitaxial Ge layer on Si(111) substrate by sputtering method

名大院工¹, 福岡大理², 広大 RISE³, 広大院先進理工⁴, 名大未来研⁵

○奥田 太一¹, 大田 晃生², 横川 凌^{3,4}, 黒澤 昌志¹, 坂下 満男¹, 中塚 理^{1,5}, 柴山 茂久¹

Grad. Sch. of Eng. Nagoya Univ.¹, Fuc. of Sci. Fukuoka Univ.²,

RISE, Grad. Sch. of Eng. Hiroshima Univ.³, Grad. Sch. of Eng. Hiroshima Univ.⁴, IMASS Nagoya Univ.⁵

○T. Okuda¹, A. Ohta², R. Yokogawa^{3,4,5}, M. Kurosawa¹, M. Sakashita¹, O. Nakatsuka¹, S. Shibayama¹

E-mail: okuda.taichi.t7@s.mail.nagoya-u.ac.jp, s-shibayama@nagoya-u.jp

【研究背景】 ゲルマネンは Ge 原子一層からなる二次元層状物質であり、高い電子移動度[1]とバンドギャップ[2]を併せ持つことから、最先端 CMOS におけるチャンネル材料としての応用が期待されている。我々は、大気安定なゲルマネンおよびゲルマニウムナノシート (Ge-NS) の合成に向け、Al を介した偏析法[3]に着目している。以前の報告にて分子線エピタキシー (MBE) 法を用いて Si(111)基板上エピタキシャル Ge 層形成、Al 形成および Ge 偏析を行い、Ge 偏析層の形成が可能であることを実証した[4]。しかしながらエピタキシャル Ge 層には多数の積層欠陥および貫通転位が存在している (Fig. 1 (a))。偏析層の結晶化には Al 層の高品質化が重要であると先行研究[5]で示唆されていることから、その結晶品質改善が必須である。

そこで本研究では、下地層となる Si(111)基板上高品質エピタキシャル Ge 層の形成を試みた。Ge 層形成手法としてプロセス時間の短縮が可能なスパッタリング法を採用した。形成手順として MBE 法での Ge/Si(111)形成において有効性が示されている二段階成長法を用いた[6]。低温 Ge (LT-Ge) の膜厚を変化させ、表面構造および結晶構造を系統的に評価した結果、低貫通転位密度の高品質 Ge 層の形成に成功したので報告する。

【試料作製手順】 Si(111)基板上にスパッタリング法により、低温 Ge (LT-Ge) 層を基板温度 320 °C で膜厚を 0, 10, 40 および 70 nm の条件で堆積した後、高温 Ge (HT-Ge) 層を基板温度 550 °C で全体膜厚が 1000 nm となるように堆積した。高温 Ge 層の堆積温度は事前の最適化により決定した。

【結果および議論】 LT-Ge 層の膜厚が Ge 膜全体の結晶性に与える影響を透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて評価した (Figs. 1(b–d))。LT-Ge 層の薄膜化に伴い、MBE 法と比較して大幅な貫通転位密度の低減に成功した。また、LT-Ge 層を導入しない場合においても高品質な Ge 層の形成が可能であると推察される。MBE 法の場合は二段階成長法が結晶品質の向上の鍵であったが、本結果は、2つの異なる手法間で堆積速度も結晶品質制御に重要な要素であることを示唆している。

Fig. 2 に LT-Ge 層の膜厚が(a) 10 nm と(b) 70 nm の X 線回折二次元逆格子空間マッピング (XRD-2DRSM) の結果を示す。両条件で完全歪緩和した Ge 層の成長が確認できる。また、Ge 224 ピークの広がり 10 nm の場合には明らかに小さいことから LT-Ge 層の薄膜化にともない結晶品質が向上する考えられる。この結果は TEM の結果とも一致し、LT-Ge 層の薄膜化が全体の Ge 層の高品質化に重要であることが示唆された。

講演当日は、Ge 層の光学特性などの諸物性に対して LT-Ge 層の膜厚が与える影響についても議論する。

【謝辞】 本研究はキャノン財団、一部は JSPS 科研費 (挑戦的研究 (萌芽); 23K17745, 基盤 B; 22H01524), JST CREST (JPMJCR21C2), JST PRESTO (JPMJPR21B6) の支援を受けて実施された。

[1] X.-S. Ye *et al.*, RSC Adv. **4**, 21216 (2014). [2] C.-C. Liu *et al.*, Phys. Rev. Lett. **107**, 076802 (2011). [3] M. Kobayashi *et al.*, Jpn J. Appl. Phys. **59**, SGGK15 (2020). [4] 奥田ら, 第 72 回 応用物理学会春季学術講演会 15a-K310-6 (2025). [5] 松本ら, 第 72 回 応用物理学会春季講演会 15a-K310-5 (2025). [6] K. Sawano *et al.*, Thin Solid Films **613**, 24 (2016).

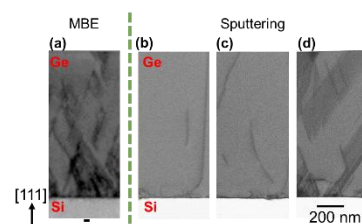


Fig. 1 Cross-sectional TEM images of Ge (1000 nm)/Si(111) samples. Ge layers were grown by MBE in (a), and by sputtering in (b)–(d). The LT-Ge thicknesses were 0, 10, and 40 nm in (b), (c), and (d), respectively.

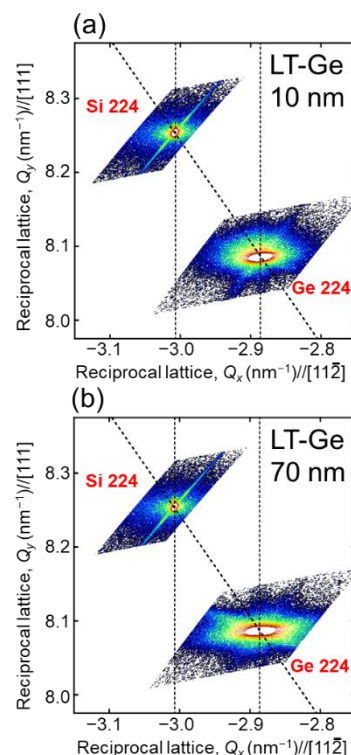


Fig. 2 XRD-2DRSMs around the Si 224 reciprocal lattice point obtained from Ge/Si(111) samples: LT-Ge thickness of (a) 10 nm and (b) 70 nm.

スパッタリング法による Si (001) 基板上への 高 Sn 組成 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層のヘテロエピタキシャル成長

Sputtering heteroepitaxy of $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ layers with high Sn content on Si(001) substrates

名大院工¹, 名大未来研² °後藤 幸作¹, 柴山 茂久¹, 坂下 満男¹, 黒澤 昌志¹, 中塚 理^{1,2}

Grad. Sch. Eng., Nagoya Univ.¹, IMASS, Nagoya Univ.², °Kousaku Goto¹, Shigehisa Shibayama¹,

Mitsuo Sakashita¹, Masashi Kurosawa¹, and Osamu Nakatsuka^{1,2}

E-mail: goto.kousaku.r6@s.mail.nagoya-u.ac.jp, s-shibayama@nagoya-u.jp

【研究背景】IV 族混晶 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ は、Sn 組成増大により狭ギャップ化し、Sn 組成 8%超で直接遷移化[1]、10–25%で中赤外領域を網羅可能なため[2]、集積可能な中赤外受光素子への応用が期待されている。これまで、格子整合エピタキシャル成長を念頭に、InP 基板上にて Sn 組成約 25%の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層のエピタキシャル成長を実証してきた[3]。しかしながら、InP 基板からの異種元素混入や Sn 析出等により、InP 基板上の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層は多量の欠陥を含んでいる。受光素子応用に向けては、欠陥密度の低減が重要な課題である。さらに、受光素子の集積化には、Sn 組成 10%以上の様々な Sn 組成を有する $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層を Si 基板上に高品質かつ厚膜で形成することが必要不可欠である。

そこで本研究では、従来の分子線エピタキシー (MBE) 法と比べて高速堆積が可能なスパッタリング法を用いて、Si 基板上への、厚膜かつ高品質な $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層形成実現を目的とした。Si と $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ の格子ミスマッチ低減のために Ge バッファ層を導入した。本講演では、Si(001)基板上に、Sn 組成約 10–25%の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層のヘテロエピタキシャル成長を行った結果について報告する。

【試料作製手順】Si(001)基板に化学洗浄および高真空中熱処理による表面清浄化を施した後、スパッタリング法により、膜厚 1000 nm の Ge バッファ層を堆積後、結晶品質向上のため 800 °C で 30 分間の後熱処理を行った。Ge バッファ層形成は、先行研究に倣って実施した[4]。その後、成長温度 170 °C、膜厚 300 nm の条件で $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層（設計 Sn 組成: 10%, 15%, および 25%）を堆積した。

【結果および議論】図 1 に作製した試料の XRD 二次元逆格子空間マッピング (XRD-2DRSM) を示す。Ge バッファ層の回折ピークが急峻なことから、先行研究と同様に高品質な Ge バッファ層形成に成功したと言える。なお、本研究で作製した Ge バッファ層は、Si と Ge の熱膨張係数の違い[5]に由来して、約 0.2%の面内伸長歪が印加されている。そのため、図 1 で示す Pseudomorphic の線は伸長歪 Ge の $\bar{2}20$ 面間隔に合わせて記載した。

次に、設計 Sn 組成: 10%, 15%, および 25%の全ての試料から、Sn 組成約 11%, 15%, および 25%の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ に由来する $\bar{2}24$ 回折ピークが観測できる。これは、スパッタリング法により様々な Sn 組成の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層が Ge バッファ層上へエピタキシャル成長可能であることを示す重要な結果である。

また各結果を詳細に観察すると、Sn 組成 10%試料の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ $\bar{2}24$ 回折では、歪緩和率の異なる 2 つの回折ピーク (Sn 組成: 11.1%, 歪緩和率: 11.5%および Sn 組成: 10.6%, 歪緩和率: 72.6%) が確認できる。MBE 法による先行研究[6]と同様、Ge バッファ層上に $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層が Pseudomorphic に成長した後、歪緩和が生じ、高歪緩和率層の成長が進行したと考えられる。

Sn 組成を 15%に増大すると低歪緩和率層の回折強度が減少したことから、格子ミスマッチの増大にともなって臨界膜厚が減少したと推察される[7]。さらに Ge との格子ミスマッチが 2.9%と極めて高い Sn 組成約 25%の試料では、高歪緩和率層の回折成分のみが観測されたが、その回折強度は、他 2 試料と比べて、著しく減少することが分かった。今後、組成傾斜層の導入等により、高 Sn 組成成長における結晶品質の改善が期待される。

謝 辞 本研究の一部は、JST CREST (JPMJCR21C2) の支援を受けて実施された。

[1] A. A. Tonkikh *et al.*, Appl. Phys. Lett. **103**, 032106 (2013). [2] O. Nakatsuka *et al.*, Solid-State Electronics **83**, 82 (2013). [3] S. Shibayama *et al.*, Mater. Sci. Semicond. Proc. **176**, 108302 (8 pages) (2024). [4] W. Yeh *et al.*, ECSJ. Solid State Sci. **3** Q195 (2014). [5] O. Madelung *et al.*, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York (2003). [6] F. Wan *et al.*, J. Crystal Growth **577**, 126399 (2022). [7] W. Nix, Metall. Mat. Trans. A **20**, 2217 (1989).

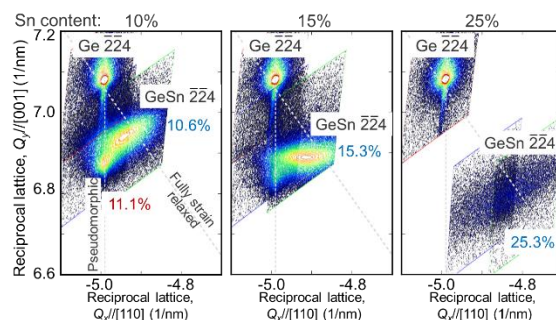


Fig. 1 XRD-2DRSM results of $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ layers with designed Sn contents of 10%, 15%, and 25% grown on Ge buffer/Si(001) substrate.

極薄酸化膜ナノチャネルを用いたスパッタエピタキシーによる Si 基板上 GeSn 薄膜の成長

Epitaxial Growth of GeSn Thin Films on Si via Nanochannel Sputtering through Ultra-Thin Oxide

阪大院工¹, 早大 IPS², °石丸 賢昇¹, 原 征大¹, 小林 拓真¹, 志村 考功^{1, 2}, 渡部 平司¹

UOsaka¹, Waseda Univ.², °K. Ishimaru¹, M. Hara¹, T. Kobayashi¹, T. Shimura^{1,2}, H. Watanabe¹

E-mail: ishimaru@ade.prec.eng.osaka-u.ac.jp

Ge は、同じIV族元素である Sn を添加することでバンド構造を変調できるため、Si 基板上にモノリシックに集積可能な近赤外光の受発光素子材料として注目されている。しかし、Si 基板上に高品質な単結晶 GeSn 膜を形成する手法は未だ確立されていない。我々はこれまでに、スパッタリング法により Ge 基板上に高品質な GeSn 膜をエピタキシャル成長可能であること[1]、またナノチャネルエピタキシーにより圧縮歪みを緩和できることを示してきた[2]。現在は、これらの手法について Si 基板上の GeSn 成長への展開を進めている。一方で、極薄酸化膜を形成した Si 基板上に Ge を成膜すると、酸化膜の欠損部を起点として無転位の Ge が選択的に成長することが報告されている[3, 4]。本発表では、Si 基板上に形成した極薄酸化膜の欠損部をナノチャネルとして利用し、GeSn 薄膜のスパッタ成長に応用可能であることを報告する。

GeSn 膜のスパッタ成膜は、基板温度を 500°C に昇温後、スパッタ源のプレスパッタを 3 分間行った後に実施した。成膜直前の Si 基板表面状態を X 線光電子分光 (XPS) により評価した結果、フッ酸洗浄直後には表面酸化物の信号は観測されなかったが、プレスパッタ後には酸化物の存在が確認された (Fig. 1a)。これは、昇温およびプレスパッタによって表面を終端していた水素が脱離し、チャンバー内に残留する酸素により表面が容易に酸化することを示している。この表面上に、GeSn (Sn: 3.7%) を基板温度 500°C で 1 μm スパッタ成膜した。得られた GeSn 膜の結晶性を X 線逆格子マップ (RSM) により評価したところ、GeSn 薄膜の反射が緩和線上に明瞭に観測され、格子歪みが緩和したエピタキシャル成長であることがわかった (Fig. 1b)。さらに、断面 TEM 像では GeSn/Si 界面に 1 nm 程度の極薄酸化膜の存在が確認でき、酸化膜の欠損部から選択的にエピタキシャル成長したと考えられる (Fig. 1c)。フォトルミネッセンス (PL) スペクトルにおいても、Ge 基板上に成膜した圧縮歪みを内包した GeSn 膜[1]と比較して低エネルギー側へとシフトしており、格子歪みが緩和していることと整合する (Fig. 1d)。

[1] N. Tanaka *et al.*, APEX **16**, 095502 (2023). [2] 石丸他、第 85 回応用物理学会秋季学術講演会 19a-B5-5.

[3] Q. Li *et al.*, APL **85**, 11 (2004).

[4] M. Halbwax *et al.*, J. Crystal Growth **308**, 26 (2007).

[謝辞] 本研究の一部は JSPS 科研費 (23K22798)、「次世代 X-nics 半導体創生拠点形成事業」(No.JPJ011438) の支援を受けた。スパッタリング成膜は、アルバック未来技術協働研究所の装置を用いて行った。

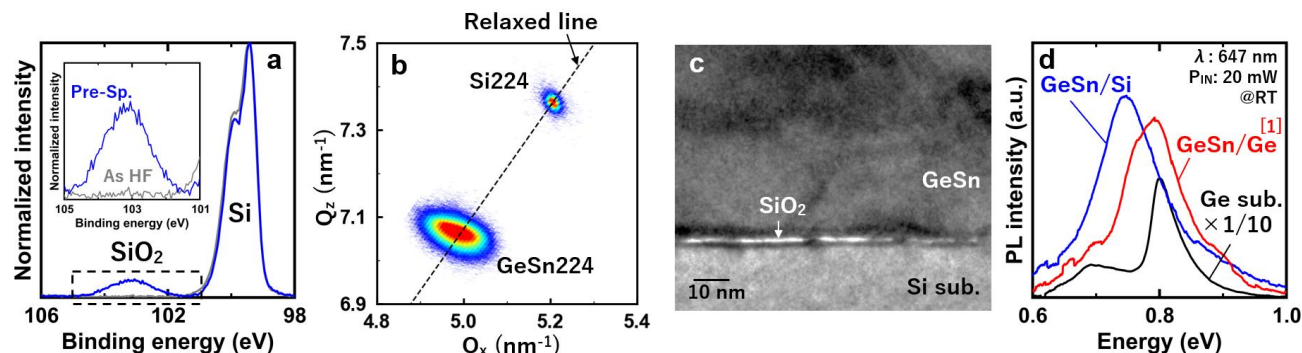


Fig. 1 (a) XPS Si2p spectra of Si substrates after HF cleaning and pre-sputtering. (b) RSM of the GeSn layer on Si(001) substrate. (c) XTEM image of the GeSn/Si interface. (d) PL spectra of GeSn layers grown on Si(001) and Ge(001) substrates. The data for the GeSn/Ge sample is adapted from [1].

組成均一な $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ エピタキシャル層形成と共鳴ラマン効果の観測

Formation of compositionally uniform $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ epitaxial layer and observation of resonance Raman effect

名大院工¹, 広大 RISE², 広大院先進理工³, 名大未来研⁴

○柴田 海斗¹, 柴山 茂久¹, 横川 凌^{2,3}, 坂下 満男¹, 黒澤 昌志¹, 中塚 理^{1,4}

Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ.¹, RISE, Hiroshima Univ.², Grad. Sch. of Eng., Hiroshima Univ.³,

IMaSS, Nagoya Univ.⁴

○K. Shibata¹, S. Shibayama¹, R. Yokogawa^{2,3}, M. Sakashita¹, M. Kurosawa¹, and O. Nakatsuka^{1,4}

E-mail: shibata.kaito.w3@s.mail.nagoya-u.ac.jp, s-shibayama@nagoya-u.jp

【研究背景】ダイヤモンド構造を有する IV 族混晶半導体 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ は、Sn 組成によってエネルギーバンド構造を制御できる材料である^[1,2]。特に Sn 組成 41%超ではトポロジカル半金属相をとると理論予測されており、超高 Sn 組成 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ は量子情報デバイスへの応用が期待されている^[3]。我々はこれまでに、格子整合エピタキシー技術により、GaSb 基板上に Sn 組成約 50%、膜厚 15 nm の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ エピタキシャル成長に世界で初めて成功した^[4]。しかし、この薄膜中には低 Sn 組成の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層も形成されており、バンド構造の評価等に向けては組成の均一性が求められる。本研究では、膜厚 5 nm の均一な $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 層の形成に成功し、さらに特徴的な共鳴ラマン効果を観測したので報告する。

【実験方法】n 型 GaSb(111)B 基板に対し、化学洗浄および H_2 雰囲気熱処理による表面清浄化を施した後、成長温度 70 °C にて分子線エピタキシー法により設計膜厚 5 nm および 15 nm、設計 Sn 組成約 50% の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層を堆積した。表面構造の評価には in-situ RHEED を、さらに X 線回折法 (XRD) および顕微ラマン散乱分光法により結晶構造と結合状態を解析した。

【結果および議論】 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層堆積後の RHEED パターンにて、設計膜厚 5 nm の試料 (図 1(a)) では縦長のスポットが観察されたことから、膜厚 15 nm の試料 (図 1(b)) よりも高い平坦性を有する $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層が GaSb 基板上にエピタキシャル成長したことが示唆される。図 2 に示す in-plane XRD- $2\theta/\phi$ 測定結果からは、薄膜化によって、Sn 組成 15% の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ および $\alpha\text{-Sn-like}$ に由来する回折ピーク強度が減少することが分かる。以上より、薄膜化によって $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 層の組成均一化に成功したと言える。

次に図 3(a), (b) にそれぞれ、励起波長 785 nm および 532 nm で測定したラマン散乱スペクトルを示す。各スペクトルは、 226 cm^{-1} 付近の GaSb 基板由来のピークで強度規格化を行った。図 3(a) より、設計膜厚 5 nm の試料では、Sn-Sn 振動ピーク強度の減少や Sn 組成 18% の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 由来の Ge-Ge 振動ピークの消失が確認されており、ラマン散乱スペクトルも $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 層が組成的に均一であることを支持している。

一方、膜厚 5 nm 試料の励起波長 532 nm で得たスペクトル (図 3(b)) から $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 由来の Ge-Ge 振動ピークが観測されるが、そのピーク強度は、励起波長 785 nm と比べて非常に小さい。また 15 nm 試料では Sn 組成 18% 由来の Ge-Ge 振動が支配的で、 $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 由来の Ge-Ge 振動はほとんど観測できないが、励起波長 785 nm の場合には、Sn 組成 18% の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ と $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 由来の Ge-Ge 振動が共に観測できる。

これらのスペクトルの違いは、Ge-Ge 振動ピークの強度が励起波長に依存し、785 nm では $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ の E_1 遷移と共鳴条件を満たして共鳴ラマン効果が発現したことによると考えられる。

【結論】本研究では、 $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 層の組成均一化と、 $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ における E_1 遷移に対応した共鳴ラマン効果の観測に成功した。超高 Sn 組成 GeSn の光学遷移領域の一端を実験的に捉えた重要な成果である。

謝辞 本研究の一部は、JST CREST (JPMJCR21C2) の支援を受けて実施された。

[1] S. A. Ghetmiri *et al.*, Appl. Phys. Lett. **105**, 151109 (2014). [2] O. Nakatsuka *et al.*, Solid-State Electronics **83**, 82 (2013). [3] H.-S. Lan *et al.*, Phys. Rev. B, **95**, 201201 (2017). [4] S. Shibayama, Appl. Phys. Express **17**, 115503 (2024).

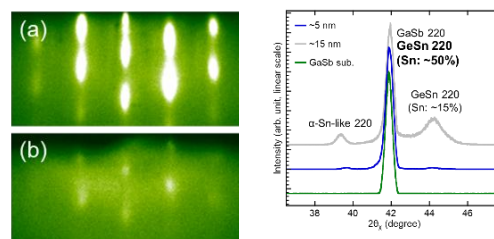


Fig. 1 In-situ RHEED patterns of $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ layers grown on GaSb(111)B with $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ thicknesses of (a) 5 nm and (b) 15 nm.

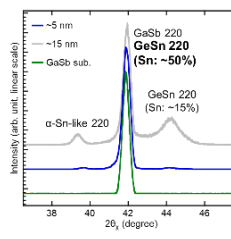


Fig. 2 In-plane XRD- $2\theta/\phi$ profiles of $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ layers grown on GaSb(111)B. All peaks were normalized with the maximum intensity.

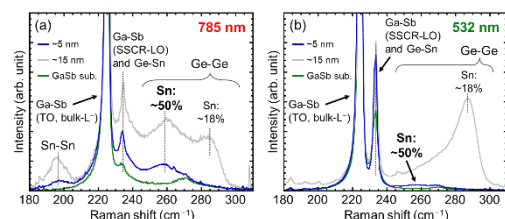


Fig. 3 Raman scattering spectra of $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ layers grown on GaSb(111)B under different excitation wavelengths: (a) 785 nm and (b) 532 nm.

空間相関モデルを用いた $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ エピタキシャル膜の原子配列に関する考察 Consideration on atomic arrangement of epitaxial $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ by spatial correlation model

1. 広大院 RISE、2. 広大院先進理工、3. 名大院工、4. 名大未来研

○横川 凌^{1,2}、柴田 海斗³、柴山 茂久³、坂下 満男³、黒澤 昌志³、中塚 理^{3,4}

1. RISE, Hiroshima Univ. 2. Grad. Sch. of Eng., Hiroshima Univ. 3. Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ.
4. IMASS, Nagoya Univ.

○Ryo Yokogawa^{1,2}, Kaito Shibata³, Shigehisa Shibayama³, Mitsuo Sakashita³, Masashi Kurosawa³,
and Osamu Nakatsuka^{3,4}

E-mail: yokogawa@hiroshima-u.ac.jp

【背景と目的】 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶は Sn 組成増大に伴いバンドギャップが連続的に減少し、赤外・遠赤外領域の波長まで網羅することができ、Si 集積回路と親和性の高い次世代受光素子材料として注目されている[1]。また、Sn 組成 41% 以上ではトポロジカル半金属を形成すると理論予測されており、超高 Sn 組成 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ は量子情報デバイスへの応用に期待されている[2]。超高 Sn 組成 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 形成に向けて、GaSb 基板を用いることで Sn 組成 50% 超の GeSn エピタキシャル成長を実現しており、特徴的な秩序結合構造の存在が示唆されている[3]。 $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ エピタキシャル膜の原子配列を詳細に理解すべく、我々はラマン分光分析に着目した。混晶のラマン散乱では空間相関モデル[4]を用いて解析することで混晶内の相関距離を把握することができる。これまで、空間相関モデルを用いて Si リッチバルク $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ の原子配列が完全にランダムではないことを明らかにしたが[5]、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ については報告例がない。以上を鑑み、本研究では Sn 組成 50% 超 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ エピタキシャル膜に対し、空間相関モデルを用いて解析を行ったので報告する。

【実験】 n 型 GaSb(111)B 基板に化学洗浄および H_2 雰囲気熱処理による表面清浄化を施した後、分子線エピタキシー法により成長温度 70 °C で膜厚 5 nm の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ (Sn 組成: 52%) 膜を堆積した。結晶構造を X 線回折法(XRD)で確認し、顕微ラマン分光法では励起波長 785 nm のレーザを用いて $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ (Sn 組成: 52%) 膜および GaSb 基板由来のラマンスペクトルを取得した。

【結果・考察】 GaSb 基板上 $\text{Ge}_{0.50}\text{Sn}_{0.50}$ エピタキシャル膜の Ge-Ge 振動モードラマンスペクトル (260 cm^{-1} 近傍) を空間相関モデルでフィッティングした結果を Fig. 1 に示す。n 型 GaSb は、表面空乏層(SSCR)とキャリアが存在するバルク領域に分かれており、Ga-Sb モードとして横光学(TO)および縦光学(LO)モードが現れ、特にバルク領域では LO フォノンとプラズモンが結合したバルク L⁻ モードが現れる。Fig. 1 に示すラマンスペクトルは TO およびバルク L⁻ モードで規格化を行い、GaSb 基板由来のラマンピークはそれぞれローレンツ関数でフィッティングした。空間相関モデル式は

$$I(\omega) \propto \int_0^1 \frac{|C(0, q)|^2}{[\omega - \omega(q)]^2 + \left(\frac{\Gamma_0}{2}\right)^2} dq$$

を用い (q : 運動量、 L : 相関距離、 $C(0, q)$: フーリエ係数、 ω : ラマンシフト、 $\omega(q)$: フォノン分散曲線、 Γ_0 : 自然幅)[4]、 $\omega(q)$ は先行研究の分子動力学計算結果[6]、 $C(0, q)$ は Korepanov モデルを適用した[7]。結果、Ge-Ge モードラマンスペクトルの非対称ブロードニングを再現できることを確認し、得られたラマンシフトから算出した Sn 組成は XRD の結果と概ね矛盾しないことが明らかになった。Ge-Ge 相関距離に関しては先行研究のバルク $\text{Si}_{0.55}\text{Ge}_{0.45}$ よりもおおよそ半分の値が得られ[5]、薄膜構造由来のフォノン閉じ込め効果ではないことを確認した。言い換えると、 $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ 膜中では Sn-Sn もしくは Ge-Sn 相関距離が長く、 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ とは異なり一定の秩序結合を有することが示唆される。当日の講演では、Ge-Sn 振動モードの振舞いについても議論する予定である。

【謝辞】 本研究の一部は、JST CREST (JPMJCR21C2) の支援を受けて実施された。

[1] S. A. Ghetmiri *et al.*, Appl. Phys. Lett. **105**, 151109 (2014). [2] H. S. Lan *et al.*, Phys. Rev. B, **95**, 201201 (2017). [3] S. Shibayama *et al.*, Appl. Phys. Express **17**, 115503 (2024). [4] P. Parayanthal *et al.*, Phys. Rev. Lett. **52**, 1822 (1984). [5] R. Yokogawa *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **64**, 060904 (2025). [6] M. Tomita *et al.* ECS Trans. **75**, 785 (2016). [7] V. I. Korepanov *et al.*, J. Raman Spectrosc. **48**, 842 (2017).

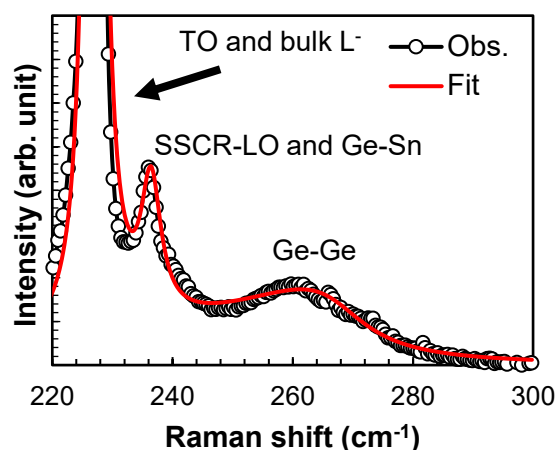


Fig. 1 Normalized Raman spectral fitting of Ge-Ge mode for $\text{Ge}_{0.5}\text{Sn}_{0.5}$ layer grown on GaSb(111)B using the spatial correlation model. The Raman spectra derived from GaSb substrate were fitted using Lorentzian.

発光素子応用に向けた GaGeSb 混晶の構造評価

Structural evaluation of GaGeSb alloys for light-emitting device applications

豊橋技科大, °母良田友, 古藤良翔, 石川靖彦, 山根啓輔

Toyohashi Tech., °Tomo Horota, Haruto Koto, Yasuhiko Ishikawa, Keisuke Yamane

E-mail: horota.tomo.hc@tut.jp, yamane.keisuke.ue@tut.jp

シリコンフォトニクス応用向けのモノリシック集積可能な光源材料として、シリコンとの親和性が良いゲルマニウム (Ge) が検討されている。例えば、n 型ドーピングや歪あるいは Sn との混晶化技術を用いた擬直接遷移型半導体への変換が期待されている[1]。しかしながら、いずれも固溶限の制約や結晶性の劣化等の問題から、実用化には至っていない。[2]

この課題に対し、我々の研究グループでは新たなバンドエンジニアリングの可能性を期待して、Ge に III 族元素と V 族元素を共添加した混晶材料の作製に取り組んでいる[3]。これまでに、GaAs を母材として Ge を組成オーダーで添加した GaGeAs 混晶の報告[2]はあるが、Ge を母材とした III-Ge-V 混晶の報告はない。我々は、前回の報告で Ge を母材として組成領域まで III, V 族元素を添加した $\text{Ga}_{0.014}\text{GeSb}_{0.014}$ の単結晶が成長できることを示した。本報告では作製した $\text{Ga}_{0.014}\text{GeSb}_{0.014}$ 結晶について、二次イオン質量分析 (SIMS) および第一原理計算によるシミュレーションを通して混晶状態を明らかにすることを目的とした。

Fig.1 は固体ソース分子線エピタキシー (MBE)法により $T_{\text{sub}} = 300^\circ\text{C}, 550^\circ\text{C}$ で作製した $\text{Ga}_x\text{Ge}_{1-x-y}\text{Sb}_y$ の Ga, Sb の SIMS 測定結果である。300°C では、Ga 濃度と Sb 濃度がほぼ等しく約 $6 \times 10^{20} \text{ atom/cm}^3$ である。550°C では Ga 濃度に変化はなく Sb 濃度の半分程度に低下している。これは 550°C では Sb が脱離していることを意味する。また、これらの温度では、Sb や Ga 原子は成長方向に一樣に取り込まれており、偏析や拡散を伴っていないことを示している。

続いて、第一原理計算を用いて Ge 結晶中の Ga, Sb 原子の近接距離を変化させた場合の形成エネルギーの比較を行った。ここでは結果を示していないが、第 1 近接から第 3 近接では形成エネルギーにほとんど変化がないことから、Ga, Sb 原子は結晶内にランダムに配置される可能性が示された。Fig.2 は GaSb 組成を変化させた場合の格子定数の変化である。第一原理計算の結果では、実際の Ge や GaSb 結晶の格子定数よりも大きく見積もられているが、GaSb の組成に対して Vegard 則に従って、線形に変

化することが分かった。同図には $\text{Ga}_{0.014}\text{GeSb}_{0.014}$ 結晶の XRD 測定から、Vegard 則を仮定して見積もった GaSb 組成も示している。

以上の結果から GaGeSb 混晶では、Ga, Sb が一樣に分布し、その格子定数は Vegard 則に従う可能性が示された。

【謝辞】

本研究は科研費基盤研究(B) #24K00923 および池谷科学技術振興財団の助成のもと行われた。

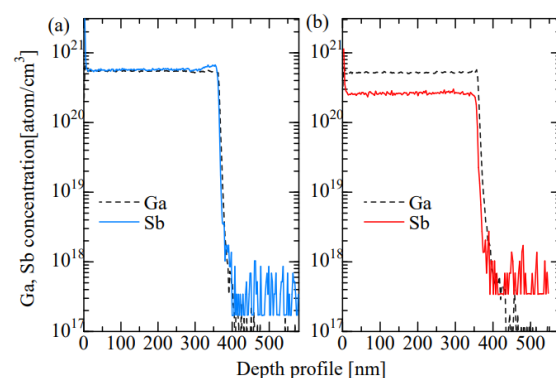


Fig.1 SIMS profiles of Ga and Sb concentration.

(a) $T_{\text{sub}} = 300^\circ\text{C}$, (b) 550°C

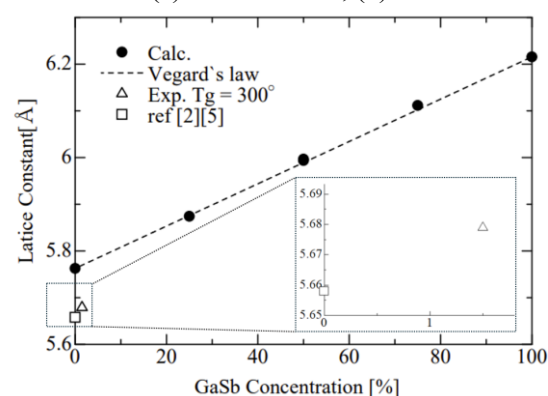


Fig.2 Variation of the lattice constant as a function of GaSb composition in $(\text{Ge})_{1-x}(\text{GaSb})_x$.

[1] J. Liu et al., Opt. Express 15, 11272 (2007).

[2] Naoki Higashitarumizu, Yasuhiko Ishikawa, Optics EXPRESS 25, 21286 (2017).

[3] G. Ishizu et al., The 72th JSAP Spring Meeting 2025

[4] Roger jia et al., J. Appl. Phys 123, 175101 (2018)

[5] I. Vurgaftman, J.R. Meyer, L.R. Ram-Mohan, J. Appl. Phys. 89 (2001) 5815

SiGe/Si (110) 構造における SiGe 薄膜の臨界膜厚評価方法の検討

Examination of Method for Evaluating Critical Thickness of SiGe/Si(110) Structures

明治大 MREL¹, 産総研 SFRC², LSTC³, 明治大理工⁴

○臼田 宏治¹, (M1)伊波 希宇^{2,4}, 熊谷 直人^{2,3}, 入沢 寿史^{2,3}, 小椋 厚志^{1,4}

MREL, Meiji Univ.¹, SFRC, AIST², LSTC³, School of Sci. and Tech., Meiji Univ.⁴

°K.Usuda¹, K. Inami^{2,4}, N. Kumagai^{2,3}, T. Irisawa^{2,3} and A. Ogura^{1,4}

E-mail: koji_usuda@meiji.ac.jp

[背景] NEDO の LSTC プロジェクト「(d3) Beyond 2nm 世代向け半導体技術開発」では、NS チャンネルを有する GAA-FET の開発を進めている。そのデバイス性能確保においては、pMOS の飛躍的性能向上が見込める (110) の利用が期待される為、(110) NS チャンネル実現に必要な SiGe 層と Si 層との (110) 積層技術の確立が不可欠である。しかしながら、従来の (001) と異なり、Si (110) は結晶工学的に非対称な結晶面であるため、NS 形成に必要な SiGe、Si エピタキシャル成長の技術的飛躍が大きい上、無欠陥 SiGe/Si 積層構造実現に必須の SiGe 層の臨界膜厚制限が (100) 面より厳しい事が予想されるため、その臨界膜厚評価は重要である。そこで、本稿ではエピタキシャル SiGe/Si (110) 構造における SiGe 層の臨界膜厚評価について検討したので報告する。

[実験方法] 産総研設置の枚葉式 4inch-CVD 装置を用い、希 HF 処理後の Si(110)に、原子オーダーで平坦な Si-buffer 層を形成 (Si₂H₆:10sccm、300 秒、成長温度 750 度) 後、異なる膜厚の SiGe 層 (流量比: Si₂H₆/GeH₄ = 1/1.75sccm 固定) を連続成長して試料とした。その後、SiGe 層の表面状態を SEM と AFM、歪み緩和を XRD (RSM)、膜中欠陥を断面 TEM、そして SiGe 膜中 Ge 濃度を校正済み TOF-SIMS より評価した。

[実験結果] 図 1 (a)に、41nm SiGe 層 (Ge 濃度: 23.5%) /Si 層 (Si-buffer 層) /Si(110)基板の AFM 表面観察結果 (10x10 μm²) を示す。試料表面には、(100)で観測される所謂 cross-hatch と異なり、1 方向にのみ進展する特徴的な hatch が観測された。そこで、本 hatch と SiGe 薄膜の緩和との関連確認の為、hatch 構造に対して拡大観察 (1x1 μm²) を試みた所、hatch 構造は、図 1 (b)に示される zigzag 構造を有する特異な形状を成す事が初めて判明した。次に、この hatch 近傍での格子不整合による歪み緩和の検証のため、hatch 直下の断面 TEM 像 (図 1 (c)) を取得した。結果、本報告で注目する hatch 直下で、SiGe/Si 界面近傍に結晶欠陥が存在することを確認した。即ち、本報告の結果に拠れば、臨界膜厚を超えた SiGe 層/Si (110) 構造は、SiGe 層/Si 積層構造中に欠陥を導入して緩和し、その欠陥起因の構造変化が緩和履歴として積層構造表面に現れる事が示唆される。そこで、Si (110) 上に異なる膜厚の SiGe 層を形成後、hatch の出現を拠り所に臨界膜厚を評価した所、Ge 濃度が 23.5%の SiGe/Si(110)の臨界膜厚を 22.2~24.5nm と決定する事ができた。

[まとめ] 本報告の手法に拠れば、種々の Ge 濃度の SiGe 層/Si (110) 試料の緩和発生確認、及び臨界膜厚決定が、非破壊で精度良く可能となると期待される。

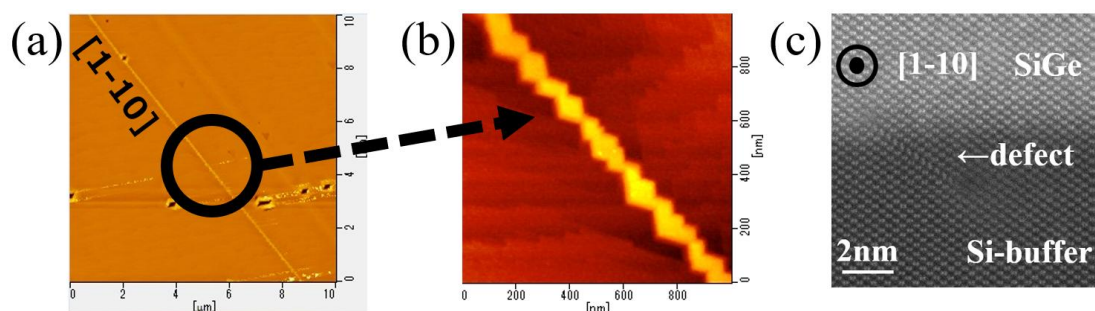


Figure 1 Example of AFM ((a), (b)) and cross-sectional TEM (c) images of SiGe/Si(110) sample.

