

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 11 日現在

機関番号：13401

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560006

研究課題名(和文) 異方性を持つ - 窒化物半導体の複素誘電率を絶対測定する真空紫外エリプソの改良

研究課題名(英文) Improvement in a vacuum ultraviolet ellipsometer for measuring absolute complex dielectric constants of anisotropic III-V nitride semiconductors

研究代表者

福井 一俊 (Fukui, Kazutoshi)

福井大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：80156752

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円、(間接経費) 1,170,000円

研究成果の概要(和文)：今日、可視光だけでなく紫外線の領域でもLEDや受光素子など半導体素子への期待は大きい。しかし、紫外に使う半導体材料の光学的な性質を知るには、紫外線でもエネルギーの高い真空紫外光(VUV)の領域まで調べることが必要である。そこで材料の基本的な光学的定数である複素屈折率をVUVでも絶対測定できる世界でも珍しいエリプソメータを、理想的な紫外光源であるシンクロトロン放射光の研究施設で運用することを目標にそれに適したエリプソ装置の開発を行った。その結果、測定システムの構築にほぼ目処を付けることが出来るところまで達した。

研究成果の概要(英文)：Semiconductor devices such as LED and photodiode are promising ones for not only visible but also ultraviolet region. However, investigations into the optical properties of these semiconductor materials require wide wavelength region including vacuum ultraviolet (VUV). Then, our final target is the permanent installation of a very unique VUV ellipsometer with the synchrotron radiation to measure absolute complex refractive indices of those semiconductor materials from visible to VUV, because synchrotron radiation is the ideal ultraviolet light source. Then, we have been constructing a synchrotron dedicated ellipsometer and over-all operation testing will be carried out at the next machine time.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎・応用物性・結晶工学

キーワード：異方性 窒化物半導体 放射光 エリプソメータ

### 1. 研究開始当初の背景

ワイドバンドギャップ半導体の内、特にこれからの紫外発光デバイスに重要なIII-V窒化物半導体の混晶である AlN-GaN 混晶 (AlGaN) の光物性を調べようとする場合、バンド間遷移(価電子帯から伝導帯への遷移)領域が 10 eV を越える真空紫外(VUV)光領域まで続くため、可視(VIS)から VUV までの連続光源が必要となる。そのため、シンクロトロン放射(SR)光が必要となる。そのため報告者は SR 光を励起光源として主に AlGaN の発光特性を測定してきた。

結晶構造がウルツ鉱構造であることに由来して AlGaN には c 軸に垂直な方向と平行な方向での誘電率の違い(一軸異方性)が生じる(これは誘電率(屈折率)に異方性があるので複屈折と呼ばれる)。一方、Γ 点にある基礎吸収端近傍では、結晶場とスピン-格子相互作用によって状態が 3 つに分裂する。この 3 つの状態からの光学遷移は、励起光の電場ベクトル( $E$ )が  $E \perp c$  か  $E // c$  かで選択則が異なり、光吸収や発光に異方性を持たせる原因となる(二色性)。近年、AlGaN 薄膜の結晶育成技術の発展に伴い、良質な薄膜結晶が安定して作製されるようになり、また c 面成長薄膜試料だけでなく、a 面成長なども作製されるようになった。つまり、本来複屈折と二色性という二つの偏光性を考慮する必要があった AlGaN の光物性研究は、異方性を真正面に考慮することが求められる段階に到達した。

ところが、光学的特性として基礎的な複素誘電率(屈折率)を実験的に求めるエリプソメータにしても、市販の装置はほぼ VIS 領域に限られ、10eV を越える VUV 領域に至る市販の装置はない。現在我々が知る限りにおいてはドイツの SR 光施設の一つである BESSY-II のビームライン 3m-NIM-A が VUV エリプソメータとして世界で唯一供用されているのみである。そこで、産総研(旧計測研)の齊藤輝文博士が SR 光に特化して設計・製作した VUV エリプソ試作機[1]を日本の SR 光施設の一つである UVSOR に移設頂き、将来常時運用できる VUV エリプソメータを目指し評価・改良・改造を開始した。

### 2. 研究の目的

本研究の大きな目的は上記背景から VIS から VUV までの領域をカバーするエリプソメータを VIS-VUV ビームラインに常設するための基礎作りである。

複素誘電率という基礎・応用問わず重要な物性定数は複数の組織による相互確認が必要であるので、相互確認の一角を担える世界で二番目の VUV エリプソメータに向け VUV 領域でエリプソメータとして動作することを目的とする。

