

Wed. Nov 3, 2021

Room D

Surface Engineering/Thin Film/Semiconductor/Magnetic, Electronic, and Photonic devices/Electronic Material Processing(SE/TF/EMP/MI/MS)

[1Dp01-13] TF/SE/EMP/MI/MS

Chair:

1:30 PM - 4:45 PM Room D (Kotohira)

[1Dp01S] Effects of a SrO buffer layer and in-situ post-annealing on the quality of EuO epitaxial thin films on SrTiO₃ substrates

*Yoshihito Sano¹, Kenichi Kaminaga¹, Shingo Maruyama¹, Yuji Matsumoto¹ (1. Tohoku Univ.)

1:30 PM - 1:45 PM

[1Dp02] Metal-insulator transition in hydrogenated NdNiO₃

*Ikuya Matsuzawa¹, Takahiro Ozawa¹, Yusuke Nishiya¹, Umar Sidik², Azusa Hattori², Hidekazu Tanaka², Katsuyuki Fukutani^{1,3} (1. The University of Tokyo, 2. Osaka University, 3. Japan Atomic Energy Agency)

1:45 PM - 2:00 PM

[1Dp03] Synthesis and Characterization of Metal Oxide Thin Films

towards Novel Device Functionality

*Kohei Fujiwara¹ (1. IMR, Tohoku University)

2:00 PM - 2:30 PM

[1Dp05] Spin-orbit interaction engineering in nanowire

*keiko takase¹ (1. NTT Basic Research Laboratories, NTT Corporation)

2:30 PM - 3:00 PM

[その他] Break time

3:00 PM - 3:15 PM

[1Dp08] VO₂ thin film growth on polyimide sheet and electrical properties after peeling

*kuno okimura¹, Yuta Miyatake², Toshihiro Nakanishi³ (1. Faculty of Engineering, Tokai University, 2. Graduate School of Engineering, Tokai University, 3. Graduate School of Engineering, Kyoto University)

3:15 PM - 3:30 PM

[1Dp09S] Growth of Oxygen vacancy stabilized zirconia thin films by reactive HiPIMS

*Naoto Saito¹, Adriano Panepinto², Stephanos Konstantinidis², Ming Yang¹, Tetsuhide Shimizu¹

(1. Tokyo metropolitan university, 2. University of Mons)

3:30 PM - 3:45 PM

[1Dp10] Mass production technology of PbZrTiO₃ by sputtering method for piezoelectric MEMS devices

*Hiroki Kobayashi¹, Kouhei Matsuoka¹, Tatsurou Tsuyuki¹, Isao Kimura¹, Takehito Jimbo¹ (1. ULVAC Inc.)

3:45 PM - 4:15 PM

[1Dp12] Dependence of crystal orientation of hafnium nitride thin film on substrate position in rf magnetron sputter deposition

*Tomoaki Osumi¹, Yasuhito Gotoh¹ (1. Graduate School of Engineering, Kyoto University)

4:15 PM - 4:30 PM

[1Dp13] Formation of a mound-shaped structure in Ag thin films deposited by direct current sputtering

*Eiji Kusano¹ (1. Kanazawa Institute of Technology)

4:30 PM - 4:45 PM

Thu. Nov 4, 2021

Room C

Surface Engineering/Thin Film/Semiconductor/Magnetic, Electronic, and Photonic devices/Electronic Material Processing(SE/TF/EMP/MI/MS)

[2Ca07-13] TF/SE/EMP/MI/MS

Chair:

10:00 AM - 12:00 PM Room C (Takamatsu)

[2Ca07R] Analysis of vibrational states of H in Pd nanofilm by inelastic neutron scattering

*Takahiro Ozawa¹, Maiko Kofu², Mitsutaka Nakamura², Kazuki Iida³, Toshiya Otomo⁴, Osamu Yamamuro⁵, Ryota Shimizu⁶, Taro Hitosugi⁶, Katsuyuki Fukutani^{1,7} (1. Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, 2. J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency, 3. Neutron Science and Technology Center, Comprehensive Research Organization for Science and Society, 4. Institute of Materials Structure Science, High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 5. Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo, 6. School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology, 7. Advanced Science Research center, Japan Atomic

Energy Agency)

10:00 AM - 10:15 AM

[2Ca08] Low damage Radical oxidation of Gold
Nanoparticle Plasmon

*Kazuyasu Watanabe¹, Takeshi Kitajima¹, Toshiki
Nakano¹ (1. National Defense Academy)

10:15 AM - 10:30 AM

[2Ca09Y] Low temperature deposition of *c*-axis
oriented gallium nitride films using high-
density convergent plasma sputtering device

*Taisei Motomura¹, Tatsuo Tabaru¹, Masato
Uehara¹ (1. Sensing System Research Center,
National Institute of Advanced Industrial Science
and Technology)

10:30 AM - 10:45 AM

[2Ca10S] Characterization of mist chemical vapor
deposited Al₂O₃ thin films and its
applications in GaN-based MIS-HEMTs

*Tomohiro Motoyama¹, Ali Baratov², Rui Shan Low²,
Shun Urano², Yusui Nakamura³, Masaaki Kuzuhara⁴,
Joel T. Asubar², Zenji Yatabe³ (1. Graduate School
of Science and Technology, Kumamoto University,
2. Graduate School of Engineering, University of
Fukui, 3. Faculty of Advanced Science and
Technology, Kumamoto University, 4. School of
Engineering, Kwansei Gakuin University)

10:45 AM - 11:00 AM

[その他] Break time

11:00 AM - 11:15 AM

[2Ca12] Modulation of Metal-Insulator Transition
Properties in the strain-controlled VO₂ micro
sample

*Ai I. Osaka¹, Rui Li¹, Liliang N. Pamasi², Ken
Hattori², Hidekazu Tanaka¹, Azusa N. Hattori¹ (1.
SANKEN, Osaka University, 2. Graduate School of
Science and Technology, NAIST)

11:15 AM - 11:30 AM

[2Ca13] Creation of single photon source/spin defect
in SiC toward quantum applications

*Takeshi Ohshima¹ (1. National Institutes for
Quantum Science and Technology)

11:30 AM - 12:00 PM

[1Dp01-13] TF/SE/EMP/MI/MS

Chair:

Wed. Nov 3, 2021 1:30 PM - 4:45 PM Room D (Kotohira)

-
- [1Dp01S] Effects of a SrO buffer layer and in-situ post-annealing on the quality of EuO epitaxial thin films on SrTiO₃ substrates
 *Yoshihito Sano¹, Kenichi Kaminaga¹, Shingo Maruyama¹, Yuji Matsumoto¹ (1. Tohoku Univ.)
 1:30 PM - 1:45 PM
- [1Dp02] Metal-insulator transition in hydrogenated NdNiO₃
 *Ikuya Matsuzawa¹, Takahiro Ozawa¹, Yusuke Nishiya¹, Umar Sidik², Azusa Hattori², Hidekazu Tanaka², Katsuyuki Fukutani^{1,3} (1. The University of Tokyo, 2. Osaka University, 3. Japan Atomic Energy Agency)
 1:45 PM - 2:00 PM
- [1Dp03] Synthesis and Characterization of Metal Oxide Thin Films towards Novel Device Functionality
 *Kohei Fujiwara¹ (1. IMR, Tohoku University)
 2:00 PM - 2:30 PM
- [1Dp05] Spin-orbit interaction engineering in nanowire
 *keiko takase¹ (1. NTT Basic Research Laboratories, NTT Corporation)
 2:30 PM - 3:00 PM
- [その他] Break time
 3:00 PM - 3:15 PM
- [1Dp08] VO₂ thin film growth on polyimide sheet and electrical properties after peeling
 *kuno okimura¹, Yuta Miyatake², Toshihiro Nakanishi³ (1. Faculty of Engineering, Tokai University, 2. Graduate School of Engineering, Tokai University, 3. Graduate School of Engineering, Kyoto University)
 3:15 PM - 3:30 PM
- [1Dp09S] Growth of Oxygen vacancy stabilized zirconia thin films by reactive HiPIMS
 *Naoto Saito¹, Adriano Panepinto², Stephanos Konstantinidis², Ming Yang¹, Tetsuhide Shimizu¹ (1. Tokyo metropolitan university, 2. University of Mons)
 3:30 PM - 3:45 PM
- [1Dp10] Mass production technology of PbZrTiO₃ by sputtering method for piezoelectric MEMS devices
 *Hiroki Kobayashi¹, Kouhei Matsuoka¹, Tatsurou Tsuyuki¹, Isao Kimura¹, Takehito Jimbo¹ (1. ULVAC Inc.)
 3:45 PM - 4:15 PM
- [1Dp12] Dependence of crystal orientation of hafnium nitride thin film on substrate position in rf magnetron sputter deposition
 *Tomoaki Osumi¹, Yasuhito Gotoh¹ (1. Graduate School of Engineering, Kyoto University)
 4:15 PM - 4:30 PM

[1Dp13] Formation of a mound-shaped structure in Ag thin films deposited by direct current sputtering

*Eiji Kusano¹ (1. Kanazawa Institute of Technology)

4:30 PM - 4:45 PM

SrTiO₃ 基板上への EuO 薄膜作製における SrO バッファ層と真空ポストアニールの効果

○佐野 義人, 神永 健一, 丸山 伸伍, 松本 祐司

東北大学大学院工学研究科

Effects of a SrO buffer layer and *in-situ* post-annealing on the quality of EuO epitaxial thin films on SrTiO₃ substrates

○Yoshihito Sano, Kenichi Kaminaga, Shingo Maruyama, Yuji Matsumoto

Tohoku Univ.