[謝辞] この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター(LSTC)) の委託事業の結果得られたものです。

化学気相成長法による Si (110)オフ角度基板上 SiGe 薄膜成長の異方性評価

Anisotropy Analysis of SiGe Thin Film Grown on Si (110) Off-Angle Substrates

by Chemical Vapor Deposition

産総研 SFRC¹, 明治大理工², 明大 MREL³, LSTC⁴

○(M1)伊波希宇^{1,2}, 臼田宏治³, 熊谷直人^{1,4}, 入沢寿史^{1,4}, 小椋厚志^{2,3}

SFRC, AIST¹, Meiji Univ.², MREL³, LSTC⁴

°K. Inami^{1,2}, K. Usuda³, N. Kumagai^{1,4}, T. Irisawa^{1,4}, A. Ogura^{2,3}

E-mail: inami-si@aist.go.jp

【背景】次世代トランジスタとして注目される Nano-sheet (NS) FET においては、性能向上のために正孔移動度の改善が重要な課題である。従来の Si (100)と比べ、Si (110)は正孔移動度が高いことが知られており¹⁾、(110)面を有する NS 構造実現には Si (110)上に SiGe 層を成膜する技術が必要とされる。しかしながら、(110)面は[100]方向と[110]方向に対する結晶異方性を有するため、表面構造制御が難しいことが予測される。この点、成長表面の平坦性確保を目的として、ステップフロー成長に向けた基板オフ角度制御が検討される場合があるが、Si (110)上 SiGe 成長において結晶異方性を考慮した基板オフ角度依存性については議論の余地がある。そこで本研究では、基板オフ方向およびオフ角度が、Si (110)オフ基板上に形成した SiGe 薄膜の表面構造に与える影響を検討した。

【実験】試料として Si (110) 無傾斜基板に加え、[100], [110]方向にそれぞれ 2~10 deg. (2 deg.刻み)でオフ角をつけた計 11 種類の基板を準備した。各基板を HF 洗浄後、化学気相成長(CVD)装置内で熱処理時間 180 sec. 熱処理温度 900 deg.の真空アニールを行い、Si バッファー層を Si₂H₆ 流量 10 sccm、成長時間 300 sec. 成長温度 750 deg.で形成した。その後 SiGe 層を Si₂H₆ 流量 3 sccm、GeH₄ 流量 5.25 sccm、成長時間 550 sec. 成長温度 750deg.で成膜した。成膜後の試料は、表面観察を SEM、AFM、応力変化を Raman 分光器により評価した。結果、Si (110)無傾斜基板にて原子オーダーで平坦な SiGe 薄膜(Ge 組成 23.5%, 膜厚 21.7 nm)の形成を確認し、本条件でオフ基板上に SiGe を成膜した。

【結果】Fig. 1 に、A. [110]方向、B. [100]方向に 10 deg.傾斜させた SiGe 成膜後オフ基板の SEM 像を示す。結果、オフ基板における結晶成長後の表面構造は傾斜方向によって大きく異なることが確認できた。Fig. 2 にて、Raman 測定による SiGe ピークシフトの基板オフ角度依存性を検討した。結果、[100]方向では基板オフ角度の増加に伴いピークが低波数側へ変化したのに対し、[110]方向においては 2~6 deg. のオフ角で一定の値を維持し、8 deg. 以上では高波数側へ遷移した。SEM で確認された表面構造変化と Raman シフト量を勘案すると、[100]方向へ傾斜した基板ではオフ角度変化に対して表面構造が維持されるのに対し、[110]方向では表面構造が変容することで[100]方向とは異なる歪み変化が生じたと示唆される。

【まとめ】Si (110)基板上 SiGe の CVD 成膜において、[110]方向、[100]方向それぞれの基板傾斜は成膜後の表面構造および格子応力に大きな影響を与えることが示された。(110)面方位制御技術の発展にあたり、極めて重要な基礎データとなることが期待できる。

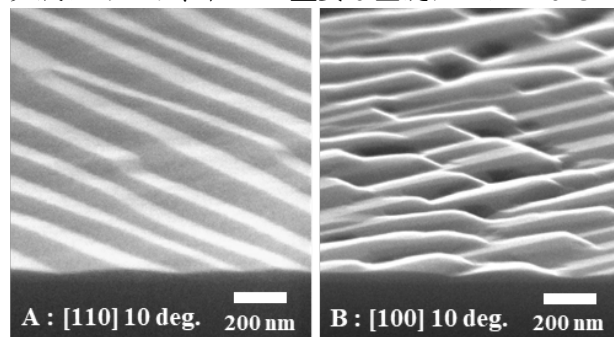


Fig. 1 SEM images of the representative samples SiGe thin films on Si (110) substrates with 10 deg. off-angle in the A. [110] and B. [100] directions.

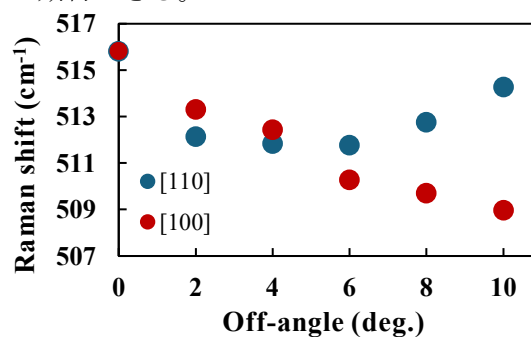


Fig. 2 Raman shift of SiGe peaks at [110] and [100] off-angle directions.

【謝辞】この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター(LSTC)) の委託事業の結果得られたものです。

【参考文献】[1] C. D. Young, Solid-State Electron. 78, 2 (2012).

ラマン分光法による表面ラフネスが(110)Si 基板上 SiGe エピ薄膜の歪に及ぼす影響の評価 Strain Evaluation of Surface Roughness Effect in SiGe Epi. Thin Films on (110)Si Sub. by Raman Spectroscopy

○伊藤 佑太^{1,2}、伊波 希宇^{1,3}、臼田 宏治⁴、小椋 厚志^{1,4}

(1. 明治大理工、2. 学振特別研究員 DC、3. 産総研、4. 明大 MREL)

○Y. Ito^{1,2}, K. Inami^{1,3}, K. Usuda⁴, and A. Ogura^{1,4}

(1. Sch. of Sci. and Tech., Meiji Univ., 2. JSPS Research Fellow DC, 3. AIST, 4. MREL, Meiji Univ.)

E-mail: yuta_ito@meiji.ac.jp

【序論】(001)Si チャンネルを用いた構造における n 型に対する p 型トランジスタの性能の低さは、CMOS という技術を用いる上で性能向上に向けての大きなボトルネックとなりうる。この問題に対し、近年、(110) 面の適用による p 型トランジスタの性能向上が検討されている。(110)Si nanosheet (NS) チャンネルは (001)Si NS チャンネルに比べ、正孔の移動度が飛躍的に高くなることが実証されており[1]、歪量および分布が特定の方位への正孔輸送効率を高めると報告されている[2]。ここで、NS 構造形成に必要な SiGe/Si 積層構造より各 NS に導入される歪量にばらつきが存在すると、予期しないデバイス特性の変化を生じさせる可能性がある。よって、SiGe/Si(110)ヘテロ構造における臨界膜厚や歪緩和の挙動・メカニズムについての理解は NS-FET の実用化に不可欠である。Si 基板上の SiGe エピ薄膜においてはしばしば自己組織化的に薄膜表面に 3 次元構造が形成されるが、この構造の形成が歪状態に及ぼす影響については(110)薄膜では未だ詳細な検証が行われていない。以上を鑑み、我々は非破壊で歪評価が可能な顕微ラマン分光法に着目し、(110)SiGe/Si ヘテロ構造試料における表面ラフネスが歪状態に及ぼす影響について調査する。

【実験方法】本研究では化学気相成長法により(110)Si 基板上に成膜した(110)SiGe 薄膜に対し、ラマン分光測定を行う。表面のラフネスと歪の関係を調査すべく、SiGe 薄膜表面にピラミッド状のラフネスが形成された膜厚 28-37、108-151 nm の 2 水準、SiGe 薄膜表面が平坦な膜厚 41、87、167 nm の 3 水準を用意した。ラマン分光測定には 2,000 mm の分光器を有し、波数分解能 0.1 cm⁻¹ を実現する顕微ラマン分光装置を用いた。励起光源として波長 532 nm の Diode Pumped Solid State レーザを出力 1 mW で使用した。

【結果・考察】Fig. 1 に表面が平坦及びラフネスの大きい(110)SiGe 薄膜のラマンシフト、Si_{0.78}Ge_{0.22} の無歪ラマンシフト[3]を示す。なお、表面ラフネスが大きい薄膜のラマンシフトは 65000 点測定 of 平均値である。結果、平坦な薄膜に比べ、ラフネスの大きい薄膜は低波数側へのシフトが確認され、表面ピラミッド構造の形成に伴う大きな歪緩和が示された。次に、ラフネスの形成に伴う、歪状態の分布について詳細な検討を行うべく、多点測定を行った表面ラフネスの大きい SiGe 薄膜のラマンシフトを箱ひげ図として Fig. 2 に示す。膜厚増加に伴う歪緩和はあるものの、ピラミッド構造の大きさによる歪量のバラつきには影響は小さいことが判明した。即ち、構造の形成が大きな歪緩和をもたらすことを明らかにした。

【謝辞】この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5 G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター (LSTC))の委託事業の結果得られたものです。

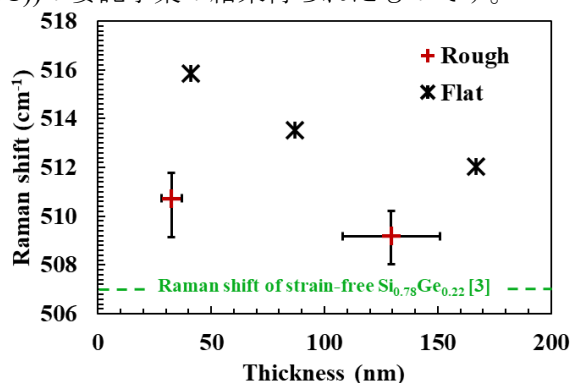


Fig. 1 Raman shift of the surface rough and flat (110)SiGe thin films.

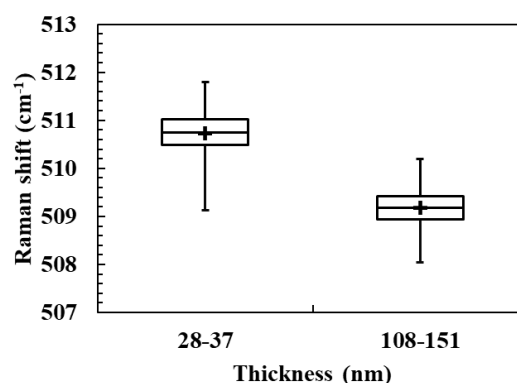


Fig. 2 Box-and-whisker plot of Raman shift obtained from the surface rough SiGe thin films.

【参考文献】 [1] J. Chen *et al.*, 2008 VLSIT, 32 (2008).

[2] J. Chen *et al.*, 2009 VLSIT, 90 (2009).

[3] R. Yokogawa *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **63**, 035503 (2024).

Si_{1-y}Ge_y バッファ層を用いた Si_{1-x}Sn_x エピタキシャル薄膜の成長と歪み制御

Epitaxial growth and strain engineering of Si_{1-x}Sn_x films on Si_{1-y}Ge_y buffer layers

名大院工¹, IHP – Leibniz Institute for High Performance Microelectronics², 名大未来研³

○伊藤創生¹, 黒澤昌志¹, Wei-Chen Wen², 山本裕司², 柴山茂久¹, 坂下満男¹, 中塚理^{1,3}

Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ.¹, IHP – Leibniz Institute for High Performance Microelectronics²,
IMaSS, Nagoya Univ.³

○Sosei Ito¹, Masashi Kurosawa¹, Wei-Chen Wen², Yuji Yamamoto²,
Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, and Osamu Nakatsuka^{1,3}

E-mail: kurosawa@nagoya-u.jp

[研究背景] Si_{1-x}Sn_x は MOSFET の次世代チャネル材料としても期待されており[1], Si における先行研究[2]と同様に, 面内歪制御によりさらなるキャリア移動度の向上が可能と推察される. 我々を含む複数のグループが, Sn の熱平衡固溶限 (0.1%) を超える Si_{1-x}Sn_x 薄膜 ($x=0.03-0.3$) のエピタキシャル成長に成功している[3-6]. しかし従来は, 格子定数の小さい Si 基板や, Sn の析出を抑制する目的で Si_{1-x}Sn_x と格子整合する基板が主に用いられ, その結果, Sn 組成が定まると, 薄膜の歪み率 (圧縮歪みあるいは無歪み) も一意に決定されるという制約があった. そこで本研究では, Sn 組成と歪み率の独立制御を目的として, Si_{1-y}Ge_y バッファ層を用いた Si_{1-x}Sn_x 薄膜のエピタキシャル成長ならびに面内歪み率の制御に取り組んだ.

[実験方法および結果] Si(001) 基板上に, CVD 法を用いて Ge 組成を段階的に増加した歪緩和 Si_{1-y}Ge_y バッファ (最大の Ge 組成 30%) を形成した. 続いて, スパッタリング法により, 設計膜厚 50 nm, 設計 Sn 組成 2.4%, 基板温度 350 °C, Si 堆積速度: 2.3 nm/min の条件で Si_{1-x}Sn_x 薄膜を堆積した. 作製した Si_{1-x}Sn_x 薄膜試料の X 線回折 2 次元逆格子空間マップ (XRD-2DRSM) を Fig. 1 に示す. Si_{0.7}Ge_{0.3} 上に pseudomorphic 成長した Si_{1-x}Sn_x $\bar{2}\bar{2}4$ 回折ピークが確認された. この回折ピーク位置から, Sn 組成は 2.4%, 面内歪み率は 0.7% と見積もられ, 面内伸長歪みを有する Si_{1-x}Sn_x 薄膜の形成に成功したことが示された. 加えて, 今回 Si_{1-y}Ge_y バッファ層の格子定数および設計 Sn 組成の制御により, Sn 組成: 2-4%, 面内歪み率: -0.4-0.7% の Si_{1-x}Sn_x 薄膜形成に成功しており, バッファ層による面内歪み率の制御が可能であることを確認した.

[謝辞] 本研究の一部は, JST-CREST (No. JPMJCR21C2), JST-ASPIRE (No. JPMJAP2413), JSPS 科研費 (Nos. 21H01366, 24H00314), 内藤科学技術振興財団, サムコ科学技術振興財団および東電記念財団の研究助成により実施されました.

[参考文献] [1] A. M. Hussain *et al.*, J. Appl. Phys. **116**, 224506 (2014). [2] M. T. Currie *et al.*, J. Vac. Sci. Technol., B. **19**, 2268 (2001). [3] K. Fujimoto *et al.*, Appl. Phys. Express **16**, 045501 (2023). [4] 大岩樹ら, 第 69 回応用物理学会春期学術講演会, 25p-D114-6 (2022). [5] A. A. Tonkikh *et al.*, J. Cryst. Growth **392**, 49 (2014). [6] J. Tolle *et al.*, Appl. Phys. Lett. **89**, 231924 (2006).

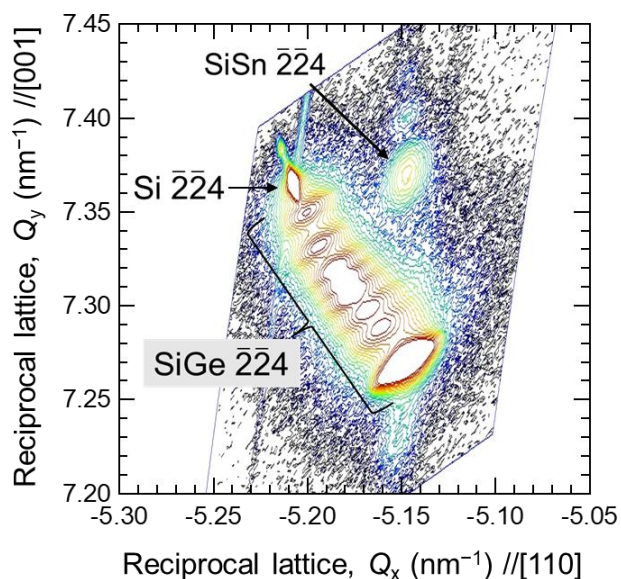


Figure 1 XRD-2DRSM around the Si $\bar{2}\bar{2}4$ reciprocal lattice point, obtained from the Si_{1-x}Sn_x layer grown on a Si_{1-y}Ge_y buffer layer on Si(001) substrate.

歪み SiGe/Ge に形成されるクラック周辺の歪み分布評価 Evaluation of strain distribution around cracks formed on strained SiGe/Ge

1 東京都市大, 2 阪大基礎工, 3 阪大基礎工 CSRN, 4 阪大 OTRI スピン

溝口 稜太¹, 加藤 恵太郎¹, 芝原 夕夏¹, 相川 茉由¹,

山田 道洋¹, 浜屋 宏平^{2,3,4}, 澤野 憲太郎¹

1Tokyo City Univ., 2Grad. Sch. Eng. Sci., The Univ. of Osaka.,

3CSRN, The Univ. of Osaka., 4OTRI, The Univ. of Osaka.

R. Mizoguchi¹, K. Kato¹, Y. Shibahara¹, M. Aikawa¹, M. Yamada¹, K. Hamaya^{2,3,4}, K. Sawano¹

E-mail: g2481280@tcu.ac.jp

1. はじめに

Ge(111)は強磁性体が結晶成長できることから、スピントロニクスへの応用が期待され注目を集めている[1]。さらに、Ge(111)上に形成できる歪み SiGe 層や、歪み SiGe/Ge 量子井戸構造を形成することで、バンドエンジニアリングが可能となり、さらに応用範囲を広げる。しかしながら、歪み SiGe 層には、歪みによってクラックが発生することが問題となる[2]。本研究では、Si(111)基板上形成した歪み SiGe/Ge 構造のクラック周辺の歪み分布について詳細に評価した。

2. 実験方法、結果・考察

MBE を用いて、Si(111)基板上に LT-Ge 層を 350°C で 40 nm、HT-Ge 層を 700°C で 500 nm 成長し、Si_{1-x}Ge_x (x = 0.9~0.8)層を 350°C で 200-250 nm 成長した。

作製した試料表面を光学顕微鏡および AFM により観察したところ、クラックが、すべり面となる等価な(111)面と表面の交線に沿って形成されており、クラックを挟んで表面に段差が生じていることが確認された (Fig.1)。この段差形成は、SiGe 層における引張り歪みの蓄積が臨界値を超えた際にすべり面沿いに応力集中が生じ、クラックと段差形成が同時に進行したと考えられる。

クラック近傍の歪み分布を評価するため、ラマン分光測定を行った (Fig.2)。クラックを中心にラマンのラインスキャンを行ったところ、クラックの発生により隆起した部分において引っ張り歪みの緩和が生じたことがわかる。AFM から段差の非対称性が確認され、段差形成に伴いクラック近傍の歪み状態に違いが生じたと考えられる。本研究の一部は科研費 (21H04635, 23H00258, 23H05455, 23H05458, 24H00034) の支援を受けて行われた。

[1] K. Hamaya et al., *J. Phys. D: Appl. Phys.* 51, 393001 (2018).

[2] Md. M. Alam et al., *Appl. Phys. Express* 12, 081005 (2019).

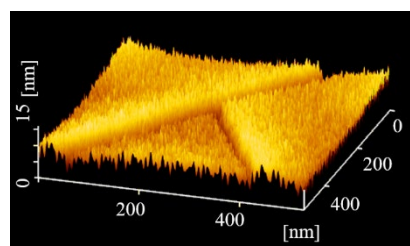


Fig.1 AFM surface image around cracks on strained SiGe/Ge.

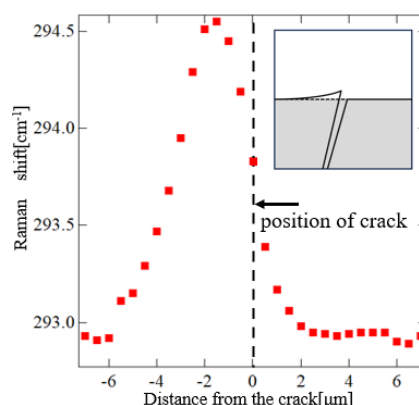


Fig.2 Raman Ge-Ge peak values obtained across the crack on the strained SiGe/Ge.

Si 上 Ge 細線構造の格子ひずみに対する Si キャップ層の影響

Effect of Si capping layer on lattice strain of Ge wire structures on Si

豊橋技科大 ○(M1) 松下 宗暉, Jose A. Piedra-Lorenzana, 飛沢 健, 石川 靖彦

Toyohashi Univ. Tech. °Soki Matsushita, Jose A. Piedra-Lorenzana, Takeshi Hizawa,

Yasuhiko Ishikawa

E-mail: matsushita.soki.zf@tut.jp, ishikawa@ee.tut.ac.jp

1. はじめに

シリコンフォトニクスにおける近赤外受光器材料として、Si 上 Ge エピタキシャル層が利用されている。Franz-Keldysh (FK) 効果に基づく電界吸収型光変調器にも利用できる。Ge 中の格子ひずみがデバイスの動作波長に重要である。Ge 層には Si との熱膨張係数差によって約 0.2% の引張ひずみが存在し、光吸収端が 1.55 μm から 1.61 μm 程度まで長波長化する。一方で、幅が 1 μm 程度以下の細線状メサ構造においては、ひずみ緩和によって光吸収端が短波長化（復元）することを理論および実験で示してきた[1]。また、Si キャップ層を付加することでひずみ緩和を理論上抑制（光吸収端の長波長化を維持）できること[2]も報告している。しかし、Si キャップ層を付加した実験において、理論と異なる圧縮ひずみが観測された[2]。Si キャップ層が応力源となって Ge に圧縮ひずみが誘起されたと解釈できる実験結果が得られたので報告する。

2. サンプル作製および評価

化学気相堆積（CVD）法を用いて、Si(001) ウェーハ上に膜厚 200 nm の Ge エピタキシャル層を形成した。原料ガスには GeH_4 を用いた。SiO₂ 層をマスクとする選択成長を用い、[110] 方向に平行な細線状の Ge 層を形成した。細線幅は、0.6~100 μm の範囲で変化させた。引き続き、CVD 法で膜厚 200 nm の Si キャップ層を形成した。典型的な断面走査電子顕微鏡（SEM）像を Fig. 1 に示す。側壁に{113}傾斜面を有する構造となる。

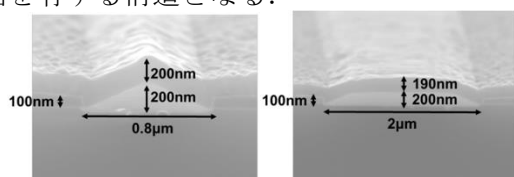


Fig. 1. A typical SEM image of Si-capped Ge wire structure selectively grown on Si.

Ge 細線中の格子ひずみはラマン分光法により評価した。特に TMAH 溶液を用いたウェットエッチングにより Si キャップ層の膜厚を変化させて、その影響を調べた。

3. 結果と考察

Fig. 2 に幅 1.0 μm の Ge 細線構造に対するラマンスペクトルを示す。200 nm の Si キャップ層を形成した状態では、バルク Ge の場合と比較してラマンピークが高波数側にシフトした。Ge 中に圧縮ひずみが誘起されている。Si cap の膜厚が薄くなるにつれ、低波数側にシフトした。バルク Ge の場合と比較してもピークが低波数側にシフトしており、引張ひずみを有する状態に変化した。このことより、Si キャップ層が応力源となって Ge 細線へ圧縮ひずみを誘起したと解釈できる。

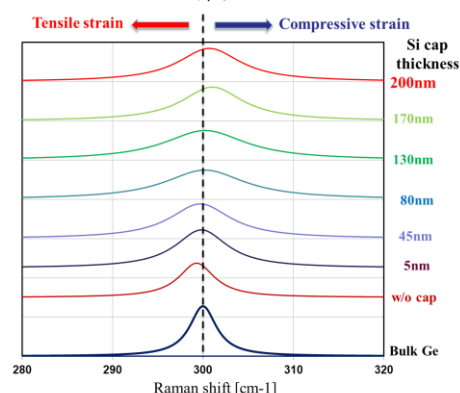


Fig. 2. Raman shifts in Ge 1 μm structures.

4. まとめ

Si キャップ層を形成した Ge 細線構造において観測される圧縮ひずみは、Si キャップ層が応力源となって誘起されたものと解釈される。Si キャップ膜厚と格子ひずみの関係より、バンドエンジニアリングへの応用可能性が示された。

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 25H00738 および 25K01289, ならびに村田学術振興・教育財団の助成を受けて実施した。

参考文献

- [1] S. Sonoi et al., IEEE J. Quantum Electron. 58, 8400209 (2022).
- [2] J. Chombo et al., Jpn. J. Appl. Phys. 63, 03SP32 (2024).

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.5 Group IV crystals and alloys

[9a-N206-1~11] 15.5 Group IV crystals and alloys

[9a-N206-1]

Improved properties of Si thin film anode by voltage control

○Yo Eto¹, Koki Nozawa¹, Takashi Suemasu¹, Kaoru Toko¹ (1.Tsukuba Univ.)

[9a-N206-2]

Photoluminescence properties of methylated germanane films formed by topochemical reactions

○Atsuki Nakayama¹, Kaito Nakajima¹, Masaaki Araidai^{1,2}, Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Takuya Sasaki¹, Ken Niwa^{1,3}, Masashi Hasegawa^{1,3}, Osamu Nakatsuka^{1,2}, Masashi Kurosawa¹ (1.Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 2.IMaSS, Nagoya Univ., 3.RCCME, Nagoya Univ.)

[9a-N206-3]

Optical Resonant Modes in Tensile-Strained Ge Microdisks Fabricated via Laser-Induced Liquid-Phase Crystallization

○(M1)Liji Zhan¹, Tianping Li¹, Yuta Hayakawa², Takuma Kobayashi², Heiji Watanabe², Takayoshi Shimura^{1,2} (1.Waseda Univ., 2.UOsaka)

[9a-N206-4]

Fabrication and characterization of lateral LED based on Ge-on-SOI

○Riku Ishikawa¹, Takahiro Inoue¹, Kentarou Sawano¹ (1.Tokyo City Univ.)

[9a-N206-5]

Observation of room temperature EL emission from strained SiGe/Ge quantum well LEDs on Ge-on-Insulator(111)

○Shuya Kikuoka¹, Mayu Aikawa¹, Ryoga Yokoki¹, Nonoka Nagashima¹, Kenji Oki², Kohei Hamaya^{2,3,4}, Kentarou Sawano¹ (1.Tokyo City Univ., 2.Grad. Sch. Eng. Sci., The Univ. of Osaka., 3.CSRN, The Univ. of Osaka., 4.OTRI, The Univ. of Osaka.)

[9a-N206-6]

Evaluation of Defects in Si-Nanosheets Formed by CF₄/H₂ Plasma Etching of Si_{0.7}Ge_{0.3}/Si/Si_{0.7}Ge_{0.3} Stacked Structures

○Kotaro Ozaki¹, Yusuke Imai¹, Yuki Imai¹, Takayoshi Tsutsumi², Kenji Ishikawa², Yuji Yamamoto^{1,3}, Wei-Chen Wen³, Katsunori Makihara^{1,3} (1.Nagoya Univ. Eng., 2.Nagoya Univ. cLPS, 3.IHP)

[9a-N206-7]

Broadband and Highly Responsive n-Ge Schottky Photodetectors with Short-Wave Infrared Transparent Conductive Oxide Electrodes

○Rahmat Hadi Saputro¹, Tomo Tanaka², Hiroyuki Ishii¹, Tatsuro Maeda¹ (1.AIST, 2.NEC Corp.)

[9a-N206-8]

Demonstration of room temperature operation of a PN-junction GeSn infrared detector

○Tomo Tanaka¹, Hiroyuki Ishii², Rahmat Hadi Saputro², Shigehisa Shibayama³, Masashi Kurosawa³, Osamu Nakatsuka³, Tatsuro Maeda² (1.NEC Corp., 2.AIST, 3.Nagoya Univ.)

[9a-N206-9]

Synthesis of infrared absorbing Ge layers for flexible multi-junction solar cells

○Shintaro Maeda^{1,2}, Takamitsu Ishiyama^{1,2}, Suemasu Takashi¹, Kaoru Toko¹ (1.Univ. of Tsukuba, 2.JSPS Research Fellow)

[9a-N206-10]

Characterization of lateral spin transport devices with strained Si_{0.15}Ge_{0.85}

○Kohei Shikatake¹, Kenji Oki¹, Shumpei Fujii¹, Sora Obinata^{1,2}, Takamasa Usami^{2,3}, Shuya Kikuoka⁴, Kentarou Sawano⁴, Kohei Hamaya^{1,2,3} (1.Grad. Sch. Eng. Sci., The Univ. of Osaka., 2.CSRN, The Univ. of Osaka., 3.OTRI, The Univ. of Osaka., 4.Tokyo City Univ.)

[9a-N206-11]

Observation of Room-Temperature Spin Signals in a Vertical Co₂MnSi/*n*-Ge/Co₂MnSi

○Shimon Watahiki¹, Sora Obinata^{1,2}, Shinya Yamada^{1,2,3}, Shuya Kikuoka⁴, Michihiro Yamada⁴, Kentarou Sawano⁴, Kohei Hamaya^{1,2,3} (1.GSES, Osaka Univ., 2.CSRN, Osaka Univ., 3.OTRI-Spin, Osaka Univ., 4.Tokyo City Univ.)

電圧制御による Si 薄膜負極の特性向上

Improved properties of Si thin film anode by voltage control

筑波大院 °江藤 葉, 野沢 公暉, 末益 崇, 都甲 薫

Univ. of Tsukuba °Y. Eto, K. Nozawa, T. Suemasu, K. Toko

E-mail: s2420271@u.tsukuba.ac.jp

【はじめに】 Si は高い比容量をもつ有望な負極材料として注目され、全固体薄膜電池への応用も期待されている[1]。しかし、充放電に伴う Si 薄膜の膨張収縮に起因した亀裂や剥離による負極特性の劣化が主要な課題であった[2]。本研究では、新たに Si と Li の反応電圧域に限定して走査上限電圧を制御することで、Si 薄膜の膨張挙動を抑制し、負極特性の向上を図った。その結果、適切な電圧条件を選ぶことで、Si 薄膜の剥離を抑制でき、特性の顕著な向上に繋がったため報告する。

【実験方法】 Mo 箔上に Si (250 nm 厚) をスパッタ堆積した (Figs. 1(a), (b))。二次電池負極特性評価のため、Mo 箔上 Si 膜を金属 Li と対向させ、電解液に 1 M LiPF₆ in EC/DEC (1:1 v/v) を用いた二極式セルを作製し (Fig. 1(c))、走査上限電圧を制御し充放電試験を行った。更に試料様態評価のため、充放電後のセルを分解し、SEM、EDX により試料の表面様態を観察した。

【結果・考察】 初めに各試料の充放電特性を測定し (Figs. 2(a)–(d))、サイクル特性として Fig. 2(e) に示した。走査上限電圧が小さいほど初期容量が小さくなることが判る。これは、設定した電圧が Si の脱リチウム反応電圧域にあり、全ての Li が脱離せず Si 中に残存することで、実効的な脱挿入量が制限され、測定容量が過少となるためである。 $x = 2.0$ V では 40 サイクル以降に急激な容量低下が生じた。一方で、 $x = 0.6$ V では優れた容量維持性が示され、100 サイクルで 2200 mAh g⁻¹ を超える容量が得られた。 $x = 0.4$ V では Li の脱挿入が不十分で低い容量にとどまった。

電圧制御による Si 負極特性向上の原因を明らかにすべく、充放電後の試料に対し SEM 像と EDX 像を取得した (Fig. 3)。取得した像から、Si 膜には体積膨張・収縮に起因した亀裂が確認できる。ここで、 $x = 2.0$ V では Si 薄膜の剥離が顕著に確認された一方で、 $x = 0.6$ V では 100 サイクル後も Si 薄膜が細かい構造で残存し、Si 負極剥離の明らかな抑制が確認された。この剥離抑制は、Li を Si 負極から完全に脱離させず界面付近に残すことで、界面へのダメージが軽減されたことによるものと推察する。

以上、電圧制御により Si 負極特性を向上させるとともに、その要因が剥離抑制にあることを実証した。

[1] X. Su *et al.*, Adv. Ener. Mater., **4**, 1300882 (2014). [2] K. Nozawa *et al.*, ACS Appl. Nano Mater., **5**, 17264 (2022).

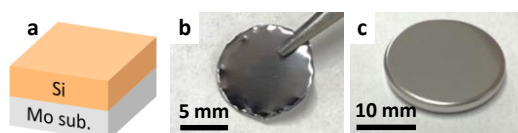


Fig. 1. (a) Schematic of the samples. Photographs of (b) the sample and (c) the coin cell battery.

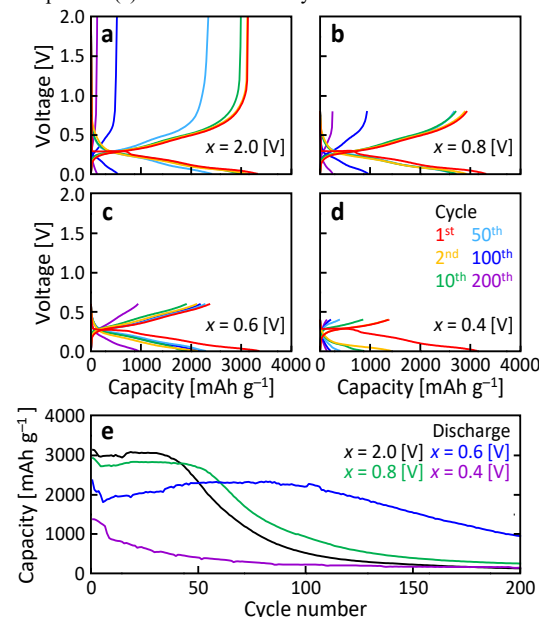


Fig. 2. Electrochemical characteristics of the Si anode with modulated measured voltage at $x=0.005$ V in a coin-type cell. Galvanostatic charge-discharge cycles of the sample at a current density of 1 C for $x =$ (a) 2.0, (b) 0.8, (c) 0.6, and (d) 0.4 V. (e) Cycle number dependence of the discharge capacities determined by the charge-discharge measurement.

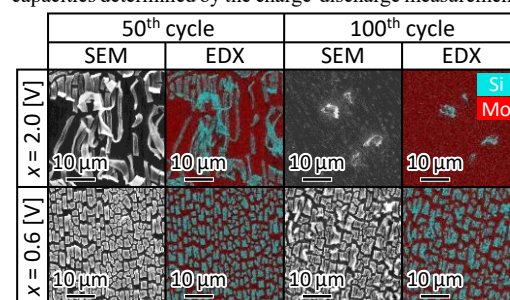


Fig. 3. SEM and EDX images of the sample surface at $x = 2.0$ and 0.6 V after 50 and 100 cycles of charge-discharge at a current density of 1C.

トポケミカル反応により形成したメチル化ゲルマナン薄膜の フォトルミネッセンス特性

Photoluminescence properties of methylated germanane films formed by
topochemical reactions

名大院工¹, 名大未来研², 名大 RCCME³

○中山敦稀¹, 中嶋海都¹, 洗平昌晃^{1,2}, 柴山茂久¹,

坂下満男¹, 佐々木拓也¹, 丹羽健^{1,3}, 長谷川正^{1,3}, 中塚理^{1,2}, 黒澤昌志¹

1. Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 2. IMASS, Nagoya Univ., 3. RCCME, Nagoya Univ.

○Atsuki Nakayama¹, Kaito Nakajima¹, Masaaki Araidai^{1,2},

Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Takuya Sasaki¹, Ken Niwa^{1,3}, Masashi Hasegawa^{1,3},

Osamu Nakatsuka^{1,2}, and Masashi Kurosawa¹

E-mail : kurosawa@nagoya-u.jp

【研究背景】メチル化ゲルマナン(GeCH_3)は, Si に比べ高い電子・正孔移動度($\mu_e = 6.71 \times 10^3 \text{ cm}^2/\text{Vs}$, $\mu_h = 1.40 \times 10^4 \text{ cm}^2/\text{Vs}$)および 1.72 eV の直接遷移型エネルギーバンドギャップを有する半導体であることが理論的に予測されており, 電子・光デバイスへの応用が期待されている[1]. これらの特性はフリースタンディング構造または二層構造に対して理論的に導かれたものである. 一方, GeCH_3 の前駆体である CaGe_2 バルク結晶には複数のポリタイプが混在することが報告されており[2], 得られる GeCH_3 フレークも同様にポリタイプの混在が予想される. これまでの実験報告[3,4] では, 観測されるエネルギーバンドギャップ値にばらつきが見られ, 本来の物性が明確にされているとは言い難い. そこで本研究では, ポリタイプが 2H の CaGe_2 薄膜をメチル化した試料の発光特性について評価し, 理論計算との整合性について検討した結果を報告する.

【実験方法および結果】分子線エピタキシー法を用い, Ge(111)基板上に CaGe_2 薄膜(膜厚: 20 nm, 基板温度: 560 °C)を成長させた. メチル基修飾プロセスは, フレーク試料に関する先行研究[4]を参考に実施した. 具体的には, 室温・窒素雰囲気下で, 試料をヨードメタン溶液($\text{CH}_3\text{I} : \text{H}_2\text{O} : \text{CH}_3\text{CN} = 3 : 2 : 6$ (モル比))に 3 日間浸漬した. 処理後, 残留した CaI_2 を取り除くため CH_3CN で洗浄を行った.

得られた薄膜試料の結晶構造を X 線回折(XRD)法により評価した(Fig. 1). CaGe_2 薄膜からは, $2\theta = 17.34^\circ$ および 35.08° に, それぞれ 2H- CaGe_2 002 および 004 に対応する回折ピークが確認された(Fig. 1(b)). 一方, ヨードメタン溶液に 3 日間浸漬した試料では, 新たに $2\theta = 10.68^\circ$ に GeCH_3 002 に対応する回折ピークが出現した(Fig. 1(c)).

室温でのフォトルミネッセンス(PL)測定結果を Fig. 2 に示す. Ge 基板および CaGe_2 薄膜からは 1.5~2.5 eV のエネルギー帯域において発光ピークはほとんど確認されなかった. 一方, メチル化後の試料からは 1.76 eV 付近に明瞭な発光ピークが観測された. 当日の講演では, メチル化条件が発光特性に与える影響について, 先行研究および理論計算結果とあわせて, 議論を行う予定である.

【謝辞】本研究の一部は, JSPS 科研費(Nos. 22H05456, 23K17760, 24H00849, 24H00850, and 24H00853)により実施されました.

【参考文献】[1] Y. Jing *et al.*, J. Phys. Chem. Lett. **6**, 4252 (2015). [2] R. Yaokawa *et al.*, J. Solid State Chem. **295**, 121919 (2021). [3] S. Jiang *et al.*, Nat. Commun. **5**, 3389 (2014). [4] C. Livache *et al.*, Appl. Phys. Lett. **115**, 052106 (2019).

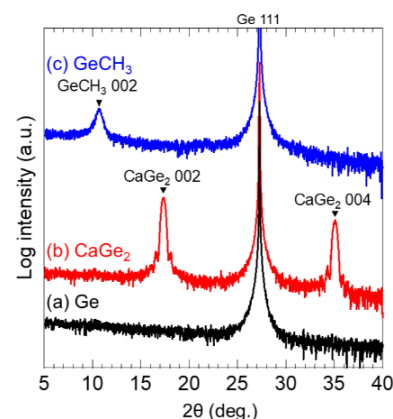


Fig. 1 XRD $2\theta/\omega$ scans of (a) Ge(111) substrates, (b) CaGe_2 layers grown on Ge(111) substrates, and (c) GeCH_3 layers obtained by immersing CaGe_2 in an iodomethane solution.

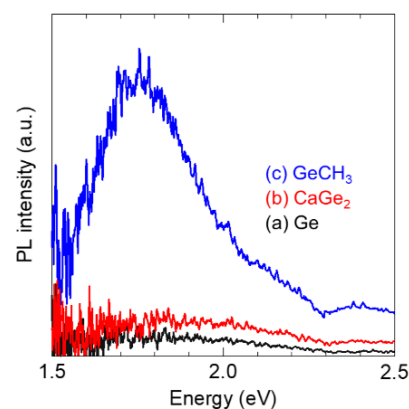


Fig. 2 PL spectra of (a) Ge(111) substrates, (b) CaGe_2 layers grown on Ge(111) substrates, and (c) GeCH_3 layers obtained by immersing CaGe_2 in an iodomethane solution.

Optical Resonant Modes in Tensile-Strained Ge Microdisks Fabricated via Laser-Induced Liquid-Phase Crystallization

Waseda Univ.¹, UOsaka²

[○]L. Zhan¹, T. Li¹, Y. Hayakawa², T. Kobayashi², H. Watanabe², and T. Shimura^{1,2}

E-mail: zzshen1129@toki.waseda.jp

Ge based lasers are expected to be key components of Si photonic integration technology, because they realize light sources compatible with Si-CMOS technology. Ge has indirect band structure same as Si, but we can modulate it and enhance the optical properties by applying tensile strain and incorporating Sn atoms. The critical issues are crystalline defects generated during the growth on Si substrates caused by large lattice mismatch and low solubility of Sn atoms in Ge. To address these issues, we have been developing laser-induced liquid-phase crystallization (LLPC) and shown the high quality of the tensile-strained Ge and GeSn layers fabricated by LLPC [1]. In this paper we show the analysis of optical resonant modes observed from the tensile-strained Ge microdisks fabricated via LLPC.

A 200-nm-thick amorphous Ge film was deposited on a Si substrate having a 1- μm -thick SiO_2 layer by sputtering and patterned into $10\ \mu\text{m} \times 7\ \text{mm}$ wires. A 1- μm -thick SiO_2 layer was capped on the Ge wires and LLPC was performed using a 450 nm laser. Ge microdisk resonators were fabricated using electron beam lithography and reactive ion etching. The diameters range from 3 to 8 μm (Fig. 1). Photoluminescence (PL) spectroscopy was performed at room temperature using a 647 nm laser (1-2 μm diameter spot).

Typical PL spectra from the microdisks are shown with the references in Fig. 2. We see that the spectra from the microdisks and wires are red-shifted due to $\sim 0.55\%$ tensile-strain. We also see clear resonant fringes in the spectra from the microdisks depending on the diameter.

Principal resonant modes of a microdisk resonator are whispering gallery modes (WGM), where light circulates around the periphery by undergoing repeated total internal reflection. However, the resonance energy spacing (free spectral range) observed in our experiments corresponds to those of radial modes, where light propagates along the radial direction between the center to periphery. Frequency-domain electromagnetic simulation showed the optical modes enhanced in the microdisks strongly depend on the light source position in the disks and supports our observations. The details will be shown in the presentation.

This work was supported by ULVAC MIRAI Institute, JSPS KAKENHI (23K22798), and a grant from The Amada Foundation (Grant No. AF-2024203-A3).

[1] H. Oka *et al.*, Ext. Abstr. IEEE Int. Electron Devices Meeting (IEDM), 2017, p.16.3.1.

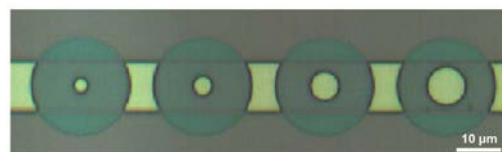


Fig. 1 Optical microscope image of Ge microdisk resonators with diameters of 3, 4, 6, 8 μm .

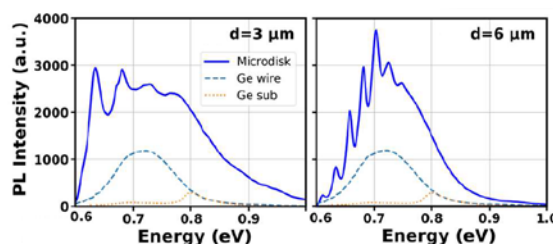


Fig. 2 PL spectra of Ge microdisk resonators with diameters of 3 and 6 μm . The spectra of Ge wires and Ge substrates are shown as reference.

