

(様式第5号)

## $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> のすべり転位の X 線トポグラフィによる観察

### Observation of slip dislocations in $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> observed by X-ray topography

山口博隆、佐沢洋幸

Hiroataka Yamaguchi, Hiroyuki Sazawa

産業技術総合研究所 先進パワーエレクトロニクス研究センター

Advanced Power Electronics Research Center,

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

- ※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）

次世代のパワーエレクトロニクス材料と期待されるワイドギャップ半導体  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の転位構造を解明するために、結晶基板を X 線トポグラフィによって評価をしている。今回はビッカース圧子によって圧痕形成後アニール処理された(001)基板を観察し、転位ループの発生を確認した。これは(001)面をすべり面としていることを示しており、バーガースベクトルは  $\mathbf{b} = \langle 010 \rangle$  と考えられる。

We have performed X-ray topographic study on a wide gap semiconductor  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> expected for future power electronics applications. In this study, we observed dislocation loops generated from the indentations produced by the Vickers indenter. It was found that the dislocation loops had Burgers vector  $\mathbf{b} = \langle 010 \rangle$  slipping on the (001) plane.

#### 2. 背景と目的

$\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> はエネルギーバンドギャップ幅が 4.3eV と、ダイヤモンドに次いで大きく、次世代のパワーエレクトロニクス素子材料として期待されている[1]。しかし、転位等の欠陥の形態はよくわかっていない。転位や積層欠陥などの結晶欠陥は半導体素子において重要な問題であり、その解明が急がれる。転位の形態や性質は、古くはシリコンをはじめ、最近の SiC などの結晶について詳細に研究され、転位論として体系化されている。しかし、 $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> はこれまでの半導体素子研究の対象物質でない単斜晶系という、対称性の低い複雑な結晶構造をもつ物質であることから、転位の基礎となるすべり面の解明が必要である。

私たちは、O 副格子が構成する最密充填構造[2]を基礎にすべり面を提案するとともに（四面体モデル）、X 線トポグラフィ法によりこのモデルの検証を行ってきた[3]。これまで、一部の転位についてはこのモデルで理解されることがわかったほか、(201)面には積層欠陥が見出された[4]。X 線トポグラフィによるバーガースベクトルの検証が進められているが[5]、十分には解明されていない。一方、四面体モデルとは別に、(001)面もすべり面である可能性があることがわかってきた[6,7]。

その検証として、(001)ウェーハ表面にダイヤモンドペンによる圧痕形成後アニールすると、圧痕を起源とする転位ループの発生を確認した。続いて、ビッカース硬度試験機によって押し込み荷重を制御した圧痕を形成することによって、転位の発生や形態について系統的な観察を進めている。前回、BL09 を利用した X 線トポグラフィでは、アニールによる転位発生を確認できなかった[8]。しかし、その後の X 線トポグラフィ観察によって転位ループ束が発生していることがわかった。本課題では、再度のアニール処理を行い、転位ループ束の挙動を観察した。

### 3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

試料は、ノベルクリスタルテクノロジー社製の edge-defined film-fed (EFG) 法による結晶ウェーハであり、表面方位は (001) である。マイクロビッカース硬さ試験機（ミットヨHM-114）によって圧痕を形成後900°Cでアニールした前回の試料を再度900°Cでアニールしたものを試料とした。

X線トポグラフ実験は、ビームラインBL15で単色X線を用いて行った。波長を0.1–0.17 nmの範囲で選択し、反射配置（ブラッグケース）の回折条件によるX線トポグラフを原子核乾板（ILFORD L4）に記録した。

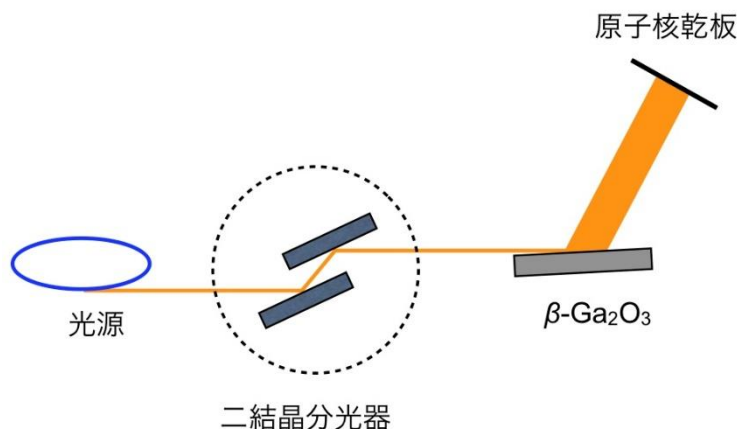


図1 実験のレイアウト

### 4. 実験結果と考察

押し込み荷重 9.8 N でビッカース圧子によって形成された圧痕形成後とアニール処理後の X 線トポグラフを図2に示す。図2(a)では、圧痕によって形成された歪みと右上方向に劈開によるクラックが伸びていることが分かる。一方、圧痕を起源とした転位ループが確認される(図2(b)、矢印)。1回目のアニールで発生した転位ループ束が2回目のアニールで動いて、(001)面上を進展したことを示している。また、今回確認された転位ループは606反射などのX線トポグラフからバーガースベクトルは  $\mathbf{b} = \langle 010 \rangle$  であると考えられ、以前の観察[6]や Masuya *et al.*[7]の結果と一致する。