1. 諸言

強磁性半導体の EuO は、次世代スピントロニクス材料として期待されるものの、酸素や水との反応性が高く、劣化しやすいという欠点を有する。そのため、大気暴露下での物性測定が困難であり、半導体特性については未解明な部分が多い。特に、EuO の電気化学測定による半導体特性の報告例はない。一方、当研究室が開発した、イオン液体を電解質とする薄膜試料の作製から電気化学測定までを真空一貫で行なうことが可能な装置[1]を用いることで、大気に暴露することなく EuO 薄膜の電気化学測定が可能となる。本研究では EuO 薄膜作製にあたり、導電性を有する Nb ドープ SrTiO₃(Nb:STO) 単結晶基板を採用している。しかし、これまでは、基板加熱に伴い STO 基板界面から膜中への酸素熱拡散が EuO 薄膜の高品質化を阻んでいた[2]。そこで本研究では、STO 基板上への EuO 薄膜作製における SrO バッファ層の導入および真空ポストアニールの効果について調査したので報告する。

2. 実験方法

表面清浄化処理を行なった 0.05 wt% Nb:STO(100)単結晶基板上に、パルスレーザー堆積法によって SrO バッファ層を 500℃、酸素分圧 5×10^{-6} Torr で堆積後、EuO 膜を 375℃、酸素分圧 5×10^{-8} Torr で堆積したものを試料 A とする。また、試料 A と同様の条件で EuO 膜を SrO バッファ層上および直接基板上に作製し、真空チャンバーのベース圧力 (2×10^{-8} Torr) において 375℃で 30 min のポストアニールを行ったものを、それぞれ試料 B, C とする。製膜後は試料表面にアルミナキャップ層を堆積し、真空チャンバーから試料を取り出し、X 線回折(XRD)による解析を行なった。

3. 結果と考察

各試料の XRD パターンを Fig.1(a)に示す。また、各試料の XRD ピークより算出した *c* 軸長と EuO 002 回折ピークのロッキングカーブの半値幅を Fig.1(b)に示す。試料 B は *c* 軸長が文献値(5.141 Å)[3]と一致し、ロッキングカーブの半値幅は STO 基板上の EuO 薄膜の最小の文献値(1.1°)[4]を大幅に下回る 0.6°であったことから、化学量論的組成の高品質な単結晶薄膜であることがわかる。この結果から、SrO バッファ層を導入することで、真空ポストアニールの際に Nb:STO 基板から EuO 層への酸素拡散が抑制され、良質な EuO 薄膜が得られたものと推察される。当日は、各試料の磁化測定や電気化学測定の結果についても報告する。

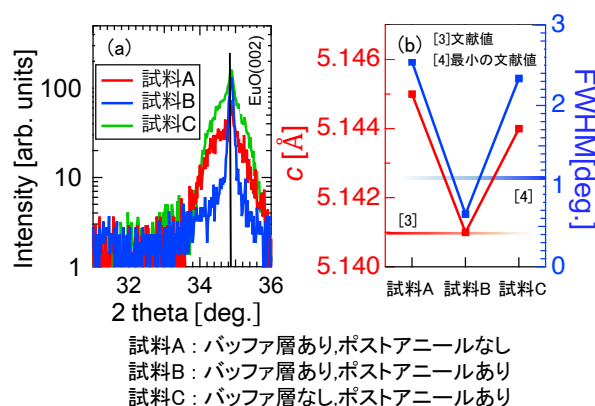


Fig.1: (a)各試料の XRD パターン.

(b)各試料の *c* 軸長およびロッキングカーブの半値幅.

文 献

- [1] S. Takata, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **110**, 103513 (2011).
- [2] W. Guo, *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **124**, 235301 (2018).
- [3] B. T. Matthias, *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **7**, 160-161 (1961).
- [4] P. Lomker, *et al.*, *Phys. Rev. Lett.* **3**, 061401 (2019).

【謝辞】本研究は、JSPS 科研費 19K15440, 20H02610 の助成を受けたものです。

*E-mail: yoshihito.sano.t1@dc.tohoku.ac.jp

NdNiO₃ の水素化による金属絶縁体転移○松澤郁也^{1*}, 小澤孝拓¹, 西谷侑将¹, Umar Sidik², 服部梓², 田中秀和², 福谷克之^{1,3}¹ 東京大学生産技術研究所, ² 大阪大学産業科学研究所, ³ 日本原子力研究開発機構Metal-insulator transition in hydrogenated NdNiO₃○Ikuya Matsuzawa^{1*}, Takahiro Ozawa¹, Yusuke Nishiya¹, Umar Sidik², Azusa Hattori², Hidekazu Tanaka² and Katsuyuki Fukutani^{1,3}¹The University of Tokyo, ²Osaka University, ³Japan Atomic Energy Agency

1. はじめに

希土類を R として、ペロブスカイト RNiO₃ は、温度変化により金属絶縁体転移を示します(1)。一方、最近の研究では、SmNiO₃ (SNO) の電気抵抗は、水素ドーピングにより室温で大幅に上昇することが示されています(2)。ただし、その水素誘発金属絶縁体転移のメカニズムはよく理解されていません。私達の研究の目的は、水素濃度と電子構造の関係を実験的に測定することにより、RNiO₃における水素誘起金属絶縁体転移のメカニズムを解明することです。

基板に厚さ 100nm 程度の NdNiO₃ の薄膜を作製し水素化の前に、フィルムが温度の低下とともに金属絶縁体転移を示したことを確認しました。水素化によるサンプルの電気抵抗の変化を測定し、その後核反応分析(NRA)を使用して、サンプル中の水素濃度を測定しました。

Fig. 1 に、NdNiO₃ 膜の電気抵抗と水素濃度 (NdNiO₃H_x) の関係を示します。水素濃度が増加すると、電気抵抗は $x = 0.4$ までは大幅に増加し、続いて $x = 0.4 \sim 0.9$ で平坦になりました。この抵抗の増加は、水素化によって NdNiO₃ 膜の金属絶縁体転移を引き起こされたことを示しています。 $x=0.4$ までの抵抗の急激な増加は、サンプルの水素ドーピングによって引き起こされた絶縁体相のパーコレーションを示していると考えられます。 x の関数としての抵抗の振る舞いから、金属絶縁体転移は $x \sim 0.5$ で一回完了すると考えられます。この時、Fig. 2 に示すように水素化によって Ni が電子ドーピングされて Mott 絶縁体となっていると予想されます。

- 1) J. B. Torrance et al., Phys. Rev. B (1992)
- 2) Jian Shi et al Nat Commun 5, 4860 (2014)

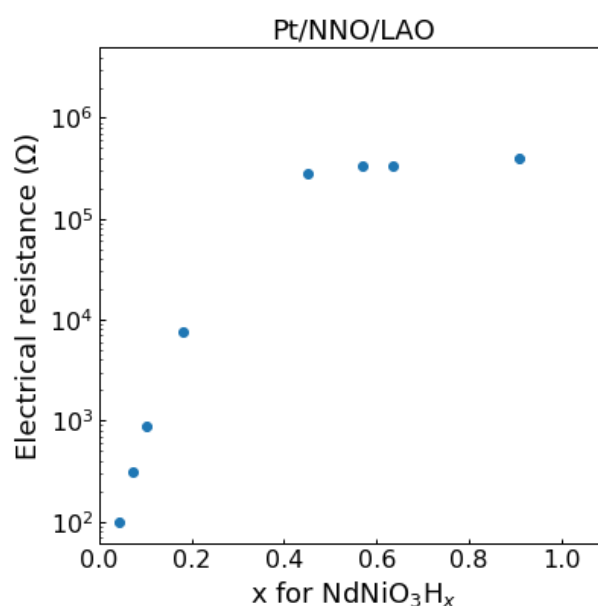


Fig. 1. NdNiO₃ 薄膜の電気抵抗と NRA によって得られた水素濃度の関係

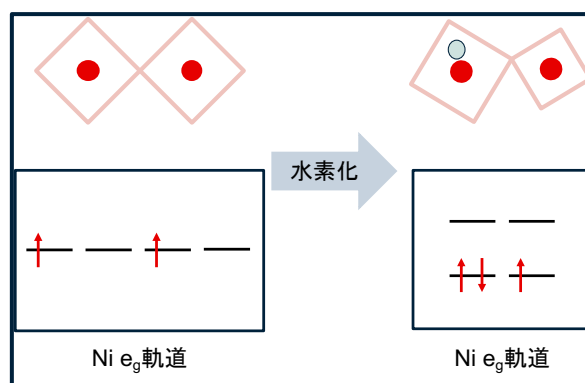


Fig. 2. 水素化前後での電子状態の変化

*E-mail: matsuzawa-ikuya447@g.ecc.u-tokyo.ac.jp

新奇デバイス機能の実現に向けた金属酸化物の薄膜化研究

○藤原 宏平¹

¹ 東北大学金属材料研究所

Synthesis and Characterization of Metal Oxide Thin Films towards Novel Device Functionality

○Kohei Fujiwara¹

¹IMR, Tohoku University

1. はじめに

次世代エレクトロニクスの担い手として、多彩な電子機能（半導体特性、磁性、誘電性、超伝導など）を示す金属酸化物が囑望されている。新奇デバイス機能の検証および素子化・応用展開に向けた試料作製技術の確立を目指す上で、結晶方位が良く規定・制御され、かつ、急峻な界面を有する高品質薄膜の合成は欠かせない。本講演では、各種真空成膜プロセス（パルスレーザー堆積法、スパッタリング法、分子線エピタキシー法）を用いた酸化物薄膜の合成例に加え、新奇デバイス機能現象を評価・検証した結果を紹介する。

