



# 先端研究施設共用イノベーション創出事業【産業戦略利用】 フォトンファクトリーの戦略的産業利用

課題番号： 2008I005  
研究責任者： 氏名 浪田 秀郎、所属 (株)三菱化学科学技術研究センター  
利用施設： 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 BL-14B,15C  
利用期間： 2008年1月～2009年12月

## 課題名 X線トポグラフィ法による化合物半導体結晶の微細構造解析 X-ray topography on self-standing GaN crystals

浪田 秀郎<sup>1</sup>、長尾 哲<sup>1</sup>、秋本 晃一<sup>2</sup>  
Hideo Namita<sup>1</sup>, Satoru Nagao<sup>1</sup>, Koichi Akimoto<sup>2</sup>

<sup>1</sup>(株)三菱化学科学技術研究センター、<sup>2</sup>名古屋大学  
<sup>1</sup>Mitsubishi Chemical STRC, <sup>2</sup>Nagoya Univ.

### アブストラクト： 日本文アブストラクト

放射光 X 線トポグラフィ法による GaN 自立基板の結晶評価法に関して、結晶グレイン構造の解析、トポ像の X 線入射角依存性、CCD カメラ、原子核乾板、X 線フィルムを用いた高分解能観察法等について検討した。その結果、基板面内の広い領域に渡って微小な結晶の揺らぎを評価出来、これらはグレイン構造を形成していることが判った。原子核乾板を用いた観察で現像法を最適化することで 20um 以下程度の分解能が得られた。同一試料をすれすれ入射及び対称反射条件で測定したトポ像から、表面近傍及びバルクの結晶状態の違いを観測出来ることが判った。

英文アブストラクト・・

Self-standing GaN crystals grown by HVPE were studied by means of SR X-ray topography method. Topographic images were taken by CCD camera. X-ray films and nuclear plate were used for high resolution images. It is found that the structure of GaN crystals consist of micro crystal domains.

**キーワード：** 本研究に係わる主要なキーワードを 5 個以内選び出し、列記してください。  
X 線トポグラフィ法、窒化物半導体

### 1. はじめに：

1. 背景 化合物半導体は、発光デバイスから電子デバイスに到るまで広い分野で利用されてきた。最近では GaN に代表されるワイドギャップ半導体が実用化されつつあり、固体照明の光源や、高速、高耐圧のトランジスタの基板として期待され、地球温暖化対策のキテクノロジーを支える材料としても有望視されている。

2. 目的 窒化物系半導体は GaN/サファイヤ基板等のヘテロ成長基板が主に用いられているが、デバイス特性の観点から高品質な単結晶基板を用いることが望ましいことは言うまでもない。しかし、現行の窒化物半導体の単結晶基板における結晶性は、Si や GaAs 系に比べ、転位密度や空孔欠陥等が多く存在し、充分な品質のものは創生できていないのが現状である。本研究では、窒化物半導体結晶基板に関して高分解能 X 線トポグラフィを利用して結晶状態を詳細に評価し、結晶を劣化させている要因を明確にし、高品質化に必要な改善ポイントを得ることを目的とする。

3. 目標 X 線トポグラフィ法による GaN 自

立基板の測定法を検討し、有効性を判断する。次に、結晶品質に関わるパラメータを取得するために、データの解釈及び高分解能測定に向けた検討を実施する。将来的に、これらのパラメータと成長条件、成長環境との相関についても検討し、成長過程における結晶グレインの挙動と転位、欠陥との関係について議論出来ることを目標とする。

### 2. 実験：

#### 1. 実験方法

BL-14B及びBL-15Cにて、GaN自立基板のX線トポグラフィ測定を行った。検出方法はCCDカメラ及びX線用フィルム、原子核乾板を適宜用いた。BL-14Bでは主に対称反射の格子面、BL-15Cではすれすれ入射条件に合う非対称面を用い、波長を適宜調整して測定を行った。