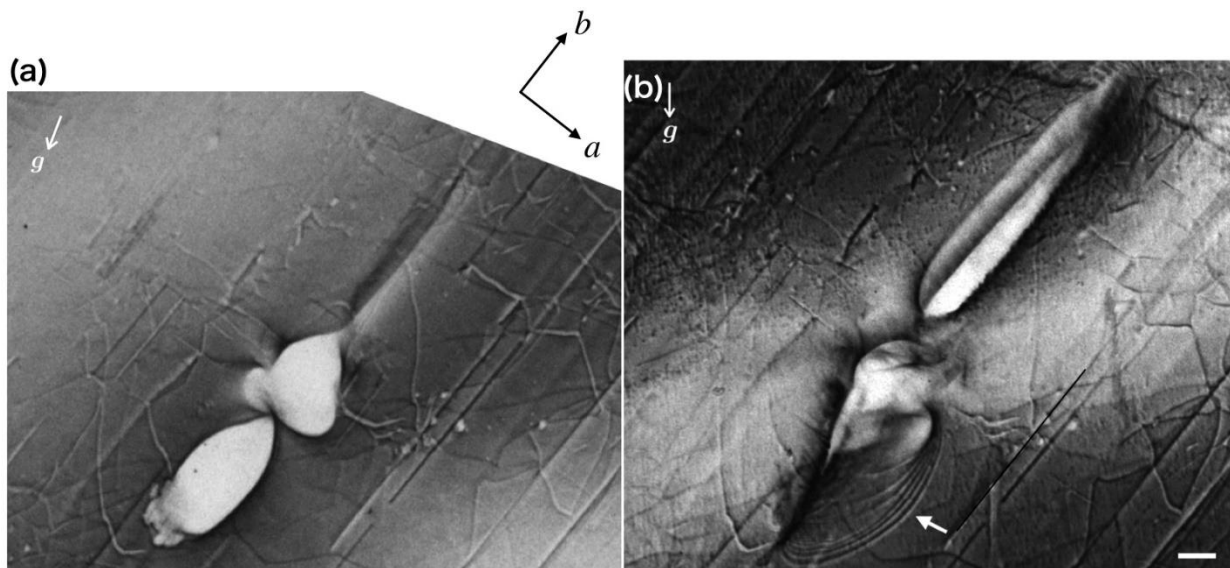


図2 (a) 押し込み荷重 9.8 N でビッカース圧子によって形成された圧痕近傍の X 線トポグラフ (Photon Factory で撮影； $\bar{2}26$ 反射)。(b) 950°Cでアニールした後の X 線トポグラフ (本課題で撮影； $6\bar{2}3$ 反射)。スケールバーは 0.1 mm。

## 5. 今後の課題

$\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の転位を基礎づけるすべり面は十分に理解されていないが、(201)の積層欠陥や(001)すべりなどが明らかになってきた。結晶の良質化には、結晶すべり面に基づく転位の形態を解明するとともに、転位以外の欠陥の発生原因を明らかにする必要がある。

## 6. 参考文献

- [1] Higashiwaki et al., Appl. Phys. Lett. **100**, 013504 (2012).
- [2] Geller, J. Chem. Phys. **33**, 676 (1960).
- [3] Yamaguchi *et al.*, Superlattice Microstruc., **99**, 99 (2016).
- [4] Yamaguchi and Kuramata, J. Appl. Cryst. **51**, 1372 (2018).
- [5] Yao et al., J. Appl. Phys. **127**, 205110 (2020).
- [6] 山口、渡邊, SAGA-LS 利用報告書(1806043S).
- [7] Masuya *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **58**, 055501 (2019).
- [8] 山口、佐沢, SAGA-LS 利用報告書(1012127S).

## 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)

- H. Yamaguchi, A. Kuramata and T. Masui, “Slip system analysis and X-ray topographic study on  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>”, Superlattice Microstruc., **99**, 99 (2016); Corrigendum **130**, 232 (2019).
- H. Yamaguchi and A. Kuramata, “Stacking faults in crystals observed by X-ray topography”, J. Appl. Cryst. **51**, 1372 (2018).

## 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)

$\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、X線トポグラフィ、転位、インデンテーション、すべり面

## 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。提出期限は利用年度終了後2年以内です。例えば2018年度実施課題であれば、2020年度末(2021年3月31日)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 12月)