

令和 5 年 6 月 5 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K21151

研究課題名（和文）半導体内部の転位に対する高速・無収差な3次元可視化手法の開発

研究課題名（英文）Development of a method for rapid and aberration-free three-dimensional imaging of dislocations in semiconductor materials

研究代表者

小澤 祐市（Kozawa, Yuichi）

東北大学・多元物質科学研究所・准教授

研究者番号：90509126

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 5,000,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、GaN中の転位を3次元的に可視化可能な多光子励起フォトルミネッセンスに基づくレーザー顕微鏡法について、3次元像の取得時間を大幅に低減する新しい方法を提案した。本イメージング法では、光ニードル状の集光スポットを走査励起光として、フォトルミネッセンスをエアリービームに変換することで、発光点の深さ情報を検出面での面内情報として取得することを基本原理とする。開発した顕微鏡システムによって、ニードルスポットの1回の2次元走査のみから、観察面を移動することなくGaN中の転位分布を迅速に可視化できることを実証した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

次世代半導体材料として期待されているGaNは、基板中に形成される貫通転位の低減が喫緊の課題となっている。このような転位の存在はデバイス特性を低下させる要因ともなっており、基板中での転位分布や形状を詳細かつ3次元的に可視化することは、さらなるプロセス開発において極めて重要である。本研究では、GaN中の転位分布を3次元かつ迅速に可視化する新しい方法を提案した。本研究で得られた成果をさらに発展させることで、基礎研究での応用に加えて生産現場での検査法としての実用化も期待される。

研究成果の概要（英文）：In the present study, we developed a novel microscope technique that can promptly acquire three-dimensional images of dislocations in GaN specimens based on laser scanning microscopy utilizing multi-photon excitation photoluminescence. In this imaging technique, a needle-shaped focal spot is used as scanning excitation light and the photoluminescence is converted to an Airy beam, enabling the detection of axial information in the object space as lateral information at the detector plane. Our developed system demonstrated the rapid visualization of internal dislocations of GaN by a single two-dimensional scanning of a light needle without changing the observation plane.

研究分野：光工学

キーワード：ワイドバンドギャップ半導体 ニードル顕微鏡 多光子励起 3次元イメージング

1. 研究開始当初の背景

紫外発光デバイスや次世代のパワーデバイス材料として優れた特性を持つ窒化ガリウム (GaN) やシリコンカーバイド (SiC) などのワイドバンドギャップ半導体は、近年その社会実装へ向けた研究開発競争が激化している。一方で、これらの半導体材料が抱える大きな課題は、結晶成長時における基板材料との格子不整合などによる成長層での貫通転位などの結晶欠陥の発生であり、デバイス中における転位密度をどこまで低減・制御できるかが、ワイドバンドギャップ半導体材料に基づく次世代の電力社会を実現する上での大きな鍵とされている。近年は、特に GaN 系半導体においてデバイス性能を大きく左右する特定の転位や分布を同定・解析し、材料開発へフィードバックすることの重要性が急速に高まっており、半導体内部の転位を詳細かつ 3 次元的に可視化・評価する手法の開発は喫緊の課題となっている。

これに対して近年、GaN などのワイドバンドギャップ半導体に対して、近赤外波長域の超短パルスレーザー光を集光した場合に生ずる 2 光子あるいは 3 光子励起によるフォトルミネッセンス (PL) を用いたイメージング法が報告されている [T. Tanikawa *et al.*, *Appl. Phys. Express* **11**, 031004 (2018)]。多光子励起過程は、焦点近傍のみで生ずることから、多光子励起イメージングにより断層観察が可能になり、GaN 内部の 3 次元転位観察に極めて有用とされている。一方で、本観察法は、レーザー走査型顕微鏡法に基づいており、3 次元画像を得るためには観察面を移動しながら多数の 2 次元画像を取得する必要があるため、画像取得に時間を要するという原理的な制約がある。また、屈折率が大きな半導体中にレーザー光を集光する場合には、強い球面収差が発生し、空間分解能の著しい劣化と信号強度の低下をもたらすという実用上の大きな課題も残されている。

2. 研究の目的

本研究の目的は、GaN に代表されるワイドバンドギャップ半導体の内部における貫通転位の 3 次元的な分布を非破壊かつ高速・高分解能に可視化する全く新しい光イメージング技術を確立することである。具体的には、光軸方向に伸びたニードル状スポットを半導体中に形成し、多光子励起過程を用いた深さ方向に対する一斉励起と、PL に対する波面制御を駆使した 3 次元可視化技術を開発する。本研究で提案するイメージング法により、半導体中における貫通転位の 3 次元分布や分類の極めて迅速かつ詳細な計測を実現し、次世代の半導体デバイス開発を大きく加速させるための材料評価技術として確立することを目指す。

