



JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

小発散角入射X線平行ビームによるGaN基板表面 0001対称禁制反射6回対称Phiスキャンパターン

大鉢忠¹, 佐藤祐喜², 竹本菊郎¹, 羽木良明³, 吉門進三², 和田元²
界面反応成長研究所¹, 同志社大学理工学部²

住電半導体材料(株)³

T. Ohachi¹, Y. Sato², K. Takemoto¹, Y. Hagi¹, S. Yoshikado², M. Wada²

Interface Reaction Epitaxy Laboratory

Department of Electrical Engineering, Doshisha University²,

and Sumiden Semiconductor Materials Co., Ltd.³

tohachi@irel.jp

GaN系

高出力レーザー
高出力高周波デバイス



良質基板結晶

結晶評価法



エピタキシャル成長

XRDによるGaN結晶評価

粉末結晶

エピタキシャル成長薄膜

バルク単結晶

X線回折法

平行ビーム法

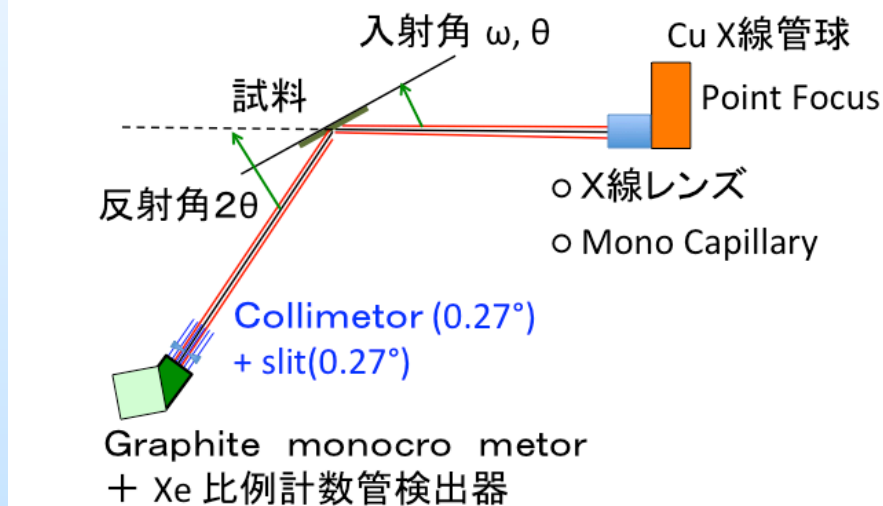
集中法 (Bragg-Brentano)

Renninger Scan法

多重回折 (遠回り反射)

対称禁制反射 (Phi Scan)

平行ビーム法



[1] M. Renninger, Z. Phys. 106, 141 (1937).

[2] M. Menninger, Act. Cryst. 8 597 (1955).

[3] 稲葉克彦, リガクジャーナル, 44(2) 7-15 (2013)

[4] J.B Blasing and A. Krost, phys. stat. sol.,
(a)201(4), R17-R20 (2004)

[3] 三宅静雄, 『X線の回折』(朝倉書店)316-320 (1969)

[4] 松本崧生, 鉱物学雑誌 16(1)99~108(1983)

GaN多重回折測定先行研究

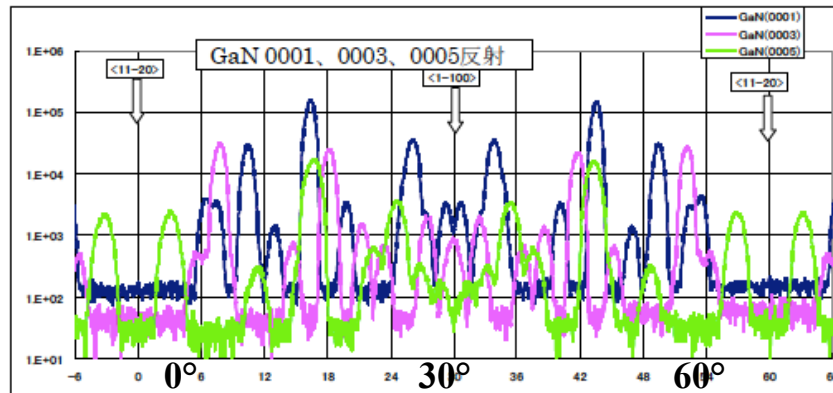
JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

[3] 稲葉克彦, リガクジャーナル, 44(2) 7-15 (2013)

[3b] 稲葉克彦, 「X線回折による機能性酸化物薄膜の評価」、2015年第76応用物理秋季学術講演会@名古屋



[4] J.B Bläsing and A. Krost “X-ray multiple diffraction (Umweganregung) in wurzite-type GaN and ZnO epitaxial layers “, phys. stat. sol., (a)201(4), R17-R20 (2004).

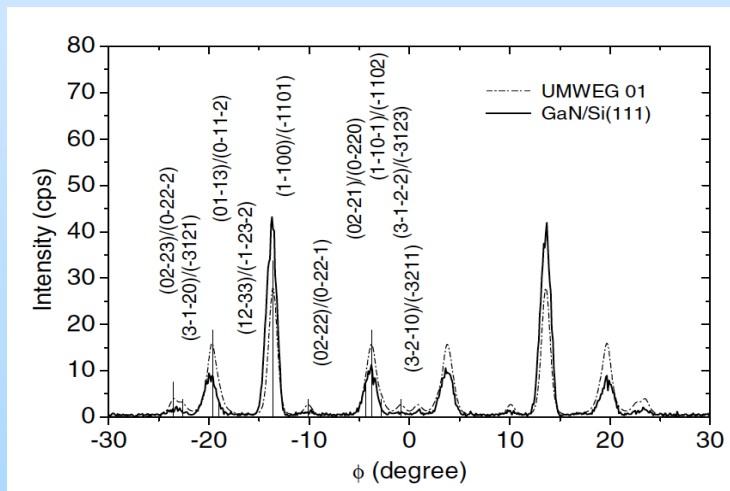


Fig. 1 Renninger scan of GaN(0001)/Si(111) with constant Bragg angle for the forbidden (0001) Bragg reflection $2\theta = 17.075^\circ$.



GaN粉末の2θ-ω Bragg回折ピーク

記号	回折指数	2θ (Cu K _{α1})	強度 (%)
a	01-10	32.388	56.0
b	0002	34.563	45.0
c	01-11	36.853	100.0
d	01-12	48.077	19.0
e	11-20	57.776	31.0
f	01-13	63.449	27.0
g	11-22	69.103	22.0
h	02-21	70.51	12.0

m family

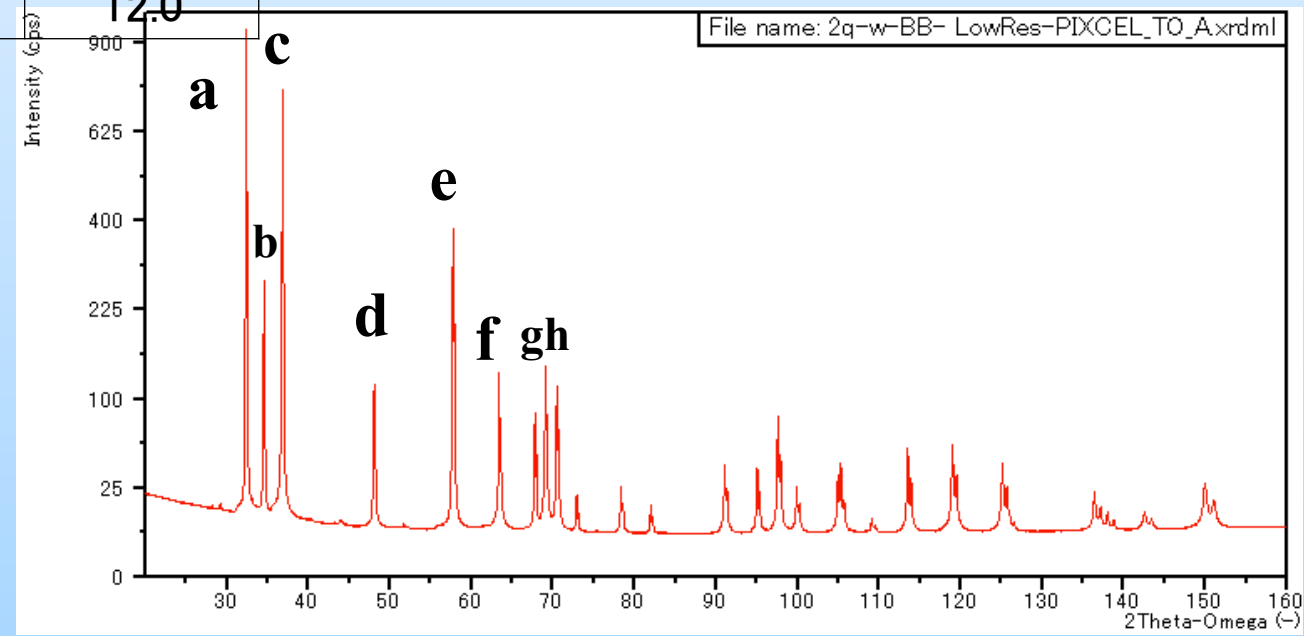
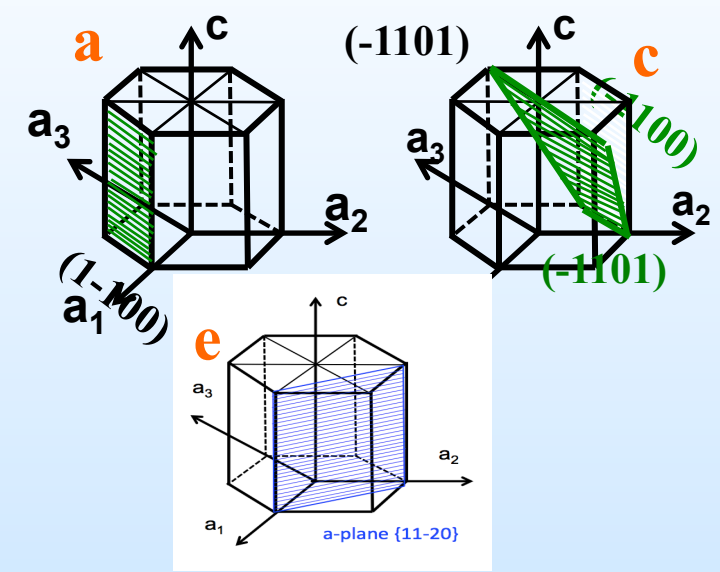
m family

m family

a family

m family

a family



X線多重回折現象[XRMD](遠回り反射)

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



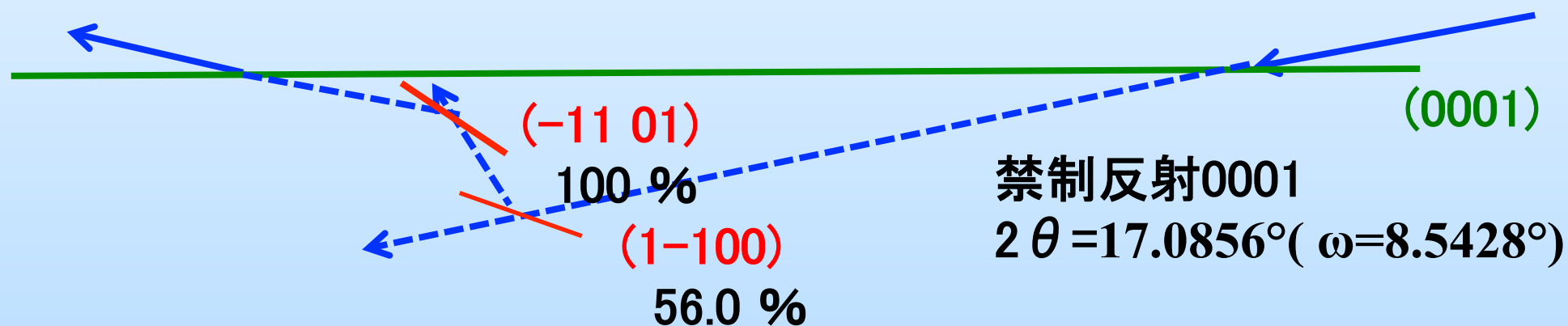
Doshisha University

多重回折の強度100%の一番強いピーク8_peak (1-100)/(-1101)

Bragg反射の100%強度は cの $2\theta = 36.853^\circ$ ($\omega = 18.427^\circ$)ピーク 01-11 反射

Bragg反射の56.0%強度は cの $2\theta = 32.388^\circ$ ($\omega = 16.194^\circ$)ピーク 01-10 反射

X-ray multiple diffraction (XRMD) (Umweganregung)



- [1] M. Renninger, Z. Phys. 106, 141 (1937).
- [2] M. Menninger, Act. Cryst. 8 597 (1955).
- [3] 稲葉克彦, リガクジャーナル, 44(2) 7-15 (2013)

