

Title	技術支援業務について
Author(s)	村上, 達也
Citation	国立大学法人北陸先端科学技術大学院大学技術サービス部業務報告集 : 平成23年度: 77-80
Issue Date	2012-08
Type	Others
Text version	publisher
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10119/10809">http://hdl.handle.net/10119/10809</a>
Rights	
Description	

# 技術支援業務について

村上達也

ナノマテリアルテクノロジーセンター ヘリウム液化室

## 概略

技術支援業務としてナノテク支援業務、薄膜作製業務について報告する。ナノテク支援業務については支援実績について触れ、次に公開講座について紹介する。その後、薄膜作製業務について報告する。液化業務の詳細については同室、木村の報告を参考頂きたい。

## 1. 技術支援業務

### 1.1 ナノテク支援 (X線光電子分光(XPS)装置、光電子分光装置)

ナノテク支援業務の主な業務内容は、**技術代行（依頼測定）** および **装置利用（設備利用）機会の提供** である。昨年の報告同様、分析が進むにつれ、同一試料に対して他手法による分析評価を依頼される例も少なくなく、その際は、**装置担当者間のコーディネート**を行うことで**多角的ナノ支援**を進めている。本年度はNMRとXPSを含めた公開講座を実施したので次節で述べる。支援実績、担当装置の概要は下記の通りである。

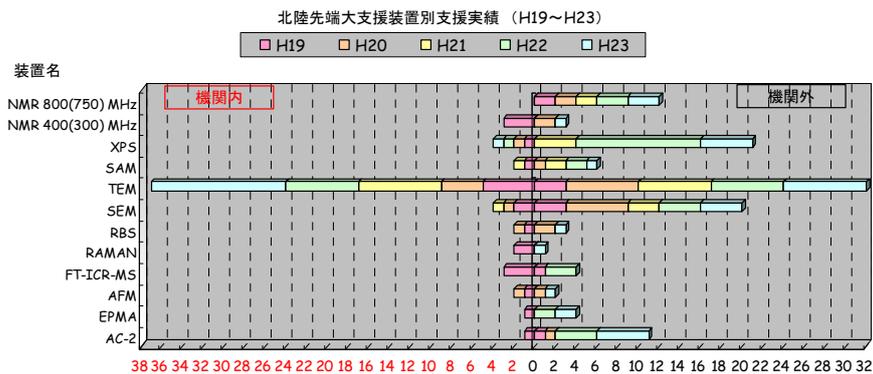


図.1

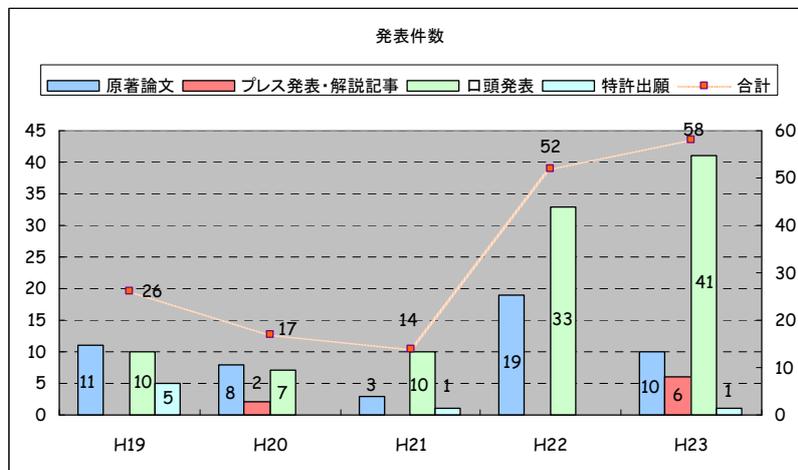


図.2

X線光電子分光装置(XPS) (株)島津製作所/KRATOS AXIS-ULTRA DLD

【受託内容】主に薄膜の評価を行っている。

【受託件数】2011年7月-2012年6月：7件

【成果】学会発表2件（共著）、論文投稿2件（共著）



光電子分光装置 理研計器(株)/AC-2

【受託内容】有機ELや太陽電池材料の粉末材料の評価を行っている。

【受託件数】2011年7月-2012年6月：3件



1.2 公開講座について

1月24-25日の二日間で1日目はNMR、二日目はXPSによる講義と装置の実習を兼ねた公開講座を実施し、XPS装置の実習を担当した。相補的な分析をするため、NMRとXPSの両方で測定できるサンプルを選定し、実際に測定を行った。参加者は石川県、富山県の企業の方で、公開講座終了時のアンケート結果によると、別の機会があれば、是非参加したい旨回答を頂いている。XPS受講者については、公開講座で本装置の仕様を理解頂けたようで、本学の有料測定サービス(技術サービス制度)をご利用頂いている。引き続き、リピーターとしてご利用頂けるように配慮している。



