

# RF マグネトロンスパッタリング法で成膜した NiO 薄膜の電気的特性のアニール温度依存性

## Anneal-temperature dependent electrical characteristics of NiO films deposited by RF magnetron sputtering

安田 晴信<sup>1)</sup>

指導教員 尾沼 猛儀<sup>1,2)</sup>

研究協力者 秋葉 隆行<sup>2)</sup>, 宮本 広信<sup>3)</sup>, 佐々木 公平<sup>3)</sup>, 山口 智広<sup>2)</sup>, 本田 徹<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> 工学院大学 先進工学部 応用物理学科 固体物性研究室

<sup>2)</sup> 工学院大学大学院 工学研究科 電気・電子工学専攻

<sup>3)</sup> 株式会社 ノベルクリスタルテクノロジー

O<sub>2</sub> 比率为 50~100% の範囲で変化させてスパッタ成膜した NiO 薄膜に対し、100°C~300°C でアニール処理を施した。O<sub>2</sub> 比率の減少に伴い Ni 空孔の増加に伴う室温抵抗率の増加が観られた。また、アニール温度 300°C 以上では、導電型が p 型から n 型へ変化した。ドナー型の Ni<sup>0</sup> 欠陥の関与が示唆される。

キーワード：パワーデバイス、β型酸化ガリウム、NiO 薄膜、耐熱性

### 1. 背景

脱炭素社会の実現に向けて電力損失の低減が求められている。パワーデバイスは主にインバーターに搭載されており、性能向上は電力変換損失の低減に貢献する。β相酸化ガリウム(β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)のバンドギャップは 4.5 eV で、絶縁破壊電界が 7 MV/cm 以上であることから、SiC や GaN を凌ぐ次世代材料として期待されている。しかし、p 型伝導が困難という欠点がある。そこで、今回 p 型伝導を示す酸化ニッケル(NiO)に注目する。n 型β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と p 型 NiO のヘテロ接合縦型ショットキーバリアダイオードで耐圧 1.8 kV を実現したという報告がある<sup>[1]</sup>。これは n 型β-Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ドリフト層上に NiO を低キャリア密度層、高キャリア密度層の順に 2 層積み、電界集中を緩和させ絶縁破壊電界を向上させたことによるものである。低キャリア密度はアルゴン(Ar)/酸素(O<sub>2</sub>)混合雰囲気中で O<sub>2</sub> 比率为低くすることで実現されている。デバイスの実装時には高温下で動作する場合が考えられる。しかし、高温下で動作を想定した耐熱性評価についての報告は少ない。

本研究では、RF マグネトロンスパッタリング法で NiO 薄膜を成膜する際の O<sub>2</sub> 比率为 50~100% と変化させ、電気的特性の評価を行った。さらに、100~300°C でアニール処理を施し電気的特性の耐熱性評価を行った。

### 2. 実験方法

RF マグネトロンスパッタリング装置(Canon-Anelva:L-332-FH)により、純度 99.9 mol% の NiO ターゲット用いて c 面サファイア基板上に成膜した。成膜圧力は 0.75 Pa、RF 電源出力は 150 W、成膜時間 5 分、Ar+O<sub>2</sub> 混合雰囲気とした。Ar 流量、O<sub>2</sub> 流量の組み合わせは、(Ar (ccm), O<sub>2</sub> (ccm))=(5.0, 5.0), (3.3, 5.0), (1.6, 5.0), (0.0, 5.0)とした。このときスパッタガス中の O<sub>2</sub> 比率 [O<sub>2</sub>/(Ar+O<sub>2</sub>)] は、50, 60, 76, 100% となる。成膜後に管状炉を用い、100~300°C の間において 100°C 刻みでアニール処理を施した。アニールは、流量 0.5 L/min の酸素雰囲気中で 20 分間行った。試料は、ホール効果測定装置(Nanometrics 社、HL5500PC-SK)用いて van der Pauw 法(四探針法)により室温にて抵抗率を

測定した。また、ゼーベック効果測定で導電型の判別を行った。

### 3. 実験結果

図1に $O_2$ 比率と室温抵抗率の関係を示す。 $O_2$ 比率低下に伴い抵抗率が増加する傾向が観られた。またアニール温度が $300^\circ\text{C}$ になると、抵抗率が増加する傾向が観られた。図2に $O_2$ 比率と導電型の関係を示す。挿入図は、 $300^\circ\text{C}$ アニール前後の表面写真が示されている。アニール温度が上昇するとp型からn型へ徐々に変わる傾向が確認された。また、 $O_2$ 比率が減少するに伴い、透明度の増加が確認された。

