

# 回転引き上げ法育成 ゲルマニウム単結晶ネック部の 転位の三次元分布

飯田敏(富山大学),  
梶原堅太郎(JASRI),  
川戸清爾(SAGA-LS),  
太子敏則(信州大学),  
米永一郎(東北大学)

2011年1月11日

PF研究会「X線トポグラフィーの現状と展望」

# 研究の背景と動機

- CZ 法育成Ge単結晶
  - 従来法では有転位結晶
  - 液体封止改良法で無転位化に成功
  - 無転位単結晶の応用
- CZ 法育成単結晶の無転位化機構
  - Si: 転位消滅機構の見直しを迫る観察事実
  - 無転位化に成功していない多くの単結晶

# 研究目的

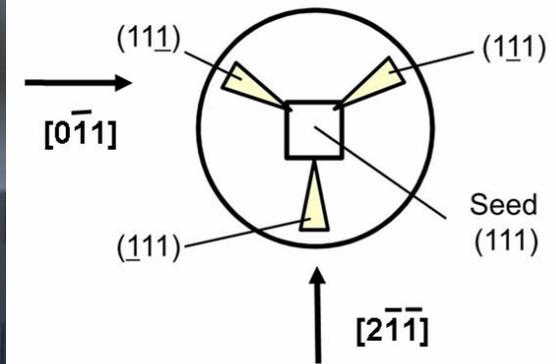
- Ge単結晶育成過程における無転位化機構の解明
  - 改良CZ法と従来CZ法との比較
  - 転位の三次元立体分布と形態
  - 転位の発生, 伝播, 消滅の仕方
- CZ-Ge単結晶のより良い成長条件の探索

# 試料：直胴部1インチ径のCZ-Ge 結晶

従来CZ法育成結晶 N-054n    改良CZ法育成結晶 N-046n



- 成長方位は $[111]$
- 結晶肩部にてほぼ $(111)$ に平行に切断
- 切断歪み除去のためにエッチング



T. Taishi et al, Journal of Crystal Growth 311 (2009) 4615–4618

2011/1/11

CZ-Ge単結晶ネック部の転位：三次  
元分布観察

4

# 試料明細

## 直胴部1インチ径のCZ-Ge 結晶

### 従来CZ法育成結晶

試料名	N-054n
形状 [mm]	
種結晶	5□
ネック部(最小径)	2φ × 15
全長	32
成長方位	[111]
ドーパント	undoped
転位密度 [cm <sup>-2</sup> ] (切断面直下)	4.0E+03

GeO<sub>2</sub>パーティクルが融液表面に浮いている状態で育成

### 改良CZ法育成結晶

試料名	N-046n
形状 [mm]	
種結晶	5□
ネック部(最小径)	2φ × 21
全長	31
成長方位	[111]
ドーパント	undoped
	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 被覆
転位密度 [cm <sup>-2</sup> ] (切断面直下)	~0