Ge-on-SOI を用いた横方向 LED の作製と評価

Fabrication and characterization of lateral LED based on Ge-on-SOI

東京都市大学 ○石川 陸, 井上貴裕, 澤野憲太郎

Tokyo City Univ. , ○Riku Ishikawa, Takahiro Inoue, Kentarou Sawano

E-mail: g2481209@tcu.ac.jp

1. はじめに

近年 Ge は、Si 上光集積回路の発光素子として注目を集めている。Si 基板上に Ge をエピタキシャル成長させることで、Ge に引っ張り歪みが導入され、 Γ バレーが低下し、直接遷移による発光効率が向上する。本研究では、イオン注入を用いた横方向 p-i-n 接合を用いた歪み Ge 発光ダイオードの作製を試みた。

2. 実験方法・結果

SOI(100)基板上に、固体ソース MBE を用いて、2 段階成長法により低温 Ge 層($T_g = 350^{\circ}\text{C}$, 40 nm)、高温 Ge 層($T_g = 600^{\circ}\text{C}$, 500 nm)を成長させ、アニール($T = 700^{\circ}\text{C}$)を行い、結晶性の改善を行った。その後、イオン注入により p 型領域と n 型領域を形成し、アニール($T = 550^{\circ}\text{C}$)により結晶回復およびドーパントの活性化を行った。金属蒸着により Au 電極を形成することでFig.1 に示すような LED 構造を作製した。

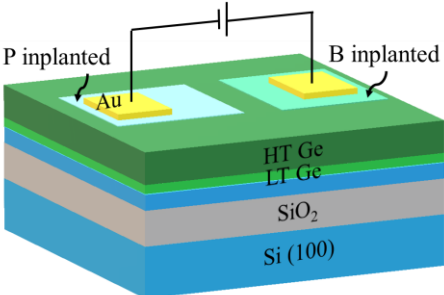


Fig. 1 Sample structure

I-V 測定の結果、明確なダイオード特性が確認された。また、室温にてエレクトロルミネッセンス測定を行い、両イオン注入領域の真ん中の位置から EL 発光を検出した。Fig. 3 に各注入電流での EL スペクトルを示しているが、注入電流を増加させることで EL 発光強度が増加していることが確認された。以上の結果より、Ge-on-SOI にイオン注入を行うことで良好な発光ダイオードが形成でき、光集積回路への応用が期待できる。本研究の一部は、科研費 (21H04635, 23H00258, 23H05455, 23H05458, 24H00034) の支援を受けて行われた。

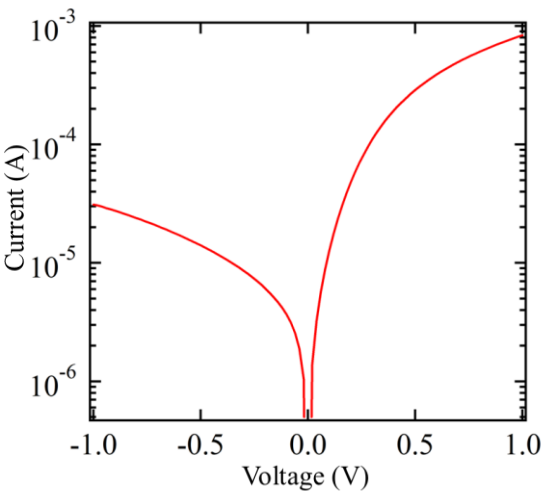


Fig. 2 IV characteristics

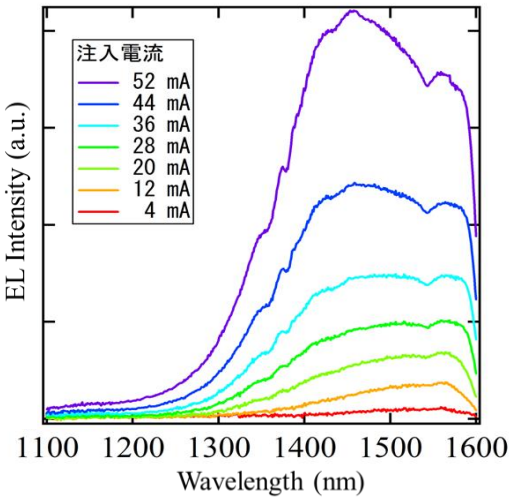


Fig. 3 Room temperature EL spectra

GOI(111)上の歪み SiGe/Ge 量子井戸 LED からの室温 EL 発光の観測

Observation of room temperature EL emission from strained SiGe/Ge quantum well LEDs on Ge-on-Insulator(111)

東京都市大学¹, 阪大基礎工², 阪大基礎工 CSRN³, 阪大 OTRI スピン⁴,○菊岡 柊也¹, 相川 茉由¹, 横木 亮河¹, 永嶋 野乃香¹, 大木 健司², 浜屋 宏平^{2,3,4}, 澤野 憲太郎¹°S. Kikuoka¹, M. Aikawa¹, R. Yokoki¹, N. Nagashima¹, K. Oki², K. Hamaya¹, K. Sawano¹Tokyo city Univ.¹, Grad. Sch. Eng. Sci., The Univ. of Osaka.²,CSRN, The Univ. of Osaka.³, OTRI, The Univ. of Osaka.⁴

E-mail: g2491204@tcu.ac.jp

近年、量子暗号化技術の重要性が高まっており、円偏光を光通信に利用する方法が提案されている。特に Si 基板上にモノリシック集積化でき、通信用波長帯域にて発光可能な Ge がスピン LED 材料として注目されている。特に、Ge の(111)面方位は、Ge 上に高品質な強磁性体のエピタキシャル成長を可能にし、強磁性体からスピン偏極電子を Ge 面へ注入することが出来る[1]。さらに、歪み SiGe を用いるとバレー間散乱が抑制されるため、スピン寿命が向上することが期待されている[2]。また、これまでに我々は、大面積化と低欠陥化が可能となる、Ge のエピタキシャル成長と貼り合わせ手法を組み合わせた Ge-on-Insulator 作製法を開発してきた[3]。本研究では、この GOI(111)上に活性層に SiGe/Ge 量子井戸を用いた歪み SiGe/Ge-on-Insulator (111)LED を作製し、室温にて非常に強い EL 発光を得ることに成功した。

試料は、固体ソース MBE を用いて作製した(Fig.1)。まず Si(111)基板上に二段階成長法を用いて Ge-on-Si (LT-Ge 層: 40nm, HT-Ge 層: 650nm)を成長した。CMP にて表面を平坦化したこの試料と、熱酸化により酸化膜を形成した Si(111)基板をアンモニア溶液親水処理後、室温にて貼り合わせた。700℃にてアニールした後、機械研磨と TMAH による選択エッチングを用いて最上部の Si 層を除去し、CMP にて LT-Ge 層を研磨し Ge-on-Insulator(111)を完成させた。その後、この GOI 上に 350℃にて Ga ドープ Ge 層 500nm、SiGe/Ge 量子井戸活性層、P ドープ Ge 層 500nm を成長させた。p-i-n 構造成長後、 δ -P ドーピング層、極薄 Si 層を挿入し、最後に Ge 層キャッピングを行った。作製した基板をフォトリソグラフィと反応性イオンエッチングによって円形横型ダイオードに加工し、コンタクトとして Au を蒸着した。Fig.2 に室温 EL スペクトルと EL 強度の注入電流依存性を示す。1.6kA/cm² あたりから急激に EL 強度が増大していることが分かる。これは Ge(111)OI 上から初めて得られた EL 発光であり、光スピン融合デバイスへの応用が期待される。本研究の一部は、科学研究費補助金(21H04635, 23H00258, 23H05455, 23H05458, 24H00034)の支援を受けて行われた。References [1] K. Hamaya et al., J. Phys. D: Appl. Phys. 51, 393001(2018). [2] T. Naito et al., Phys. Rev. Appl. 13, 054025 (2020). [3] K. Sawano et al. Thin Solid Films 613, 24 (2016).

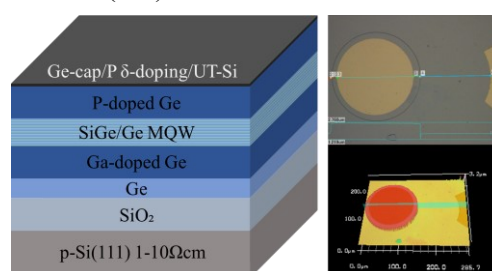


Fig. 1. Schematics of the fabricated Ge-on-Insulator (111) LED and Laser microscopic top and bird views of the fabricated LED device.

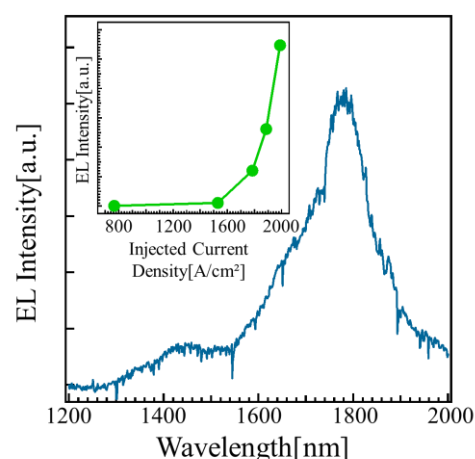


Fig. 2. EL spectra obtained at room temperature from the LED. The insets show the EL intensity as a function of the injected current density for the LED.

Si_{0.7}Ge_{0.3}/Si/Si_{0.7}Ge_{0.3} 積層構造の CF₄/H₂ プラズマエッチングにより形成した Si ナノシートの欠陥評価

Evaluation of Defects in Si-Nanosheets Formed by CF₄/H₂ Plasma Etching of Si_{0.7}Ge_{0.3}/Si/Si_{0.7}Ge_{0.3} Stacked Structures

¹ 名大院工, ² 名大低温プラズマセンター, ³ IHP - Leibniz-Institut für innovative Mikroelektronik
⁰¹ 尾崎孝太郎, ¹ 今井祐輔, ¹ 今井友貴, ² 堤隆嘉, ² 石川健治, ^{3,1} 山本裕司, ³ Wei-Chen Wen, ^{1,3} 牧原克典
¹ Nagoya Univ. Eng., ² Nagoya Univ. cLPS, ³ IHP - Leibniz-Institut für innovative Mikroelektronik
⁰¹ Kotaro Ozaki, ¹ Yusuke Imai, ¹ Yuki Imai, ² Takayoshi Tsutsumi, ² Kenji Ishikawa, ^{3,1} Yuji Yamamoto, ³ Wei-Chen Wen, and ^{1,3} Katsunori Makihara
 E-mail: ozaki.koutaro.g8@s.mail.nagoya-u.ac.jp

序 > これまでに、エピタキシャル成長した SiGe/ Si/SiGe 積層膜に対して、照射条件を精密制御した CF₄/H₂ プラズマを用いたドライエッチングを行うことで、真空一貫プロセスで表面荒れを抑制した Si ナノシートが形成できることを報告してきた[1]。本研究では、Si ナノシート形成と同様の条件で SiGe/ Si/SiGe 積層構造の上部 SiGe 層を CF₄/H₂ プラズマによりエッチングし、その後に露出した Si 層の欠陥評価を行った。

実験 > n-Si(100)基板上に高 H₂ 希釈 SiH₄ および GeH₄ ガスを用いた減圧 CVD 法により、各膜厚 ~50nm の Si_{0.7}Ge_{0.3}/Si/Si_{0.7}Ge_{0.3} 積層膜をエピタキシャル成長させた。その後、無バイアス下で CF₄/H₂ プラズマを照射し、Si_{0.7}Ge_{0.3} キャップ層を完全にエッチングした。尚、エッチング時の総ガス流量および基板温度は 100sccm, 20°C で一定とし、水素希釈率は 5%および 10%とした。エッチング後の Si 層に対しては、光電子収率分光 (PYS) 法および導電性 AFM 探針を用いた局所電気伝導特性により欠陥評価を行った。

結果および考察 > エッチング後に露出した Si 層の PYS スペクトルから、H₂ 希釈率 10%の CF₄/H₂ プラズマでエッチングした場合は、~4.3eV から~5.0eV のエネルギー領域において光電子収率の増加が認められ、エッチングに起因する欠陥準位の形成が確認された (Fig. 1)。一方、H₂ 希釈率を 5%に減少した場合は、バンドギャップ内の電子占有欠陥は成膜直後の Si 層と同程度であり、極めてプラズマダメージが抑制できていることが分かった。CF₄/H₂ プラズマによるエッチングでは、H₂ 希釈率の増加により Si 層へのフルオロカーボン (FC) の堆積量が増加することから[2]、FC の吸着が Si 層の欠陥形成を誘発していると考えられる。また、エッチング後に表面形状を測定したところ、エッチング後においては表面荒れが僅かに認められるものの、希釈率 5%では 10%の場合と比べて極めて表面ラフネスが抑制されていることが分かった[Figs. 2(a), (b), (c)]。さらには、導電性 AFM 探針を用いて二次元電流像を測定した結果、エッチング後における電流量の面内方向でのばらつきが認められ、局所的な欠陥が形成されたことを示している[Figs. 2(a'), (b'), (c')]. 任意の点における電流量を基板印加電圧に対してまとめた結果(Fig. 2(d))、印加電圧の増加に伴い電流のばらつきが増加するものの、希釈率 5%では 10%の場合と比べてその割合が小さいことが分かった(Fig. 2(d))。上記の結果から、H₂ 希釈率の減少に伴い Si_{0.7}Ge_{0.3} キャップ層のエッチレートが増大し、プロセス時間が短縮されることでプラズマ照射による Si 層への電気的および物理的ダメージが抑制された考えられる。

結論 > H₂ 希釈率 5%の CF₄/H₂ プラズマを用いたドライエッチングにより、欠陥形成を抑制した Si ナノシートの形成が可能であることが分かった。

文献 > [1] 尾崎 他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 17a-K103-9. [2] K. Ozaki et al., 45th International Symposium on Dry Process (2024) P-16.

謝辞 > 本研究の一部は、名古屋大学 低温プラズマ科学研究センターの支援を受けて行われた。低温プラズマ科学研究センターの堀勝特任教授およびスタッフの支援に感謝致します。

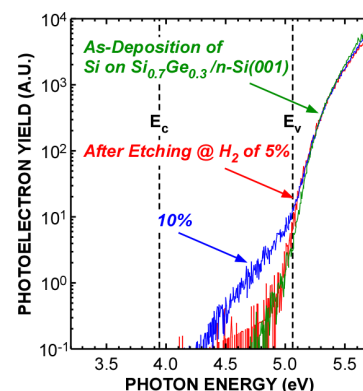


Fig. 1 PYS spectra of Si layer epitaxially grown on Si_{0.7}Ge_{0.3}/n-Si(001) and Si layer appeared by etching of the Si_{0.7}Ge_{0.3} cap layer from Si_{0.7}Ge_{0.3}/Si/Si_{0.7}Ge_{0.3} stacked using the CF₄/H₂ plasma.

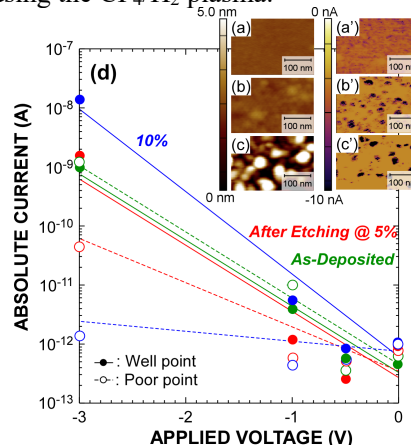


Fig. 2 (a-c) Typical surface AFM images and (a'-c') the corresponding in-plane current images with a substrate bias voltage application of -3.0 V of the samples taken (a, a') before and after etching at H₂ dilution of (b, b') 5% and (c, c') 10%. (d) Current levels as a function of applied voltage.

Broadband and Highly Responsive n-Ge Schottky Photodetectors with Short-Wave Infrared Transparent Conductive Oxide Electrodes

○Rahmat Hadi Saputro¹, Tomo Tanaka², Hiroyuki Ishii¹, Tatsuro Maeda¹

AIST¹, NEC Corp.²

E-mail: saputro.rahmathadi@aist.go.jp

Front-side illuminated Schottky photodetectors (SPDs) with metal electrodes have limited photosensitivity. To enhance carrier extraction while maintaining light penetration, we introduced a transparent conductive oxide (TCO) film (e.g., Ce, H-doped In₂O₃) between the metal electrode and the absorbing layer [1], potentially enabling high-speed and broadband photosensitivity in the short-wave infrared (SWIR) region [2]. In this study, we have demonstrated broadband and highly responsive n-Ge SPDs with that utilize SWIR-TCO electrode.

Here, ~100 nm TCO film made of Ce, H-doped In₂O₃ was used as the front electrode on the n-Ge SPDs. The optical properties of the TCO film demonstrated excellent transparency with minimal SWIR absorption, as shown in Fig. 1. Moreover, Hall effect measurements indicated the high mobility of 121.7 cm²/Vs and low resistivity of 2.5×10⁻⁴ Ωcm, making it suitable for front-

illuminated electrode.

The fabricated n-Ge SPDs exhibit diode-like rectifying I–V characteristics with on/off ratios >10⁴. Enhanced photocurrent was observed in SPDs with TCO, leading to higher responsivity over a broad wavelength range (1300-1800 nm), as shown in Fig. 2. The responsivity reached 0.55 A/W at 1500 nm, nearly double the value of 0.28 A/W without TCO. Higher improvement factors obtained when TCO is fully transparent at <1500 nm region, indicating the significant impact of TCO to extract more photogenerated carriers.

These results suggest that integrating SWIR-TCO electrodes on photodetectors substantially improves its responsivity and broadband detection, promising for applications in imaging, sensing, and optical communication.

- [1] T. Koida et al., Phys. Stat. Solidi A, 215, 1700506 (2018).
[2] T. Maeda et al., Appl. Phys. Lett. 119, 192101 (2021).

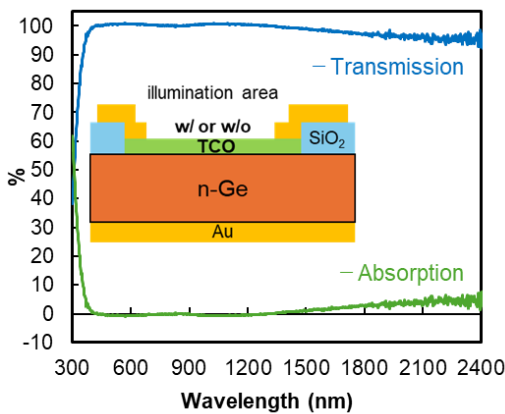


Fig. 1. Transmission and absorption spectra of the SWIR-TCO and the fabricated n-Ge SPD structure.

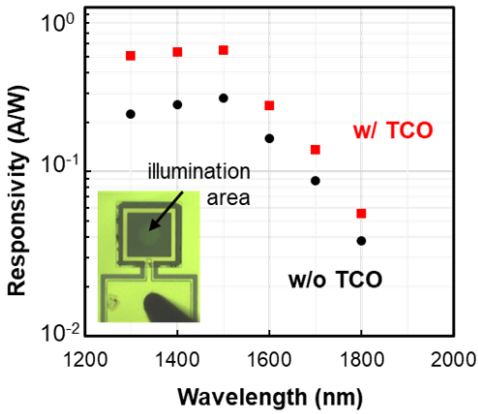


Fig. 2. Responsivity of n-Ge SPDs with and without SWIR-TCO measured on device shown in the inset.

PN 接合型 GeSn 赤外線検出器の室温動作実証

Demonstration of room temperature operation of a PN-junction GeSn infrared detector

日本電気¹, 産総研², 名古屋大³, 〇田中 朋¹, 石井 裕之², Rahmat Hadi Saputro²,

柴山 茂久³, 黒澤 昌志³, 中塚 理³, 前田 辰郎²

NEC¹, AIST², Nagoya Univ.³, 〇Tomo Tanaka¹, Hiroyuki Ishii², Rahmat Hadi Saputro²,

Shigehisa Shibayama³, Masashi Kurosawa³, Osamu Nakatsuka³, and Tatsuro Maeda²

E-mail: tomotanaka@nec.com

半導体の価電子帯の電子が、対応する波長の赤外線を受けて伝導帯に励起し、これを電流信号として取り出すことで赤外線を検出する検出器は量子型と呼ばれ、バンドギャップエネルギーで検出波長が決まる。また、一般的にノイズを律速する暗電流低減のために検出器の冷却が必要なため冷却型と呼ばれることもある。そのため高性能だが製造コストやモジュールサイズが大きくなるといった欠点がある。近年 GeSn は、Sn 濃度により検出波長を 1.5 μm から 10 μm 程度まで制御可能、直接遷移型半導体、低温成長/プロセスが可能、Si CMOS プロセスへの適応性が高い、などの特徴から、新たな量子型赤外線受光部として注目されている。今回我々は暗電流低減構造として簡便に作れる縦型 PN 接合を導入した GeSn 赤外線検出器を試作、評価したのでその特性を報告する。

試作した素子には n 型 Ge 基板上に GeSn 薄膜 (50 nm) を MBE にて直接成長したサンプルを用いた。GeSn 膜は、XRD-2DRSM から pseudomorphic 成長で Sn 濃度 7.0% であること、ホール効果測定から p 型であることを確認した。試作した素子の断面図を Fig. 1 内に示す。GeSn 膜を Ge 基板までウェットエッチングでメサ形成し、パッシベーション膜を堆積、基板裏面とメサトップにコンタクト電極を形成することで、縦型の PN ダイオード型の検出器を

作製した。生成されたフォトキャリアの取り出し効率を高めるため、メサ上部のコンタクト電極はストライプ状とした。FTIR を用いて評価した室温での分光感度特性を Fig. 1 に示す。比較のために同様に作製した Ge 検出器の評価結果も示す。本検出器は Ge 基板による吸収感度が支配的であるが、GeSn 薄膜により検出可能限界が 2 μm 以上に長波長化していることが確認できた。また室温での IV 特性から、オフ電流 $5 \times 10^{-3} \text{ A/cm}^2$ 以下、オンオフ比 10^3 以上と良好な整流特性が得られていることも確認した。GeSn 膜が、簡便な構造で室温動作可能で、安価な赤外線検出器に有望な材料であることを実証した。

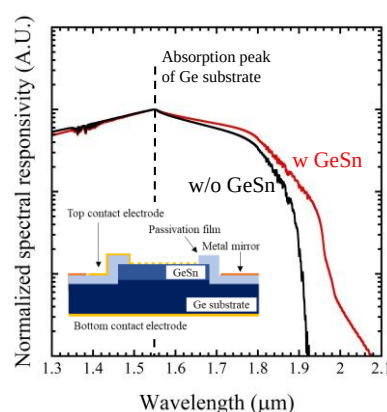


Fig. 1 Normalized spectral responsivities at -0.2 V bias voltage and 300 K; inset: Cross-sectional structure of the infrared detector.

【謝辞】本研究の一部は、JST CREST (JPMJ CR21C2)の支援を受けたものである。

フレキシブル多接合太陽電池に向けた赤外吸収 Ge 層の合成

Synthesis of infrared absorbing Ge layers for flexible multi-junction solar cells

筑波大学¹, 学振特別研究員² °前田 真太郎^{1,2}, 石山 隆光^{1,2}, 末益 崇¹, 都甲 薫¹

Univ. of Tsukuba¹, JSPS Research Fellow² °S. Maeda^{1,2}, T. Ishiyama^{1,2}, T. Suemasu¹, K. Toko¹

E-mail: maeda.shintaro.tg@alumni.tsukuba.ac.jp

【はじめに】多接合太陽電池の低コスト化・フレキシブル化には、Ge などの赤外光吸収材料をプラスチックなどの汎用基板上に合成することが鍵となる。しかし、このような絶縁体上の Ge 薄膜においては、多数の粒界やアクセプタ型欠陥により、光キャリアが散乱・消滅するため、光電流が得られた例すらない。我々はこれまで固相成長法において、堆積時加熱[1]や下地層の挿入[2,3]、核発生の制御[4]により、多結晶 Ge 薄膜 (< 500 nm) のキャリア輸送特性を向上させ、多様なデバイスへ展開してきた[5,6]。今回、これまでの知見をもとに、光吸収に十分な厚い Ge 膜 (≥ 500 nm) をガラスやプラスチック上に合成し、太陽電池応用を検討した。

【実験方法】TiN (50 nm)/SiO₂ 基板および TiN/SiO₂ (50 nm)/ポリイミドフィルムに、非晶質 (a-) Si 下地層 (~1 nm) と a-Ge (50 nm) を分子線堆積した。ただし、a-Ge 層は 125 °C で堆積している[1]。次に、N₂ 雰囲気中にて熱処理 (375 °C) して固相成長 (SPC) を誘起した。さらに、この Ge 層をシード層としたエピタキシャル成長により、二段階で光吸収層 (合計 500 nm) を形成した。Ar 雰囲気中でポストアニール (500 °C) を行った後、ITO 透明電極を形成し、分光感度特性を評価した。

【結果・考察】ガラス上合成 (Fig. 1(a)) に対して、ポリイミドフィルム上 (Fig. 1(b)) では、熱歪緩和のために、SiO₂ 層を挿入している。これにより、SPC-Ge 層は基板に依らず、同程度の結晶粒径が得られている (Fig. 1(c))。エピタキシャル成長により両者とも SPC-Ge の結晶粒径を引き継いでおり、大粒径 (~10 μm) と厚膜 (500 nm) を両立した。この結晶粒径は従来の多結晶 Ge 膜と比較して一桁以上大きい。その結果、粒界に存在するアクセプタ型欠陥[7]が低減したことで、正孔密度は約 1/10 まで低下した ($1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$)。分光感度特性を評価した結果、Ge の光学吸収端波長に相当する 1800 nm 付近から光電流が得られた (Fig. 2 (a))。ポリイミドフィルム上に形成した場合でも、分光感度が確認されている (Fig. 2(b))。特に、バイアスを印加しない場合に分光感度が得られているのは、ITO/Ge 界面における内蔵電位により光生成キャリアが取り出されたからである。Ge 層が高品質である上に、ITO/Ge 界面も良好であることが示唆される。以上、多結晶 Ge 薄膜の太陽電池応用は古くから研究されてきたが、本研究は分光感度が取得された初の成果である。当日は分光感度のさらなる向上のため、Ge 層の厚膜化や水素プラズマ処理についても議論する。

[1] K. Toko *et al.*, *Sci. Rep.* **7**, 16981 (2017).

[2] C. Xu *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **115**, 042101 (2019).

[3] T. Imajo *et al.*, *ACS Appl. Electron. Mater.* **4**, 269 (2022).

[4] S. Maeda *et al.*, *Cryst. Growth Des.* **23**, 5535 (2023).

[5] S. Maeda *et al.*, *ACS Appl. Mater. Interfaces* **14** 54848 (2022).

[6] S. Maeda *et al.*, *Adv. Electron. Mater.* **11**, 2400901 (2025).

[7] T. Imajo *et al.*, *Sci. Rep.* **8**, 14941 (2022).

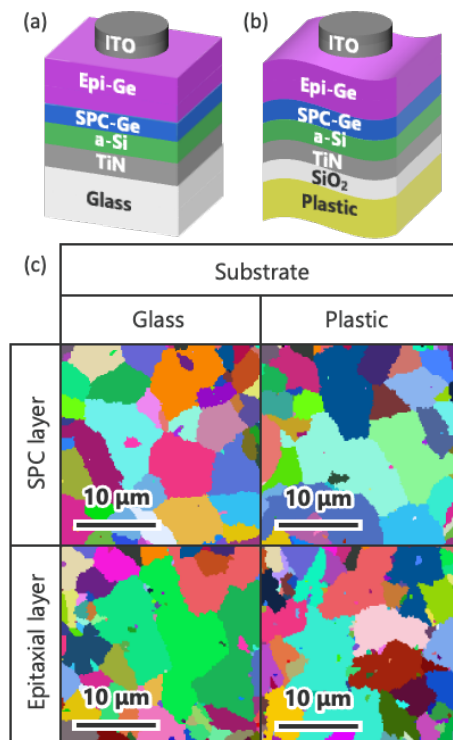


Fig. 1 Schematic of samples prepared on (a) glass and (b) plastic. (c) Grain maps of solid-phase crystallized and epitaxially grown layers on each substrate.

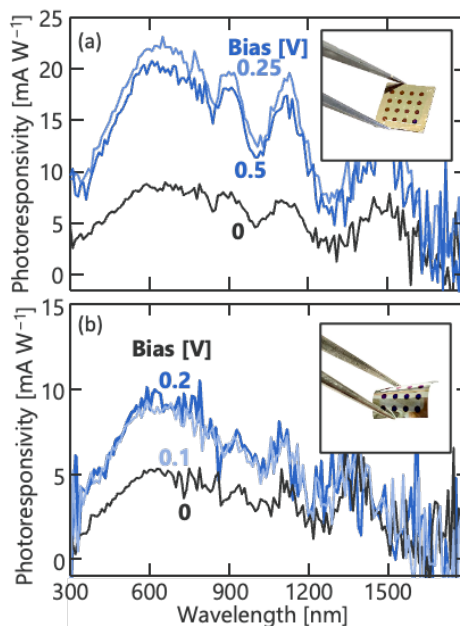


Fig. 2 Photoresponsivity and photographs of Ge films on (a) glass and (b) plastic.

歪み $\text{Si}_{0.15}\text{Ge}_{0.85}$ を用いた横型スピン伝導素子の作製と評価

Characterization of lateral spin transport devices with strained $\text{Si}_{0.15}\text{Ge}_{0.85}$

阪大基礎工¹, 阪大基礎工 CSRN², 阪大 OTRI スピン³, 都市大総研⁴

○鹿嶽亘平¹, 大木健司¹, 藤井峻平¹, 大日方初良^{1,2}, 宇佐見喬政^{2,3},

菊岡柊也⁴, 澤野憲太郎⁴, 浜屋宏平^{1,2,3}

Grad. Sch. Eng. Sci., The Univ. of Osaka.¹, CSRN, The Univ. of Osaka.²,

OTRI, The Univ. of Osaka.³, Tokyo City Univ.⁴

○Kohei Shikatake¹, Kenji Oki¹, Shumpei Fujii¹, Sora Obinata², Takamasa Usami^{2,3}, Shuya Kikuoka⁴,

Kentarou Sawano⁴, and Kohei Hamaya^{1,2,3}

E-mail: u872755b@ecs.osaka-u.ac.jp

これまでの我々の研究では、Ge と同様の伝導帯バンド構造を有する Ge リッチ歪み $n\text{-SiGe}$ において、歪み印加による伝導帯バレーのエネルギー分裂に起因する移動度の向上と、バレー間スピン反転散乱の抑制によるスピン緩和時間の増大に起因するスピン拡散長の増大を示してきた[1]。理論的には Si 組成の増加に伴い、 SiGe のバレー分裂がさらに増大することが予測されている[2,3]。しかし、歪み $\text{Si}_{0.15}\text{Ge}_{0.85}$ において膜中応力の増大に起因するクラック発生により、素子の作製と評価は困難であった。先行研究[4]では、歪み $n\text{-SiGe}$ 層成長前の Si 基板にパターニング加工を施すことでクラック発生を抑制できることが報告されており、この手法を用いた歪み $n\text{-Si}_{0.1}\text{Ge}_{0.9}$ スピンデバイスの作製と評価を行っている[5]。本研究では、このパターニング加工を用いて歪み $n\text{-Si}_{0.15}\text{Ge}_{0.85}$ チャネル層を用いた横型スピンバルブ素子を作製し[Fig.1(a)]、スピン伝導特性の評価を行う[Fig.1(b)]。Fig.1(c)に作製したスピンデバイスから得られた非局所 Hanle 信号の測定結果(100 K)を示す。歪み $n\text{-Si}_{0.15}\text{Ge}_{0.85}$ チャネルにおいてスピン伝導の観測に初めて成功した。また、電極間距離 d の増加に伴う非局所 Hanle 信号の減衰も確認でき、スピン拡散長を見積もることも成功している[Fig.1(d)]。講演では、より詳細なデータを紹介する。

本研究は JSPS 科研費 (JP19H05616, JP21H05000, JP24H00034), JST-ASPIRE (No.JPMJAP2413), MEXT, X-NICS (No. JPJ011438)文部科学省「スピントロニクス学術研究基盤と連携ネットワーク拠点(Spin-RNJ)」の支援を受けて行われた。

- [1] T. Naito *et al.*, Phys. Rev. Applied **18**, 024005 (2022); T. Naito *et al.*, Phys. Rev. Applied **13**, 054025 (2020).
- [2] J.-M. Tang *et al.*, Phys. Rev. B **85**, 045202 (2012); Y. Song *et al.*, Phys. Rev. Lett. **113**, 167201 (2014).
- [3] Q. M. Ma and K. L. Wang, Appl. Phys. Lett. **58**, 1184 (1991); R. Vrijen *et al.*, Phys. Rev. A **62**, 012306 (2000).
- [4] Y. Wagatsuma *et al.*, J. Cryst. Growth **589**, 126672 (2022).
- [5] M. Nagao *et al.*, Appl. Phys. Express **18**, 055504 (2025)

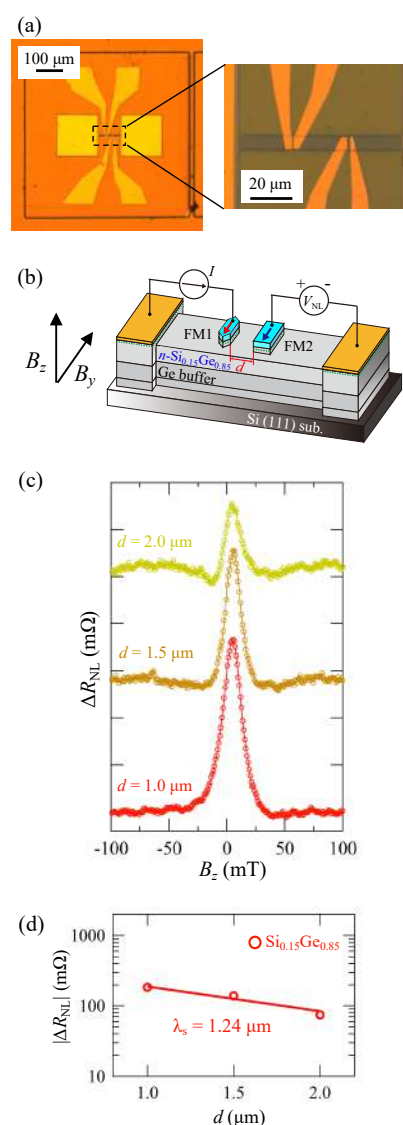


Fig.1(a) Optical micrograph images of lateral spin-valve (LSV) devices with a strained SiGe channel in a patterned Si substrate. (b) Schematic of a LSV device for spin transport measurements. (c) Nonlocal Hanle signals with $d = 1.0, 1.5$ and $2.0 \mu\text{m}$ at 100 K. (d) d dependence of $|\Delta R_{NL}|$ at 100 K.

縦型 $\text{Co}_2\text{MnSi}/n\text{-Ge}/\text{Co}_2\text{MnSi}$ 構造の作製と室温スピン信号の観測

Observation of Room-Temperature Spin Signals in a Vertical $\text{Co}_2\text{MnSi}/n\text{-Ge}/\text{Co}_2\text{MnSi}$

阪大基礎工¹, 阪大基礎工 CSRN², 阪大 OTRI スピン³, 都市大総研⁴

綿引詩門¹, 大日方初良^{1,2}, 山田晋也^{1,2,3}, 菊岡柊也⁴, 山田道洋⁴, 澤野憲太郎⁴, 浜屋宏平^{1,2,3}

GSES, Osaka Univ.¹, CSRN, Osaka Univ.², OTRI-Spin, Osaka Univ.³, Tokyo City Univ.⁴

Shimon Watahiki¹, Sora Obinata^{1,2}, Shinya Yamada^{1,2,3}, Shuya Kikuoka⁴,

Michihiro Yamada⁴, Kentarou Sawano⁴, and Kohei Hamaya^{1,2,3}

E-mail: u056504g@ecs.osaka-u.ac.jp

我々はこれまで、ゲルマニウム(Ge)をスピン伝導層とした縦型スピントロニクスデバイスの実現に向けて[1], $\text{Co}_2\text{Fe}(\text{AlSi})/p\text{-Ge}/\text{Co}_2\text{FeSi}(\text{CFS})$ 縦型構造などで室温スピン信号の観測に成功しているが[2], p 型 Ge を中間層とする構造であった[1,2]. 本研究では, $\text{Co}_2\text{MnSi}(\text{CMS})$ を強磁性電極層[3]として用いた n 型 Ge ($n\text{-Ge}$)の中間層を有するデバイス構造について探索する. 特に今回は, 先行研究の Sb [4]よりもスピン緩和の影響が小さいと予想されるリン(P)をドーパントとして[5], 室温スピン信号の観測を目指した.

図 1(a)には作製した積層構造の模式図を示す. MBE 法を用いて Ge/Si(111)基板上に Fe_3Si 緩衝層を利用して $\text{Co}_2\text{MnSi}(5\text{ nm})$ を成長し[3], SPE 法を用いて P-doped Ge 層 1 nm を 220°C で作製した後, MBE 法を用いて P-doped Ge 層($\sim 49\text{ nm}$)を形成した. RHEED 図形からは Ge 層のエピタキシャル成長を示唆するストリークパターンが観測された[図 1(b)]. その後, 80°C 以下で Fe を 4 原子層(AL)分蒸着した後に, CMS と CoFe を成長することで全エピタキシャル成長を実現した[図 1(c),(d)]. この積層構造を図 1(e)の右図のように縦型スピンデバイスに微細加工して評価することで, 室温スピン信号の観測に成功した[図 1(e)].

本研究は JSPS 科研費(21H05000, 23KJ14460, 24H000340, 25K01266), JST-ASPIRE (JPMJAP2413), X-nics(JPJ011438), 文部科学省「スピントロニクス学術研究基盤と連携ネットワーク拠点(Spin-RNJ)」の支援を受けた.

[1] K. Hamaya *et al.*, J. Phys. D: Appl. Phys. **51**, 393001 (2018).[2] S. Watahiki *et al.*, submitted. [3] A. Yamada *et al.*, Mat. Sci. Semicon. Proc. **173**, 108140 (2024). [4] T. Shiihara *et al.*, Appl. Phys. Exp. **13**, 023001 (2020). [5] M. Yamada *et al.*, Appl. Phys. Exp. **10**, 093001 (2017).

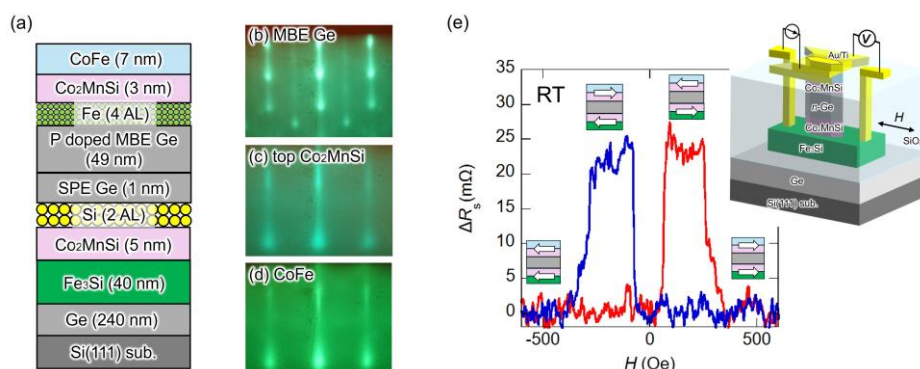


Fig.1 (a)Schematic of the sample structure. RHEED images of the surface for (b)MBE-Ge, (c)top Co_2MnSi , (d)CoFe layers, and (e) Schematic of a fabricated VSV device and magnetoresistance major hysteresis curve at 300 K.

15 Crystal Engineering | Poster presentation : 15.5 Group IV crystals and alloys

[9p-P07-1~8] 15.5 Group IV crystals and alloys

[9p-P07-1]

Examination of transfer process of Ge layers on Si(001) onto c-Al₂O₃ substrates

○Mahiro Tanaka¹, Yuji Yamamoto², Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹, Masashi Kurosawa¹, Osamu Nakatsuka^{1,3}, Wei-Chen Wen² (1.Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ., 2.IHP-Leibniz Institute for High Performance Microelectronics, 3.IMaSS, Nagoya Univ.)

[9p-P07-2]

Effect of stress on thermal equilibrium concentration of Sn and vacancy in Ge and Si crystals

○Koji Ozawa¹, Iori Takeda¹, Hibiki Bekku¹, Yuji Hamamoto², Koji Sueoka² (1.Grad. Okayama Pref. Univ., 2.Okayama Pref. Univ.)

[9p-P07-3]

Evaluation of crystal defects in SiGe thin films formed via annealing of Al-Ge/Si structures by polarized infrared transmission microscopy

○(M1)Manami Iwata¹, Ryoji Katsube¹, Yuki Imai¹, Shota Suzuki², Hideaki Minamiyama², Marwan Dhamrin^{2,3}, Noritaka Usami^{1,4,5} (1.Nagoya Univ., 2.Toyo Aluminium K.K., 3.Osaka Univ, 4.InFuS, 5.IMaSS Nagoya Univ)

[9p-P07-4]

Hydrogen Gas Sensing with Nickel-silicide Nanosheet Formed on SiO₂

○Ryota Watanabe¹, Naoki Hattori¹, Katsunori Makihara², Yusuke Ichino¹, Yoshiyuki Seike¹, Tatsuo Mori¹, Noriyuki Taoka¹ (1.Aichi Inst. Tech, 2.Nagoya univ.)

[9p-P07-5]

<!--StartFragment-->Enhanced light emission from SiGe/Ge multi quantum wells with increased periodicity<!--EndFragment-->

○Tomohiro Hagiwara¹, Mayu Aikawa¹, Syuya Kikuoka¹, Michihiro Yamada¹, Kouhei Hamaya^{2,3,4}, Kentarou Sawano¹ (1.Tokyo Citu Univ, 2.GSES, The Univ. of Osaka, 3.GSRN, The Univ. of Osaka, 4.OTRI, The Univ. of Osaka)

[9p-P07-6]

Application of Self-limiting Thermal Oxidation on Crystallization of Submicron Wire Structure of Si Film by Sputtering Deposition on SiO₂

○(M2)Kazuhito Uchida¹, Jose A. Piedra-Lorenzana¹, Daisuke Akai¹, Takeshi Hizawa¹, Yasuhiko Ishikawa¹ (1.Toyohashi Univ. Tech.)

[9p-P07-7]

Formation of p-type SiGe/Ge(111) by patterning method and its Electrical Properties

○Shugo Ishibashi¹, Takei Souichirou¹, Aikawa Mayu¹, Mizoguchi Ryota¹, Sawano Kentarou¹ (1.Tokyo city univ.)

