

令和 5 年 6 月 28 日現在

機関番号：83906

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20K05176

研究課題名(和文) ワイドバンドギャップ半導体結晶の加工導入欠陥構造・導入メカニズムの解明

研究課題名(英文) Investigation of defect structure and the mechanism of defect introduction in wide bandgap semiconductor crystals by processing

研究代表者

石川 由加里 (Ishikawa, Yukari)

一般財団法人ファインセラミックスセンター・その他部局等・主幹研究員

研究者番号：60416196

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：(0001)GaN基板に圧入やスクラッチのモデル実験を行い導入される転位パターン構造を明らかにした。転位パターン構造は閾値荷重以上では変化しないが、サイズは圧痕サイズと比例関係にあることがわかった。圧痕サイズは荷重の平方根に比例することから転位パターンサイズは荷重の関数として記述できる。また、本関係は、加工で導入される転位の伸展長さは、圧入で試料が受け取ったエネルギーと転位エネルギーが等しくなるまで転位が伸展すると仮定して計算すると実験結果を良く再現することが分かった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

転位密度が低く、粒界や結晶粒がないGaN単結晶を使って圧入時の荷重と圧入で発生した転位の密度、種類、サイズの相関が得られたので材料そのものの硬さとは何か？という学術的問いへの回答を構築するための基礎データを取得したものである。また、表面形状の変化と転位サイズに相関があることは、表面形状を取得すると転位伸展深さが推定可能なことを示唆しており、ウエハ加工の分野で必須とされる非破壊加工変質層厚評価技術の実現が期待される。

研究成果の概要(英文)：Indentation and scratching were performed under controlling load and indenter speed on (0001) GaN single crystal and investigated the structure of dislocation pattern introduced by indentation and scratching. The structure of dislocation pattern was not changed by load, but the size of dislocation pattern is linearly increased with imprint size. Because the imprint size is proportional to the square root of load, the size of dislocation pattern can be described as the function of load. The calculated size of dislocation pattern under assumption that the size was determined its energy to be equal to the energy given by indentation, well consisted with the experimental results.

研究分野：材料工学

キーワード：GaN 多光子励起顕微鏡 インデンテーション スクラッチ TEM STEM

1. 研究開始当初の背景

ワイドバンドギャップ半導体は、高硬度・脆性材料でかつ化学的安定性が高いため、ウエハ加工時に前工程で導入された加工変質層を丹念に除去せざるを得ず加工コストが嵩んでいた。加工変質層を評価する手法としてカソードルミネッセンス(CL)、電子線後方散乱回折法(EBSD)、透過型電子顕微鏡(TEM)、エッチピット等多くの手法が提案されてきたが、深さ方向の検出感度が低く、加工変質層の3次元構造を正確に理解することが難しい。また、実際の加工プロセスを経たものを評価試料として使用するため、擾乱が多く加工変質層のサイズと荷重の関係等を解析的に解くことができなかつた。さらに、上記の評価法で得られた加工変質層厚と経験的に除去が必要とされる加工変質層厚には約一桁の開きがあり、その差の学術的解釈が求められている。

2. 研究の目的

加工導入欠陥の構造および導入メカニズムを明らかにすることを目的とする。砥粒押し込みのモデル実験として荷重・加工導入欠陥発生位置の明白なビッカース圧痕をGa₂N結晶表面に形成し、ビッカース圧痕周辺に導入された欠陥を評価し、以下の項目を明らかにすることを目標とする。ワイドバンドギャップ半導体の多くは六方晶であるため、六方晶のGa₂Nをモデル結晶とする。

1. ビッカース圧痕周辺に形成された加工導入欠陥の3次元構造
2. ビッカース圧痕幅から面内および深さ方向の加工導入欠陥の広がりやを推定する計算式
3. 荷重-変位曲線と転位発生との相関

3. 研究の方法

市販のHVPE-GaN(0001)結晶に、荷重を変えた圧入で圧痕を形成したものをモデル試料とする。加工導入欠陥構造は、多光子顕微鏡による導入転位パタン^①の三次元構造観察、CMPとCLの繰り返しによる伸展深さ評価、上記で得られた欠陥の特徴部位を集束イオンビーム(FIB)マイクロサンプリング法と透過型電子顕微鏡観察により転位種の同定を行う。