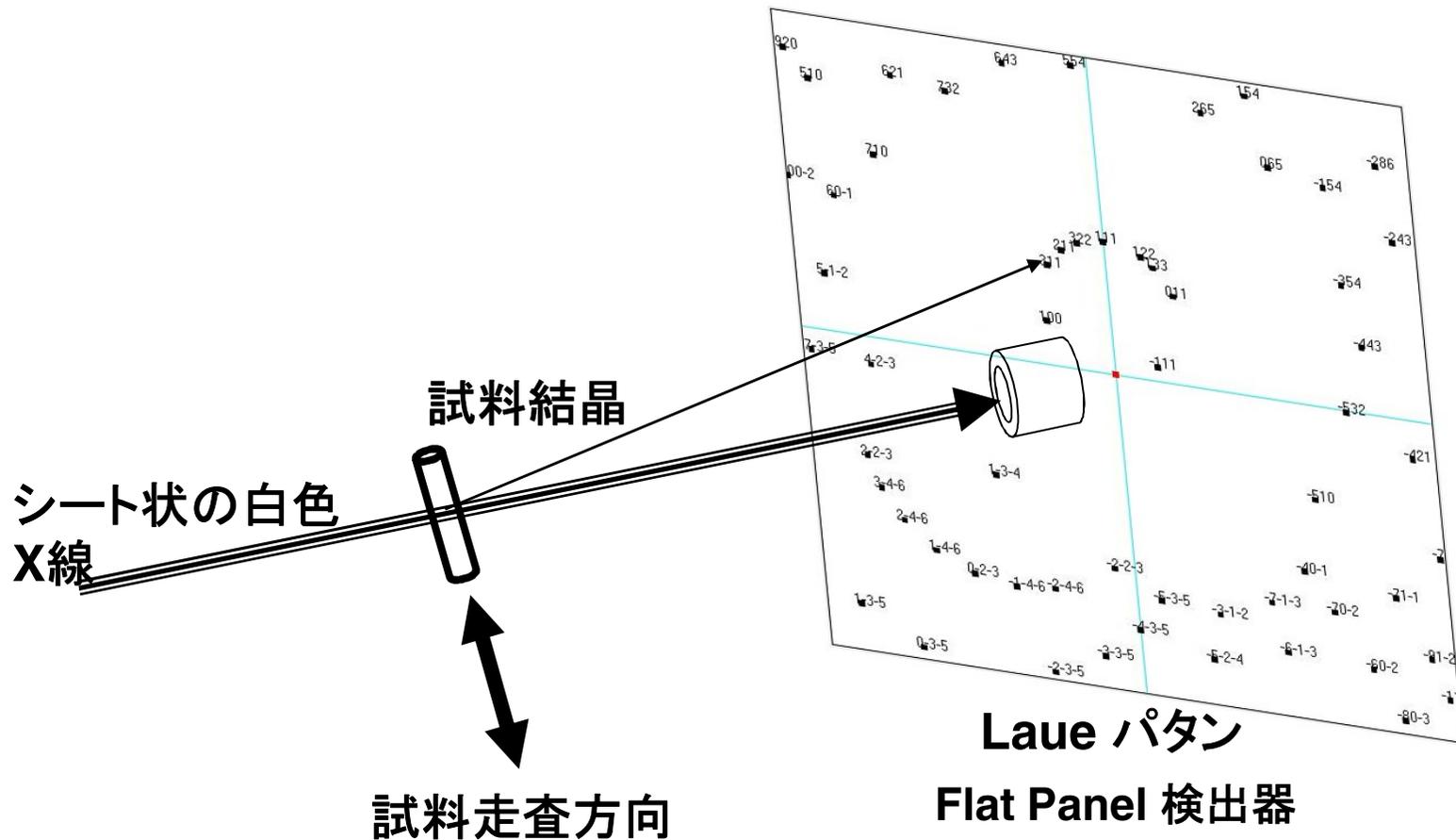
B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>で融液の外周部を被覆することでパーティクルを抑制

