



九州シンクロトロン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：1912127S

B L 番号：09

(様式第 5 号)

β -Ga₂O₃ のすべり転位の X 線トポグラフィによる観察 Observation of Slip Dislocations in β -Ga₂O₃ Observed by X-ray Topography

山口博隆、佐沢洋幸
Hirotaka Yamaguchi, Hiroyuki Sazawa

産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター
Advanced Power Electronics Research Center,
National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

β -Ga₂O₃ ウェーハ表面へのダイヤモンド圧子による圧痕形成とアニール処理によるすべり転位の発生と、その X 線トポグラフィによる観察を試みた。(001)ウェーハでは、転位の発生を確認することはできなかったが、押し込み荷重が不足していたためと考えられる。(201)ウェーハでは、特徴的な形状のコントラストが観察されたが、その起源の解明は今後の課題である。

We have investigated dislocations induced by annealing after indentation on wafer surface of β -Ga₂O₃ by using X-ray topography. The indentations were produced by diamond indenter using a micro-Vickers hardness tester. In a (001) wafer, no apparent dislocations were observed. This is probably because the indenter loads were insufficient to induce dislocations. On the other hand, characteristic-shaped contrasts were observed in (201) wafer although the origin of the contrasts remained to be clarified.

2. 背景と目的

β -Ga₂O₃ はエネルギーバンドギャップ幅が 4.3eV と、ダイヤモンドに次いで大きく、次世代のパワーエレクトロニクス素子材料として期待されている[1]。しかし、転位等の欠陥の形態はよくわかっていない。転位や積層欠陥などの結晶欠陥は半導体素子において重要な問題であり、その解明が急がれる。転位の形態や性質は、古くはシリコンをはじめ、最近の SiC などの結晶について詳細に研究され、転位論として体系化されている。しかし、 β -Ga₂O₃ はこれまでの半導体素子研究の対象物質になり単斜晶系という、対称性の低い複雑な結晶構造をもつ物質であることから、転位の基礎となるすべり面の解明が必要である。

私たちは、O 副格子が構成する最密充填構造[2]を基礎にすべり面を提案するとともに（四面体モデル）、X 線トポグラフィによりこのモデルの検証を行ってきた[3]。これまで、一部の転位についてはこのモデルで理解されることがわかったほか、(201)面には積層欠陥が見出された[4]。しかし、転位の同定は一部に限られており、モデルの検証は進んでいない。一方、四面体モデルとは別に、(001)面もすべり面である可能性があることがわかってきた[5]。

最近、ウェーハ表面近傍に発生させた転位を X 線トポグラフィで観察することによって、すべり面の検証を進めている。(001)ウェーハ表面にダイヤモンドペンを押し込んだのちアニール処理をす

ることによって、転位ループの発生が確認された[5]。そこで、ビッカース硬度試験機によって押し込み荷重を制御した圧痕を形成することによって、転位の発生や形態について系統的に観察することを計画した。アニール処理によって圧痕近傍の応力が解放され、すべり面上に転位が形成されると考えられる。本研究では、この転位を”grown-in”転位と区別して、すべり転位と呼ぶことにする。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

試料は、ノベルクリスタルテクノロジー社製の edge-defined film-fed (EFG) 法による結晶ウェーハであり、表面方位は $(\bar{2}01)$ あるいは (001) である。マイクロビッカース硬さ試験機（ミットヨHM-114）により、押し込み荷重100kgから10gの範囲で圧痕を形成した。 $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ は (100) 、 (001) が強い劈開性を示すため、荷重が大きいと表面には劈開による大きな割れが発生する。今回は大きな劈開が発生しない程度の範囲で荷重を設定した。図1は $(\bar{2}01)$ 面に押し込み荷重50gによって形成された圧痕の写真である。圧痕形成後、大気中900°Cでアニールし、X線トポグラフ観察用試料とした。

X線トポグラフ実験は、ビームラインBL09で単色X線を用いて行われた。波長を0.1–0.17 nmの範囲で選択し、反射配置（ブラッグケース）の回折条件によるX線トポグラフを原子核乾板（ILFORD L4）に記録した。

