



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：2011120S

BL番号：BL09

(様式第5号)

溶液成長 SiC および HVPE 成長 β -Ga₂O₃ エピタキシャル層の X 線トポグラフィ観察

X-ray topography observation of defects in liquid-solution grown SiC and HVPE β -Ga₂O₃ epilayer

嘉数 誠, Sdoeung Sayleap
高治 広行, Chaman Md Muhidul Islam
板敷航成

Makoto Kasu, Sdoeung Sayleap,
Hiroyuki Takaji, Chaman Md Muhidul Islam
Kousei Itashiki

佐賀大学大学院 工学系研究科
Graduate School of Engineering, Saga University

- ※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）

ダイヤモンドや酸化ガリウムは広いバンドギャップ、高い絶縁破壊電界や優れた熱伝導率などから次世代のパワーデバイス材料として期待されている。しかし、半導体デバイスの下地となる単結晶基板中の格子欠陥（結晶欠陥）は、素子特性に影響を与えるため課題である。

実際に β -Ga₂O₃ を用いたショットキーバリアダイオードにおいて、転位などの欠陥がリーク電流を引き起こすことが報告されている。従って、 β -Ga₂O₃ においても結晶欠陥の抑制や制御が不可欠であることが明らかになった。結晶欠陥についての報告も増えてきたが、未だわかっていない部分も多く、更なる研究が必要である。大電力用デバイスとして研究が進む SBD で使われる HVPE 成長エピタキシャル成長膜中の欠陥を X 線トポグラフィで観察した。特に今回は、改良された HVPE エピ膜で、リーク電流に影響を与える欠陥、転位を調べる。また最近、SiC で従来の昇華法ではなく、溶液(Liquid Solution)法で育成したバルク結晶ができるようになったが、その結晶を観察し、従来の方法と比較をする。

(English)

Diamond and Gallium oxide are wide band gap semiconductor, and are expected as high-efficient high-power electronics device. However, defects in crystals lead to a leakage current and decrease the breakdown voltage.

It has been reported that dislocations in β -Ga₂O₃ cause leakage current by Schottky diode. Therefore, to minimize the defect density, it is critical to understand crystal defects such as dislocations and stacking faults. Although some reports about defects in β -Ga₂O₃ has been reported, further investigation is necessary.

In this study, we investigate defects in improved HVPE epitaxial layer which will be used

for high-power SBDs by X-ray topography. In addition, SiC bulk crystals grown by recently-developed liquid-solution method were observed and were compared with those grown by conventional methods.

2. 背景と目的

我々はこれまで新しい電子材料の創製とそれを生かしたデバイス応用に関する研究を行ってきた。現在は、シリコンカーバイド(SiC), 窒化ガリウム(GaN), 窒化アルミニウム(AlN), ダイヤモンド, β -Ga₂O₃等の広いバンドギャップをもつ新しい半導体の創製とそれをを用いた低損失・高耐压のパワーデバイスの応用に関する研究を行っている。

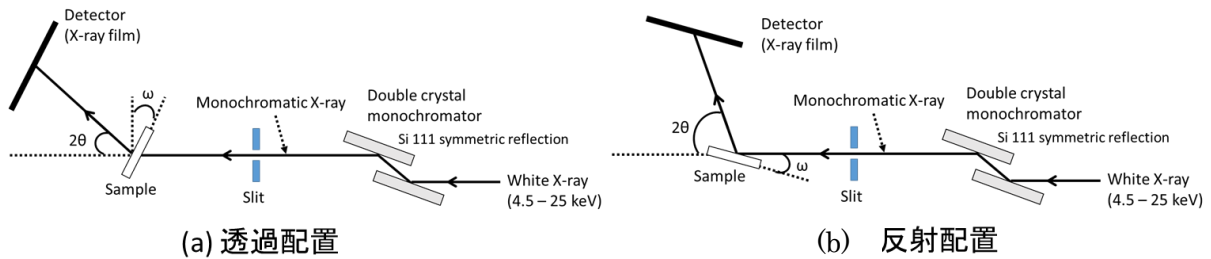
環境・エネルギー問題は、今や不可避の深刻な社会問題である。エレクトロニクス, 情報通信ネットワーク, 電力ネットワークのエネルギー効率, システムのハードウェアの大部分を占めるシリコン(Si)材料の固有の物性限界に到達している。それを打破するために, Siよりバンドギャップが広いSiCやGaNや, 新しいワイドギャップ半導体であるダイヤモンドや酸化ガリウムを用いた高効率パワーデバイスの実用化に繋げ, エネルギー問題を根本的に解決することが最大の目標である。しかしながら, 半導体結晶を用いて作製される電子デバイス・光デバイスの特性は, その結晶中の格子欠陥の物性に大きく左右される。例えば, 線状欠陥である転位は格子歪, 欠陥準位, 局所反応サイトなどを与え, 多くの場合, デバイス特性を悪化させる要因となる。そのため結晶欠陥の観察や評価は, 産業応用に向けた重要な課題である。我々はこれまでに X線トポグラフィ測定によりダイヤモンド単結晶や β -Ga₂O₃単結晶の転位や積層欠陥の観察と同定を行ってきた。 β -Ga₂O₃に関しては, これまで反射トポによる表面近傍の観察を行い, 二次元像として欠陥の観察を行ってきた。しかし, これらの欠陥が実際に電子デバイスに与える影響はわかっていない。そのため, β -Ga₂O₃半導体の素子特性向上のために, キラー欠陥となるものを理解しておく必要がある。そこで本研究では X線トポグラフィにより観察した欠陥が電子デバイスに与える影響について調べた。また最近, SiCで従来の昇華法ではなく, 溶液(Liquid Solution)法で育成したバルク結晶ができるようになったが, その結晶を観察し, 従来の方法と比較をした。