[9p-P07-8]

HAXPES evaluation of the effect of uniaxial and biaxial strains introduced by bridge structures on the binding energies of the valence band and inner shell levels of Ge

○Hiroshi Nohira¹, Riku Ishikawa¹, Yoshiharu Kirihara¹, Ryoichi Kawai¹, Kazuki Goshima¹, Ryosuke Usui¹, Takahiro Inoue¹, Tappei Nishihara Tappei Nishihara², Kentarou Sawano¹

(1.Tokyo City Univ., 2.JASRI)

Si(001)上 Ge 薄膜の c-Al₂O₃ 基板への転写プロセス検討 Examination of transfer process of Ge layers on Si(001) onto c-Al₂O₃ substrates

名大院工¹, IHP-Leibniz Institute for High Performance Microelectronics², 名大未来研³
 ○田中真裕¹, Wei-Chen Wen², 山本裕司², 柴山茂久¹, 坂下満男¹, 中塚理^{1,3}, 黒澤昌志¹,
 Grad. Sch. of Eng., Nagoya Univ.¹, IHP-Leibniz Institute for High Performance Microelectronics²,
 IMaSS, Nagoya Univ.³
 ○Mahiro Tanaka¹, Wei-Chen Wen², Yuji Yamamoto², Shigehisa Shibayama¹, Mitsuo Sakashita¹,
 Osamu Nakatsuka^{1,3}, Masashi Kurosawa¹
 E-mail: kurosawa@nagoya-u.jp

【研究背景】 高性能な熱電材料開発に向けてフォノンドラッグ効果の活用が期待されている。フォノンドラッグ効果は, Ge 単結晶バルクにおいて発現することが古くから知られているが, 高濃度ドーピング試料では効果が消失するため, 得られるパワーファクタは最大でも $1.25 \mu\text{WK}^{-2}\text{cm}^{-1}$ にとどまる[1]。一方, Ge_{1-x}Sn_x/GaAs(001)基板のヘテロ構造では, $2 \times 10^{20} \text{cm}^{-3}$ の高濃度ドーピング下においてもフォノンドラッグ効果が保持され, 極めて高いパワーファクタ ($\sim 10^3 \mu\text{WK}^{-2}\text{cm}^{-1}$) が得られる[2]。この現象は, ヘテロ構造に関する先行研究[3,4]においても示唆されているように, 基板からの薄膜へのフォノンリークによるものと推測される。この仮説を検証するためには, 同一品質の薄膜を様々な絶縁性基板上に形成した試料間の比較が不可欠である。本研究ではその第一段階として, 薄膜転写法を用い, Si(001)基板上にエピタキシャル成長した Ge 薄膜を c-Al₂O₃ 基板へと転写する手法の確立を試みた。

【実験方法及び結果】 転写先である c-Al₂O₃ 基板の表面平坦化のため, 先行研究[5]に倣い, 大気中で 1000 °C, 1 時間の熱処理を施した。処理後の原子間力顕微鏡像 (AFM; Fig. 1) に示すように, 二乗平均平方根 (RMS) 粗さは 0.11 nm であった。転写元の試料として, CVD 法を用いて Si(001)基板上にエピタキシャル成長させた歪緩和 Ge 薄膜 (膜厚: 3 μm) を用いた。Ge 薄膜表面の RMS 粗さは 0.14 nm であり, 両試料とも非常に良好な平坦性を有していることが確認された。

次に, c-Al₂O₃ 基板および Ge/Si(001)基板をそれぞれ 12 mm 角および 10 mm 角に切り出し, 酸素プラズマ照射による表面親水化処理を行った後, 熱プレス機を用いて, 圧力約 $1.3 \times 10^7 \text{Pa}$, 接合温度 200, 250, および 300 °C の各条件において, 1 時間接合処理を行った。Fig. 2 に接合後試料を c-Al₂O₃ 基板側から観察した写真を示す。200 °C の試料では未接合領域が認められ, 接合面積は約 70% にとどまった。一方, 250 °C および 300 °C で接合した試料では, 試料全面にわたって良好な接合が確認された。

【謝辞】 本研究の一部は, JSPS 科研費 (No. 24H00314), サムコ科学技術振興財団, および東電記念財団の研究助成により実施されました。

【参考文献】 [1] 松浦・高橋・片瀬, 固体物理 **59**, 85 (2024). [2] M. Kurosawa *et al.*, ICSI-ISTDM 2023. [3] G. Wang *et al.*, Phys. Rev. Lett. **111**, 046803 (2013). [4] M. Kimura *et al.*, Nano Lett. **21**, 9240 (2021). [5] M. Yoshimoto *et al.*, Appl. Phys. Lett. **67**, 2615 (1995).

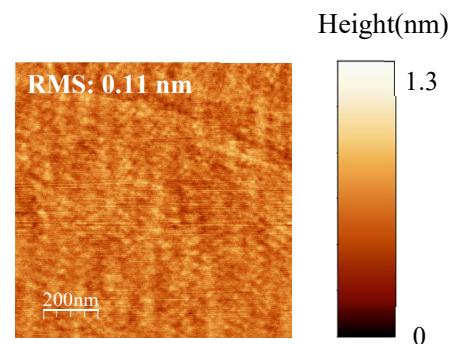


Fig. 1 AFM image of the c-Al₂O₃ substrate after annealing at 1000 °C for 1 h in ambient atmosphere.

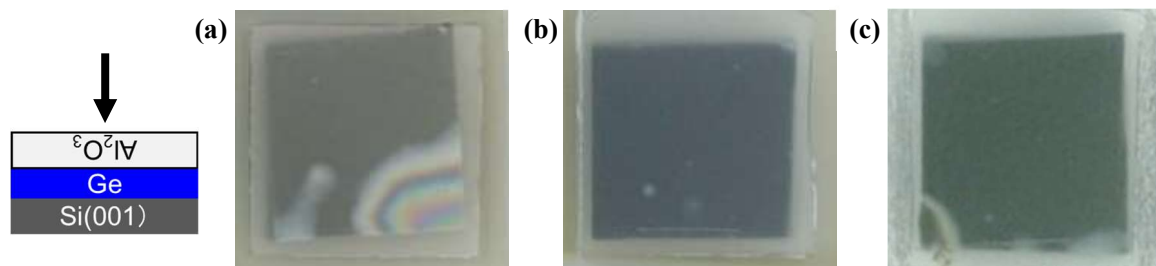


Fig. 2 Photographs of the bonded samples taken from the c-Al₂O₃ substrate side, annealed at different temperatures during the bonding process: (a) 200 °C, (b) 250 °C, and (c) 300 °C. The dark regions indicate successful bonding between the Ge layer and the Al₂O₃ substrate.

Ge, Si 中の Sn と原子空孔の熱平衡濃度に与える応力の影響

Effect of stress on thermal equilibrium concentration of Sn and vacancy

in Ge and Si crystals

岡山県立大院情報系工¹, 岡山県立大情報工²

○小澤 幸司¹, 竹田 伊織¹, 別宮 響¹, 濱本 雄治², 末岡 浩治²

¹Graduate School of Computer Science and Systems Engineering, Okayama Prefectural University

²Dept. of Communication Engineering, Okayama Prefectural University

°K. Ozawa¹, I. Takeda¹, H. Bekku¹, Y. Hamamoto², K. Sueoka²

E-mail: sk625012@c.oka-pu.ac.jp

Snを添加したGe薄膜やSi薄膜はSn濃度がある値以上で添加されると直接遷移化する^[1]ことから、発光素子の材料として注目されている。Snの高濃度添加を目的として、より格子定数が大きい基板を用いた薄膜成長が行われている^[2]。この際に薄膜に負荷される平面的な応力がSnの熱平衡濃度を上昇させると考えられている。また、このような実験では、電気特性に影響を与える原子空孔Vも薄膜中に導入されている。このようなことから、Ge薄膜やSi薄膜におけるSnとVの熱平衡濃度に与える応力の影響について、基礎データの充実が求められている。

本研究では、GeとSi結晶モデルにおいてSn原子またはVを導入し、様々な応力状態が熱平衡濃度に与える影響に関する第一原理計算を行った。表1にGe結晶とSi結晶の体積弾性率とポアソン比について、計算結果と実験結果を比較したものを示す。これより、第一原理計算はGeとSiの機械的性質を再現できていることがわかる。

表1 体積弾性率とポアソン比の計算結果
()内は実験値

	体積弾性率, GPa	ポアソン比
Ge	66.73 (75)	0.23 (0.26)
Si	93.82 (102)	0.26 (0.28)

置換Sn, Vの形成エネルギー(E_f)と緩和体積(ΔVol)に関する第一原理計算を行った。一般的な薄膜成長では、薄膜成長方向(z方向)は応力フリーであり、薄膜面内(xy平面内)の格子定数は基板の格子定数にほぼ等しくなっている。そこで、Snの導入前後でのxy平面内の体積変化は小さいと考えて無視、すなわち平面応力は仕事をしないと仮定した。この場合、置換Snの形成エンタルピーは E_f と等しくなる。Vも同様である。

図1に、薄膜にxy平面内の歪み ϵ_{xy} を与えた場合の、置換SnとVの E_f の計算結果を示す。歪みが無い場合、Ge(Si)中の置換Snの E_f は0.29 eV(0.69 eV)であり、Vの E_f は2.34 eV(3.65 eV)であった。また、引張り歪みにおいて置換Snの E_f は低下し、圧縮歪みにおいてVの E_f は低下した。図1の結果を用いることにより、図2に示すような置換SnとVの熱平衡濃度 C^{eq} の歪み ϵ_{xy} 依存性が得られた。ここで、歪みが無い場合を基準としている。

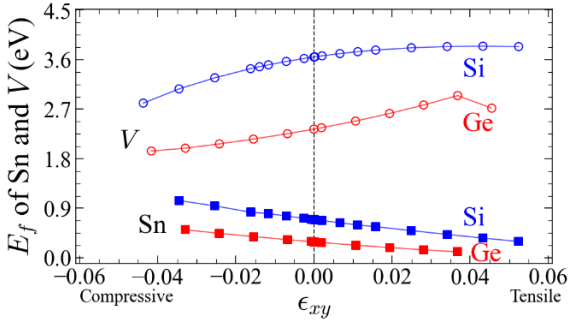


図1 置換SnとVの形成エネルギーの歪み依存性

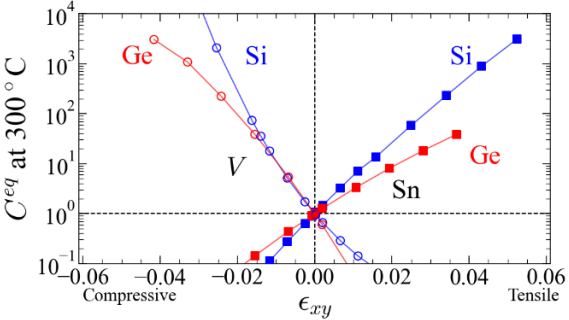


図2 置換SnとVの熱平衡濃度比の歪み依存性(300 °C)

置換SnやVの導入に伴って薄膜面内の緩和体積が平面応力と相互作用をする平面応力状態など、エンタルピー変化が熱平衡濃度に影響を与える場合についての解析結果は当日報告する。

参考文献

[1] Fischetti, *et al.*, *J. Appl. Phys.* **80** (1996) 2234.
[2] Shibayama *et al.*, *APEX* **17** (2024) 115503.

Al-Ge/Si 構造の熱処理で形成する SiGe 薄膜の 近赤外透過偏光顕微鏡による結晶欠陥評価

Evaluation of crystal defects in SiGe thin films formed via annealing of Al-Ge/Si
structures by polarized infrared transmission microscopy

¹名大院工, ²東洋アルミ, ³阪大院工, ⁴名大未来機構, ⁵名大未来研

○岩田 茉奈実¹, 勝部 涼司¹, 今井 友貴¹, 鈴木 紹太², 南山 偉明²,

ダムリン マルワン^{2,3}, 宇佐美 徳隆^{1,4,5}

¹Grad. Eng. Nagoya Univ., ²Toyo Aluminium K.K., ³Osaka Univ., ⁴InFuS, ⁵IMaSS Nagoya Univ.

○Manami Iwata¹, Ryoji Katsube¹, Yuki Imai¹, Shota Suzuki², Hideaki Minamiyama²,

Marwan Dhamrin^{2,4}, Noritaka Usami^{1,4,5}

E-mail: iwata.manami.n7@s.mail.nagoya-u.ac.jp

【背景】Al-Ge ペーストのスクリーン印刷と焼成により Si 基板上に SiGe 薄膜を形成する手法が Dhamrin らによって提案され [1]、我々はこれを多接合太陽電池成長のための安価基板作製技術として高度化すべく研究を進めている [2]。III-V 族半導体をエピタキシャル成長させることを考えると、表面の Ge 組成が 80 mol% 以上である傾斜組成を有し、貫通転位などの欠陥密度が小さい SiGe 層の成長が望ましい。本研究では、欠陥近傍のひずみ場によって光学的異方性が生じることに着目し、成長した SiGe 中の欠陥の非破壊かつ広視野での評価法として、近赤外透過偏光顕微鏡像の解析による光学計測手法を確立することを目的とした。

【計算・実験方法】供試材には、Si(111)基板上に Al-Ge ペーストをスクリーン印刷し、1200 °C ・ 2 s の条件で焼成して形成した傾斜組成 SiGe/Si 試料を用いた。観察前に、化学エッチングと機械研磨により、表面に残留する Al-Ge-Si 合金を除去した。近赤外透過偏光顕微鏡は、近赤外カメラ、バンドパス (BP) フィルタ、レンズ、偏光子、検光子、XY ステージ、近赤外面光源で構成される。ここで、BP フィルタは中心波長が 1450 nm のものを選択した。透過偏光像を撮影する際の偏光子の角度は 0、45、90、135° の 4 水準とし、これを解析することで Stokes パラメータを算出した。さらに、Stokes パラメータから位相遅れ (retardation) を抽出し、二次元分布を画像として出力した。また、SEM-EDS 計測により試料の表面状態と組成分布を評価した。透過像と retardation 像、SEM-EDS 像を組み合わせることで、SiGe 薄膜の結晶欠陥を評価した。

【結果と考察】種々の偏光子角度の下で同一視野を撮影した近赤外透過偏光顕微鏡像を Fig. 1 に示す。偏光角度に依存して異なる縞状の模様が現れており、ひずみによる複屈折に起因した干渉を捉えられたと考えられる。Fig. 1 の像を解析して得られた retardation 像を Fig. 2 に示す。試料中のひずみを反映した retardation の値が高い領域が複数見られ、そのスケールは 40 – 60 μm 程度であった。一方、透過像によると、多くの場合これらの領域の中央には透過率の小さい領域が存在することが分かった。これはひずみの中心に近赤外光に不透明な物質が存在することを示しており、Al-Ge 合金に含まれる Al がインクルージョンとして残留していると示唆される。

【謝辞】本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の助成事業(JPJN14004)および JST COI-NEXT(No. JPMJPF2204)の支援を受けたものである。

【参考文献】 [1] M. Dhamrin *et al.*, presented at PVSEC-26 (2016). [2] K. Fukuda *et al.*, Sci. Rep. (2022).

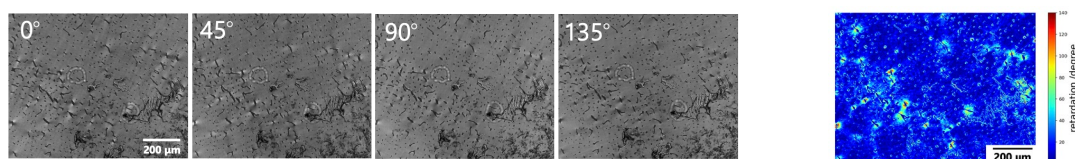


Fig. 1: Infrared transmission polarized microscopy images of the SiGe/Si samples captured with varying polarization angles.

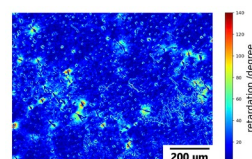


Fig. 2: Retardation image obtained by analyzing the images in Fig.1.

SiO₂ 上に形成した Ni-Silicide ナノシートによる水素センシング

Hydrogen Gas Sensing with Nickel-silicide Nanosheet Formed on SiO₂

愛知工大¹, 名大院工², [○]渡邊諒太¹, 服部直輝¹, 牧原克典², 一野祐亮¹, 清家善之¹, 森竜雄¹, 田岡紀之¹
¹Aichi Inst. Tech., ²Nagoya Univ., [○]Ryota Watanabe¹, Naoki Hattori¹, Katsunori Makihara², Yusuke Ichino¹,
 Yoshiyuki Seike¹, Tatsuo Mori¹, Noriyuki Taoka¹
 E-mail: v25731vv@aitech.ac.jp, ntaoka@aitech.ac.jp

序> 近年、LSI の多機能化に向けて、センサを LSI に集積する技術に注目が集まっている。これまでに、Au や Pt を用いた金属ナノシート分子センサの高いセンシング性能が報告されている [1,2]。しかし、Au や Pt は LSI プロセスに適さない材料であるため、LSI プロセスに適した材料を用いたセンサの実現が重要である。本研究では、MOSFET のソース・ドレインのコンタクト材料として用いられる Ni シリサイド (Ni-Silicide) に注目し、SiO₂ 上に形成された Ni-Silicide ナノシート (NSN) による水素ガスのセンシング特性を詳細に調べた。

実験方法> 膜厚 300 nm の SiO₂ 膜上に、Si および Ni を EB 法により成膜し、Ni/Si/SiO₂/Si 基板の構造を形成した。続いて、N₂ 雰囲気下で 400°C、1 分間の熱処理を行い、NSN を形成した。本研究では、Si および Ni の膜厚を変えた 2 種類の試料を作製した。膜厚が Ni (20nm) / Si (30nm)、Ni (2nm) / Si (3nm) のものをそれぞれ試料 A および B とした。各試料に対して、Al 電極形成、パターンニング、および素子分離を施すことでセンサを作製した。これらのセンサにおいて、一定電流下での電圧-時間 ($V-t$) 特性を電極間距離 (L) を変えて測定し、水素ガス (濃度 4%) 曝露の有無による電圧変化を評価した。

結果及び考察> 図 1 に、様々な L に対する試料 B の $V-t$ 特性を示す。ここでは、印加電流を 1×10^{-5} A に固定し、水素曝露を行っていない。図 1 から、電圧が明確に L に依存していることが分かる。この結果は、熱処理後においても、5 nm の NSN が凝集することなく電氣的に繋がっていることを示している。同様の傾向は試料 A においても確認された。図 2 に、試料 A および B の抵抗値の L 依存性を示す。ここでは、寄生抵抗を差し引いた補正抵抗をプロットしている。両試料ともに良好な線形関係が見られた。一方で、試料 B のグラフの傾きは試料 A の場合と比較して約 1 桁大きいことがわかる。この傾きは $\rho / (W \times d)$ に対応する。ここで、 ρ は比抵抗、 d は膜厚、 W はセンサデバイスの幅である。したがって、傾きの差は NSN 膜厚の違いに起因している。言い換えると、これらの結果は、デバイス構造および測定が適切であることを裏付けている。図 3 に、試料 A の水素曝露時の $V-t$ 特性および、試料 B の水素曝露有無に対する $V-t$ 特性を示す。ここでは、 $t = 20$ s 付近の電圧値の平均を求め、測定電圧をその平均値で規格化した。水素曝露が無い試料 B では、図 1 と同様に電圧は時間に依存せず一定であった。一方、水素曝露時には、両試料において電圧の低下が観測された。試料 A では、入力電力 $0.13 \mu\text{W}$ で規格化電圧が 1 から 0.993 に、試料 B では、入力電力 $0.024 \mu\text{W}$ で 1 から 0.986 にそれぞれ低下した。これらの結果は、NSN が水素センシングに有効であること、また、膜厚の減少がセンシング時の消費電力低減に非常に効果的であることを示している。

謝辞> ナノシート作製および有意義な議論に関して、多大なご助言とご協力を頂いた木村圭佑氏および宮崎誠一教授に深く感謝申し上げます。

参考文献> [1] T. Tanaka *et al*, IEEE TED, **66** (2019)5393. [2] T. Kato *et al*, ACS Sensors, **9** (2024)708.

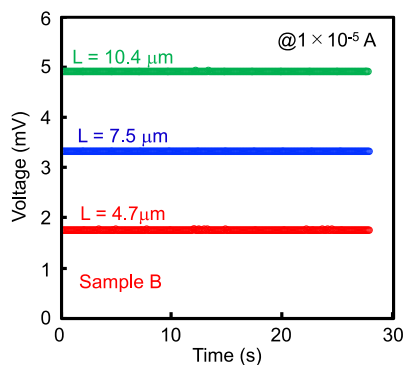


Fig. 1 $V-t$ characteristics of Sample B for the different L values.

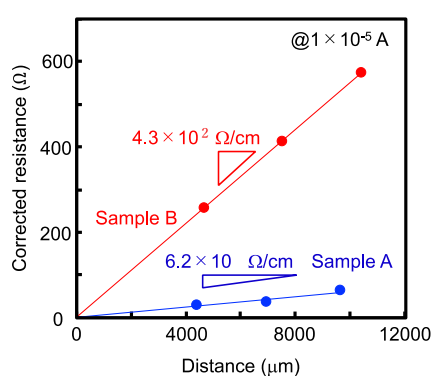


Fig. 2 Corrected resistances as a function of L .

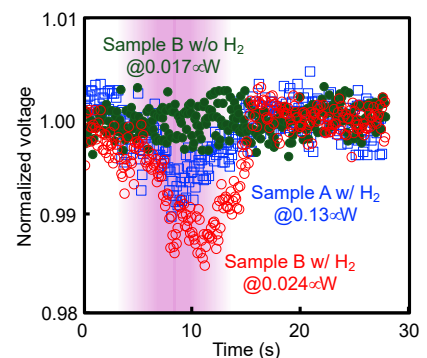


Fig. 3 Voltage changes due to the H₂ exposure for Sample A and B. Here, a pink region indicates time for the H₂ exposure.

SiGe/Ge 多重量子井戸の周期増加による発光強度増大

Enhanced light emission from SiGe/Ge multi quantum wells with increased periodicity

¹ 東京都市大, ² 阪大基礎工, ³ 阪大基礎工 CSRN, ⁴ 阪大 OTRI○萩原 智大¹, 相川 茉由¹, 菊岡 柊也¹, 山田 道洋¹, 浜屋 宏平^{2,3,4}, 澤野憲太郎¹¹ Tokyo City Univ., ² GSES, The Univ. of Osaka.,³ CSRN, The Univ. of Osaka., ⁴ OTRI, The Univ. of Osaka.○T. Hagiwara¹, M. Aikawa¹, S. Kikuoka¹, M. Yamada¹, K. Hamaya^{2,3,4}, K. Sawano¹

E-mail: g2581280@tcu.ac.jp

1. はじめに

近年、量子暗号化技術の重要性が高まり、円偏光を光通信に利用する方法が提案されている。特に Si 基板上にモノリシック集積化でき、通信用波長帯域にて発光可能な Ge がスピン LED 材料として注目されている。Ge の(111)面方位は Ge 上に高品質な強磁性体のエピタキシャル成長を可能にし、強磁性体からスピン偏極電子を Ge へ注入することができる[1]。これまでに我々は、発光波長制御や発光強度増大のために、活性領域への SiGe/Ge 多重量子井戸(MQW)構造の導入を試み、PL 発光の Ge 量子井戸層厚依存性について報告している[2,3]。発光強度のさらなる増加のためには多重量子井戸の周期増加が必要であるが、SiGe/Ge MQW の臨界膜厚の影響で作製が困難である。これまでに我々は、パターンングを用いることで SiGe/Ge MQW の形成における臨界膜厚の増加とクラックの抑制を報告している[2]。そこで本研究では、パターンングを用いることで臨界膜厚を増加させ、多重量子井戸の周期を増加させた SiGe/Ge MQW を作製し、室温 PL 発光強度の増大を得たので報告する。

2. 実験方法、結果と考察

Si(111)基板にフォトリソグラフィ工程を用いてメサパターンを形成した。パターン形成後、固体ソース MBE を用いて 2 段階成長法にて Ge-on-Si(111)を成長させ、その上に Si_{0.2}Ge_{0.8} (4 nm)/Ge (6 nm)多重量子井戸(MQW)構造を 15, 30 または 50 周期成長した。その後 P ドープ Ge 層、Ge キャップ層を成長した。

Fig. 2 に各周期数の MQW 試料からの室温 PL スペクトルを示す。SiGe/Ge の閉じ込め効果と考えられる発光ピークが見られ、MQW の周期数を増加させることによって PL 強度の増加が確認できた。これは、閉じ込め効果増大に起因し、室温においても量子閉じ込めによる発光が得られていることが示された。特に 50 周期の試料では臨界膜厚を大きく超えているものの、パターンングの効果でクラック発生が抑制され、高い発光強度が得られたと言える。以上、高効率発光デバイス作製に向けて、パターンングによる多重量子井戸形成が有効であるといえる。本研究の一部は、科研費(21H04635, 23H00258, 23H05455, 23H05458, 24H00034)の支援を受けて行われた。

References; [1] K. Hamaya et al., J. Phys. D: Appl. Phys. 51, 393001(2018). [2] R. Kanesawa et al., Mat. Sci. Semi. Proc. 177, 108300 (2024). [3] S. Kikuoka et al., Mat. Sci. Semi. Proc. 176, 108299 (2024).

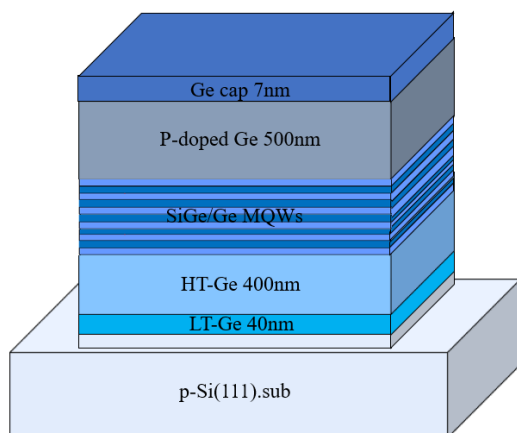


Fig. 1 SiGe/Ge MQW structure

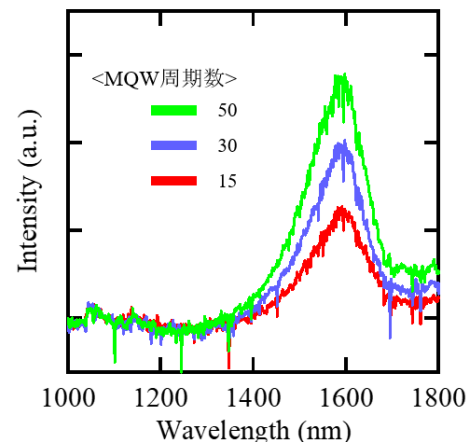


Fig. 2 Room-temperature PL spectra

サブミクロン細線加工した SiO₂ 上 Si スパッタ膜の結晶化における 自己停止熱酸化プロセスの適用

Application of Self-limiting Thermal Oxidation on Crystallization of Submicron Wire Structure of Si Film by Sputtering Deposition on SiO₂

豊橋技科大 ○(M2)内田 和仁, Jose A. Piedra-Lorenzana, 赤井 大輔, 飛沢 健, 石川 靖彦
Toyohashi Univ. Tech. °Kazuhito Uchida, Jose A. Piedra-Lorenzana, Daisuke Akai, Takeshi Hizawa,
Yasuhiko Ishikawa
E-mail: uchida.kazuhito.fi@tut.jp, ishikawa@ee.tut.ac.jp

1. はじめに

シリコンフォトニクスにおいて、光通信波長帯 (1.3-1.6 μm) における光導波路などパッシブデバイス材料に Si が主に利用されている。一方、Si は受発光／アクティブ機能に乏しいため、例えば受光器にはエピタキシャル成長による Ge 単結晶薄膜が利用されている。本研究では、Si や Ge の光機能や光デバイス技術を開拓する観点で、SiO₂ 上にスパッタ堆積した非晶質 Si/Ge 薄膜の結晶化を検討している。今回は、サブミクロン細線加工した Si スパッタ膜に対して、自己停止熱酸化プロセス[1,2]を適用した結晶化を試みた。Si へ圧縮応力が印加されることによる結晶化および光学物性への影響についての初期検討結果を報告する。

2. 実験方法

Si 基板の上に膜厚 700 nm の SiO₂ 層をウェット酸化 (1000 °C、4 時間) により形成した後、RF スパッタ法により膜厚 100 nm の非晶質 Si 層を室温 (25 °C) で堆積した。i 線ステップ露光と反応性イオンエッチングにより Si 層を細線状に加工した。細線幅は約 300 nm である。Si 細線を結晶化する際、850 °Cでのウェット酸化を実施した。SiO₂ の粘性流動が発生しない温度であり[3]、Si 細線は熱酸化 SiO₂ から圧縮応力を受けた状態で結晶化が進み、また酸化が自己停止すると予想される。酸化時間を 0~120 分の範囲で変化させた試料を作製し、断面を走査電子顕微鏡 (SEM) を用いて評価した。

3. 結果と考察

図 1 に熱酸化後の典型的な断面 SEM 像を示す。SiO₂ に囲まれた Si 細線構造が確認できる。図 1(a)に示した酸化時間 30 分の結果では、Si 細線の幅および膜厚は、それぞれ約 200 nm および約 60 nm であった。図 1(b)は酸化時間 120 分の結果であるが、Si 細線の幅および膜厚は、それぞれ約 100 nm および約 50 nm であった。幅方向の熱酸化は進行したが、膜厚方向の熱酸化が抑制されており自己停止しているとみな

すことができる。Si に強い圧縮応力が印加されていることが示唆される。X 線回折やラマン分光を用い、結晶性や格子ひずみの評価を進めている。また、フォトルミネセンス測定により発光の強度や波長を評価することで、光学物性への影響も評価する予定である。なお、酸化時間 120 分の結果では、Si 細線を覆う SiO₂ の上部にひさし状の特徴的な構造が形成された。熱酸化時に SiO₂ 中に蓄積された応力を緩和するために発生した可能性がある。

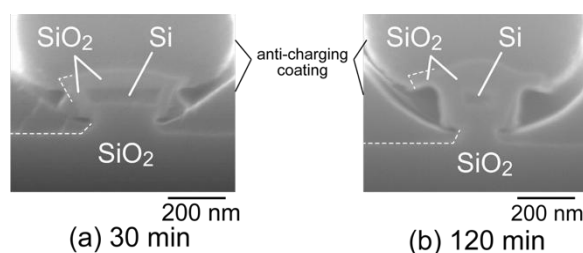


図 1 熱酸化後の断面 SEM 像

4. まとめ

サブミクロン細線加工した Si スパッタ膜に対して熱酸化プロセスを適用した結晶化を検討した。850 °Cでのウェット酸化により酸化がほぼ自己停止した。Si 細線へ圧縮応力が印加されたためと考えられる。今後、構造変化・結晶化や光学物性に関する検討を進め、光デバイスへの応用可能性を明確化する予定である。

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 (25H00738)、村田学術振興・教育財団、および電子回路基板技術振興財団の助成を受けて実施した。

参考文献

- [1] H. I. Liu et al., J. Vac. Sci. Technol. B 11, 2532 (1993).
- [2] M. Nagase et al., Microelectron. Eng. 41/42, 527 (1998).
- [3] E. P. EerNisse, Appl. Phys. Lett. 35, 8 (1979).

パターニング法による p 型歪み SiGe/Ge(111)の形成と電気伝導特性 Formation of p-type SiGe/Ge(111) by patterning method and its Electrical Properties

東京都市大学 °石橋 脩悟, 武井 爽一郎, 相川 茉由, 溝口 稜太, 澤野 憲太郎

Tokyo City Univ °S. Ishibashi and K. Sawano

E-mail: g2381246@tcu.ac.jp

1. はじめに

Ge は Si に比べて高い正孔移動度を有することから pMOS などへの応用が期待されているが、高 Ge 組成の SiGe における正孔移動度についてはまだ十分に調べられていない。また、SiGe を Ge 上に成長することで歪みが導入され、歪みエンジニアリングが可能となるが、歪み SiGe のキャリア移動度についての報告も少ない。引っ張り歪みを有する SiGe 膜に結晶クラックが発生してしまい、成長できる膜厚に制限があることが原因の一つである。本研究では、パターニング手法を用いることでクラック発生を抑制した比較的厚い歪み SiGe 膜を、Ga をドーピングして形成し、その電気伝導特性を調べた。

2. 実験方法

Fig. 1 に試料作製プロセスを示す。フォトリソグラフィとドライエッチングにより、Si(111)基板にホールバー型のメサパターニングを行った。パターニングした基板上に固体ソース MBE を用いて、低温 Ge 層（成長温度：350℃、膜厚：40 nm）、高温 Ge 層（成長温度：700℃、膜厚：400 nm）を成長した。一般に、Ge 層はドーピングなしでも p 型挙動を示すため、Ge 層を n 型にするために P をドーピングしながら成長させた。その上に、歪み SiGe 層（成長温度：350℃、膜厚：150 nm）を、Ga をドーピングしながら成長させた。その後、試料に電極(金)を蒸着し室温下でホール測定を行った。

3. 実験結果

Fig. 2 にホール測定により得られた正孔密度と正孔ホール移動度の関係を、Ge の正孔の Irvin curve と共に示す。プロットはほぼ Irvin curve に乗っていることが分かる。SiGe の正孔移動度は Ge より小さいと考えられるが、今回歪みの効果によって移動度が向上しているものと推察できる。なお、パターニングを行わずに形成した歪み SiGe 層を同様にホールバー加工したところ、正確な測定ができなかった。これは、歪み SiGe 層へ欠陥が生じているためであると考えられる。つまり、Si 基板のメサパターニングにより、欠陥の抑制ができ、SiGe 層の p 型電気伝導特性が正確に測定できたと考えられる。

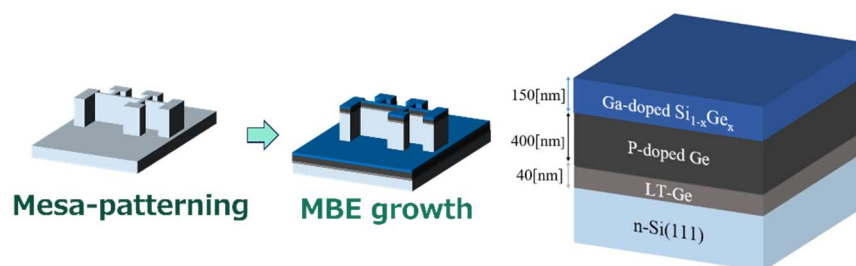


Fig. 1 Fabrication procedure of Ga-doped SiGe/Ge-on-Si(111) with patterning.

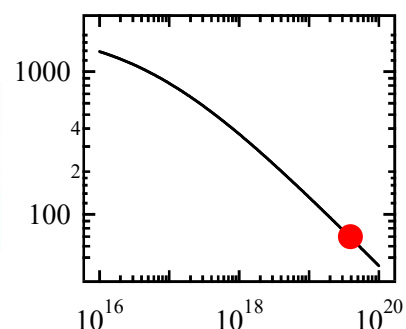


Fig. 2 Obtained hole density and Hall mobility.

ブリッジ構造によって導入された一軸および二軸歪が Ge の価電子帯及び内殻準位の結合エネルギーに及ぼす影響の HAXPES 評価

HAXPES evaluation of the effect of uniaxial and biaxial strains introduced by bridge structures on the binding energies of the valence band and inner shell levels of Ge

東京都市大学¹, 高輝度光科学研究センター² 野平 博司¹, 石川 陸¹, 桐原 芳治¹, 川合 遼一¹,
五島 一樹¹, 臼井 亮祐¹, 井上 貴裕¹, 西原 達平², 澤野 憲太郎¹
Tokyo City Univ.¹, JASRI² Hiroshi Nohira¹, Riku Ishikawa¹, Yoshiharu Kirihara¹, Ryoichi Kawai¹,
Kazuki Goshima¹, Ryosuke Usui¹, Takahiro Inoue¹, Tappei Nishihara², Kentarou Sawano¹
E-mail: hnohira@tcu.ac.jp

はじめに データセンターでの電力消費の急増など、半導体デバイスの電力削減は急務である。デバイスの消費電力のうち、チップ内のグローバル配線の配線抵抗による消費電力がかなりの割合を占めているため、消費電力の削減を狙って金属配線を光配線に置き換える研究が盛んにおこなわれている。我々は、GaAs などのIII-V属化合物半導体ではなく、Ge を用いた光デバイスの実現を目指している。Ge で発光デバイスを実現するには、歪を入れることが必須であり、その歪がデバイス動作に影響を及ぼす価電子帯の上端の位置に及ぼす影響を明らかにすることは重要である。そこで、種々のブリッジ構造を用いて、引っ張り歪の方向の違いや一軸や二軸の引っ張り歪が価電子帯や内殻準位に及ぼす影響を硬 X 線光電子分光(HAXPES)により調べたので、その結果を報告する。

実験方法 試料は、Fig.1 (a)に示すように、Si(100)あるいは Si(110)基板上に二段階成長法を用いて Ge 層を成長させ、その後ホトリソグラフィとエッチングによりブリッジ構造 (図中の例はブリッジ幅 3 μm 、長さ 25 μm の試料の SEM 像) を作製した。作製した試料を走査型電子顕微鏡、ラマン分光、HAXPES ($h\nu=7.93\text{keV}$, BL09XU@SPRING-8、測定光電子 Ge 2p、価電子帯) を用いて評価した。

結果及び検討 Fig.1 (b)と(c)に、Si(110)上に作製した Fig.1 (a)のブリッジ構造(幅 3 μm 、長さ 25 μm)の試料の測定結果を示す。その結果、ブリッジの中央部分 (位置 C) は、パッド中央部分 (位置 A) よりも Ge 2p_{3/2} の結合エネルギーが小さいことが分かった。これは、一軸歪によって結合エネルギーが小さくなっていること示しており、我々の先行研究^[1]と矛盾していない。これ以外のブリッジ構造の結果を含めた詳細は、当日報告する。

謝辞 放射光実験は、大型放射光施設 SPRING-8 の BL09XU を用いて、高輝度光科学研究センターの承認(JASRI, Proposal No. 2025A1574, 2025A1643)によって実行された。

参考文献 [1] R. Sano *et al.* Semicond. Sci. Technol. **34** (2019) 014006.

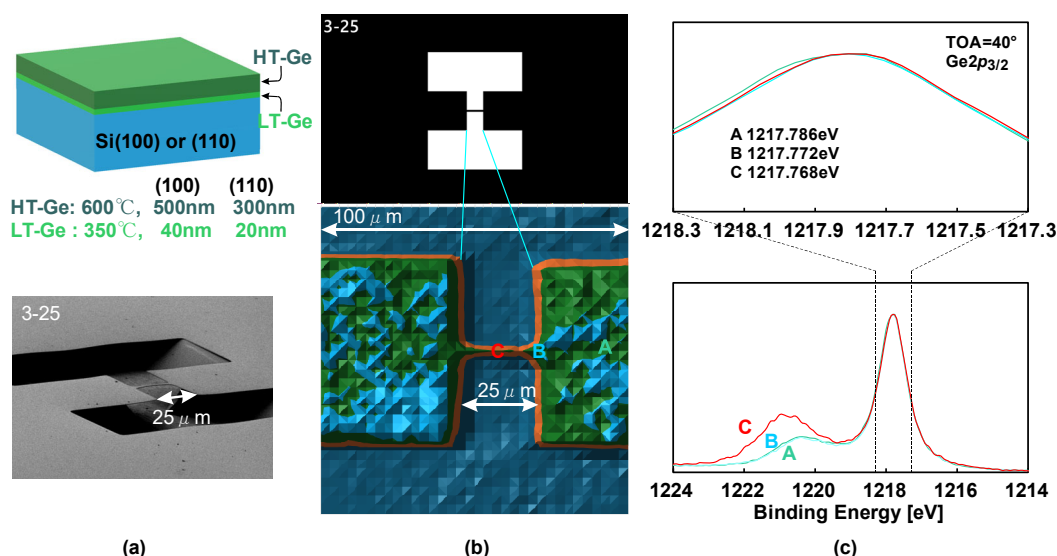


Fig.1 (a) Above is a sample structure and below is an SEM image of a sample with a bridge length of 25 μm . (b) Top is mask pattern, bottom is mapping image using Ge 2p photoelectron intensity. (c) Ge 2p_{3/2} photoelectron spectrum normalized by the signal intensity from unoxidized Ge.

15 Crystal Engineering | Poster presentation : 15.6 Group IV Compound Semiconductors (SiC)

[9p-P13-1~3] 15.6 Group IV Compound Semiconductors (SiC)

[9p-P13-1]

Growth of SiC Single Crystals by the Resistive Heating PVT method

○Gyeongjun Song¹, Hajun Kim¹, Nakyeong Kim¹, Daeuk Kim¹, Chanhoo Park¹, Miseon Park¹, Kwanghee Jung¹, Junggon Kim¹, Wonjae Lee¹ (1.Dong-Eui Univ. for Dong-Eui University)

[9p-P13-2]

Relief of residual stress and reduction of defect density in SiC crystals by seed adhesion using carbon-based adhesive and graphite foil

○Nakyeong Kim¹, Gyeongjun Song¹, Daeuk Kim¹, Chanhoo Park¹, Miseon Park¹, Kwanghee Jung¹, Junggon Kim¹, Wonjae Lee¹ (1.Dong-Eui Univ. for Dong-Eui University)

[9p-P13-3]

Step unbunching phenomenon of 4° off-axis 4H-SiC substrate surface

○(M2)Maho Shimizu¹, Wataru Norimatsu¹ (1.Waseda Univ.)

Growth of SiC Single Crystals by the Resistive Heating PVT method

Dong-eui Univ.¹, °Gyeongjun Song¹, Hajun Kim¹, Nakyeoung Kim¹, Daeuk Kim¹, Chanhoo Park¹,
Miseon Park¹, Kwanghee Jung¹, Junggon Kim¹, Wonjae Lee^{1*}

*E-mail: leewj@deu.ac.kr

Silicon carbide (SiC) semiconductors are attracting significant attention as substrate materials for power devices that operate under extreme conditions, such as high temperatures and high voltages. This is due to their outstanding physical properties, including a wide bandgap, high thermal conductivity, and a breakdown electric field strength that is approximately three times greater than that of conventional silicon semiconductors [1]. As the demand for next-generation power electronics continues to increase, the development of high-quality SiC single crystals has become increasingly important. Physical vapor transport (PVT) is the most widely adopted method for growing SiC single crystals.