実際の実習の様子

## 2. 薄膜作製業務

### 2.1 分子線エピタキシー装置(MBE)

製膜技術向上を目指し、本学ナノマテリアルテクノロジーセンター 山田省二教授、赤堀誠志助教の指導の下、MBE を使った低温成長 GaAs 薄膜 (Low-Temperature GaAs : LT-GaAs) の成長を試みた。LT-GaAs 薄膜とは MBE により基板温度のみを低温 (200-300°C) として、他の成長条件を変化させない GaAs 薄膜である。この薄膜の最大の特徴は良質の結晶性を維持したまま 1 ~ 2 at.% 程度の As を過剰に含み、その格子面間隔は成長方向に大きく増大する点である。

GaAs 結晶成長は Eiko EVA-1000 MBE 装置によって行った。本装置の成長室は油拡散ポンプと液体窒素を入れたシュラウドによって、結晶成長前に $\sim 10^{-10}$  Torr の真空度に達する。また成長室には RHEED を備えており成長前及び成長中の試料表面再配列構造のその場観察が出来る。RHEED 電子銃は加速電圧 15 kV、ビーム電流 50  $\mu$ A で用いた。装置の外観図、概略図を図 3 に示す。

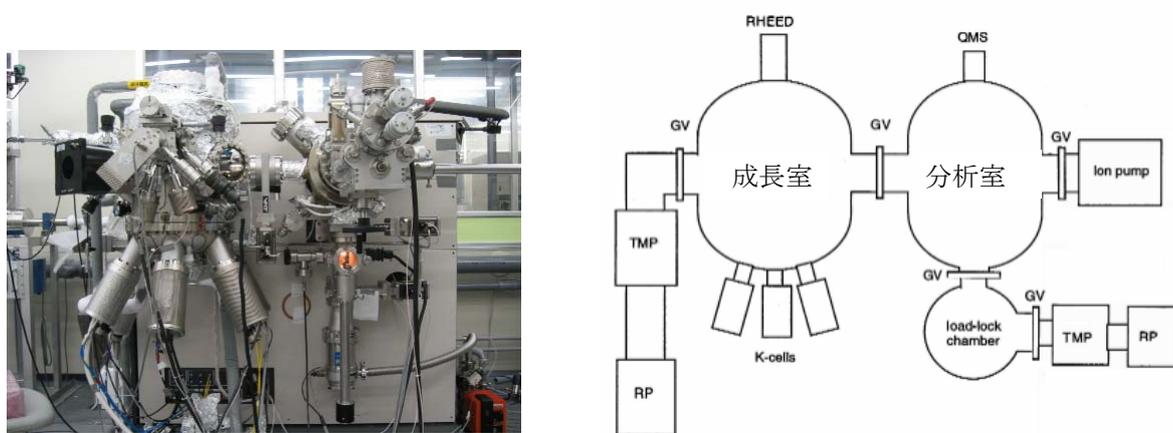


図 3.MBE 装置外観 (左) と装置構成の概略図 (右)

### 2.2 実験方法

GaAs 基板として半絶縁性 GaAs (100) 基板を用いた。この基板は (001)、(011) 面により 10 mm $\times$ 12.5 mm の大きさにへき開して用いた。この基板を In ショットにより直径 1 in. のモリブデンブロック製基板ホルダーに固定した。Ga、As ともに PBN (pyrolytic boron nitride) 製のセル中で加熱することにより分子線として用いた。基板の位置に設置した真空計により BEP (Beam equivalent pressure) を得た。得られた Ga 分子線、As<sub>4</sub> 分子線の BEP は、それぞれ、 $4.8 \sim 5.3 \times 10^{-7}$  Torr、 $2.7 \sim 5.5 \times 10^{-5}$  Torr であった。

基板を MBE 成長室に設置した後の成長前処理として、まず試料表面の酸化膜を除去した。これは As<sub>4</sub> 分子線照射の下で基板を加熱し、RHEED 像により (2 $\times$ 4) 表面再配列構造が観察できることにより確認した。試料表面の酸化膜を完全に除去するため、パイロメータでモニターした温度を参考に約 600 °C で 20 分程度アニールした。その後、GaAs バッファー層を 580 °C で約 1500 Å 成長した。続いて、試料ホルダーの裏側に位置する熱電対の指示温度を参考に、基板温度 250、275、300、325 °C の目的の基板温度に降温した。基板温度が十分安定した後、LT-GaAs 層を約 6000 Å 成長した。

