

## 2. SR-X線回折を用いたFILEO GaN 単膜基板の結晶性評価

日本電気(株)基礎研究所 小林 憲司

k-kobayashi@ef.jp.nec.com

最近、レーザ剥離等によってサファイア基板を除去したGaN単膜基板が得られるようになった。この単膜基板ではサファイア層とGaN層のミスマッチによって導入されていた2軸の弾性歪みが大幅に緩和していると期待されている。ここでは、選択横方向成長(FILEO)を用いた低転位密度のHVPE FILEO-GaN単膜基板の結晶性を放射光X線回折によって調べた結果について報告する。

実験はBL16XUにおいてGaN単膜断面に微小単色X線(波長 $\lambda=0.05$  nm,  $20$  (V)  $\times 10$  (H)  $\mu\text{m}^2$ )を照射して厚さ方向に対する $(36\bar{9}0)$ 面内反射測定を行ない、ツイスト角 $\theta$ (軸のばらつき)と $a$ 軸長の変化から $a$ 軸方向の歪み分布を調べた。歪み測定の際にはSi(111)アナライザ結晶を試料後に挿入した。図1に試料厚さ方向に対する $(36\bar{9}0)$ 反射ロッキングカーブプロフィールを示す。プロフィールは幾つかのピークから形成されたブロードなものであった。アナライザ結晶を挿入して2 $\theta$ 軸スキャンを行った結果、各ピークに対する2 $\theta$ の角度はほぼ同じ値をとる事がわかった。これは得られたロッキングカーブプロフィールの各ピークは同じ面間隔に由来している事を示している。すなわち、本実験からGaN単膜中には20  $\mu\text{m}$ 以下のサブグレインが形成されている事がわかった。また、各ピークの位置は厚さ方向に対してほぼ同じ位置にある事から、このサブグレインは $c$ 軸方向に伸びた柱状構造をもっており、X線のビームサイズとピーク数からそのサイズは数 $\mu\text{m}$ 程度と推測される。

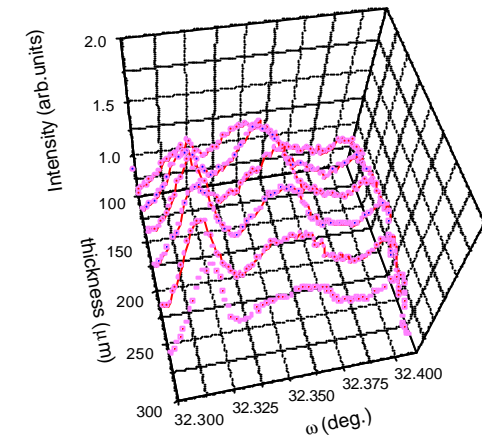


図1 FILEO-GaN 単膜基板断面の厚さ方向に対する $(36\bar{9}0)$ 反射ロッキングカーブ

## SR-X線回折を用いたFIELO GaN単膜基板の結晶性評価

日本電気(株) 基礎研究所 小林 憲司

- 1.はじめに - 本研究の目的
- 2.実験 - 試料,基板断面の微小部分に対するX線回折
- 3.結果と考察 - 基板厚さ方向の歪み分布評価
- 4.まとめ

# 1.はじめに

青色LDなどGaN系デバイスの高性能化  
低転位密度GaNバルク基板の必要性

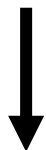


選択横方向成長 (FIELO\*)を用いたHVPE-GaN基板 (FIELO GaN基板)

貫通転位の横方向への伝播 低転位密度 ( $10^7\text{cm}^{-2}$ ), クラックフリー

【問題点】 GaNと基板に用いるサファイアとの熱膨張係数の差による  
膜中の残留歪み, 反り

\* FIELO (facet-initiated epitaxial lateral overgrowth)