2. 実験結果

電子・磁気・新奇デバイス機能に関する下記研究成果を中心に、放射光を用いた電子状態解析の結果についても紹介したい。

A) スズ系ワイドギャップ酸化物半導体のトランジスタ機能

ペロブスカイト型 BaSnO_3 ^{1,2)}、 LiNbO_3 型 ZnSnO_3 ^{3,4)}

B) 電荷秩序系酸化物の薄膜合成と電流スイッチング機能の検証

層状希土類鉄酸化物 RFe_2O_4 ^{5,6)}

C) 電気化学デバイス構造を用いたフェライト磁性体の磁気特性制御

スピネル型 $(\text{Zn,Fe})_3\text{O}_4$ ^{7,8)}

D) スピントロニクスデバイス候補物質の提唱と電荷・スピン変換機能の実証

ルチル型 IrO_2 ⁹⁾, MoO_2 , WO_2 ¹⁰⁾

E) 真空成膜プロセスを駆使した薄膜新物質の合成と物性評価

コランダム型 $(\text{Cr,Ru})_2\text{O}_3$ ¹¹⁾、イルメナイト型超格子¹²⁾

文 献

- 1) K. Fujiwara *et al.*, *AIP Adv.* **6**, 085014 (2016).
- 2) K. Fujiwara *et al.*, *Appl. Phys. Lett.* **110**, 203503 (2017).
- 3) H. Minato, K. Fujiwara *et al.*, *AIP Adv.* **8**, 055327 (2018).
- 4) K. Fujiwara *et al.*, *APL Mater.* **7**, 022505 (2019).
- 5) K. Fujiwara *et al.*, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **46**, 155108 (2013).
- 6) K. Fujiwara *et al.*, *Appl. Phys. Express* **14**, 083001 (2021).
- 7) K. Fujiwara *et al.*, *Adv. Mater. Interfaces* **1**, 1300108 (2014).
- 8) T. Ichimura, K. Fujiwara *et al.*, *Sci. Rep.* **4**, 5818 (2014).
- 9) K. Fujiwara *et al.*, *Nat. Commun.* **4**, 2893 (2013).
- 10) K. Fujiwara *et al.*, *J. Appl. Phys.* **125**, 085301 (2019).
- 11) K. Fujiwara *et al.*, *Chem. Mater.* **32**, 5272 (2020).
- 12) K. Miura, K. Fujiwara *et al.*, *Commun. Mater.* **1**, 55 (2020).

*E-mail: kohei.fujiwara@tohoku.ac.jp

ナノワイヤを用いたスピン軌道相互作用エンジニアリング

○高瀬 恵子^{1*}¹NTT 物性科学基礎研究所 量子科学イノベーション研究部 量子固体物性研究グループ

Spin-orbit interaction engineering in nanowire

○Keiko Takase^{1*}¹ Quantum Solid State Physics Research Group, Physical Science Laboratory,
NTT Basic Research Laboratories, NTT Corporation

スピン軌道相互作用 (SOI) は電子スピンと電子の軌道角運動量を結合させる量子相対論的效果であり、III-V 属半導体ではその効果が大きいことが知られている。SOI を電氣的に制御してスピン回転やスピン反転を引き起こすことは、スピン FET やスピン量子ビット、さらに最近ではマヨラナ束縛状態を利用したトポロジカル量子コンピュータへの応用の点で注目されている。本講演では、III-V 属半導体ナノワイヤから作製した電界効果トランジスタにおいて、ラッシュバ型スピン軌道相互作用を低ゲート電圧で非常に大きく制御することに成功した我々の研究[1) - 4)]について発表し、さらに新規構造素子についても紹介する。これらは、将来的には低消費電力スピン FET の実現に貢献すると期待される。また、関連して、量子ドット構造においても SOI が非常に重要な役割を果たすことがショットノイズ測定 (電流揺らぎ測定) からわかることも紹介する予定である。

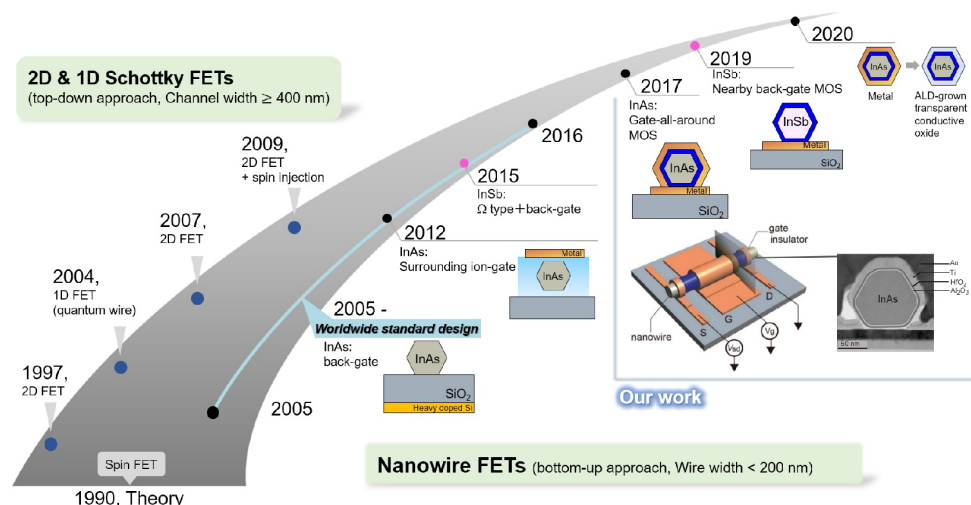


Fig. 1. スピン軌道相互作用の電界制御における研究の歴史。2017 年以降は我々の研究成果である[4)参照]。

文 献

- 1) K. Takase et al., Sci. Rep. **7**, 930 (2017)., 高瀬恵子、佐々木智 : 応用物理 **87**, 678 (2018).
- 2) K. Takase et al., Appl. Phys. Express **12**, 117002 (2019). (Open access)
- 3) K. Takase et al., Appl. Phys. Lett. **119** 013102 (2021). (Editor's Pick)
- 4) 高瀬恵子 et al., : 表面と真空 **64**, 118, (2021)、日本女性科学者の会学術誌, **21**, 30, (2021).
- 5) K. Takase et al., arXiv:2107.13928.

*E-mail: keiko.takase.wa@hco.ntt.co.jp

3:00 PM - 3:15 PM (Wed. Nov 3, 2021 1:30 PM - 4:45 PM Room D)

[その他] Break time

ポリイミド上へのVO₂薄膜成長と剥離後の電気的特性評価

○沖村 邦雄^{1*}, 宮武 佑多², 中西 俊博³

¹東海大工, ²東海大院工, ³京大院工

VO₂ thin film growth on polyimide sheet and electrical properties after peeling

○Kunio Okimura¹, Yuta Miyatake² and Toshihiro Nakanishi³

○¹ School of Engineering, Tokai Univ. ² Graduate School of Engineering, Tokai Univ.

³ Graduate School of Engineering, Kyoto Univ.

1. はじめに

フレキシブルな基板上へ各種の機能性薄膜を堆積することは、柔軟なセンサー応用や膜への巨大な応力印加による物性研究などの可能性を有することから実現が期待される技術である。二酸化バナジウム(VO₂)は結晶構造転移に伴い比較的低温の68°C程度で数桁の電気抵抗変化、即ち絶縁体-金属転移(Insulator-Metal Transition: IMT)を示す。この抵抗変化はVO₂結晶のV-V鎖(C_R軸長)の格子長によって変化することから、単結晶基板へエピタキシャル成長したVO₂のC_R軸長の伸縮に伴う転移温度の大きな変化が知られている。[1] 本研究では石英及びガラス板上へ成長させたポリイミド膜(厚さ10 μm程度)上へVO₂結晶薄膜を堆積し、ポリイミド膜の剥離前後におけるVO₂の電気特性について調べた。VO₂結晶の成長促進のためにバッファ層としてZnOを導入した。[2]

2. 実験方法

実験は初めにポリイミド膜を合成石英及びガラス基板(20×20 mm²)上へスピンコート法で堆積した。ポリイミド原液をスピンコートした後、段階的な熱処理を行い10 μm厚程度のポリイミド膜を作製した。続いて反応性スパッタ法によりZnOバッファ層を堆積した。ZnO膜は厚さ500 nm程度であり、X線回折によりc軸配向していることを確認した。C軸配向ZnOの六方晶は122°のβ角を有するVO₂のa-c面に整合するためb軸配向成長し易い。[3] 最後に反応性スパッタ法を用いてVO₂薄膜作製を行った。尚、ZnOの熱拡散による組成変化を防ぐために、低温結晶成長に適する基板バイアス印加法を適用した。VO₂成膜は、基板温度260°C、全圧0.5 Pa、O₂流量1.0 sccm、RF電力200 W、基板バイアス電力25 Wで実施した。40分間の堆積時間ではVO₂膜厚は200 nm程度であった。

3. 実験結果と検討

ZnO/polyimide/quartz上に成膜したVO₂薄膜のXRDより、ZnO上ではVO₂(020)ピークが見られ、ZnOバッファ効果によりb軸配向成長した。基板バイアス効果により260°Cの低温においてVO₂配向成長が実現できた。

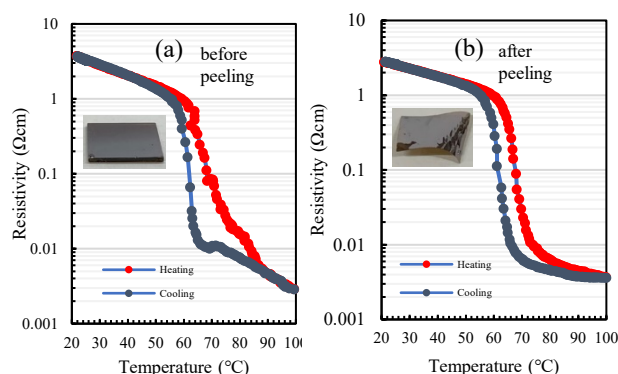


Fig. 1 Resistivity changes against temperature in VO₂/ZnO/polyimide/quartz (a), and VO₂/ZnO/polyimide (b). Inset pictures show appearance of samples.

VO₂/ZnO/polyimide/quartzに対して、石英基板から剥離前(a)と剥離後(b)の抵抗率-温度(p-T)特性を測定した結果をFig. 1に示す。剥離前(a)及び剥離後(b)ともに2.5桁程度のIMTを示した。剥離後のp-T特性は滑らかであり、基板からのストレスが解放されたことに起因する可能性がある。本構造はフレキシブルな構造を生かしてセンサーやアクチュエータへの応用が期待できる。発表では、剥離後の本薄膜に対する曲げや引張に対する抵抗変化についても議論する。

文 献

- [1] Y. Muraoka and Z. Hiroi, Appl. Phys. Lett. **80** (2002) 583.
- [2] K. Kato, *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **42** (2003) 6523.
- [3] H. Hoshino *et al.*, Sol. Energy Mater. Sol. Cells **191** (2019) 9.

