多層極性反転 AIN の傾斜面 KOH エッチングによる極性判定

【概要】AIN は深紫外~赤外波長の広帯域で動作する波長変換材料として有望である[1]。スパッタアニール法により多層極性反転 AIN が実現されており、横モード位相整合波長変換デバイスへの応用が検討されてきた[2]。極性の判定方法として水酸化カリウム(KOH)エッチング法や透過電子顕微鏡-収束電子回折法(TEM-CBED)・高角環状暗視野-走査型透過電子顕微鏡法(HAADF-STEM)が一般に用いられている。前者は簡易だが膜表面の極性判定に限定され、後者は各層の極性を判定できるが断面 TEM 試料を加工する必要があった。本研究では、この中間に位置する手法として傾斜面 KOH エッチング法を提案する。集束イオンビーム(FIB)によるエッチングでc面から傾斜した面を形成し、KOH 処理後に走査型電子線顕微鏡(SEM)観察することでエッチングの有無により極性を判定できる。

【結果と考察】c 面サファイア基板上に 6N Al ターゲットによりチャンバ圧力 1×10⁻¹ Pa で 300 nm 厚の AIN をスパッタし、1700 °C 3 時間の対面式アニール(FFA)を施した。その上 に 3N AIN ターゲットを使用してチャンバ圧力 2×10-1 Pa で 50 nm 厚、5×10-2 Pa で 250 nm 厚 のAINをスパッタし、FFAを施した。同処理を繰り返し、4層極性反転AINを作製した(Fig. 1(a))。2×10⁻¹ Pa で成膜する目的は、不純物濃度を増加させて確実に極性反転させるためで ある[3]。さらに試料表面に保護膜として SiO₂/Ti/Pt=600/10/400 nm を堆積した。集束イオン ビームによるエッチングで 38°の傾斜面を形成した後の (SEM) 上面像及び同位置の断面模 式図を Fig. 1(b)に示す。微かだがコントラスト差のある 4 層の AIN が積層していることがわ かる。続いて、48% KOH 水溶液に室温で 60 秒間浸漬した後の SEM 上面像及び同位置の断 面模式図を Fig. 1(c)に示す。4層のうち基板側から第1、3層はエッチングが進み 60°および 63°の斜面を形成していた。これらの角度は(1-10-1)の 61.6°に一致することから、エッチン グが(1-10-1)で停止したと考えられる。一方で第2、4層はエッチングが進まず38°斜面を維 持していた。したがって第 1、3 層は N 極性、第 2、4 層は Al 極性と判定できる。各層の膜 厚は第1層から順に379 nm、320 nm、391 nm、284 nm と測長できた。これらの膜厚はAl お よび AIN ターゲットによる設計膜厚と概ね一致する。N極性層が AI極性層よりも厚いのは、 AIN ターゲット成膜で数十 nm 厚の N 極性層が堆積されてから Al 極性に極性反転したため だと考えられる。以上の結果から、提案手法は多層極性反転 AIN の極性判定に利用できる ことが示された。

【参考文献】[1] A. Bruch, et al., APL **113**, 131102 (2018), [2] K. Shojiki et al., JCG **574**, 126309 (2021), [3] K. Uesugi et al., Coating **11**, 956 (2021).

【謝辞】本研究の一部は、文部科学省「地域イノベーション・エコシステム形成プログラム」、JSPS 科研費(16H06415, 16H06423, 19K15045)の支援により行われた。

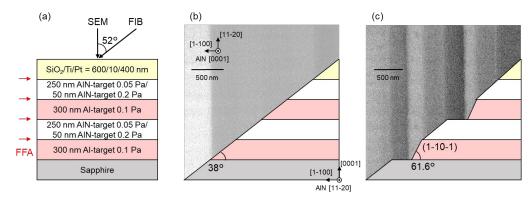


Fig. 1. (a) Schematic diagram of fabricated multilayer polarity inverted AlN, SEM images and schematic diagrams of inclined planes (b) before and (c) after KOH treatment.