レーザーリフトオフ, エッチング, 自然剥離などによる単膜化

【本研究の目的】

FIELO GaN単膜(自立)基板の結晶性評価

基板断面に微小X線を照射

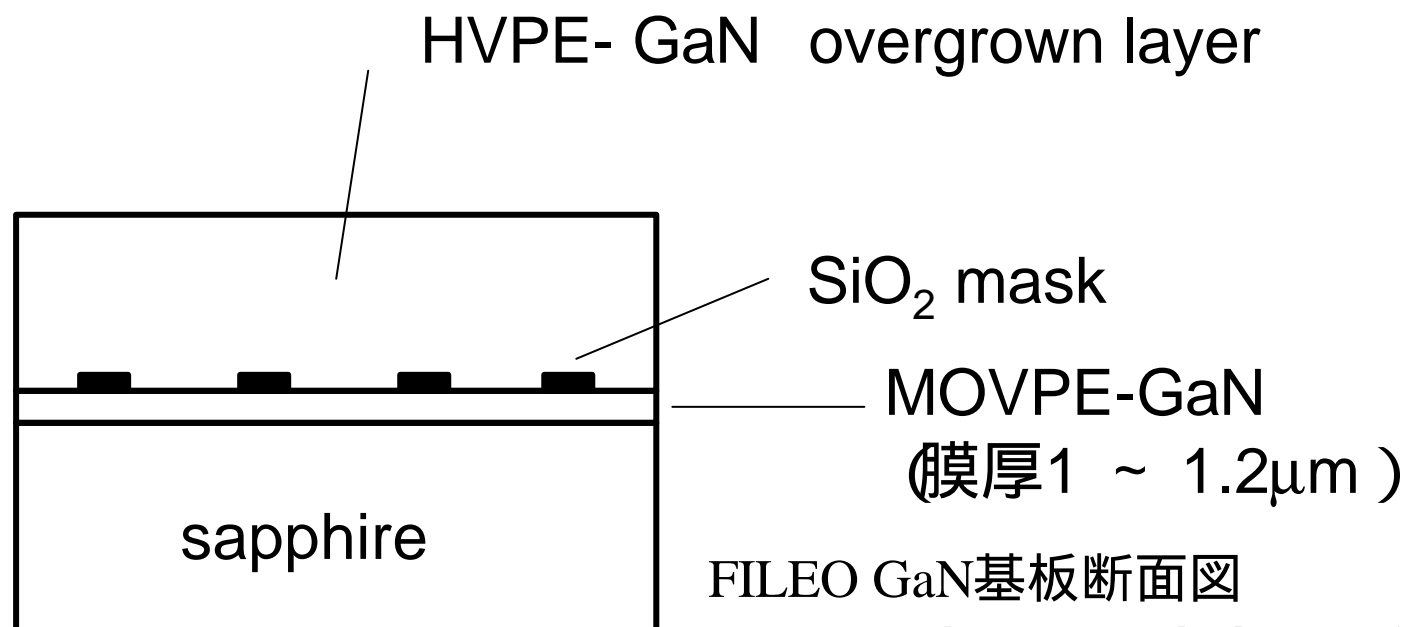
面内X線回折を用いた厚さ方向のツイスト角及び歪み分布評価

## 2.実験

### 【測定試料】

#### FILEO GaN単膜基板

- HVPE 横方向選択成長によってサファイア基板の上に成長
- 厚膜成長によってサファイア基板は自然剥離
- GaN層 膜厚 300  $\mu\text{m}$



FILEO GaN基板断面図

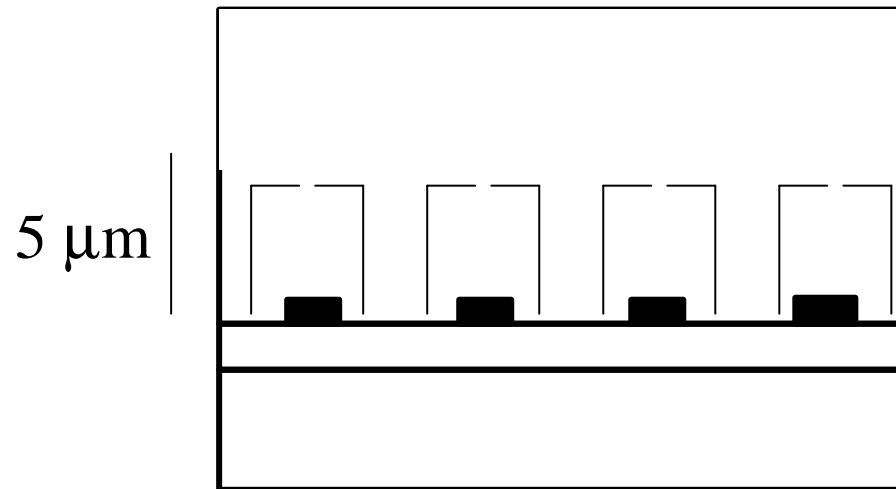
( A. Usui *et al.*: Jpn. J. Appl. Phys., **36**, (1997) L899. )