*E-mail: okimura@tokai.ac.jp

反応性 HiPIMS 法による酸素空孔安定化ジルコニア薄膜の形成

○齋藤 直人¹, Adriano Panepinto², Stephanos Konstantinidis², 楊 明¹, 清水 徹英^{1*}

¹東京都立大学, ²モンズ大学

Growth of oxygen vacancy stabilized zirconia thin films by reactive HiPIMS

○Naoto Saito¹, Adriano Panepinto², Stephanos Konstantinidis², Ming Yang¹ and Tetsuhide Shimizu^{1*}

¹Tokyo metropolitan university, ²University of Mons

1. はじめに

ジルコニアの立方晶を室温で安定させることは、優れた化学安定性や高硬度、卓越した光学特性など様々な特徴を持つジルコニア薄膜を実現させるための重要な研究課題となっている。一方でその室温安定化にジルコニア格子内の酸素欠損濃度が大きな役割を果たすことが明らかにされている^[1]。

これに対して本研究では、非化学両論的なジルコニア薄膜を形成するため、反応性大電力パルススパッタリング (R-HiPIMS) 法によるピーク電流値安定化技術を適用し、その実現可能性を検証した。同手法では、ターゲットに流れるパルス電流波形をモニタリングし、そのピーク電流値と酸素分圧の増減の関係性から反応性モードの制御を行うものである^[2]、これにより、高価な分圧モニタリング装置や流量制御装置を用いることなく、パルス電流波形をモニタリングするだけで反応性モード制御が実現されるため、実生産期への適用が期待されている。本研究は、同手法のさらなる汎用性の検証を目的として、ジルコニア膜への酸素空孔導入に対する実現可能性を明らかにすることを研究目的とした。

2. 実験方法

3 インチの Zr ターゲットを用いて、Ar および酸素の混合雰囲気下における反応性 HiPIMS 放電によりジルコニア薄膜を形成した。ピーク電流値制御における制御値として、設定電流 30, 40, 50 A の 3 条件でフィードバック制御を行い、30 min の成膜を実施した。形成したジルコニア薄膜の結晶相を評価するため、微小角入射 X 線回折 (GI-XRD) による評価を行った。

3. 結果および考察

Fig.1 に取得した X 線回折パターンを示す。

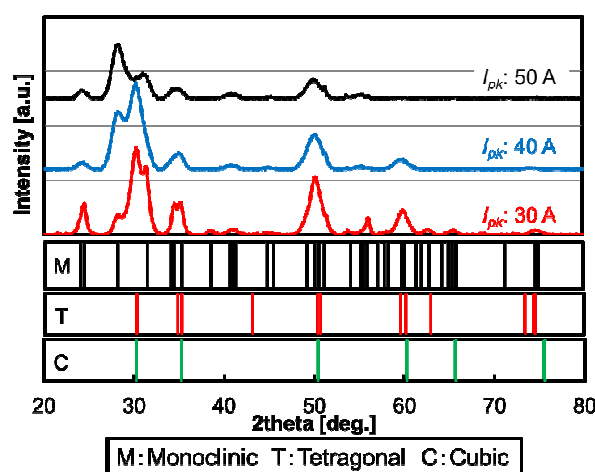


Fig. 1. GI-XRD による X 線回折パターン

化合物モードでの薄膜形成が想定されるピーク電流値 50 A の条件では、単斜晶単相膜が形成されているのに対して、遷移領域での薄膜成長が期待される 30, 40 A のピーク電流値制御下では、正方晶および立方晶由来の結晶ピークが確認された。ピーク電流値制御による遷移領域制御下での成膜の実現により、膜中の酸素欠損が導入されたことが、室温下における結晶相変態に寄与したものと推察できる。

4. 結言

本研究では、酸素空孔安定化立方晶ジルコニア膜の形成に向けた R-HiPIMS 法におけるピーク電流値制御技術の適用可能性を検証した。その結果、遷移領域下での成膜の実現により、室温安定相の単斜晶ではない結晶相が出現することを明らかにした。

文 献

- 1) Mohsin. R: Scripta Materialia, **124**, 26(2016)
- 2) Shimizu. T: J. Phys. D, **49** (2016) 065202

*E-mail: simizu-tetuhide@tmu.ac.jp

圧電 MEMS デバイス向け PbZrTiO₃ スパッタ 量産化技術

○小林宏樹^{1*}, 松岡耕平¹, 露木達朗¹, 木村勲¹, 神保武人¹

¹株式会社アルバック

Mass production technology of PbZrTiO₃ by sputtering method for piezoelectric MEMS devices

○Hiroki Kobayashi^{1*}, Kouhei Matsuoka¹, Tatsurou Tsuyuki¹, Isao Kimura¹, Takehito Jimbo¹

¹ULVAC Inc.

MEMS (Micro Electro Mechanical System, 微小電気機械システム) 技術は、各種基板上に電子回路と微小機械構造を集積させたデバイスである。その組み合わせによって様々な機能を発現するものであり、スマートフォン、自動車、(産業用) ロボットなど、近年の社会インフラを支える必要不可欠な技術となっている。これら技術の進展に伴い、高性能・高付加価値デバイスとしての MEMS への期待がますます高まってきている。特に Si を基板、構造部材として、ドライエッチングなどの微細加工技術を用いて作製される Si-MEMS は CMOS との融合が可能となるため、高性能化、多機能化、低消費電力、小型・軽量化、低コスト化などの同時実現が可能となる。このような背景から、Si-MEMS 上へのジャイロセンサ、マイクロアクチュエータ、インクジェット等を 作りこむための圧電素子の適用を始めとして、その応用範囲は急速な拡大を見せている。筆者らはこれまで MEMS 用に様々な機能性材料薄膜の形成プロセス開発を行ってきたが、本稿では、その中でも特に今後の応用展開が期待される圧電材料の Pb(Zr,Ti)O₃(PZT)について紹介する。

PZT 膜及び上下部電極は全てスパッタリング法で形成され、基板は φ200 mm Si 基板を用いている。スパッタリングターゲットには PbO が 30%過剰添加された PZT (Zr/Ti=52/48)セラミックターゲット(アルバック製)を用いた。また、PZT 膜の成膜速度は 3.8μm/h であった。

一般的に PZT 膜の結晶化温度はスパッタリング法で 600℃ 程度であり、CMOS の耐熱性の観点から、MEMS-PZT と CMOS 混載の課題は PZT の成膜温度を下げることである。PZT 成膜温度として 500℃以下の低温プロセスが必要とされ、従来の PZT 成膜温度では CMOS への搭載は困難であった。筆者らは、下部電極と PZT 間にバッファ層を適用することで、PZT 成膜温度の低減を図れるのではないかと考え、実験を行っ

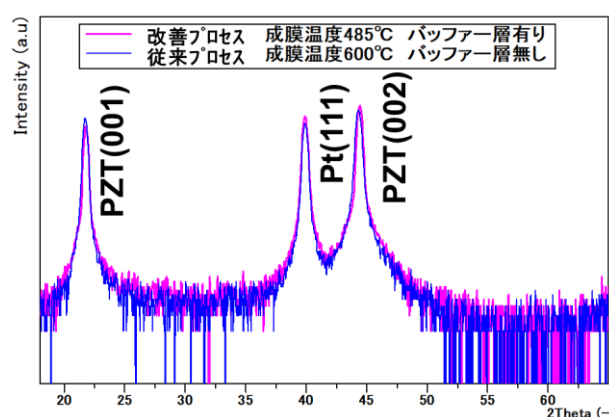


Fig. 1. PZT 膜の XRD 測定結果

た。

図 1 に、従来プロセスと改善プロセスとの結晶配向性の比較を示す。この結果から、成膜温度 485℃においても、パイロクロア相の発生しない、ペロプスカイト単相の PZT 膜を形成できることを確認した。

PZT 膜の電気的特性、圧電特性および量産技術の詳細に関しては当日報告する。

文 献

- 1) 鄒 弘綱 : セラミックス **47**, 760 (2012).
- 2) K. Suu : 4th international workshop on Piezoelectric MEMS, Kobe (2014) I-1.
- 3) S. Fujii, I. Kanno, T. Kanda, and R. Takayama : Jpn. J. Appl. Phys., **36**, 6065 (1997).
- 4) I. Kanno, H. Kotera, and K. Wasa : Sensors and Actuators A, **107**, 68 (2003).
- 5) S. Hiboux, P. Mural, and N. Setter : Proc. MRS Fall Meeting, **596**, 499 (1999).
- 6) K. Suu : 10th International Conference on Materials for Advanced Technologies, Singapore (2019).

