

# 業務報告

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

主にナノテク支援業務について報告する。まず、これまで継続してきた支援実績について触れ、次に新規導入装置に触れ、その後、薄膜作製業務について報告する。最後に出張報告を行う。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

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。担当装置の支援概要は下記の通りである。

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

【受託内容】 価電子帯の電子状態評価 【受託件数】 2013年7月-2014年8月：5件 【成果】 論文投稿2件（共著）

#### 2. 光電子分光装置 理研計器(株)/AC-2

【受託内容】 有機ELや太陽電池材料の電子状態評価 【受託件数】 2013年7月-2014年8月：4件

#### 3. 三極スパッタリング装置 アルバックサービス社製 SMR2304E

【受託内容】 有機・無機基板上へのスパッタ製膜 【受託件数】 2013年7月-2014年8月：4件

#### 4. ECEスパッタ装置 (新規導入装置 図1.左)

【受託内容】 有機・無機基板上へのスパッタ製膜 【受託件数】 2013年5月-2014年8月：2件

#### 5. 正・逆光電子分光装置 (新規導入装置 図1.右)

【受託内容】 価電子帯、伝導帯の電子状態の評価。【受託件数】 2013年5月-2014年8月：2件

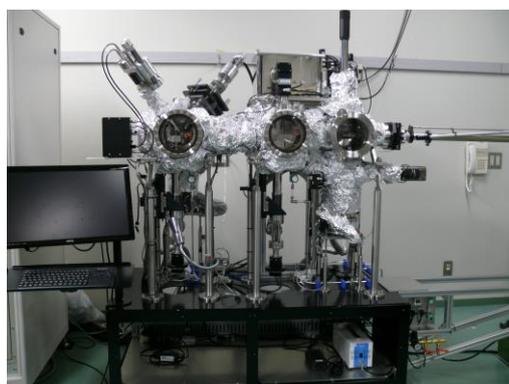


図1. ECR スパッタ装置 (左) 、正・逆光電子分光装置 (右)

## 1.2 課題

ナノテク支援業務を通して、自身の分析機器の取り扱い及び測定技術、また、関連知識を高めることができ、さらに**多角的ナノ支援**を積極的に推進する事でコーディネート的な業務に携わることができた。こういった状況の中、ナノテク支援業務と定型業務で使用する分析機器のマシントイムや拘束時間の重複が発生することは少なくない。すなわち、**受託側の組織体制のマンパワー不足**といった課題がある。そこで、一つの測定装置を一人で担当する現状から数人で構成された受け入れ体制の構築を提案する。奈良先端大では、これらの体制がほぼ完成しており、ナノテク支援業務・定型業務を円滑に進めている。我々が**チームとして業務を行える環境を整備**するためには、教員を含めた関係者と装置担当者が測定方法・ノウハウのマニュアル化を進め、それらを共有できるシステムを整備する必要がある。

## 2. 薄膜作製業務

### 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、赤堀誠志准教授、サザンプトン大学の Rutt 教授と共同で、MBE を使った  $\text{CaF}_2$  基板上への GaAs 薄膜の成長を試みた。低損失な光導波路を実現するためには、屈折率比の大きな材料で構成する事が重要である。有望なひとつの候補として、GaAs 薄膜 /  $\text{CaF}_2$  基板がある。しかしながら、GaAs と  $\text{CaF}_2$  の間には約 2% の格子ミスマッチ、大きな熱膨張係数差があり、そして、 $\text{CaF}_2$  に対する Ga と As の濡れの悪さのため、高品質な GaAs 薄膜を得ることが困難であると予想される。実際、Si 基板上への GaAs /  $\text{CaF}_2$  の製膜例<sup>1</sup>はあるが、 $\text{CaF}_2$  基板上に直接 GaAs 成長した報告例はほとんどない。こういった背景の下、本報告では、GaAs 薄膜を用いた光導波路応用を目指し、 $\text{CaF}_2$  (100) 基板上に GaAs 薄膜成長を試みた結果を紹介する。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  $\mu\text{A}$  で用いた。装置の外観図、概略図を図 1 に示す。

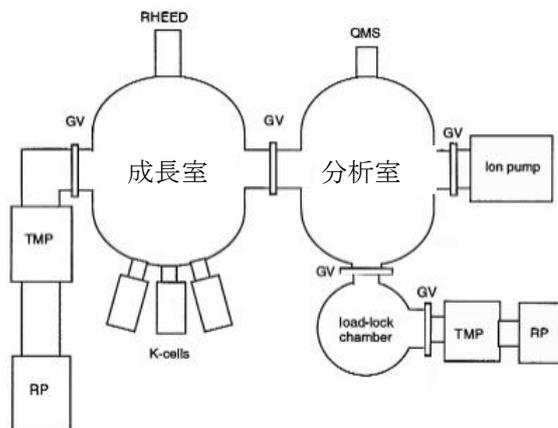
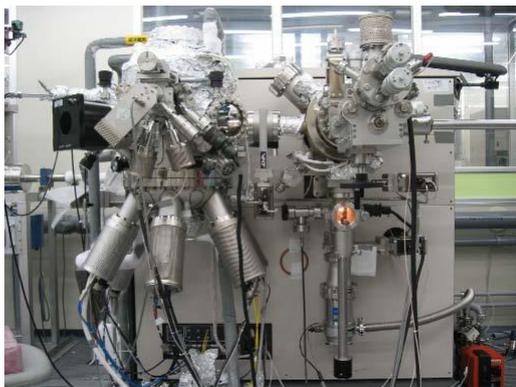