## FIELO GaN基板の結晶性

・FIELOによる転位密度低減\*

〔 マスクによる転位ブロック

転位の曲がり

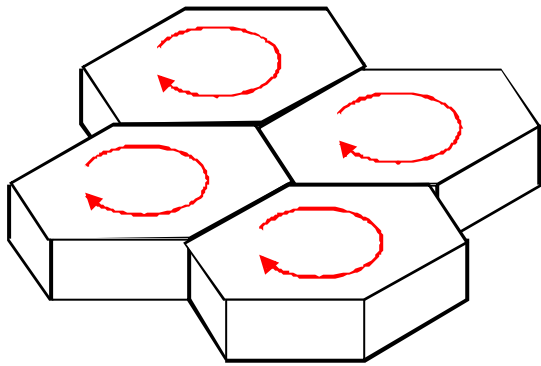


貫通転位横方向伝播\*  
低転位密度

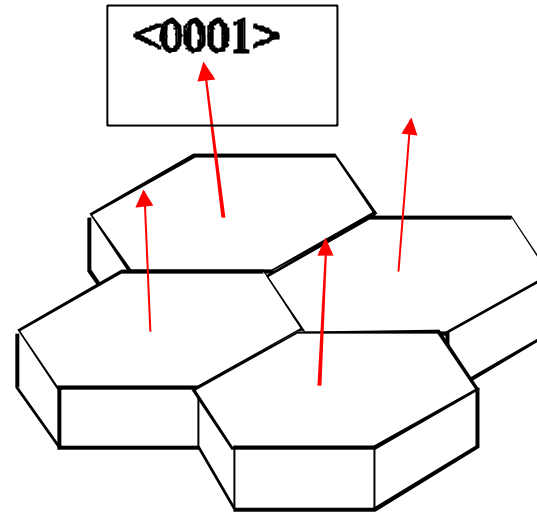
\*A. Sakai *et al.*: Appl. Phys. Lett. **71**, (1997) 2259, **73**(1998)481.

## 転位密度低減による結晶性改善\*

GaNエピ膜はモザイク構造をとる (c軸方向に伸びた柱状構造の集合体 )  
大きなツイステイング (a軸のばらつき), サブグレインの存在



ツイステイング  
(a軸方向のばらつき)



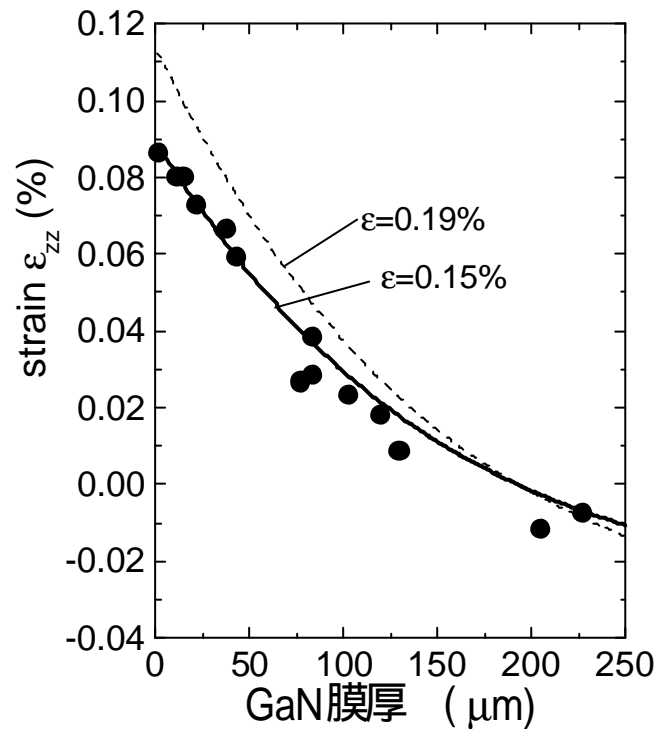
チルティング  
(c軸方向のばらつき)

FELO GaN基板ではツイスト角が大幅に改善

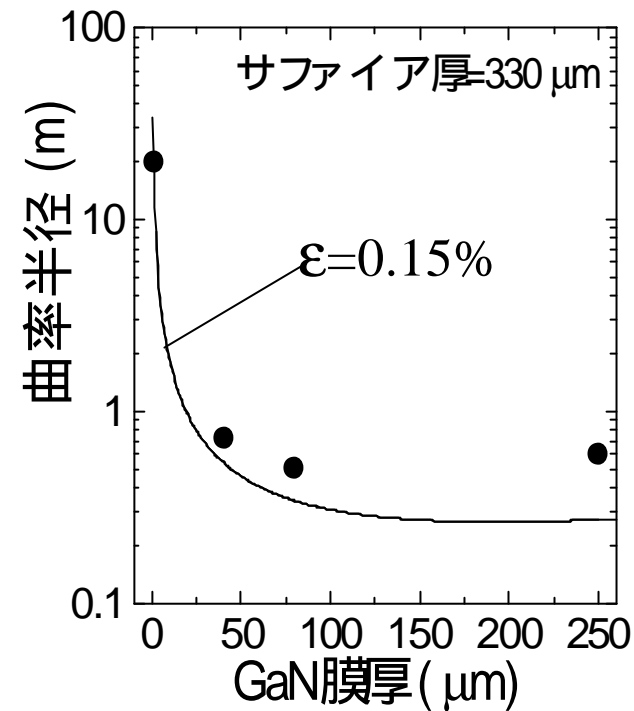
\*K. Kobayashi et al. : Jpn. J. Appl. Phys. **38**, L611 (1999).

