

(様式第4号)

X線トポグラフィー法を用いた  
InGaAs/GaAs(001)ヘテロ界面における格子不整合転位の分布観察  
Observation of misfit dislocations at InGaAs/GaAs (001) interface  
by X-ray topography

鈴木秀俊<sup>1</sup>、佐々木拓生<sup>2</sup>  
Hidetoshi Suzuki<sup>1</sup>, Takuo Sasaki<sup>2</sup>

<sup>1</sup>宮崎大学 IR 推進機構、<sup>2</sup>豊田工業大学  
<sup>1</sup>Interdisciplinary Research Organization, Univ of Miyazaki,

<sup>2</sup>Toyota Technological Institute※長期利用課題は、実施課題名の末尾に期を表す (I)、(II)、(III) を追記すること。

## 1. 概要

多接合太陽電池用への応用が期待されている格子不整合系 InGaAs/GaAs(001)ヘテロエピタキシャル膜に関して、転位密度および分布の異方性を X線トポグラフィー法によって観察し、膜厚依存性を測定した。[110]方向に垂直な転位( $\alpha$ 転位)は[-110]方向に垂直な転位( $\beta$ 転位)より密度が高く均一に分布する事を見いだした。

### (English)

Lattice mismatched hetero-epitaxial systems have been used to improve multi-junction solar cells. To understand relaxation mechanisms due to lattice mismatch is important to reduce threading dislocation penetrating into solar cell layer from interfaces. In this study, anisotropies in density and distribution of misfit dislocations at InGaAs/GaAs (001) interface have been characterized by monochromatic X-ray topography as a function of film thickness.

## 2. 背景と研究目的：

次世代の超高効率多接合太陽電池の有力な候補として、格子不整合系 III-V 族混晶が期待されている。格子不整合材料は基板の格子定数に束縛されないため、自由に III-V 族混晶の組成を決定できる。しかし、格子不整合に伴う歪みを緩和するため、格子不整合転位形成による格子緩和過程が進行する。格子不整合転位に伴う貫通転位は格子不整合太陽電池の変換効率を劣化させる。貫通転位伝搬を抑制する為には結晶成長時の歪み緩和過程の理解が必要である。我々は歪み緩和過程の理解を目指して、結晶成長装置と X線回折装置を複合した装置を用いて結晶成長中のリアルタイム測定を試み、GaAs(001)上の InGaAs を数 nm 成長する事に 2次元あるいは3次元の逆格子図を得る事に成功している[1,2]。X線回折により得られた3次元逆格子図をより深く理解する為には、実空間での転位分布と相関を取る必要がある。特に、緩和初期過程(緩和率<5%)において3次元逆格子図測定では特徴的なピーク形状および変化を示しているため、本過程での実空間分布が必要である。緩和初期過程は膜厚が薄く(<150nm)転位密度も小さい( $\sim 10^2\text{cm}^{-1}$ )ことから、高輝度なシンクロトロン光を利用した X線トポグラフィー(XRT)法が有効である。これまでに九州シンクロトロン光研究センターBL09Aにて InGaAs/GaAs(001)試料の XRT 測定を試み、薄膜においても観察可能である事、また転位分布観察に有用である事を見いだしている (課題番号:1101140N)。

本研究課題では、In 濃度を固定し膜厚の異なる InGaAs 薄膜に XRT 測定を適応し、膜厚増加に伴う転位密度および分布の変化、またその異方性を明らかにする事を目的とした。

### 3. 実験内容（試料、実験方法の説明）

半絶縁性GaAs(001)基板の上に分子線エピタキシー(MBE)法を用いてエピタキシャル成長を行った $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 薄膜を測定試料として用いた。 $\text{In}$ 組成( $x$ )は $8.7 \pm 0.3\%$ であった。膜厚変化に伴う転位分布の変化を観察するため膜厚の異なる試料(39, 68, 88, 110, 134 nm)を用意した。

X線トポグラフィー測定を九州シンクロトロン光研究センターBL09Aにておこなった。測定装置の配置を図1に模式的に示す。測定手順は以下の通りである。

#### 1. 白色X線によるアライメント調整

- (1) 試料を測定ステージに設置
- (2) 試料に白色X線を照射し、ラウエ斑点をイメージングプレートにより測定
- (3) ラウエ斑点測定結果を元に、試料および検出機を224回折点位置に調整
- (4) フラットパネル検出器を用いて回折斑点を観察しながら試料位置及び検出器位置を微調整
- (5) 検出器としてX線フィルムを配置し、X線照射により露光、白色トポグラフィー像を取得

#### 2. 単色X線によるトポグラフィー測定

- (1) X線光路中にモノクロメータを導入(図1b)
- (2) 白色トポグラフィー測定により調整した検出器位置にフラットパネル検出器を配置
- (3) モノクロメータ角度調整により試料に照射されるX線の波長を調整
- (4) 基板GaAsおよびエピタキシャル膜 $\text{InGaAs}$ のそれぞれが観察されるX線波長を特定
- (5) 検出器としてX線フィルムを配置し、X線照射により露光、単色トポグラフィー像を取得