# 実験方法

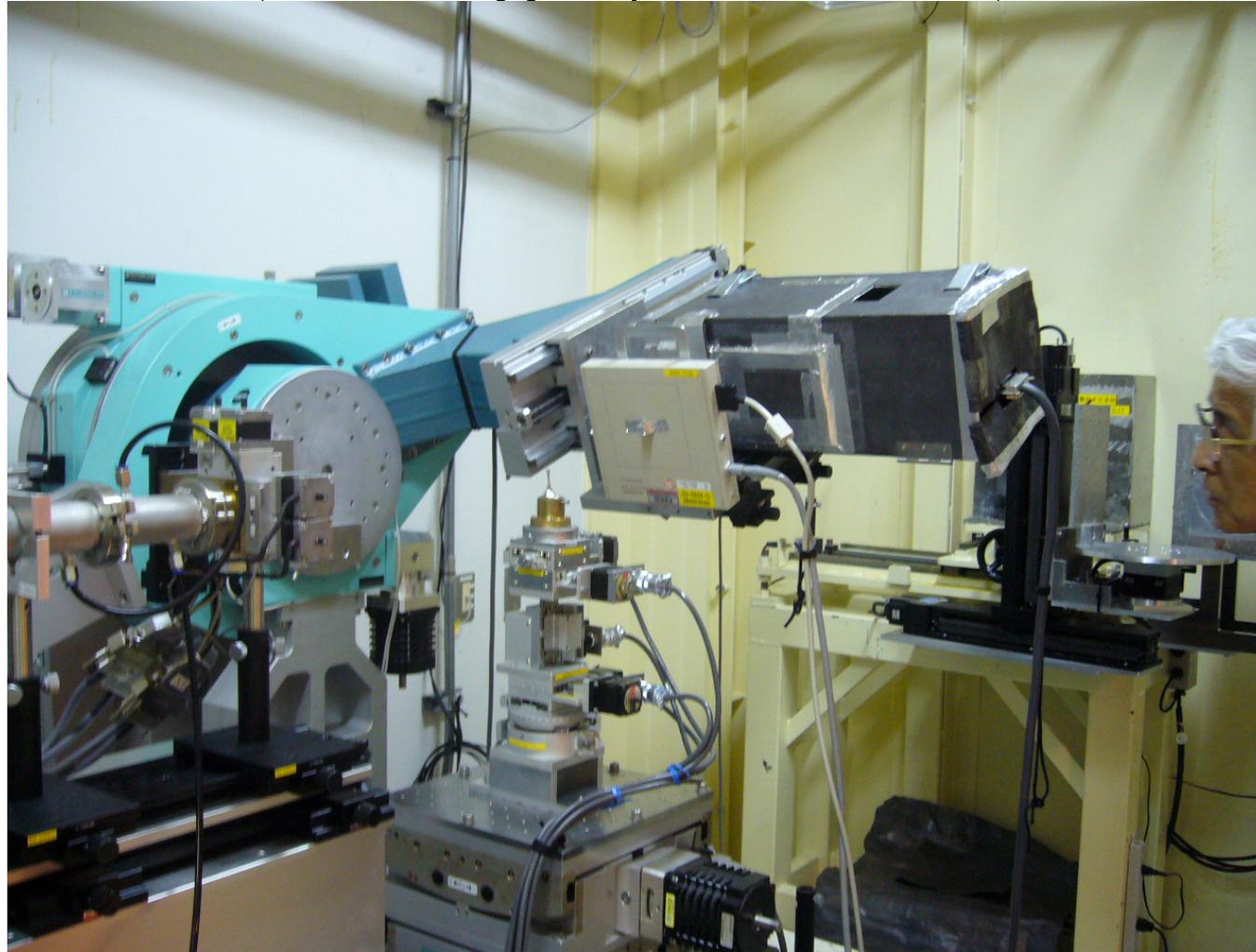
## 三次元化放射光X線トポグラフィ

- 転位の立体分布観察@SPring-8, BL28B2
- ステップスキャンセクショントポグラフィ (step-scanned section topography)
- 白色X線 (27, 82, 109, 136keV)
- 用いた反射
  - 111, 022, 400, 315, 351とそれらの高次反射
  - 直交する2方向からのX線入射
- 二次元デジタル画像検出器
  - Flat Panel 検出器, 可視光変換型X線CCDカメラ

