

In 蛍光 X 線を用いた GaInN 量子井戸の結晶評価 VI Characterization of GaInN multi-quantum wells using the fluorescent x-ray of indium VI

宮嶋孝夫^a、工藤喜弘^a、上村重明^a、寺田靖子^b
Takao Miyajima^a, Yoshihiro Kudo^a, Shigeaki Uemura^a, and Yasuko Terada^b

^aソニー（株）マテリアル研究所、^b高輝度光科学研究センター

^a Material Laboratories, Sony Corporation, ^b Japan Synchrotron Radiation Research Institute

X 線マイクロビームを照射することで得られる In 蛍光 X 線の 2 次元マッピングを行うことで、アニール処理した GaInN 量子井戸平面内の In 組成分布を求めた。さらに、蛍光顕微鏡観察で得られる発光強度分布と一対一対応させたところ、発光強度が低下している場所ほど、In 組成が低いことが分かった。アニール処理により発生した低発光領域は、面欠陥等の欠陥導入により発光効率が低下していると考えられる。

The indium compositional distributions in Ga_{0.8}In_{0.2}N/GaN quantum wells after thermal annealing were measured by mapping the indium fluorescent x-ray which was generated by an x-ray micro beam. From the measurements, we found that the indium composition in the low radiative region is lower than that in the high radiative region. We believe that the cause is the generation of defects such as plane defects.

背景と目的： 近年、GaN 系半導体を用いることで、青色半導体レーザーや青色及び緑色 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 cm⁻² の貫通転位が存在するにもかかわらず、高い量子効率を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、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[1-4]。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。

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： X 線マイクロビームを使った蛍光 X 線の 2 次元マッピング測定は、SPring-8 のビームラインである BL37XU において行った。測定試料としては、有機金属気相成長 (MOCVD) 法で成長した c 面サファイア基板上の Ga_{0.8}In_{0.2}N/GaN 量子井戸を用いた。井戸数は 4。結晶成長後、窒素雰囲気中で 1000°C のアニール処理を施した後、サファイア基板を 60μm 程度まで薄膜化した。(サファイア基板の薄膜化は、測定時のノイズ源となる非弾性散乱 X 線の発生を抑制するものであり、その効果は、以前の実験で確認されている[2]。) 今回は、さらに、測定場所を特定するために、フォトレジスト工程を用いて、試料表面に幅 2μm のストライプ状 Pd 金属パターンを形成し、測定時のマーカーとした。

図 1 に実験のレイアウトを示した。SPring-8 の挿入光源より得られた準単色 X 線を、Si(111)単結晶で E=37keV のエネルギーに単色化し、Kirkpatrick-Baez 型ミラーにより、

1.3 μm ×3.8 μm (鉛直×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、試料に入射角 10 度で照射し、Pd または 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、測定試料をステッピング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。測定は、すべて室温で行われた。

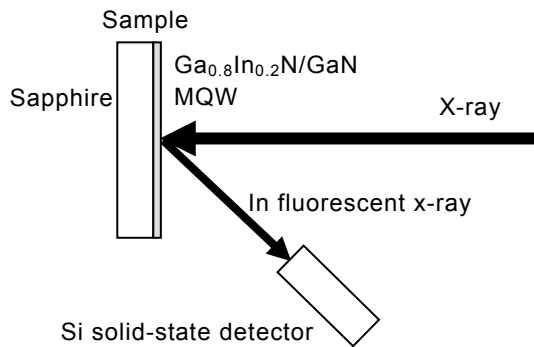


Fig.1 Schematic diagram of sample assembly.

実験結果と考察： 図 2 に、50 μm ×60 μm の領域を 5 μm ステップで測定することによって得られた規格化された In 蛍光 X 線量の 2 次元分布を示した。

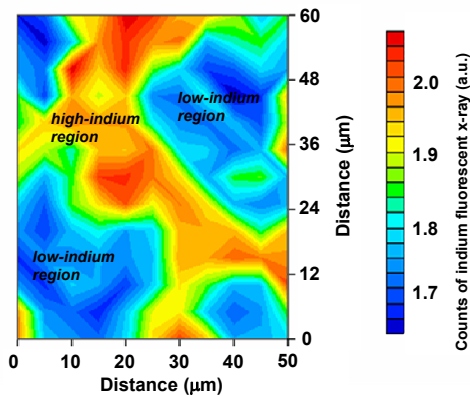


Fig.2 The normalized intensity distribution of the indium fluorescent x-ray in a 50 μm x 60 μm area.

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 線量により規格化したものである。図2 は、アニール処理をすることにより、Ga_{0.8}In_{0.2}N/GaN 量子井戸中に、In 組成が変動した島状領域が現れることを明瞭に示している。典型的な島状領域の大きさは、直径 20 μm 程度であり、その内部の In 組成が、外部の In

組成に対して、15%程度異なっていた。さらに、図 2 で示したものと同一領域を、蛍光顕微鏡で測定したところ、図 3 のような発光強度分布が得られ、発光強度が低下している場所ほど、In 組成が低いことが分かった。この低発光領域の発生は、面欠陥等の非発光中心がアニール処理により導入された結果であると考えられる。

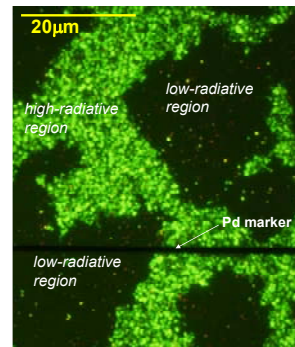


Fig.3 Hg-lamp-excited fluorescent microscopy plan-view image of annealed Ga_{0.8}In_{0.2}N/GaN MQWs.

結論： X 線マイクロビームを照射することで得られる In 蛍光 X 線の 2 次元マッピングを行うことで、1000 $^{\circ}\text{C}$ のアニール処理をした Ga_{0.8}In_{0.2}N/GaN 量子井戸面内の In 組成分布を求めた。同一場所を蛍光顕微鏡で観察すると、アニール処理により発光強度が低下している場所の In 組成が低下していることが分かった。この低発光領域は、面欠陥等の非発光中心がアニール処理により導入された結果であると考えられる。

今後の課題： 本課題により、SPring-8 の X 線マイクロビームが、GaInN 発光層中のマイクロメータオーダの In 組成ゆらぎを直接的に観察する手法として有効であることが分かった。今後、本測定による空間分解能の更なる向上を期待したい。

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), 165.
- [2] T. Miyajima, Y. Kudo, S. Uemura, Y. Terada: SPring-8 User Experiment Report, 2005B0341.
- [3] T. Miyajima, Y. Kudo, S. Uemura, Y. Terada: SPring-8 User Experiment Report, 2006A1643.
- [4] T. Miyajima, S. Uemura, Y. Kudo, Y. Terada, and N. Fuutagawa: phys. stat. sol., to be published.