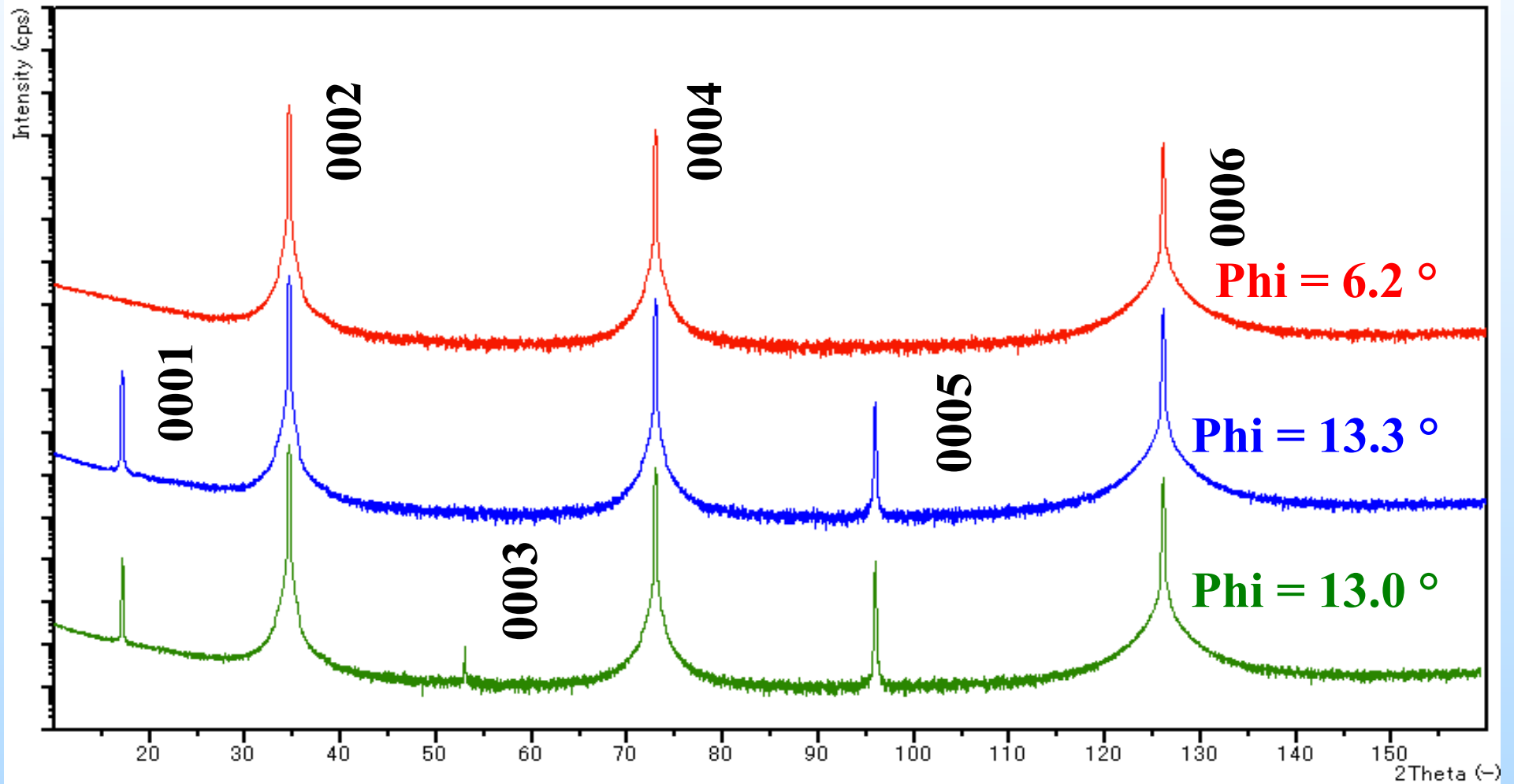
- [4] J.B Bläsing and A. Krost, phys. stat. sol., (a)201(4), R17-R20 (2004)
- [3] 三宅静雄, 『X線の回折』(朝倉書店)316-320 (1969)
- [4] 松本崧生, 鉱物学雑誌 16(1)99~108(1983)

C面GaN単結晶の 2θ - ω Bragg回折ピークと禁制反射

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



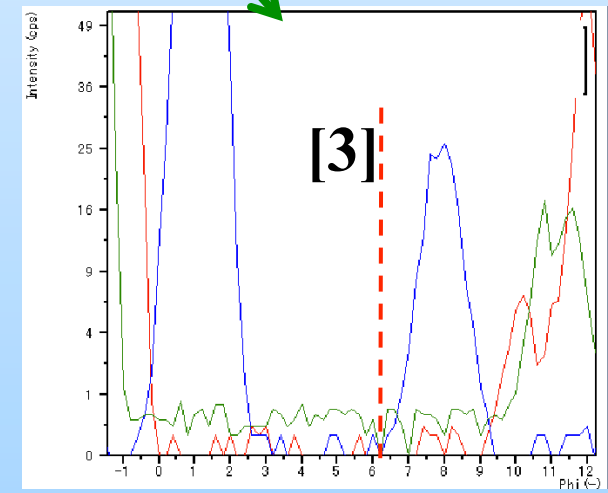
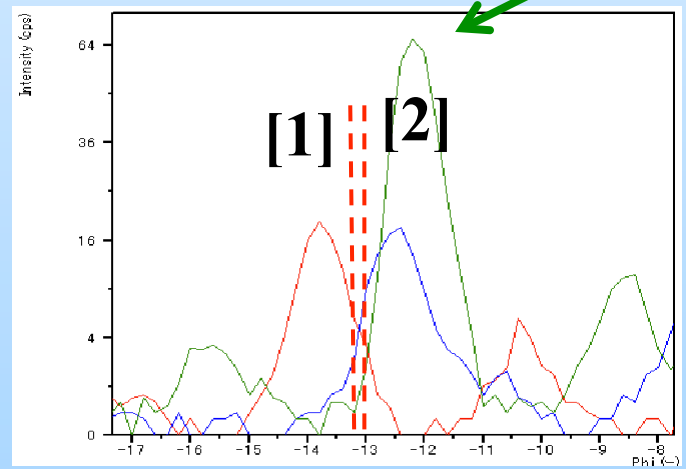
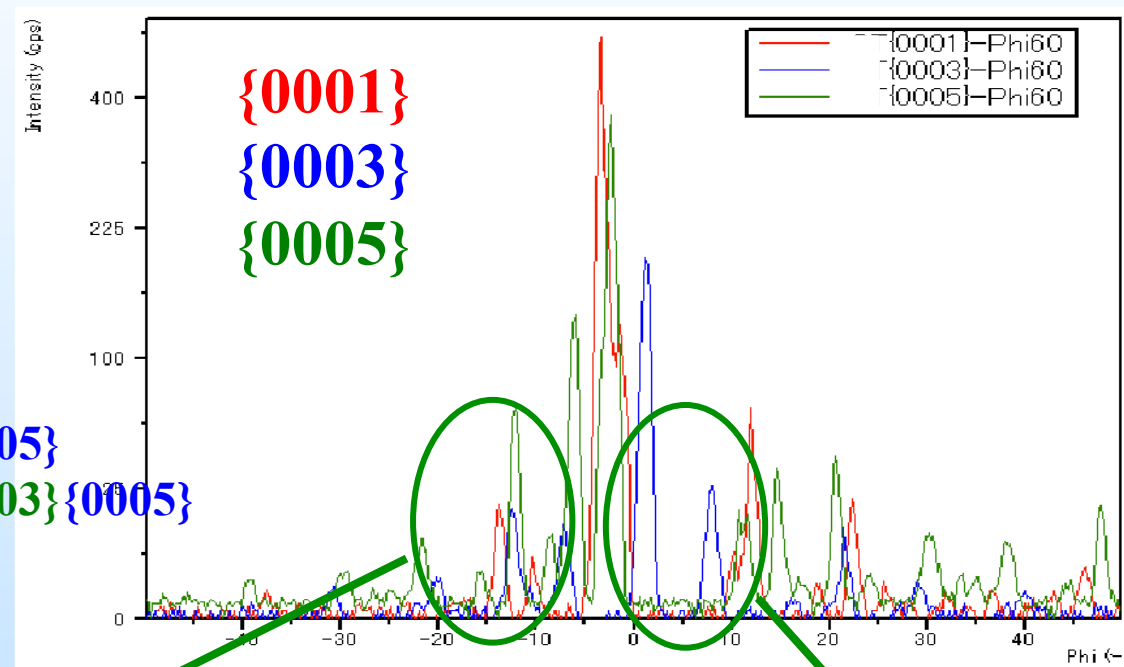
Doshisha University





禁制反射 Phiスキャン (Line focus)

- [1] Phi : -13.3° {0001}{0005}
- [2] Phi : -13.0° {0001}{0003}{0005}
- [3] Phi : 6.2° non

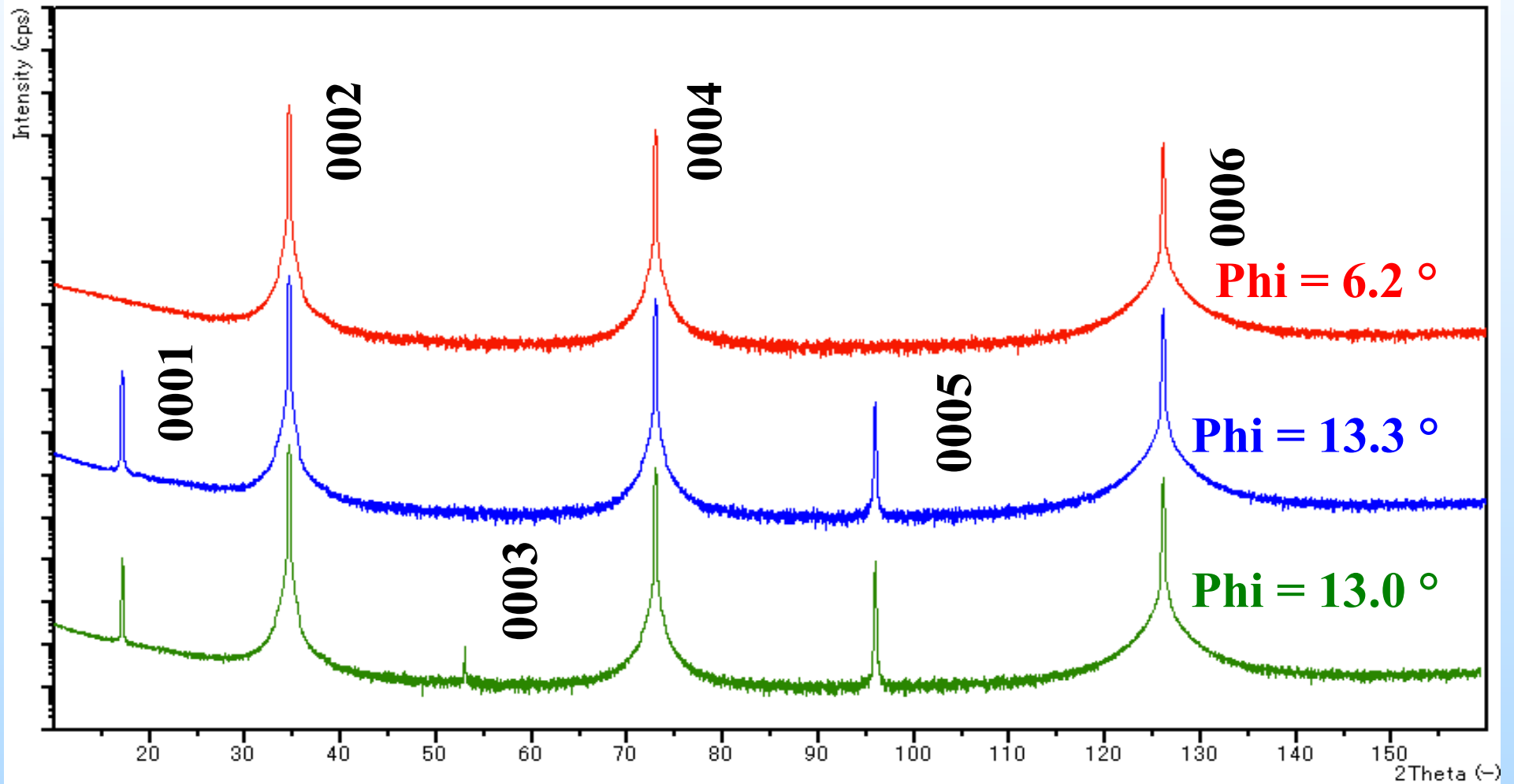


C面GaN単結晶の 2θ - ω Bragg回折ピークと禁制反射

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University



h-GaN(ウルツ鉱型結晶)結晶構造

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu

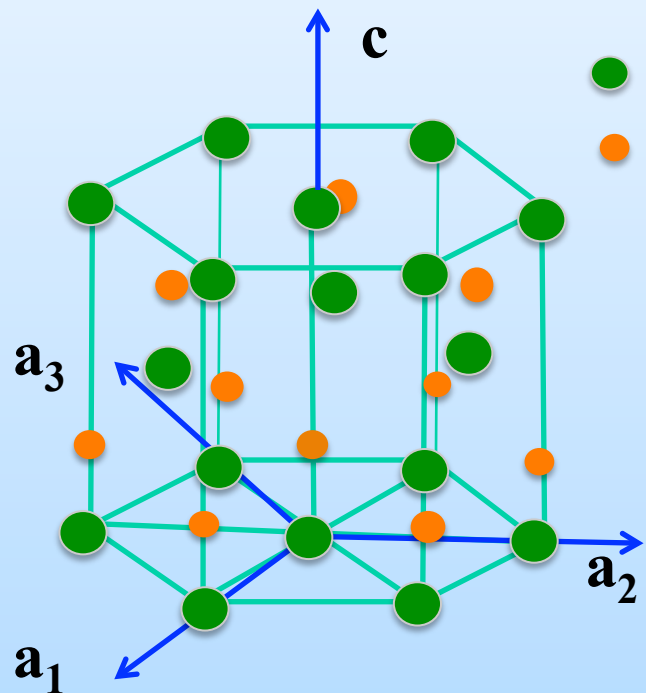


Doshisha University

GaとNの配置

$a = 0.31891 \text{ nm}$

$c = 0.51855 \text{ nm}$



6回回反
対称面

m-plane {10-10}
parallel

Ga A₋ [1-210]

[1-1001]
OF

[2-1-10]