### 4. 考察

$O_2$ 比率の減少とアニール温度の増加により抵抗率が上昇し、試料の透明度が増した。試料の透明度にはアクセプター型欠陥であるNi空孔 $V_{Ni}$ が関係する。 $V_{Ni}$ は $Ni^{2+}$ から電子を捕獲し $Ni^{3+}$ と自由ホールを生成する。このとき、 $O\ 2p$ 軌道から $Ni^{3+}\ 3d$ 軌道への電荷移動遷移による可視光吸収が起きると考えられている<sup>[2]</sup>。抵抗率の増加と透明度の増加は、いずれも $V_{Ni}$ 濃度の減少を示唆している。またアニール温度増加によりp型からn型への変化が確認された。先行研究<sup>[3]</sup>によると、酸素空孔が形成されると余剰な電子を $Ni^{2+}$ イオンが受け取ることで、ドナー型の $Ni^0$ 欠陥が生成される。アニール温度増加により酸素空孔と同時に $Ni^0$ 欠陥が生成されたと考えられる。

### 5. 結論

本研究では、RFマグネトロンスパッタ法でNiO薄膜を成膜する際の $O_2$ 比率を50~100%と変化させ、電気的特性の評価を行った。また、 $100\sim 300^\circ\text{C}$ でアニール処理を行い耐熱性の評価を行った。 $O_2$ 比率の減少とアニール温度増加に伴い、 $V_{Ni}$ 濃度減少し室温抵抗率が増加した。またアニール温度 $300^\circ\text{C}$ 以上では、導電型がp型からn型へ変化した。ドナー型の $Ni^0$ 欠

陥の関与が示唆された。これらの結果はデバイス設計の重要な指針となる。

### 謝辞

研究のご支援やご助言を頂いた相川慎也教授に感謝申し上げます。

### 参考文献

- [1] H. H. Gong *et al.*, Appl. Phys. Lett. **117**, 022104 (2020).  
 [2] M. Ono *et al.*, Phys. Status Solidi B **255**, 1700311 (2018).  
 [3] P. Gupta *et al.*, J. Appl. Phys. **111**, 013706 (2012).

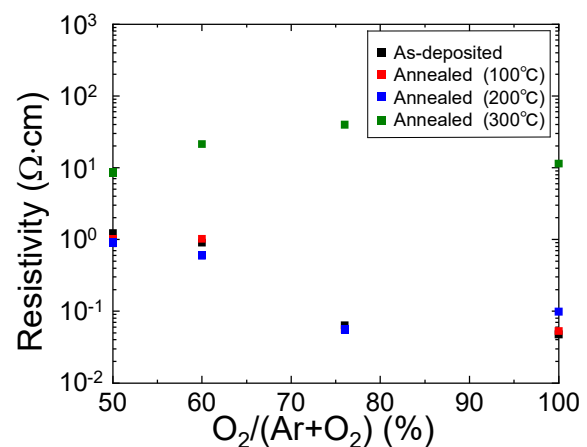


図1.  $O_2$ 比率と室温抵抗率の関係. As-depositedとアニール処理を施した試料の結果を纏めた。

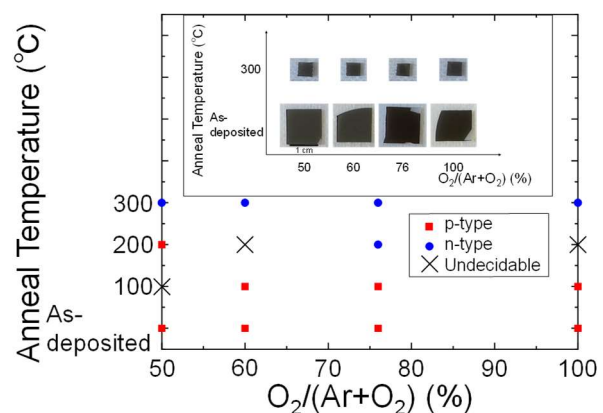


図2.  $O_2$ 比率と導電型の関係. As-depositedとアニール処理を施した試料の結果を纏めた。挿入図は、 $300^\circ\text{C}$ アニール前後の表面写真。