#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 3 年 6 月 9 日現在

機関番号: 13901

研究種目: 挑戦的研究(萌芽)

研究期間: 2019~2020

課題番号: 19K22050

研究課題名(和文)双結晶法を用いた無機半導体における転位と光の相互作用メカニズムの解明

研究課題名(英文)Changes in dislocation characteristics under light irradiation in inorganic semiconductors

#### 研究代表者

中村 篤智 (NAKAMURA, ATSUTOMO)

名古屋大学・工学研究科・准教授

研究者番号:20419675

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 4,900,000円

研究成果の概要(和文):無機半導体において、転位は半導体特有の機能、とりわけ電子やホールの移動に強く 影響を与えると考えられる。本研究では、走査型プローブ顕微鏡に光を導入する機構を新規に設計・開発を行っ た結果、光導入機構が問題なく機能することを確認できた.その後、双結晶により導入された転位の局所電気伝 導特性評価を行ったところ、照射される光に応じて、転位がバルクより高い電気伝導性を示しうることを見出し

研究成果の学術的意義や社会的意義本研究では、双結晶法を用いて半導体材料の転位列を作製するとともに、そうした試料に対して光環境制御を施しながら物性計測可能な装置システムの開発を行った。この装置では、材料の電気伝導特性が光環境にどのように応答するのかについて高い空間分解能で評価することが可能であることを確認した。装置開発に成功した結果、転位の電気伝導性と光照射波長の関係を検出できた。この研究成果により、今後、転位がどのように光と相互作用を起こすのかについて、転位の機能的性質の観点で理解可能となると期待される。

研究成果の概要(英文):In inorganic semiconductors, dislocations are thought to have a strong influence on the movement of electrons and holes. In this study, as a result of development of newly designed system which enable light to insert into a scanning probe microscope, it was confirmed that the light irradiation system works well. After that, when the local electrical conductivity characteristics of the dislocations introduced by bicrystal technique were evaluated, it was found that the dislocations can exhibit higher electrical conductivity than the bulk depending on the irradiated light.

研究分野: 結晶欠陥工学

キーワード: 光照射効果 転位 無機半導体

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

### 1.研究開始当初の背景

転位とは、結晶中の原子配列の連続性が局所的に乱れた線状の格子欠陥である。半導体材料において、転位は電子構造上の特異点となっており半導体の機能を変質させる。一方、最近、光環境制御によって無機半導体結晶を金属のように柔らかくしなやかに変形・加工できることが発見されている。結晶の塑性変形は多くの場合転位の運動性と密接な関係があり、転位と光が強く相互作用していることが示唆された。しかし、実際に材料に光が照射された場合、転位の状態がどのように変化するのか、結果として、転位近傍で生じた電子やホールが転位の物性にどのような影響を与えるのか、ほとんど理解されていないのが現状である。つまり、転位と光の相互作用を詳細に調査することが望まれている。現状の課題としては、この相互作用を研究するにあたって、転位が材料内部で四方八方に方位制御されずに生成されており、結果的にバルク特性と転位特性の区別が困難であったことが挙げられる。

## 2. 研究の目的

半導体結晶中に、双結晶法を利用して結晶方位制御された転位列を作製する。その上で、 配置および構造が精緻に制御された転位を利用して、光照射下の転位物性変化を直接的に 計測する手法の構築と物性抽出に挑戦する。

### 3.研究の方法

本研究では、2枚の単結晶基板を直接接合することで「双結晶」を人工的に作製し、形成された転位の構造解析を行った後、それらの転位の光環境制御下における各種物性評価を行う手法を構築し、実際に測定を試みる。具体的には、

- 3-1. 小角粒界を有するルチル型結晶の双結晶を作製
- 3-2. 小角粒界に規則的に形成される転位構造を電子顕微鏡により評価
- 3-3. 走査型プローブ顕微鏡に対して、光を導入する機構の構築
- 3-4. 光環境制御下での走査型プローブ顕微鏡測定により、光が転位物性に及ぼす影響が評価可能か否かを検討

## 4. 研究成果

#### (双結晶作製)

ルチル型酸化チタン結晶中に転位列を <sup>(a)</sup> 導入するため、2 枚の単結晶基板を準備し、高温で拡散接合することによって、小傾角粒界を有する双結晶を作製した。例として、図 1 に、粒界面(100)、回転軸[001]とする(100)/[001]粒界作製のための基板の模式図を示す。これらの表面に鏡面研磨を施した後、接合を行った。この場合、[001]方向を回転軸として(100)面から 5°傾いた面を接合面としており、双結晶の接合面には傾角 10°の小傾角粒界が形成されることになる。

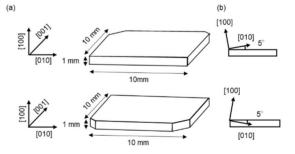


図1.作製した双結晶の一例(模式図).