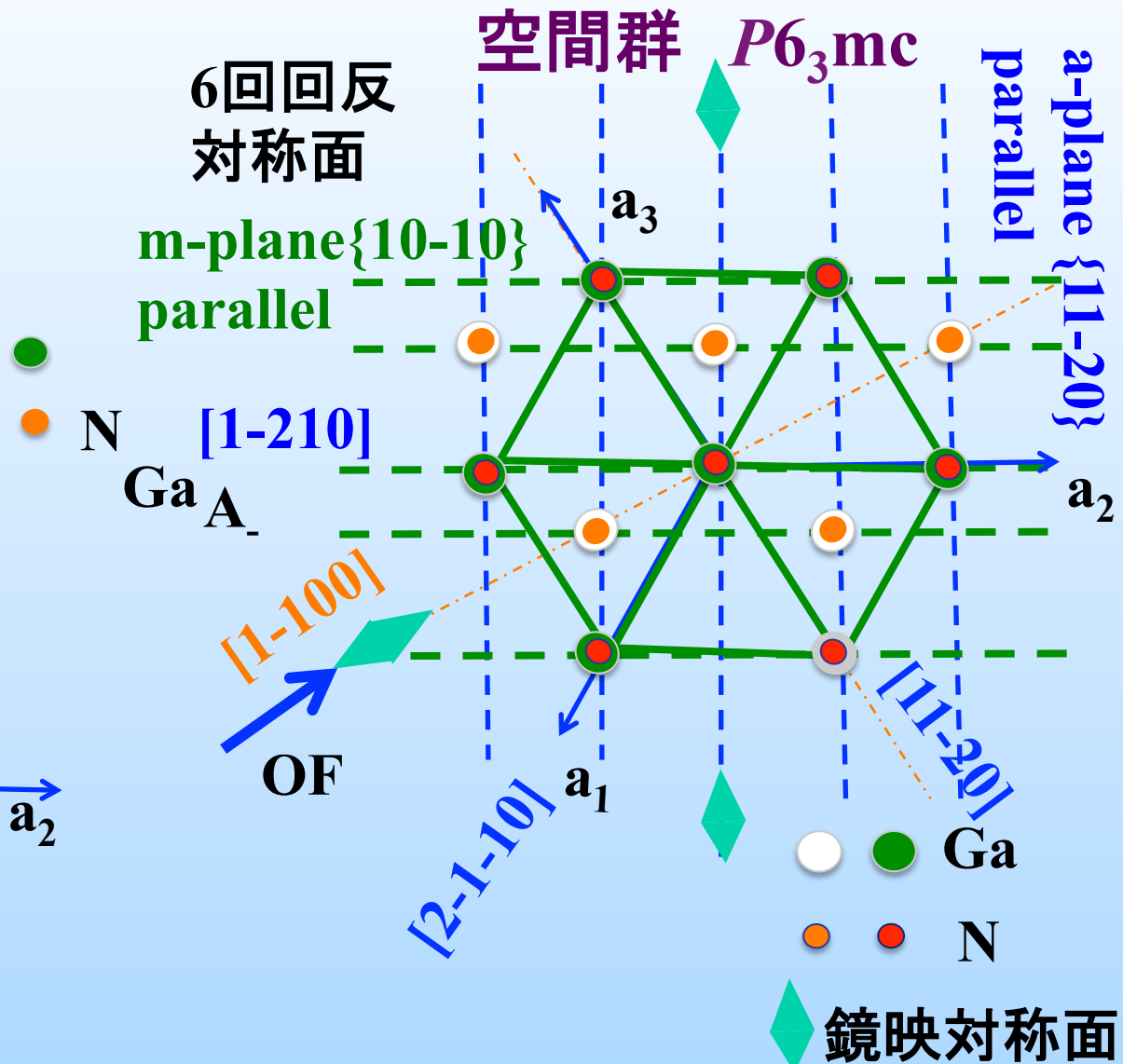
空間群 $P6_3mc$

a-plane {11-20}
parallel

● Ga

● N

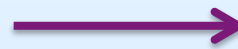
◆ 鏡映対称面





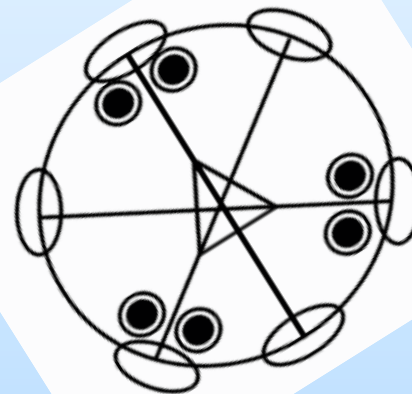
空間群 $P6_3mc$

六回回反軸
鏡面对称面



平面では3回対称
六回回反对称

$\bar{6}m2$ D_{3h}



鏡面对称面

基板を 60° の6つの領域に分けます

A_- , A_+ , B_- , B_+ , C_- , C_+
6領域 - と + は鏡映

試料の結晶方位と結晶面内6領域+12領域名称

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



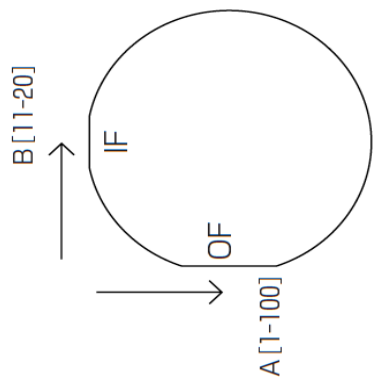
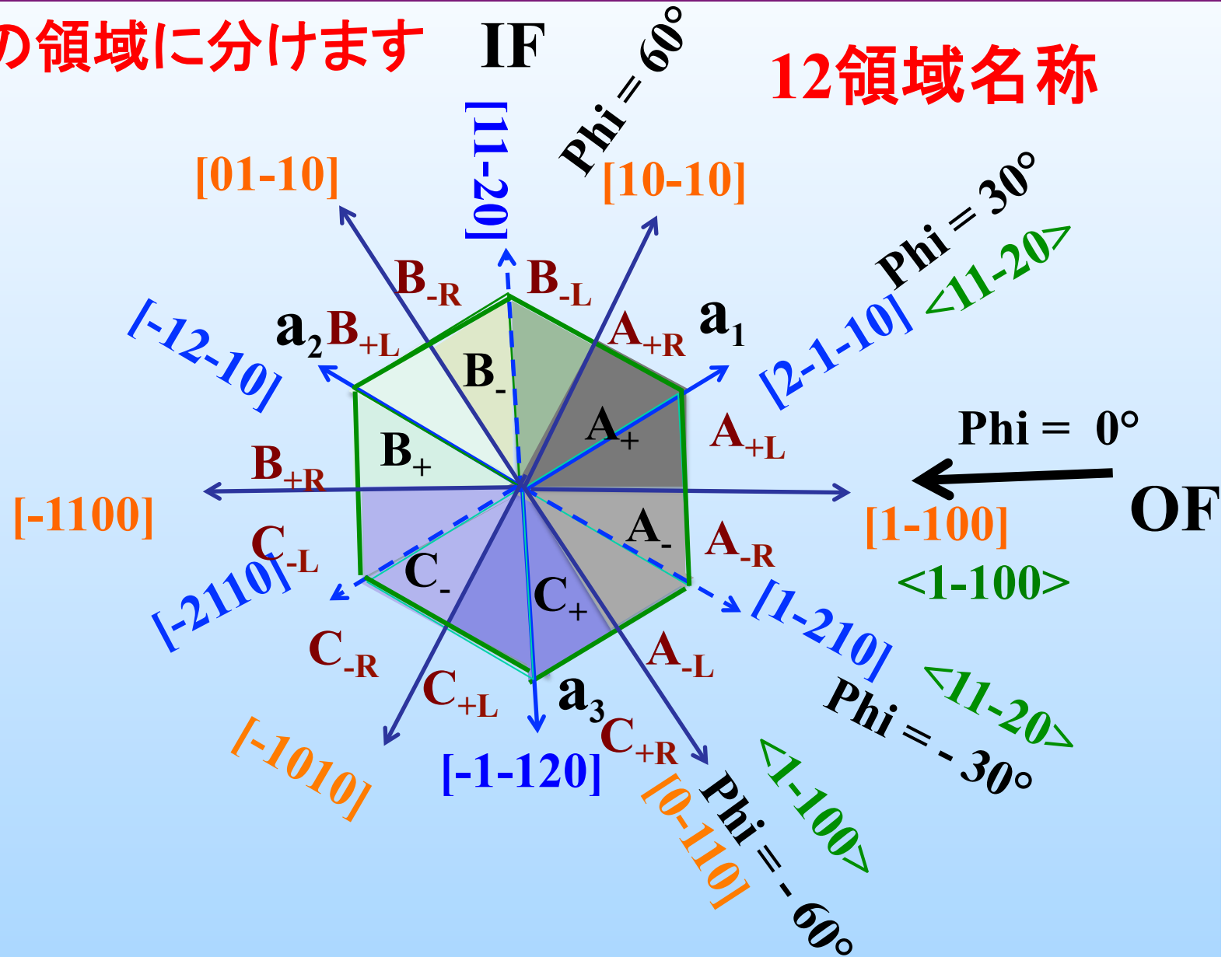
Doshisha University

基板を30°の12の領域に分けます
LとRは回反

<11-20>方向±30°

- A₋ [1-210]
- A₊ [2-1-10] a₁軸
- B₋ [11-20]
- B₊ [-12-10] a₂軸
- C₋ [-2110]
- C₊ [-1-120] a₃軸

12領域名称

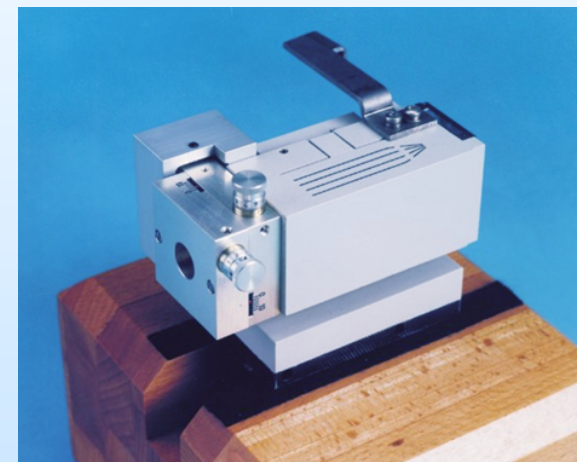


Collimator + Xe detector



Example of a Parallel Plate Collimator PreFIX Module

Cross slit + X-ray lens (0.3° divergence)



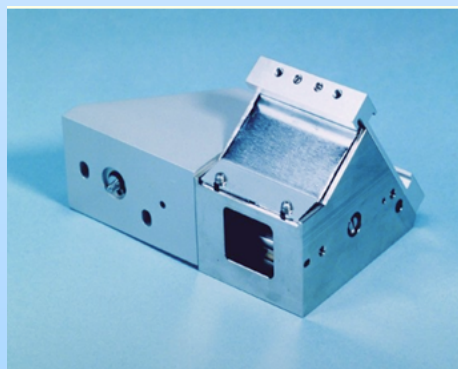
PW3146/00, PW3146/25 or PW3146/60 Poly-capillary Lens 8 mm

Slit 0.27°



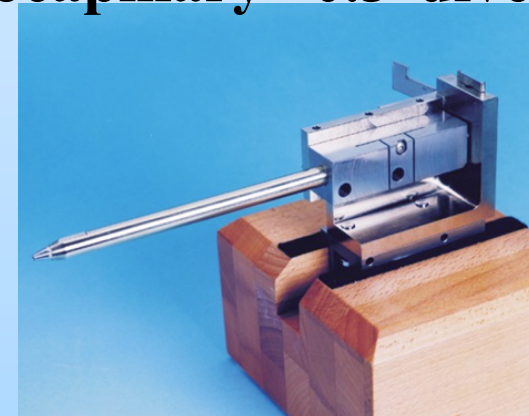
Collimator Slit for a Parallel Beam Collimator