*E-mail: hiroki2_kobayashi@ulvac.com

高周波マグネトロンスパッタにより成膜した 窒化ハフニウム薄膜の結晶配向性の成膜時の基板位置依存性

○大住 知暉¹, 後藤 康仁^{1*}

¹ 京都大学大学院工学研究科

Dependence of crystal orientation of hafnium nitride thin film on substrate position in rf magnetron sputter deposition

○Tomoaki Osumi¹ and Yasuhito Gotoh^{1*}

¹Graduate School of Engineering, Kyoto University

1. はじめに

フィールドエミッタアレイ (FEA) は高温や放射線環境下でも安定して動作する電子源として期待される。FEA の陰極材料として化学的な安定性から窒化ハフニウム (HfN) が適していると考えられる¹⁾。これまでに、池田らにより HfN を用いた FEA による能動素子の作製が行われた²⁾。特性をさらに向上させるために、陰極材料である HfN の最適化が必要であると考えられる。成膜条件の最適化を目的として、結晶配向性の異なる HfN 薄膜の成膜を試みた。タングステン薄膜では、基板ホルダ上の基板の位置を変えて、結晶配向性の異なる薄膜を作製できることが報告されている³⁾。HfN 薄膜についても、成膜時の基板位置と結晶配向性の関係を調べたので報告する。

2. 薄膜の作製と評価の方法

HfN ターゲットを用いて高周波マグネトロンスパッタにより HfN 薄膜を作製した。成膜にはアルバック機工 RFS-200 を用いた。成膜条件は高周波電力 80 W, 基板温度 500°C, アルゴン (Ar) 圧力 0.6 Pa ないし 1.2 Pa である。膜厚 400 nm の SiO₂ を表面に形成した Si ウエハを 1 cm 角に切り出したものを基板とした。基板は HfN ターゲットのエロージョンリングにほぼ対向する位置 (位置 b), 位置 b より内側の位置 (位置 a), 位置 b より外側の位置 (位置 c) の 3 箇所に配置した。結晶配向性の評価は京都大学ナノテクノロジーハブ拠点のリガク X 線回折装置 Smart-Lab 9K を用いて, $\theta - 2\theta$ 測定, ロッキングカーブ測定を行った。

3. 結晶配向性の評価

$\theta - 2\theta$ 測定において, NaCl 構造の HfN の (111) 面,

(200) 面, (220) 面からの回折線が強く観測された。基板位置が外側になるにつれて, (200) 面の (111) 面に対する相対強度が小さくなり, (220) 面の (111) 面に対する相対強度が大きくなった。(111), (200), (220) 面からの回折線のロッキングカーブ測定を行った。Fig. 1 に Ar 圧力 1.2 Pa で成膜した HfN 薄膜の (200) の回折線のロッキングカーブを示す。基板位置 a では, 回折線の極大が中央にあるが, 基板位置 c では, 回折線の中央付近が窪んでいる。これから, 基板位置によって結晶配向性が異なることが示唆されている。今後, 異なる成膜条件についても, 結晶配向性と基板位置との依存性を評価する予定である。

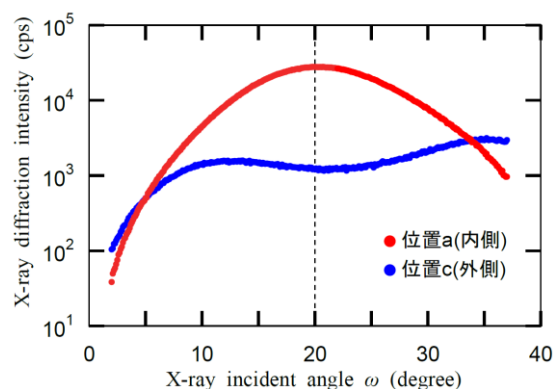


Fig. 1. Ar 圧力 1.2 Pa で成膜した HfN 薄膜の (200) 回折線のロッキングカーブ

謝辞

本研究は科研費 21H01860 の補助を受けた。

文 献

- 1) 後藤, J. Vac. Soc. Jpn, **60**, 55 (2017).
- 2) K. Ikeda et al., JVSTB, **29**, 02B116 (2011).
- 3) H. Fujiwara et al., Proc. ISSP2015, p. 387 (2015).

*E-mail: gotoh.yasuhito.5w@kyoto-u.ac.jp

直流スパッタリング法により堆積された銀薄膜におけるマウンド状構造の形成

○草野 英二*

金沢工業大学高信頼理工学研究センター

Formation of a mound-shaped structure in Ag thin films deposited by direct current sputtering

○Eiji Kusano

Co-creative Research Center of Industrial Science and Technology, Kanazawa Institute of Technology

1. はじめに

スパッタリング法により堆積された薄膜の構造は Structure-Zone-Model(SZM)¹⁾ により説明される。発表者は 4 族金属である Ti, Zr, および Hf に着目し, その物質の融点により規格化された基板温度 (T_{sub}/T_m) により薄膜の構造と物性を整理できることを報告してきた²⁾。しかし, 例えば同じ遷移金属においても 4 族と 11 族金属ではその性質が大きく異なる。そこで, 異なる族においても, 金属薄膜の構造と物性が同様に整理されるかに着目し, 11 族金属である Ag について T_{sub}/T_m と堆積された薄膜の構造との関連を整理した。その結果, 高い基板温度で堆積された Ag 薄膜は, 粒間に空間を持つ表面が平らであるマウンド型構造をとることが明確に示された。この構造はスパッタリング薄膜の構造モデルにおいては示されていない¹⁾。本発表では, Ag 薄膜の構造と物性の関係を示すとともに, 粒間に空間のあるマウンド構造が形成される機構を考察する。

2. 実験方法

薄膜堆積にはロードロック式の高真空マグネトロンスパッタリング装置を用いた。ターゲットは 75mmφ の Ag とした。放電ガスは Ar とし, 圧力を 0.4, 1.2, および 2.0 Pa とした。陰極に直流電力を定電流制御モード(電流: 0.40 A)で印加した。基板は無アルカリガラスとした。成膜中に基板はその背面より抵抗加熱式の Mo ヒータにより加熱された。基板温度は室温-500 °C とした。

膜厚は, 段差計および蛍光 X 線装置(XF)により測定された。薄膜構造は X 線回折(XRD), 表面粗さは走査型電子顕微鏡(SEM)および原子間力顕微鏡(AFM), 電気抵抗率は 4 探針法による表面抵抗測定により評価した。

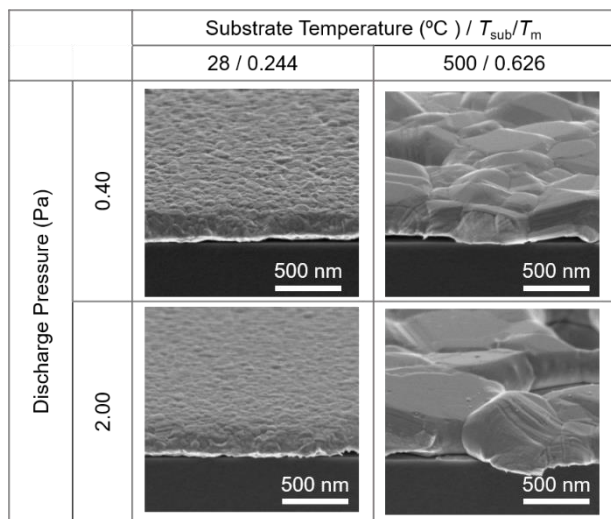


Fig.1 Cross-sectional SEM images of Ag thin films deposited at substrate temperatures of R.T. and 500 °C for discharge pressures of 0.40 and 2.00 Pa.

3. 結果と考察

Fig. 1 に堆積された Ag 薄膜の SEM 写真を示す。室温基板に堆積された薄膜においては微細な粒構造が得られるが, 温度 500 °C ($T_{\text{sub}}/T_m=0.626$) の基板に堆積された薄膜においては上面が平らで, それぞれの粒間に空間のあるマウンド形状の粒構造が得られた。Fig.2 に AFM 像より求められた Ag 薄膜粒の横方向の径を示す。基板温度が高くなるとともに粒径が大きくなり, SEM 結果と一致する。

空間のある粒構造が成長することにより, 相対物質質量/物理膜厚比として求められた相対膜密度が基板温度 500 °C で堆積された薄膜においては室温で堆積された薄膜の相対密度の 6 割程度に低下し, 同時に, 抵抗率が高くなった。また, 堆積された薄膜の応力は, 基板温度とともに圧縮から引張へと変化した。

空間のあるマウンド状構造の形成は Ag の高い表面拡散係数と膜堆積中に蓄積される応力の緩和に相関し, また, 平坦な上面を持つマウンドの発達はマウンド上面における粒拡散に対するエッジ拡散障壁により説明される。

4. おわりに

直流マグネトロンスパッタリング法により Ag 薄膜を堆積し, その微小構造形態を観察した。高い温度の基板に堆積された Ag 薄膜においては, スパッタリング薄膜構造モデル(SZM)においては説明されていなかった粒間に空間のあるマウンド状構造が形成されることを示し, その形成機構を議論した。

文 献

- 1) E. Kusano, Structure-zone modeling of sputter-deposited thin films: a brief review, Appl. Sci. Convergence Technol. **28**, 179-185 (2019).
- 2) E. Kusano, Revisitation of the structure zone model based on the investigation of the structure and properties of Ti, Zr, and Hf thin films deposited at 70–600 °C using DC magnetron sputtering, J. Vac. Sci. Technol. A, **36**, 041506 (2018).

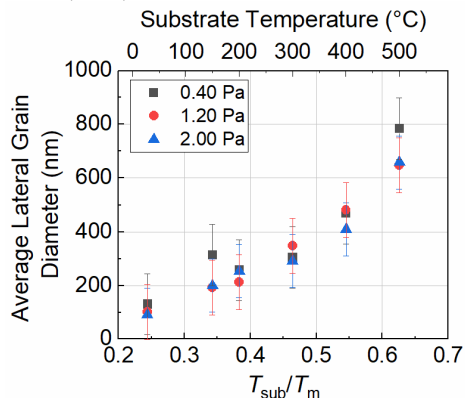


Fig.2 Average lateral grain diameter of the Ag thin films as a function of T_{sub}/T_m . The average lateral grain size was calculated from the number density of particle obtained by AFM measurements.