4. 研究成果

① ビッカース圧入で導入された加工導入欠陥構造の3次元構造

ビッカース圧入で導入された転位パタンは図1に示す様に表面側から6つの等価な $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に平行に伸びた転位線の集合体からなるrosette pattern、6つの等価な $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に平行に伸びた転位線とそれを結ぶハーフループ状転位の集合体からなるflower pattern、圧痕直下に最も深くまで転位が伸びるtriangular areaの3つのパタンがあることが分かった。rosette patternを構成する転位は $\{1\cdot 100\}$ 面上に載っているためBurgers vectorは $1/3\langle 11\cdot 20 \rangle$ もしくは $1/3\langle 11\cdot 23 \rangle$ と推定された。flower patternを構成する転位は(0001)面上に載っているためBurgers vectorは $1/3\langle 11\cdot 20 \rangle$ と推定される。一方、triangular areaを構成する転位は $\langle -12\cdot 13 \rangle / \{1\cdot 212\}$ すべり系を有する。

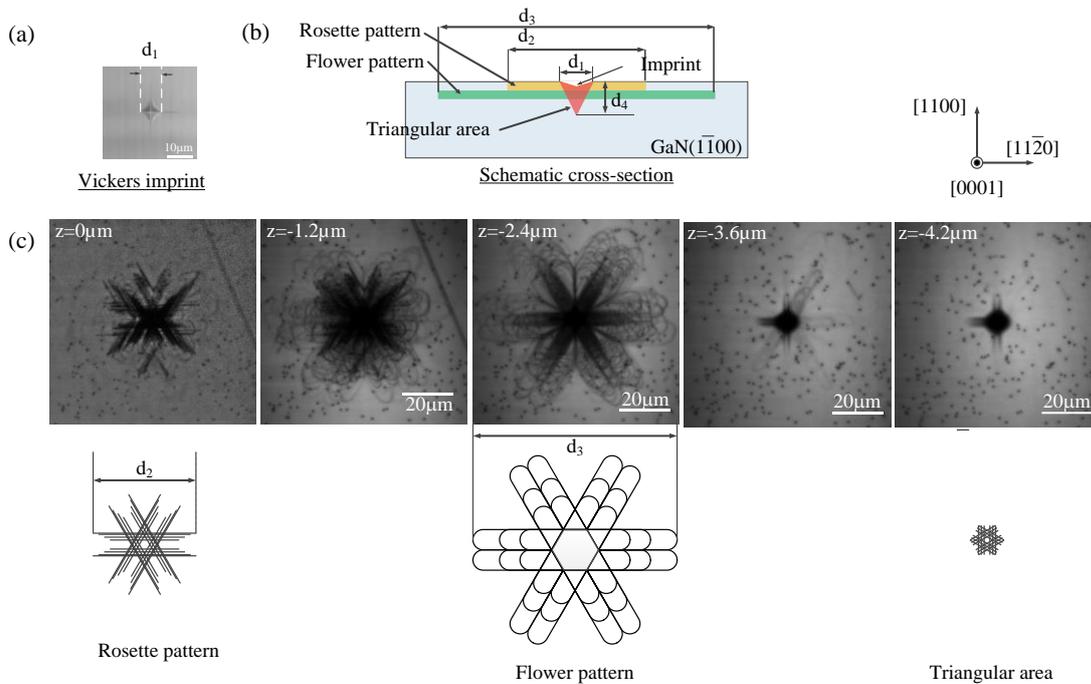


図1 ビッカース圧入(500 mN)で導入された(a) 圧痕、(b)転位パタンの断面模式図、(c)表面からフォーカスシフト量 $4.2\mu\text{m}$ までの多光子励起顕微鏡像と各転位パタンの平面模式図

② ビッカース圧痕幅から面内および深さ方向の加工導入欠陥の広がりを推定する計算式
 ビッカース圧入(荷重範囲: 10 mN – 2 N)で導入された転位パターンサイズは圧痕幅 d_1 に比例することが分かった。rosette pattern の幅 d_2 は $3.7d_1$ 、flower pattern の幅 d_3 は $8.4 d_1$ 、triangular area の伸展深さ d_4 は $0.98 d_1$ で記述される。

③ 荷重—変位曲線と転位発生の相関

バーコビッチ圧子を用いて荷重域 (0.01 – 20 mN) で圧入試験を行い、圧痕幅と圧痕深さの荷重依存性を調べた。図 2(a)に示す様に圧痕幅、深さとも荷重の平方根に対して線形に増加したが X 軸の切片 (閾値荷重) は、圧痕幅では $25\mu\text{N}$ 、圧痕深さでは $320\mu\text{N}$ となり異なった。圧子先端の曲率半径を 460 nm として圧痕の幅と深さの関係を計算すると今回の結果を再現できたことから、圧子先端の不完全性 (曲率) に起因していると説明した。また、圧痕深さの閾値は球圧子圧入モードからバーコビッチ圧子圧入モードへの変換点を示していると解釈した。