Graphite monochromator



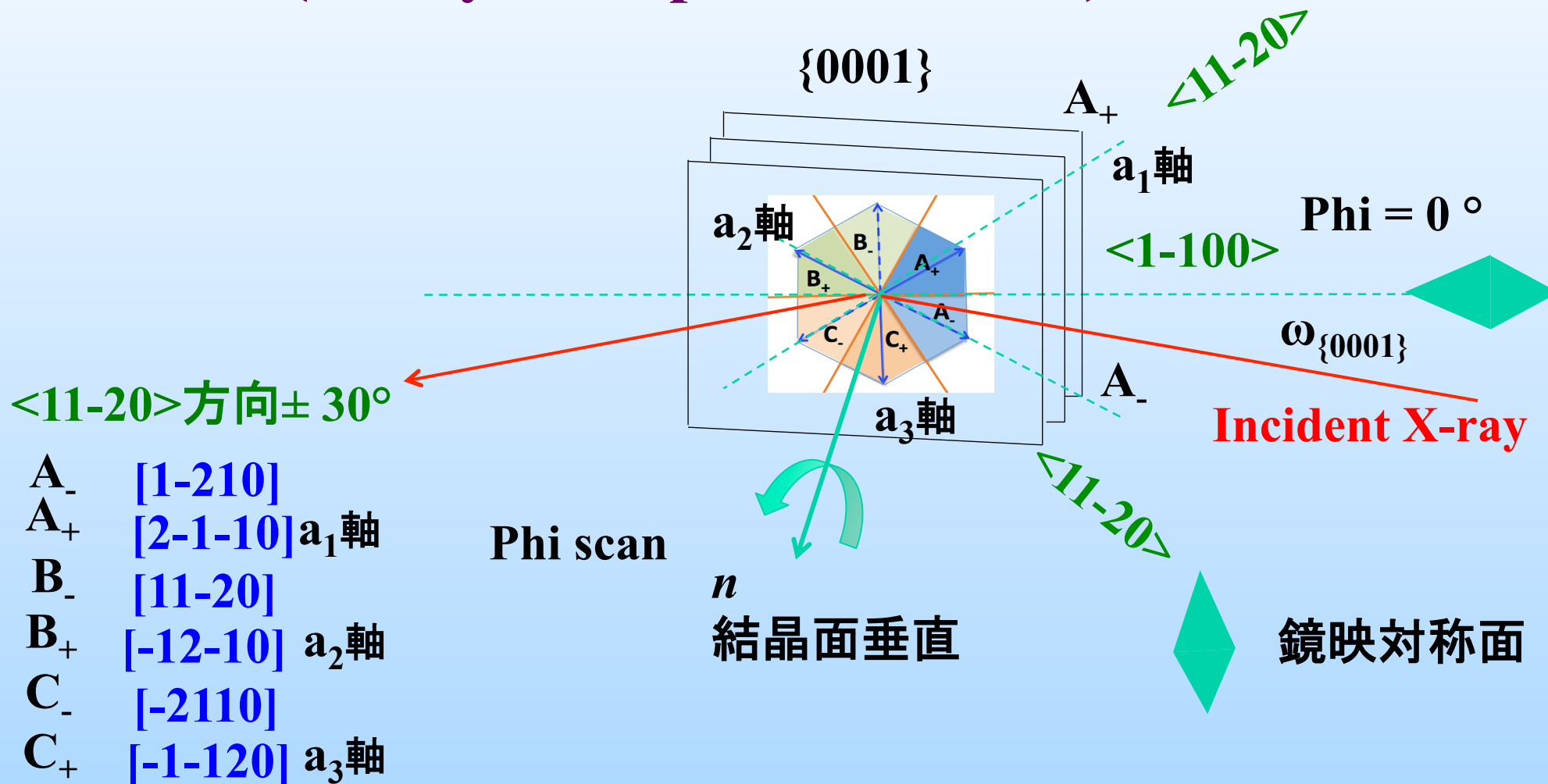
Flat Crystal Monochromator

Monocapillary 0.3° divergence



Example of a Mono-capillary PreFIX Module

XRMD (X-Ray Multiple Diffraction) 設定



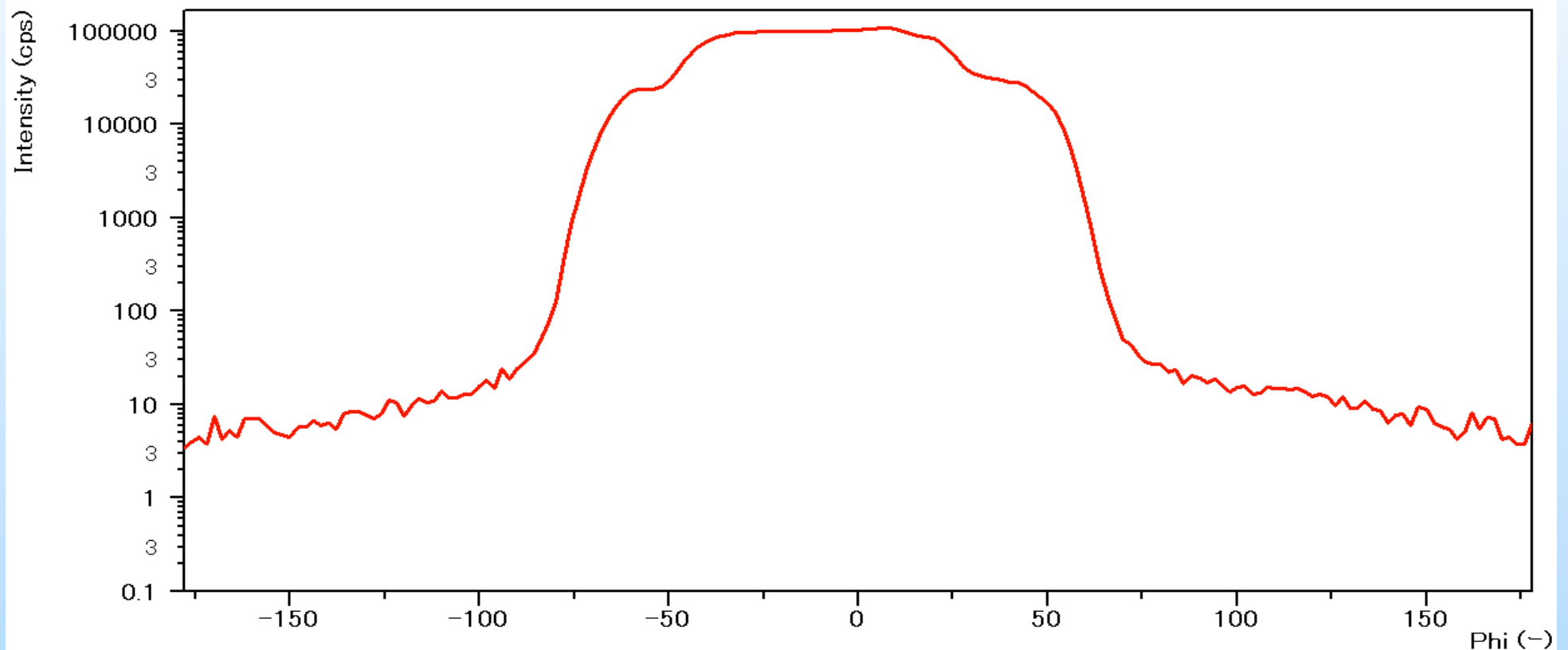
XRMD測定軸立て (ϕ)

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

h-GaN {0002} FCP Scan データ



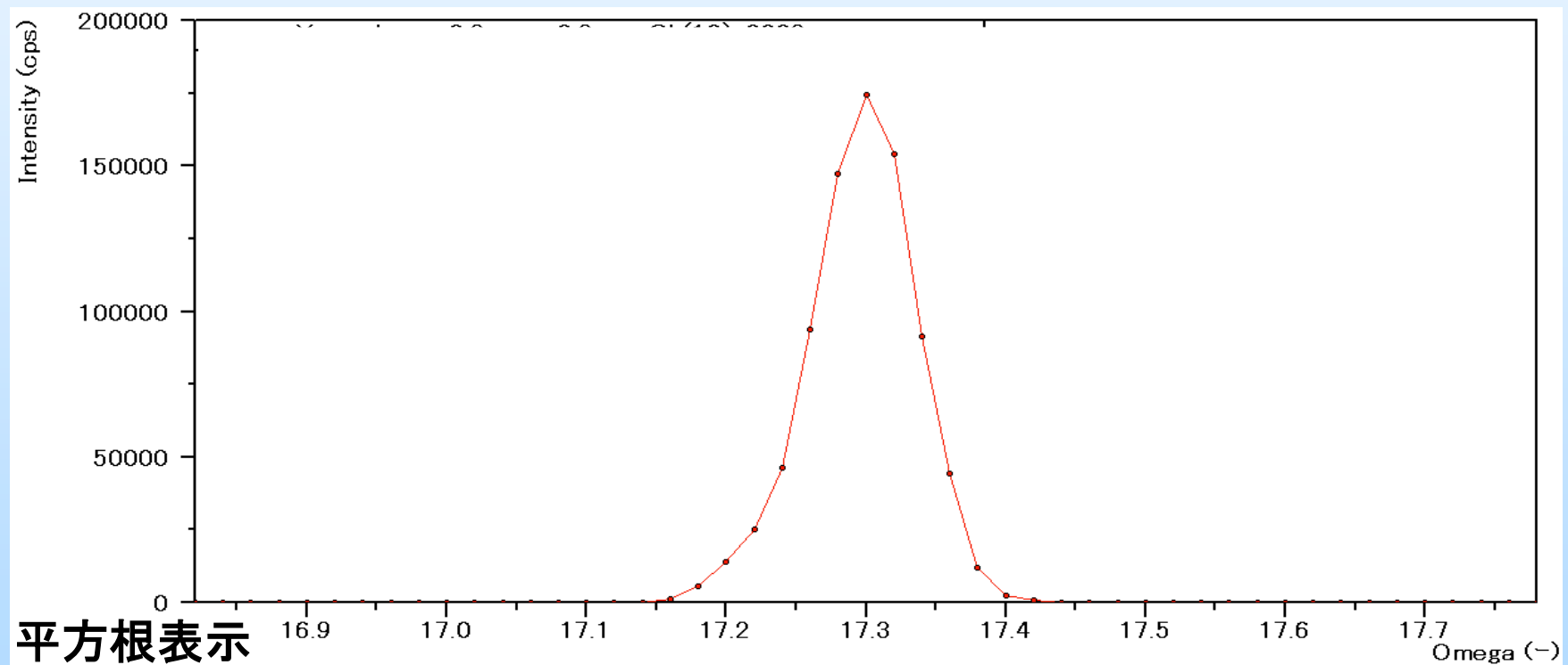
XRMD測定軸立て (ω)

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



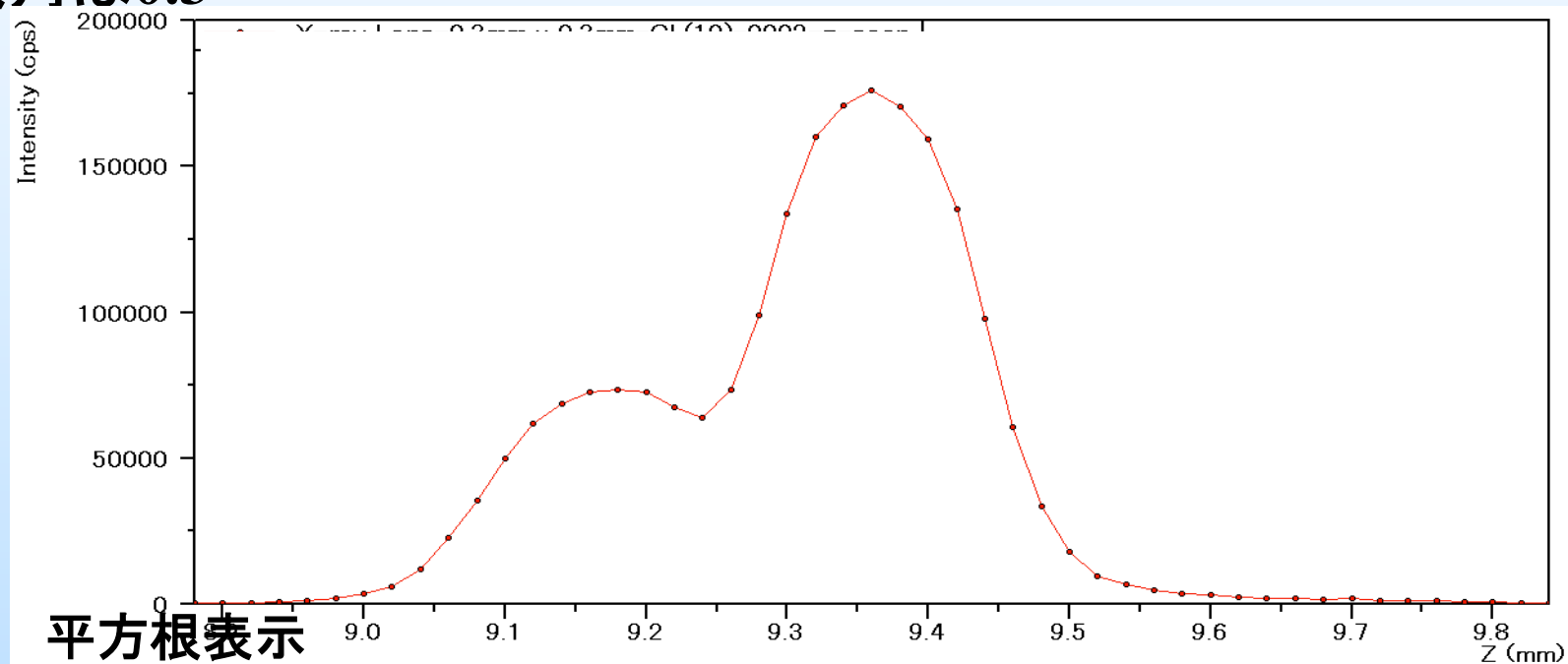
Doshisha University

X線レンズで0.3mm x 0.3mm スリットでの
GaN 0002反射での ω スキャン軸立て
発散角は 0.3°



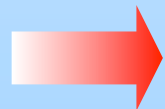


GaN 0002反射でのz軸スキャン軸立て 発散角は 0.3°



2つのピークは受光Collimatorとslitによる

30°の測定範囲の中心で煽り角 χ の最適化による軸立て



結晶軸と ϕ 回転軸が一致する

XRMD測定軸立て ($\varphi = 0^\circ$)

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University



[1-100]方向を $\varphi = 0^\circ$ とするため[1-101]の非対称面 ($\chi = 61.9^\circ$)
の煽り角でPhiスキャンにより軸立て