# 試料方位調整：ラウエパタン使用



# ステップ スキャン セクション トポグラフィ (SPring-8, BL28B2)

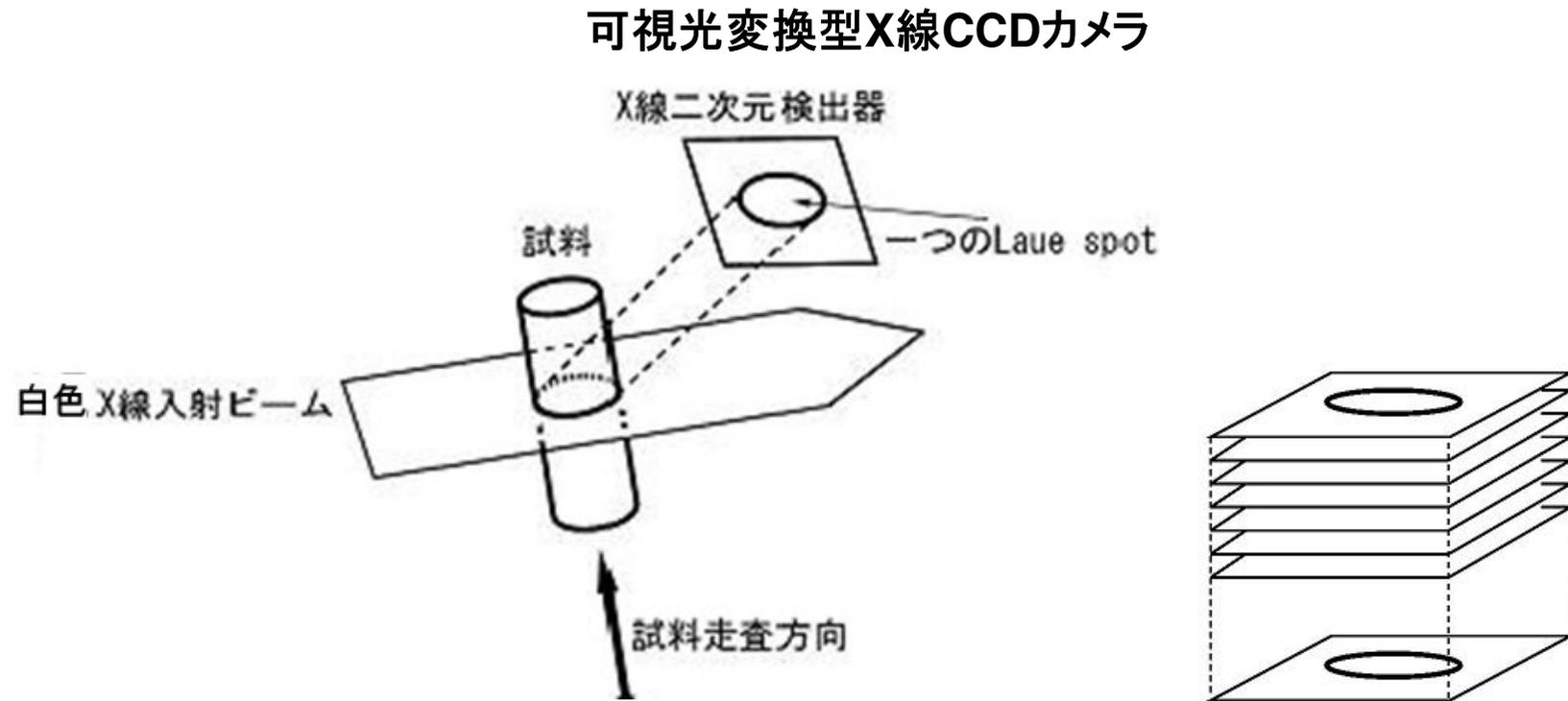


2011/1/11

CZ-Ge単結晶ネック部の転位:三次  
元分布観察

8

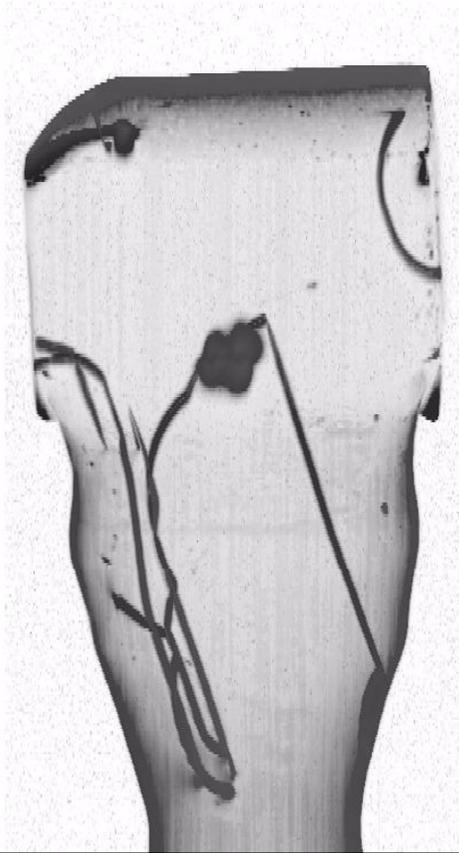
# ステップ スキャン セクション トポグラフィ (step-scanned section topography)



セクショントポグラフィの  
積層による三次元化

# 三次元投影トポグラフ

改良CZ法育成結晶 CZ-Ge N-046n



[0-11]方向への投影

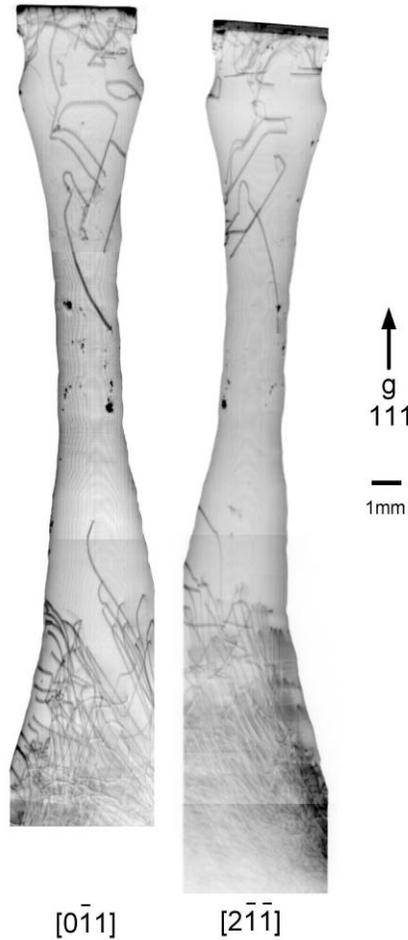
$g$   
**111**  
↑



[-211]方向への投影

# 111反射トポグラフ

従来CZ法育成結晶 CZ-Ge N-054n



ほぼ直交する  
2方向からの観察

# 三次元投影トポグラフ

従来CZ法育成結晶 CZ-Ge N-054n(上部)



