

## In 蛍光 X 線を用いた GaInN 量子井戸の結晶評価 II

### Characterization of GaInN multi-quantum wells using the fluorescent x-ray of indium II

宮嶋孝夫<sup>a</sup>、工藤善弘<sup>a</sup>、上村重明<sup>a</sup>、寺田靖子<sup>b</sup>

Takao Miyajima<sup>a</sup>, Yoshihiro Kudo<sup>a</sup>, Shigeaki Uemura<sup>a</sup>, and Yasuko Terada<sup>b</sup>

<sup>a</sup> ソニー（株）、<sup>b</sup> 高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup> Sony Corporation, <sup>b</sup> Japan Synchrotron Research Institute

GaN 系発光素子に用いられる GaInN 量子井戸平面内の In 組成揺らぎを、大型放射光施設 SPring-8 の BL37XU における X 線マイクロビームを使って評価した。今回は、測定試料のサファイア基板を薄膜化し、サファイアから発生する非弾性散乱 X 線を抑制した。これにより、以前の実験よりも高い S/N のデータを得ることが可能になった。40 $\mu\text{m}$ ×4 $\mu\text{m}$  における In 組成 2 次元分布を測定した結果、16 $\mu\text{m}$  周期で、10%程度の In 組成揺らぎが存在することが分かった。この周期は、横方向成長により作られる貫通転位密度の分布に対応することから、In 組成が貫通転位密度と強い相関を持つことが分かった。

The indium compositional fluctuations in Ga<sub>0.8</sub>In<sub>0.2</sub>N/GaN quantum wells, which are used for the active layer of GaN-based optical devices, were measured using an x-ray micro beam of BL37XU of SPring-8. For suppressing the generation of non-elastic scattering x-rays which were the main noise in previous experiments, the sapphire substrate of the sample was lapped into a thickness of 60  $\mu\text{m}$ . The indium composition fluctuated approximately 10% in a 16 $\mu\text{m}$  x 4 $\mu\text{m}$  area, which corresponds to the periodic distribution of the threading dislocations. This indicates that the indium composition can be made fluctuate by changing the distribution of the threading dislocations.

#### 背景と目的

近年、GaN 系半導体を用いることで、青色半導体レーザや青色及び緑色 LED が実用化され、高密度光記録や大画面表示素子のキーデバイスとして利用されている。これらの GaN 系光デバイスは、他の半導体光デバイスと比較すると、 $10^{10}$ - $10^6$   $\text{cm}^{-2}$  の貫通転位が存

在するにもかかわらず、高い量子効率が得られるという特徴を有している。この現象には、デバイス発光層に用いられている GaInN 量子井戸における空間的 In 組成揺らぎが強く関わっていると考えられが、従来の実験技術では、量子井戸における空間的な In 組成揺らぎを直接観測することは、極めて困難で

あった。そこで、大型放射光施設である SPring-8 の高輝度 X 線マイクロビームを用いて、マイクロメータ領域の In 原子からの蛍光 X 線を測定することで、GaInN 量子井戸面内における In 組成揺らぎを求める実験を試みている[1]。この実験には、In 原子の K 殻を励起できるような 27keV 以上の高エネルギーを有する高輝度の X 線源が必要であり、SPring-8 を用いて初めて行える実験である。

前回の実験[1]では、試料のサファイア基板から発生する非弾性散乱 X 線がノイズ源となり、信頼性の低いデータしか得ることができず、定量的な議論をすることは難しかった。そこで、今回は、測定試料のサファイア基板を薄膜化し、ノイズ源となる非弾性散乱 X 線の抑制を行った。

本研究の目的は、ナノメータ領域の空間的 In 組成揺らぎを詳しく解析し、貫通転位との関係を求めることで、GaN 系発光デバイスの更なる高効率化を促進しようというものである。GaN 系発光デバイスは、可視域波長領域を広くカバーするとともに、白熱電球や蛍光灯を凌駕する有力な固体照明デバイスとして、その有用性が認められ、国際的な開発競争が進められており、ナノテクノロジー分野における研究として大変重要である。

## 実験方法

実験は、BL37XU の X 線マイクロビームを使った蛍光 X 線測定システムを用いて行った。測定試料は、有機金属気相成長 (MOCVD) 法で c 面サファイア基板上に成長した  $\text{Ga}_{0.8}\text{In}_{0.2}\text{N}/\text{GaN}$  量子井戸であった。井戸数は 4。結晶成長後に、試料のサファイア