図 3 に示す荷重変位曲線から最初の pop-in は 200 – $300\mu\text{N}$ で発生していた。また、pop-in 荷重と圧痕深さの閾値が近いことから、最初の pop-in はバーコビッチ圧子モードで導入される転位の発生に伴って生じたものと推定した。低荷重域では圧子先端のみが試料と当たるため荷重の方向は $[000-1]$ にほぼ平行となるため Schmid factor が最も大きな $\langle 11-23 \rangle / \{ 1-122 \}$ すべり系が主として働くがこの転位は圧痕直下に限られる。一方、荷重が大きくなると圧子の側面が試料と当たるため荷重の方向が側面と垂直方向に変化し、 $\langle 11-20 \rangle / (0001)$ すべり系と $\langle 11-23 \rangle / \{ 1-100 \}$ すべり系が活性化する。 $\langle 11-20 \rangle / (0001)$ すべり系と $\langle 11-23 \rangle / \{ 1-100 \}$ すべり系は転位パタンの面内広がりを決めるので、圧子側面から加えられた荷重によって発生する。図 2(b)に示す様に面内広がり転位パターン幅は荷重の平方根に対して線形に増加し X 軸の切片 (閾値荷重) は 440 – $530\mu\text{N}$ と圧痕深さの閾値荷重($320\mu\text{N}$)に近く上記推定と矛盾しない。