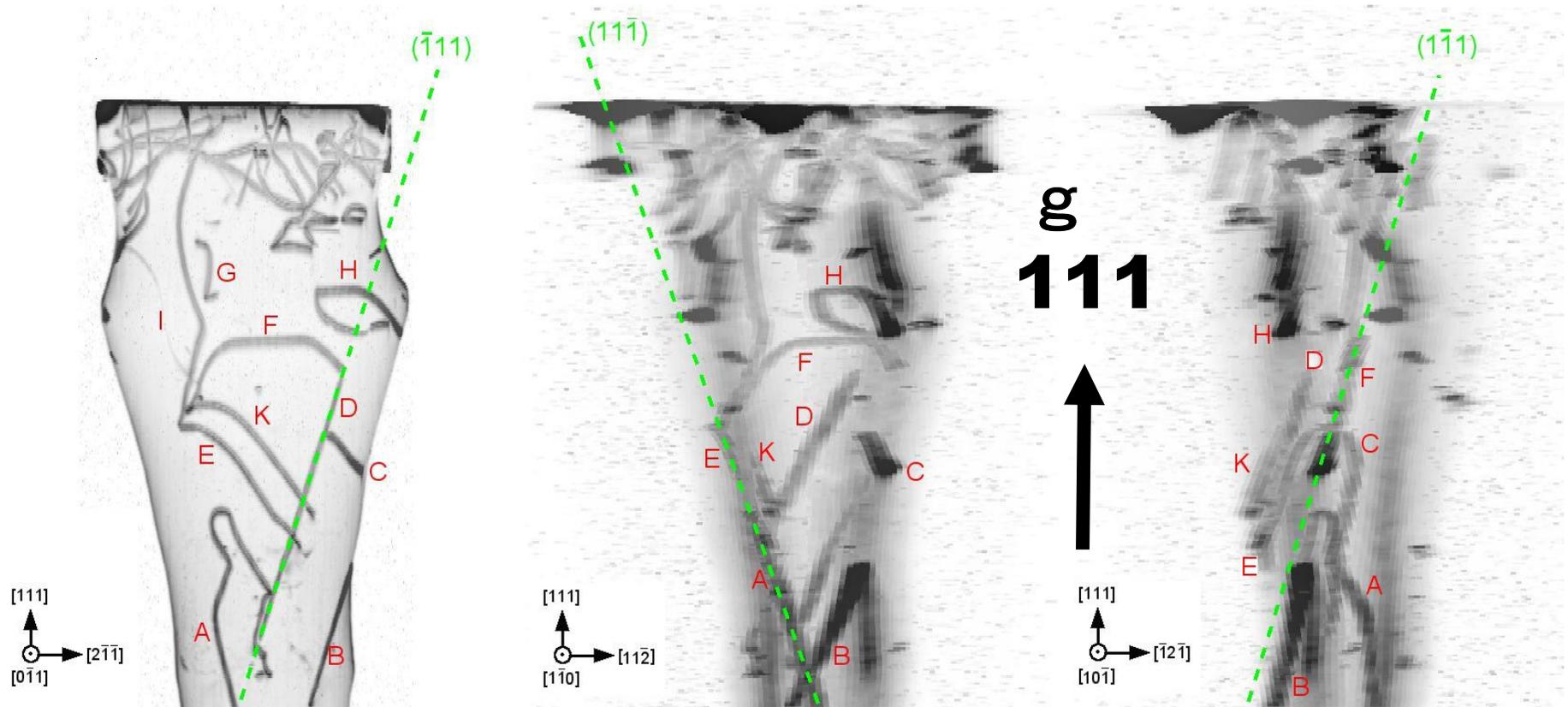
[0-11]方向への投影

g  
111



[-211]方向への投影

# すべり面： 湾曲している転位の多くは{111}面上



CZ-Ge N-054n (上部)

# CZ-GeとCZ-Siとの比較

- CZ-Ge結晶
  - － 種結晶 - 成長結晶の境界付近で新たに発生した転位が極端に少ない
  - － 転位消滅段階においては、転位はほぼ真っ直ぐあるいは種結晶側に凸な半ループ状形態で、結晶の外周部で終端している。
- CZ-Si単結晶
  - － 種結晶 - 成長結晶の境界付近で多数の転位が新たに発生する(外周部に多い)
  - － 転位消滅段階においては、転位は成長方向に凸な半ループ状形態を示して、結晶の外周部に達することなく結晶の内部に止まっている。

# まとめ

- 高エネルギー放射光X線を用いて、バルクGe単結晶の内部三次元観察をした
- 液体封止改良型CZ法育成Ge結晶
  - 有転位種結晶
  - ネッキングにより無転位化
- 従来型CZ法育成Ge結晶
  - 有転位種結晶
  - ネッキングにより一度無転位化
  - その後新たに転位発生