

(様式第4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>、関和明<sup>2</sup>、坂貴<sup>3</sup>、相川守貴<sup>1</sup>、宇治原徹<sup>2</sup> TH.Kato, S.Harada, K.Seki, T.Saka, M.Aikawa, 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

※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

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発光素子用エピタキシャル基板の欠陥観察を行った。エピ基板には多数の転位線が観察された。欠陥の導入された層の特定には至っていない。転位線のコントラストは十分に高く、以降のプロセス加工やデバイス化を経ても転位の観察に十分なレベルと考えられる。x線トポグラフィは化合物半導体発光素子の結晶欠陥の観察には有効な方法であることが確認できた。

### (English)

A Crystal defect observation for compound semiconductor epitaxial films by X-ray topography is performed. Many defects in the epitaxial films are observed with high contrast. It has not been clear which layer the defects locate in. Since S/N of the dislocation image is strong enough, it can be achieved further topography observations after chip processing and device operations from the tested epiwafers. X-ray topography is a powerful tools for observation of crystal defects and its behaviors in compound semiconductors.

### 2. 背景と研究目的：

近年、発光ダイオード(LED)は、主として有機金属気相成長(MOCVD)法によって基板上にエピタキシャル成長されて製造されている。MOCVD 法は、基板の転位などの結晶欠陥をエピタキシャル層に引き継ぐために基板転位の成長層への伝搬を完全に回避することは困難である。また、結晶成長中においても成長条件の揺らぎから起こる層中の結晶欠陥を皆無にすることは非常に難しい。

GaAs 系化合物半導体の LED は、Si 受光素子の感度が高い 800nm 帯の発光であることから古くから多く利用されてきた。しかしながら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、欠陥部分が暗部となることが知られている。我々は基板の欠陥が存在している位置に対応してその上に成長した LED に暗点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、非発光中心となるためにその部分が暗部となる。暗部が経時的に拡大することによって LED に光出力低下(degradation)をもたらし、素子の寿命を決める要素となっている。

我々は、活性層を InGaAs/AlGaAs 歪量子井戸構造とすることにより、GaAs を活性層とする LED のそれに比べ、degradation が小さいことを発見した<sup>5)</sup>。その原因として、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などの仮説を立てこの現象を説明してきた。しかしながら、この構造における欠陥の増殖過程や光出力への影響について詳細は解明できていない。

そこで、シンクロトロン放射光による X 線トポグラフィにより転位の存在する層や部位を特定し、その増殖過程を観察する。そして光出力特性との関係を調査することにより、InGaAs/AlGaAs 歪量子井戸構造を有する LED の degradation の進行が遅い原因・メカニズムを調査・解明する。そしてその知見を元に 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とともに degradation の起点となる結晶欠陥の検出方法を探索し導き出すことを本研究の目的とする。

また、結晶中の欠陥観察は一般的に断面観察が用いられているために経時変化を観察することが難しい。シンクロトロン光を用いて非破壊で検査することにより、プロセス前後での欠陥の定点観測が可能となり欠陥の変化が追跡可能である。

今回の実験では、まずステップ 1 として 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。

### 3. 実験内容（試料、実験方法の説明）

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□に切りだして使用した。

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

観察条件は (115) 面回折、入射 X 線：1.5Å、測定  $\theta$ ：26~27 度であり、CCD カメラによりトポグラフィ像を確認した後に原子核乾板で撮影した。

表 1. エピ構造

#	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				

### 4. 実験結果と考察

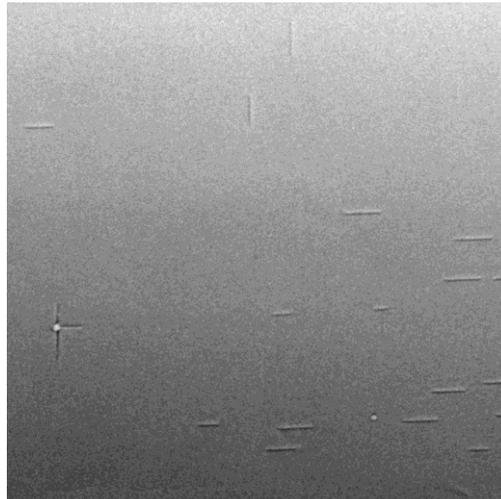
写真 1 に白色 X 線を用いて撮影した試料の X 線トポグラフィ像を示す。面内に複数の結晶欠陥が存在することが高いコントラストで分かる。しかしながら、DBR など多層膜

を含む構造となっており、組成差が層間で小さいことから、未だ欠陥が導入されている層の同定まではできていない。それぞれの層の回折像を角度を変えて撮り、重ね合わせて検討する必要がある。

転位線の長さは直上で 200~500 $\mu\text{m}$  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に十分な寸法であると言える。

また、コントラストも十分に取れて、デバイス化した時の電極や段差などのバックグラウンドノイズにも埋もれないレベルの S/N がとれると思われる。

シンクロトロン放射光を用いた 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。



500  $\mu\text{m}$

写真 1. エピタキシャル基板の X 線トポグラフィ測定結果

#### 5. 今後の課題：

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。また、結晶成長途中の基板も同様に評価することで欠陥の導入される工程の特定を行う。

また試料はデバイス加工、素子を作製し長期動作試験を行う。これに合わせて加工後ウェハならびにデバイスでの欠陥部の定点観察をおこない、欠陥の生成、増殖過程を調査する。一連の欠陥の挙動観測により欠陥の生成・増殖のメカニズムを解明したい。

#### 6. 論文発表状況・特許状況

現在のところ該当なし

#### 7. 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.

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
- ・ エピタキシャル層
- ・ 結晶欠陥