3. 研究の方法

本研究では、これまで研究代表者が構築してきた光ニードル走査型の顕微鏡システム [Y. Kozawa and S. Sato, *Sci. Rep.* **9**, 11687 (2019)] をベースとして、測定試料を GaN とするための光学系の改良およびイメージング条件の最適化を進める。GaN 試料からの PL は紫外波長域にあるため、検出側光学系については紫外波長域に対応した光学系とする。試料からの発光シグナルは、反射型の液晶空間光変調器によって光伝搬に伴う面内シフト特性を持つエアリービーム光に変換し、検出面に設置した高感度な 2 次元検出器を用いてその強度分布を各走査点で記録する (図 1)。これにより、試料の深さ方向の情報は、検出面では面内方向への強度分布情報に変換される。本原理に基づき、GaN 中からの発光に対する信号検出特性を詳細に検討する。

本研究ではさらに、高屈折率な半導体試料内部から生ずる発光信号を取得する上で大きな障壁となる球面収差の補正も試みる。本研究で観察対象とする半導体成長ウェハーなどは、屈折率が既知の平板形状であるため観察深度に応じて球面収差量を推定できるという大きな利点を持つ。そこで、高屈折率媒質中へのニードルスポットの形成と、媒質中からの発光における球面収差の影響について定量的に検討するために、観察深さに応じた波面収差を幾何光学に基づいて解析する。本検討で得られる波面収差について系統的に整理した上で、実際に空間光変調器によって波面収差も考慮した波面制御を行い、実サンプルにおける球面収差の完全補正を試みる。以上の知見を踏まえて、GaN 中の 3 次元的な転位構造を高品質に可視化可能なイメージングシステムの基盤を構築する。

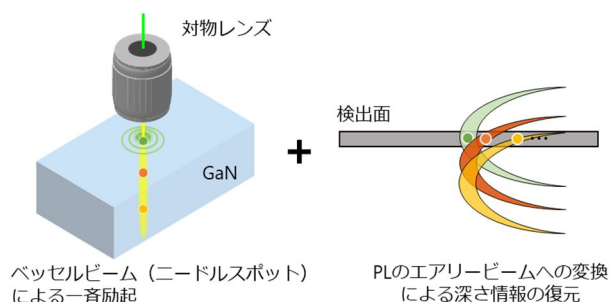


図 1. 光ニードル励起とエアリービーム変換による 3 次元画像構築の概念図

4. 研究成果

(1) 長焦点深度光ニードルスポットの生成

本イメージング法では、観察対象となる GaN 試料中に長焦点深度のニードル状励起スポットを形成する必要がある。そこで、波長 1040 nm のフェムト秒パルスレーザー光に対して、幅の狭い円環状の強度分布となるように空間光変調器を用いてビーム成型を行った。これによって非回折な伝搬特性を持つベッセルビームが焦点に形成される。ここで、GaN に対する多光子励起過程によってベッセルビームに特有のサイドローブからの寄与が抑制されるため、実効的に光ニードル状の励起スポットを生成することが可能となる。

本研究では、開口数 0.8 の対物レンズを使用し、光軸方向に半値全幅で約 40 μm の強度分布を持つ光ニードルスポットを設計した。図 2 は GaN の界面に光ニードルスポットの焦点を合わせた場合の実効的な 3 光子励起での励起光強度分布を計算した結果である。通常のレーザー光を同条件で GaN 中に集光した場合の光軸方向の広がり 4 μm 程度と計算されるため、設計した光ニードルスポットを用いることで、GaN の深さ方向に対して通常の励起光を用いる場合に比べて 10 倍以上の深さ範囲を一齐に光励起を行うことが可能となる。

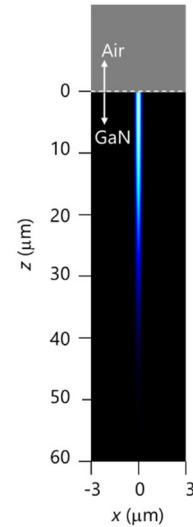


図 2. GaN 中でのニードルスポットの形成 (計算)

(2) エアリービーム変換による MPPL 信号の深さ位置検出

光ニードルスポットを用いた深さ方向に対する一齐励起に対して、各深さからの MPPL 信号の深さ情報を検出するために、PL 信号に対する波面制御によって、自己湾曲伝搬特性を持つエアリービームに変換を行った。エアリービーム自身が持つ面内シフト特性によって、像面 (検出面) での結像位置が、その発光点の深さ位置に依存して異なる面内位置にシフトする特性を利用する。本特性を確認するために、通常の高感度 2 次元検出器を用いてエアリービームに変換された MPPL 像の強度分布を記録した。図 3 に示すように、高感度 2 次元検出器を用いてエアリービームに変換された MPPL 像の強度分布を記録した。図 3 に示すように、高感度 2 次元検出器を用いてエアリービームに変換された MPPL 像の強度分布を記録した。図 3 に示すように、高感度 2 次元検出器を用いてエアリービームに変換された MPPL 像の強度分布を記録した。