# サファイア基板上FIELO-GaN基板の残留歪みの膜厚依存性\*

## 反りによる歪み緩和計算



## 曲率半径の測定結果



・GaNとサファイアとの熱膨張係数の差

・膜厚が増えると歪み減少 主に膜の反り(表面を凸)による歪み緩和

→ 単膜化によって無歪みGaN基板が得られるはず

\* 山口ら 1998年春季応用物理学会, 第一分冊, P350, 1998

## ラボXRD測定によるFIELO GaN単膜基板の曲率半径評価

(0006)ロッキングカーブ測定による曲率半径 $r$ を評価

試料を移動したときのブラッグ角の変化を測定

$$l \propto r = dq_B \propto dx$$

$q_B$  : ブラッグ角,  $x$  : 試料の移動距離

結果 :  $r$  0.9 ~ 1.7 m程度 , 成長面を表面にして凹状に反る  
(剥離前とは逆方向に反る)



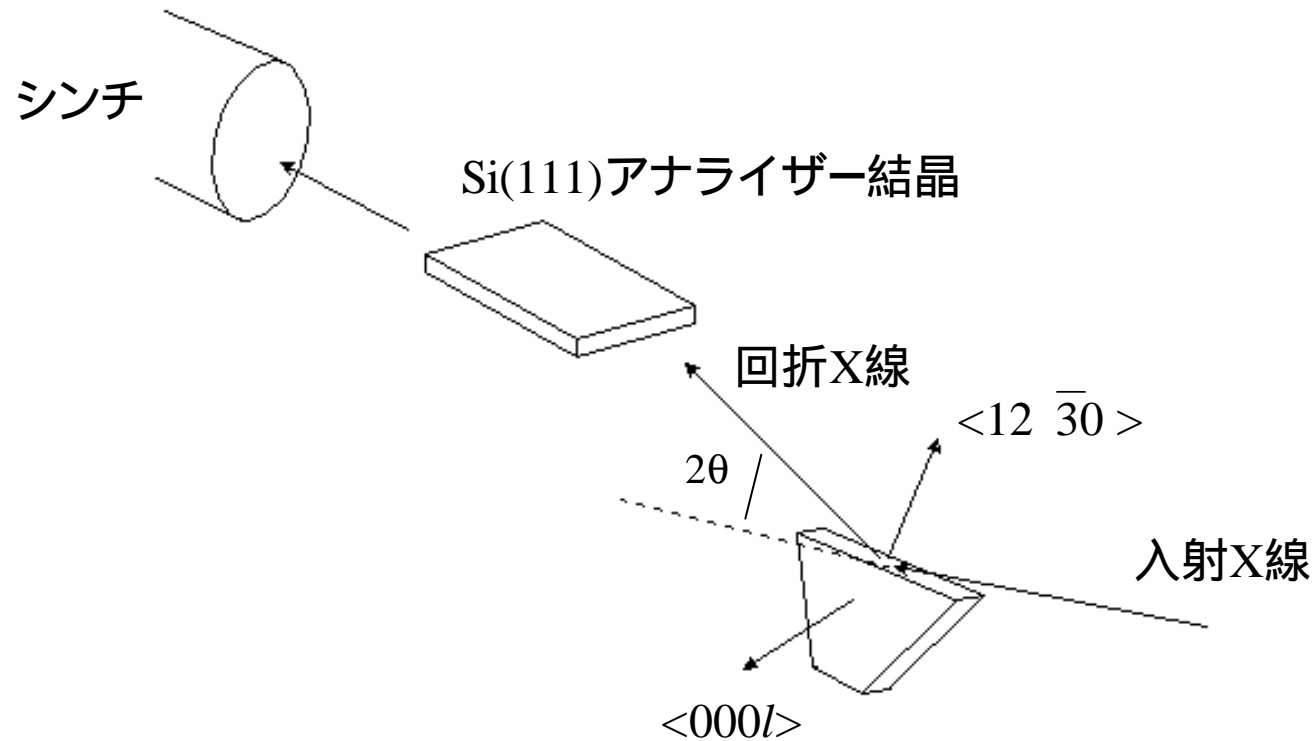
単膜中には引っ張り歪みが導入されている。



X線回折による膜中の歪み分布評価が必要!