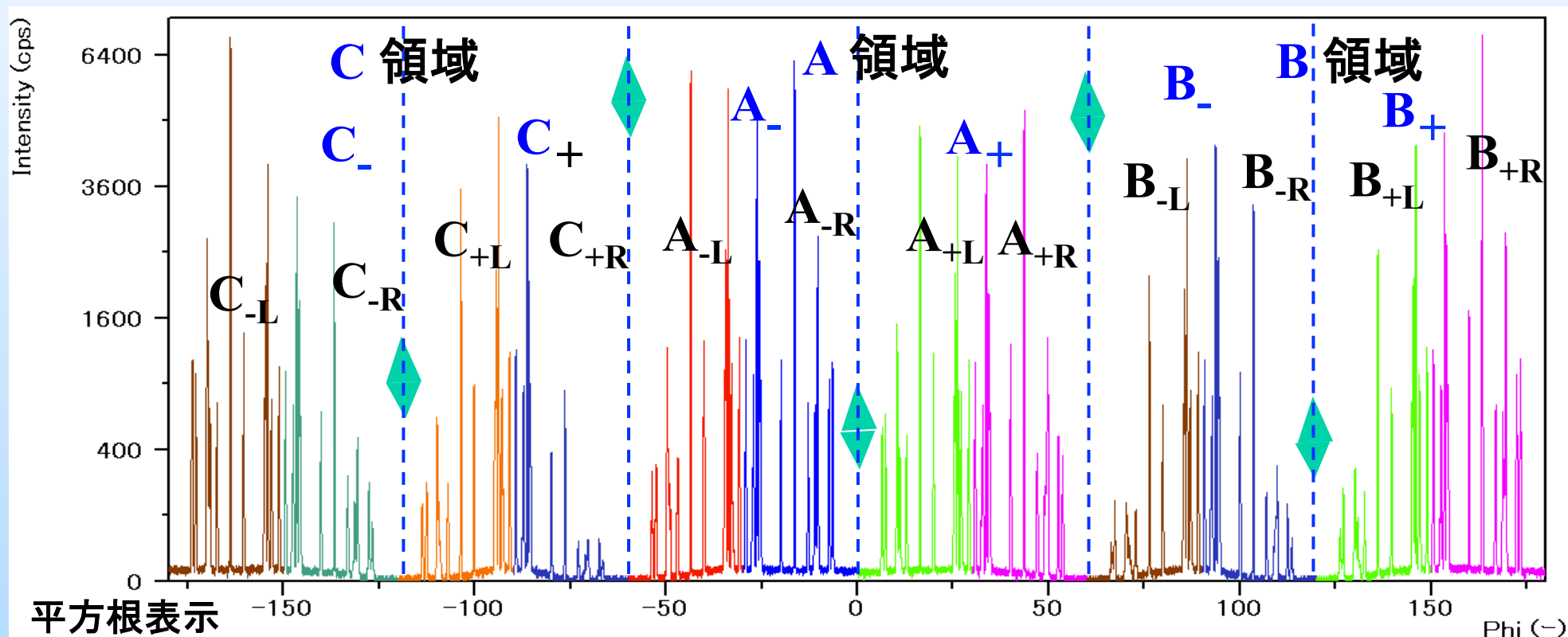
多重回折360°ピーク

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

◆ 鏡映対称面



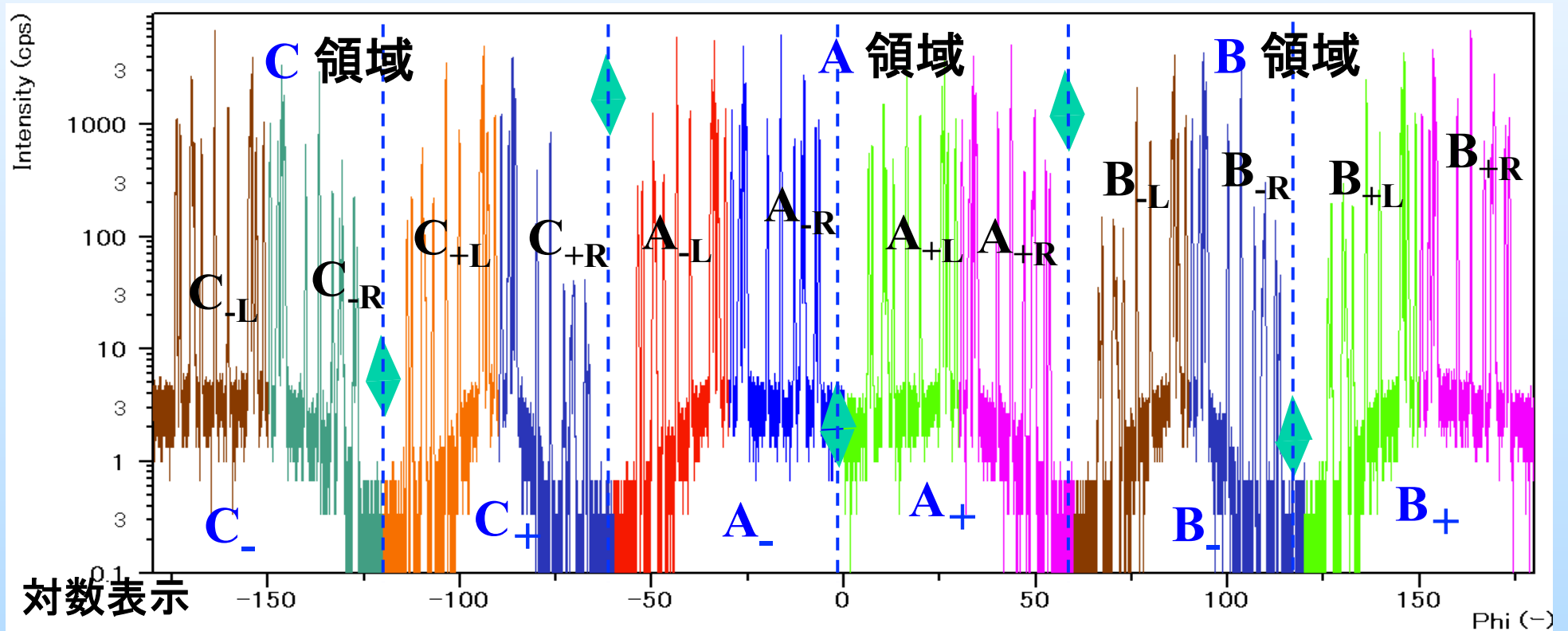
多重回折360°ピーク

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

◆ 鏡映対称面



バックグラウンドの周期性

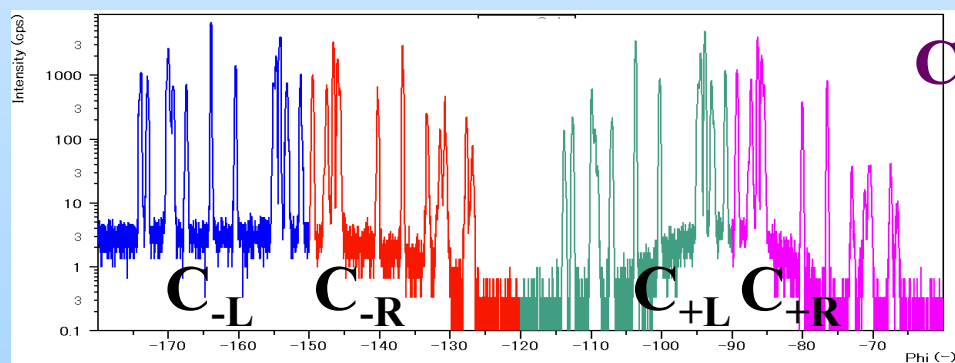
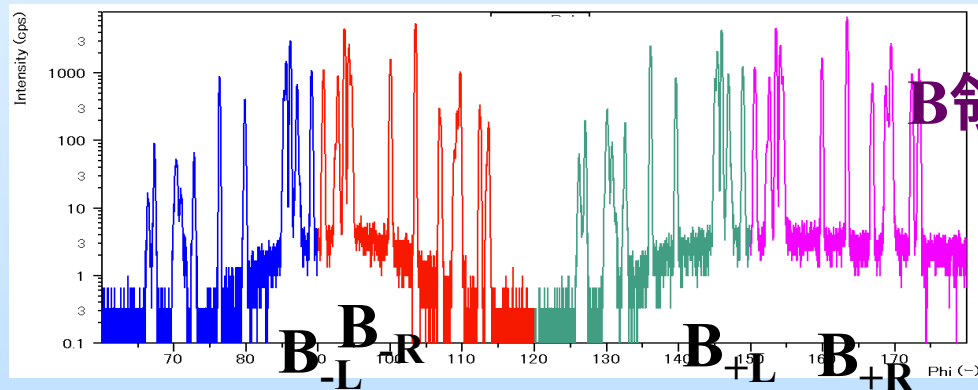
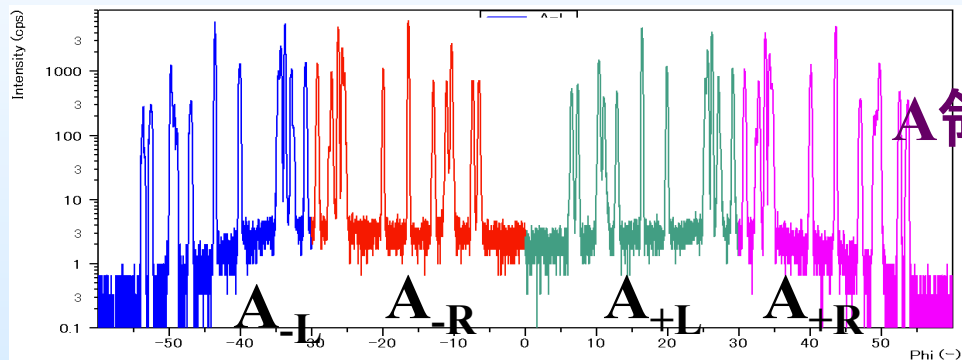
A,B,C,領域 バックグラウンド

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu

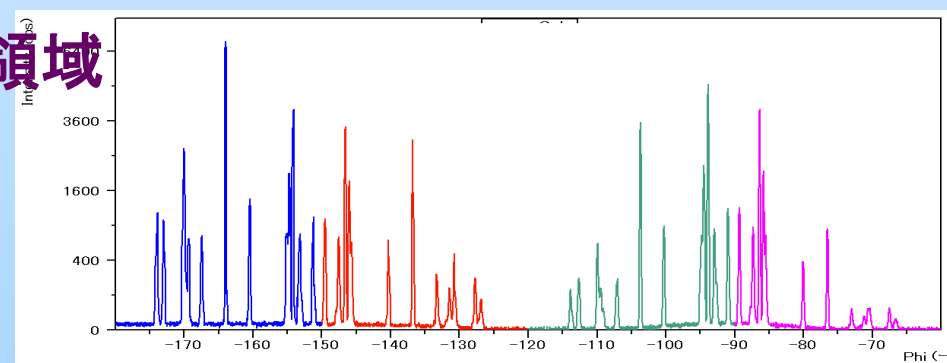
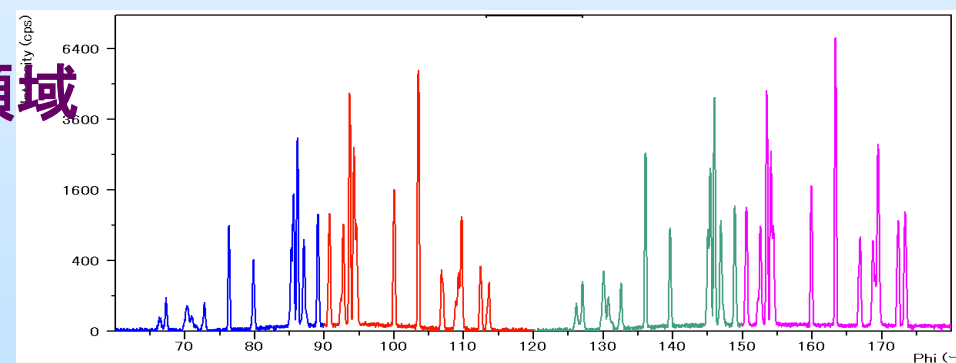
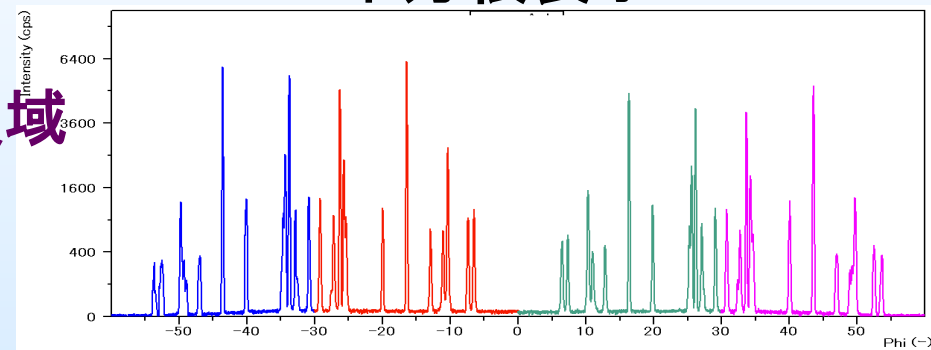