*E-mail: kusano@neptune.kanazawa-it.ac.jp

[2Ca07-13] TF/SE/EMP/MI/MS

Chair:

Thu. Nov 4, 2021 10:00 AM - 12:00 PM Room C (Takamatsu)

[2Ca07R] Analysis of vibrational states of H in Pd nanofilm by inelastic neutron scattering

*Takahiro Ozawa¹, Maiko Kofu², Mitsutaka Nakamura², Kazuki Iida³, Toshiya Otomo⁴, Osamu Yamamuro⁵, Ryota Shimizu⁶, Taro Hitosugi⁶, Katsuyuki Fukutani^{1,7} (1. Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, 2. J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency, 3. Neutron Science and Technology Center, Comprehensive Research Organization for Science and Society, 4. Institute of Materials Structure Science, High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 5. Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo, 6. School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology, 7. Advanced Science Research center, Japan Atomic Energy Agency)

10:00 AM - 10:15 AM

[2Ca08] Low damage Radical oxidation of Gold Nanoparticle Plasmon

*Kazuyasu Watanabe¹, Takeshi Kitajima¹, Toshiki Nakano¹ (1. National Defense Academy)

10:15 AM - 10:30 AM

[2Ca09Y] Low temperature deposition of c-axis oriented gallium nitride films using high-density convergent plasma sputtering device

*Taisei Motomura¹, Tatsuo Tabaru¹, Masato Uehara¹ (1. Sensing System Research Center, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology)

10:30 AM - 10:45 AM

[2Ca10S] Characterization of mist chemical vapor deposited Al₂O₃ thin films and its applications in GaN-based MIS-HEMTs

*Tomohiro Motoyama¹, Ali Baratov², Rui Shan Low², Shun Urano², Yusui Nakamura³, Masaaki Kuzuhara⁴, Joel T. Asubar², Zenji Yatabe³ (1. Graduate School of Science and Technology, Kumamoto University, 2. Graduate School of Engineering, University of Fukui, 3. Faculty of Advanced Science and Technology, Kumamoto University, 4. School of Engineering, Kwansei Gakuin University)

10:45 AM - 11:00 AM

[その他] Break time

11:00 AM - 11:15 AM

[2Ca12] Modulation of Metal-Insulator Transition Properties in the strain-controlled VO₂ micro sample

*Ai I. Osaka¹, Rui Li¹, Liliang N. Pamasi², Ken Hattori², Hidekazu Tanaka¹, Azusa N. Hattori¹ (1. SANKEN, Osaka University, 2. Graduate School of Science and Technology, NAIST)

11:15 AM - 11:30 AM

[2Ca13] Creation of single photon source/spin defect in SiC toward quantum applications

*Takeshi Ohshima¹ (1. National Institutes for Quantum Science and Technology)

11:30 AM - 12:00 PM

中性子非弾性散乱による Pd ナノ薄膜中水素の振動状態の解析

○小澤 孝拓^{1*}, 古府 麻衣子², 中村 充孝², 飯田 一樹³, 大友 季哉⁴, 山室 修⁵,
清水 亮太⁶, 一杉 太郎⁶, 福谷 克之^{1,7}

¹東大生研, ²原子力機構 J-PARC セ, ³総合科学研究機構, ⁴高エネ研, ⁵東大物性研, ⁶東工大物質理工学院, ⁷原子力機構先端研

Analysis of vibrational states of H in Pd nanofilm by inelastic neutron scattering

○Takahiro Ozawa^{1*}, Maiko Kofu², Mitsutaka Nakamura², Kazuki Iida³, Toshiya Otomo⁴, Osamu Yamamuro⁵, Ryota Shimizu⁶, Taro Hitosugi⁶ and Katsuyuki Fukutani^{1,6}

¹ Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, ²J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency, ³Neutron Science and Technology Center, Comprehensive Research Organization for Science and Society, ⁴Institute of Materials Structure Science, High Energy Accelerator Research Organization (KEK), ⁵Institute for Solid State Physics, The University of Tokyo, ⁶School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology, ⁷Advanced Science Research center, Japan Atomic Energy Agency

水素化物の電子物性は水素原子の振動状態や電子状態と密接に関わっており、それらは水素の格子位置や濃度に依存する。特に表面近傍では、バルクと異なる電荷分布や格子歪みに起因してバルク中とは異なるサイトに水素が吸蔵される可能性があり[1], また次元性や空間反転対称性に関連して表面やナノ薄膜それ自体が特有な物性を示し得ることから、表面近傍やナノ薄膜水素化物では新奇な物性が期待されている。これまで我々は、Pd ナノ薄膜において水素吸蔵に伴う近藤効果の発現を示唆する電気抵抗極小現象を発見した[2]。バルク Pd では八面体(O)サイトに水素が吸蔵されることで知られるが、ナノ粒子では一部の水素が四面体(T)サイトを占有することが中性子回折や非弾性散乱実験により報告されている[3,4]。しかし基板とナノ薄膜の散乱強度の問題からナノ薄膜の中性子散乱実験はほとんど行われおらず、二次元表面近傍の水素サイトや振動状態に関する知見は依然として乏しい。本研究では、非干渉性散乱断面積の小さいAl箔を基板として用い、J-PARCの大強度中性子ビームを用いることでPd ナノ薄膜中水素の振動準位の観測に成功したので報告する。

試料は10~12 μm のアルミ箔両面にマグネトロンスパッタによって成膜した8 nmの多結晶Pd ナノ薄膜を用いた。AlとPdの総量はそれぞれ約10 g, 65 mgである。中性子非弾性散乱実験はJ-PARCのBL-01 (4SEASONS)で行った。試料の水素化はその場での水素ガス曝露によって行った。Fig. 1にPdH_{0.19}とPdH_{0.73}の非弾性散乱スペクトルを□と○で示す。入射エネルギー E_i はそれぞれ(a)168 meV, (b)332 meVである。水素濃度によらず60 meVと135 meVあたりに明瞭な散乱ピークが観測された。これらはOサイトにおける水素の第一および第二振動励起に対応し、Oサイト占有の水素が存在することを示している。特に100 meV以下の振動ピークの形状はナノ粒子とよく似ていることがわかった。一方、ナノ粒子において160 meVあたりに見られたTサイト水素の存在を示す振動ピークは観測されず、高エネルギー領域の振動状態はバルクと似ていることがわかった。本講演では格子緩和やポテンシャル形状の観点からPdの二次元表面近傍の水素の振動状態について議論する。

- [1] T. Ishimoto *et al.*, J. Phys. Chem. Lett. 7 (2016) 736.
[2] T. Ozawa *et al.*, 2019 年日本表面真空学会学術講演会 (2019).
[3] H. Akiba *et al.*, J. Am. Chem. Soc. 138 (2016) 10238.
[4] M. Kofu *et al.*, Phys. Rev. B 96 (2017) 054304.

*E-mail: t-ozawa@iis.u-tokyo.ac.jp

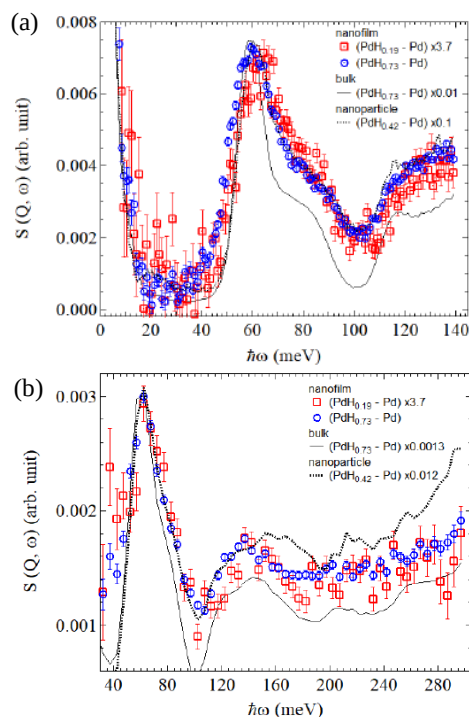


Fig. 1. PdH_{0.19}およびPdH_{0.73}ナノ薄膜の非弾性散乱スペクトル。(a) $E_i = 168$ meV, (b) $E_i = 332$ meV. 点線はバルクとナノ粒子を用いた先行研究の結果[4].

金ナノ粒子プラズモンによるシリコンの低ダメージラジカル酸化

○渡邊 一葉*, 北嶋 武, 中野俊樹

防衛大学校

Low damage Radical oxidation of Gold Nanoparticle Plasmon

○Kazuyasu Watanabe*, Takeshi Kitajima and Toshiki Nakano

National Defense Academy

1. はじめに

金ナノ粒子のプラズモンが近年注目されている¹。我々は金ナノ粒子のプラズモンを応用し、イオン衝撃によるプラズマ照射表面へのダメージの低減と良質な極薄膜形成への活用を図ってきた²。今回は、シリコンの室温でのラジカル酸化に対する効果を調べた。

2. 実験結果

超高真空チャンバー内で $\text{SiO}_2/\text{Si}(100)$ 基板上に電子ビーム蒸着によって Au (C) を 2 分蒸着する。次に酸化用チャンバー内で 1Pa の酸素プラズマを生成、30line/inch の SUS304 製シングルメッシュを通過したラジカル(R)、プラズマ光(L)を 10 分間試料へ照射する。イオン照射(I)を加える際にはメッシュを外す。プラズマ光に代えて、白色 LED とフィルターで構成する緑色または青色光を照射する場合は試料面を 90° 回転した。図 1 に各処理条件での XPS のスペクトルを示す。図 2 にその強度比(SiO_2/Si)と SiO_2 のケミカルシフトをプロットした。強度面積比(SiO_2/Si)は $\text{RLC}(\text{緑色光}) < \text{RLC}(\text{青色光}) < \text{RL} < \text{RLC}(\text{プラズマ光} + \text{緑色光}) < \text{RLC}(\text{プラズマ光}) < \text{RIL}$ の順で増加した。ケミカルシフトは $\text{RLC}(\text{緑色光})$ 、 $\text{RLC}(\text{プラズマ光} + \text{緑色光})$ 、 $\text{RLC}(\text{青色光})$ 、 $\text{RLC}(\text{プラズマ光})$ 、 RL 、 RIL の順番で熱酸化膜に近く、 RIL 条件では乖離が見られる。この結果から金ナノ粒子のプラズモンによって低ダメージ酸化が進行していると考えられる。今後、膜質の向上を静電容量及び漏れ電流の測定によって確認する。