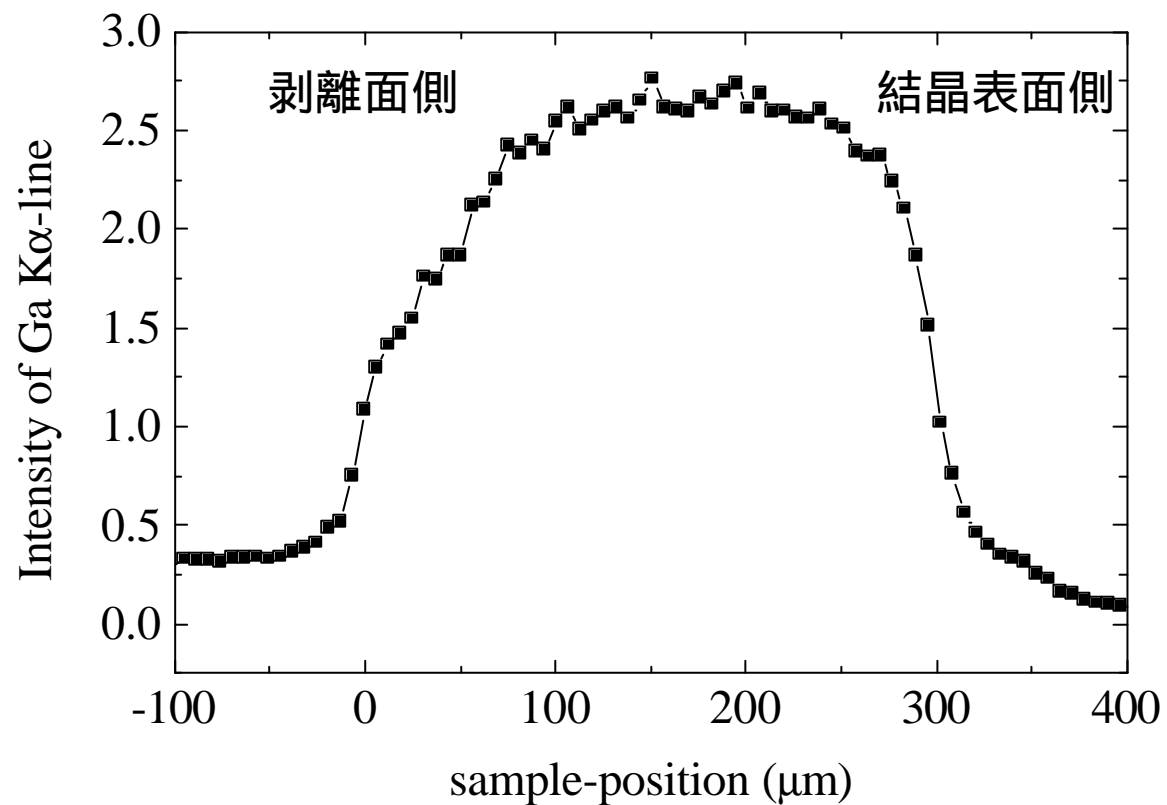
## SPring-8 BL16XUでのFIELO GaN単膜基板断面の面内X線回折測定