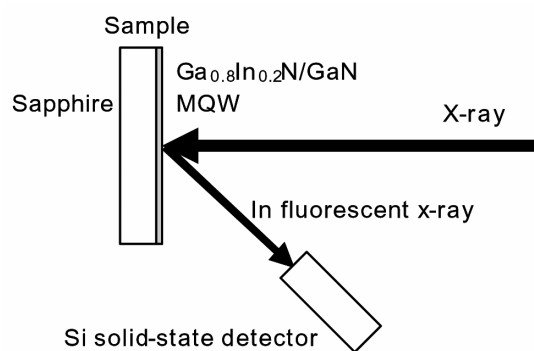


Fig.1 Schematic diagram of sample assembly

基板を  $60\mu\text{m}$  程度まで薄膜化した。

Fig.1 に実験のレイアウトを示した。SPring-8 の蓄積リングより得られた白色 X 線を、Si(111)単結晶で  $E=37\text{keV}$  のエネルギーに単色化し、Kirkpatrick-Baez 型ミラーにより、 $1.3\mu\text{m} \times 2.5\mu\text{m}$ (鉛直  $\times$  水平)にマイクロビーム化した。この X 線マイクロビームを、試料に垂直入射させ、In 原子の K 殻を励起して生成される蛍光 X 線を Si 半導体検出器で測定した。さらに、測定試料をステップモータにより動かすことにより、蛍光 X 線の 2 次元分布を測定した。ステップサイズは、 $1\mu\text{m}$  とした(最小ステップサイズ: $0.25\mu\text{m}$ )。この 2 次元分布を、 $\text{Ga}_{0.8}\text{In}_{0.2}\text{N}/\text{GaN}$  量子井戸における In 組成ゆらぎに対応するものと考えた。なぜなら、得られる蛍光 X 線が含有される In 量に比例すると考えられるからである。測定は、すべて室温で行われた。

## 実験結果と考察

Fig.2 に、 $40\mu\text{m} \times 4\mu\text{m}$  の領域における規格化された In 蛍光 X 線量の分布を示した。ここで、規格化された In 蛍光 X 線量とは、Si 半導体検出器より測定された In の蛍光 X 線より、主に非弾性散乱 X 線により発生したバックグラウンド信号量を差し引き、入射 X 線

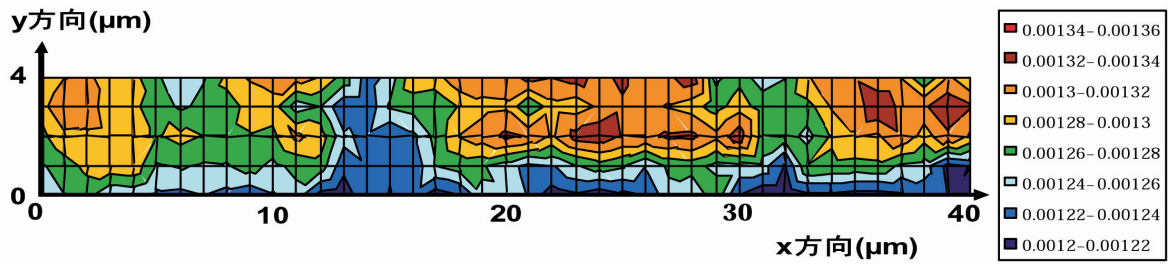


Fig.2 The normalized intensity distribution of the indium fluorescent x-ray in a 40μm x 4 μm area

量により規格化したものである。観測された In 蛍光 X 線量は、 $\text{Ga}_{0.8}\text{In}_{0.2}\text{N}/\text{GaN}$  量子井戸中の In 組成を反映することから、Fig.2 は、 $\text{Ga}_{0.8}\text{In}_{0.2}\text{N}/\text{GaN}$  量子井戸中の In 組成揺らぎを表していると考えられる。Fig.2 より、x 方向に 16μm 周期に、10%程度の In 組成揺らぎが存在していることが分かる。このような In 組成の揺らぎは、サファイア基板の薄膜化による測定時の S/N の向上により明瞭に観察されるようになった。ここで見られる周期は、貫通転位密度の低減を目的に導入している横方向成長 (Epitaxial Lateral Overgrowth: ELO) [2]の周期に対応していることから、In 組成揺らぎが、貫通転位密度に依存していることが明らかになった。

## 結論

測定試料のサファイア基板を薄膜化することで、ノイズ源となる非弾性散乱 X 線の発生を抑制し、測定データの信頼性を高めることに成功した。その結果、量子井戸中には、10%程度の In 組成揺らぎが存在し、その揺らぎが横方向成長の導入によって作られる貫通転位の密度分布 (周期) 対応することが分かった。この実験結果は、In 組成揺らぎが貫通転位密度に依存していることを示している。

## 今後の課題

今後も、測定試料及び測定手法に工夫を加えることで、In 組成揺らぎの測定精度及び空間分解能の更なる向上を行ってゆきたい。これにより、本実験の目的である、In 組成揺らぎと貫通転位の関係をさらに詳細に議論できるようになるはずである。また、今回の実験結果に、光学的特性評価の実験結果を加えることで、 $\text{GaInN}$  量子井戸の発光特性に対する貫通転位及び In 組成ゆらぎの影響を考察してゆく。このことは、 $\text{GaN}$  系発光デバイスの発光効率の向上に大きく寄与できるものと考ええる。

## 参考文献

- [1] T. Miyajima, Y. Kudo, W. Karino, Y. Terada, A. Ohmae and N. Fuutagawa: SPring-8 User Experiment Report No.15 (2005A), to be published.
- [2] M. Takeya, K. Yanashima, T. Asano, T. Hino, S. Ikeda, K. Shibuya, S. Kijima, T. Tojyo, S. Ansai, S. Uchida, Y. Yabuki, T. Aoki, T. Asatsuma, M. Ozawa, T. Kobayashi, E. Morita and M. Ikeda: J. Cryst. Growth. **221** (2000) 646.

## 論文発表状況・特許状況

- 1) T. Miyajima, Y. Kudo, K. -Y. Liu, T. Uruga, T. Asatsuma, T. Hono and T. Kobayashi: phys.

## キーワード

- ・蛍光 X 線

物質を X 線で照射したときに原子の内殻軌道の電子を励起放出し、この空順位に高い順位の電子が移るときに放出される特性 X 線のこと。