## (電子顕微鏡観察)

双結晶実験では、接合後の界面を原子レベルで観察し、転位が所定通りに形成されていることを確認することが必要となる。そこで、双結晶試料から電子顕微鏡観察用試料を作製した。作製方法は、切断・機械研磨・イオンミリングという一般的に用いられる方法である。図2に、このようにして作製された小傾角粒界の透過型電子顕微鏡による観察結果を示す。なお、電子顕微鏡観察は名古屋大学の超高圧電子顕微鏡を用いて行われた。この観察像から

分かるように、接合界面には所定の転位が規則的に 形成されている。これはすなわち、本研究において、 双結晶作製により原子レベルの接合が実現したこ とを意味する。また、第2相の形成は認められず、 独自の方法にて、安定的なルチル型酸化チタン双結 晶の作製に成功したと言える。

## (走査型プローブ顕微鏡への光導入機構の構築)

走査型プローブ顕微鏡観察中に光照射を行うに当たって、カンチレバーと逆に下から光を導入する方法を考えた。図3に、本研究のために考案した装置写真と模式図を示す。装置を改造し、光の導入ポートを装置側面に形成させた。また、内部に光反射ミラーを設置し、側面から入射した光がまっすぐ下から上に放射されるように光路を設計した。ないた構造とすることで、ステージ下部から試料に直接光が照射される構造となっている。光源には朝日分光社製のキセノン光源MAX-350を用い、照射光にはルチル型酸化チタンのバンドギャップ前後のエネルギーを有する3種類の光を選択した。

## (物性測定)

このようにして作製された転位列に対して、転位線に沿った方向に物性を評価することとした。対象とする物性として、研究代表者の経験のある電気伝導性を選択した。バンドギャップより十分小さいエネルギーを有する光を照射した場合は電気伝導性

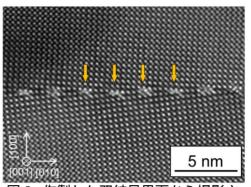


図 2.作製した双結晶界面から撮影された HRTEM 像の一例.

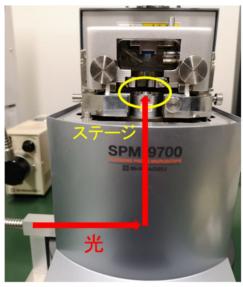


図3.本研究のために作製したSPMへの光導入機構の概略.

が発現しなかった。一方、バンドギャップよりやや小さいエネルギーを有する光を照射すると、粒界局所のみ電気伝導性が発現することが分かった。また、バンドギャップより大きいエネルギーを有する光を照射すると、バルク全体で電気伝導性が大きく向上した。つまり、バンドギャップよりエネルギーの低い光を照射した場合のみ、粒界はバルクと比較して高い電気伝導性を持つことが分かった。本研究において粒界は転位列で構成されていることから、粒界にバルクより小さいエネルギー準位を持つ転位由来の欠陥準位が形成され、そこが電気伝導性の起源となっていることが示唆された。つまり、本研究では、転位由来の欠陥準位の観測に成功したと言える。

## (まとめ)

酸化チタンは優れた光応答性を有することから光触媒に利用されており、その光が転位とどのように相互作用するのか興味深い研究課題であった。そこで、本研究のように装置開発を行い、光が転位電気伝導に及ぼす影響を調査する手法について検討した。その結果、本研究で構築した手法によって、転位と光の相互作用を調査可能となることが確認できた。今後、本手法をさらに発展させ、転位と光の相互作用の系統的な研究を実施することが望まれる。挑戦的研究として、従来にない装置開発および実験を行えた結果、転位機能の新しい発見をすることができた。今後、地道に調査していくことが必要となるが、本研究は全体として予想以上に順調に進捗したと言える。

5		主な発表論文等
J	•	上る元化冊入寸

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

\_

6 . 研究組織

 ・ M   プロが日が日		
氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

# 7.科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------