図 1.MBE 装置外観 (左) と装置構成の概略図 (右)

## 2.2 実験方法 / 結果

厚さ 1 mm、5 mm 角サイズの  $\text{CaF}_2(100)$  基板を用いた。前処理として、有機洗浄、発煙硝酸中に 10 s 間浸漬、純水洗浄を行い、最後に  $\text{N}_2$  ブローにより水分除去し、固体ソース分子線エピタキシー装置に導入した。その後、超高真空中で、サーマルクリーニング (700 °C) を 10 min 行った後、成長温度 450 - 700 °C まで As フラックス (As BEP  $\sim 7 \times 10^{-5}$  Torr) を照射しながら降温し、V-III BEP 比 120、1200 で成長した。得られた薄膜 (膜厚 250 - 460 nm) について、XRD、AFM、屈折率、抵抗率測定を行なった。

(図 2) XRD から得られた GaAs 薄膜の (004) ピークの半値幅は、成長温度増加に応じ、BEP 比 120 では減少傾向にあるが、BEP 比 1200 の場合は顕著な変化が見られなかった。全ての成長温度で BEP 比 1200 の方が、結晶性が高い膜が得られることが分かる。RMS 値は成長温度が増加するにつれて、いずれの BEP 比においても、3 次元成長島のサイズが大きくなったため増加した。(図 3) 屈折率について、成長温度増加に応じた有意な違いが得られなかったが、両者とも GaAs バルクの値に近い値である事が分かった。抵抗率については、いずれの BEP 比でも、成長温度増加に応じ減少することが分かった。光導波路应用のためには、高い結晶性、平坦な表面、高い抵抗率を有する薄膜が望まれるため、450 °C、BEP 比 1200 の条件が今回の実験で最適と思われる。

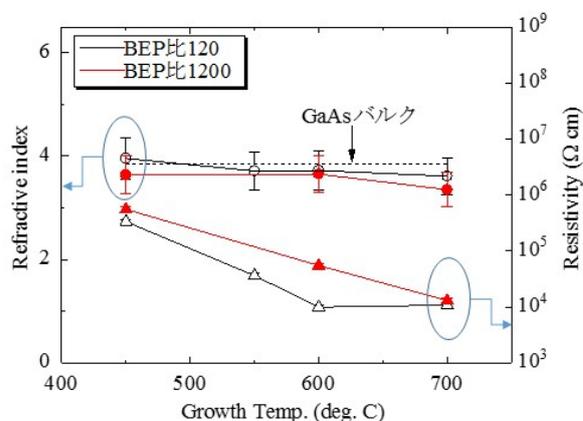
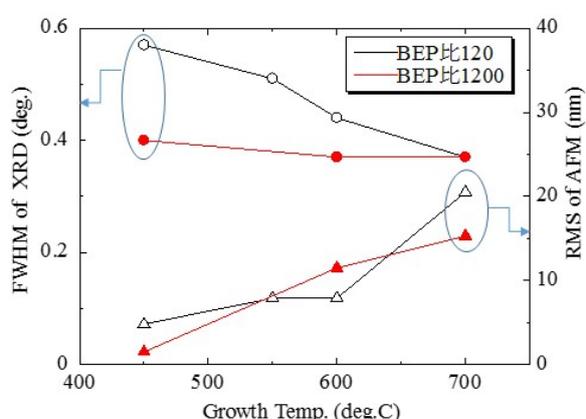


図2.  $\text{CaF}_2$ 基板上に成長したGaAs薄膜XRD、AFM測定、

図3. 同じく屈折率、抵抗率測定の結果

(1)H. Lee *et al.* JJAP, **25**, L595 (1986).

## 4.出張報告

### 4.1.

期間:2013年8月22日-23日 / 用務先:ホテル京阪 京都

用務内容:分子物質合成プラットフォーム技術研修会での発表、意見交換

### 4.2

期間:2014年3月10日-12日 / 用務先:つくば国際会議場中ホール

用務内容:分子・物質合成プラットフォームシンポジウムへの参加、討論

### 4.3

期間:2014年4月24日-25日 / 用務先:東京・大田区平和島 東京流通センター

用務内容:「表面・微小部・深さ方向の分析と最適方法および正しいデータ解析」セミナー聴講

### 4.4

期間:2014年7月17日-18日 / 用務先:滋賀県長浜市 ホテル グリーンハウス

用務内容:分子・物質合成プラットフォーム技術者研修会での発表、意見交換

### 4.5

期間:2014年7月31日 / 用務先:九谷焼陶芸館 石川県能美市泉台町

用務内容:地域貢献の一環とした、子どもマイスターウィークの科学作品表彰用メダルの作成