(36  $\bar{9} 0$ )反射のロッキングカーブ及び面間隔 $d$ 値精密測定

波長  $\lambda=0.05\text{nm}$  (25 keV), ビームサイズ :10(H)×20 (V)  $\mu\text{m}^2$

## 試料の横方向スキャンによるGa K 蛍光X線強度変化

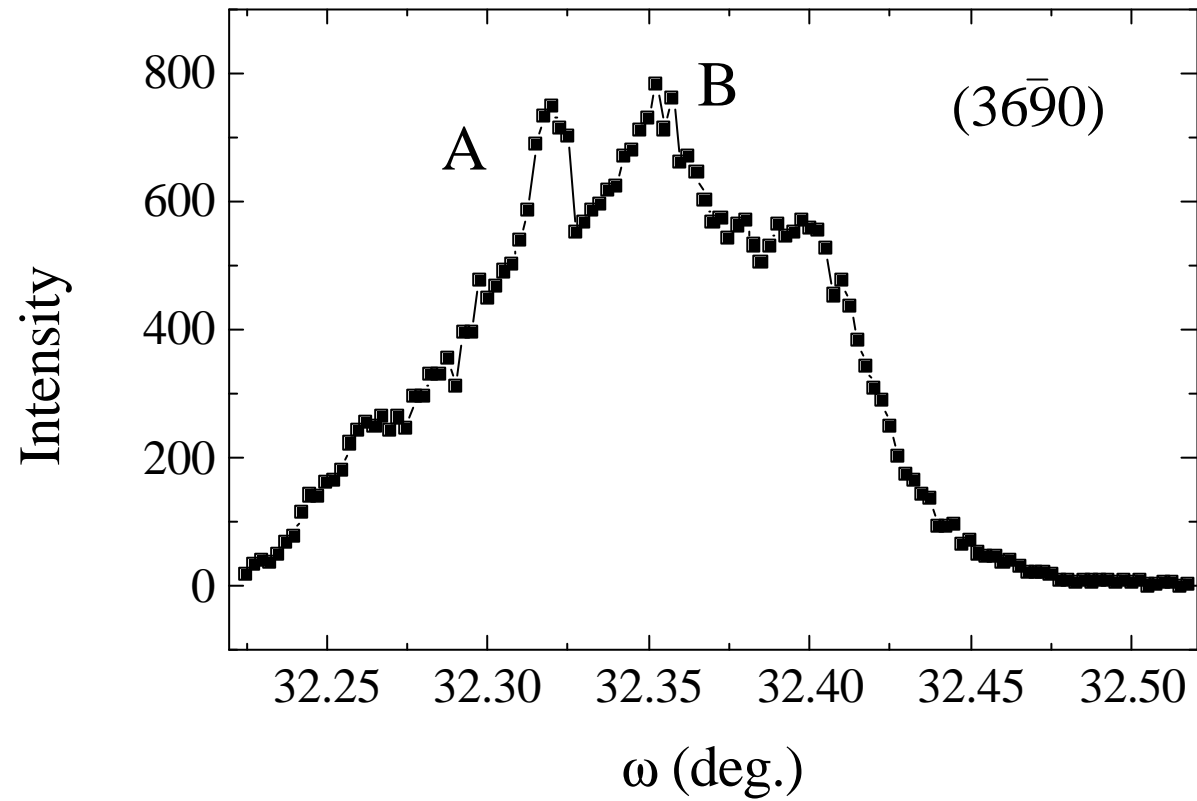


強度プロファイルの微分曲線

横方向のX線のビームサイズは約20  $\mu\text{m}$

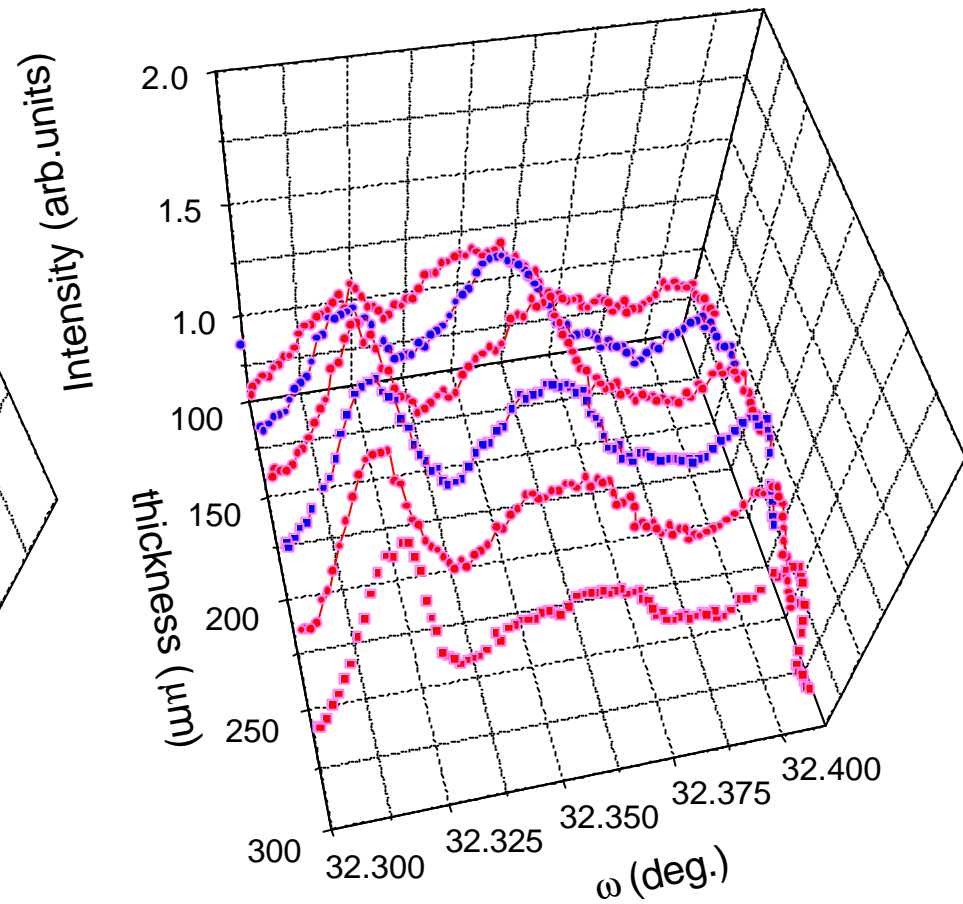
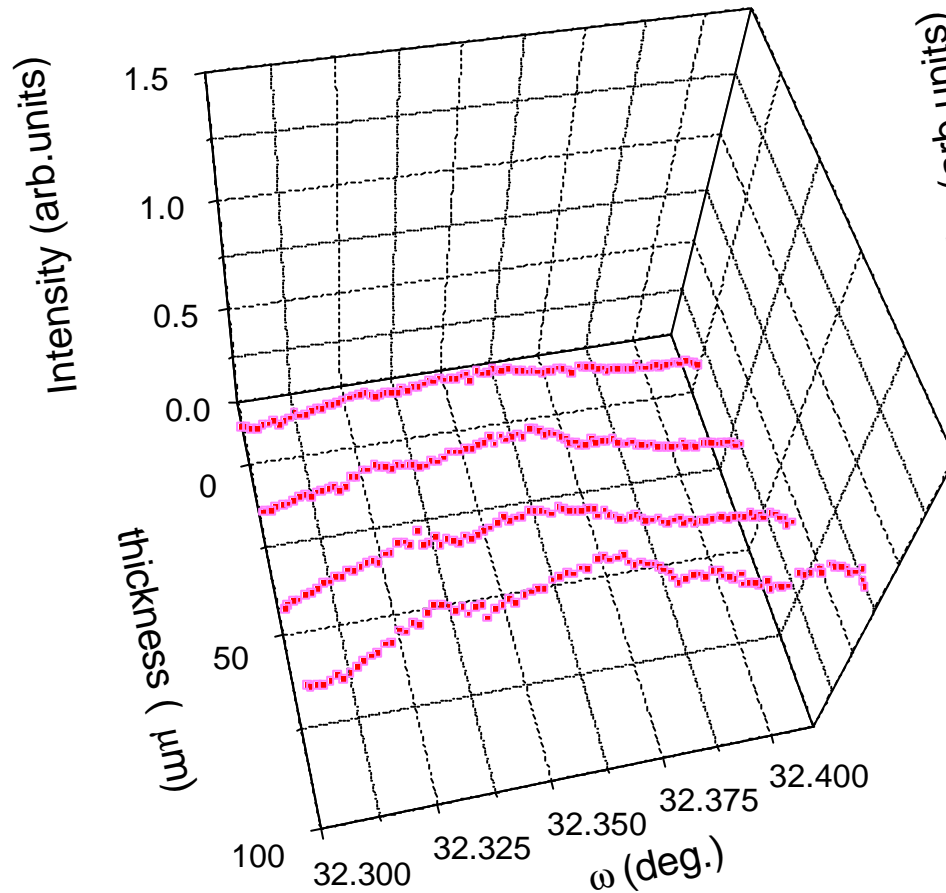
### 3. 実験結果と考察

