



## MOCVD 装置向け高温原料供給ユニットによる AlScN 成膜の実証

### Demonstration of AlScN growth using a high-temperature precursor supply unit for MOCVD equipment

清水 裕大\* 池尻 圭太郎\*  
SHIMIZU Yudai IKEJIRI Keitaro

#### 1. はじめに

MOCVD (有機金属化学気相成長) 法により成膜された窒化物半導体は、その優れた物理的特性により、高周波・高出力デバイス、LED、レーザーなど広く応用されている。近年、窒化物半導体の成膜時に、新規原料(Sc:スカンジウム, Y:イットリウム等)を添加すると、従来にはない有用な特性が発現することが明らかになっている。特に Sc と Al の混晶である AlScN (窒化アルミニウムスカンジウム) は高い強誘電性を有し、不揮発メモリの低消費電力化や高電子移動度トランジスタ (HEMT) のキャリア密度向上に寄与することが期待されている<sup>1)</sup>。本稿では、当社で開発した高温原料供給ユニットにより、低蒸気圧原料である  $Cp_3Sc$  (トリス(シクロペンタジエニル)スカンジウム) を用いた AlScN 成膜を実証したので報告する。

#### 2. 低蒸気圧原料供給の技術課題

希土類元素を添加した窒化物半導体の成膜方法として、マグネトロンスパッタリング、MBE、HVPE、MOCVD 法などが報告されている<sup>1)</sup>。特に MOCVD 法は結晶品質、成膜速度、厚さ制御性、量産性の観点から有用な成膜方法である。しかし、MOCVD 法で希土類元素を供給する場合、使用する有機希土類金属原料が低蒸気圧であるために、成膜に必要な十分量の気化・供給が困難であることが大きな課題となっている。例として、Sc 原料の一つである  $Cp_3Sc$  では、供給温度を  $100^{\circ}C$  以上に設定してもなお、一般的な MO 材料の供給時 (常温付近) 蒸気圧よりも  $1\sim 3$  桁低い (図 1)。従来の原料供給システムでは数  $10^{\circ}C$  程度までの加熱機構しかなく、原料を十分に気化させることができないことから、低蒸気圧原料の供給は困難であった。

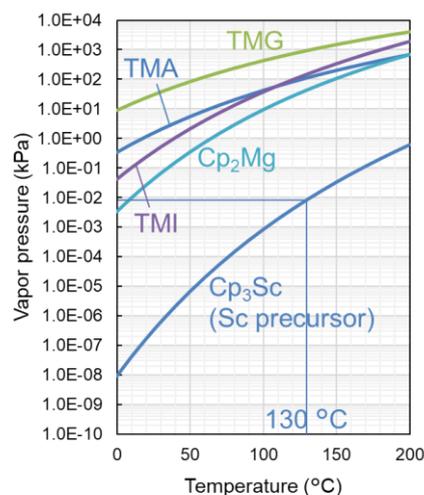


図 1  $Cp_3Sc$  と一般的な MO 材料の蒸気圧

#### 3. SR4000-HT-LV について

当社の MOCVD 装置の一つである「SR4000-HT」は最大 4 インチの GaN や AlN の成膜に広く使用される装置であり、3 層流ガスノズルを備えることが最大の特長である<sup>2)</sup>。この構造により、基板上へ MO 材料と  $NH_3$  を別々に導入することができ、成膜領域の上流での気相反応による粉体形成が抑制される。加えて水平流によりガス流を最適化することで原料が基板表面に均等に供給され、均質な膜の形成を可能とする。

前章の状況を踏まえ、当社では主に有機希土類金属原料を MOCVD 装置へ供給することを目的とした高温原料供給ユニット<sup>3)</sup>を開発した。本ユニットは原料供給システム全体を  $130^{\circ}C$  の高温に保持することが可能であり、従来供給が困難であった低蒸気圧原料を安定して供給可能である。本ユニットを SR4000-HT へ組付けた MOCVD 装置「SR4000-HT-LV」の実現により、MOCVD 装置による低蒸気圧原料を用い