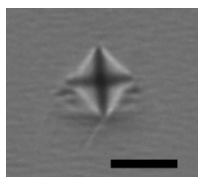


図1 $(\bar{2}01)$ 表面に形成された圧痕（押し込み荷重 50 g）。
スケールバーは 10 μm を示す。

4. 実験結果と考察

(001) ウェーハの場合、今回の荷重で範囲では、圧痕周辺に歪みによるコントラストは確認されたが、転位の発生は確認されなかった。すべり転位を形成するには、より大きな荷重が必要であると考えられる。一方、 $(\bar{2}01)$ ウェーハでは、特徴的な形状のコントラストが観察されたが転位ループは形成されていないようである（図2）。圧痕中心から $\langle 010 \rangle$ に伸びる長い線状コントラストのほか、付随する短い線状コントラストなどの特徴がある。しかし、今回の実験では、これらのコントラストの原因を明らかにすることはできなかった。

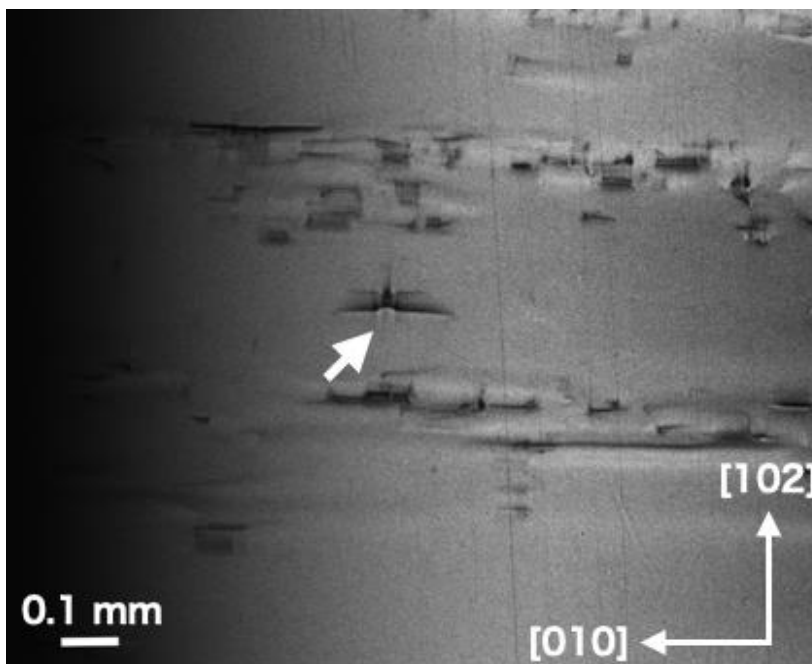


図2 $(\bar{2}01)$ ウェーハの圧痕周辺部の X 線トポグラフ ($\bar{1}201$ 反射)。 $\lambda = 0.15 \text{ nm}$ 。矢印が圧痕部。

5. 今後の課題

現状では、圧痕形成やアニールの最適な条件がわかっていない。すべり転位の形成には、延性-脆性転移の存在やその温度などを明らかにすることが必要であろう。今回は(201)ウェーハで観察されたコントラストの起源を明らかにすることはできなかったが、 g などの回折条件の異なるX線トポグラフィを比較することにより解析を進めていく予定である。また、(201)面には積層欠陥があるが[4]、応力による移動や発生などの変化が観察できれば、すべり面の検証になるであろう。

6. 参考文献

- [1] Higashiwaki et al., Appl. Phys. Lett. **100**, 013504 (2012).
- [2] Geller, J. Chem. Phys. **33**, 676 (1960).
- [3] Yamaguchi *et al.*, Superlattice Microstruc., **99**, 99 (2016).
- [4] Yamaguchi and Kuramata, J. Appl. Cryst. **51**, 1372 (2018).
- [5] 山口、渡邊, SAGA-LS 利用報告書(1806043S).
- [6] Yamaguchi *et al.*, in preparation.

7. 論文発表・特許 (注: 本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

- H. Yamaguchi, A. Kuramata and T. Masui, “Slip system analysis and X-ray topographic study on β -Ga₂O₃”, Superlattice Microstruc., **99**, 99 (2016); Corrigendum **130**, 232 (2019).
- H. Yamaguchi and A. Kuramata, “Stacking faults in crystals observed by X-ray topography”, J. Appl. Cryst. **51**, 1372 (2018).

8. キーワード (注: 試料及び実験方法を特定する用語を2~3)

β -Ga₂O₃、X線トポグラフィ、転位、インデンテーション

9. 研究成果公開について

(注: ※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末(2021年3月31日)となります。)

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文(査読付)発表の報告

(報告時期: 2021年 3月)