・(36 $\bar{9}0$ ) ロッキングカーブプロファイル



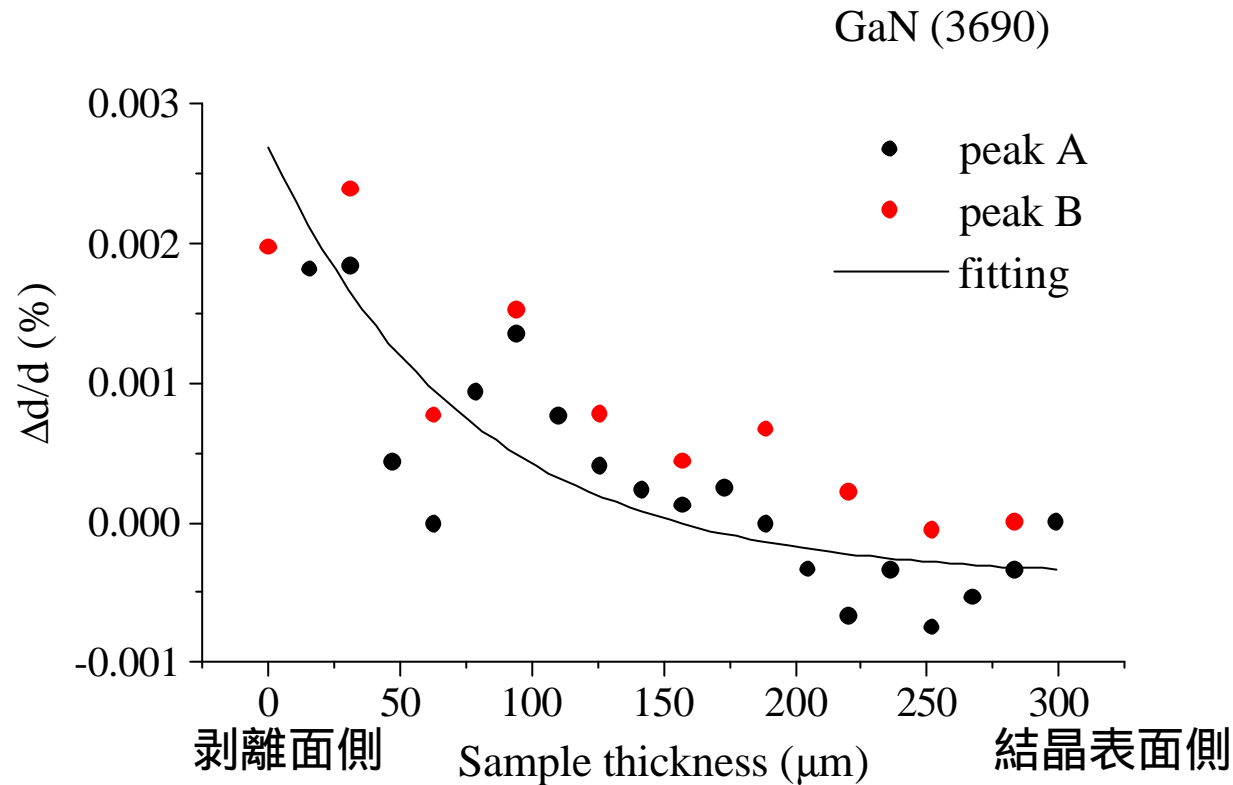
・プロファイルは多重ピーク - 同じ面間隔に由来

## 膜厚方向のプロファイル変化



- $c$ 軸方向に伸びた柱状構造を有するサブサブグレインの存在
- サブサブグレインのサイズは数 $\mu\text{m}$
- 膜厚100  $\mu\text{m}$ 以上でツイスティング ( $a$ 軸のばらつき) 改善

