

# 博士論文審査報告書

氏名	平岩 美央里 (ヒライ ミヅリ)
学位記の種類	博士 (理学)
学位記番号	博理第 8 3 号
学位記授与報告番号	甲第 2 3 6 号
学位記授与年月日	平成 2 7 年 3 月 2 4 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 1 項該当 (課程博士)
論文題目	放射光 X 線を用いた窒化ガリウム結晶中の格子欠陥に関する研究
論文審査委員	(主査) 教授 籠島 靖 (副査) 教授 小林 寿夫 (副査) 教授 田中 義人 (副査) 教授 酒井 朗 (大阪大学大学院基礎工学研究科) (副査) 准教授 津坂 佳幸

## 1. 論文内容の要旨

省エネルギー社会の実現に向けた蛍光灯代替技術として白色 LED (Light-Emitting Diode) 技術が広く世の中に普及してきている。一般的に白色 LED は、青色 LED と黄色蛍光体の組み合わせで構成されており、その実現には青色 LED の材料である窒化ガリウム (Gallium Nitride; GaN) 結晶の高品質化が大きく貢献してきた。現在 GaN 結晶の成長方法として主流となっている HVPE (Hydride Vapor Phase Epitaxy) 法では、サファイア等の異種基板上への結晶成長が行われている。このため、基板との格子定数の違いによって生ずるミスフィット転位等の欠陥の発生が避けられない。結晶の無欠陥化に向けた結晶成長技術開発では、結晶に導入される欠陥の性質を知る事が重要である。これまで、GaN 結晶中に存在する転位の評価には透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy: TEM) による電子線回折技術が大きな役割を果たしてきた。しかし、結晶の高品質化にともない、ナノメートルスケールでの局所評価技術では欠陥を検出する事が逆に困難となってきた。今後、高品質な GaN 結晶中の欠陥やその挙動を評価するためには、広域での評価が可能な欠陥検出手法が求められている。

本論文は、X 線トポグラフィにより、市販のウエハレベル(300  $\mu\text{m}$ )の膜厚を持つ GaN 結晶中の転位を詳細に評価した。まず、Mo-K $\alpha$ の実験室光源を用いて、GaN 結晶中に存在する転位線を可視化した。この場合、吸収の大きさを示す  $\mu\text{t}$  は約 12 であり、異常透過による回折像の取得である。その結果、1-210 回折で現れた  $\langle 1-210 \rangle$  に伸びる複数の転位線のコントラストが、0002 回折で消失することがわかった。これから、転位線の歪みを表すバーガ

ースベクトルは、 $\langle 0001 \rangle$ と直交していることがわかるが、バーガスベクトルの完全な決定には至っていない。

通常、バーガスベクトルの決定には、それと直交する2つ以上の回折ベクトルで撮像する必要があるが、GaNはSi結晶等と比べて線吸収係数が大きく、非対称反射を用いた場合、結晶中での透過距離が長くなり、十分な回折透過強度が得られないためである。

そこで、バーガスベクトルの完全な決定のため、高エネルギーのX線が利用できる放射光X線トポグラフィを実行した。実験はSPRING-8 BL08B2でおこなった。用いたX線のエネルギーは約40 keVである。この場合の $\mu t$ は約2であり、消衰効果による回折像の撮像である。複数枚の回折像を取得した結果、1-210回折で現れた転位線のコントラストが、0004回折と非対称回折の50-55回折でほぼ消失していることがわかった。このことから、転位線のバーガスベクトルが $\langle 1-210 \rangle$ に平行であり、また転位線の伸びる方向と平行であるため、らせん転位であることが明らかになった。

さらに詳細な解析により、 $\langle 1-210 \rangle$ に伸びた転位線が、数箇所曲がりが生じていることがわかった。この曲がりの生じた場所では、0004回折像や50-55回折像でもわずかにコントラストが残っている。これらの場所では、(0001)をすべり面としていたらせん転位が、交差すべりによって、すべり面を(10-12)もしくは(10-11)に変更していることを示唆している。

さらに、これら転位の存在が結晶の格子定数や格子面傾斜に与える影響を、微小領域高精度X線回折により評価した。実験はSPRING-8 BL24XUでおこなった。その結果、100 ~ 200  $\mu\text{m}$  間隔で、ロッキングカーブのピークシフトが確認された。これらのピークシフトが起こる位置での逆格子空間強度マッピング測定から、この変動は主に格子面傾斜が原因であることがわかった。このピークシフトの変動間隔は、転位線の間隔にほぼ等しい。

本論文において、GaN結晶の放射光X線トポグラフィ観測から、これまで報告されていない転位の詳細な振る舞いを明確にした。

## 2. 論文審査結果

本論文は、白色LEDやパワーデバイスとして期待されているGaN結晶中の転位の挙動について、詳細に評価したものであり、さらにその転位が格子歪みに与える影響についても述べている。

GaN結晶中の転位挙動は、これまで主に透過電子顕微鏡により調べられてきた。これが対象とする結晶の転位密度は $10^8\text{-}10^9\text{cm}^{-2}$ 程度であるが、近年の結晶の高品質化により、評価が困難になりつつあった。そこで、申請者はより高品質なGaN結晶中の転位挙動の評価法として、X線トポグラフィに着目しそれを実行した。

まず、Mo-K $\alpha$ 線を用いたX線トポグラフィにより、市販のウエハレベル(300  $\mu\text{m}$ )の膜厚を持つGaN結晶中の転位が、十分評価可能な密度であることを確認した。しかし、GaN結晶は線吸収係数が大きく、非対称反射の回折強度が弱いため、バーガスベクトルの決定は困難であった。

そこで、高エネルギーX線が利用可能な放射光トポグラフィを実行し、GaN結晶中にバーガスベクトルが $\langle 1-210 \rangle$ のらせん転位が存在することを明らかにした。また、このらせん転位が交差すべりによって、すべり面を(0001)から(10-12)や(10-11)に変更している箇所が

あることを示した。

さらに、微小領域高精度 X 線回折実験により、これらの転位の存在が結晶格子面の傾斜を与える可能性があることを示した。

これらの結果は、我が国の基幹産業である半導体製造技術の高度化にも重要な貢献をなすものである。

よって、本論文は博士（理学）の学位論文として価値のあるものと認める。

また、平成 27 年 1 月 20 日、論文内容およびこれに関連する事項について試問を行った結果、合格と判定した。