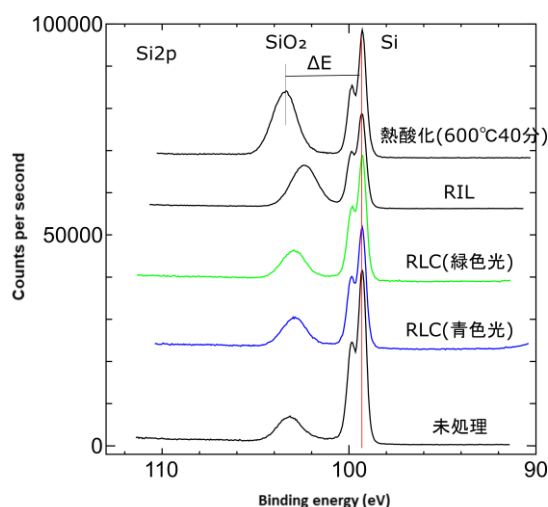


Fig. 1. 各条件での Si2p XPS スペクトル

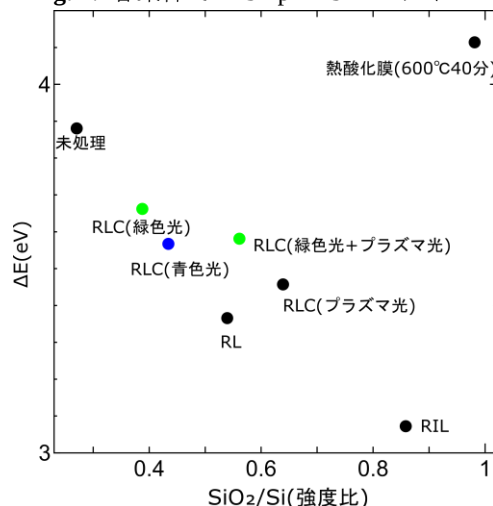


Fig. 2. SiO_2 のケミカルシフトと SiO_2 と Si の強度比

文 献

- 1 Aihui Liang, Qingye Liu, Guiqing Wen, Zhiliang Jiang. Trends in Analytical Chemistry, Vol 37, 2012.
- 2 Takeshi Kitajima, Machiko Miyake, Kohei Honda, and Toshiki Nakano, J.Appl. Phys. 127, 2020.

*E-mail: em59026@nda.ac.jp

高密度収束プラズマスパッタリング装置を用いた c 軸配向窒化ガリウム薄膜の低温成膜

○本村 大成^{1*}, 田原 竜夫¹, 上原 雅人¹

¹ 国立研究開発法人産業技術総合研究所 センシングシステム研究センター

Low temperature deposition of c-axis oriented gallium nitride films using high-density convergent plasma sputtering device

○Taisei Motomura^{1*}, Tatsuo Tabaru¹ and Masato Uehara¹

¹ Sensing System Research Center, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST)

III-V 族窒化物の窒化ガリウム (GaN) は光学素子やパワー半導体などの応用に適していることから、化学気相反応を主とした成膜法において、現在も結晶成長に関する様々な研究が行われている。そのような中、我々は物理気相成長法の一つであるスパッタ成膜法による低温成膜の特長を活かしつつ薄膜の品質を向上させるために、外部コイルと永久磁石によって発生させた収束磁場を用いて高密度プラズマをターゲットに収束照射可能なスパッタリング装置 (Convergent Plasma Sputtering Device: CPSD) を提案してきた¹⁾。CPSD では基板を収束磁場外に設置するため、収束磁場を横切る荷電粒子の拡散が抑制され、プラズマ中のイオン束やターゲットからの二次電子束の基板への流入が抑えられ基板のイオンダメージや温度上昇を抑制する効果が期待される。本発表では CPSD を用いて GaN 薄膜の低温成膜を行った実験について、基板温度依存性の結果をもとに報告する。

CPSD を用いて、液体 Ga ターゲット、窒素ガス圧力 0.2 Pa、ターゲット-基板間距離 50 mm とし、基板ヒーター温度を非加熱 (~80°C) から 800°C まで変化させ、サファイア(0001)基板上にスパッタ成膜を実施した。Fig.1 にヒーター温度を(a) 非加熱、(b) 200°C、(c) 600°C にして得られた GaN 薄膜の 2θ - χ plane における X 線回折パターンを示す。ヒーター温度の上昇とともに、GaN(0002)回折ピークが鋭くなり、(b) 200°C において GaN(0002)の明瞭な回折ピークが得られた。(c) 600°C においては、GaN(0002)および GaN(10-11)の回折ピークが得られた。発表では、得られた GaN 薄膜の ϕ スキャンや極点図などの X 線回折測定結果および表面

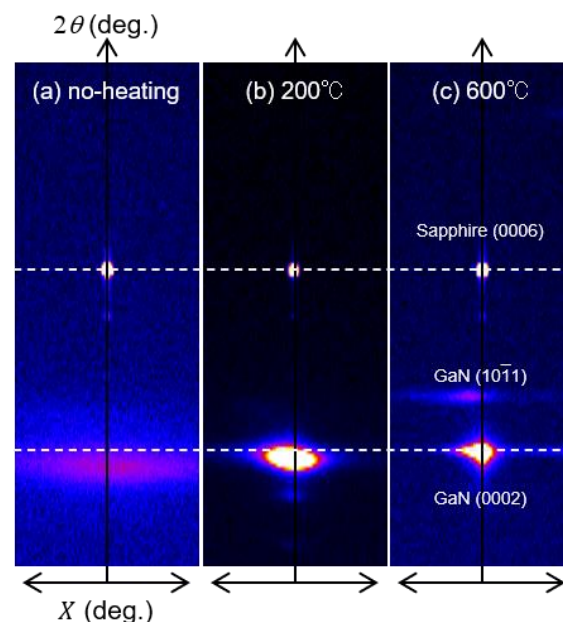


Fig. 1. XRD scans on 2θ - χ plane of the deposited films at various T_s : (a) no-heating (b) 200 °C, (c) 600 °C. The drawing range of χ axis is ± 11 degrees. The 2θ axis corresponds to the out-of-plane scan ranging from 30 to 50 degrees.

AFM 像をもとに、窒化ガリウム薄膜の c 軸配向性の基板温度依存性について述べ、スパッタ GaN 薄膜の低温成膜の可能性について議論する。

文 献

- 1) T. Motomura and T. Tabaru, Rev. Sci. Instrum. **89**, 63501 (2018).

*E-mail: t.motomura@aist.go.jp

ミスト CVD 法により作製した Al_2O_3 薄膜と GaN 系 MIS-HEMT への応用

○本山 智洋¹, Ali Baratov², Rui Shan Low², 浦野 駿²,
中村 有水³, 葛原 正明⁴, Joel T. Asubar^{2*}, 谷田部 然治^{3*}

¹熊本大学大学院自然科学教育部, ²福井大学大学院工学研究科

³熊本大学大学院先端科学研究部, ⁴関西学院大学工学部

Characterization of mist chemical vapor deposited Al_2O_3 thin films and its applications in GaN-based MIS-HEMTs

○Tomohiro Motoyama¹, Ali Baratov², Rui Shan Low², Shun Urano²,
Yusui Nakamura¹, Masaaki Kuzuhara³, Joel T. Asubar^{2*}, Zenji Yatabe^{1*}

¹Kumamoto University, ²University of Fukui, ³Kwansei Gakuin University

1. はじめに

AlGaIn/GaN ヘテロ構造は低損失で高速動作が可能な次世代高出力/高周波・パワーデバイスとして注目されている。順バイアス印可時の障壁を形成するためには、金属-ゲート絶縁膜-半導体(MIS)構造が重要である。このゲート絶縁膜には比較的高い比誘電率(〜9)、広いバンドギャップ(〜7 eV)を有する Al_2O_3 薄膜が頻繁に用いられている¹⁾。また原子層堆積(ALD)法により Al_2O_3 ゲート絶縁膜を堆積することが多い。本研究では低コスト・エコフレンドリーな酸化物薄膜形成として知られるミスト化学気相成長(mist-CVD)法²⁾により作製した Al_2O_3 ゲート絶縁膜を有する mist- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlGaIn}/\text{GaN}$ ダイオードの作製・評価・解析を行った。

2. 実験方法

ミスト CVD 法により Al_2O_3 薄膜を作製した。原料溶液には Al 供給源としてアルミニウムアセチルアセトナート[$\text{Al}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$]、溶媒にはメタノールを用いた。堆積温度は 400 °C でキャリアガスには窒素を用いた。MIS ダイオードの作製には SiC 基板上の AlGaIn/GaN ヘテロ構造を使用した。 AlGaIn 層厚は 24 nm、Al 組成比は 25 %である。 Al_2O_3 薄膜の評価のため、Si 基板上にもミスト CVD 法により Al_2O_3 を堆積した。

3. 結果と考察

Fig. 1 に Si 基板上に堆積した mist- Al_2O_3 膜厚の堆積時間依存性を示す。Mist- Al_2O_3 膜厚と堆積時間には線型関係があり良好な膜厚制御性を有している。本実験条件では堆積速度は約 30 nm/min であり、一般的な ALD よりも高速であった。X 線回折測定より mist-

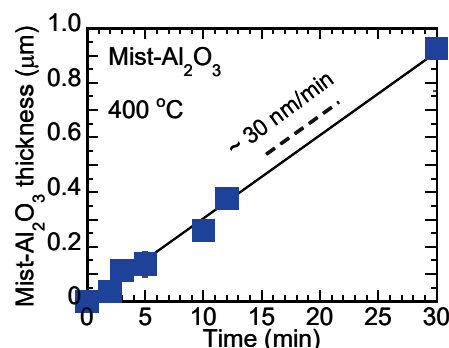


Fig. 1. Mist- Al_2O_3 堆積速度

Al_2O_3 薄膜はアモルファス構造であることが確認され、加えて X 線光電子分光法による測定から禁制帯幅は 6.5 eV、X 線反射率測定より密度は 2.78 g/cm³、分光エリプソメトリー測定から屈折率は 1.64 となり、ALD 法で作製したアモルファス Al_2O_3 と同等の値となった³⁾。すなわち低コストかつエコフレンドリーなミスト CVD 法で ALD 法と同等の膜質を有する Al_2O_3 薄膜が速い堆積速度で得られたことを示唆している。

作製した mist- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlGaIn}/\text{GaN}$ ダイオードの容量-電圧($C-V$)測定結果より、順バイアス領域において急峻な容量の立ち上がりを確認でき、良好な $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlGaIn}$ 界面が形成されたことが示唆された。 $C-V$ 特性の数値計算結果と実験値とのフィッティングにより界面準位密度 D_{it} を算出した結果、 $E_c - 0.8$ eV 付近で約 2×10^{11} eV⁻¹cm⁻² となり ALD- $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlGaIn}$ で報告されている D_{it} よりも良好な値が得られた⁴⁾。

文 献

- 1) J. Asubar et al.: J. Appl. Phys. **129**, 121102 (2021).
- 2) Kawaharamura et al: AIP Adv. **3**, 032135 (2013).
- 3) Z. Yatabe et al.: Jpn. J. Appl. Phys. **58**, 070905 (2019).
- 4) R. S. Low et al.: Appl. Phys. Express **14**, 031004 (2021).