# 試料厚さ方向のピークA及びBでの面間隔の変化



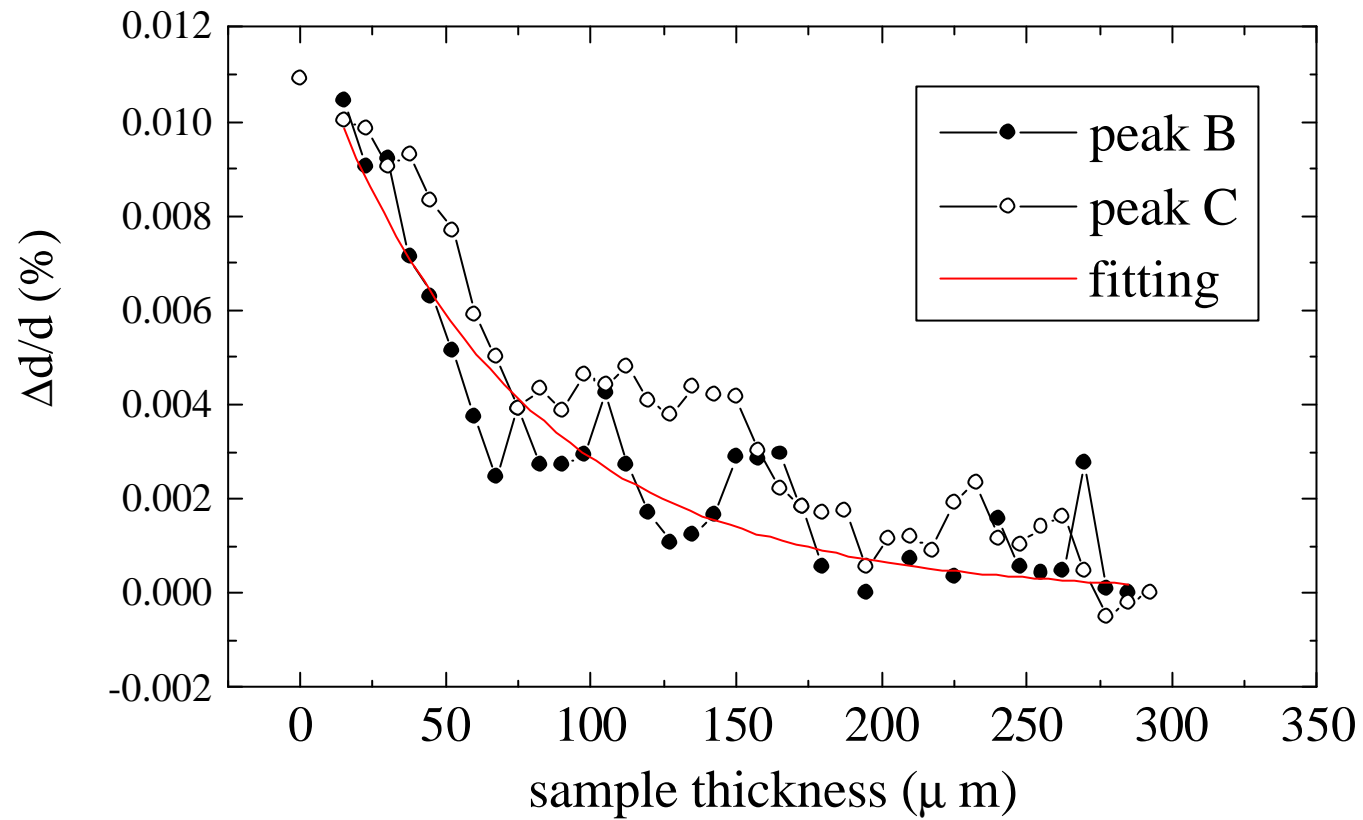
・膜厚100 $\mu\text{m}$ 以下に残留歪みが集中

・引っ張り歪み      単膜化したときの膜の逆反りの原因

・サファイア基板から剥がれることで残留歪は一桁低減

・基板側を100  $\mu\text{m}$ 程度除去することで無歪みGaN基板が得られる可能性

## BL24XUでのマイクロ線回折測定による歪み測定



・16XUでの結果を再現

・歪み感度が高いため、より定量的な結果

## 4.まとめ

SPring-8産業用ビームラインの高平行X線を用いた  
精密X線回折測定 によるFIELO GaN単膜の結晶性評価

### ロッキングカーブ測定

- ・c軸方向に沿った柱状構造をもつサブグレインの存在を確認
- ・サブグレインのサイズは数  $\mu\text{m}$ 程度
- ・膜厚100  $\mu\text{m}$ 以上で結晶性 (a軸のばらつき)が改善

### 格子面間隔の厚さ方向の変化

- ・膜厚100  $\mu\text{m}$ 以内に残留歪みが集中 ,界面付近で極大
- ・単膜の残留歪みは引っ張り歪み ,膜の逆反りに対応
- ・サファイア基板から剥がれる事でGaN単膜の歪みは  
一桁小さくなる .



基板側を100  $\mu\text{m}$ 程度除去することで無歪みGaN基板が得られる可能性

## 共同研究者

日本電気 (株) 基礎研究所

泉 弘一

木村 滋 (現 JASRI)

光・無線研究所

碓井 彰

砂川 晴夫