

# FZ 法を用いた $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 単結晶への Ir 固溶に関する研究

## Ir solubility into $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ single crystals, grown by FZ method

山梨大<sup>1</sup>, 兵庫県立大<sup>2</sup>

°(M2) 藤田 勇真<sup>1</sup>, 長尾 雅則<sup>1</sup>, 丸山 祐樹<sup>1</sup>, 綿打 敏司<sup>1</sup>, 三木 一司<sup>2</sup>, 田中 功<sup>1</sup>

Univ. Yamanashi<sup>1</sup>, Univ. Hyogo<sup>2</sup>,

°Yuma Fujita<sup>1</sup>, Masanori Nagao<sup>1</sup>, Yuki Maruyama<sup>1</sup>, Satoshi Watauchi<sup>1</sup>, Kazushi Miki<sup>2</sup>, Isao Tanaka<sup>1</sup>

E-mail: [g20tz010@yamanashi.ac.jp](mailto:g20tz010@yamanashi.ac.jp)

**緒論:** 酸化ガリウム( $\text{Ga}_2\text{O}_3$ )には $\alpha$ ~ $\epsilon$ の5種類の結晶多形が存在する. 熱的に最安定な $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ は大きなバンドギャップ約4.9 eVを持つこととそれに起因する大きな絶縁破壊電界の推定から, SiCやGaNにつぐ次々世代ワイドギャップ半導体材料として期待されている. これまで, コランダム構造を有する $\alpha$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ では, Irが40 at%以上固溶した $\alpha$ -(Ga,Ir) $_2\text{O}_3$ 混晶薄膜の作製が報告されている.<sup>1)</sup>一方,  $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 単結晶は主にEFG法 (Edge-defined Film-fed Growth method)によって育成されており, この育成法ではIr製のダイが用いられていることから,  $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ に対するIrの固溶量は少ないと考えられるが固溶限界は報告されていない. そこで, 本研究では浮遊帯溶融 (FZ)法によりIr添加した $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 原料棒を用いて単結晶の育成を行い,  $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ に対するIrの固溶限界について調査を行った.

**実験方法:** 原料には $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 粉末(純度99.99%)と $\text{IrO}_2$ 粉末(純度99.9%)を用い,  $(\text{Ga}_{1-x}\text{Ir}_x)_2\text{O}_3$  ( $x = 0.0001-0.01$  (= 0.01-1.0 at%))の仕込み組成となるように秤量した. これらをエタノール中で湿式混合し, 大気中, 700°Cで10時間仮焼成した後, 再び湿式混合を行い, 大気中, 1000°Cで10時間本焼成した. これをゴムチューブに円柱状になるよう詰めた後, 冷間等方加圧 (300 MPa) によって直径約10 mmの棒状に加圧・成型し, 大気中, 1450°Cで10時間焼結を行うことで原料棒を作製した. FZ法による単結晶育成には赤外線集光加熱式単結晶育成装置を用いた. 上下シャフトに原料棒を取り付け, 結晶育成速度は5 mm/h, 雰囲気は合成空気 ( $\text{O}_2$ : 21 vol%,  $\text{N}_2$ : 79 vol%) 1気圧中で単結晶育成を行った. 育成した結晶は, 切断・研磨後, 走査電子顕微鏡(SEM)およびエネルギー分散X線分光 (EDS) による観察と面分析から, 異相の有無を調べた.

**実験結果:** Irの仕込み組成が0.1 at%の原料棒を用いて育成した結晶の断面SEM像をFig. 1に示す. 水色の丸で囲んだ箇所には10  $\mu\text{m}$ 程度の点状の異相が確認された. 異相の大きさや数は, 育成初期部および終端部においても大

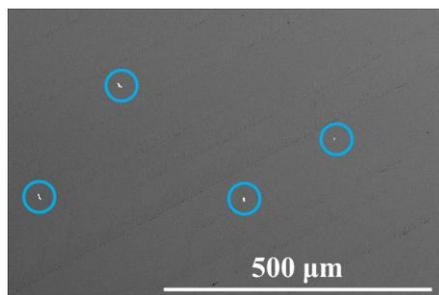


Fig. 1. Ir : 0.1 at%の原料棒を用いて育成した結晶の断面SEM像

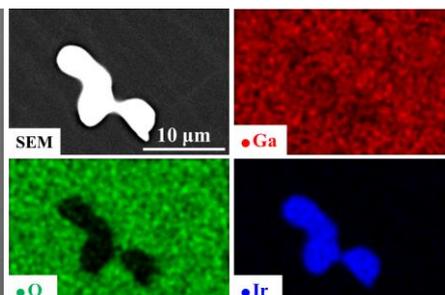


Fig. 2. Ir : 0.1 at%の原料棒を用いて育成した結晶の異相部分の面分析

きな違いは見られなかった. Fig. 2に示すEDSによる異相の各元素の面分析の結果から, 異相部分はIrが単体で析出しているものと考えられる. しかし, GaとIrの特性X線のエネルギー値が近いこと, これらを定量分析ができる程度に分離できず異相の組成を明かにすることができなかった. 原料棒中のIrの仕込み組成を0.03 at%に減らすと, 育成結晶中には異相が確認されなくなった (Fig. 3). これらの結果から, Irの仕込み組成が0.03 at%以下において, 異相の無い $\beta$ - $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 単結晶が得られることが明らかになった.

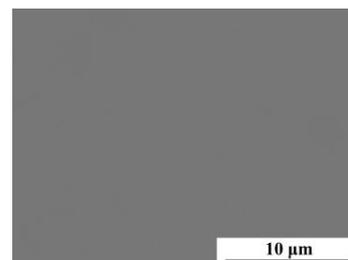


Fig. 3. Ir : 0.03 at%の原料棒を用いて育成した結晶の断面SEM像

1) K. Kaneko et al., *Appl. Phys. Lett.* **118** (2021) 102104.