\* イノベーションユニット CSE 事業部技術部技課

た成膜を可能とした。

### 4. 実証結果

#### 4.1 AlScN 成膜の実証

Al 原料として TMA, Sc 原料として Cp<sub>3</sub>Sc, N 原料として NH<sub>3</sub> を使用して, 図 2 に示すような GaN 膜上の AlScN の成膜を試みた。X 線回折 2θ-ω 測定により, GaN の対称面ピーク近傍に AlScN 由来のピークが確認された (図 3)。加えて, (-1-124)面の逆格子マッピングにおいては GaN 反射の上部に AlScN 反射がみられ, GaN 上に理想的に格子整合した AlScN が堆積されたことが確認された (図 4)。また, 成膜中の反射率変化から AlScN の成膜速度は約 70 nm/h であった。

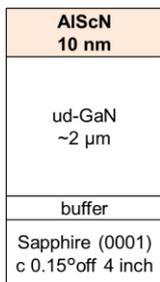


図 2 本実証における膜構造

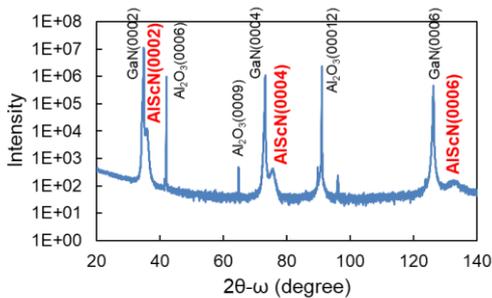


図 3 AlScN 膜の X 線回折 2θ-ω 測定結果

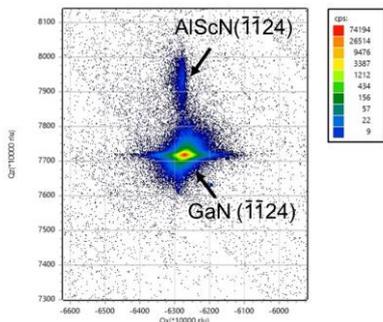


図 4 AlScN 膜の逆格子マッピング像

#### 4.2 メモリー効果の検証

同一の成膜炉で異なる膜種を成膜させた場合, 後続の成膜において先の成膜原料が炉内に残留することによる意図しない元素の混入が発生する可能性がある。これをメモリー効果と呼ぶ。AlScN 成膜後に, GaN 系成膜後に通常行う堆積物除去操作 (H<sub>2</sub>+NH<sub>3</sub> ベーキング及び研磨除去) を実施したのち, ud-GaN 層の Sc 濃度を SIMS 測定で確認することで, 本装置におけるメモリー効果の発現を検証した。図 5 より, 後続の GaN 膜中に Sc が検出されておらず, 系内の残留 Sc によるメモリー効果が抑制可能と確認された。

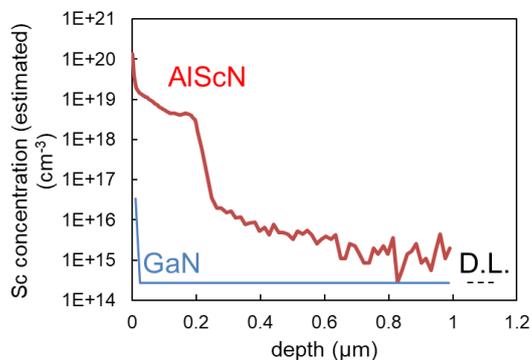


図 5 AlScN 膜 (赤) とその後に成膜した GaN 膜 (青) 中の SIMS 測定による深さ方向 Sc 濃度プロファイル

### 5. 結論

SR4000-HT-LV を用いて低蒸気圧原料を使用した AlScN の成膜に成功し, GaN に格子整合した AlScN の形成が確認された。成膜速度は約 70 nm/h であり, 低蒸気圧原料の残留による後続成膜への影響も抑えられることが確認された。以上のことより, SR4000-HT-LV は, 供給系統全体を高温に保持することで, 低蒸気圧原料を効率的に供給できることが示された。本稿で紹介した高温原料供給ユニットは, より小さな SR4000-HT-RR などの他の MOCVD 装置と組み合わせることで同様の効果を得ることが可能である。

#### 参考文献

- 1) S. Leone *et al.*, Phys. Status Solidi RRL 14, 1900535 (2020).
- 2) 内藤一樹, 深紫外発光デバイス用 MOCVD 装置 SR4000HT 大陽日酸技報, 2015, No.34
- 3) 池尻圭太郎, MOCVD 装置向け低蒸気圧原料供給ユニット (LV シリーズ). 大陽日酸技報, 2023, No.42