Doshisha University

対数表示



平方根表示



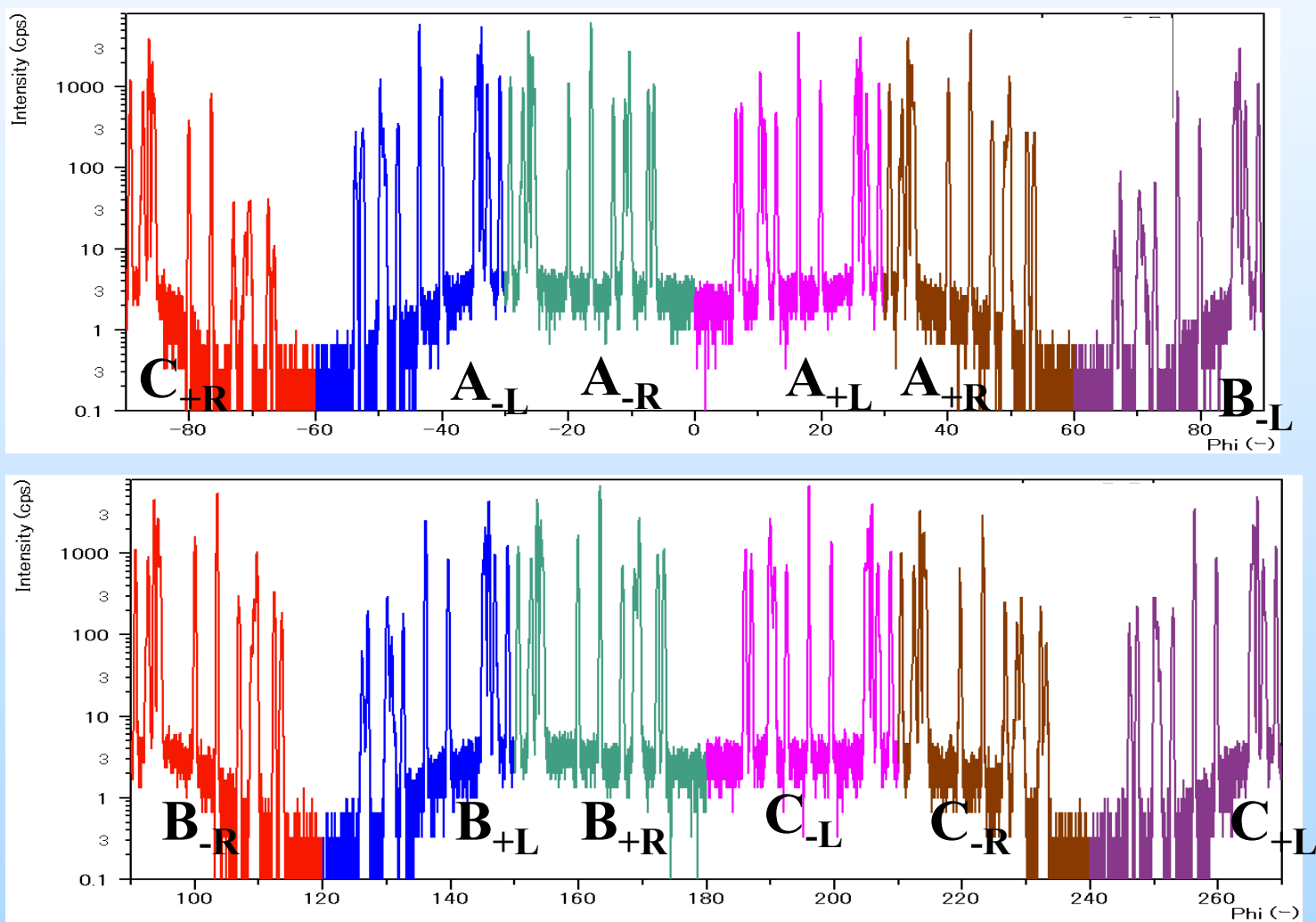
180° 領域 バックグラウンド

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

基板に対して入射方向180°と裏側のバックグラウンドの比較



対数表示

多重回折120°ピーク

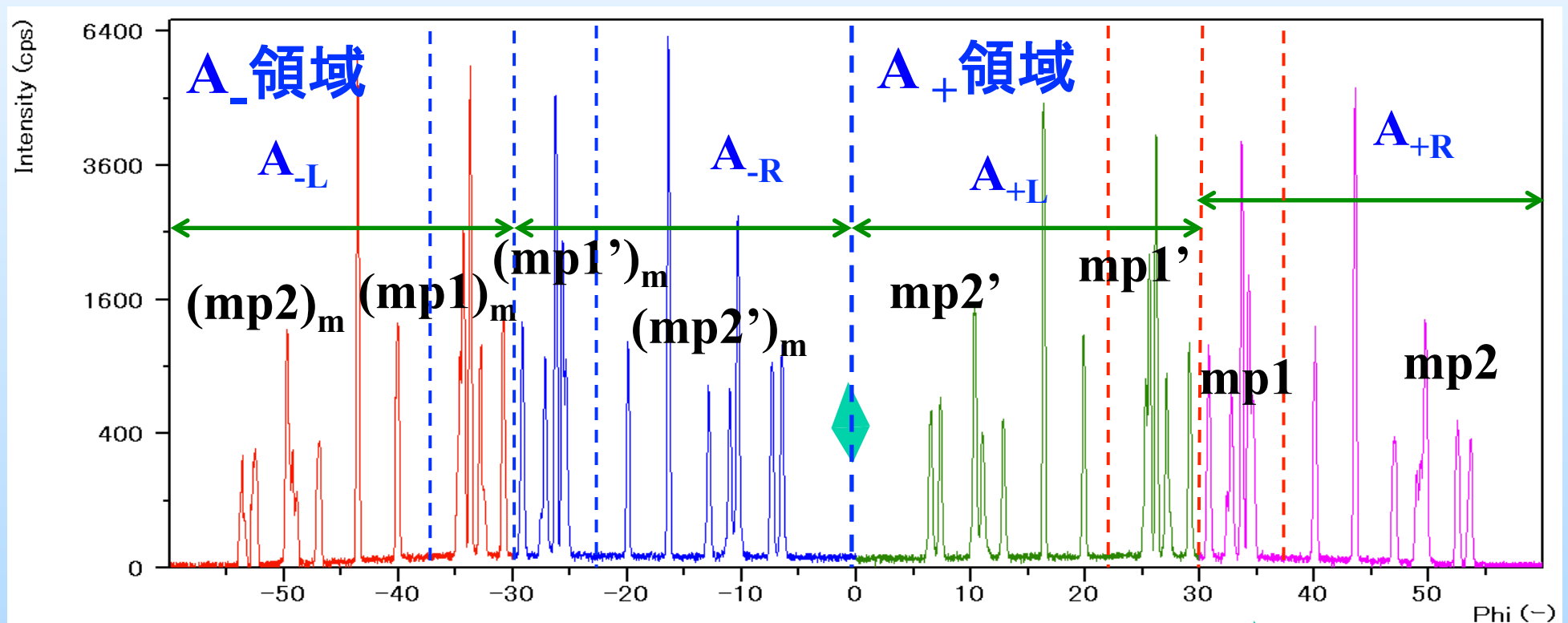
JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

多重回折

A領域120°基本ピーク 平方根表示



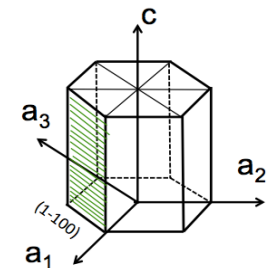
◆ 鏡面对称面



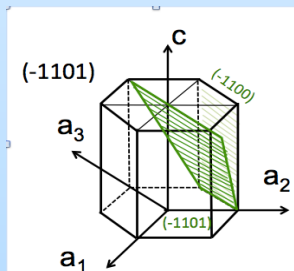
表1 mp1とmp2の基本領域での2つの面による
多重回折現象を示す面の組み合わせを示す. [2]

	Peak No.	Indexed Peaks by Blasnig & Krost	Phi [degree]	Relative Intensity [%]	refraction type
mp1	1	P1	0.87	15.0	$(3-1-10)/(-3211)$
	2		2.47	11.5	
	3	P2	2.87	2.6	$(3-1-2-2)/(-3123)$
	4	P3	3.81	60.8	$(1-10-1)/(-1101)$
	5		4.45	34.4	
	6		4.73	13.3	
mp2	7	P5	10.15	24.1	$(02-21)/(0-220)$
	8	P6	13.65	100.0	$(1-100)/(-1101)$
	9		17.13	11.9	
	10	P7	18.99	12.1	$(12-33)/(-1-23-2)$
	11		19.3	15.5	
	12	P8	19.67	46.0	$(01-13)/(0-11-2)$
	13	P9	22.67	15.5	$(3-1-20)/(-3121)$
	14	P10	23.55	19.3	$(02-23)/(0-2-2)$

8_peak



(1-100)



(-1101)

多重回折120°ピーク

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu

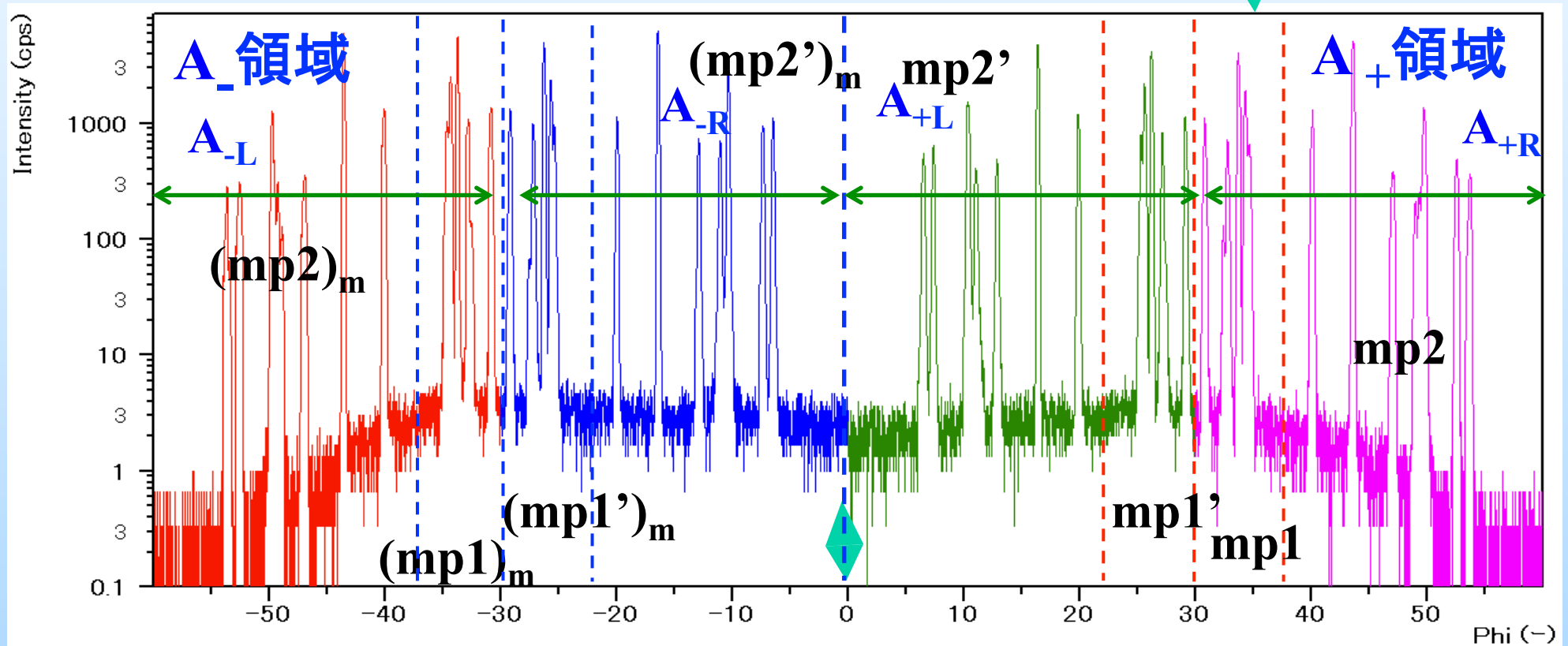


Doshisha University

多重回折

A領域120°基本ピーク 対数表示

◆ 鏡映対称面



多重回折60°ピーク A_+ 領域

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu

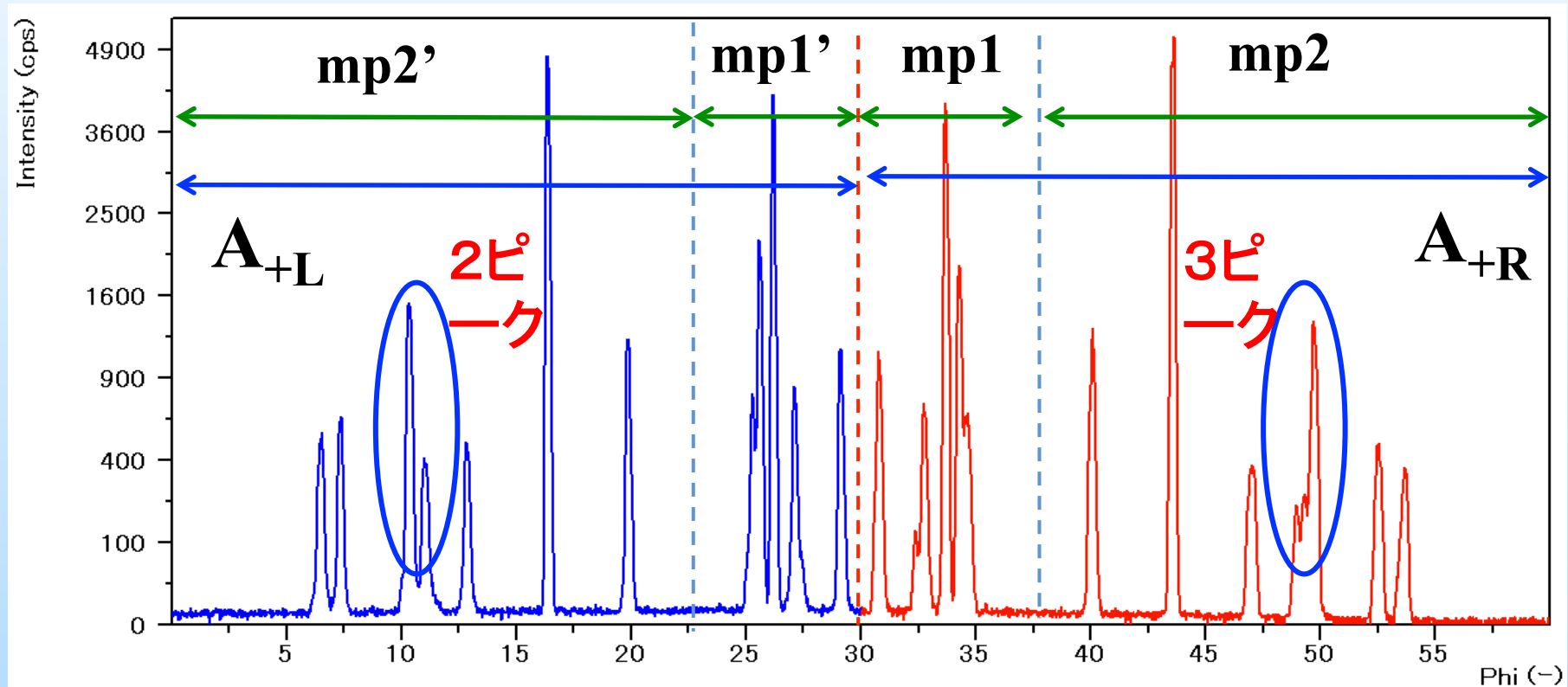


Doshisha University

多重回折

60°基本ピーク(A_+ 領域 : 0°~60°)