より具体的には、VUV ビームラインの対象として考えている UVSOR 施設の 3m McPherson 型直入射分光器ビームライン

(BL7B)[2]と、移設頂いた VUV エリプソメータのように一体化するかが目的となる。特に、McPherson 型分光器ではその動作原理から本質的に分光波長によってビーム位置が移動する欠点があり、ビーム位置に敏感なエリプソメータを接続する場合問題となる。また、SR 光を光源とする場合、シンクロトロンリング内部の電子軌道の長時間ドリフトがそのまま光源の発光点の移動となるため、BL7B 下流に設置される VUV エリプソメータの光軸を BL7B の出力光の光軸に追尾させる機構が必須となる。つまり、この機構の具体的な設計製作が主な目的となる。

### 3. 研究の方法

一般的なエリプソメータの構成は、光源→偏光子(光軸周りに回転)→試料(反射配置)→検光子(反射光軸周りに回転)→検出器 となるが、今回の VUV エリプソメータの場合、光源は図 1 右側から入射される BL7B で分光された SR 光であるため、そもそも水平面内(図の紙面内)に直線偏光している。そのため、偏光子を回転する代わりに試料を光軸(図中の  $\alpha$  軸)周りに回転する。但し、真空中で試料を回すのは容易ではないため、実際には真空槽ごと  $\alpha$  軸周りに回転する。回転する部分が図中の点線で囲われた  $\alpha$  軸回転部分である。図 1 中の PD が検出器であるが、PD を図の様に傾けておくと、入射してくる光(図中の  $\beta$  軸)の電場ベクトルが入射面(紙面内)に対し平行か垂直かで検出感度が違う。そのため、PD を  $\beta$  軸周りに回転させると検出器の機能を兼ねることができ、 $\beta$  軸周りに回転する部分を  $\beta$  軸回転部分として図中に点線で囲い示してある。

以上、説明した VUV エリプソメータの光軸( $\alpha$  軸)

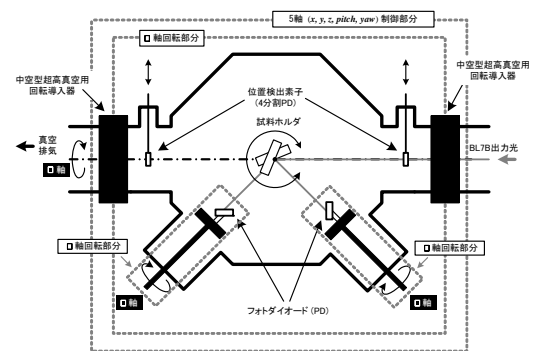


図 1 VUV エリプソメータの概念図

を BL7B の出力光の光軸と合わせるため、図 1 中の 4 分割 PD を使った位置制御で、図中に点線で 5 軸制御部分として囲われた部分をひとつの架台に載せ 5 軸制御する。但し、問題点として、VUV エリプソメータを設置する BL7B の下流の場所はそれほど広くない。x, y, z, pitch, yaw (roll は  $\alpha$  軸回転で実現出来るので対象外)の 5 軸を互いに独立に調整する架台で 5 軸調整機構を設計すると大規模となって設置困難となることである。

人員体制としては各年度とも B4, M1, M2 の 3 名の学生と協力して行ったが、VUV エ

リプソの設計者である齊藤輝文博士(期間中に東北工大に異動)の多大な協力及びアドバイスを頂いた。また、5軸調整機構の機械設計は分子科学研究所 UVSOR の堀米利夫技術部班長との共同作業として行った。

UVSOR の BL7B ビームラインは全国共同利用に供されている共用ラインのため、半年毎の申請と課題審査によってマシンタイムを獲得しなければならないが、施設側のご協力もあり 23 年度から 25 年度の全 6 期において各 3 週間分のマシンタイムの配分を頂いた。

#### 4. 研究成果

本申請採択以前及び初年度は、第一ステップとして、このエリプソ試作機をそのままの状態 BL7B と接続し、問題点を洗い出すことを行った。その時の状況を写真 1 に示す。写真で架台(青色)の上の部分がエリプソ本体で、光の上流側(写真の右側)に BL7B との接続部と高次光カットフィルタハウス、下流側に真空排気ステーションがある。問題点の内最大の点は、エリプソを真空槽ごと回転する際に起こる問題で、①は回転軸そのものと BL7B の出射光の光軸の両者を如何に合わせるかの手順の確立であり、②は重たい真空槽を回転することによるエリプソの各部分のガタつきや歪みが、試料への照射位置のずれや入射角度のずれとなって現れて、試料からの反射光を受ける検光子を兼ねた受光ダイオードへの入射位置・角度のずれとなってしまうことである(これがある許容範囲を超えると測定値の解析は不可能となる)。この 2 点に関しては次年度までに一応の解決を見た。