X線の入射視射角( $\theta_x$ ) $4.7^\circ$ 、入射方位は $[-110]$ および $[110]$ 、224の回折角( $\theta_{x2}$ )は約 $80^\circ$ であった。また、 $\text{InGaAs}$  224単色トポグラフィー測定時の波長は $0.150\text{nm}$ であった。

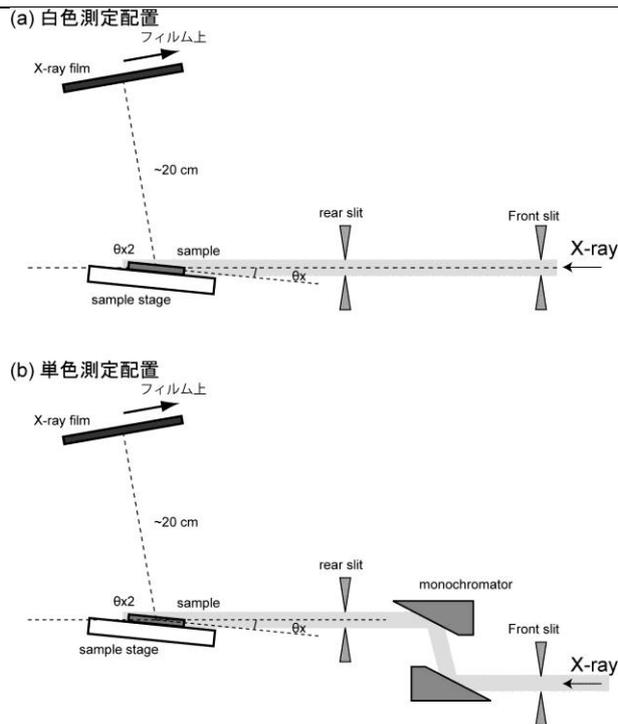


図1 白色(a)および単色(b)トポグラフィー測定装置および試料配置模式図。

#### 4. 実験結果と考察

膜厚の異なる InGaAs/GaAs(001)試料の XRT 測定結果を図 2 に示す。[110]及び[-110]方向に直線状のコントラストが観察され、InGaAs/GaAs 界面における格子不整合転位を表している。膜厚 39 nm の試料では[110]方向にのみ転位が観察されたが、転位密度が小さかったため本報告書には示していない。転位分布を評価するため、[110]および[-110]方向に垂直な転位間距離を測定し、ヒストグラムを作成した(図 2)。また、総合した転位密度の膜厚依存性を図 3 に示す。

測定した全ての膜厚で[110]方向の転位密度( $\alpha$  転位)が[-110]の密度( $\beta$  転位)を上回っており、約 2 倍の密度であった。密度差を反映して転位間距離は  $\alpha$  転位の方が短い距離に分布している。 $\beta$  転位は転位間距離が長いだけでなく、分布が広がっている。つまり、 $\alpha$  転位が比較的等間隔に秩序だって分布しているのに対して、 $\beta$  転位の分布がばらついている事を示している。これは、転位の形成過程を反映していると考えられる。

XRT 像上の白い線状のコントラストから見積もった転位密度は 88 nm でほぼ飽和している。しかし、X線回折から見積もった緩和率は本膜厚領域で単調に増加していた。また転位は直線状のコントラストとして観察されたが、コントラストは一定では無く強弱がみられた。これらの結果は、XRT で観察される直線状のコントラストが転位一本では無く、複数の格子不整合転位の集合体に起因したものである可能性を示唆している。膜厚の大きい試料から得た XRT 像ほどコントラスト差が大きくなっており、XRT で観察されるコントラスト一本あたりに含まれる転位数が増加していると考えたと XRD の結果と対応する。コントラストの強弱は変化しているが、ヒストグラムの分布範囲は 88-134 nm の範囲で大きな変化は無い。本結果は、緩和初期(~100 nm)の転位形成と、初期の転位からの転位増殖を反映している可能性があり、今後