A_+ 領域



多重回折60°ピーク A_領域

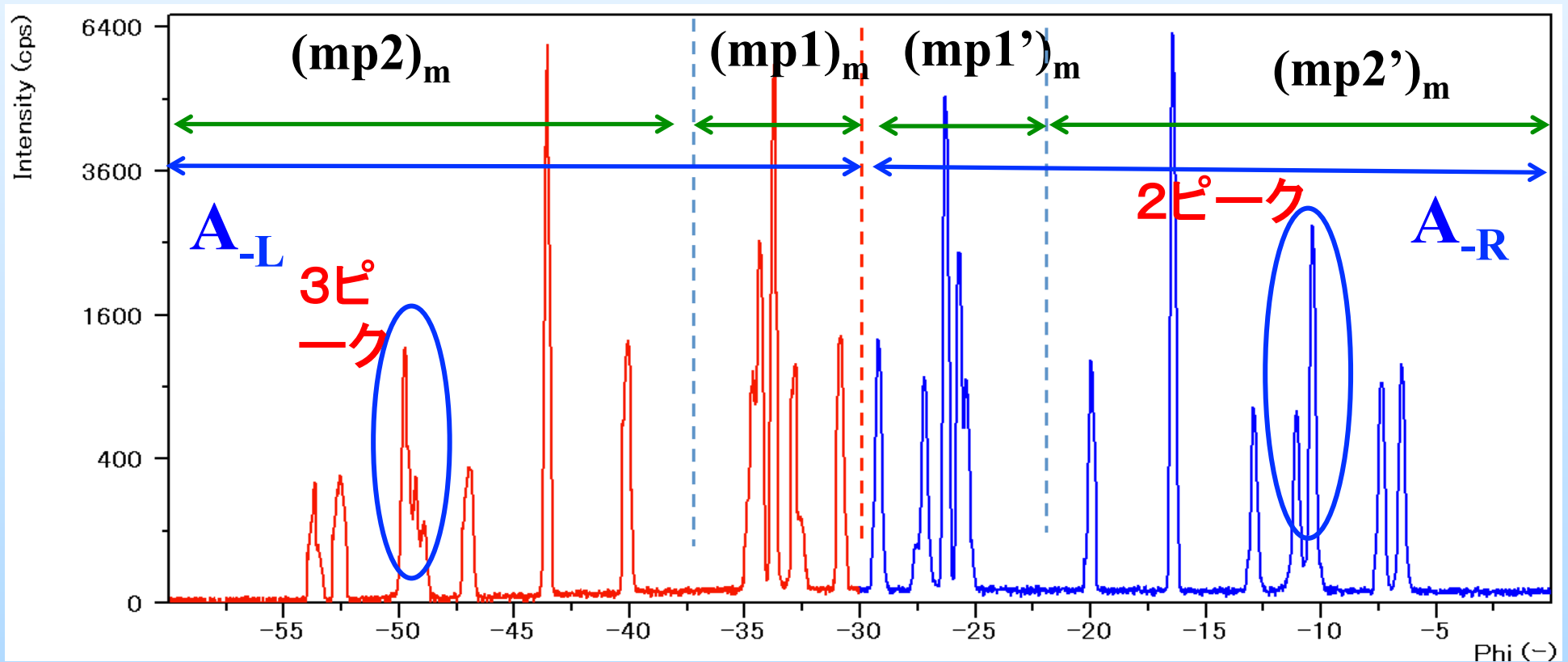
JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

多重回折
60°鏡映ピーク(A_領域 : -60°~0°)

A_領域



多重回折30°ピーク A_{+R} 領域

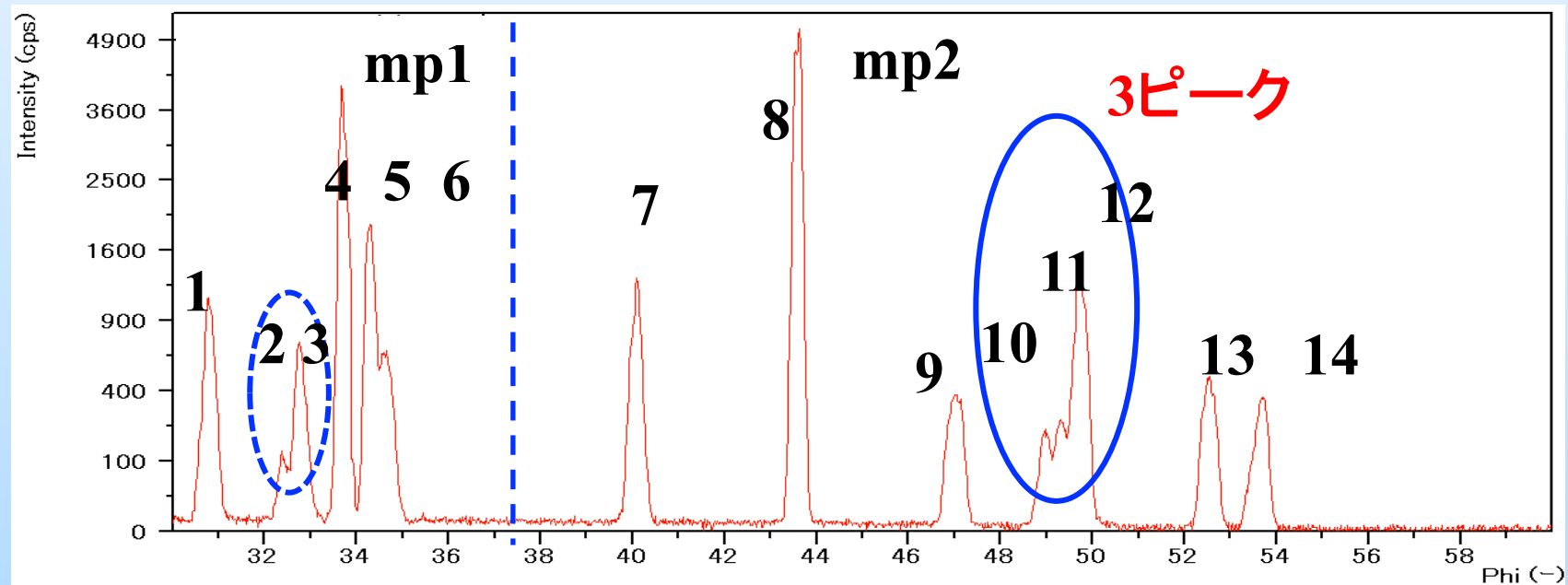
JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

多重回折
30°**基本**ピーク(A_{+R} 領域 : 30°~60°)

A_{+R}



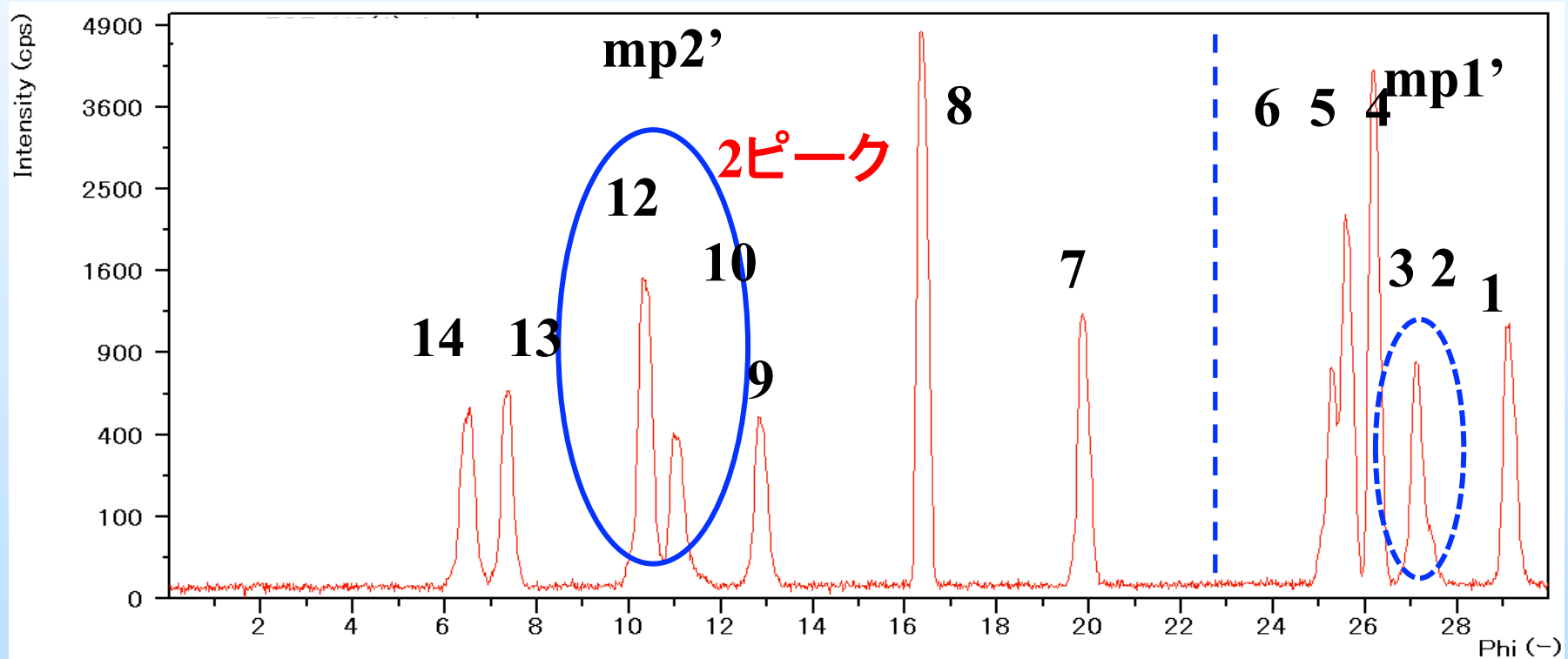
多重回折30°ピーク A_{+L} 領域

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

A_{+L} 30°回反ピーク(A_{+L} 領域 : 0°~30°)

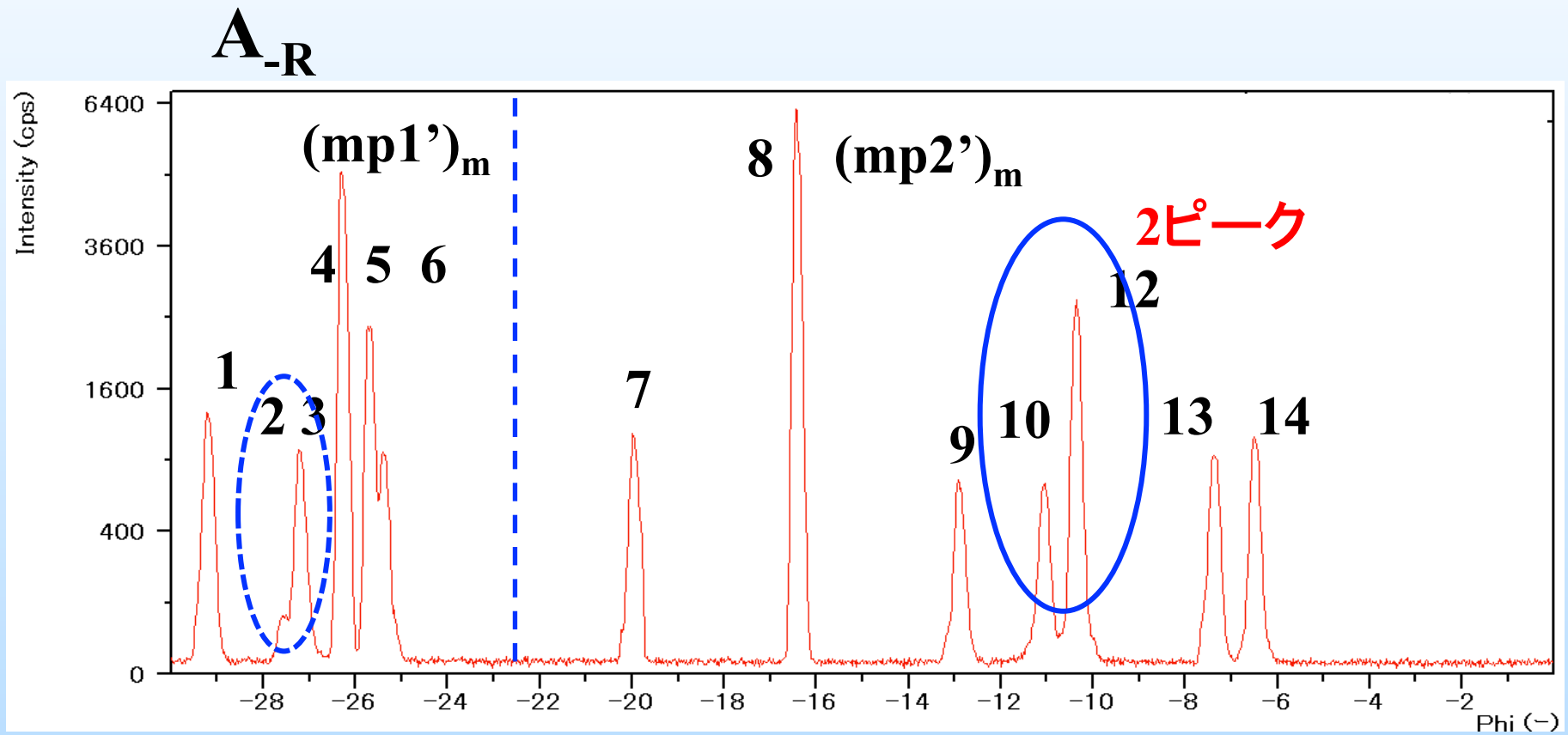


30°回反鏡映ピーク(A_{-R} 領域: $-30^\circ \sim 0^\circ$)