However, the conventional PVT growth method, which employs inductive heating, often suffers from non-uniform thermal fields and complicated hot-zone designs, potentially resulting in inhomogeneous crystal growth and a higher defect density. To address these challenges, resistive heating has been proposed as an alternative approach. Compared to inductive heating, resistive heating enables more precise control of the thermal field by allowing modifications to the graphite heater design [2,3].

In this study, we investigated, for the first time, the growth of 4-inch SiC crystal using the resistive heating PVT method. Crystal growth was conducted at a temperature of 2100 °C in a 5 kPa argon atmosphere. A C-face 4H-SiC substrate was used as a seed crystal. The distance between the SiC seed crystal and the source material was set to 24 mm, and the crystal growth was carried out for 30 hours. The polytype of the grown crystal was identified by Ultra-Violet Fluorescence (UVF) analysis. The crystal quality and residual stain/stress of the obtained SiC crystal were characterized using both high-resolution X-ray diffraction (HRXRD) and Raman scattering measurements.

Reference

- [1] P. J. Wellmann, "Review of SiC crystal growth technology.", *Semiconductor Science and Technology* 33.10 (2018): 103001.
- [2] X. Wang, et al., "Hot-zone design and optimization of resistive heater for SiC single crystal growth", *Journal of Materials Science* 59.20 (2024): 8930-8941
- [3] B. Xu, et al., Optimization of the thermal field of 8-inch SiC crystal growth by PVT method with '3 separation heater method'", *Journal of Crystal growth*, 614 (2023) 127238

Relief of residual stress and reduction of defect density in SiC crystals by seed adhesion using carbon-based adhesive and graphite foil

Dong-eui Univ.^{1, °} Nakyeoung Kim¹, Gyeongjun Song¹, Daeuk Kim¹, Chanhoo Park¹, Miseon Park¹, Kwanghee Jung¹, Junggon Kim¹, Wonjae Lee^{1*}

***E-mail: leewj@deu.ac.kr**

Silicon Carbide (SiC) has a wide band gap, excellent thermal conductivity, and high electrical resistivity compared to Silicon (Si), resulting in stable device performance in high-temperature and high-voltage environments. Among various methods for growing SiC single crystals, the physical vapor transport (PVT) method is currently the most widely used commercial technology due to its high growth rate, simple reactor design, low cost, and ability to produce large-diameter SiC single crystals. [1] However, the PVT method involves numerous parameters whose precise control determines final crystal quality. Among these, seed adhesion plays a critical role in the process. This step involves bonding the seed crystal to the graphite crucible plate using specialized adhesive. Challenges such as uneven adhesive coating or bubble formation during adhesion can lead to reverse growth patterns during crystallization or, in severe case, complete seed detachment. Additionally, the inherent mismatch in the coefficient of thermal expansion (CTE) between the seed crystal and the graphite plate induces residual stress and initial defects during the early growth stages. [2]

To address these issues, this study proposes a seed adhesion structure utilizing a carbon-based adhesive and either a single layer or multiple layers of graphite foil. In our previous study, Raman scattering analysis showed that SiC crystal growth using carbon-based adhesive resulted in reduced strain and stress compared to growth using a polymer-based adhesive. SiC crystal growth was carried out under a nitrogen atmosphere with a flow rate 20 cc/min at a temperature of 2350 °C for 50 hours using the PVT method. The seed was a 4° off-axis, *n*-type 4H-SiC crystal. The residual stain and stress in the obtained SiC crystals were characterized using both high-resolution X-ray diffraction (HRXRD) and Raman scattering measurements. Defect density was investigated by analyzing the surface morphology after KOH etching.

[1] Peter. J. wellmann, “semiconductor Science and technology:”, 2018

[2] M. Tuominen, R. Yakimova, A. vehanen, E. Janzén, “Defect origin and development in sublimation grown SiC Boules”, Materials Science and Engineering B, vol.57, pp.228.233, (1999).

[3] Pei Yun, Dai, Yong Gui Shi, jian Feng Yang, Yan Zhong Wang, JiKuan Cheng&Hong jie Wang, “Restraint of nucleation of SiC polycrystals surrounding the seed during SiC single crystal growth”, Materials Science, Volume 46, Pages 4618-4621 (2011)

4°オフ 4H-SiC 基板表面におけるステップアンバンチング現象

Step unbunching phenomenon of 4° off-axis 4H-SiC substrate surface

早大理工 °(M2) 清水 眞秀, 乗松 航

Waseda Univ., °Maho Shimizu and Wataru Norimatsu

E-mail: mahothearcher@ruri.waseda.jp

1. 序論

SiC は高い熱伝導率や大きな絶縁破壊電界、バンドギャップが大きいといった特徴からパワーエレクトロニクス材料として広く利用されている。SiC を含む半導体の清浄な表面にはステップと呼ばれる段差が存在する。高いステップが存在すると、熱酸化膜の膜厚が不均一となるためデバイスの歩留まりが低下すると考えられる[1]。一般に高温で SiC を加熱すると、表面での原子移動により低いステップが集まって高いステップとなるステップバンチング現象が生じる。4H-SiC の格子定数 c と同じかそれ以下の高さを持つステップが生じる現象をミニマムステップバンチング(MSB)と、 c よりも大きい高さのステップが生じることをラージステップバンチング(LSB)と呼ぶ。従来は、一度高くなったステップが低くなる事はないと考えられてきた。しかしながら最近、on-axis の 4H-SiC (0001)表面において、一旦高くなったステップが低いステップに分かれるステップアンバンチング現象が見出された[2]。以上を踏まえて、本研究では、SiC パワーデバイスに用いられる 4° オフ SiC 単結晶基板において、ステップアンバンチング現象が生じるかを調べ、そのメカニズムを明らかにすることを目的として実験を行った。

2. 実験

基板として、[1120]方向に 4° 傾いた 4H-SiC(0001)単 z 結晶を用いた。基板に対してまず化学機械研磨(CMP)処理を施し、その後エタノール、アセトンおよび HF によって表面を洗浄した。洗浄後の基板を大気圧 Ar/H₂ (4%)ガスフロー雰囲気中、1650°Cで 10 分間加熱した後、1400°Cで保持することでステップアンバンチング現象が生じるかを調べた。ガス流量は 1 slm とした。得られた試料の表面形態を、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて観察した。

3. 結果・考察

初めに、1650°Cで 10 分加熱した試料の AFM 形状像および高さプロファイルを図 1(a)に示す。ステップ高さは 20~40 nm、テラス幅は 0.3~0.5 μm であった。これは、1650°Cにて LSB が生じたことを示している。続いて、1650°Cで 10 分間保持した後、1 分で 1400°Cまで降温して保持した。1400°Cで 20 分および、60 分保持した試料の AFM 形状像と高さプロファイルを、それぞれ図 1(b)および(c)に示す。(b), (c)中に緑枠で示す領域では、数 nm 以上の高さを持つステップが観察されなかった。また、保持時間を延長することで、その領域の幅が広がることがわかった。これは、1400°Cでの保持によってアンバンチング現象が進行したことを示唆している。興味深い特徴として、(b)の高さプロファイルにおいて青枠で示すように、高さ 10 nm 程度の低いステップと、20~40 nm の高いステップの対が複数形成された。当日は、ガス流量や加熱温度などを変化させた実験結果と比較することでアンバンチング現象の条件やメカニズムについて議論する。

[1] H. Watanabe and T. Hosoi, “Physics and Technology of Silicon Carbide Devices”, InTech, ch. 9 (2012).

[2] R. Sakakibara, *et.al.*, Appl. Phys. Lett. **123**, 031603 (2023).

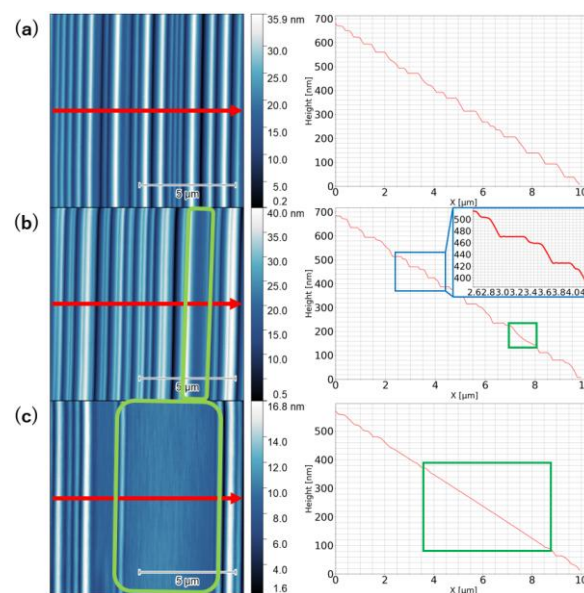


Figure 1 AFM topography images of the SiC surface together with the height profiles along the red arrows in the images. (a) The SiC surface after annealing at 1650°C for 10 min. (b) and (c) The surfaces of the samples annealed at 1400°C for 20 and 60 min, respectively, just after annealing at 1650°C.

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.6 Group IV Compound Semiconductors (SiC)

[10p-N322-1~13] 15.6 Group IV Compound Semiconductors (SiC)

[10p-N322-1]

Temperature dependence of electron and hole drift velocities under high electric field in 4H-SiC

○Daichi Fujioka¹, Ryoya Ishikawa¹, Kyota Mikami¹, Mitsuaki Kaneko¹, Tsunenobu Kimoto¹
(1.Kyoto Univ.)

[10p-N322-2]

Detection of Si-related defect levels with close energy positions in electron-irradiated SiC

○(M1)Kotaro Yamanaka¹, Kyota Mikami¹, Tsunenobu Kimoto¹, Mitsuaki Kaneko¹ (1.Kyoto Univ.)

[10p-N322-3]

Distribution of nitrogen dopant in 4H-SiC investigated by a Laser Heterodyne Photothermal Displacement Method

○Kouyou Harada¹, Masashi Kato², Atsuhiko Fukuyama¹ (1.Univ. of Miyazaki, 2.Nagoya Inst. of Tech.)

[10p-N322-4]

Control of gas supply for reduction of N_D-N_A in closed sublimation growth of fluorescent 4H-SiC

○Takuma Ban¹, Aoto Hashiguchi¹, Naoki Takahashi¹, Eri Akazawa², Atsushi Suzuki², Weifang Lu³, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹ (1.Meijo Univ., 2.E&E evolution Ltd., 3.Xiamen Univ.)

[10p-N322-5]

Investigation of conditions of 4H-SiC closed sublimation growth to reduce BPD density

○(M1)Aoto Hashiguchi¹, Takuma Ban¹, Naoki Takahashi¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Atsushi Suzuki², Eri Akazawa², Weifang Lu³ (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution, 3.Xiamen Univ.)

[10p-N322-6]

Study on the Internal Quantum Efficiency Measurement and LED Device Fabrication of Fluorescent 4H-SiC

○(M2)Naoki Takahashi¹, Takuma Ban¹, Aoto Hashiguchi¹, Satoshi Kamiyama¹, Tetsuya Takeuchi¹, Motoaki Iwaya¹, Atsushi Suzuki², Eri Akazawa², Yiyu Ou³, Haiyan Ou³ (1.Meijo Univ., 2.E&E Evolution Corp, 3.Technical Univ.Denmark)

[10p-N322-7]

Effects of Ammonia Treatment on formation of SiC Coating on Fe Substrates by Thermal CVD Using Vinylsilane

○(M2)Naoto Ohshima¹, Yuki Tsuchizu², Satoru Kaneko³, Kenichi Uehara⁴, Shigeo Yasuhara⁴, Noriyuki Taoka¹, Keishiro Goshima¹, Wakana Takeuchi¹ (1.Aichi Inst. Tech., 2.Tohoku Univ., 3.KISTEC, 4.JAC)

[10p-N322-8]

Effects of Al Incorporation on the Electrical Properties of Amorphous AlSiC Thin Films Grown by Vinylsilane and Trimethylaluminum

○(D)Yuuki Tsuchiizu¹, Uehara Kenichi², Ohori Daisuke¹, Yasuhara Shigeo², Endo Kazuhiko¹, Takeuchi Wakana³ (1.Inst. of Fluid Science Tohoku Univ., 2.Japan Advanced Chemicals Ltd., 3.Aichi Inst. of Tech.)

[10p-N322-9]

Comparison of single Shockley-type stacking fault expansion in 4H-SiC under ultraviolet illumination after fluorine or oxygen ion implantation

○Johji Nishio¹, Chiharu Ota¹, Ryosuke Iijima¹ (1.Toshiba Corporate Lab.)

[10p-N322-10]

Origin Analysis of Stacking Fault Complex with Different Surface Morphology in 4H-SiC Epitaxial Wafer

○SHOHEI HAYASHI¹, Junji Senzaki² (1.Toray Research Center, 2.AIST)

[10p-N322-11]

Characterization of 3C-SiC thick epitaxial layers grown on off-axis 4H-SiC substrate

○Jun Fujita¹, Kongsikh Rho¹, Masashi Kato¹ (1.NITech)

[10p-N322-12]

High-Resolution Synchrotron X-ray Topography of 4H-SiC Wafers Using a Wide-Field Detector at SPring-8 BL16B2

○(M1)Yuhui Huang¹, Rui Zhou¹, Kentaro Kajiwara², Takashi Kameshima^{2,3}, Taito Osaka³, Makina Yabashi³, Takayoshi Shimura^{1,3} (1.Waseda Univ., 2.JASRI, 3.RIKEN)

[10p-N322-13]

Defect characterization in SiC wafers by multimodal analysis using perspective transformation

○Shunta Harada^{1,2}, Takahashi Kosei¹, Kota Tsujimori², Juheyong Sun¹, Michio Kawase¹, Yasutaka Matsubara¹, Keisuke Seo¹, Tatsuki Koderu¹, Kenta Shimamoto³, Seiya Mizutani⁴, Yuya Mizutani⁴, Seiji Mizutani⁴, Kenta Murayama⁴ (1.Nagoya Univ., 2.SSR, 3.Rigaku, 4.Mipox)

4H-SiC における電子および正孔の高電界ドリフト速度の温度依存性

Temperature dependence of electron and hole drift velocities under high electric field in 4H-SiC

京大院工 °藤岡 大智, 石川 諒弥, 三上 杏太, 金子 光顕, 木本 恒暢

Kyoto Univ. °D. Fujioka, R. Ishikawa, K. Mikami, M. Kaneko, T. Kimoto

E-mail: fujioka@semicon.kuee.kyoto-u.ac.jp

ドリフト速度は、半導体物理現象の理解に不可欠な物性値である。4H-SiC の低電界移動度についてはこれまで多数報告されてきた[1,2]。その一方、高電界ドリフト速度に関する知見は、その温度依存性を含め、不足している[3]。本研究では、 c 軸方向、 c 軸垂直方向における電子および正孔ドリフト速度の温度依存性を、コンダクタンス法により広い電界範囲(1–200 kV/cm)で評価した。

本研究で用いた素子構造の模式図を図 1(a)および(b)に示す。ドリフト速度の異方性を評価するために、ドリフト方向が c 軸方向($\parallel c$)および c 軸垂直方向($\perp c$)となる素子を同一の 4H-SiC(11 $\bar{2}$ 0)エピタキシャル層上に作製した。ドリフト層のドーピング密度(N_D , N_A)は、 n 型(電子)の場合 $N_D = 5.0 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$, p 型(正孔)の場合 $N_A = 1.0 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ である。電圧の大部分が素子中央のブリッジ部分に印加されるように素子を作製し、その電圧降下と電流を測定することでドリフト速度の電界強度(E_{bridge})依存性を評価した。

異なる温度(300–500 K)で測定した c 軸方向における電子および正孔のドリフト速度の E_{bridge} 依存性を図 2(a)および(b)に示す。 $E_{\text{bridge}} = 100 \text{ kV/cm}$ において、電子のドリフト速度はほぼ飽和しているが、正孔では十分な飽和を確認できなかった。これは正孔の低電界移動度が電子の約 1/10 であり[2]、ドリフト速度の飽和には今回の測定した電界範囲より高電界が要求されるためである。図 3 に $E_{\text{bridge}} = 100 \text{ kV/cm}$ における電子および正孔のドリフト速度の温度依存性を示す。電子の高電界ドリフト速度($v_{d,100 \text{ kV/cm}}$)は、300 K から 500 K にかけて $1.6 \times 10^7 \text{ cm/s}$ から $7.9 \times 10^6 \text{ cm/s}$ まで低下した。この低下は温度上昇に伴うフォノン散乱の増大に起因し[4]、この $v_{d,100 \text{ kV/cm}}$ の低下率($v_{d,100 \text{ kV/cm}}(@400 \text{ K}) / v_{d,100 \text{ kV/cm}}(@300 \text{ K}) = 0.73$)は、Si における電子の飽和ドリフト速度の低下率とほぼ同等である[5]。 $\parallel c$ と $\perp c$ の結果を比較すると、電子の高電界ドリフト速度はほぼ等方的であり、4H-SiC において異方性を示す低電界移動度[2]とは異なる結果であった。これは、高電界では高エネルギー電子が著しく増加し、電子のドリフトが伝導帯底付近の有効質量に依存しなくなるためである[6]。正孔の $v_{d,100 \text{ kV/cm}}$ は、300 K から 500 K にかけて $4.0 \times 10^6 \text{ cm/s}$ から $1.1 \times 10^6 \text{ cm/s}$ まで低下しており、その低下率は 0.28 であった。先述したように、正孔ではドリフト速度の明確な飽和が観察されなかったことを考慮すると、この低下率は低電界移動度に強く影響されている可能性がある。実際、4H-SiC における c 軸方向の移動度は、300 K で $82 \text{ cm}^2/\text{Vs}$, 500 K で $26 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ であり[7]、その低下率は 0.31 と、本研究で得られた正孔における $v_{d,100 \text{ kV/cm}}$ の低下率とほぼ一致している。

- [1] W. J. Schaffer *et al.*, *Mater. Res. Soc. Proc.* **339**, 595 (1994). [2] R. Ishikawa *et al.*, *Phys. Status Solidi B* **260**, 2300275 (2023). [3] I. A. Khan *et al.*, *IEEE Trans. Electron Devices* **47**, 269 (2000). [4] H. Tanaka *et al.*, *Mater. Sci. Semicond. Process.* **173**, 108126 (2024). [5] C. Canali *et al.*, *IEEE Trans. Electron Devices* **22**, 1045 (1975). [6] R. Ishikawa *et al.*, *Int. Conf. on Silicon Carbide and Related Materials 2024*, (Raleigh, 2024), 21A. [7] R. Ishikawa *et al.*, *J. Appl. Phys.* **135**, 075704 (2024).

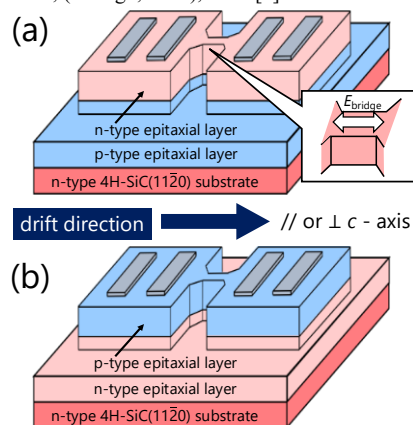


Fig 1. Schematic illustrations of the test structure for measuring (a) electron and (b) hole drift velocity.

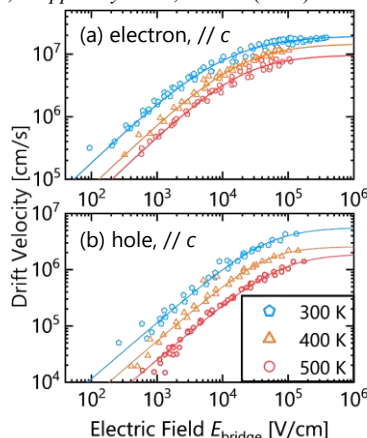


Fig 2. Relationship between drift velocity and E_{bridge} measured for (a) electrons and (b) holes from 300 K to 500 K.

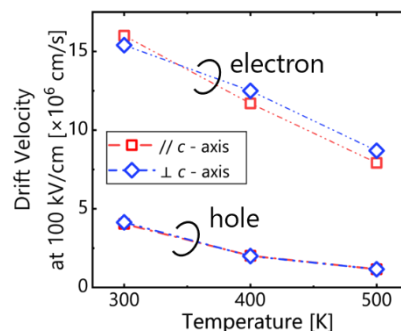


Fig 3. Temperature dependence of drift velocity for electrons and holes at 100 kV/cm.

電子線照射 SiC における 近接したエネルギーを有する Si 関連欠陥準位の検出 Detection of Si-related defect levels with close energy positions in electron-irradiated SiC

京大院工¹ ○(M1) 山中 孝太郎¹, 三上 杏太¹, 木本 恒暢¹, 金子 光顕¹

Kyoto Univ.¹, ○Kotaro Yamanaka¹, Kyota Mikami¹, Tsunenobu Kimoto¹, Mitsuaki Kaneko¹

E-mail: yamanaka@semicon.kuee.kyoto-u.ac.jp

■背景・概要 4H-SiC 中には多様な真性点欠陥が存在する。これらに由来する深い準位の評価は、理論計算と実験の双方から試みられており、理論計算においては、エネルギー位置が非常に近い (~ 0.01 eV) 複数の深い準位が報告されている [1]。他方、実験的報告としては、Deep Level Transient Spectroscopy (DLTS) を主とする過渡容量解析が用いられてきたが、エネルギー分解能が低いために、分離して検出できていない深い準位が多数存在すると予測される。著者らは、深い準位評価のための新たな過渡容量解析手法として、ベイズ推定を利用した手法を提案した [2]。今回、電子線を照射した n 型 4H-SiC 試料から得られた過渡容量信号に対して提案手法を適用したところ、 $E_C - 0.3$ eV 付近に Si 関連欠陥に由来する複数の深い準位を検出したので、報告する。

■実験・結果 n 型 4H-SiC 基板上に n 型エピ層 ($N_D \approx 4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) を成長させた試料を用意し、電子線照射を行った。電子線の加速エネルギーは 116, 400 keV とし、フルエンスはそれぞれ 4×10^{16} , $4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ とした。電子線照射後、ショットキー電極 (Ni) およびオーミック電極 (Al) を形成し、過渡容量測定を行った。測定時間は 0.1 s, 測定温度は 100–300 K とした。

DLTS スペクトルを図 1 に示す。116 keV の電子線を照射した試料では、200 K にピークが見られる。400 keV の電子線を照射した試料でも 200 K 付近にピークが見られるが、その形状が非対称であることから、このピークは複数のピークで構成されていると考えられる。116 keV の電子線では C 原子のみが、400 keV の電子線では C 原子と Si 原子双方が変位するため [3]、前述のピークの変化は、Si 関連欠陥の形成によるものであると予想される。400 keV の電子線を照射した試料における 200 K 付近の過渡容量信号に Laplace DLTS を適用してピーク分離を試みたが、不可能であった。次に、著者らが考案したベイズ推定を利用した過渡容量解析手法を適用した結果を図 2 に示す。これらの図は、放出時定数の事後分布をカラーマップとして表したものであり、色が濃いほど確率が高いことを示している。放出時定数と温度の関係はアレニウスプロットにおいて直線となるため、図中において直線上に分布した色の濃い部分が深い準位に対応する。116 keV の電子線を照射した試料では、DLTS スペクトルにおける 200 K 付近のピークに対応する 1 本の直線 (A) が確認できる。400 keV の電子線を照射した試料では、さらに 3 本の直線 (B, C, D) が確認でき、これらは Si 関連欠陥に由来する深い準位であると考えられる。これらの深い準位のエネルギー差は約 0.05 eV と小さく、DLTS などの既存手法では検出不可能であった新たな深い準位を検出できたといえる。

[1] T. Kobayashi *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **125**, 125701 (2019).

[3] H. J. von Bardeleben *et al.*, *Phys. Rev. B*, **62**, 10841 (2000).

[2] 山中 他, 第 72 回応用物理学会春季学術講演会, 14p-K402-3 (2025).

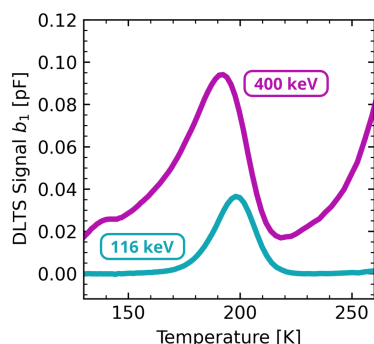


Fig. 1. DLTS spectra obtained from the 4H-SiC samples irradiated by electrons with the energies of 116 keV and 400 keV.

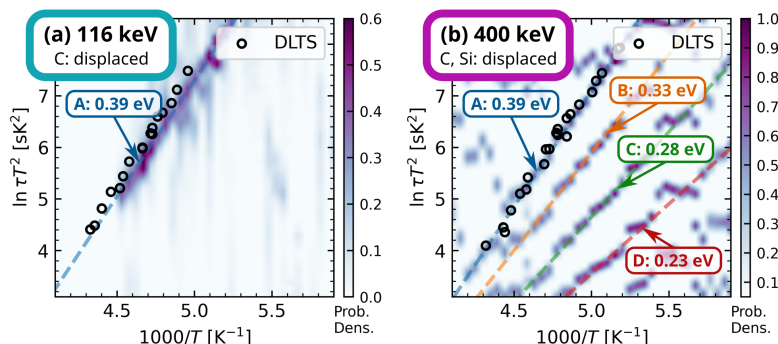


Fig. 2. Color maps of posterior probability densities of time constants extracted by applying the Bayesian-based method to the 4H-SiC samples irradiated by electrons with the energies of (a) 116 keV and (b) 400 keV. The Arrhenius plot of the time constant obtained with conventional DLTS is also shown (○ symbols).

光ヘテロダイン光熱変位法を用いた 4H-SiC の窒素ドーパントの分布測定 Distribution of nitrogen dopant in 4H-SiC investigated by a Laser Heterodyne Photothermal Displacement Method

宮崎大工¹, 名工大², [○]原田 航陽¹, 加藤 正史², 福山 敦彦¹

Univ. of Miyazaki¹, Nagoya Inst. of Tech.², Kouyou Harada^{○1}, Masashi Kato², Atsuhiko Fukuyama¹

E-mail: hn21283@student.miyazaki-u.ac.jp

1. はじめに

4H-SiC はバンドギャップ (E_g) が 3.26 eV^[1] のワイドギャップ半導体であり、Si に比べて高耐圧で優れた放熱特性を持ち高速スイッチングが可能であることから低損失パワーデバイス材料として注目されている。n 型 SiC の作製は窒素 (N) ドープが一般的であるが、N 濃度の不均一性が電氣的・熱的特性の不均一を生み出し、デバイス作製時の歩留まりを下げると考えられる。

そこで本研究では、光励起キャリアの非発光再結合のマッピング測定が可能な光ヘテロダイン光熱変位 (LH-PD) 法^[2]を適用する。同法は非発光再結合で放出される熱による表面変位量をヘテロダイン干渉計により高感度に測定出来るため、N が形成する不純物準位を介した非発光再結合を可視化できる可能性が高い。これにより、4H-SiC 中の N ドーパント分布の知見を高め、歩留まり向上に寄与することが期待できる。

2. 試料詳細と実験方法

本研究で使用した試料は、市販の 4H-SiC 単結晶基板から 20 mm 角に切り出したものである。厚さは 350 μm で Si 面(0001)の $\langle 11\text{-}20 \rangle$ 方向に 4°off ($\pm 0.5^\circ$) で成長させたものである。導電型は N ドープの n 型で、中空欠陥の一つであるマイクロパイプ密度は 15 個/ cm^2 未満である。LH-PD マッピング測定は 355 nm の光励起半導体レーザー (強度 132.7 mW) で励起し、そのときの表面変位量を 632.8 nm の He-Ne レーザーで検出した。測定は室温で行い、8 mm 角の範囲を 109.5 μm 間隔で走査して LH-PD マ

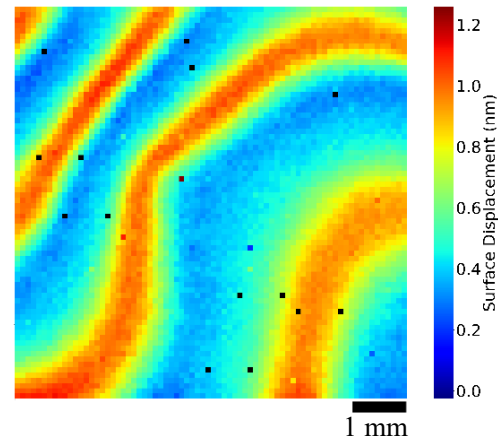


Fig. 1 Surface displacement mapping results of 4H-SiC.

ッピングを測定した。

3. 実験結果と考察

Fig. 1 に 4H-SiC の Si 面の表面変位量マッピング結果を示す。約 1 mm 程度の幅をもつ縞模様のパターンが試料全体に確認された。基板を反転させた C 面で測定したところ、同様の縞模様が現れた。更に、 E_g 以下の 808 nm の半導体レーザーで励起したマッピングにも現れたため、縞模様の起因は 4H-SiC のバンド間遷移に関連した非発光再結合ではなく、N が形成する不純物準位における非発光再結合である可能性が高い。つまり、試料内の N の不均一性が示唆された。縞模様の起因を明らかにするために、フォトルミネセンス測定や顕微ラマン分光法を適用して、信号起因を明らかにする必要がある。

[1] R. Weingartner *et al.*, Appl. Phys. Lett. **80**, 70 (2002).

[2] T. Harada, A. Fukuyama *et al.*, J. Appl. Phys. **131**, 195701 (2022).

蛍光 4H-SiC の近接昇華法成長におけるガス流量制御による N_D-N_A 低減 Control of gas supply for reduction of N_D-N_A in closed sublimation growth of fluorescent 4H-SiC

○(M2)坂卓磨¹, (M1)橋口碧十¹, (M2)高橋直暉¹, 赤澤絵里², 鈴木敦志²,

W. Lu³, 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹

1: 名城大, 2: E&E エボリューション (株), 3: 厦門大学

○T. Ban¹, A. Hashiguchi¹, N. Takahashi¹, E. Akazawa², A. Suzuki², W. Lu³, S. Kamiyama¹, T.

Takeuchi¹, M. Iwaya¹

1: Meijo Univ., 2: E&E Evolution Ltd., 3: Xiamen Univ.

E-mail: 243428036@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】B、N を共添加した SiC は蛍光 SiC と呼ばれ DAP 発光によりピーク波長が 540 nm のブロードな白色光が得られる^[1,2]。蛍光 SiC の発光効率向上のため、B 濃度(N_A)と N 濃度(N_D)を欠陥が入らない程度まで高濃度にし、発光効率低下の要因であるオージェ再結合を抑制するため伝導帯の自由電子濃度 N_D-N_A を低減する必要がある。本研究では近接昇華法により炉内に導入した Ar、 N_2 ガス流量の制御により N_2 分圧を変化させ、 N_A を減少させずに N_D-N_A を低減することで高発光効率化を図った。

【実験方法】近接昇華法により試料を作製した。SiC 原料は多結晶 SiC、種基板は 4H-SiC 単結晶基板、ドーパントソースは粉体 BN をそれぞれ使用した。 N_2 ガス流量を 50 sccm に固定し、Ar ガス流量を 1.8 slm、1.9 slm、2.0 slm に変更することで N_2 分圧をそれぞれ 324 Pa、308 Pa、293 Pa に設定した。成長温度は 1840°C、成長圧力は 12000 Pa、成長時間は 3 時間に設定した。 N_A 、 N_D-N_A は、それぞれ PL ピーク波長^[3]、 μ -PCD 法により測定した反射マイクロ波強度と過去の SIMS 結果を比較して推定した。 μ -PCD は生成したキャリアのライフタイムをマイクロ波反射率の時間変化から測定する手法である。PL 測定は、325 nm の He-Cd レーザーを用いた。

【結果と考察】Figure1 に室温での PL スペクトルを示す。 N_2 分圧を 324 Pa から 293 Pa まで減少させることで、PL 強度は約 10 倍向上した。 N_D-N_A は $1.5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ から $3.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ まで減少しており、PL 強度の向上はオージェ再結合が抑制されたことによる効果であると考えられる。全ての試料において励起光を十分に吸収できる膜厚があり、PL 強度の増加したことから、発光効率が向上したと考えられる。一方で、 N_A は $1.0 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ から $7.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ まで減少した。 N_A の減少は、全ガス比熱が変化して坩堝の温度が低下したためだと考えられる。 N_2 分圧の減少により、 N_D-N_A の低減による高発光効率化が実現したが N_A も減少しており、これはできるだけ高濃度が求められるため望ましくない。今後は、 N_A を減少させずに、 N_D-N_A を低減させる成長条件を調査する必要がある。

【参考文献】

- [1] S. Kamiyama, et al. j. Appl. Phys.99, 093108 (2006).
- [2] W. Lu, et al. Scientific reports 7, 9798 (2017)
- [3] D. Tanaka, et al. Materials Science Forum 1004 (2020)

【謝辞】本研究課題の一部は文科省・私立大学研究ブランディング事業の援助によって実施された。

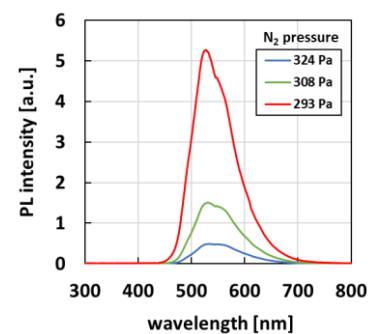


Figure1. PL spectrum

4H-SiC の BPD 密度低減のための近接昇華法成長条件に関する検討

Investigation of conditions of 4H-SiC closed sublimation growth to reduce BPD density

○橋口 碧十¹, 高橋 直暉¹, 坂 卓磨¹, 赤澤絵里², 鈴木敦志², W.Lu³, 上山 智¹, 岩谷 素顕¹, 竹内 哲也¹,
1:名城大, 2:E&E エボリューション(株), 3: 厦門大学

○A.Hashiguti¹, N. Takahashi¹, T. Ban¹, E. Akazawa², A. Suzuki², W.Lu³, S. Kamiyama¹,
M. Iwaya¹, T. Takeuchi¹,
1: Meijo Univ., 2: E&E Evolution L td., 3: Xiamen Univ.

E-mail: 253428027@ccalumni.meijo-u.ac.jp

【はじめに】ホウ素、窒素を共添加した 4H-SiC は、DAP 発光によりピーク波長が 540 nm のブロードな波長域の発光スペクトルが得られる。これは、蛍光 SiC と呼ばれ、ポーラス構造と紫外 LED を組み合わせることによって新構造白色 LED を実現できる。しかし発光効率が低いことが問題点として挙げられる。そこで発光効率に影響を与える基底面転位(BPD)の低減を検討した。本研究では、成長条件である成長温度と成長圧力の 2 つのパラメータを変化させ BPD の抑制を検討した。成長温度は、温度を高くすると昇華量とステップの拡散を増やすことができ、成長圧力は、昇華量を調整することができる。パラメータを最適化する理由としてステップフロー成長を維持することができ、表面状態が良くなると BPD の抑制に繋がると考えられるためである。

【実験方法】蛍光 SiC は、Ar 雰囲気で近接昇華法により成長させた。実験条件は、表 1 に示した。実験①では、成長圧力が 12000～45000 Pa の範囲で BPD 密度の圧力依存性を調べ、実験②では、成長温度 1915～1980 ℃の範囲で BPD 密度の温度依存性を調べた。基板は、540 ℃の熔融 KOH で約 15 分エッチングすることによって転位密度を求めた。

【実験結果】成長前の種基板の転位密度を調査した。1 cm²の中に BPD : 87 個, TED:4900 個, TSD:1400 個の転位密度が存在していることが判明した。実験①のグラフを図 1 に示した。図 1 から圧力が高くなると BPD が低減する BPD 密度の成長圧力依存性を示すことが判明した。成長圧力が高くなるに従ってステップフロー成長が維持されたためだと考えられる。実験②のグラフを図 2 に示した。図 2 から温度が高くなるにつれて BPD 密度が増加する傾向が見られた。これは、温度を高くしすぎたために昇華量が増えてしまったことが原因と考えられる。

表1 成長パターン		
実験	成長温度 [℃]	成長圧力 [Pa]
①	1940	12000～45000
②	1915～1980	78000

【参考文献】

- [1] S. Kamiyama. et. al. j. Appl. Phys. 99.093108(2006)
[2] W. Lu, et al. Scientific reports 7, 9798 (2017)
[謝辞] 本研究課題の一部は文科省・私立大学研究ブランディング事業の救助によって実施された。

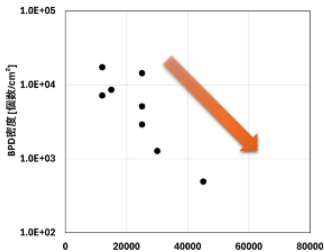


図1 成長温度1940 [℃]のBPD密度と成長圧力の関係

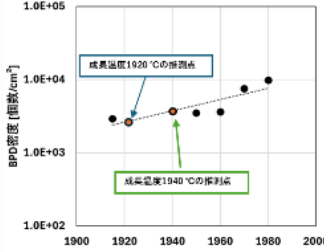


図2 成長圧力78000 [Pa]のBPD密度と成長温度の関係

蛍光 4H-SiC の IQE 測定と LED デバイス化に関する研究

Study on the Internal Quantum Efficiency Measurement and LED Device

Fabrication of Fluorescent 4H-SiC

○高橋直暉¹, 坂卓磨¹, 橋口碧十¹, 上山智¹, 竹内哲也¹, 岩谷素顕¹,
鈴木敦志², 赤澤絵理², Y.Ou³, H.Ou³

¹名城大学理工学研究科、²E&E エボリューション、³デンマーク工科大学

○N.Takahashi¹, T.Ban¹, A.Hashiguchi¹, S.Kamiyama¹, T.Takeuchi¹, M.Iwaya¹,
A.Suzuki², E.Akazawa², Y.Ou³, J.H.Ou³.

¹Meijo Univ., ²E&E Evolution Corp. ³Technical Univ.Denmark

E-mail:243428027@ccmailg.meijo-u.ac.jp

【はじめに】B および N を SiC にドーピングした材料は「蛍光 SiC」と呼ばれ、波長約 580 nm の発光を示す。さらに、その結晶表面に陽極酸化法を用いてエッチング処理を施すことで、ポーラス層が形成され、より短波長である波長 460 nm 付近の発光が得られる。この蛍光 SiC とポーラス蛍光 SiC を組み合わせることで、広い発光スペクトルを持つ高演色性白色 LED の実現が期待されている[1]。本研究では、白色 LED 実現に向けた蛍光 4H-SiC の内部量子効率 (IQE) の測定手法の確立を行い、加えて励起用近紫外 LED を含むハイブリッド LED デバイスの試作を行った。

【実験】本研究では、近接昇華法を用いて B および N をドーピングし、蛍光 SiC 基板を製作した。この基板に対し、電流密度 1 mA/mm²、反応時間 12 時間の条件下で陽極酸化処理を行い、ポーラス層を形成した。その後、ガラス基板を支持基板として貼り合わせ、研削・研磨装置を用いて電極および種基板の除去を行った。種基板除去後、試料に対して波長 355 nm の固体レーザーを用いた積分球内での室温フォトルミネッセンス (PL) 測定を実施した。蛍光 SiC の発光に起因する内部量子効率の算出と、励起強度密度依存性の評価を行った。

【結果】図 1 に、各励起強度密度における IQE の依存性を示す。励起強度密度 0.1 W/cm² において最大 IQE 24.1 %を示した。励起強度密度の増加に伴い、IQE は減少傾向を示した。これは、状態密度の飽和により再結合が抑制されることや、非放射再結合の一種であるオージェ再結合が強励起条件下で支配的になるためであると考えられる。IQE の低下を抑制するためには、B および N の濃度を高めることで DAP 発光を支配的にすることや、Nd-Na を小さくしオージェ再結合を減らすことが有効であると示唆される。また、蛍光 SiC は間接遷移型の半導体であるため、高効率化向け、さらなる蛍光層の膜厚化が必要であると考えられる。なお、白色 LED デバイス化に向けた取り組みおよび電力変換効率 (IQE) の評価については、当日議論する予定である。

[1] S. Kamiyama, et al. J. Appl. Phys. 99, 093108 (2006).

謝辞 :本研究の一部は文部科学省・私立大学研究ブランディング事業の援助により実施された。

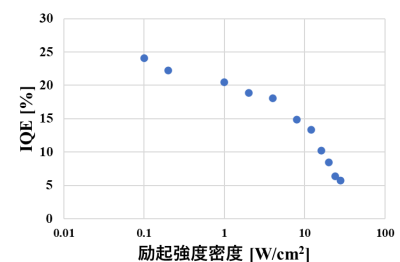


図 1 IQE の励起依存性

ビニルシランを用いた熱 CVD 法による Fe 基板上への SiC コーティングにおけるアンモニア前処理の影響 Effects of Ammonia Pretreatment on Formation of SiC Coating on Fe Substrates by Thermal CVD Using Vinylsilane

愛知工大¹, 東北大², KISTEC³, 株式会社ジャパン・アドバンスト・ケミカルズ⁴

○(M2)大島 直人¹, 土射津 佑起², 金子 智³, 上原 賢一⁴, 安原 重雄⁴,
五島 敬史郎¹, 田岡 紀之¹, 竹内 和歌奈¹

Aichi Inst. of Tech.¹, Tohoku Univ.², Kanagawa Inst. of Ind. Sci. & Tech.³,
Japan Advanced Chemicals Ltd.⁴.