更なる評価が必要である。

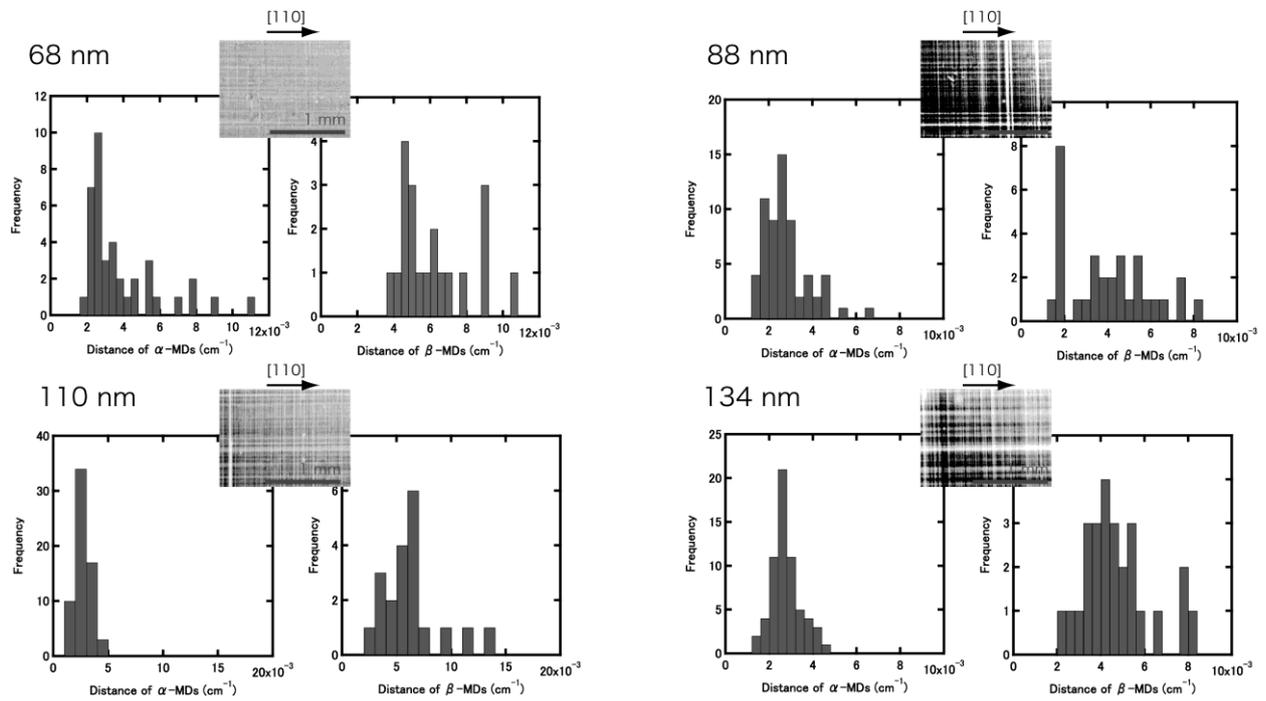


図2 InGaAs/GaAs 試料から得た InGaAs 薄膜の XRT 像、XRT 像から得た[110]および[-110]方向の転位( $\alpha$  および  $\beta$  転位)間距離のヒストグラム。

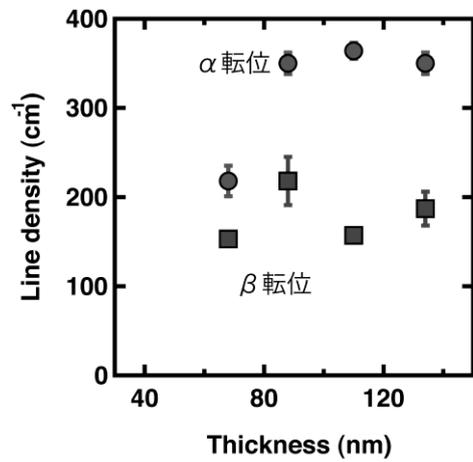


図3 XRT 測定から得られた転位密度の膜厚依存性。

## 5. 今後の課題：

In 濃度を固定し膜厚を変化させた試料にて XRT 測定を実現し、転位分布の変化を得ることが出来た。しかし、XRT で観察されるコントラストには強弱があり、転位構造の違いあるいは転位の集積が予想される。本研究の結果を補間する為に TEM 等による原子分解能での観察を行い、XRT のコントラストと原子レベルでの構造評価との比較をおこなう必要がある。また、転位形成過程に影響を与える因子として In 組成が挙げられる。今後は In 組成変化の影響を明らかにする必要がある。

## 6. 論文発表状況・特許状況

### 国際会議発表予定

1. “Distribution of misfit dislocations at the interface of InGaAs/GaAs(001) observed by monochromatic X-ray topography”, 14th international conference on defects - recognition, imaging and physics in semiconductor (2011, Sep. Miyazaki)

H. Suzuki, et al.

2. “Observation of Misfit Dislocation of InGaAs /GaAs (001) by X-Ray Topography”, 21st international photovoltaic science and engineering conference (2011, Nov. Fukuoka)

T. Katayama, H. Suzuki et al.

### 国内会議発表予定

1. “X線トポグラフィによる InGaAs/GaAs (001)ヘテロエピタキシャル膜でのミスフィット転位の観察”  
平成 23 年度応用物理学会九州支部学術講演会

松山慎弥、鈴木秀俊等、(平成 23 年 11 月、鹿児島)

## 7. 参考文献

[1] T. Sasaki, et al., *Appl. Phys. Express* 2 (2009) 085501.

[2] H. Suzuki, et al., *Appl. Phys. Lett.* 97 (2010) 041906.

## 8. キーワード (試料及び実験方法を特定する用語を 2～3)

- ・ X 線トポグラフィー
- ・ ヘテロエピタキシー
- ・ InGaAs/GaAs