3. 実験内容 (試料, 実験方法, 解析方法の説明)

酸化ガリウム単結晶において, 結晶内部に存在する転位の観察を行う。これらの転位のバーガーズベクトルを同定するため, それぞれの基板で様々な回折条件下で測定を行う。

C面VB- β -Ga₂O₃上にSBDを作製したサンプルを $g=\{605\}, \{224\}$ 等のトポグラフ像を測定する。エピタキシャル結晶の観察を目的としているため, X線の基板への侵入は出来るだけ避けたい。また, エピ結晶の欠陥と, 基板欠陥を確実に区別するため, 浅い侵入のトポグラフ像と深い侵入のトポグラフ像を両方測定する。 g ベクトルは出来るだけ多くのパターンで測定し, 得られたトポグラフ像を比較し, 欠陥コントラストの消滅則により, 転位のバーガーズベクトルを同定する。

測定条件(X線エネルギー, 試料配置など)は測定試料の面方位, 観察範囲(表面からの深さ)によって変更するが, ブラッグ条件に当てはめ条件を決定する。



4. 実験結果と考察

SBD を作製した HVPE エピタキシャル膜を観察したところ、漏れ電流が生じていた箇所に、バタフライ型のコントラストが見出された。しかし、様々な回折条件で観察したところ、コントラストは様々な形状に変化し、コントラストは、欠陥そのものというより、欠陥の周辺のひずみ場が見えていることがわかった。今回、多結晶欠陥、気相中で生成した微粒子からできる積層欠陥などが観察された。

今回、初めて溶液法で育成した SiC バルク結晶を調べたが、結晶に内包される歪みが大きいため、歪んだ X 線トポグラフィー像が得られた。

5. 今後の課題

最近では VB 法によって 2 インチほどの大口径の製作が可能になっている。しかしながら、結晶欠陥の抑制がまだ充分でないため、今後も対策の方針を考える必要がある。そのためには、X 線トポグラフィーや AFM や断面 TEM などを利用して欠陥の分布や種類の傾向についてより詳しく調べる必要がある。

SiC に関しては、坩堝の形状を変えるかして、歪を低減した結晶を育成していく。

6. 参考文献

- [1] M. Kasu, *et al.*, Japanese Journal of Applied Physics 55, 1202BB (2016).
- [2] O. Ueda, *et al.*, Japanese Journal of Applied Physics 55, 1202BD (2016).
- [3] H. Yamaguchi, *et al.*, Superlattices and Microstructures 99, 99 (2016).

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)

- [1] M. Kasu, R. Murakami, S. Masuya, K. Harada, and H. Sumiya, Synchrotron X-ray topography of dislocations in high-pressure high-temperature-grown single-crystal diamond with low dislocation density, Applied Physics Express, **7** (2014)125501.
- [2] S. Masuya, K. Hanada, T. Uematsu, T. Moribayashi, H. Sumiya, M. Kasu, Determination of the type of stacking faults in single-crystal high-purity diamond with a low dislocation density of $<50\text{cm}^{-2}$ by synchrotron X-ray topography, Japanese Journal of Applied Physics **55**, (2016)040303
- [3] S. Masuya, K. Hanada, T. Moribayashi, H. Sumiya, M. Kasu, Determination of partial dislocations of stacking fault in (111) single crystal diamond grown on (111) seed crystal by synchrotron X-ray topography, Journal of Crystal Growth, **468** (2017) 439.
- [4] S. Masuya, K. Hanada, T. Oshima, H. Sumiya, M. Kasu, “Formation of stacking fault and dislocation behavior during the high-temperature annealing of single crystal HPHT diamond”, Diamond and Related Materials **75** (2017) 155.
- [5] S. Sdoeung, K. Sasaki, K. Kawasaki, J. Hirabayashi, A. Kuramata, T. Oishi, and M. Kasu, “Origin of reverse leakage current path in edge-defined film-fed growth (001) β -Ga₂O₃ Schottky barrier diodes observed by high-sensitive emission microscopy”, Applied Physics Letters 117, 022106 (2020).
- [6] S. Sdoeung, K. Sasaki, K. Kawasaki, J. Hirabayashi, A. Kuramata, and M. Kasu, “Polycrystalline defects—origin of leakage current—in halide vapor phase epitaxial (001) β -Ga₂O₃ Schottky barrier diodes identified via ultrahigh sensitive emission microscopy and synchrotron X-ray topography”, Applied Physics Express 14, 036502 (2021).

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, SiC, X 線トポグラフィー

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)

(2018 年度実施課題は 2020 年度末が期限となります)。
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 4 月)

