

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

加藤浩高¹, 原田俊太², 関和明², 坂貴³, 相川守貴¹, 宇治原徹²

¹大同特殊鋼株式会社, ²名古屋大学, ³大同大学

■背景 GaAs 系発光ダイオード(LED)は、Si 受光素子の感度が高い 800nm 帯発光のため多方面で利用されてきた。しかし、これまでの研究で、活性層中に存在する転位などの結晶欠陥が、非発光再結合サイトとなることが明らかとなっている[1]。我々は、活性層を InGaAs/AlGaAs 歪量子井戸構造とする事で、転位などの結晶欠陥の増殖速度を低下させ、光出力の低下を抑制できることを見出した[2]。しかしながら、転位増殖の低減および、出力低下の詳細なメカニズムは明らかとなっていない。

■目的 本研究では、シンクロトロン放射光を用いた X 線トポグラフィ法によって、多層膜中の欠陥の観察を行い、導入される結晶欠陥の種類や、増殖過程を明らかにすることを目的としている。

■実験手法 有機金属気相成長法(MOCVD 法)によって、GaAs 基板上に、活性層を InGaAs/AlGaAs とする LED 構造を、エピタキシャル成長させた。九州シンクロトロン光研究センターの BL09A において、X 線トポグラフィ法により、試料中の欠陥の観察を行った。

■実験結果 図に白色 X 線を用いて撮影したトポグラフィ像を示す。面内の欠陥の存在を示す線状のコントラストや、成長方向に平行な欠陥の存在を示す点状のコントラストが観察され、発光前にも低密度ではあるが、試料中に欠陥が存在することが明らかとなった。これらの欠陥が、どの層に、どの段階で形成したのかは不明であるが、今後、透過電子顕微鏡法や、単色 X 線を用いたトポグラフィ法により、詳細な観察を行う予定である。

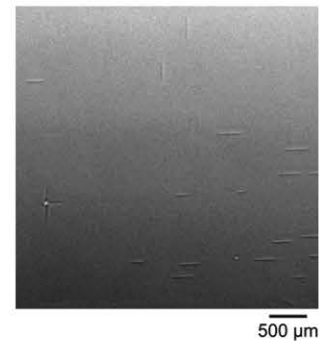


図. エピタキシャル薄膜の白色 X 線トポグラフィ像。

[1] K. Hobo *et al.* Jpn. J. Appl. Phys. 44 (2005) 1004.

[2] T. Kato *et al.* Jpn. J. Appl. Phys. 48 (2009) 102102.

(メモ)

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¹、原田俊太²、関和明²、坂倉³、相川守貴¹、宇治原徹²
H. Kato, S. Harada, K. Seki, T. Saka, M. Aikawa, T. Ujihara

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

2019/7/30

DAIDO STEEL CO. LTD

1

CONFIDENTIAL
DAIDO STEEL

背景

GaAs系の発光ダイオード(LED)は発光波長800nmの赤外光が得られ、その波長はSi受光素子の高感度波長域に整合するために、古くからセンサ、通信、照明用などに幅広く用いられてきた。LEDは現在MOCVD(有機金属気相成長)法が主に用いられている[1,2]。

GaAs系LEDでは、活性層中の転位などの結晶欠陥が非発光結合サイトとなり、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。暗部は主に<100>方向に発生する暗線状で、通電時間とともにその面積が拡大、やがて発光部全体が暗部となる。(写真1)

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[3]。(写真2)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degradation(光出力低下)をもたらし、素子の寿命を決める要素となっている。

2019/7/30

DAIDO STEEL CO. LTD

2

CONFIDENTIAL
DAIDO STEEL

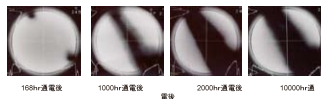


写真1. GaAs系LEDの通電による暗部増大の様子

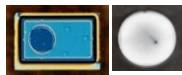


写真2. 発光部に欠陥を含むLEDチップの外観像(上)と時間通電後の発光(欠陥と対応した位置に暗部が発生)

2019/7/30

DAIDO STEEL CO. LTD

3

CONFIDENTIAL
DAIDO STEEL

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に比べ光出力低下が少ないことを発見した[4](図1)。暗部の挙動が大きく異なり、暗部はスポット状となり、経時的にその面積は徐々に大きくは成るがその速度が遅く、出力低下も無い。

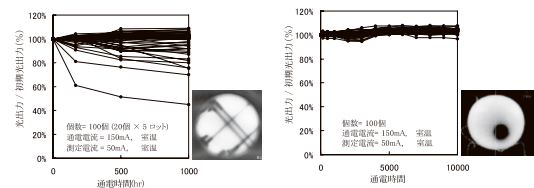


図1. GaAs活性層LED(左)と同InGaAs歪量子井戸活性層LED(右)の通電による光出力の相対変化と典型的な暗部発生の様子

2019/7/30

DAIDO STEEL CO. LTD

4

CONFIDENTIAL
DAIDO STEEL

InGaAs量子井戸構造では

- ・通電とともに暗部の面積の増大は見られない(図2)
- ・暗部面積と光出力との関係はGaAs活性層の場合にくらべ小さい(図3)
- ・暗部増大とともに順電圧は高くなり、逆電流は変化しない(図4)

これらのことから、転位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のではないかと類推できるが、その詳細は不明である

