

(様式第 5 号)

## X 線トポグラフィによる化合物半導体発光素子の結晶欠陥評価 X-ray topography study of defects in compound semiconductor light emitting devices 加藤浩高<sup>1</sup>、原田俊太<sup>2</sup>、坂貴<sup>3</sup>、市田卓<sup>1</sup>、宇治原徹<sup>2</sup> H.Kato, S.Harada, T.Saka, T.Ichida, T.Ujihara

<sup>1</sup>大同特殊鋼株式会社、<sup>2</sup>名古屋大学大学院工学研究科、<sup>3</sup>大同大学  
Daido Steel Co., Ltd., Nagoya University Graduate School of Engineering, Daido University

- ※1 先端創生利用(長期タイプ、長期トライアルユース)課題は、実施課題名の末尾に期を表す(I)、(II)、(III)を追記して下さい。  
※2 利用情報の開示が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後二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。(トライアルユースを除く)

### 1. 概要 (注: 結論を含めて下さい)

LED用エピタキシャルウェハに含まれている結晶欠陥の位置を特定するために、シンクロトロン放射光によるX線トポグラフィを用いて観察した。  
エピウェハには多数の転位線が明瞭に観察され、各層ごとに転位の位置の特定ができた。

#### (English)

The X-ray topography by synchrotron radiation was used to specify its location in which the crystal defect in semiconductor epitaxial wafers.  
Lots of dislocation lines are observed clearly with its location in the epitaxial layers.

### 2. 背景と目的

発光ダイオード(LED)は、有機金属気相成長(MOCVD)によって基板上にエピタキシャル成長される製法が液相(LPE)法からとって代わり主流になった。MOCVDによる結晶成長は、薄膜の制御性が良く、ナノ構造を作りこむことに長けているが、一方で原料基板の転位を引継ぎ、かつ結晶成長中に導入される欠陥をエピタキシャル層に含むため、成長層への結晶欠陥導入を完全に回避することは困難である。

GaAs系LEDでは、活性層中の転位などの結晶欠陥が非発光再結合サイトとなり、欠陥部分が通電中に暗くなる、いわゆる暗部となることが知られている。我々は、基板の欠陥の存在する位置に対応し、その上に成長したLEDに暗部が出現することを実験的に確認している<sup>4)</sup>。これらの結晶欠陥はLEDの動作中に増殖し暗部が広がることによってLEDの光出力低下(degradation)をもたらす、LEDの素子寿命を決める要素となっている。

我々は、InGaAs/AlGaAs歪量子井戸構造を持つLEDの挙動を調査し、GaAsを活性層とするLEDに比べ、degradationが小さいことを発見した<sup>5)</sup>。その原因として、結晶欠陥の増殖が抑制される、あるいは欠陥部位への電流注入が抑制されるなどの仮説を立てて説明してきた。しかし、この歪量子井戸構造における結晶欠陥の増殖過程や光出力への影響については未だ明らかになっていない。

そこで我々はその増殖過程を明らかにするために、X線トポグラフィを用いて非破壊で調査する方法を検討している。

2011年度には暗部の発生したLEDをX線トポグラフィにより観察し、暗部の位置に転位の存在を確認、同方法で非破壊的に転位の観察ができることを確認した。本年度は暗部の発生したLEDの通電変化をトポグラフィで経時的に観察し、それらと光出力との関係を対比することにより、結晶欠陥の増殖過程と degradation との関係性を明らかにする。

### 3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

実験に用いた試料は、表1の構造のエピタキシャルウェハである。

試料上の転位の位置を特定するためにレーザによるマークを印字した。

九州シンクロトン光研究センターのBL09Aを利用し、シンクロトン放射光を用いたX線トポグラフィを観察した。

観察条件は(115)面回折、入射X線波長：1.5 Å、X線入射角 $\theta$ ：26~27度。観察条件の設定に関して、GaAs(115)-2d offのX線回折条件と、同エピでの事前のX線回折実験（ロッキングカーブ測定）を行いX線入射角 $\theta$ を決定した。ロッキングカーブ測定結果は図1の通り。

撮影はCCDカメラによりトポグラフィを確認した後に原子核乾板で行った。

表1. LED用エピタキシャルウェハの構造 **【CONFIDENTIAL】**

#	layer	Material	thickness( $\mu\text{m}$ )	Remark
1	cap layer	GaAs	6.0	
2	clad layer	AlGaAs	0.5	
3	Active layer	AlGaAs/InGaAs	0.5	MQW
4	clad layer	AlGaAs	2.0	
5	DBR	AlGaAs/AlAs	4.0	DBR(30pair)
6	buffer layer	GaAs	0.2	
GaAs 基板				