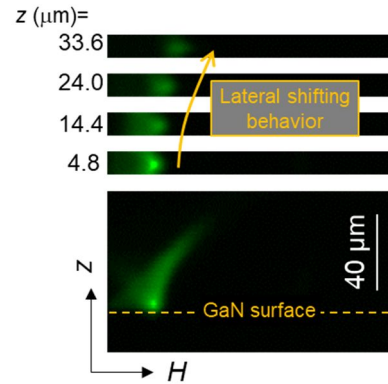


図 3. (上段)各 z 位置からのエアリービームに変換された PL 信号の検出面での点発光像 (下段)点発光像の水平方向 (H 方向) を通る強度分布に対する励起光の z 位置依存性

(3) ニードルスポットの 2 次元走査による GaN 中の転位の 3 次元計測

以上の結果を踏まえて、本研究で構築したイメージングシステムを用いて c 面 GaN 基板中の転位観察を行った。観察試料はピエゾステージの上に設置し、各走査点でのエアリービームに変換された MPPL 信号の強度分布から 3 次元画像構築を行った。図 4 (上段) は焦点を GaN 表面に固定して、光ニードルスポットの 1 回の 2 次元走査から構築した 3 次元像の各 z 面を表示したものである。各深さにおいて GaN 中の転位に対応する暗点が観察されていることがわかる。図 4 (下段) は、同領域を通常の高感度 2 次元検出器を用いて励起光として観察面を移動しながら複数回の 2 次元走査から構築した 3 次元像。

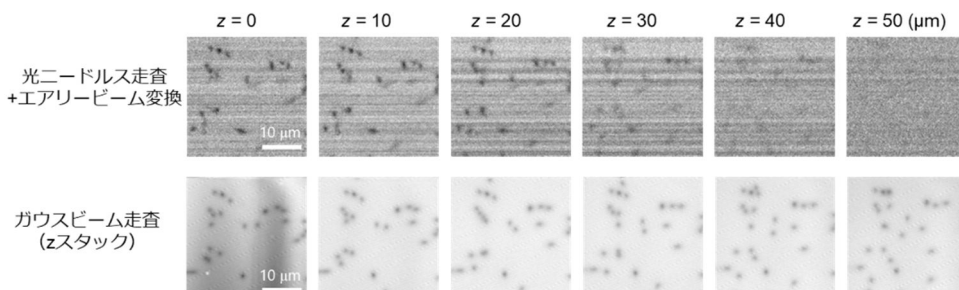


図 4. GaN の転位を観察した結果。(上段) 光ニードルスポットの 1 回の 2 次元走査のみから構築した 3 次元像。(下段) 通常の高感度 2 次元検出器を用いて励起光とした場合の 3 次元像。

元画像取得により構築した 3 次元画像を示している．いずれもおおむね空間的に一致した転位像が得られていることを確認された．以上の結果から，本研究で提案したイメージング法によって，従来には複数回の 2 次元走査を必要とした GaN 中の転位像観察について，光ニードルスポットの 1 回の 2 次元走査のみから迅速に 3 次元画像取得が可能であることが示された．なお，光ニードルスポットを用いた場合において， $z = 40 \mu\text{m}$ 以上の深さにおいて信号強度の低下がみられたが，これは使用したニードルスポットの焦点深度に起因しており，より焦点深度の大きなニードルスポットを用いることで，深い位置での信号強度の改善が期待できる．

(4) GaN が持つ高い屈折率に起因した球面収差の補正

GaN のような半導体材料は，高い屈折率を持つことを特徴としており，励起光を GaN 中に集光する場合には強い球面収差が生ずる．さらに，本イメージング法のように，GaN 中からの発光をエアリービームに変換する場合にも，発光点の深さ位置が大きくなるにしたがって球面収差の影響による画像劣化や信号低下が顕著になると予想される．そこで，高屈折材料である GaN 中からの発光に対して，その深さ位置に応じた球面収差の影響を検討するために幾何光学に基づく収差関数の導出を行い，これによる球面収差補正を試みた．実際に，対物レンズの焦点位置が GaN 界面から内部に移動するに従い，強い球面収差が生ずることが明らかになった．このことは，エアリービームに変換した場合の PL 像の面内シフト特性にも大きく影響し，本システムにおいて正しい深さ位置分解が困難となる（図 5 上段）．一方で，各対物レンズ深さの条件において生ずる球面収差に対して，これを打ち消す逆位相の補正波面を空間光変調器により PL の波面に重畳するとことで，良好なエアリービームの伝搬特性が回復し，深さ位置情報の取得が可能となる結果が得られた．このように，本イメージング法による GaN 中の転位観察においては，球面収差の影響を考慮することが必須であるものの，適切な補正波面の適用によってこれを回避可能であり，GaN 深部に対する 3 次元での転位観察の実現可能性を見出すことに成功した．