*E-mail: joel@u-fukui.ac.jp, yatabe@cs.kumamoto-u.ac.jp

11:00 AM - 11:15 AM (Thu. Nov 4, 2021 10:00 AM - 12:00 PM Room C)

[その他] Break time

マイクロ空間でのひずみ制御による VO₂ の相転移特性変調

○大坂 藍^{1*}、李 瑞¹、Liliany N. Pamasi²、服部 賢²、田中 秀和¹、服部 梓¹

¹大阪大学産業科学研究所, ²奈良先端科学技術大学院大学 先端科学技術研究科

Modulation of Metal-Insulator Transition Properties in the strain-controlled VO₂ micro sample

○A. I. Osaka^{1*}, R. Li¹, L. N. Pamasi², K. Hattori², H. Tanaka¹ and A. N. Hattori¹

¹Osaka Univ., SANKEN, ²NAIST, Graduate School of Science and Technology

1. はじめに

代表的な強相関金属酸化物であり室温付近で MIT を示す VO₂ は、10¹-10⁴ 倍に及ぶ巨大な抵抗変化から、スイッチングデバイスやボロメーターなどの応用が期待されている。VO₂ では、熱や光、ひずみなどの外部刺激によって絶縁体から金属に敏感に変化することが知られており、デバイス化にあたっては、温度変化に対する抵抗の上昇度など応答性の増大、任意の転移温度の選択などが求められる。VO₂ では MIT 過程で絶縁体と金属相ドメインが共存する相分離現象が観察され、MIT の最小単位は、数百 nm-数μm サイズの電子相ドメインである^{1,2)}。これまでの主な研究対象となっているバルク・薄膜試料では、多数の電子相の平均化された MIT を特性として観察しているため、特性制御が困難である。そこで我々は、精密にサイズ制御された VO₂ 試料を作り出し、マイクロ空間内に電子相を閉じ込め、マイクロ空間サイズに依存して発生するひずみを用いることで MIT 特性変調を試みた。

膜厚 15 nm の VO₂ 薄膜を Pulsed Laser Deposition 法を用いて TiO₂(001)単結晶基板上にエピタキシャル成長させ、フォトリソグラフィーとドライエッチングで線幅 (w)、電極間距離 (l) を 2-10 μm とした試料を作製し、2 端子配置で抵抗の温度依存性(R-T)特性を評価した。VO₂ のマイクロサイズ細線試料(w = l = 2-10 μm)の R-T 曲線を Fig. 1 に示す。全ての試料が金属-絶縁体転移に伴って 1 桁以上の抵抗変化を示すが、その MIT 挙動(抵抗変化率、転移温度)に違いが見られた。2 μm 試料では cooling, heating 過程の両方でステップ抵抗変化が観察された。一方、試料サイズが 10 μm になるとなだらかな抵抗変化で、かつ転移点が上昇していることがわかる。転移点の上昇は、VO₂ の強相関性をつかさ

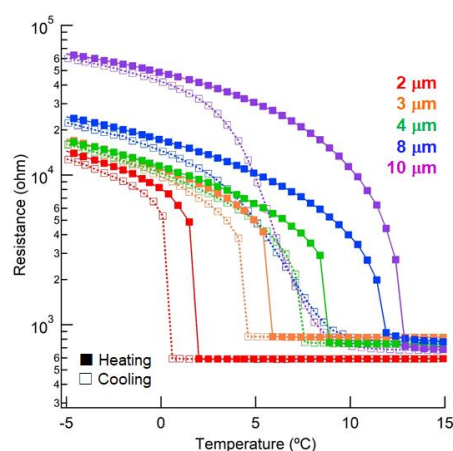


Fig. 1. VO₂ マイクロ試料(w=l=2-10 μm)の R-T 曲線。

どる V 原子の d 電子の軌道重なり度合いが歪み負荷に応答して起こることが知られており、空間閉じ込め効果によって発生するひずみによって転移温度が変調できることを示唆している。また、試料サイズの増加に伴い、ヒステリシスの幅が大きくなっている。ヒステリシスの幅は転移点の分布を反映しており^{1,2)}、ヒステリシス幅の増加は試料中に閉じ込められた電子総数の増加と転移点の分布の広がりによるものと考えられる。

発表では、サイズに依存したひずみ構造と電気伝導特性の相関、空間内の電子相の相転移点の分布特性などを示し、巨視的、微視的な視点から MIT 特性の変調法について議論する。

文 献

- 1) S. Tsubota *et al.*, Appl. Phys. Express, **10** (2017) 115001.
- 2) A. N. Hattori *et al.*, Crystals, **10** (2020) 631.

*E-mail: osakaai@sanken.osaka-u.ac.jp

炭化ケイ素中への単一光子源・スピン欠陥の形成と量子科学技術への応用

○大島 武^{1*}¹ 量子科学技術研究開発機構

Creation of single photon source/spin defect in SiC toward quantum applications

○Takeshi Ohshima^{1*}¹National Institutes for Quantum Science and Technology

1. はじめに

半導体のバンドギャップ中に孤立した準位を持つ欠陥の発光やスピンを単一光子源、量子ビット、量子センサといった量子技術に応用する研究が盛んに行われている。バンドギャップ中の孤立した欠陥ということで、母材としてはワイドバンドギャップ半導体が有利であり、例えば、ダイヤモンドでは負に帯電した窒素-空孔 (NV) 中心が有名である¹⁾。本講演で着目する炭化ケイ素 (SiC) もワイドバンドギャップ半導体のひとつであり、超低損失パワーエレクトロニクス応用などの研究開発が進んでおり、高品質な大型基板が入手可能、デバイス作製プロセスが発達しているなど母材として有利な点がある²⁾。

2. SiC 中の単一光子源

これまでに、SiC 中で単一光子源として振る舞う欠陥は、負に帯電したシリコン空孔 (V_{Si})、中性の複空孔 ($V_{Si}V_C$)、炭素アンチサイト-炭素空孔 ($C_{Si}V_C$)、負に帯電した窒素-空孔 (N_CV_{Si})、更には、構造は未同定であるが酸素が関与すると考えられる表面欠陥 (本稿では「表面 SPS」と呼ぶ) が発見されている³⁾ (Fig. 1)。 V_{Si} は室温でのスピン・発光制御が達成されており量子センシング応用が、 $V_{Si}V_C$ は数 K といった低温ではあるが高度なスピン・発光制御が報告されており量子情報通信への応用が期待される。 $C_{Si}V_C$ や表面 SPS は、スピン操作は未報告であるが、高輝度であることから単一光子源として期待される。 N_CV_{Si} は、ダイヤモンド NV と同様にスピン欠陥としての応用が多いに期待されるが、物性、スピン制御が未発達であり、今後の研究の進展が望まれる。

3. 単一光子源・スピン欠陥形成技術

単一光子源の形成には、一般的には結晶成長中に導

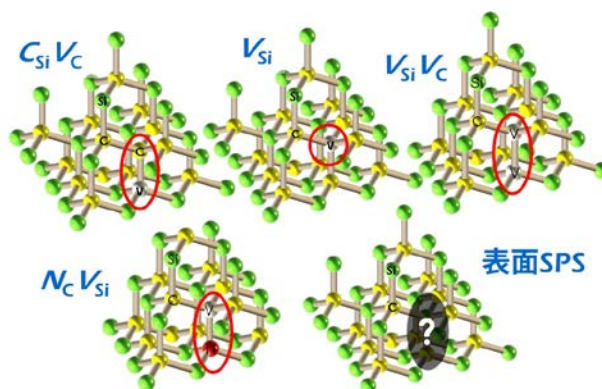


Fig. 1. SiC 中の単一光子源の模式図

入、または結晶成長後の各種プロセスで導入があるが、後者では、放射線照射が良く用いられる。SiC の場合も同様であり、表面 SPS 以外は放射線照射及び照射後の熱処理条件を工夫することで形成できる。放射線照射に関しては、その種類、エネルギーや照射量、更には照射方法を選択することで、形成位置 (深さ) や濃度を制御することができる。例えば、ミリメートルレベルの厚さの試料に深さ方向も含め均一にこれら欠陥を導入といった場合は、MeV 級のエネルギーに加速した電子線が有効であるし、狙った位置や深さという場合は集束イオンビームが有効となる。表面 SPS は酸化により形成できるため、特に放射線照射は必要としないが、形成後にガンマ線照射をすることで酸化膜と SiC の界面を改質させて生成量などを制御するといったことが試みられている。

文 献

- 1) 水落憲和: 応用物理 **87**, 251 (2018).
- 2) T. Kimoto, H. Watanabe: Appl. Phys. Express **13**, 120101 (2020).
- 3) 大島武: 応用物理 **90**, 352 (2021).

*E-mail: ohshima.takeshi@qst.go.jp