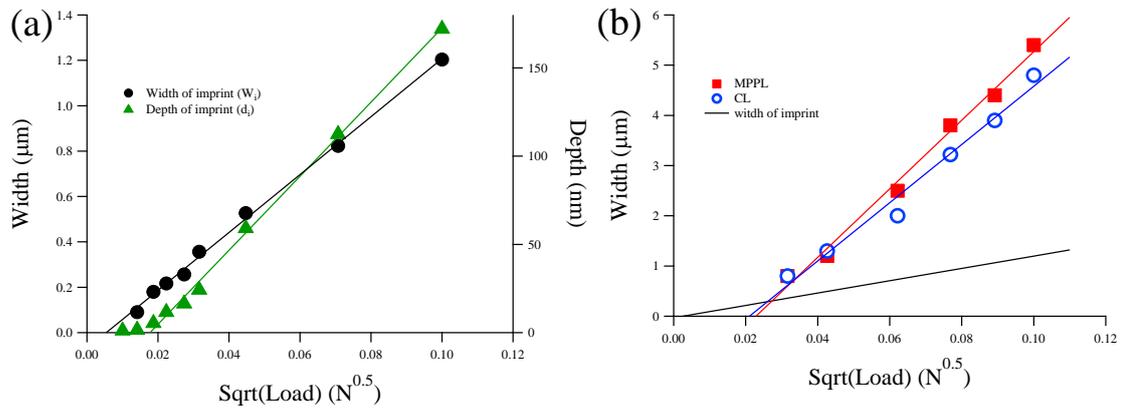


図2 圧痕サイズ及び転位パターンサイズの荷重平方根依存性、(a)圧痕幅と深さの荷重平方根依存性、(b)面内広がり転位パターン幅の荷重平方根依存性

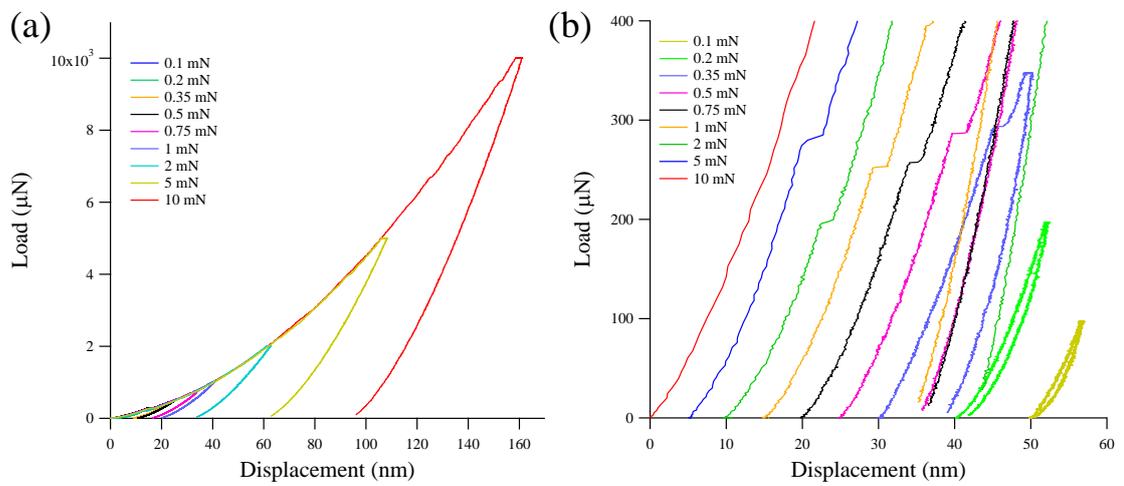


図3 荷重変位曲線 (a)全体、(b)低荷重域の拡大像

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 6件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Ishikawa Yukari, Sugawara Yoshihiro, Yao Yongzhao, Takeda Hidetoshi, Aida Hideo, Tadatomo Kazuyuki	4. 巻 131
2. 論文標題 Size of dislocation patterns induced by Vickers indentation in hydride vapor-phase epitaxy GaN	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 225303 ~ 225303
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0084495	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Ishikawa Yukari, Sugawara Yoshihiro, Yao Yongzhao, Takeda Hidetoshi, Aida Hideo, Tadatomo Kazuyuki	4. 巻 55
2. 論文標題 Linear dependence of dislocation pattern size on the imprint width and scratch width on (0001) GaN	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Physics D: Applied Physics	6. 最初と最後の頁 485304 ~ 485304
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1088/1361-6463/ac96fd	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Ishikawa Yukari, Sugawara Yoshihiro, Yao Yongzhao, Noguchi Naoto, Takeda Yukihisa, Yamada Hisashi, Shimizu Mitsuaki, Tadatomo Kazuyuki	4. 巻 60
2. 論文標題 Generation of dislocations from scratches on GaN formed during wafer fabrication and dislocation reactions during homoepitaxial growth	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 115501 ~ 115501
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/ac2ae5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Ishikawa Yukari, Sugawara Yoshihiro, Yokoe Daisaku, Yao Yongzhao	4. 巻 59
2. 論文標題 Screw dislocations on $\{1\bar{1}2\}$ pyramidal planes induced by Vickers indentation in HVPE GaN	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 091005 ~ 091005
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/abb00c	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ishikawa Yukari, Sugawara Yoshihiro, Sato Koji, Yao Yongzhao, Okada Narihito, Tadatomo Kazuyuki	4. 巻 59
2. 論文標題 Identification of fine structures at the surface of epi-ready GaN wafer observed by confocal differential interference contrast microscopy	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 100907 ~ 100907
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.35848/1347-4065/abbb23	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Yao Yongzhao, Sugawara Yoshihiro, Yokoe Daisaku, Sato Koji, Ishikawa Yukari, Okada Narihito, Tadatomo Kazuyuki, Sudo Masaki, Kato Masashi, Miyoshi Makoto, Egawa Takashi	4. 巻 22
2. 論文標題 Correlation between structural properties and nonradiative recombination behaviors of threading dislocations in freestanding GaN substrates grown by hydride vapor phase epitaxy	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 CrystEngComm	6. 最初と最後の頁 8299 ~ 8312
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1039/d0ce01344g	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

[学会発表] 計5件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 Yukari Ishikawa, Yoshihiro Sugawara, Yongzhao Yao, Syusui Ogawa, Daisaku yokoe, Hidetoshi Takeda, Hideo Aida, Kazuyuki Tadatomo
2. 発表標題 Linear relationship between dislocation pattern size induced by Vickers indentation and imprint width on (0001) GaN
3. 学会等名 19th International Conference on Defects-Recognition, Imaging and Physics in Semiconductors (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 石川由加里、姚 永昭、菅原 義弘、佐藤 功二、横江 大作
2. 発表標題 ワイドバンドギャップ半導体結晶の転位検出と解析
3. 学会等名 日本金属学会2022年秋期 (第171回) 講演大会 (招待講演)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 石川由加里、菅原 義弘、姚 永昭、武田秀俊、會田英雄、只友一行
2. 発表標題 (0001) GaNウエハ上のsクラッチ幅と転位パタンサイズの線形増加
3. 学会等名 応用物理学会 先進パワー半導体分科会「第9回講演会」
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 石川由加里, 横江大作, 菅原義弘, 姚永昭
2. 発表標題 HVPE-GaN (0001) 基板にVickers圧入で生じた転位構造
3. 学会等名 応用物理学会 2021年第82回秋季学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 石川由加里, 横江大作, 菅原義弘, 姚永昭
2. 発表標題 GaN結晶のビッカース圧痕周囲の転位の広がり構造
3. 学会等名 日本機械学会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	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
研究 分 担 者	菅原 義弘 (Sugawara Yoshihiro) (70466291)	一般財団法人ファインセラミックスセンター・その他部局 等・上級研究員 (83906)	

6. 研究組織（つづき）

	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
研究分担者	姚 永昭 (Yao Yongzhao) (80523935)	一般財団法人ファインセラミックスセンター・その他部局等・主任研究員 (83906)	

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