#### X線光学系配置

光源からのX線ビームをSi分光結晶に導入し、試料表面に照射してX線トポ像を測定した。対称反射条件の場合は002反射を用い、すれ

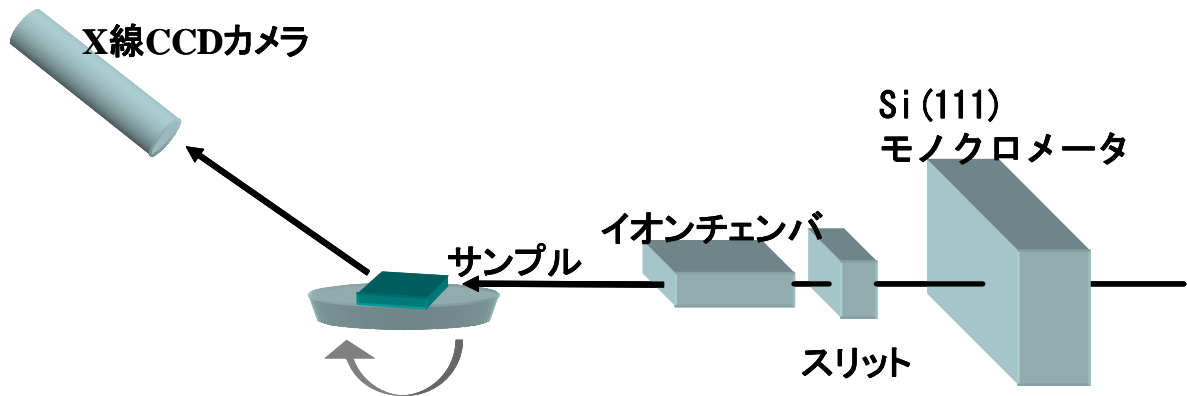


図1 X線トポグラフィ測定光学系及び試料配置

すれ入射条件の場合は203反射を用いて測定した。光学系及び試料の配置を図1に示す。

#### X線フィルム及び原子核乾板による観察法

X線フィルムはAGFA社製のSTRUCTURIX D2FWを用いた。現像方法は、同社の現像液/定着液を規定の方法で希釈し用いた。原子核乾板はイルフォード社製のタイプL4 50um塗布のものを用いた。現像方法は、次の要領で実施した。<sup>1)2)</sup>フィルム用現像液を2倍に希釈し、氷及び冷蔵庫内にて冷却したものを用いた。純水に約5分浸漬した後、約10分間現像液に浸した。現像中は現像ムラが生じないようにスターラー等を用いて常時攪拌を行った。その後、常温の停止液に分浸し、定着液に分浸した。定着時もムラが生じないように攪拌を行った。

#### 2. 試料

GaN自立基板 サイズ：1cm角程度から2インチ板状 厚さ：数100um～数mm

#### 3. 調べたいこと

X線トポグラフィ測定を広範囲かつ高分解能で実施し、結晶全面にわたる結晶状態を評価する。又、X線入射角を微小角入射及び高角度入射で測定し、表面及びバルクの違いに関する情報を得る。

### 3. 結果および考察：

GaN基板試料を用いて、結晶グレイン構造の解析、トポ像のX線入射角依存性、原子核乾板、X線フィルムを用いた高分解能観察検討等のX線トポグラフィによる解析法を確立した。

1)X線トポグラフィ法によるGaN基板の解析法検討

BL-14BでGaN基板のX線トポグラフィ測定を実施した。 $\omega$ 角度を僅かずつ変化させると基板の湾曲状態に応じて、検出器に投射された回折トポ像が移動した。さらに、微小な結晶軸の傾斜揺らぎがあることも判った。これらの結晶軸の傾斜揺らぎはグレイン構造を形成しており、

$\omega$ 角を僅かに変えることにより回折条件を満たすグレインが変わり、明暗が変化することが判った。従って、 $\omega$ 角を僅かずつ連続して変化させてX線トポ像を測定することで、結晶のコヒーレンシーや結晶方位のバラツキを定量的に評価出来ることが判った。

#### 2)X線トポ像の高分解能観察

グレイン構造の形成要因に転位が関係することが予想される。高分解能でX線トポ像を測定出来れば、これらの原因解明に極めて有効と考えられる。CCDカメラの分解能は最高で8um/pixel程度であることから、X線フィルム及び原子核乾板による撮影を試みた。現像条件等の最適化を検討し、上記に示した現像方法が失敗が少なく、高精細な像が得られることが判った。特に、現像前の純水浸漬が有効であることが判った。これにより原子核乾板で20um以下程度の分解能が得られることを確認出来た。10<sup>6</sup>個/cm<sup>2</sup>オーダー転位観察には数um程度の分解能が必要であり、転位観察までは至らなかったが、CCDカメラで見えなかったグレイン内部の微細構造を観察出来た。これらの構造は転位分布と密接な関係があると考えられる。

#### 3)X線トポ像の入射角依存性

X線トポ像の入射角依存性を調べるため、CCDカメラを用いて、BL-14B及びBL-15Cでそれぞれバルクと表面近傍のトポ像を比較した。BL-14Bでは、上記のごとく、 $\omega$ 角に依存して変化する単調なグレイン構造の明暗コントラストが観察されたが、BL-15Cですれすれ入射条件で測定すると、明るいドメイン壁の中にサブグレインが観察された。さらに $\omega$ 角を僅かずつ変化させても、これらのドメイン壁の明暗は大きく変化しないことが判った。これらの結果は、表面近傍の構造を反映したものと考えられる。両方のビームラインを利用することで、結晶の表面/バルクの違いを切り分けて評価でき、有用な情報が得られることが判った。

#### 4. まとめ：

X線トポグラフィ法による GaN 自立基板の結晶評価法を検討した。その結果、基板面内の広い領域に渡って微小な結晶の揺らぎを評価出来、これらはグレイン構造を形成していることが判った。X線トポ像の高分解能観察のために原子核乾板を用いた。現像法を最適化することで 20 $\mu\text{m}$  以下程度の分解能が得られることが判った。同一試料を BL-15C でのすれすれ入射及び BL-14B での対称入射条件で測定したトポ像に違いが見られた。このことは表面近傍及びバルクの結晶状態の違いを観測出来る手法として有用である。今後、GaN 基板の品質向上に向けて、本研究で確立した解析法を適宜利用することは極めて有意義であると考えられる。

#### 参考文献

- [1] 高エネ研 原子核乾板の処理方法.
- [2] 高良和武著 X線回折

#### 成果発表状況：

本研究で得られた結果に関して、特許出願を予定している。特許の内容に関しては現在検討中である。