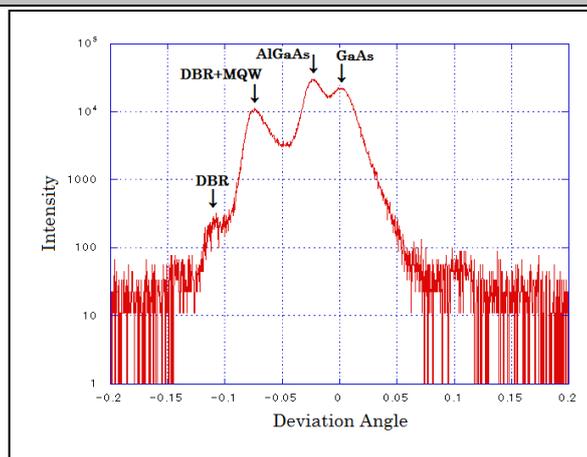


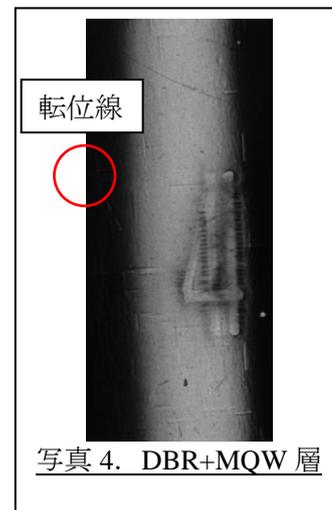
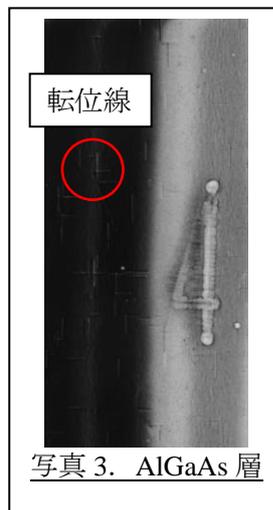
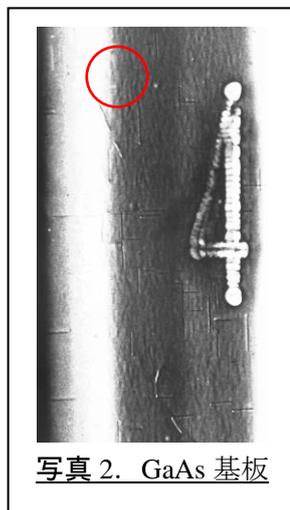
図1. ロッキングカーブ測定結果

#### 4. 実験結果と考察

写真1は白色X線を用いて撮影した場合、写真2~4は単色X線を用いて回折角を変化させて撮影した場合のそれぞれX線トポグラフィである。試料には「4」が写っているがこれは位置マークである。

写真2~4はそれぞれGaAs基板、AlGaAs層、DBR+MQW層に回折角を合わせたもので、各層での転位情報を反映している。写真3, 4の○印の転位は写真1すなわち白色の観察で確認されるが、写真2のGaAs基板では確認できない。この転位は結晶成長中に導入されたと考えられる。このようにX線トポグラフィの単色光による観察により転位の導入された層、すなわち3次元的な位置の同定が可能であることが分かった。

転位線なし



#### 5. 今後の課題

転位の通電変化を観察するために観察した試料をデバイス加工し、通電試験を行い、転位の定点観察を行う。転位と暗部の関係を対比しLEDの発光特性に影響する転位の増殖過程を調査する。特に、非発光再結合サイトとなる転位の生成・増殖のメカニズムを解明する。

#### 6. 参考文献

- 1) GaAs/GaAlAs surface emitting IR LED with Bragg reflector grown by MOCVD: T.Kato et al., J. Cryst. Growth, 107(1991)345.
- 2) Bragg reflector of GaAlAs/AlAs layers with wide band width applicable to light emitting diodes: T.Saka et al., J. Appl. Phys., 73(1993) 380.
- 3) TEM studies of AlGaAs/AlAs multilayers: K.Kuroda et.al., ICEM 13-Paris,(1994)145.
- 4) Evidence of correlation between dark spots and dislocations from substrate in light emitting diodes: K.Hobo et al., Jpn. J. Appl. Phys., 44(2005) 1004.
- 5) Development of highly reliable point source infrared light emitting diodes and analysis using a new parameter of dark area ratio: T.Kato et al., Jpn J. Appl. Phys., 48(2009) 102102.

#### 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)

現在のところ該当なし。

#### 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)

- ・ X線トポグラフィ
- ・ エピタキシャル層
- ・ 結晶欠陥

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下さい。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下さい（2012年度実施課題は2014年度末が期限となります。）

研究成果公報の原稿提出

（提出時期：2015年 3月）