2019/7/30

DAIDO STEEL CO. LTD

5

CONFIDENTIAL
DAIDO STEEL

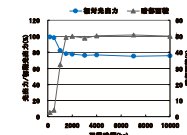


図2. 暗部面積の増大率

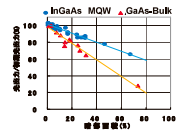


図3. 暗部の面積比率と相対光出力の関係

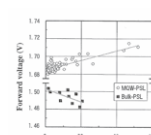


図4. 暗部の面積比率と順電圧、逆電流の関係

2019/7/30

DAIDO STEEL CO. LTD

6

目的

シンクロtron放射光を用いた線トポグラフィ法を応用し、エピタキシャル層中の

- ①転位の存在する層や部位を特定し、その増殖過程を観察
- ②発光強度や光出力特性との関係を調査 することで、

InGaAs/AlGaAs歪量子井戸構造を有するLEDの光出力低下の進行が遅い原因・メカニズムを調査・解明する。

さらに、

degradationの起きないエピタキシャル層構造設計のヒントを得る
degradationの起点となる結晶欠陥の検出方法を探索する。

実験方法

ステップ1: X線トポグラフィによるエピタキシャル基板の欠陥観察を行い、その空間分解能を調査して、以降のプロセス加工の定点観測が可能かどうかを見極める。

ステップ2: プロセスの定点観測を行い欠陥の挙動を調査。増殖過程を調査する。

ステップ3: デバイスの動作と欠陥の挙動を観察、通電劣化の過程を調査する。

試料は有機金属気相成長(MOCVD)法により、GaAs基板上にエピタキシャル成長させた。構造図を表1に示す。InGaAs/AlGaAs歪量子井戸構造を有する発光層を含むLED構造となっている。用いたGaAs基板の欠陥密度は $EPD < 500 \text{ cm}^{-2}$ で表面(エピタキシャル面)は(100)面である。基板は約2センチ口に切りだして使用した。九州シンクロtron光研究センターのBL09Aを利用し、シンクロtron放射光を用いた白色X線トポグラフィ像を観察し、欠陥の方位と分布を確認した。基板を一部薄片化し透過電子顕微鏡により断面の様子を確認した。X線トポグラフィによる観察は(115)面の回折を用い、入射角 27° で原子核乾板に撮影した。

表1. 試料構造図

#	層	材料	厚さ(um)	備考
4	キャップ層	AlGaAs	6.0	
3	発光層	InGaAs/AlGaAs	3.0	量子井戸構造
2	光反射層	AlGaAs/AlGaAs	4.0	DBR
1	バッファ層	GaAs	0.2	
GaAs基板				

実験結果

写真3に白色X線を用いて撮影した試料のX線トポグラフィ像を示す。面内の欠陥の存在を示す線状のコントラストや、成長方向に平行な欠陥の存在を示す点状のコントラストが観察され、発光前にも低密度ではあるが、試料中に欠陥が存在することが明らかになった。これらの欠陥が、どの層に、どの段階で形成されたのかは不明であるが、複数の種類の結晶欠陥が存在することが分かる。転位線の長さは直上で $200 \sim 500 \text{ um}$ であり、今後LEDデバイスにプロセス加工して欠陥の変化の過程を観察するのに十分な寸法かつコントラストであると言える。シンクロtron放射光を用いたX線トポグラフィ法は発光素子用エピタキシャル基板中の結晶欠陥の観察に有効であることが確認出来た。本エピタキシャルウェハは多層膜であり、欠陥位置の同定の為には、入射角度を変えながら回折像を調べ、欠陥の存在位置を同定する必要がある。

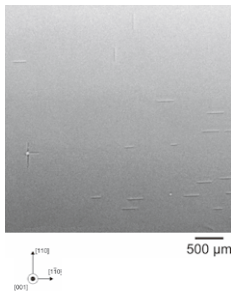


写真3. 基板のX線トポグラフィ測定結果

まとめ及び考察

白色X線トポグラフィを用いてエピタキシャルウェハの欠陥観察をおこなった。エピタキシャル層中の欠陥の存在を示すコントラストが観察ができた。X線トポグラフィ法により非破壊に欠陥の観察が可能であることが分かった。

欠陥のコントラスト強度は明瞭であり、プロセス加工を経ても観測可能と考えられる

白色X線による面観察では欠陥の存在する層の特定はできていない。存在する層の特定には単色X線による回折像観察が必要である。

また、併せて透過電子顕微鏡観察により断面の観察を行い、深さ方向のプロファイルを確認する必要がある。

【謝辞】九州シンクロtron光研究センターの石地耕太郎氏、川戸清爾氏には、測定に際して、ご指導、ご協力をいただきました。ここにあらためて深甚な謝意を表します。

今後、

- ①エピタキシャル基板で観測された結晶欠陥の存在位置を同定する。
 - ②結晶成長途中の基板も同様に評価し、欠陥の導入される工程の特定を行う。
 - ③エピタキシャル基板はデバイス加工、素子を作製し長期動作試験を行い欠陥の挙動を経時的に観察する。
- ことで欠陥の生成・増殖のメカニズムを解明する。

欠陥増殖のメカニズムを明確にすることにより、高信頼性の発光素子を実現できる可能性がある。

信頼性の高い発光素子の実現は、システムのメンテナンスフリーが達成できる、あるいは、従来は利用できなかった高信頼性を要求される医療・航空機・鉄道などの重要基幹部品としても利用できる可能性が考えられるなど、利用範囲の拡大が予想される。また、産業用のみならず民生用素子としても広範囲に適用が可能となり、その波及効果は広いと考えられる。

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. 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.
4. 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.