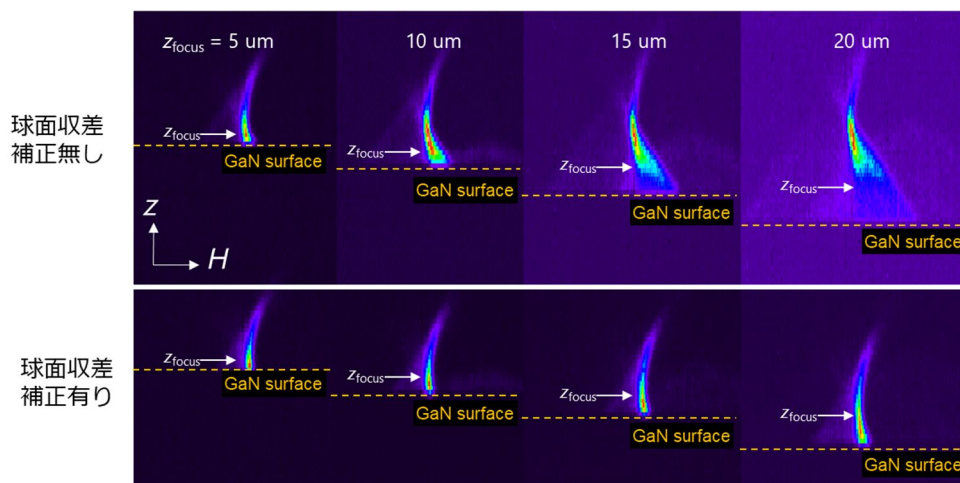


図 5. 対物レンズの焦点位置(z_{focus})を変えた場合の，エアリービームに変換された MPPL 信号の検出面での水平方向(H)プロファイルに対する深さ位置(z)依存性．

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 Y. Koawa, T. Nakamura, Y. Uesugi, S. Sato
2. 発表標題 Wavefront engineered light-needle microscopy utilizing multiplexed computer-generated holograms
3. 学会等名 第83回応用物理学会秋季学術講演会（招待講演）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 三浦 祐樹, 小澤 祐市, 谷川 智之, 上杉 祐貴, 佐藤 俊一
2. 発表標題 光ニードル顕微鏡法を用いたGaN結晶内転位の3次元可視化における球面収差補正と空間分解能の評価
3. 学会等名 第70回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 三浦 祐樹, 土屋 裕祐, 小澤 祐市, 上杉 祐貴, 佐藤 俊一
2. 発表標題 光ニードル顕微鏡法を用いた GaN 結晶内転位の高速 3 次元計測における空間分解能の検討
3. 学会等名 第77回応用物理学会東北支部学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 津留 志音, 小澤 祐市, 上杉 祐貴, 佐藤 俊一
2. 発表標題 強く集光したフェムト秒ベクトルビームによるガラス界面へのシングルショット加工
3. 学会等名 第77回応用物理学会東北支部学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 三浦 祐樹、土屋 裕祐、小澤 祐市、上杉 祐貴、佐藤 俊一
2. 発表標題 光ニードル顕微鏡法によるワイドバンドギャップ半導体の内欠陥の高速3次元計測
3. 学会等名 第69回応用物理学会春季学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小澤 祐市、上杉 祐貴、佐藤 俊一
2. 発表標題 可視光ベッセルビームを用いた光ニードル走査型蛍光顕微鏡法による3次元イメージング
3. 学会等名 第82回応用物理学会秋季学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 土屋 裕祐、小澤 祐市、佐藤 俊一
2. 発表標題 GaN結晶内部から生じるフォトルミネッセンスに対する球面収差補正による結像特性の変化の検討
3. 学会等名 応用物理学会東北支部 第75回学術講演会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計2件

1. 著者名 小澤祐市	4. 発行年 2022年
2. 出版社 シーエムシー出版	5. 総ページ数 9
3. 書名 レーザ加工の最新動向(第18章 強く集光したベクトルビームによるレーザー微細加工)	

1. 著者名 Yuichi Kozawa, Shunichi Sato	4. 発行年 2021年
2. 出版社 Elsevier	5. 総ページ数 56
3. 書名 Progress in Optics Vol 66 (Chapter 2. Small focal spot formation by vector beams)	

〔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
研究協力者	谷川 智之 (Tanikawa Tomoyuki)	大阪大学・大学院工学研究科・准教授 (14401)	

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
---------	---------