写真 1 BL7B に接続された VUV エリプソ試作機

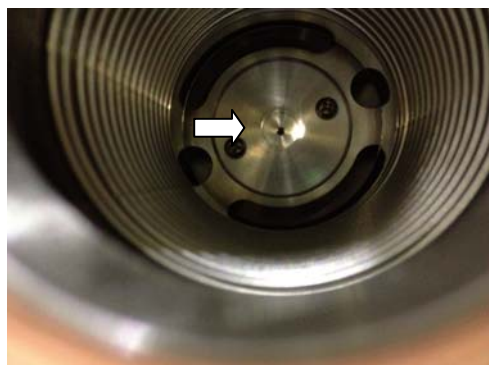


写真 2 ピンホールと放射光

写真 2 にピンホールと SR 光を示す。ピンホールは図 1 のエリプソ本体上下流にある回転導入器そばにある。写真は上流側のピンホールを上流側から見たもので、写真中白矢印の先にあるのがエリプソの回転軸を模しているピンホール(1 mmφ)で、その右側に白く光る部分が SR 光である(ピンホールの位置は SR 光の焦点位置ではないのと、ピンホールの斜面に当たっているため、実際のビーム径よりかなり大きく見えている)。前述した電子軌道のドリフトや波長掃引等により、写真 2 に示す様に SR 光とピンホールの位置関係にずれが生じる。これを補正するための 5 軸調整機構を初年度から 2 年間かけて設計した。

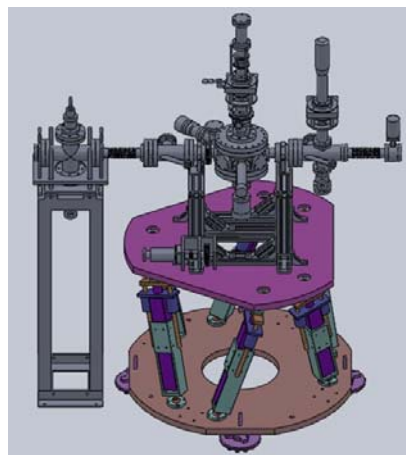


図 2 全体立体図

図 2 に 5 軸調整機構を中心とした新規設計部分を含む全体の 3D 設計図を示す。図右側が上流で、BL7B と接続するためのゲートバルブから始まり、上流ベロー、高次光フィルタハウス兼上流ピンホール覗き窓室、エリプソ本体、下流ピンホール覗き窓室、下流ベロー、そして真空排気ステーションを兼ねたアンカー部となっている。その内上下流のベローで挟まれた部分が 5 軸調整機構に乗っている構成となっている。全体が真空排気されるため、上流のベローのみの構成だと全体が上流側に無視できない力で引っ張られるため、下流のアンカー部と下流ベローでその力をキャンセルしている。

写真 3 に最終年度に設計・製作し組立てた 5 軸調整機構を示す。このシステムは平行リンク機構と呼ばれ、航空パイロットが訓練に使うフライトシミュレータにも使われている機構である。剛体を制御するのに必要な 6 軸の制御を、互いに独立な(x,y,z 軸などの)6 軸で行わず、図 2 や写真 3 にあるような 6 つのアクチュエータの直線運動で行う機構である。同様な機構としてはストラットマウントなどがある。これらの機構はともに機構がシンプルで体積を取らないことからコンパクトな 6 軸調整機構を作り上げることができる。しかし、互いに独立でない 6 軸を用いることから、その代償として人間の直感に基づいた制御ができず、一般にコンピュータ制御が必要となる。そのため、本 5 軸調整機構

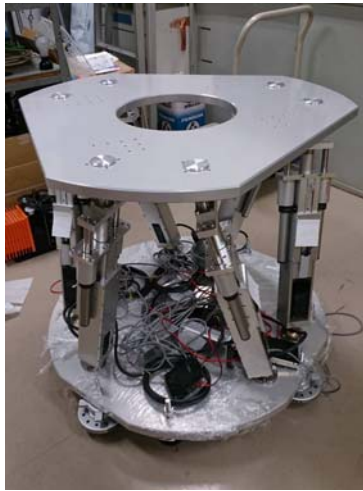


写真3 5軸調整機構(パラレルリンク機構)

では、 $\mu\text{m}$  単位でコンピュータ制御可能なパルスモータ駆動の市販アクチュエータを6組購入し、多チャンネルステッピングモータコントローラを介してコンピュータ制御を行っている。

パラレルリンク機構の制御はいわゆる運動学・逆運動学を使って行う。運動学とは「力学の一部門。物体の運動を、その原因つまり力との関係を考慮することなしに、おもに幾何学的に論ずる科学」(マイペディア)であり、この場合、3次元空間で位置を指定する6つの変数とパラレルリンクの6つのアクチュエータの各々の長さとの関係をヤコビ行列で関係づけ、空間座標を与えてアクチュエータの長さを算出する順運動学と、その反対の逆運動学で制御する。エリプソの光軸位置調整として具体的な制御手順は、①上流ピンホールをBL7Bの出力光の光軸にのせる。②上流ピンホールの空間位置を変えずに下流ピンホールを光軸にのせる。という2段階になるため、①に対して取るべき座標系は、ベースプレート(パラレルリンクの下側の板)の中心を原点とするxyz座標系となる。また②に対しては、上流ピンホールを原点とする極座標系となる。これらの座標系での指示をコンピュータ上で計算し、解が存在しない領域(特異領域)を回避しながらそれぞれのアクチュエータの長さとして多チャンネルステッピングモータコントローラにコマンドを送ることで制御を行う。制御ソフトはBL7Bの制御ソフトと将来統合することも考慮してLabViewを使い自作した。