成長後の試料は 4 結晶モノクロメータを備えた X 線回折装置 (XRD) により GaAs (004) 回折強度の測定を行った。また、van der por 法により電気伝導度の測定も行った。冒頭で述べたように LT-GaAs 層は過剰 As を含んでおり、その大部分は点欠陥 [As<sub>Ga</sub>] と考えられている。従って、LT-GaAs 中の過剰 As を [As<sub>Ga</sub>] と考え、Liu らの報告[1]による [As<sub>Ga</sub>] を以下の式から求めた。

$$[As_{Ga}] = \frac{\Delta d / d}{1.24 \times 10^{-23}}$$

## 2.3 結果

図4にXRDによるLT-GaAsの(004)回折強度の測定結果を示す。基板ピーク左側にシャープなピークの存在が確認された。成長温度が上昇するに従い、このピークが基板側へシフトしていることから、LT-GaAs層が成長していることが示唆される。この結果から得られた面間隔のずれ $\Delta d / d$ を見積もり、Liuの式より $[As_{Ga}]$ を得た。 $[As_{Ga}]$ と導電率 $\sigma$ の成長温度依存性を図5に示す。 $[As_{Ga}]$ と導電率 $\sigma$ は温度に対して正の相関があることが分かる。以上の結果は、これまでの報告されてきた結果と定性的、定量的に一致する。従って、本グループの製膜技術はこれまで報告されてきたグループと同レベルだと期待される。今後、この製膜技術に関連した製膜技術へ適用し、製膜可能なレパートリーを増やし、薄膜依頼サービスの一助としたいと考えている。

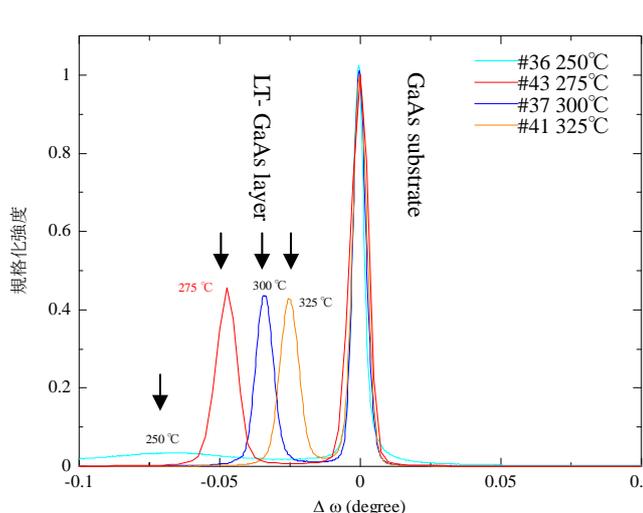


図.4 XRDによるLT-GaAsの(004)回折強度

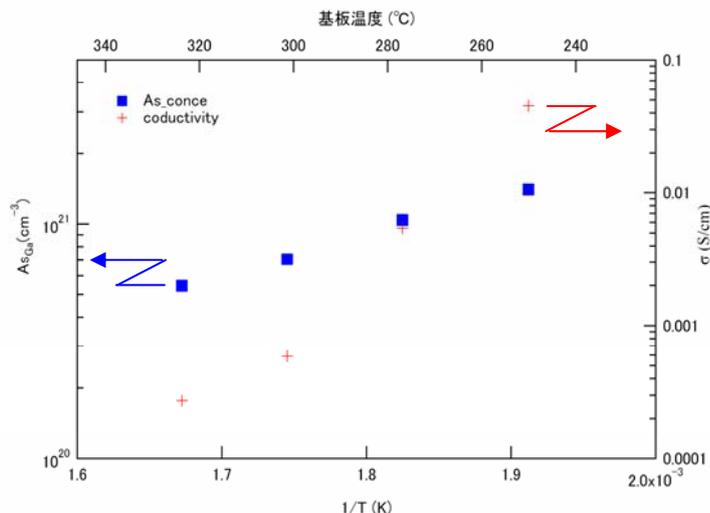


図.5  $[As_{Ga}]$  と $\sigma$ のアレニウスプロット

## 3.参考文献

[1]Liu *et al*, Appl. Phys. Lett. **67**, 279 (1995).

## 4.出張報告

### 4.1.

期間:2011年8月1日(月)~8月2日(火)

用務先:猿沢荘(さるさわそう)

用務内容:京都・先端ナノテク総合支援ネットワーク技術講習会に参加し、装置維持・先端的な研究業務を行うためのデータを収集。

### 4.2

期間:2011年8月30日(火)~9月2日(金)

用務先:名古屋工業大学 大型設備基盤センター

用務内容:平成23年度東海・北陸地区国立大学法人等技術職員合同研修(物理・化学コース)に参加し、装置維持・先端的な研究業務を行うためのデータを収集。

### 4.3

期間:2011年11月20日(日)

用務先:根上総合文化会館 石川県能美市大成町ヌー118

用務内容:子供マイスターウィークおもしろ科学実験の実施に携わり、本学の地域貢献の一助とするため。