

非弾性散乱電子による厚い GaN 結晶中の貫通転位の観察

東北大学金属材料研究所 木口賢紀 白石貴久 今野豊彦 谷川智之

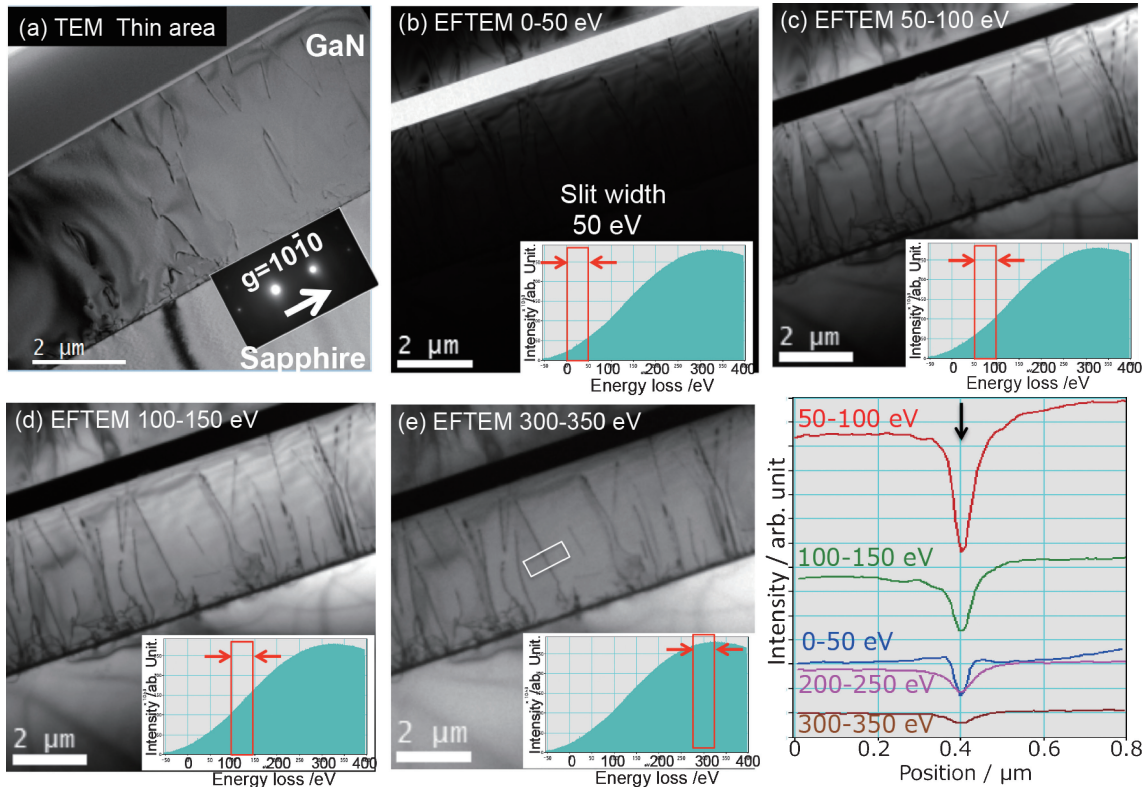


Fig. 1 Ⅲ族極性 GaN 結晶断面の TEM 像. (a) 薄い領域, (b)–(e) 厚い領域の EFTEM 像, (f) エネルギー slit 位置による転位線のコントラストのプロファイル. (オンラインカラー)

LED や LD など発光デバイスから HEMT のようなパワーデバイスに至る次世代の電子・光学デバイスの中心的な役割を果たす GaN は、HCP 型構造を基礎に置くウルツァイト型構造をもつことから格子整合性の悪いサファイア基板上へ結晶成長する必要があり、貫通転位密度は 10^{10} cm^{-2} にも達し、LD や HEMT 実用化の障害となっている。Fig. 1(a) は、転位密度低減のため 2 段階成膜法を用いてサファイア基板 c 面上に MOVPE 成長させたⅢ族極性 GaN 結晶断面を、加速電圧 1,250 kV, $g = 10\bar{1}0$ を強く励起した条件で観察した明視野像である。膜中の線状コントラストが貫通転位に付随した歪み場を表し、励起条件から a 転位 ($\mathbf{b} = \mathbf{a}/3 [11\bar{2}0]$) もしくは a+c 転位 ($\mathbf{b} = \mathbf{a}/3 [11\bar{2}3]$) である。しかし、薄片の厚みを 200 nm 程度にまで薄くしているため転位線の大部分が薄片表面に抜けており、貫通転位の全体像を観察できない。本研究では、 Ω フィルター附属超高圧電子顕微鏡(九州大学)を使用し、非弾性散乱電子を利用して 1–2 μm 級の厚い結晶中における転位の EFTEM 像観察を試みた。 $g = 10\bar{1}0$ を強く励起した条件で EELS スペクトル(挿入図)を測定し、赤枠で示した 50 eV 幅のエネルギー slit を通過した電子線で EFTEM 像を観察した。弾性散乱によるゼロロスピークが隠れるほど非弾性散乱強度が強い。代表的なフィルター像を Fig. 1(b)–(e) に示す。また、Fig. 1(e) の四

角で囲んだ位置の転位線コントラストのプロファイルのスリット位置毎に Fig. 1(f) に示す。0–50 eV で結像した Fig. 1(b) ではコントラストが弱くて暗いためほとんど組織が観察できない。Fig. 1(c) 50–100 eV および (d) 100–150 eV では多くの貫通転位が基板直上から GaN の表面付近まで貫通している様子を高いコントラストで観察できた。これ以上損失エネルギーが高い領域では Fig. 1(e) の様に、転位のコントラストは認められるものの、コントラストの低下や像のぼけが増加する。Fig. 1(f) から 50–100 eV の非弾性散乱電子で結像するとき最も転位線のコントラストが高い。本観察により、転位密度が 10^{-7} cm^{-2} オーダーであること、直線的な転位と大きく湾曲した転位が GaN 結晶を貫通している様子を捉えることができた。この様な観察例は 10 μm 級の厚さの Si での報告があるが⁽¹⁾、原子番号の高い Ga を含む GaN 結晶においても μm オーダーの厚さで観察できることが分かった。

電子顕微鏡使用にあたり九州大学 松村晶教授、超顕微科学研究拠点事業の支援を受けた。

文 献

- (1) S. Sadamatsu, M. Tanaka, K. Higashida and S. Matsumura: Ultramicroscopy, **162**(2016), 10–16.
 (2018年10月1日受理) [doi:10.2320/materia.57.615]

Observation of Threading Dislocation in Thick GaN Crystal Using Inelastically Scattered Electron; Takanori Kiguchi, Takahisa Shiraiishi, Toyohiko J. Konno and Tomoyuki Tanikawa
 Keywords: GaN, threading dislocation, EFTEM
 TEM specimen preparation: Ion milling, FIB
 TEM utilized: JEM-1300NEF, Ω -filter UHVTEM (JEM-1300NEF, 1,250 kV)