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University



8番多重回折ピークによる結晶品質評価

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

8番ピーク強度測定

8番ピーク近辺の測定

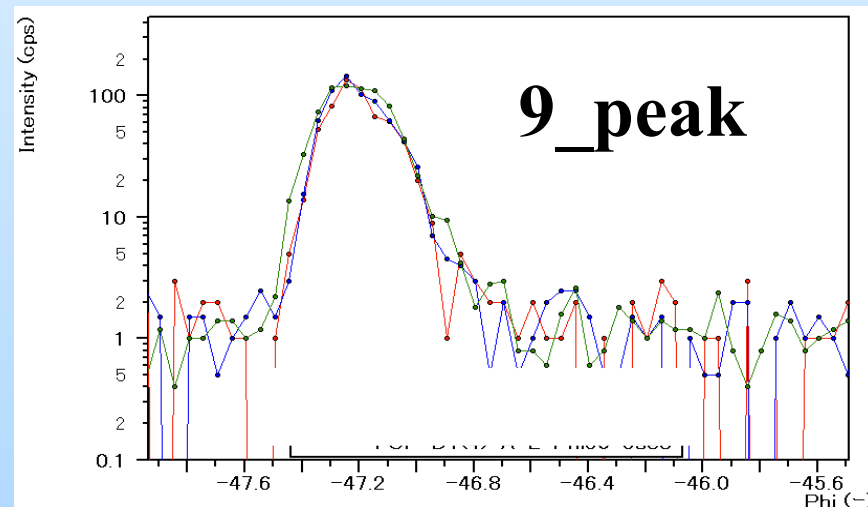
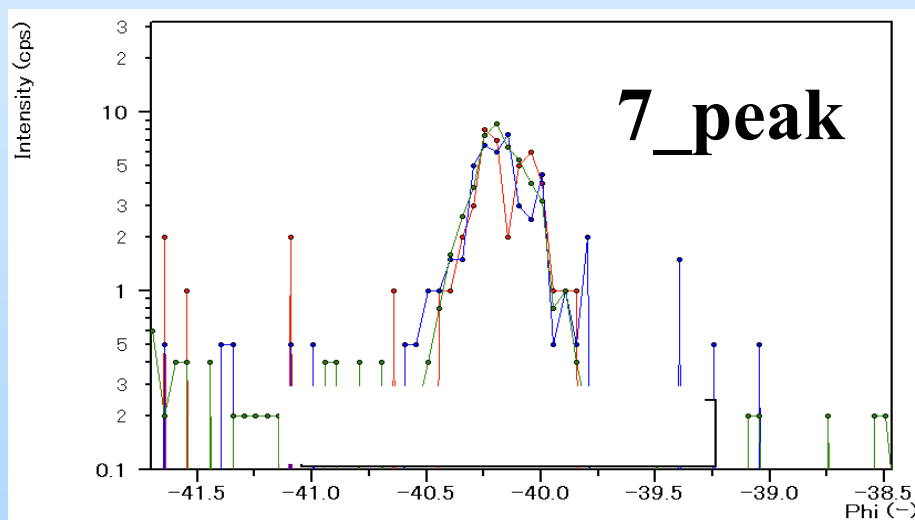
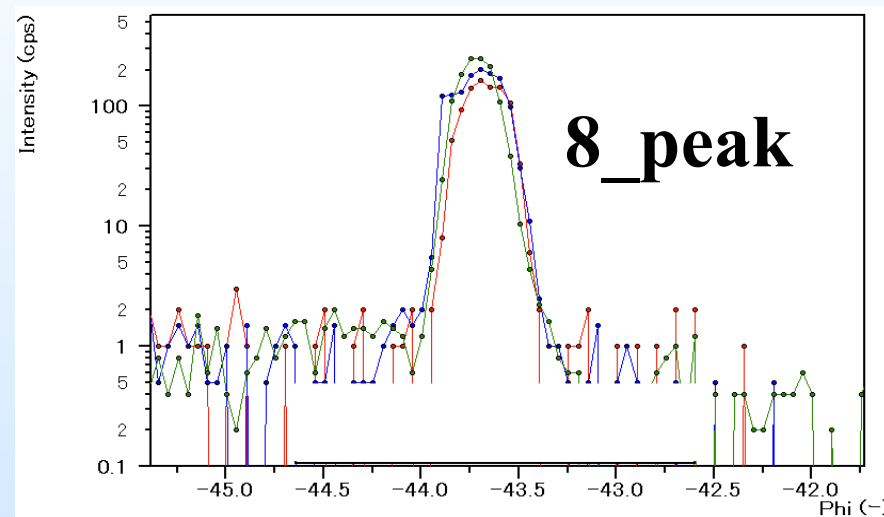
赤色 0.02°ステップで1秒計測

青色 0.02°ステップで3秒計測

青色 0.02°ステップで5秒計測



短時間計測



8番多重回折ピークによる結晶品質評価

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



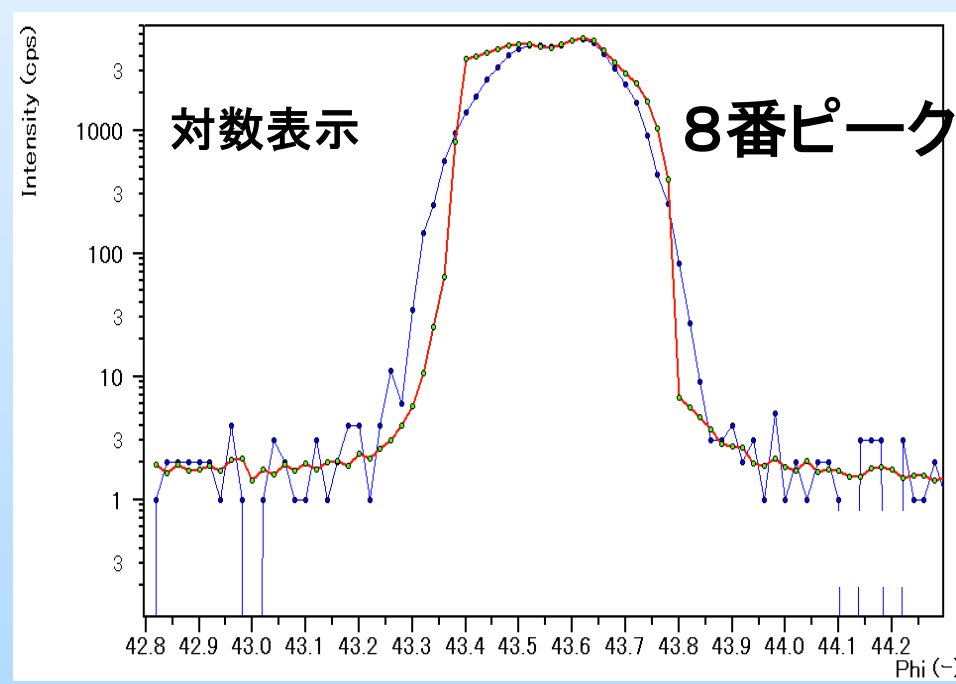
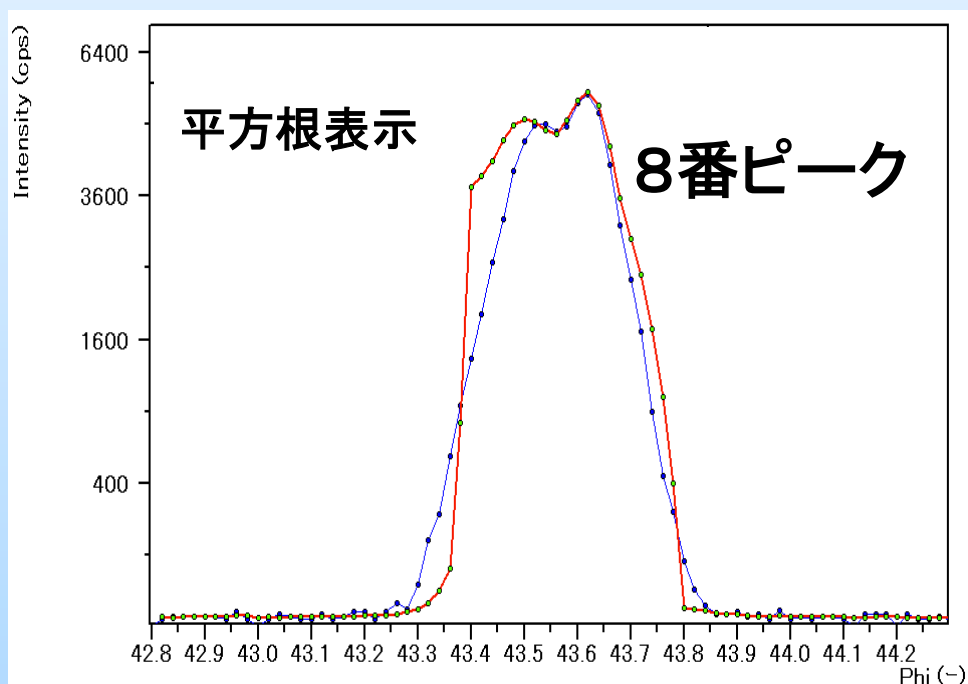
Doshisha University

8番ピーク近辺の測定

バックグラウンド測定

青色 0.02°ステップで1秒計測 1 min 15sec

赤色 0.02°ステップで50秒計測 1 hr



8番ピーク近辺のバックグラウンド測定(短時間測定)

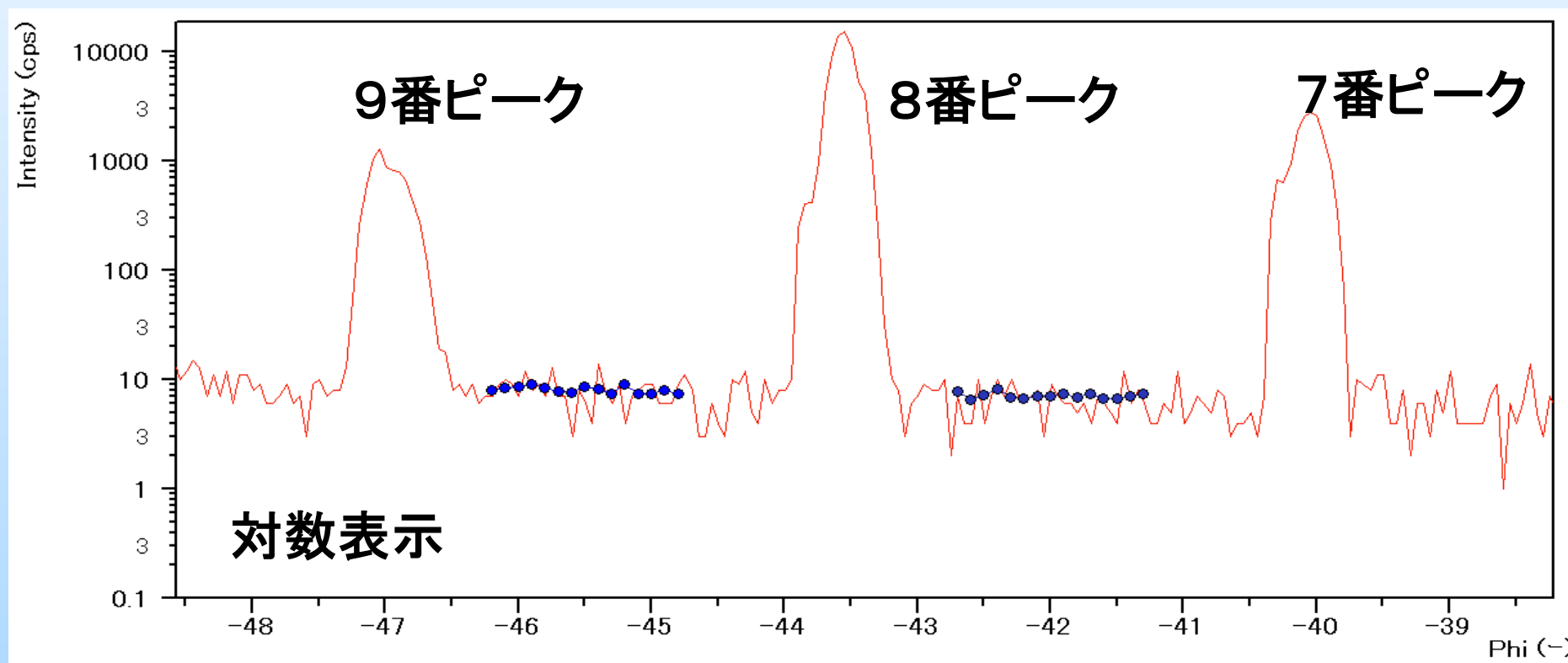
JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University

赤色 ピーク測定は0.02°ステップで1秒計測

青色 バックグラウンド測定は0.1°ステップで50秒計測





強度の一番強い8番多重回折ピークによる結晶品質評価

8番のピークは(10-10)と(-1101)の強度の強い2つの反射面による多重回折強度

バックグラウンドの値({0001} 多重回折の生じない場合の強度

= 比

4試料で比は A: 2.55×10^3

B: 2.15×10^3

C: 932

D: 604



- 結晶内部の複数格子面でのBragg回折による多重回折により0001禁制ブラッグ反射の位置に観察される遠回り反射 (**Renninger Scan**)を利用してGa_N基板結晶を評価した.
- 利用した0001反射は0002反射の半分の入射角である事から, より結晶表面近くの結晶内部の品質評価に対応している.
- デバイス用Ga_N単結晶基板表面の評価法として有効で価値ある手段となる.

JCCG-46, 27-29 November
2017, Hamamatsu



Doshisha University