°N. Ohshima¹, Y. Tsuchizu², S. Kaneko³, G. Saeki³, K. Uehara⁴, S. Yasuhara⁴,
K. Goshima¹, N. Taoka¹, W. takeuchi¹

E-mail: v24711vv@aitech.ac.jp, wtakeuchi@aitech.ac.jp

【はじめに】炭化ケイ素(SiC)は優れた耐食性・熱安定性を持ち、金属表面の保護層に有効な材料である。我々はこれまで、単一前駆体であるビニルシラン($\text{CH}_2\text{CHSiH}_3$)を用いた熱化学気相成長法(CVD)により、低温で Cu 基板上に SiC 膜を形成可能であることを報告してきた^[1]。一方で、Fe 基板上では SiC の形成が達成されず、代わりにナノカーボン構造が生成されることを確認している^[2]。これはビニルシラン中の Si が Fe と反応することで失われ、残留した C 成分が析出するためと考えられる。そこで本研究では、ビニルシランによる SiC 薄膜形成前に NH_3 前処理を行い、Fe 基板上への SiC 薄膜の成膜を試みた。

【実験方法】Fe 基板上への SiC 薄膜成膜は熱 CVD を用いた。成膜前の前処理として NH_3 (100 sccm), Ar ガス(200 sccm)を流入し、60 分処理を行った。その後、ビニルシラン(2 sccm), Ar ガス(200 sccm)を用いて SiC 成膜を 60 分行った。成膜温度は 750~950°C, 成長圧力は 50 Pa とした。Fe 基板の純度は 99.99 %である。UV ラマン分光法(励起波長 325 nm)により化学結合状態の評価を行った。

【結果および考察】Fig.1 に成膜温度ごとの SiC コーティング前後の UV ラマンスペクトルを示す。すべての温度において Si-C ピークが確認された。一方で、950, 850°C においては G-Band は確認されなかった。このことは、ナノカーボン構造形成を抑制していることを示唆する。Fig.2 に UV ラマンスペクトルから算出される G-Band/Si-C 比の成膜温度依存性を示す。この結果から高温ほど G-Band の比率が減少していることが確認できる。これらの結果から、Fe 基板上に NH_3 によるバリア層形成を施すことで Fe と Si の反応を抑制した後、ビニルシランによる熱 CVD 法により、SiC を形成可能な知見を得た。

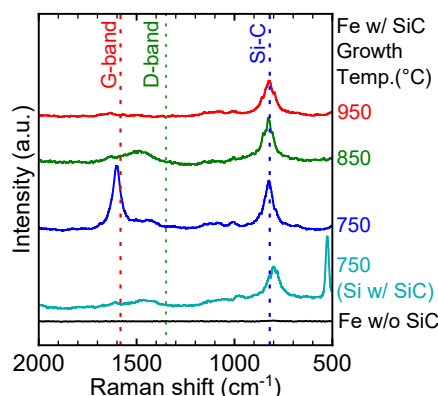


Fig. 1 UV-Raman spectra before and after SiC coating on Fe substrate.

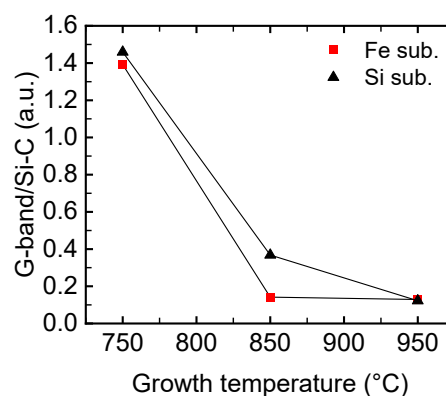


Fig. 2 G-band/Si-C ratio calculated from the UV Raman spectrum(Fig. 1).

【参考文献】[1] T. Doi *et al.*, JJAP **57**, 01AE08 (2018). [2] T. Hasegawa *et al.*, ISPlasma 2023, 08P-P4-45 (2023).

ビニルシランとトリメチルアルミニウムにより成長させた アモルファス AlSiC 薄膜の電気的特性への Al 導入効果

Effects of Al Incorporation on the Electrical Properties of Amorphous AlSiC Thin Films Grown by Vinylsilane and Trimethylaluminum

東北大流体研¹, (株) ジャパン・アドバンスト・ケミカルズ², 愛知工業大学³

○(D) 土射津 佑起¹, 上原 賢一², 大堀 大介¹, 安原 重雄², 遠藤 和彦¹, 竹内 和歌奈³

Inst. of Fluid Science Tohoku Univ.¹, Japan Advanced Chemicals Ltd.², Aichi Inst. of Tech.³

°Yuki Tsuchiizu¹, Kenichi Uehara², Daisuke Ohori¹,

Shigeo Yasuhara², Wakana Takeuchi³, Kazuhiko Endo¹

E-mail: yuuki.tsuchiizu.p1@dc.tohoku.ac.jp

【はじめに】炭化ケイ素 (SiC) は堅牢かつ高い化学的安定性を持ち、水の酸化電位、還元電位を超えるエネルギーバンドギャップを持つため、耐腐食性コーティングや水素生成の水電解の電極および光電極[1]として応用が期待されている。その中で、光電極応用に向けては p 型が有望である[2]。そこで、我々はこれまで SiC 中でアクセプタ不純物となる Al の導入に着目しており、ビニルシランとトリメチルアルミニウム(TMA)により AlSiC 薄膜を形成し、評価を行ってきた[3]。しかし、この組み合わせの AlSiC 薄膜の電気的特性は十分に知見が無い。AlSiC の電気的特性を明らかにすることは、水電解の電極や光電極応用に向けて非常に重要となる。そこで本研究では、Al 組成を変えた AlSiC 薄膜に対して抵抗率の温度依存性を調査した。

【実験方法】AlSiC 薄膜形成は、石英ガラス基板上にビニルシランと TMA によって Hot-wall 型化学気相成長法を用いた。ビニルシランと TMA の流量はそれぞれ 2 sccm、3.2 ~ 10 sccm である。希釈ガスとして Ar を 220 sccm 流した。ヒータ温度は 800℃、成長圧力は 1 Torr、成長時間は 1 時間とした。Al 組成比は X 線光電子分光法より求め、四探針法と四端子測定から抵抗率評価を行った。

【結果と考察】図 1(a)は室温測定から得られた抵抗率の Al 組成依存性である。Al 組成 2.1%以上では Al 組成の増大と共に抵抗率は減少した。図 1(b)は抵抗率の温度依存性を示す。抵抗率は測定温度増加で減少した。さらに、Al 組成が 2.1 と 17.8%では抵抗率の変化量の温度依存性が異なる。

これらの結果は高 Al 組成の AlSiC でも半導体的な電気的特性を維持していること、Al 組成の増加でキャリア濃度の増加とバンド構造に影響を与えてことが示唆される。【参考文献】[1] J. Jian, J. Sun, RRL Solar **4**, 2000111 (2020). [2] T. Yasuda, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **101**, 053902 (2012). [3] Y. Tsuchiizu, *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **63**, 03SP44 (2024).

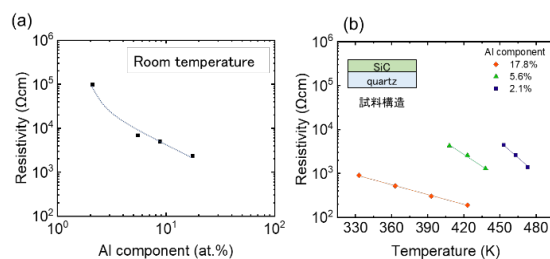


図 1 Dependence of (a) Al composition and (b) measurement temperature on the resistivity of AlSiC

フッ素または酸素イオン注入を行った 4H-SiC 中の基底面転位の UV 照射による積層欠陥拡張比較

Comparison of single Shockley-type stacking fault expansion in 4H-SiC under ultraviolet illumination after fluorine or oxygen ion implantation

(株) 東芝 総合研究所 °西尾 譲司, 太田 千春, 飯島 良介

Corporate Laboratory, Toshiba Corp., °Johji Nishio, Chiharu Ota, and Ryosuke Iijima

E-mail: johji.nishio@toshiba.co.jp

【はじめに】4H-SiC エピ層へのプロトン注入によって基底面転位(BPD)が単一ショックレー型積層欠陥(1SSF)に拡張するのを抑制できることが報告され、信頼性問題解決のための技術として注目されている[1-4]。拡張抑制機構として、イオン注入による格子欠陥の導入が提唱されている一方で、Si ダングリングボンドの終端による影響も定量的に未分離であると考えられる。

【実験方法】エピ層表面付近にハーフループアレイ(HLA)を伴い、エピ層をほぼ貫通した BPD を有する試料を用いた。フッ素および酸素イオン注入は濃度ピーク深さが約 $0.6\ \mu\text{m}$ となるように加速エネルギーを $460\ \text{keV}$ とした。ドーズ量と熱処理有無をパラメータとし、ドーズ量は共通して 1×10^{11} から $1 \times 10^{13}\ \text{cm}^{-2}$ とし、熱処理は 1700°C 10 分とした。それぞれのサンプルにて UV 照射を行って 1SSF が拡張する速度を PL イメージングにより調べた。

【結果】Fig. 1 に模式的に示す様に 1SSF の拡張が確認されたのはイオン注入深さよりも深いエピ層の部分であり、イオン注入部では部分転位からの PL 発光は観測されなかった。アズインプラでの 1SSF 拡張速度は Fig. 2 に示す様に注入イオン種の差がほとんどなかったが、熱処理後の拡張速度のドーズ量依存性は大きく異なっていた (Fig. 3, 4)。この結果より、少なくとも酸素イオン注入の場合には注入により発生した格子欠陥導入の 1SSF 拡張抑制効果とは逆方向の機構が働いている可能性が示唆される。

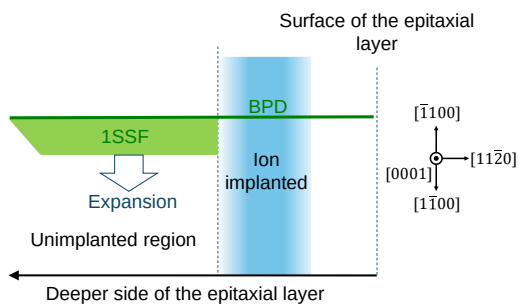


Fig. 1 Measurement of 1SSF expansion rate.

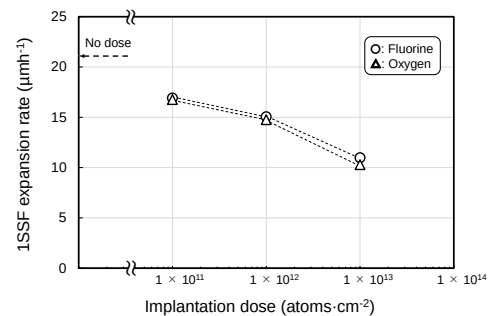


Fig. 2 Dependence of ion implantation dose on the 1SSF expansion rate.

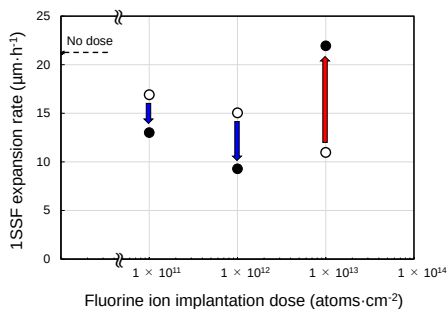


Fig. 3 Dependence of 1SSF expansion rate on fluorine ion implantation dose with (●) or without (○) annealing.

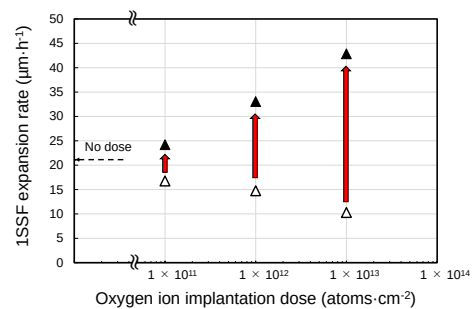


Fig. 4 Dependence of 1SSF expansion rate on oxygen ion implantation dose with (▲) or without (△) annealing.

[1] S. Harada, et al., Sci. Rep. **12**, 13542 (2022).

[3] S. Harada, et al., Appl. Phys. Express **16**, 021001 (2023).

[2] M. Kato, et al., Sci. Rep. **12**, 18790 (2022).

[4] J. Nishio, et al., Jpn. J. Appl. Phys. **63**, 101015 (2024).

表面形状の異なる 4H-SiC エピウエハ中積層欠陥複合体の起点解析 Origin Analysis of Stacking Fault Complex with Different Surface Morphology in 4H-SiC Epitaxial Wafer

(株)東レリサーチセンター¹, (国研)産総研² °林 将平¹, 先崎 純寿²

Toray Research Center Inc.¹, AIST² °S. Hayashi¹, J. Senzaki²

E-mail: shohei.hayashi.t2@trc.toray

概要

4H-SiC エピウエハには多種多様な結晶欠陥が存在している。基板中の貫通らせん転位(TSD)もしくは貫通混合転位(TMD)を起源として発生する拡張欠陥である積層欠陥複合体(Stacking fault complex; SFC)は、基底面積層欠陥(BSF)とプリズム面積層欠陥(PSF)により構成され、PSF が到達した試料表面には特徴的な凹凸が形成される[1,2]。本研究では、走査透過電子顕微鏡(STEM)を用いて表面形状の異なる SFC の起点構造を調査した。

実験および結果

解析には 4°オフ 4H-SiC 基板 Si 面上に 10 μm のエピ層を形成した市販エピ基板を用い、共焦点微分干渉(DIC)顕微鏡、フォトルミネッセンス(PL)により表面形状の異なる 3 か所の SFC の位置を特定した。各 SFC 表面側における断面 STEM 観察から、SFC-1 の BSF は(5 0)構造のイントリンシックフランク型、SFC-2 および SFC-3 は(3 0)構造のエクストリンシックフランク型であることを確認した。また、SFC-1 および SFC-2 の端部は部分転位(PD)と PSF であったが、SFC-3 は両端部が PD であり片側の PD 表面側には短い SF が深さ方向に多数並んだ欠陥群が形成された構造であった。以上の表面形状および構造が異なる 3 つの SFC の起点付近において STEM 観察を実施した。

Fig. 1 に各 SFC 起点付近の平面 STEM 像を示す。SFC-1 の起点付近には TSD や TMD は認められず、基板内に 4 本の PD が形成しており、内 3 本の PD (PD2 ~ 4) により PSF 側端部が形成されていることが分かった。一方、SFC-2 および-3 は、起点に TSD もしくは TMD が存在し、エピ/基板界面で 4 本の PD に転換していることが分かった。SFC-2 は PD1 ~ 3 により PSF 側端部、SFC-3 は PD2 ~ 4 により欠陥群側端部が形成されていた。また、SFC-1 および SFC-2 の表面側は PSF であるが、起点付近においては欠陥群に類似するコントラストが観察された。従って、PSF が形成した後のプロセスにおいて PSF が欠陥群に変化した、もしくはその逆であることが示唆される。

結論

SFC の表面形状は BSF の構造が同じであっても異なることが分かった。また、SFC の表面凹凸直下には PSF ではなく無数の欠陥が深さ方向に並んだ欠陥群が形成されている場合があり、この欠陥群と PSF は関連する欠陥であることが明らかになった。

謝辞

本研究は、共同研究体「つくばパワーエレクトロニクスコンステレーション (TPEC)」の事業として実施された。

[1] H. Tsuchida, *et. al.*, Phys. Status Solidi B 246, 1553 (2009).

[2] S. Hayashi, *et. al.*, J. Cryst. Growth **648**, 127880 (2024).

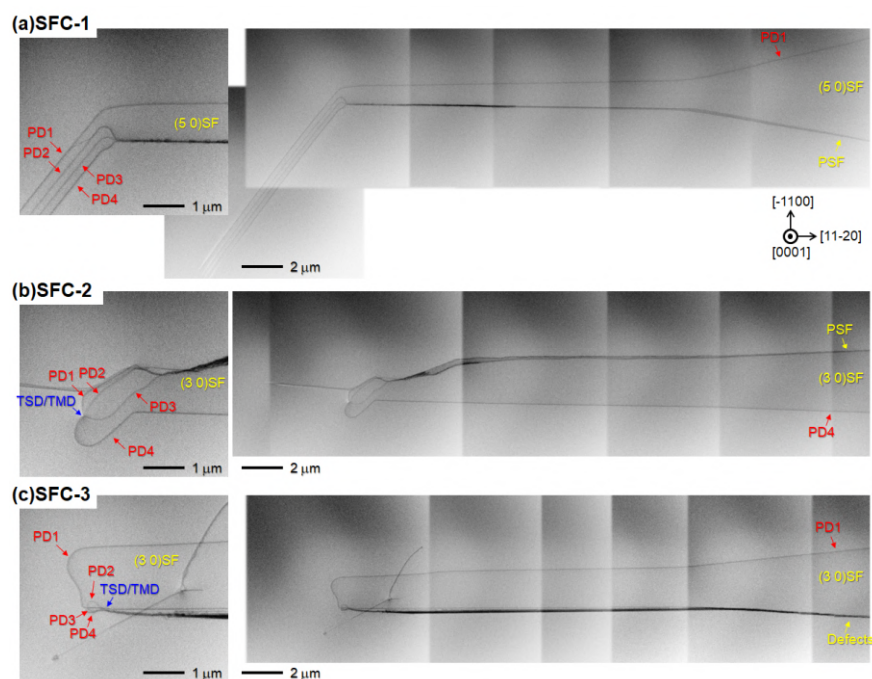


Fig. 1 STEM images of (a)SFC-1, (b)-2 and (c)-3.

4H-SiC オフ基板上に成長した 3C-SiC 厚膜エピタキシャル層の評価 Characterization of 3C-SiC thick epitaxial layers grown on off-axis 4H-SiC substrate

名古屋工業大学¹, 藤田隼¹, RHO Kongsikh¹, 加藤正史¹

Nagoya Institute of Technology¹, J. Fujita¹, K. Rho¹, M. Kato¹

E-mail: j.fujita.404@stn.nitech.ac.jp

立方晶炭化ケイ素 (3C-SiC) は、化学的安定性に優れるとともに、水の酸化還元電位を跨ぐ理想的なバンド構造および適切なバンドギャップを有することから、太陽光を利用した水素生成に向けた人工光合成技術用の半導体光触媒として有望な材料である [1]。理論的な太陽光 - 水素変換効率の達成には、結晶品質の向上によってキャリア寿命を延ばすことが重要であり、その手法の一つとしてダブルポジショニングバウンダリー (DPB) の低減が提案されている [2, 3]。我々の先行研究では、4H-SiC 基板にオフ角を導入することで DPB の形成が抑制され、単一ドメイン成長が促進される結果、3C-SiC の光電気化学特性が向上することを示した [4]。

本研究では、同一試料を用いて、オフ角導入による DPB 抑制のメカニズムについてさらに詳細に検討した。試料は、Al でドーピングされた p 型 3C-SiC エピタキシャル層 (厚さ 100 μm 、ドーピング濃度 $N_A < 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$) から切り出したものである。オフ基板試料は、(0001) Si 面に対して $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 方向に 0.2° のオフ角を有する高純度半絶縁型 4H-SiC 基板の上に 3C-SiC エピ層を成長させた。一方、オン基板試料は、(0001) 面に平行な 4H-SiC 基板の上に同様に成長させた。結晶品質の評価には、電子後方散乱回折 (EBSD) を用いた。図 1 には、試料断面における $(1\bar{1}00)$ 面を測定したオフ基板およびオン基板の逆極点図方位 (IPF) マップを示す。IPF マップにおいて、青色は 3C-SiC の $[111]$ 方位を示し、それ以外の色は $[111]$ とは異なる方位の 3C-SiC または 4H-SiC などの他の SiC ポリタイプを示す。オフ基板では $[111]$ 方位が優勢であり、他の方位や 4H-SiC の存在は表面近傍で減少する傾向が見られた。これに対し、オン基板では $[111]$ 方位の割合が低く、異なる方位の領域がエピ層全体に広がっている。これらの結果は、基板にオフ角を導入することで、 $[111]$ 以外の 3C-SiC の方位や他の SiC ポリタイプの混入が抑制され、 $[111]$ 方位に揃った高品質な 3C-SiC 結晶成長が促進されることを示唆している。

本研究は、ENEOS 水素信託基金、JSPS 日独大学院交流プログラム (課題番号: 2019/R1)、およびドイツ研究振興協会 (Deutsche Forschungsgemeinschaft, GRK2495/E) の支援を受けて実施された。

[1] T. Yasuda, M. Kato, M. Ichimura, T. Hatayama, Appl. Phys. Lett. 101, 053902 (2012).

[2] M. Kato, N. Ichikawa, Y. Nakano, Materials Letters, 254, 96-98 (2019).

[3] K. Seki, S. Harada, T. Ujihara, Mater. Sci. Forum. 311, 740-742 (2013).

[4] K. Rho, J. Fujita, and M. Kato, ECS J. Solid State Sci. Technol., 13, 125002 (2024).

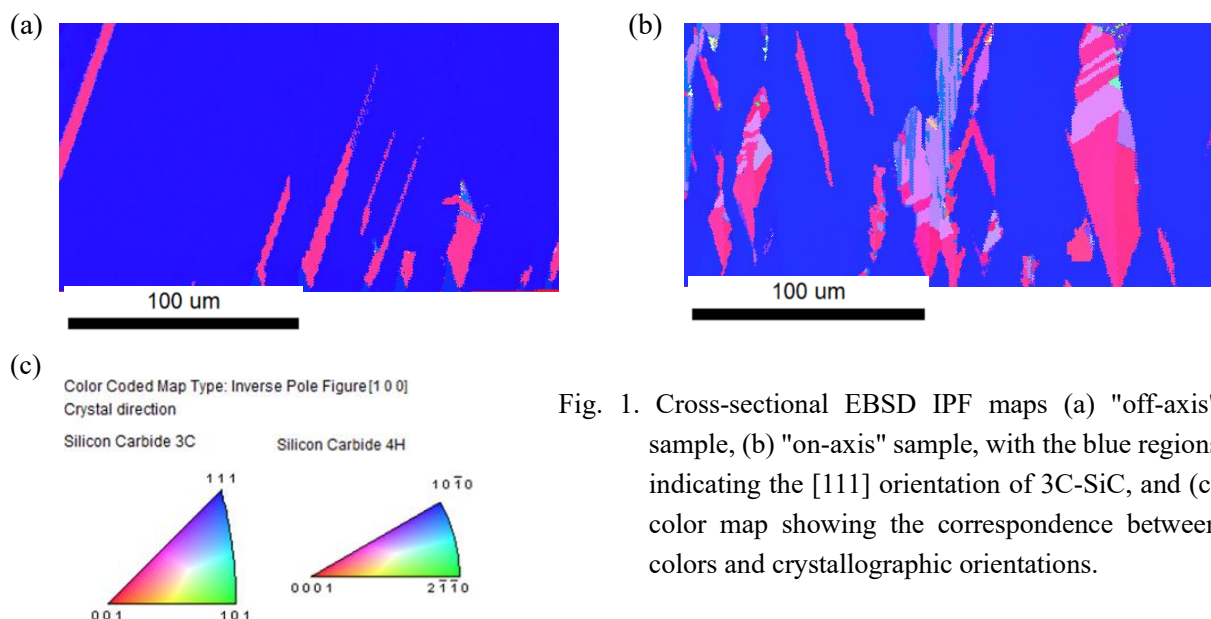


Fig. 1. Cross-sectional EBSD IPF maps (a) "off-axis" sample, (b) "on-axis" sample, with the blue regions indicating the $[111]$ orientation of 3C-SiC, and (c) color map showing the correspondence between colors and crystallographic orientations.

High-Resolution Synchrotron X-ray Topography of 4H-SiC Wafers Using a Wide-Field Detector at SPring-8 BL16B2

Waseda Univ.¹, JASRI², RIKEN³

[○](M1)Y. Huang¹, R. Zhou¹, K. Kajiwara², T. Kameshima^{2,3}, T. Osaka³, M. Yabashi³, T. Shimura^{1,3}

E-mail: huangyuhui@asagi.waseda.jp

Silicon carbide (SiC) is considered a promising semiconductor material for power devices due to its excellent physical properties, such as a wide band gap, a high breakdown electric field, and superior thermal conductivity. Although SiC-based devices have already been commercialized, further cost reduction is crucial to accelerate widespread adoption. This requires larger wafers and higher device yield, making accurate wafer-level evaluation of remaining crystal defects essential.

Synchrotron X-ray topography (XRT) is known as a highly accurate method for evaluating crystal defects in SiC. However, traditional nuclear emulsion plates commonly used as two-dimensional detectors make wafer-scale measurements difficult. Recently, X-ray imaging cameras have undergone rapid development, and detectors with sub-micron pixel sizes are now available. Nevertheless, their typical field of view remains limited to approximately 1 mm, rendering them unsuitable for assessing large-area samples such as semiconductor wafers.

To overcome this limitation, we have developed an X-ray topography system that offers both a wide field of view and high spatial resolution. This system has been installed at SPring-8 BL16B2[1]. In this paper, we report the application of this system to the evaluation of 4H-SiC wafers.

Figure 1 shows an example of XRT measurements on a 4H-SiC wafer. The measurements were conducted using 8.5 keV X-rays and the 1 1 -2 8 reflection. The two-dimensional detector used comprises 14192 × 10640 pixels, with an effective pixel size of 0.72 μm and a field of view of 10 × 8 mm. The stripe-like contrast running parallel to the g-vector (indicated by the arrow) arises from non-uniformity in the incident X-rays and is unrelated to the sample. The dark, dot-like contrasts correspond to Treading Screw Dislocations (TSDs), which are clearly visualized. In addition to TSDs, linearly arranged Treading Edge Dislocations (TEDs) are also observed. An enlarged view confirms that individual TEDs can be distinctly resolved. Despite the submicron resolution, clear contrast was obtained with an exposure time of only 10 seconds. At the presentation, we will also show measurement results from the entire wafer and from experiments conducted in transmission geometry.

This research was partially supported by the SACLA/SPring-8 Basic Development Program.

[1] T. Shimura *et al.*, The 86th JSAP Autumn Meeting 2025, submitted.

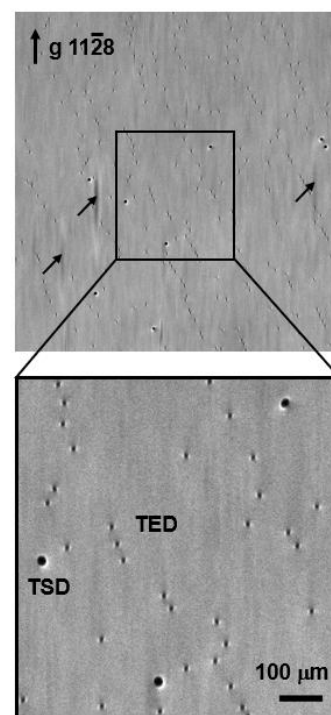


Fig. 1 Synchrotron XRT image of a 4H-SiC wafer measured at SPring-8 BL16B2.

透視変換を用いたマルチモーダル解析による SiC 基板の欠陥評価

Defect characterization in SiC wafers by multimodal analysis using perspective transformation

原田 俊太^{1,2*}、高橋 幸聖¹、辻森 皓太²、Juheyong Sun¹、川瀬 道夫¹、松原 康高¹、
瀬尾 圭介¹、小寺 竜貴¹、島本 憲太³、水谷 誠也⁴、水谷 優也⁴、水谷 誠二⁴、村山 健太⁴

¹名大、²SSR、³リガク、⁴Mipox

¹Nagoya Univ., ²SSR, ³Rigaku, ⁴Mipox

OShunta Harada^{1,2*}, Kosei Takahashi¹, Kota Tsujimori², Juheyong Sun¹, Michio Kawase¹,

Yasutaka Matsubara¹, Keisuke Seo¹, Tatsuki Kodera¹, Kenta Shimamoto³, Seiya Mizutani⁴,

Yuya Mizutani⁴, Seiji Mizutani⁴, Kenta Murayama⁴

E-mail: harada.shunta.i5@f.mail.nagoya-u.ac.jp

炭化ケイ素 (SiC) は、広いバンドギャップ、高い絶縁破壊電界、高い熱伝導率などの優れた物理特性を有し、次世代のパワー半導体材料として大きく注目されている。一方で、SiC 結晶中には転位をはじめとする結晶欠陥が必ず存在しており、これらがデバイスの動作特性や長期信頼性を低下させ、製品の歩留まりや生産コストにも大きく影響する。そのため、欠陥を事前に非破壊で評価し、欠陥の位置や種類を精密に特定することが求められている。

SiC 結晶の欠陥評価手法としては、放射光や実験室系の X 線トポグラフィ (XRT) が広く用いられてきた。我々は最近の研究で偏光顕微鏡法 (PLM) による SiC ウエハの観察を進めており、この手法が転位周囲の局所的なせん断応力場を鮮明に捉えられることを明らかにした^[1-3]。特に PLM は、XRT では評価が困難であった貫通転位のバーガースベクトルの刃状成分の識別に優れているため、両手法を組み合わせれば、貫通転位の包括的かつ高精度な評価が可能になる^[4,5]。しかし、このようなマルチモーダル解析を実際に行うためには、異なる手法で取得した画像間の精密な位置合わせが不可欠となる。

そこで我々は、透視変換を用いて異なる観察画像間の画像の位置合わせを行う画像処理ソフトウェアを新たに開発した。透視変換は、異なる画像間に生じる幾何学的歪みを 4 つの基準点を用いて精密に補正する手法であり、特に試料や検出器の配置誤差などに起因する XRT 画像の歪み補正に有効である。このソフトウェアを用いることで、XRT 画像と PLM 画像をはじめとする複数の観察画像の高精度な位置合わせが可能となり、SiC 基板全域にわたり同一視野を異なる手法で多面的に評価するマルチモーダル観察が実現した。

さらに、このマルチモーダル解析で得られたデータをもとに、転位のバーガースベクトルおよび転位線ベクトルを自動的に識別するアルゴリズムを構築した。このアルゴリズムでは、多数のシミュレーション画像とのテンプレートマッチングを通じて、実際に取得した PLM 画像から転位の特徴を迅速かつ高精度に特定することが可能である。本手法は従来の人手による解析に比べ、評価の客観性および再現性を大幅に向上させる。また、SiC ウエハ全面における転位欠陥の自動評価が可能になるため、製造現場での品質評価の効率化が進み、パワーデバイスの信頼性向上に貢献すると期待される。

【参考文献】

- [1] S. Harada et al., J. Appl. Cryst. 55 (2022) 1029–1032.
- [2] S. Harada et al., Diamond Relat. Mater. 138 (2023) 110192.
- [3] S. Harada et al., J. Cryst. Growth 650 (2025) 127982.
- [4] S. Harada et al., AIP Advances 15 (2025) 025208.
- [5] K. Takahashi et al., Acta Mater. 290 (2025) 120923.

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.7 Crystal characterization, impurities and crystal defects

[9a-N302-1~11] 15.7 Crystal characterization, impurities and crystal defects

[9a-N302-1]

Effect of crystal diameter fluctuation on dislocation behavior in <110>-oriented CZ-Si crystals

○Hisashi Matsumura^{1,2}, Hiroyuki Saito¹, Toshinori Taishi² (1.GlobalWafers Japan Co., Ltd., 2.Shinshu Univ.)

[9a-N302-2]

Misorientation angle dependence on Silicon (110) surface morphology during high-temperature annealing

○Takeshi Senda¹, Ken Hayakawa¹, Haruo Sudo¹, Hisashi Matsumura¹ (1.GlobalWafers Japan Co., Ltd.)

[9a-N302-3]

Oxide Film Density on Si (100) and (110) Wafers during Oxidation by RTP

○KEN HAYAKAWA¹, Haruo Sudo¹, Takeshi Senda¹, Hisashi Matsumura¹ (1.GlobalWafers Japan Co., Ltd.)

[9a-N302-4]

Annihilation Behavior of Void Defects in Si (100) and (110) Wafers during Oxidation by RTP

○Haruo Sudo¹, Ken Hayakawa¹, Takeshi Senda¹, Hisashi Matsumura¹ (1.GWJ)

[9a-N302-5]

Genetic Algorithm Assited Searching for Stable Atomic Sturctures of Vacancy - Oxygen Complexes in RTP Wafers

○Hiroya Iwashiro^{1,2}, Hibiki Bekku¹, Haruo Sudo², Ken Hayakawa², Eiji Kamiyama², Koji Sueoka³ (1.Graduate School of Computer Science and Systems Engineering, Okayama Prefectural Univ., 2.Global Wafers Japan Co., Ltd., 3.Okayama Prefectural Univ.)

[9a-N302-6]

First-principles analysis of stability of dopant atoms inside Si {311} defect

○Eiji Kamiyama^{1,2}, Yuta Nagai¹, Koji Izunome^{1,2}, Koji Sueoka² (1.GlobalWafers Japan Co., Ltd., 2.Okayama Pref. Univ.)

[9a-N302-7]

Diffusion behavior of fluorine on the CH₂F⁺ implanted Si epitaxial wafer

○Ryo Hirose¹, Takeshi Kadono¹, Koji Kobayashi¹, Sho Nagatomo¹, Kazunari Kurita¹ (1.SUMCO CORPORATION)

[9a-N302-8]

Resistivity Control via Sb Evaporation During Growth of CZ-Si Crystals for Power Devices

○Masataka Hourai^{2,3}, Yasuhito Narushima¹, Toshiyuki Fujiwara², Wataru Sugimura², Manabu Shimoyama², Toshiaki Ono², Kouichi Kakimoto³, Shinichi Nishizawa³ (1.SUMCO TECHXIV, 2.SUMCO, 3.Kyushu Univ.RIAM)

[9a-N302-9]

Resistivity control using evaporation effect of dopant in CZ-Si crystal growth

○Takumi Yatai¹, Saito Wataru², Nishizawa Shin-ichi² (1.Kyushu Univ, 2.Kyushu Univ RIAM)

[9a-N302-10]

Analysis of thermal conductivity of $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ by molecular dynamics calculation

○Koichi Kakimoto¹ (1.IMR, Tohoku Univ.)

[9a-N302-11]

Effect of transparency of a crystal and a melt of Ga_2O_3 on temperature distribution during OCCC growth

○Koichi Kakimoto¹, Taketoshi Tomida², Vladimir Kochurikhin², Masanori Kitahara², Kei Kamada^{1,2}, Satoshi Nakano³, Yao Yongzhao⁴, Kazuaki Akaiwa⁵, Akira Yoshikawa^{1,2} (1.IMR, Tohoku Univ., 2.C & A co., 3.RIAM, Kyushu Univ., 4.Mie Univ., 5.Tottori Univ.)

<110>方位 CZ-Si 単結晶の転位挙動に対する結晶径変動の影響

Effect of crystal diameter fluctuation on dislocation behavior in <110>-oriented CZ-Si crystals

グローバルウェーハズ・ジャパン株式会社¹, 信大工²

○松村 尚^{1,2}, 斉藤 広幸¹, 太子 敏則²

GlobalWafers Japan Co., Ltd.¹, Shinshu Univ.²

Hisashi Matsumura^{1,2}, Hiroyuki Saito¹, Toshinori Taishi²

E-mail : Hisashi_Matsumura@sas-globalwafers.co.jp

【背景】 Nanosheet 構造の先端 Logic デバイスでは、正孔の移動度の観点から面方位(110)のシリコンウェーハが注目されている[1]。過去の報告において、<110>方位結晶の育成では、結晶育成方向と平行に伝播する{111}すべり面転位がネック部終端まで残留しやすいことを報告した[2]。これに対して Dyer はネック部に括れを形成することで無転位化の確率が上昇することを報告している[3]。しかし、ネック中の転位の伝播については、エッチングによる部分的な評価であり、転位の種類については、詳細な解析がなされていない。本報告では、<110>結晶のネック部で結晶径を変化させた時の転位の挙動を観察することを目的とした。

【実験方法】 直径 300mm 用の Si 結晶育成装置において、<110>方位種結晶を用いて、直径 5~7mm、長さ 500mm のネック部を育成した。結晶径の変化は引上速度を変化させることで行った。育成した結晶は、育成軸方向に{110}面に沿って板状に切断し、砥粒によるラッピング、フッ硝酸でエッチングし、約 0.7mm 厚さのサンプルを作製した。得られた試料を透過法 X 線トポグラフ(Rigaku XRT-micron)により、(004)、(220)、(111)、(11-1)回折で評価し、転位の挙動を観察した。

【結果と考察】 Fig.1 は育成した結晶のネック部の(004)回折による X 線トポグラフ像である。ネック部前半は結晶外周部に高密度の転位が観察されたが、徐々に密度が減少していき、育成軸方向に伝播する転位のみとなった。結晶径を拡大させた矢印の位置において、育成軸方向に伸びる転位が結晶外周側に湾曲して移動する様子が観察された。また、この転位について回折面を変更した X 線トポグラフ観察を行ったところ、(004)(111)(11-1)では転位のコントラストが観察され、(220)では転位のコントラストが観察されなかった。この結果からバーガースベクトルを決定すると、 $b=a/2[1-10]$ となり、{111}すべり面に乗らないローマーの不動転位と考えられた。一旦この転位が形成されると 35° 転位が現れないことから、成長面に 35° のすべり面転位同士が反応して、90° の不動転位に変換されたと推察される。

*この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター(LSTC))の委託事業の結果得られたものです。

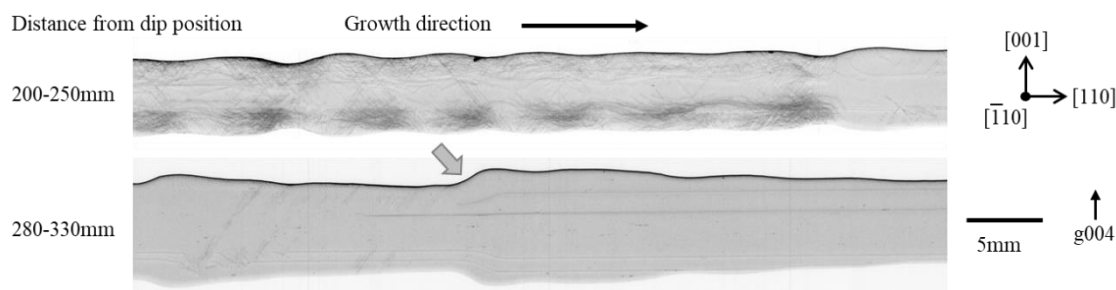


Fig. 1. X-ray topographic images of neck portions for <110> Si crystal growth

[1] S. Mochizuki et al., IEDM 2023

[2] 松村ら 2024 年春応物 24p-12F-3

[3] L. D. Dyer, Journal of Crystal Growth 47 (1979) 533-540.

Si (110) ウェーハ高温熱処理後表面形状の傾斜角度依存性

Misorientation angle dependence on Silicon (110) surface morphology during high-temperature annealing

グローバルウェーハズ・ジャパン株式会社 °仙田剛士、早川兼、須藤治生、松村尚
GlobalWafers Japan Co., Ltd.

°Takeshi Senda, Ken Hayakawa, Haruo Sudo, Hisashi Matsumura

E-mail: senda@sas-globalwafers.co.jp

【緒言】 シリコン半導体集積回路における Complementary Metal-Oxide-Semiconductor (CMOS) 構造は、その微細化によって高速化および高集積化が実現された。また、プレナー型から Gate All Around (GAA) や C-FET といった 3 次元化での高性能化も進められた。一方、これに使用される半導体用シリコン (Si) 基板において、主に使用される結晶面方位(100)に対し、(110)をチャンネルに使用することで、正孔移動度向上に好適と報告されている。[1] 他方で、(110)表面はその処理方法や傾斜角度に応じて特異な表面形状を示すことも報告されている。[2] デバイス素子形成時に必要となる熱処理による影響を確認するため、結晶面方位(110)の高温熱処理後表面形状の、(110)からの傾斜角度依存性を調査した。

【実験】 Czochralski (CZ) 法により、成長方位(110)の直径 300 mm Si 単結晶を育成した。本結晶スライス切断における傾斜方位を<100>とし、(110)に対する傾斜角度を 0.2° および 8.0° とした。切断後に破砕層除去および鏡面研磨加工をおこない Si 基板を作成した。これら Si 基板を縦型熱処理炉において、常圧 Ar 雰囲気中で 1200°C の熱処理を施した。熱処理後の基板中心付近表面形状を、Atomic Force Microscope (AFM)で評価した。

【結果】 傾斜角度 0.2° および 8.0° 双方の表面形状を Fig. 1 に示す。傾斜方位である<100>に垂直な<110>に沿った周期的構造が確認された。その表面は特徴的なトライアングル形状であった。[2] 幅はそれぞれ約 50nm および 200nm、高さはそれぞれ約 1nm および 4nm であり、表面粗さ(rms)は鏡面研磨後の約 0.1nm から増加した。結晶面方位(110)の<100>傾斜においても、熱処理による表面再構成トライアングルが形成され、その形態は傾斜角度に依存した。(110)基板表面に対し高精度な制御が必要と考えられる。

【参考文献】

- [1] S. Mochizuki, et al., IEDM 2023
- [2] M. Yamashita, et al., Appl. Surf. Sci. 267, 136–140 (2013).

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター(LSTC)) の委託事業の結果得られたものです。

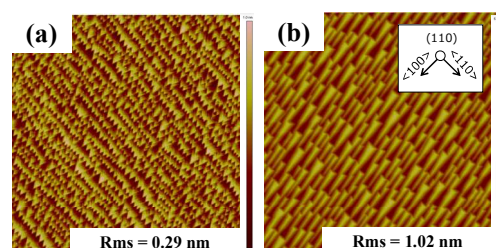


Fig. 1. Surface morphology of a $3 \times 3 \text{ } \mu\text{m}^2$ area measured by AFM. The misorientation angle from exact (110) are (a) 0.2° and (b) 8.0° .