以上、基礎的な物性(光学)定数である複素誘電率の絶対測定をVUV領域でも行える世界で二番目のVUVエリプソビームライン構築に向け、VUVエリプソ試作機を改良しSR光ビームライン(BL7B)と一体化し、全体としてVUV領域でのエリプソとして動作することを目的として装置開発を行った。運用において障害となる諸問題も含め改造・改良を行い、最も大きな課題であった5軸調整機構に

関してはパラレルリンク機構を用いて製作した。その結果、要求仕様であった耐荷重200kg以上、xyz可動域 $\pm 20\text{ mm}$ 、xyz最小ステップ長 $1\ \mu\text{m}$ 、位置再現性 $25\ \mu\text{m}$ 、pitch及びrow可動域 $\pm 3^\circ$ を満たした。また、エリプソ本体の架台の改良からroll( $\alpha$ 軸)の可動角度範囲も $135^\circ$ から $180^\circ$ に広げることが出来た。なお、期間中の2012年11月に行われたUVSOR施設の外国人研究者による外部評価においてもBL7Bの将来としてエリプソへの特化を記述して頂いている[3]。しかし、当初の年度計画では、BL7Bと一体となったVUVエリプソの総合評価を最終年度にc:¥終える予定であったが、2013年度後期の最後のマシンタイム(2013年12月)にパラレル機構の製作が間に合わなかったため、総合評価は2014年前期に頂いたマシンタイム(2014年6月)に持ち越す結果となっている。

#### 参考文献

- [1] T. Saito, M. Yuri, H. Onuki, Rev. Sci. Instrum., **66** (1995) 1570.
- [2] K. Fukui, H. Nakagawa, I. Shimoyama, K. Nakagawa, H. Okamura, T. Nanba, M. Hasumoto, T. Kinoshita, J. Synchrotron Rad., **5** (1998) 836.
- [3] UVSOR Activity Report, **40** (2012), 162.

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① T. Saito, K. Ozaki, K. Fukui, H. Iwai, K. Yamamoto, H. Miyake and K. Hiramatsu, Vacuum ultraviolet ellipsometer using inclined detector as analyzer to measure stokes parameters and optical constants – With results for AlN optical constants, Thin Solid Films, 査読有, **559**, 2014, in press.

[学会発表] (計 7 件)

- ① 久保賢洋、福井一俊、齋藤輝文、堀米利夫、紫外・真空紫外分光エリプソメトリの開発、UVSOR Symposium 2013、2013年12月7日、分子科学研究所
- ② 中村康寛、尾崎恭介、福井一俊、齋藤輝文、堀米利夫、紫外・真空紫外分光エリプソメトリの開発、第26回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、2013年1月12日、名古屋大学
- ③ 齋藤輝文、尾崎恭介、福井一俊、岩井浩紀、山本晃司、三宅秀人、平松和政、斜入射検出器を用いた真空紫外エリプソメータによるストークス・パラメータおよび光学定数測定、第8回偏光計測研究会、2012年6月29日、東京都千代田区
- ④ 久保友宏、岩井浩紀、中村康寛、山本晃司、福井一俊、AlGaN 混晶薄膜の複素屈折率、2011年度日本物理学会北陸支部定例学術講演会、2011年11月26日、福井

- 大学文京キャンパス
- ⑤ 中村康寛、尾崎恭介、山本晃司、福井一俊、齋藤輝文、紫外・真空紫外分光エリプソメトリーの開発、2011年度 UVSOR ユーザーズミーティング、2011年11月18日、分子科学研究所
  - ⑥ 齋藤輝文、尾崎恭介、福井一俊、斜入射検出器を用いた真空紫外エリプソメータ-不確かさ評価-、第72回応用物理学会学術講演会、2011年8月31日、山形大学小白川キャンパス
  - ⑦ 尾崎恭介、福井一俊、岩井浩紀、山本晃司、齋藤輝文、三宅秀人、平松和政、VUVエリプソメトリーを用いたAINの光学定数、第72回応用物理学会学術講演会、2011年8月30日、山形大学小白川キャンパス

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 0 件)

○取得状況(計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等 なし

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

福井 一俊 (FUKUI, Kazutoshi)

福井大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号： 80156752