Si(100)および(110)ウェーハの急速熱酸化で形成される表面酸化膜の密度

Oxide Film Density on Si (100) and (110) Wafers during Oxidation by RTP

グローバルウェーハズ・ジャパン株式会社 技術部 基盤技術グループ¹、
[○]早川 兼¹, 須藤 治生¹, 仙田 剛士¹, 松村 尚¹

GlobalWafers Japan Co., Ltd.¹,

[○]Ken Hayakawa¹, Haruo Sudo¹, Takeshi Senda¹, and Hisashi Matsumura¹

E-mail: Ken_Hayakawa@sas-globalwafers.co.jp

【背景】

従来の縦型 MOSFET では Si(100)面が用いられているが、FinFET や GAA といった三次元構造を有する半導体デバイスにおいては、正孔移動度の速さと電子の移動度とのバランスの観点から、Si(110)面が注目されている[1]。一方、Si ウェーハに対して酸化性雰囲気下で 1300℃ 以上の Rapid Thermal Process (RTP) を施すことで、ウェーハ内部の結晶欠陥を効果的に消去しつつ、バルク部で酸素析出を促進させ、ゲッタリング能力を付与できることが報告されている[2]。このとき、RTP による結晶欠陥の消失には Si 表面の酸化挙動が密接に関係している。RTP によって形成される酸化膜特性については Si(100)面の報告事例は存在するが[3]、1300℃以上の Si(100)面および Si(110)面の酸化膜特性を比較した事例は報告されていない。そこで、Si(100)面と Si(110)面のウェーハに RTP による急速熱酸化を実施し、それぞれの酸化膜特性を調査したので報告する。

【実験】

サンプルは直径 300 mm、P 型 (ボロンドープ)のポリリッシュドウェーハを用いた。Si(100)ウェーハの酸素濃度(old ASTM 換算値)は、 $9.3\times10^{17}/\text{cm}^3$ 、窒素濃度は $3.5\times10^{14}/\text{cm}^3$ であり、Si(110)ウェーハの酸素濃度は、 $9.1\times10^{17}/\text{cm}^3$ 、窒素濃度は $3.1\times10^{14}/\text{cm}^3$ である。RTP 条件は酸素雰囲気下で、最高到達温度を 1300℃および 1350℃で熱処理を行い、Si ウェーハ表面に酸化膜を形成させた。RTP 後、X-Ray Reflectivity (XRR) で酸化膜厚と酸化膜密度を評価した。

【結果】

図 1 に結晶面方位および RTP 条件による酸化膜密度の比較結果を示す。RTP 温度が 1300℃ および 1350℃ の両条件において、Si ウェーハ表面の酸化膜密度は Si(110)面 > Si(100)面という結果となった。また、酸化膜厚も Si(110)面 > Si(100)面であり、結晶面方位によって形成される酸化膜特性に違いがあることがわかった。当日は、ラマンによる SiO₂/Si 界面の残留応力の分析結果を加え、Si(100)面と Si(110)面の酸化膜特性の差異について報告する。

参考文献

[1] S. Mochizuki, et al., IEDM 2023
[2] K. Araki, et al., ECS J. Solid State Sci. Technol. 2 (3), 66 (2013).
[3] K. Odaka et al., Jpn. J. Appl. Phys. 51,091301 (2012)

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター(LSTC))の委託事業の結果得られたものです。

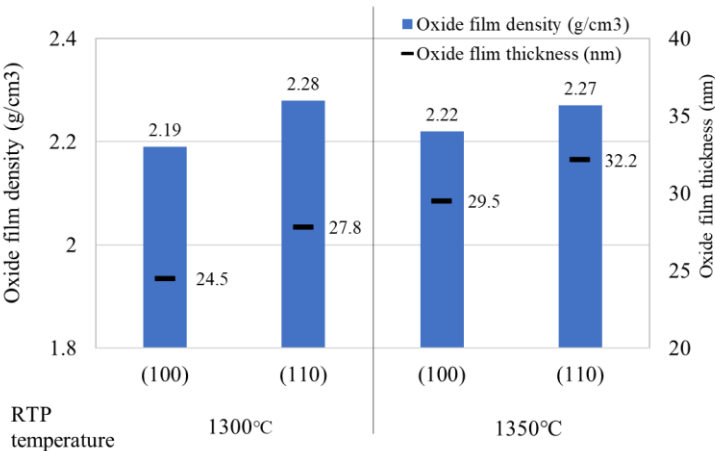


Fig.1 Comparison of oxide film density and thickness on Si(100) and Si(110)

Si (100) および (110) ウェーハの急速熱酸化におけるボイド欠陥消滅挙動

Annihilation Behavior of Void Defects in Si (100) and (110) Wafers during Oxidation by RTP

グローバルウェーハズ・ジャパン株式会社¹

○須藤 治生¹, 早川 兼¹, 仙田 剛士¹, 松村 尚¹

GlobalWafers Japan Co., Ltd.¹

○Haruo Sudo¹, Ken Hayakawa¹, Takeshi Senda, and Hisashi Matsumura

E-mail: Haruo_Sudo@sas-globalwafers.co.jp

【緒言】

半導体用の Si 基板には、一般的に結晶面方位 (100) の Si ウェーハが広く用いられている。しかし近年、先端ロジック半導体の開発において、キャリア移動度の向上という観点から (110) 面の Si ウェーハが注目されている [1]。我々は、これまでに Czochralski (CZ) 法で製造した Si ウェーハの高品質化を目的とし、1300℃以上の酸化性雰囲気下で行う急速熱処理 (Rapid Thermal Process : RTP) 技術確立してきた [2]。本技術の特長は、ウェーハ表面を酸化することで SiO₂/Si 界面にて格子間 Si 原子が誘発され、これによりボイド欠陥の消滅が促進できる点、さらにバルク部において残留空孔に起因した酸素析出物の形成が可能である点にある。しかしながら、これらの点欠陥挙動に関する知見は、主に (100) 面の Si ウェーハに基づいており、異種面方位の Si ウェーハに対しては不明な点が多い。そこで本研究では、(110) 面の Si ウェーハに対して、酸化性雰囲気下で RTP を施した際のボイド欠陥消滅挙動について検討したので以下に報告する。

【実験】

直径 300 mm、P 型 (ボロンドープ)、結晶面方位 (100) および (110) の Si ウェーハを用いた (以下、Si (100)、および Si (110) と表記する)。ウェーハ中の酸素濃度 (old ASTM 換算値) は、Si (100) : 9.3×10¹⁷/cm³、Si (110) : 9.1×10¹⁷/cm³、窒素濃度は、Si (100) : 3.5×10¹⁴/cm³、Si (110) : 3.1×10¹⁴/cm³ である。RTP 条件は、1350℃、10 s とし、O₂ 分圧 (Ar 希釈) を 1%、25%、および 100% と変化させた。RTP 後、表面研磨を行い、KLA-Tencor 社製の Surfscan で表面の結晶欠陥密度を評価した。

【結果】

図 1 に、Si (100) および Si (110) ウェーハ表面における結晶欠陥密度の比較を示す。RTP を施さない場合、欠陥密度は 100 /cm² を超えており、その主な実体はボイド欠陥である。Si (100) では、O₂ 分圧が高くなるほど欠陥密度が低減する傾向が確認された。これはウェーハ表面酸化膜の成長速度が大きいほど SiO₂/Si 界面にて発生する格子間 Si の量が増大し、ボイド消滅が促進するためである。一方、Si (110) では、O₂ 分圧に依存した欠陥密度の変化が認められなかった。すなわち酸化膜の成長速度を変化させても格子間 Si 原子の発生量に変化がないと推測される。しかしながら、1% O₂ 条件下における欠陥密度を比較すると、Si (100) > Si (110) の関係があり、むしろ Si (110) の方がボイドの消滅が進行したことが示された。考えられる理由については当日説明する。

参考文献

[1] S. Mochizuki et al., IEDM 2023.
[2] K. Araki, et al., ECS J. Solid State Sci. Technol. 2 (3), 66 (2013).

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の「ポスト 5G 情報通信システム基盤強化研究開発事業」(JPNP20017, 委託先: 技術研究組合 最先端半導体技術センター(LSTC))の委託事業の結果得られたものです。

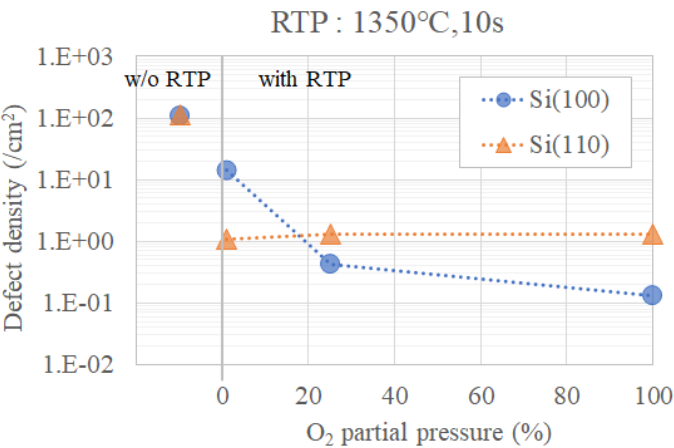


Fig. 1 Impact of O₂ partial pressure during RTP on defect density.

遺伝的アルゴリズムを用いた RTP ウェーハ内の 空孔-酸素複合体の安定原子構造探索

Genetic Algorithm Assisted Searching for Stable Atomic Structures of Vacancy – Oxygen Complexes in RTP Wafers

岡山県大院情報系工¹, グローバルウェーハズ・ジャパン (株)², 岡山県大情報工³

○岩城 浩也^{1,2}, 別宮 馨¹, 須藤 治生², 早川 兼², 神山 栄治², 末岡 浩治³

Graduate School of Computer Science and Systems Engineering, Okayama Prefectural Univ.¹,
Global Wafers Japan Co., Ltd.², Okayama Prefectural Univ.³

○Hiroya Iwashiro^{1,2}, Hibiki Bekku¹, Haruo Sudo², Ken Hayakawa²,
Eiji Kamiyama², and Koji Sueoka³

E-mail : Hiroya_Iwashiro@sas-globalwafers.co.jp

シリコン (Si) ウェーハへ侵入した金属不純物のゲッターリングサイトとして機能する Bulk Micro Defect (BMD) の形成手法の 1 つに Rapid Thermal Process (RTP) がある。RTP で導入した高濃度の原子空孔 (V) は酸素 (O) と空孔-酸素複合体 (VO_x) を形成し、BMD 析出に寄与すると考えられる [1]。この RTP ウェーハ内の VO_x 形態は、Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) 分析で少なくとも VO_4 が検出されている [2]。そこで我々は、第一原理計算で VO_4 の安定構造解明に取り組み、最安定構造を提案した [3]。その後、Si ウェーハの ESR 分析を行い、RTP 後のダングリングボンド密度が RTP 前と比較して 2 倍に増加することを示した [4]。この分析結果について、増加したダングリングボンドは、RTP ウェーハ内で形成された VO_4 を検出したと考察している。しかし、これまでに提案した最安定 VO_4 は、O 原子が V のダングリングボンドを全て終端しており、RTP によってダングリングボンドが増加する分析結果と矛盾する。これより、RTP ウェーハ内の VO_4 は、提案した最安定構造ではなく、ダングリングボンドを有する未解明の VO_4 構造の可能性がある。そこで、第一原理計算と遺伝的アルゴリズムを併用して、 VO_4 の安定構造探索を行った。計算モデルは 1 個の V を有する Si 原子 64 個モデルを取り扱い、モデルの Si-Si の結合間位置、V の近接位置に O を配置した。

本研究では、20 個の VO_4 のエネルギー評価を 1 世代として、115 世代の計算を行った。図 1 に最安定 VO_4 を基準とした各世代の VO_4 のエネルギーを示す。これより、約 20 世代で最安定 VO_4 のエネルギーを見出しており、その後の世代で最安定 VO_4 から約 8.0 eV 以内のエネルギー差を有する VO_4 の探索が行われたことがわかる。この探索が行われた VO_4 について、最安定 VO_4 のエネルギーに近い準安定 VO_4 の構造を確認すると、最安定 VO_4 と約 0.66 eV のエネルギー差で、ダングリングボンドを有する準安定 VO_4 を発見した。図 2 に見出した準安定 VO_4 を示すが、最安定 VO_4 と異なる点は O 原子 1 個の位置のみである。このため、最安定 VO_4 を形成する過程で図 2 の準安定 VO_4 が形成される可能性は十分に考えられる。詳細な計算結果は当日報告する。

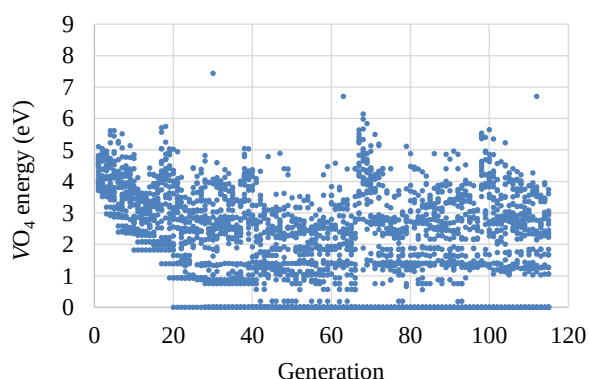


Fig. 1 VO_4 energy for each generation.

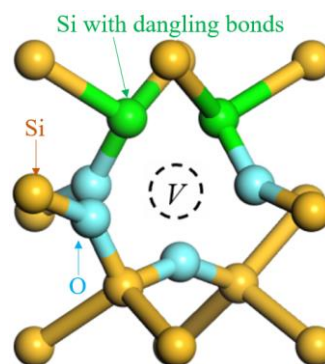


Fig. 2 Metastable VO_4 structure with dangling bonds.

- [1] R. Falster, V. V. Voronkov, F. Quast, Phys. Status solidi (B), Volume 222, Issue 1, pp. 219-244 (2000).
- [2] V. Akhmetov, G. Kissinger, and W. von Ammon, Physica B, 404 (2009) p.4572.
- [3] 岩城 浩也 他, 第 70 回応用物理学会春季学術講演会, 15a-D511-6 (2023).
- [4] 須藤 治生 他, 第 85 回応用物理学会秋季学術講演会, 17p-B2-4 (2024).

シリコン{311}欠陥内におけるドーパント原子安定性の第一原理解析

First-principles analysis of stability of dopant atoms inside Si {311} defect

¹グローバルウェーハズ・ジャパン(株), ²岡山県立大情報工 [○]神山栄治 ^{1,2}, 永井勇太 ¹,
泉妻宏治 ^{1,2}, 末岡浩治 ²

¹ GlobalWafers Japan Co., Ltd., ² Okayama Pref. Univ., [○]E. Kamiyama^{1,2}, Y. Nagai¹, K. Izunome^{1,2},
K. Sueoka²

E-mail: ejkamiyama@aol.com

昨今のシリコンデバイス製造において、ドーパントのイオン注入が多用されている。このイオン注入時には、イオンと基板の Si 原子との衝突により、多量の格子間 Si が形成される。この格子間 Si は、その後の結晶性回復熱処理時に、様々な形態のコンパクトクラスタを経て、{311}欠陥として知られる格子間 Si の凝集体となる。さらに適切な熱処理を施すことにより、多くの格子間 Si をウェーハ表面など格子間 Si の Sink へ吐き出す[1]ことで、デバイス領域における転位・欠陥の残留を防いでいる。このプロセスの実現において、プロセスシミュレータが重要な役割を果たしている。現在集積化の進んだプロセスでは、ドーパント領域の高濃度化が進行しており、高ドーズのドーパント・イオン注入が多用されている。すなわち、{311}欠陥の近傍に多くのドーパント原子が存在しているはずであるが、{311}欠陥形成におけるドーパント原子の挙動について、詳細は明らかになっていない。そこで本報告では、B/P がシリコン{311}欠陥に取り込まれるかどうかについて、第一原理計算を用いて検討した結果を報告する。

図 1 に本解析で用いた{311}欠陥のモデルを示す。{311}欠陥は基本構成要素 E (緑の原子), I (赤の原子), O (青の原子) の配列により、様々な形態・サイズのものが存在するが、本モデル (Si 原子 292 個から構成) は、第一原理計算の実行が容易となるよう、最低限の要素で構成された EIOIE 型である。図中の数字は、解析でドーパント原子と置換する Si 原子位置を示す。

図 2 に、P/B について解析を行った結果を示す。縦軸はドーパント原子 1 原子あたりのエネルギーで、図 1 の Ref.で示すように{311}欠陥から離れた位置にあるドーパント原子をエネルギーの基準としている。{311}欠陥内に P が単独で存在するすべての場合で、負のエネルギーとなっており、{311}欠陥の外部よりも安定化することが示された。一方、B 原子は P と若干の違いがみられ

る。さらに、{311}欠陥内に P/B 原子共に各 2 個となったところでエネルギーが大幅に低下した後、3 個 4 個・・・と増加していくと、P/B 原子 1 原子あたりのエネルギーが P/B 個数の増加とともに安定化していくことが判明した。すなわち、{311}の形成時に、周囲に存在する P/B 原子は優先的に取り込まれていくと考えられる。

参考文献

[1] I. Martin-Bragado, et. al. *Solid-State Electronics* **52** (2008) 1430.

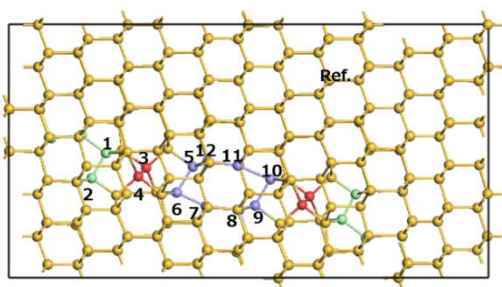


図 1 解析に用いた{311}欠陥モデル (EIOIE 型)

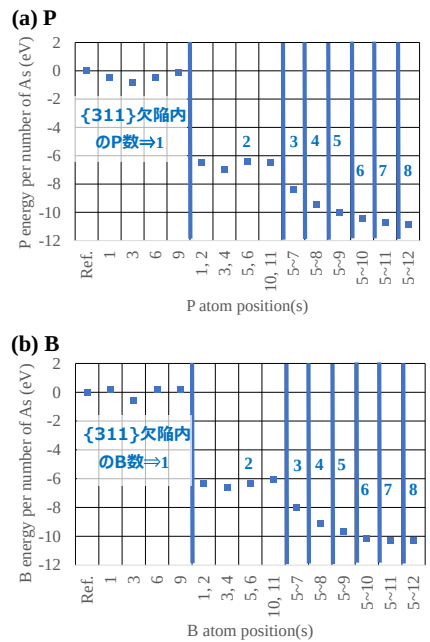


図 2 {311}欠陥内におけるドーパント安定性に関わる第一原理計算結果; (a) P, (b) B

CH₂F⁺注入シリコンエピタキシャルウェーハのフッ素拡散挙動

Diffusion behavior of fluorine on the CH₂F⁺ implanted Si epitaxial wafer

株式会社 SUMCO ○廣瀬 諒, 門野 武, 小林 弘治, 永友 翔, 栗田 一成

SUMCO CORPORATION

○Ryo Hirose, Takeshi Kadono, Koji Kobayashi, Sho Nagatomo, Kazunari Kurita

E-mail: rhirose@sumcosi.com

【背景】

CMOS イメージセンサの高感度化に寄与できる新たな分子イオン注入シリコンエピタキシャルウェーハ(エピウエーハ)の実現を目指し、フッ素系多元素・分子イオン注入シリコンエピウエーハの開発を進めている。これまでの分子イオン注入エピウエーハにおいては、分子イオン注入領域に捕獲した水素をデバイスプロセス中に再放出することで、界面準位欠陥をパッシベーションし、CMOS イメージセンサの高感度化に寄与できることを示した¹⁾。フッ素系多元素・分子イオン注入シリコンエピウエーハにおいても、水素と同様に追加注入したフッ素を注入領域に捕獲しその後、再放出させることでパッシベーション効果の更なる向上の実現を検討している。前回の春季応用物理学会において、エピタキシャル成長後の分子イオン注入領域にフッ素を捕獲できることを報告した²⁾。今回は分子イオン注入領域に捕獲したフッ素の拡散挙動を報告する。

【実験方法】

300 mm シリコンウェーハに対して、CH₂F 分子イオンを加速エネルギーが 80 keV、およびドーズ量を 5.0×10^{14} ions/cm²、Tilt を 0° で注入した。その後、注入面に対して 5 μm のエピタキシャル成長を実施することで CH₂F 分子イオン注入シリコンエピウエーハとした。このウェーハから切り出したチップに対して横型熱処理炉を用いて等温熱処理を窒素雰囲気にて行った。熱処理温度は 700 °C から 1100 °C とし、時間は 240 min とした。

【実験結果・考察】

図に SIMS 分析により測定された分子イオン注入領域のフッ素濃度分布を積分することで算出した、各熱処理後の分子イオン注入領域のフッ素捕獲量を示す。700°C~900°Cの温度範囲において、エピタキシャル成長後と比較してフッ素捕獲量が増大していることを確認した。これは、1100°C程度の高温熱処理であるエピタキシャル成長時に注入領域から拡散し、シリコン結晶バルクに残存していたフッ素が分子イオン注入領域に再捕獲されたことを示している。一方で、900°Cにおいては 800°C熱処理後と比較してフッ素捕獲量が減少していることから、分子イオン注入領域からのフッ素の外方拡散も起きていると推察される。更に 1000°C以上ではエピタキシャル成長後と比較してフッ素捕獲量が顕著に減少していることから、外方拡散が支配的であると推察される。以上の結果から、フッ素の分子イオン注入領域における捕獲・再放出挙動は熱処理温度に依存しており、800°C以下の熱処理においては捕獲挙動が優勢である一方で、熱処理温度が高温になるにつれて徐々に放出挙動が優勢となることを示していると推察される。

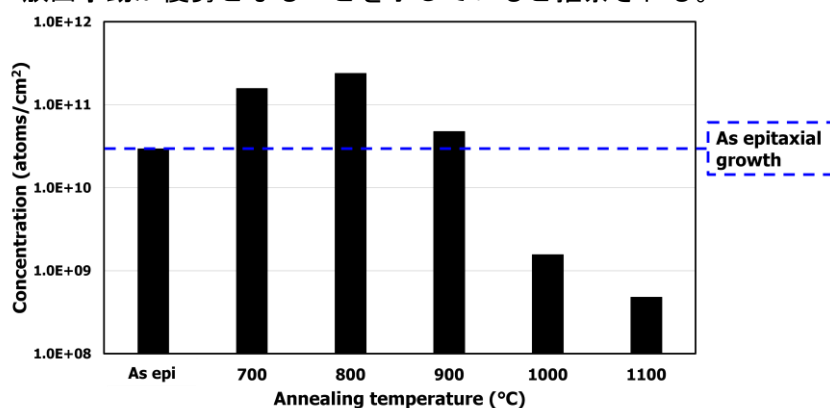


Figure. Fluorine concentrations in CH₂F⁺ implanted region after annealing for 240 min.

1) K. Kurita *et al.*, *Sensors*, **19**, 2073 (2019). 2) R. Hirose *et al.*, 第 72 回応用物理春季学術講演会, 14a-K306-2 (2025).

パワーデバイス用 CZ-Si 結晶の Sb 蒸発による抵抗制御技術の開発

Resistivity Control via Sb Evaporation During Growth of CZ-Si Crystals for Power Devices

SUMCO TECHXIV¹, SUMCO², 九大応力研³ 鳴嶋 康人¹, 藤原 俊幸², [○]宝来 正隆^{2,3},
杉村 渉², 下山 学², 小野 敏昭², 柿本 浩一³, 西澤 伸一³
SUMCO TECHXIV¹, SUMCO², Kyushu Univ. RIAM³ Yasuhito Narushima¹, Toshiyuki Fujiwara²,
[○]Masataka. Hourai^{2,3}, Wataru Sugimura², Manabu Shimoyama², Toshiaki Ono², Kouichi Kakimoto³
and Shinichi Nishizawa³
E-mail: mhourai@riam.kyushu-u.ac.jp

シリコンパワーデバイスの 300mm 化が進行している。従来、Si-IGBT は 200mm 以下の FZ-Si が主に用いられてきたが、300mm の FZ 結晶育成は困難であるため、将来的に 300mm CZ 結晶に置き換わることが予測される。しかしながら、P の偏析係数は B に比べて小さいため (B:0.8、P:0.35)、P ドープ CZ-Si 結晶の抵抗収率は低い。また、Sb はさらに偏析係数 (Sb:0.023) が小さいが、一方で、Sb の蒸発によって抵抗プロファイルを平坦化できることが知られていたが、これまで実用化されていなかった[1,2]。本研究では、このコンセプトの実用化を目指し、Sb の蒸発制御による CZ-Si 結晶の抵抗率制御技術の開発に取り組んだ。

【実験】 CZ 結晶育成時の Sb の蒸発挙動および抵抗の制御性を調査するため、CZ 炉の炉内圧、Ar 流量および輻射遮蔽体と融液表面との Gap を操作パラメータとして、実験計画法、L9 直交表に基づいて各パラメータをそれぞれ 3 条件選定し、それらを組み合わせて 9 つの L1~L9 水準を設定した。150mm、チャージ量 50kg、狙い抵抗率 90Ωcm の Sb ドープ結晶 1 本あたり 3 水準、計 9 水準を 3 本の結晶に振り分けて Sb ドープ結晶の育成実験を行った。成長後の結晶の中心、1/2 半径、外周 5mm 内側の抵抗率を四探針法で測定した。

【結果】 図 1 に実験結果を示す。緑で囲った部位は 1.15m/sec 以下の低流速で育成された水準であり、100Ωcm 近傍でほぼフラットに抵抗率が推移した。一方、赤色で囲った 1.18m/sec 以上の中流速、および 6.45m/sec の高流速では、100~700Ωcm の高抵抗域で大きく変動した。実測した抵抗率から Sb の蒸発速度を算出し、融液中の Sb 濃度との相関を解析した結果、Sb の蒸発速度は融液中の Sb 濃度と線形比例の関係があることが確認された。その勾配 (比例定数) から各水準における蒸発係数を求めた。図 2(a)に Sb の蒸発係数と Ar ガス流速との関係を示す。高流速を除いて、低流速および中流速での蒸発係数はガス流速に対して線形比例することが確認された。図 2(b)に固液界面および融液表面での Sb の偏析と蒸発の挙動を模式的に示す。単位固化率あたりに偏析によって固液界面直下に排出される Sb 量を ΔSb_{melt} とし、気相中への Sb の蒸発速度を V_{Sb} とすると、低流速では抵抗率がほぼ一定に維持されることから、 ΔSb_{melt} と V_{Sb} はバランスし、融液中の Sb 濃度はほぼ一定に維持される。一方、中流速および高流速では、結晶中の抵抗率が高抵抗側に大きく変動したことから、 $\Delta Sb_{melt} < V_{Sb}$ となり、成長に伴って融液中の Sb 濃度が減少すると考えられた。以上の結果から、Sb の蒸発速度は Ar ガス流速によって操作可能であり、Sb ドープ CZ-Si 結晶の成長方向での抵抗率は、融液中の初期 Sb 濃度および Ar ガス流速によってほぼ平坦に制御可能となることが分かった。

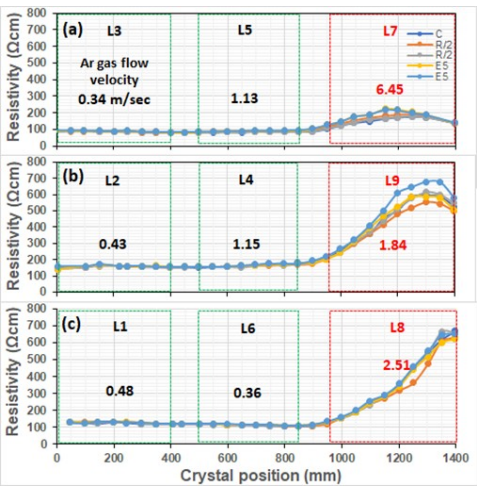


図 1 抵抗プロファイルの Ar 流速依存性

謝辞： この成果は、NPERC-J FS 研究および NEDO 委託事業 (JPNP21009) の結果得られたものである。

- [1] Z. Liu et.al, J. Electrochem. Soc. **140** (1993) 2052.
- [2] 阿部孝夫, シリコンの科学, p.39 (1996).

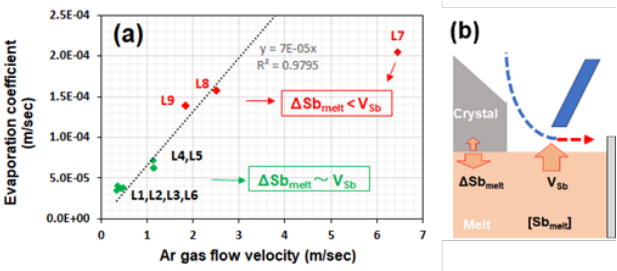


図 2 a) Sb 蒸発係数の Ar 流速依存性、b) Sb の偏析と蒸発挙動

CZ-Si 結晶成長におけるドーパント蒸発による抵抗率制御

Resistivity control using evaporation effect of dopant in CZ-Si crystal growth

九州大学¹, 九州大学応用力学研究所², 八明択実¹, 齋藤渉², 西澤伸一²

Kyushu Univ¹, Kyushu Univ. RIAM², Takumi Yatai¹, Wataru Saito², Shin-ichi Nishizawa²

*E-mail: yatai_takumi@riam.kyushu-u.ac.jp

1. はじめに

Czochralski (CZ) 法によるシリコン単結晶成長において、結晶成長軸方向の抵抗率分布は、ドーパントの偏析が大きく影響する[1]。アンチモン (Sb) は、蒸発速度が大きいため[2]、炉内圧やアルゴン (Ar) ガス流量によって偏析を相殺することも可能と考えられる。そこで本研究では、これら炉内条件を変更することで、ドーパントの蒸発を促進し、結晶軸方向の抵抗率を一定に保つ方法について検討した。

2. シミュレーション

固化率に対する結晶成長軸方向のドーパント濃度を、CGSim (<http://www.str-soft.com>) を用いて解析した。ドーパントにはリン(P), Sbを使用した。目標抵抗率は700 Ωcmおよび0.001Ωcmの2水準を想定し、結晶内の初期ドーパント濃度 (C_{s0}) はそれぞれ $5.0 \times 10^{12} \text{ atom/cm}^3$ (低濃度), $7 \times 10^{19} \text{ atom/cm}^3$ (高濃度) とした。炉内圧を3500 Paおよび1166 Paに設定し、Arガスの流量は0.1 ~60 slmの範囲で計算を行った。

3. 結果

3.1 Arガス流量依存性

炉内圧3500 Paで、流量を変化させた場合の結晶内ドーパント濃度 (C_s) 分布をFig.1に示す。Pは流量による C_s の変化が小さいのに対し、Sbは流量増加に伴い C_s が減少した。これは蒸発速度が P ($1.6 \times 10^{-4} \text{ cm/s}$) に比べ、Sb ($1.0 \times 10^{-1} \text{ cm/s}$) が著しく高いためである[2]。Pは蒸発量が極めて小さく分圧変化の影響を受けにくい、Sbは流量増加により気液界面近傍の分圧が低下し、蒸発が促進されるため

流量依存性が大きく現れた。

3.2 炉内圧力依存性

アルゴン流量30 slmで、炉内圧を変更した場合の C_s 分布をFig. 2に示す。Pは圧力を変化させても C_s にほとんど変化が見られず、蒸発挙動に差がないことが確認された。一方、Sbにおいて低圧条件の方が蒸発量は大きく、 C_s が明確に減少していることが示された。これは気相中の拡散係数が圧力に反比例することから、低圧条件では拡散が促進され、蒸発が進みやすくなると考えられる。

3.3 ドーパント濃度依存性

炉内圧3500 Pa、流量30 slmにて、目標抵抗率の異なる結晶の抵抗率分布をFig.3に示す。なお、縦軸は計算結果である C_s を C_{s0} で割って規格化している。Pはドーピング濃度依存性が小さいが、Sbはドーピング濃度で異なる傾向を示した。高ドーピング時のSb濃度は固化率増加に従って低下している。これは、低濃度と高濃度との蒸発メカニズムの違いが影響している。以上より、低濃度ドーピング条件下において、結晶成長軸方向の抵抗率を一定に保つ結晶成長が可能であることが示唆された。

謝辞

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合機構 (NEDO) の委託事業 (JPNP21009) の結果得られたものである。

参考文献

[1] M. Porrini et al., J. Cryst. Growth 460, 13 (2017)
[2] C.E.Hunt, ibid. p165

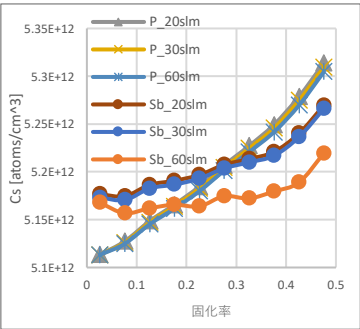


Fig.1 Flow Rate Change

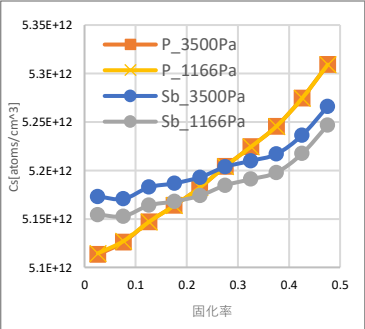


Fig.2 Pressure Change

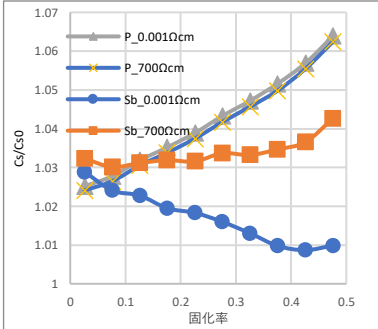


Fig.3 Concentration Change

分子動力学による $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 結晶の熱伝導度解析Analysis of thermal conductivity of $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ by molecular dynamics calculation

東北大金研

○柿本 浩一

Koichi Kakimoto

E-mail: koichi.kakimoto.a4@tohoku.ac.jp

【はじめに】 $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 結晶は、GPU 等のデバイスの能動層に使用されている。さらに昨今、高密度実装に伴うデバイスの発熱が問題となっている。本報告では、独自に開発した分子動力学(MD)コード[1]を用いて、熱平衡下における $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 結晶の熱伝導度を組成 x に対して解析し、熱伝導度の組成、および原子配列に対する変化について検討を行った。

【解析手法】本計算では、独自に開発した熱平衡下における MD コードを用いて、 $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 結晶の熱伝導度を求めた。計算では、NVT アンサンブル（粒子数・体積・温度一定）、Velocity-Verlet 法、時間刻み幅：0.5[fs]、粒子数：64 個～1000 個、温度制御法：能勢法、境界条件：周期境界条件、Green-Kubo 式の積分区間法を用いて解析した。原子間ポテンシャルは、Stillinger Weber ポテンシャルを用いた。

【結果】Fig. 1 (a)と(b)は、それぞれ Si の熱伝導度の計算と実験[2]結果、および組成 x に対する $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 結晶の熱伝導度の解析と実験[2]結果を示す。Fig. 1 (a)より、本計算結果の妥当性を確認した。さらに、Fig. 1 (b)より $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ 結晶の熱伝導度は、 x が 5%または 95%の領域ですでに熱伝導度が Si, Ge 結晶の値よりも約 1 桁以上低下していることが分かる。これより、組成 x 全般にわたって熱伝導度が低下していることが分かった。原子配列に対する変化については当日発表する。

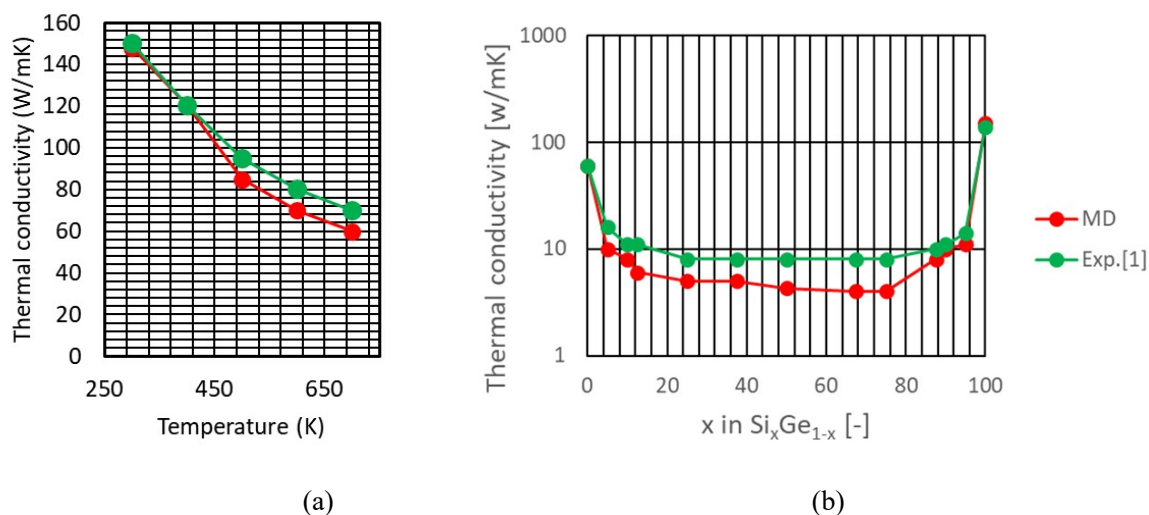


Fig. 1 Calculated thermal conductivity (red) and experimental one (green) vs. temperature (a) and $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ vs. x (b).

参考文献： [1] Takahiro Kawamura, Yoshihiro Kangawa, and Koichi Kakimoto, phys. stat. sol. (c) 3, No. 6, 1695–1699 (2006) / DOI10.1002/pssc.200565107.

[2] Jaime Andres Perez-Taborda, Scientific Reports, DOI: 10.1038/srep32778.

結晶と融液の透明度が OCCC 法における Ga_2O_3 単結晶成長時の 炉内温度分布に与える影響

Effect of transparency of a crystal and a melt of Ga_2O_3 on temperature distribution
during OCCC growth

東北大金研¹, (株)C&A², 九大応力研³, 三重大⁴, 鳥取大⁵

○柿本 浩一¹, 富田 健稔², Vladimir V. Kochurikhin², 北原 正典², 鎌田 圭^{1,2}, 中野 智³,
姚 永昭⁴, 赤岩 和明⁵, 吉川 彰^{1,2}

Koichi Kakimoto¹, Taketoshi Tomida², Vladimir V. Kochurikhin², Masanori Kitahara², Kei

Kamada^{1,2}, Satoshi Nakano³, Yongzhao Yao⁴, Kazuaki Akaiwa⁵, and Akira Yoshikawa^{1,2}

E-mail: koichi.kakimoto.a4@tohoku.ac.jp

【はじめに】パワーデバイス用結晶の候補の一つとして注目を浴びている Ga_2O_3 酸化物単結晶は、不純物濃度の大小により結晶、融液の透明度が変化するため、結晶成長プロセスが進むにしたがってツイスト等の発生という問題が生じている。本報告では、OCCC 法[1]を用いて結晶と融液の透明度を考慮した Ga_2O_3 単結晶成長中の結晶育成炉内の温度、流動解析を行った。

【解析手法】本計算では、独自に開発した OCCC 法用計算コードを用いて Ga_2O_3 単結晶成長中の温度速度分布と固液界面形状を解析した。内部輻射の解析には、Rosseland 近似を用いた[2]。本解析では結晶および融液の透明度が温度分布に及ぼす影響を考慮した。

【結果】Fig. 1 (a)と(b)は、結晶と融液が両方とも半透明(a)と不透明(b)な場合の温度分布を示す。この結果から結晶と融液が半透明の場合は、融液中心部の温度、また不透明の場合は融液端部の温度が高くなることが分かる。さらに、固液界面形状は、結晶と融液が半透明の場合は、不透明の場合と比較して平坦になることが分かった。

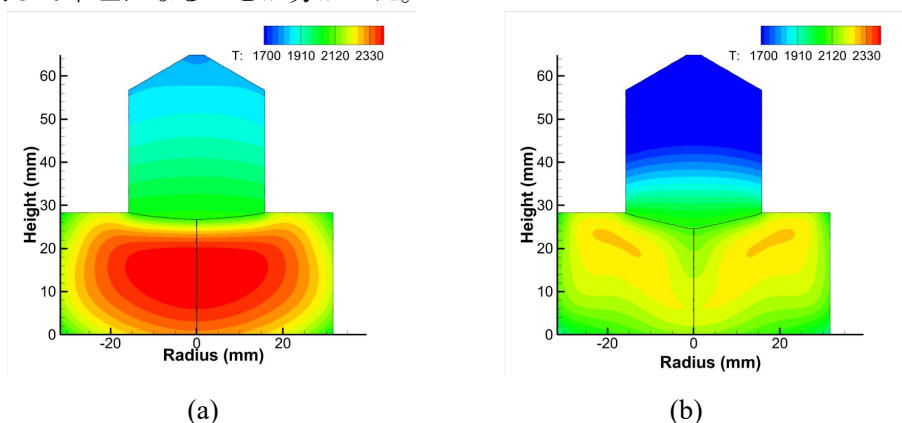


Fig. 1 Temperature distributions of semi-transparent (a) and opaque crystal and melt during crystal growth by OCCC method.

参考文献： [1] A. Yoshikawa, et al., Scientific Reports volume 14 (2024) 14881.

[2] K. Kakimoto et al., J. Cryst. Growth 640 (2024) 127724.

謝辞: 本研究は、文部科学省 革新的パワーエレクトロニクス創出基盤技術研究開発事業 JPJ009777 の助成を受けたものである。

15 Crystal Engineering | Oral presentation : 15.7 Crystal characterization, impurities and crystal defects

[9p-N302-1~6] 15.7 Crystal characterization, impurities and crystal defects

[9p-N302-1]

Installation of a High-Throughput X-ray Topography System at SPring-8 BL16B2

○Takayoshi Shimura^{1,4}, Kajiwara Kentaro², Takashi Kameshima^{2,4}, Satoshi Yamaguchi³, Taito Osaka⁴, Makina Yabashi⁴ (1.Waseda Univ., 2.JASRI, 3.Toyota Central Labs., 4.RIKEN)

[9p-N302-2]

Analysis of inclined structure of threading screw dislocation in 4H-SiC using deep X-ray topography

○Kotaro Ishiji¹, Akio Yoneyama¹, Isaho Kamata² (1.SAGA-LS, 2.CRIEPI)

[9p-N302-3]

Study on the Surface Wettability of Major SiC Crystal Polytypes

○JungGon Kim¹, Gyeong-jun Song¹, Na-keoung Kim¹, Chan-ho Park¹, Dae-uk Kim¹, Mi-seon Park¹, Kwang-hee Jung¹, Won-jae Lee¹, Woo-Sik Yoo² (1.Dong-Eui University, 2.WaferMasters, Inc.)

[9p-N302-4]

Quality of silicon substrate and point defects: Renaissance (14) Effect of internal thermal stress on point defects

○Naohisa Inoue¹, Shuichi Kawamata¹, Shuichi Okusa¹ (1.Osaka Metropolitan Univ. Radiation Research center)

[9p-N302-5]

High sensitivity infrared absorption spectroscopy and infrared defect dynamics of silicon crystal: Renaissance (27) VNs

○Naohisa Inoue¹, Shuichi Kawamata¹, Shuichi Okusa¹ (1.Osaka Metropolitan Univ. Radiation Research center)

[9p-N302-6]

Measurement of carbon concentration in silicon crystal/ Renaissance (31) Behavior of CiOi and CiCs by electron irradiation and photoluminescence

○Naohisa Inoue¹, Shuichi Okuda¹, Shuichi Kawamata¹ (1.Osaka Metropolitan Univ. Radiation Research center)

ハイスループット X 線トポグラフィ装置の SPring-8 BL16B2 への導入

Installation of a High-Throughput X-ray Topography System at SPring-8 BL16B2

○早大 IPS¹, JASRI², 豊田中研³, 理研 RSC⁴

志村考功^{1,4}, 梶原堅太郎², 亀島 敬^{2,4}, 山口 聡³, 大坂泰斗⁴, 矢橋牧名⁴

Waseda Univ.¹, JASRI², Toyota Central R&D Labs.³, RIKEN⁴

○T. Shimura^{1,4}, K. Kajiwara², T. Kameshima^{2,4}, S. Yamaguchi³, T. Osaka⁴, M. Yabashi⁴

E-mail: shimura@aoni.waseda.jp

X 線トポグラフィは、単結晶中に存在する結晶欠陥の実空間分布を非破壊で可視化できる手法であり、単結晶成長のプロセス評価や単結晶を用いる多様な応用分野において、長年にわたり活用されてきた。近年では特に、SiC、GaN、Ga₂O₃、ダイヤモンドといったワイドバンドギャップ半導体結晶の評価に広く用いられており、その重要性は今後さらに高まると考えられる。中でも放射光 X 線トポグラフィは、結晶欠陥の高空間分解能・高感度観察を可能にすることから、さらなる応用展開が期待されている。

従来、放射光 X 線トポグラフィでは 2 次元検出器として原子核乾板が広く用いられてきた。これは、原子核乾板がサブ μm 級の空間分解能と数 cm に及ぶ広視野を兼ね備えているためである。しかし、原子核乾板は現像処理を必要するため測定に長時間を要するほか、近年ではその入手自体が困難になりつつあるという課題がある。一方、近年急速に進展している X 線撮像カメラには、サブ μm の画素サイズを有する検出器も登場しているが、その視野は一般に 1 mm 程度に限られており、半導体ウェーハのような広面積試料の評価には適さないのが現状である。

そこで我々は広視野かつ高空間分解能での測定を実現する X 線トポグラフィ装置を検討・開発し、SPring-8 BL16B2 に導入した。本発表では、本装置の仕様と初期測定結果について報告する。

本装置はシンチレータを備えた可視光変換型 X 線カメラを 2 台搭載しており、遠隔操作で切り替えが可能である。使用しているセンサは、画素サイズ 3.76 μm 、画素数 14192×10640 であり、光学レンズにより等倍および 5.2 倍で結像しているため、それぞれ実効ピクセルサイズは 3.76 μm および 0.723 μm となる。これにより、サブ μm の空間分解能を維持しつつ、10×8 mm の広い視野を実現している。また、シンチレータには亀島らが開発した光拡散フリー透明シンチレータ (DIFRAS) を採用しており、光学劣化を抑えた高品質な像伝送を可能にしている[1]。

試料ステージは 2 軸並進機構を有し、8 インチウェーハ全面の反射配置測定に対応している。12 インチウェーハも搭載可能であり、配置の手動調整により全面測定が可能である。さらに、ステージは中空構造を採用しており、中心 4~6 インチ ϕ の領域の透過配置での測定も可能となっている。

[謝辞] 本研究の一部は SACLA/SPring-8 基盤開発プログラムによって行われた。

[1] T. Kameshima and T. Hatsui, J. Phys.: Conf. Ser. 2380 012094 (2022).

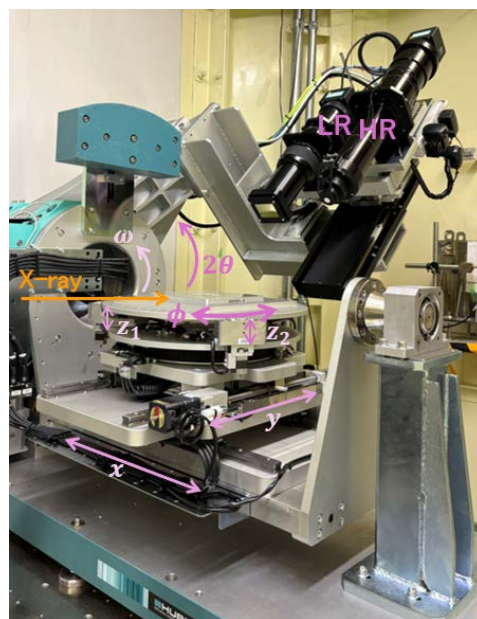


図1ハイスループット X 線トポグラフィ装置

深い X 線トポグラフィーによる 4H-SiC の貫通らせん転位の傾斜構造の解析

Analysis of inclined structure of threading screw dislocation in 4H-SiC using deep X-ray topography

九州シンクロ¹, 電中研²

°石地耕太郎¹, 米山明男¹, 鎌田功穂²

SAGA-LS¹, CRIEPI²

°Kotaro Ishiji¹, Akio Yoneyama¹, Isaho Kamata²

E-mail: ishiji@saga-ls.jp

SiC 結晶の貫通らせん転位(TSD)はバーガースベクトル $b = \langle 0001 \rangle$ をベースとし、 $\langle 0001 \rangle$ 軸に平行に伝播するが、傾斜した TSD の存在も確認されている[1]。以前、我々は 3 次元マイクロ X 線トポグラフィー(3D μ -XRT)[2]を使って傾斜した TSD 構造を立体的に捉えることに成功した。しかし、3D μ -XRT は高度な技術のうえ、観察範囲が狭く多くの時間を費やす。そこで、結晶内の深部を観察できる X 線トポグラフィー(deep XRT)によって、投影された TSD イメージから実際の傾斜構造の解析を試みた。

市販の 4°オフ角 4H-SiC(0001)結晶(エピ膜厚: 5 μm)を用いて deep XRT 実験を SAGA-LS BL09 で行った。結晶内部の TSD 芯線の歪み場を捉えるため、00012 回折でエネルギー 10.5 keV、回折角 90°、入射角 41°とした。観察深さ[3]は 90 μm であり、バルク SiC の転位を捉えている。X 線フィルムを試料表面と平行に置いて撮影した。

図 1 に 4H-SiC の 00012 回折の deep XRT イメージを示す。TSD は白丸として投影されるが、そこから黒いコントラスト線が伸びていた。バルク内を伝播する TSD 芯線の歪み場で、方向と長さは TSD 毎で異なっていた。この投影イメージから実際の TSD の傾斜構造(方向と角度)を見積もった。図 2 に平面 TSD から 3 次元化解析の手続きを示す。投影された TSD の白丸を原点とし、TSD 芯線のターミナル座標を求めた。実験条件と観察深さを考慮してターミナル座標を補正し、実際の TSD の傾斜方向と角度を見積もった。表 1 に TSD-A, B, C のターミナル座標、傾斜方向、傾斜角度を示す。TSD の傾斜構造は混合成分と関係する可能性が指摘されている[4]。混合成分は斜入射 X 線トポグラフィー(GIXRT)と ray-tracing simulation の組み合わせで判別できる[5]。GIXRT を使って TSD の混合成分を求め、傾斜構造との関係性についても言及する。

- [1] M. Nagano et al., Jpn. J. Appl. Phys. 52, 04CP09 (2013).
[2] K. Ishiji et al., Jpn. J. Appl. Phys. 63, 02SP25 (2024).
[3] K. Ishiji et al., Jpn. J. Appl. Phys. 56, 106601 (2017).
[4] H. Saka et al., Jpn. J. Appl. Phys. 53, 111302 (2014).
[5] F. Wu et al., Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 1433, 53 (2012).

TSD	A	B	C
Terminal coordinate	(0, 0, 90)	(66, 39, 90)	(-28, 0, 90)
Inclined direction	$\parallel c$	$[-12-10]$	$[1-100]$
Inclined angle	0°	40°	17°

表 1 解析で得られた実際の TSD 傾斜構造

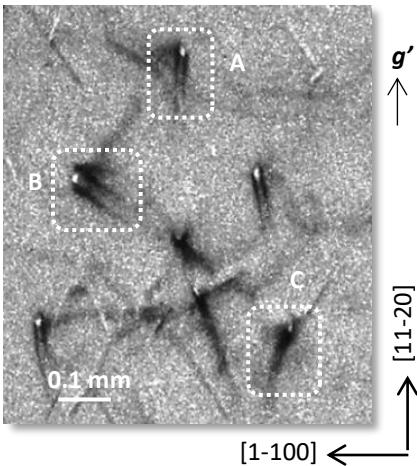


図 1 00012 deep XRT の TSD イメージ

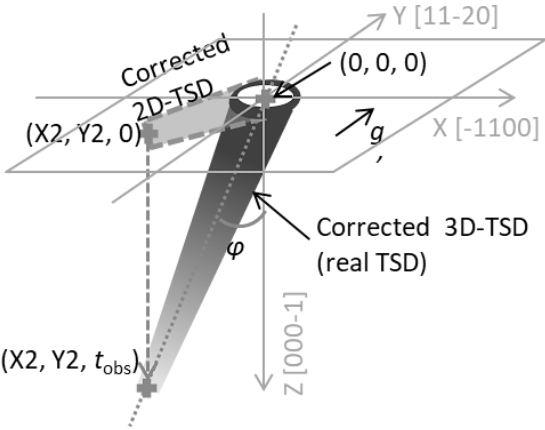


図 2 投影された平面 TSD の 3 次元化解析

SiC の主要な結晶多形の表面濡れ性の研究

Study on the Surface Wettability of Major SiC Crystal Polytypes

東義大學¹, WaferMasters, Inc.², °金廷坤¹, (M2) 宋京俊¹, (M2) 金奈敬¹, (M1) 朴燦鎬¹,
(M2) 金大煜¹, 朴美善¹, 丁光照¹, 李元在^{1,*}, Woo Sik Yoo²

Dongueui Univ.¹, WaferMasters, Inc.², °Jung-gon Kim¹, Gyeong-jun Song¹, Na-keoung Kim¹,

Chan-ho Park¹, Dae-uk Kim¹, Mi-seon Park¹, Kwang-hee Jung¹, Won-jae Lee^{1,*}, Woo-Sik Yoo²

*E-mail: leewj@deu.ac.k

SiC は、Si 面と C 面という二つの極性を持ち、200 種を超える多くの結晶多形を有する特別な半導体材料である。以前、我々の研究では、4H-、6H-、15R-SiC の領域を持つ一枚の SiC 基板について接触角測定を行い、各結晶多形の表面濡れ性を調べた[1]。最近では、CVD 法を用いた 2 段階の成長プロセスにより Si (111) 基板上に 3C-SiC 膜を成長させ、表面エッチングまたはポリッシングを行ったフリースタANDINGの 3C-SiC を作製した。本研究では、以前の研究結果に 3C-SiC の表面極性に関するデータを加え、SiC の主要な結晶多形の表面濡れ性を総合的に検討した。3C-SiC の各極性面に対する接触角は、他の結晶多形（4H-、6H-、15R-SiC）と同様に、Si 極性面が C 極性面よりも約 3 度高いことが明らかとなった。3C-SiC 表面の自然酸化膜の影響を調べるため、BOE 溶液による表面エッチングを行い、各極性面を 24 時間以上モニタリングした結果、他の結晶多形とは異なり、極性に関係なく 5 時間以降まで接触角が徐々に上昇し、エッチング前の値に回復した後も増加する傾向が見られた。これは、室温でも 3C-SiC の両極性面で自然酸化膜の形成が早く進行することを示唆しており、理論計算によると 3C-SiC の表面エネルギーは他の結晶多形よりも 2 倍以上高いため、酸化が早く進むことを意味する。SiC 基板表面上の自然酸化膜の生成速度は、各結晶多形の表面エネルギーに大きく影響され、また各結晶多形の Hexagonality とも関係している。各結晶多形の表面エネルギー差を明らかにするため、クーロンポテンシャルエネルギーや原子間距離に依存する Hexagonality についても議論した。

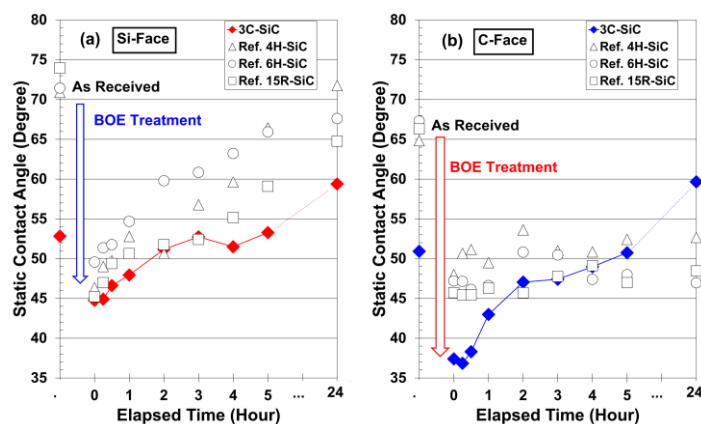


Fig. 1 Contact angle plot of four-types of SiC substrates after BOE etching treatment: (a) Si-face and (b) C-face.

[1] J.G. Kim *et al.*, ECS J Solid State Sci. **9**, 123006 (2020)

Quality of silicon substrate and point defects: 2nd generation (14) Effect of internal thermal stress on point defects

Radiation Research Center, Osaka Metropolitan Univ.¹ °N. Inoue¹, S. Kawamata¹ and S. Okuda¹

シリコン結晶基板の品質と点欠陥 第二世代 (14) 点欠陥に対する内部熱応力効果

大阪公立大放射線研究センター¹、°井上直久¹, 川又修一¹, 奥田修一¹, E-mail: inouen@omu.ac.jp

Previously, research on the stress effect on silicon crystal has been on the dislocation, such as that during crystal growth, in wafer annealing process and thin film in device fabrication process.

In 1983, Abe suggested the increase of point defects and grown-in defects by thermal stress during crystal growth. In around 2000, we made phenomenological and quantitative theoretical analysis. In contrast to the conventional treatment on the external stress, there is only the internal stress. Considering the work for formation of negative relaxation volume under the internal stress, the formation enthalpy of vacancy under compressive stress is negative, resulting in the increase of equilibrium concentration of vacancy, opposite to the case of external stress.

$$\sigma_z = -\alpha E / (1 - \nu) \{ \partial^2 T / \partial z^2 - T \} \quad (1)$$

$$C^{\text{eq}} / C_0^{\text{eq}} = \exp(\alpha \Delta V_R / kT). \quad (2)$$

Before such analysis, we treated the case of high concentration impurity doping of extremely large or small atomic radius. The analysis on the experimental results gave the corresponding equilibrium concentration of 0.1-1% increase. It agrees with the other estimate. By using the reported Young's modulus of 8MPa, calculated increase was about 0.006%, too small compared to the doping effect. However, 1.6x10⁵ MPa was reported in 2000. Using it, 10 MPa of thermal stress is enough for 0.1 % increase.

In 2014, the experimental result supporting our analysis was reported. The break of Voronkov criterion of V (growth rate) /G (temperature gradient at the interface) in large diameter crystal. The simulated critical internal stress was above 5 MPa.

In 2011, Vanhellemont treated the thermal stress in the same way as the external stress and got the opposite but quantitatively nearly equal result (10MPa thermal stress).

Abe's thermal stress effect was supported for large diameter growth, but not microscopic but macroscopic stress. Voronkov's criterion, equilibrium concentration increase (low growth rate) vs. in-diffusion (high growth rate) is supported under the small stress circumstance. Heat transfer must be taken into account. We are grateful to T. Abe, V. V. Voronkov and K. Shirai for discussion.

1981 Voronkov criterion, equilibrium concentration increase (low growth rate V) vs. in-diffusion (high growth rate)

1983 Abe, thermal stress effect proposal

1990 Tsukada, shear stress calculation, dislocation

1993 Wijaranakula, simulation, negligible, Young's modulus 8.45 MPa at MP

1997 Ishikawa, Estimate of point defect increase for OSF in B doping

*1999 Kikuchi, stress by high concentration doping, 0.1% increase of point defects

*1999 Inoue, internal stress, relaxation volume, free energy, phenomenological quantitative analysis

*2000 Tanahashi, ibid, increase of equilibrium V concentration 0.001%

2000 Ono, Young's modulus measurement, 1.6 × 10⁵ MPa at 1000 °C, give 10 MPa thermal stress for 0.1% increase

2011 Vanhellemont, external stress treatment, use Young's modulus 160 GPa, 10MPa OK

2013 Swarnakar, Young's modulus measurement, 160 GPa at 1400 °C

2015 Nakamura, experimental confirmation, shift from Voronkov criterion, thermal stress simulation over 5Mpa

2019 Shirai, heat transfer by material transfer

High sensitivity infrared absorption spectroscopy and infrared defect dynamics of silicon crystal: Renaissance (27) VNs

シリコン結晶の高感度赤外吸収と赤外欠陥動力学/ルネッサンス第二世代 (27) VNs

Radiation Research Center, Osaka Metropolitan Univ.¹ °N. Inoue¹, S. Kawamata¹ and S. Okuda¹

大阪公立大学放射線研究センター¹, °井上直久¹, 川又修一¹, 奥田修一¹ E-mail: inouen@omu.ac.jp

Pair of vacancy and light element substitutional has a long history of research, A-center (VOs) [1] and E-center (VPs) [2]. In 1971, the pair diffusion model of phosphor, VPs, was proposed by Yoshida, now being the base of diffusion simulation [3].

For nitrogen N, however, only substitutional Ns was known, as by SL5 EPR signal [4], or by 653 cm⁻¹ IR absorption [5]. Moreover, it was only unstably introduced by ion implantation and laser annealing for about 10%. Both signals disappeared and other signals appeared by the annealing at around 400 °C [6, 5], whose entity was unknown. It has on-center and off-center location due to Jahn-Teller distortion [7], similar to those in the pair with V [2].

Nitrogen doping is known to reduce the void defects in FZ-Si [8] and increase the density and reduce size in CZ-Si [9]. Stable V-N configuration was theoretically analyzed and VNN and VVNN were predicted [10]. To examine experimentally, we introduced V by electron irradiation and analyzed by IR. By irradiation, decrease of NN absorption was observed and new absorption appeared at 728 and 778 cm⁻¹ [11, 12, 13]. We assigned them as VNN. By the post annealing at 400 °C, 689 cm⁻¹ absorption appeared by the cost of NN and VNN signal, and we assigned it as VVNN [12, 14]. It was small at 200 and 600 °C and disappeared at 800 °C while NN signal recovered.: eq. (1)

In 2016, thermal degradation of minority carrier lifetime was reported in solar grade FZ-Si, decrease between 400 and 700 °C [15]. We attributed it to VVNN [14]. However, in 2011, we observed intense 551 and 689 cm⁻¹ absorption already [16]. These bands were observed in annealed samples [5] or in as-grown CZ-Si [17]. The 689 cm⁻¹ band in irradiated and annealed sample was extraordinary wide. We examined the spectrum and separated the 685 cm⁻¹ absorption. In 2003 Goss examined the N-complex configuration and IR absorption theoretically. VVNN and VNs consist of 2 and 1 N-Si³ configuration and the calculated IR absorption were, 690 and 685 cm⁻¹, the latter being only 5 cm⁻¹ lower [18]. It matches with the observation, 689 and 685 cm⁻¹, respectively. We assigned the latter to VNs [19, 2019]. Eq. (4)

In 2023, lifetime degradation of FZ-Si and stability of CZ-Si for power device was reported [21]. We examine the thermal behavior of CZ-Si already. In CZ sample, we observed 551 and 552 cm⁻¹ absorption shifted to 556 and 557 cm⁻¹ by the annealing and we assigned the former to Ni and the latter to NiOi [19]: Eq. (5). Abnormal increase of NN by the irradiation and annealing [11, 14] was attributed to conversion of grow-in VVNN to NN shown by eq. (2)

Voronkov suggested, shallow thermal donors, NOn complexes, are dominant in low N concentration Si [22]. Ni and VVNN, however, might be more.

VNs in diamond took attention as a detector or photon emission [23]. Infrared defect dynamics makes it possible to reveal, measure and analyze all related complexes, resulting in the improved crystal and device performance. We thank Topsil and MEMC for discussion.

NN + V → VNN, VNN + V → VVNN (1) irradiation and anneal at 200-600 °C

VVNN → NN (2) irradiation and anneal at 800 °C

+ V → VNs (3) ion implantation, laser anneal and anneal at 400 °C

Ni + V → VNs (4) irradiation and anneal at 200-600 °C, annealing FZ-Si

Ni + Oi → NiOi (5) annealing CZ-Si

[1] Watkins, Phys. Rev. 121, 1001 (1961). [2] Watkins, Phys. Rev. 134, A1359 (1964). [3] Yoshida: Japan. J. Appl. Phys. 10, 702 (1971). [4] Brower, Phys. Rev. Lett. 44, 1627 (1980). [5] Stein, APL, 47, 1339 (1985). [6] Brower, Phys. Rev. B 26, 6040 (1982). [7] Murakami, Phys. Rev. B 38, 1589R (1988). [8] Abe, VLSI Science and Technology, 543 (1985). [9] Nakai, J. Appl. Phys. 80, 4301 (2001). [10] Kageshima, APL, 76, 3718 (2000). [11] Inoue 2014 Physica. [12] Inoue. Abs, ICDS2015. [13] Inoue 2016. [14] Inoue, JAP 123, 185701 (2018). [15] Grant, phys. stat. sol. RRL, 1 (2016). [16] Inoue, unpublished, 2011. [17] Wagner, Appl. Phys. A, 46, 73(1988). [18] Goss. Phys. Rev. B, 67, 045206 (2003). [19] Inoue, abs. ICDS2021, p.30. [20] Inoue, JSAP22s. [21] Kajiwar, JJAP, 62, 075504 (2023). [22] Voronkov, J. Appl. Phys. 89, 4289 (2001). [23] Gruber, Science, 276, 2012 (1997).

Measurement of carbon concentration in silicon crystal/ Renaissance

(31) Behavior of CiOi and CiCs by electron irradiation and photoluminescence

°Radiation Research Center, Osaka Metropolitan U.¹, °N. Inoue¹, S. Okuda¹, S. Kawamata¹シリコン結晶中の低濃度炭素の測定/ルネッサンス (31) 電子線誘起 CiOi, CiCs の挙動とフォトルミネッセンス
大阪公立大放射線研究センター¹, °井上直久¹, 奥田修一¹, 川又修一¹E-mail: inouen@omu.ac.jp

In the LSI period starting in 1975, oxygen precipitation in Si [1, 2, 3] was the main subject. IG [4] was established based on our analysis, realized the Si world. Hoshikwas showed carbon does not affect the oxygen precipitation [5]. Thereafter carbon did not take attention. We established the IR measurement standard in 1987 [6] adopted in ASTM [7] and JEIDA [8]. Revision was stopped in SEMI till now.

In 2005, power device period started hybrid car [9]. Lifetime control by electron irradiation plays an important role. Though basic research on radiation-induced complexes was done IR, device people examine by DLTS or photoluminescence [10, 11].

We started a systematic, quantitative and highly sensitive analysis by IR [12]. We observed IR bands from over 20 species and made a database [13] on the website [14]. We examine both electron and He irradiation [13]. We examined both C-rich case where CO and VO are dominant. and C-lean case [15]. Moreover, intermediate, mixed case was found [2012, 15]. Lowest complex concentration was 1012/cm³ [15]. We draw almost all possible reactions and determined the reaction yield of dominant species. Behavio of VOn was revealed [16].

It is important that the reaction varies not only by total flux but by acceleration energy, flux, time and so on. It is because, intrinsic point defect concentration and their kinetic energy changes with those conditions. Slight change of these conditions results in totally different yield. The dominant reactions in C-rich case are as follows. There are many other parallel, competing and reverse reactions.

- (1) $\text{Si} + \text{E} \rightarrow \text{I}(\text{Si}), \text{I} + \text{V} \rightarrow \text{SiI}$
- (2) $\text{I} + \text{Cs} \rightarrow \text{Ci} + \text{SiI}$,
- (3) $\text{Ci} + \text{Oi} \rightarrow \text{CiOi}$
- (4) $\text{CiOi} + \text{VO} \rightarrow \text{CsOi}, \text{CsO2i}$

The other complexes include, all IR actove: C-rich: CiO₂, VO₂, VO₃, VO₄, V₂O, ICi, ICiOi, I₂CiOi, I₃CiOi, ---

C-lean: IOi, I₂Oi, I₂O₂i, IO₃i, ICiCs, ---

The analysis by PL and DLTS is much more difficult. There are two reasons. One is these techniques are sensitive only to a few complex species. Moreover, PL is not quantitative as was the experts from the early age due to the competing luminescence and nonradiative reactions [17, 18]. Thus, the reported PL measurement of carbon concentration accompanies uncertainty and restriction. Uncertainty +- 30% in 1016-17/cm³ range [19]. Relation between [C] and PL changes es for three [O] ranges [20]. Only total flux was described [21], but different flux and duration give totally different results. Many other impurity concentrations must be measured [22]. High oxygen concentration range is excluded [23]. Low resistivity is excluded [24]. Technically difficult and not well stability [25, 26].

On the other hand, we found that fractional phonon bands are the origin of [C] measurement difficulty [27]. By removing at RT and by low temperature measurement, lowest measured concentration was improved to 1013/cm³ at RT [28]. This method was transferred to major Si suppliers and open in the website [14]. In 2019, isotope enriched Si sphere replaced the kilogram protocol [29]. Carbon is the largest source of uncertainty. Carbon concentration in it was determined by LTIR to below 2x1014/cm³ [30]. IR measurement supports the science and society now.

[1] Inoue, Oyobutsuri, 48, 1126 (1979). [2] Osaka, Appl. Phys. Lett. 36, 288 (1980). [3] Inoue, Semiconductor Silicon, 282 (1981). [4] Tan, APL, 30, 176 (1977). [5] Hoshikawa JJAP (1978). [6] Inoue, ASTM STP 960, 365 (1987). [7] ASTM F-1391 (1990). [8] JEIDA EM (1994). [9] Sugiyama, Digest Power devices (2005). [10] Kiyoi, JSAP 2014s, 19p-F9-14. [11] Haraguchi, JSAP 2024A, 17a-B2-8. [12] Inoue, Physica B, 401, 477 (2007). [13] Inoue, pss, B 251, 2205 (2014). [14] <http://www.siliconet.wa2.tokyo>. [15] Inoue, pss C, 10, 1931 (2014). [16] Inoue, AIP. Conf. 1583 (2014). [17] Shitaki, Oyobutsuri, 47, 752 (1978). [18] Davies, Sol. Stat. Com. 50, 1057 (1986). [19] Nakamura, J. Electrochem. Soc. 141, 3576 (1994). [20] Nakagawa, Oyobutsuri, 85, 986 (2015). [21] Tajima, J. Electronic. Mat. 47, 5056 (2018). [22] Tajima, Oyobutsuri, 87, 655 (2018). [23] Tajima, Jpn. J. Appl. Phys. 59 SGGK05 (2020). [24] Tajima, JJAP, 60, 026501 (2021). [25] Hayashi, Kyushu U, Institute Report, 4, 7 (2022). [26] ibid, 5, 7 (2023). [27] Inoue, pss. (c) 13, 842 (2016). [28] Inoue, JSAP, 2022a, 20p-C206-10. [29] International System of Units 9th ed. (BIPM, 2019). [30] Zakel. Metrologia, 48, S14 (2011).

15 Crystal Engineering | Poster presentation : 15.7 Crystal characterization, impurities and crystal defects

[9p-P14-1~3] 15.7 Crystal characterization, impurities and crystal defects

[9p-P14-1]

First-principles analysis of metal gettering by C-related defects in Si crystals

○Iori Takeda¹, Koji Ozawa¹, Hibiki Bekku¹, Yuji Hamamoto², Koji Sueoka² (1.Grad. Okayama Pref. Univ., 2.Okayama Pref. Univ.)

[9p-P14-2]

Structural and Optical Properties of Double Perovskite Semiconductor Cs₂AgSbCl₆ under High Pressure

○Naoki Takahara¹, Satoshi Nakano², Kiyoto Matsuishi¹ (1.Tsukuba Univ., 2.NIMS)

[9p-P14-3]

Cu Doping Effects in Double Perovskite Semiconductor Cs₂AgSbCl₆ with Defects

○Masataka Unose¹, Kiyoto Matsuishi¹ (1.Tsukuba Univ.)

Si 中の炭素関連欠陥による金属不純物ゲッタリングの第一原理解析

First-principles analysis of metal gettering by C-related defects in Si crystals

岡山県大院情報系工¹, 岡山県大情報工²

○(M1)竹田 伊織¹, (M1)小澤 幸司¹, (D1)別宮 響¹, 濱本 雄治², 末岡 浩治²

¹Graduate School of Computer Science and Systems Engineering, Okayama Prefectural University

²Department of Communication Engineering, Okayama Prefectural University

○Iori Takeda¹, Koji Ozawa¹, Hibiki Bekku¹, Yuji Hamamoto², Koji Sueoka²

E-mail: takedaiori8120@gmail.com

CMOS イメージセンサーに用いられる Si ウェーハには、非常に高いゲッタリング能力が要求されている、そのため、炭化水素分子イオン注入を用いた近接ゲッタリング技術[1]が用いられている。この分子イオン注入領域には、C と自己格子間 Si (I) の複合体とみられる欠陥が生成され、Fe などの金属不純物を捕獲することが報告されている。また、この欠陥は格子間酸素 (O_i) を捕獲することや、 O_i を捕獲することによってゲッタリング能力が低下することを示唆する実験結果も得られている[1]。加えて、半導体チップの薄膜化に伴い、ゲッタリングに用いられるウェーハ中の領域も減少している[1]。

このような興味深い実験結果や時勢の中、C 関連欠陥が金属へ影響を与える範囲やその構造は十分明らかになっていない。

本研究では、C 関連欠陥の最近接位置を超える領域のゲッタリング能力を明らかにするために、密度汎関数理論に基づく第一原理計算により、金属不純物との結合エネルギー (E_b) を求めた。計算では、表 1 に示すように 3 種類のドーパント (B, P, As) と置換炭素 C_s 、 C_s - I 複合体 (先行研究[2]により、これは格子間炭素 C_i と同一構造である)、 C_i - O_i 複合体をゲッタリングサイトとした。慣用単位胞を $2\times 2\times 2$ 倍した 64 原子モデルを主として用い、金属の初期配置として、ゲッタリングサイト周囲の独立な格子間位置 (T-site と H-site) について網羅的に計算する[3]ことで、 E_b の配置依存性を正確に求めることを試みた。

各種ゲッタリングサイトと Fe, Co, Ni, Cu の E_b の計算結果を表 2 に示す。また、図 1 と 2 に C_i と C_i - O_i にゲッタリングされた Fe の原子配置を示す。 C_i と Fe の組み合わせの方が B と Fe の組み合わせよりも安定であり、 C_i - O_i と Fe の組み合わせは、B と Fe の組み合わせと同程度安定であった。また、 C_i と O_i の E_b は約 1.16 eV であった。これらの結果は、分子イオン注入領域に形成されている C_i 欠陥が非常に高いゲッタリング能力を有することや、 C_i は O_i を捕獲すること、さらに C_i - O_i 欠陥に形態を変えるとゲッタリング能力が低下することを示している。すなわち、この計算結果は実験結果を説明できている。また、金属原子とドーパントは必ずしもドーパントの第 1 近接位置で最安定とならず、例えば As-Co の組み合わせでは As の第 3 近接位置の T-site と H-site の間(T_3/H_3)で最安定となることなどもわかった。その他の計算結果については、当日報告する。

Table 1 Combination of gettering sites and metals

Gettering site	Metal
B, P, As	Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni,
	Cu, Zn, Mo, Ti, Ta, W
C_s , C_i , C_i - O_i	Fe, Co, Ni, Cu

Table 2 Maximum E_b (eV) and stable site in 64-atoms model
Red: $E_b \geq B$ -Fe E_b for sufficient gettering.
Blue: $E_b \leq B$ -Ni E_b for no gettering.

	Fe	Co	Ni	Cu
B	0.50	0.49	0.25	0.84
	T_1	T_1/H_1	T_1/H_1	T_1
P	0.46	0.78	0.14	0.25
	T_2	T_1	T_{4b}/H_{5g}	T_{4b}
As	0.35	0.64	0.20	0.28
	T_3	T_3/H_3	T_{4b}/H_{5g}	T_{4b}
C_s	0.44	0.35	0.14	0.10
	T_2	T_2	T_2/H_{2d}	T_{4b}
C_i	1.09			
	See in Fig. 1.			
C_i - O_i	0.54			
	See in Fig. 2.			

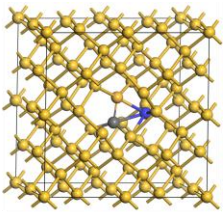


Fig. 1 C_i stable structure in 64 atoms model
One Si atom is hidden for visibility.
(C: black atom, Fe: blue atom)

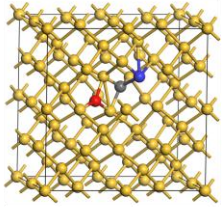


Fig. 2 C_i - O_i stable structure in 64 atoms model
One Si atom is hidden for visibility.
(C: black atom, O: red atom, Fe: blue atom)

参考文献

[1] 梶田亜由美, 岡山県立大学 博士論文 (2019). [2] S. Shirasawa et al., *ECS J. Solid State Sci. Technol.* **4**, 351-355(2015). [3] A. Yamada and K. Sueoka, *ECS J. Solid State Sci. Technol.* **6**, 125-131 (2017).

ダブルペロブスカイト半導体 $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ の高圧下における構造と光物性

Structural and Optical Properties of Double Perovskite Semiconductor $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ under High Pressure

筑波大数物¹, 物材機構² ○(M2) 高原 直暉¹, 中野 智志², 松石 清人¹

Univ. of Tsukuba¹, NIMS², °Naoki Takahara¹, Satoshi Nakano², Kiyoto Matsuishi¹

E-mail: s2420369@u.tsukuba.ac.jp

金属ハライドダブルペロブスカイト半導体($\text{A}_2\text{B}'\text{B}''\text{X}_6$)は、多様な組成自由度により幅広い物性を示すことから、その特性発現メカニズムの基礎的理解が求められている。本研究では Sb を用いたダブルペロブスカイト半導体 $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ に着目した。この物質では、結晶内の圧縮歪みが電子構造や格子振動状態に影響を与えることが示唆されている。大気圧下で熱処理や粉末化を施した試料と未処理の試料を比較した結果、バンドギャップの拡大やラマンモードの変化が実験的に確認されており、これらは歪みの緩和に起因すると考えられている[1]。しかし、圧縮歪みが具体的にどのように光学特性に影響するかについては、十分に解明されていない。そこで本研究では、歪みの状態が異なると考えられる未処理の単結晶、粉末試料、アニーリングを行った単結晶試料を対象に、X線回折(XRD)測定、ラマン散乱測定、光吸収測定を実施した。さらに、圧力といった連続的外場を用いることで、結晶内の歪みが構造および光物性に及ぼす影響の解明を目的とした。

$\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ 単結晶試料は水熱合成法[2]により作製した。また、圧力発生装置にはダイヤモンドアンビルセル(DAC)、圧力媒体にはヘリウムを用いて、高圧下で各測定を行った。

Fig. 1 に、高圧 XRD 測定 (加圧過程) より求めた、隣り合う 2 種類の八面体間の Cl 原子の位置の圧力変化を示す。1.5 GPa までは Cl 原子が相対的に Ag 原子側へ移動し、2.1 GPa より高圧側では Sb 原子側へ移動する様子が確認された。また、Fig. 2 には、熱処理を行っていない単結晶試料のラマンスペクトルの圧力依存性を示す。大気圧から 1.0 GPa までは矢印で示す P3 ピークの分裂が観測されたが、1.6 GPa 以上ではこの分裂は消失することが確認され、圧力印加下でも歪みの緩和が確認された。また、この変化は可逆的であることも確認された。

講演では、高圧下における光吸収の結果も踏まえ、構造歪みが構造と光物性に与える影響について詳細に議論する。また、類似物質である $\text{Cs}_2\text{AgB}''\text{Cl}_6$ ($\text{B}''=\text{Bi}, \text{In}$) との比較により、 Sb による影響についても議論を行う。

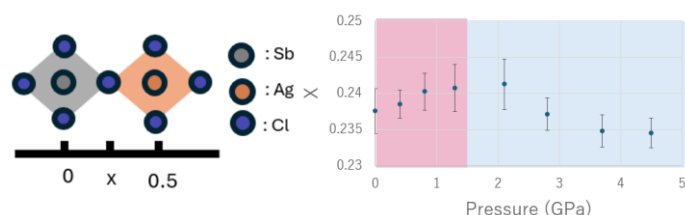


Fig. 1. Pressure-induced changes in the position of Cl located between adjacent two octahedra in $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$.

参考文献

- [1] A. Singh, R. Chaurasiya, A. Bheemaraju, J. Chen, S. Satapathi: ACS Appl. Energy Mater., **5**, 3926 (2022).
- [2] J. Zhou, X. Rong, M.S. Molokeev, Z. Xia: J. Mater. Chem. A, **6**, 2346 (2018).

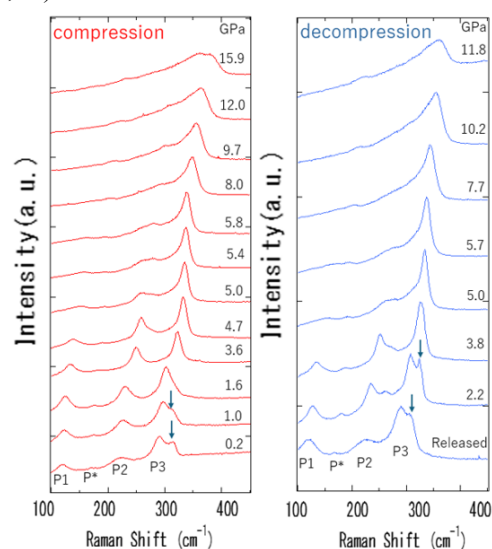


Fig. 2. Pressure dependence of Raman spectra of $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ in compression (left) and decompression (right) processes.

欠陥を持つダブルペロブスカイト半導体 $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ への Cu ドーピング効果

Cu Doping Effects in Double Perovskite Semiconductor $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ with Defects

筑波大数物 $^{\circ}(\text{M1})$ 鵜瀬 雅隆, 松石 清人

University of Tsukuba, $^{\circ}\text{Masataka Unose, Kiyoto Matsuishi}$

E-mail: s2520349@u.tsukuba.ac.jp

ペロブスカイト半導体は太陽電池材料への応用が期待され、現在では、27.0%と高い変換効率を示す。一方、鉛使用による環境負荷や、大気中での不安定性が課題として挙げられる。この課題解決として、鉛の代わりに 2 つの金属カチオンを用いたダブルペロブスカイト半導体 (DPS) が注目されている。DPS の多くは、間接型の大きいバンドギャップを持ち、太陽電池への応用に向けてはバンドギャップの制御が不可欠である。その方法の 1 つに元素ドーピングがある。我々のグループでは、 $\text{Cs}_2\text{AgBiCl}_6$ 及び $\text{Cs}_2\text{AgInCl}_6$ 単結晶への Cu 添加によるバンドギャップの変調を確認してきた[1,2]。一方、 $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ では、結晶構造に生じる欠陥が光・電子物性に大きな影響を与えることが分かっている[3]。本研究では、いまだ作製例のない Cu 添加 $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ 単結晶の作製及び $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ 単結晶の欠陥状態を調べた。

単結晶試料はすべて水熱合成法により作製した。試料作製時の $\text{AgCl} : \text{CuCl}$ の仕込み値が 1 : (0, 1, 5, 10) の試料をそれぞれ $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6\text{-Cu}$ (0, 1, 5, 10) と表記する。Fig. 1 に単結晶試料の光学顕微鏡写真を示す。粉末 X 線回折 (XRD) 測定から、無添加並びに Cu 添加の試料とも結晶構造は立方晶 $Fm\bar{3}m$ であることを確認した (Fig. 2)。格子定数は Cu の仕込み値が増えると小さくなった。無添加の $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ では、黒色単結晶を加熱することで黄色単結晶が得られた。エネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) や X 線光電子分光法 (XPS) により各元素の価電状態や組成を調べ、黒色単結晶では、Cs に対する Sb の割合が多く、黄色単結晶ではその逆であった。ラマン散乱測定では、 123 cm^{-1} 、 222 cm^{-1} 、 294 cm^{-1} にラマンピークが見られ、黒色単結晶では新たなピークの出現が確認された (Fig. 3)。

講演では、 $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ における欠陥状態やその構造並びに光・電子物性における Cu ドーピング効果について詳細に議論する。

[1] 石川大輔, 他, 第 68 回応用物理学会春季学術講演会, 18p-Z20-6 (2021).

[2] 圓道多起, 他, 第 84 回応用物理学会秋季学術講演会, 22p-C601-6 (2023).

[3] J. Zhou et al., J. Mater. Chem. A, 6, 2346-2352, 2018.

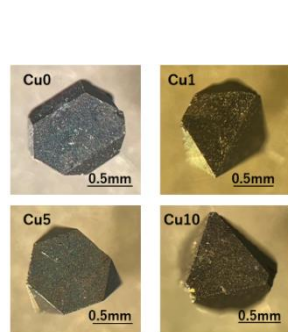


Fig. 1 Images of single crystals of $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6\text{-Cu}$ by an optical microscope.

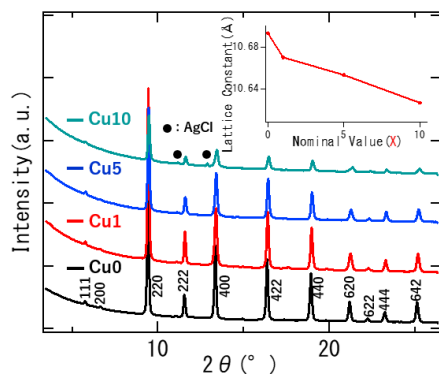


Fig. 2 XRD patterns of $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6\text{-Cu}$.

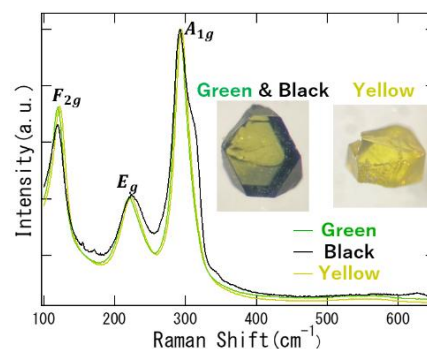


Fig. 3 Raman spectra of $\text{Cs}_2\text{AgSbCl}_6$ (black, green, and yellow crystals).