

2012A1405

BL27SU

## イオン注入法により作製された Mg 注入 GaN 中の Mg の局所構造解析

### The Local Structure around the Ion Implanted Mg in GaN Studied Using X-ray Absorption Fine Structure

米村 卓巳, 飯原 順次, 橋本 信, 斎藤 吉広, 中村 孝夫

Takumi Yonemura, Junji Iihara, Shin Hashimoto, Yoshihiro Saito and Takao Nakamura

住友電気工業株式会社

Sumitomo Electric Industries, Ltd.

イオン注入法で作製された窒化ガリウム(以下、GaN)中のマグネシウム(以下、Mg)は、高温アニール処理を実施しても活性化しない課題がある。しかし、これまで高温アニール処理に伴う GaN 中の Mg の挙動を原子レベルで調査した報告はなく、Mg が不活性な原因は未解明である。今回、我々は BL27SU にて蛍光 XAFS 法を使って、高温アニール処理に伴う Mg の局所構造変化を調査した。その結果、イオン注入された Mg の局所構造が高温アニール処理によって変化することが分かった。

キーワード： GaN、イオン注入、Mg、高温アニール、XAFS、蛍光法

#### 背景と研究目的：

ワイドギャップ半導体を用いた高出力パワーデバイス、高効率な電力変換機器などの実現に結びつき、低エネルギー社会実現の一助となることが期待されている。特に、窒化ガリウム(以下、GaN)は、広いバンドギャップ・高い絶縁破壊電界等の優位な材料特性を数多く有しており、次世代パワーデバイスの材料として盛んに開発が進められている。

特に、パワートランジスタの作製では、任意の場所に選択的に導電性を付与するイオン注入法が用いられる。実際、Si や SiC では、イオン注入法を用いて n 型・p 型の伝導性制御が行われている。しかしながら、GaN において、n 型化は Si 注入によって容易に実現できるが、p 型化は注入元素である Mg が活性化しないという課題があり実現困難な状況である。このため、GaN のパワートランジスタへの応用は限定的なものとなっている。

具体的には、GaN にイオン注入された Si 元素を活性化するためには、1100°C 以上の高温アニール処理によって注入損傷を回復することが必要である<sup>[1]</sup>。一方、GaN にイオン注入した Mg の場合(以下、注入 Mg)、高温アニール処理を実施しても全く活性化しない。

しかしながら、GaN の X 線回折を用いた結晶性評価を実施したところ、高活性が実現している Si 注入 GaN のアニール温度増大に伴う結晶性の推移と Mg 注入 GaN のそれが同じであった。つまり、高温アニール処理によって Mg 注入 GaN の結晶性は、Si 注入 GaN 中の Si が活性化している状態における結晶性と同等レベルまで回復していた。このことから、注入 Mg が活性化しない原因は、注入損傷以外の要因が強く効いている可能性が考えられる。

そこで、高温アニール処理に伴う注入 Mg の局所構造を原子レベルで解析し、注入 Mg が活性化しない原因を明らかにすることを目指した。具体的な手法としては、半導体中の微量なドーパント元素の局所構造解析が可能である X 線吸収微細構造法(X-ray Absorption Fine Structure: 以下、XAFS)を用いた。ただし、GaN 中の Mg の XAFS 測定は、Mg の K 吸収端(~1303 eV)と Ga の L<sub>1</sub> 吸収端(~1299 eV)が近接しており、蛍光スペクトルでの Ga 成分と Mg 成分の分離が難しいという測定上の困難が存在した。そこで、我々は課題番号 2010A1728、2010B1825、2011A1716 において開発した Ga 成分と Mg 成分の分離技術を Mg 注入 GaN に適用した<sup>[3,4]</sup>。

#### 実験：

##### (a) Sample preparation :

- ① サファイア基板上に GaN を c 面成長させたウエハに対し 100 keV で Mg をイオン注入した。

Mg ドーズ量は  $3 \times 10^{14} / \text{cm}^2$  である。イオン注入後に、この Mg 注入 GaN ウェハから 4 枚のピースを切り出し、異なるアニール条件(なし、1150°C、1280°C、1400°C)でアニール処理を施した。アニール処理は窒素抜けを防止するために、厚さ 100 nm の AlN キャップ層を付与した後に実施した。しかしながら、これらのアニール処理を実施しても注入 Mg の活性化率はいずれも 1%未満であった。なお、この AlN キャップ層はアニール後の電気特性測定妨害となるため、アルカリ性溶液を使って除去した。GaN はアルカリ性溶液と反応しないことから、GaN 中の Mg も AlN 除去による影響は受けないと考えられる。

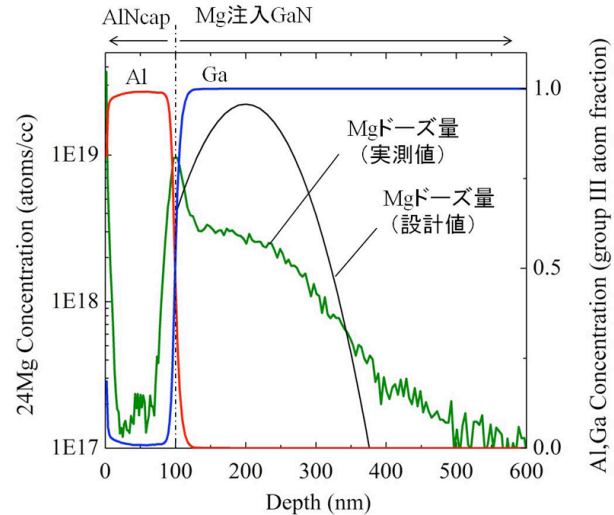


図 1. SIMS による 1400°C アニール処理後の Mg の深さプロファイル。

図 1 は 1400°C での高温アニール後の SIMS 結果と注入プロファイルの設計値である。SIMS 評価は AlN キャップ層を除去する前に実施し、AlN キャップ層の表面をゼロとしたときの Al 成分、Ga 成分の割合と Mg 濃度の深さ依存性を示している。AlN キャップ層の設計厚みと同じ 100 nm 付近において Al 成分が急激に減少し、一方、Ga 成分が急激に増大している。従って、ここが AlN/GaN 界面 (=GaN 表面) と考えられる。図 1 に示すように、100 keV でのイオン注入では AlN キャップ層の厚さを考慮して 200 nm 付近で Mg 濃度が最大になるように設計した。しかし、高温アニール処理後の SIMS 評価では、100~150 nm (=GaN 表面~50 nm) の範囲で Mg が高濃度となっており、200 nm 付近での Mg 濃度のピークは認められない。高温アニールによって Mg が拡散し界面近傍に偏析した可能性が考えられる。また、200 nm より深部の Mg ドーズ量の深さプロファイルにおいて、実測値は設計値と比較してなだらかに減少しているが、これはチャネリングした可能性などが疑われる。なお、注入直後、1150°C アニール処理後、1280°C アニール処理後の SIMS 評価は未実施であり、今後の課題である。

②GaN 中 Mg の XAFS 測定にあたり、一次標準試料として MgO 標準試料、二次標準試料として MgO+GaN 粉末混合試料を準備した。二次標準試料に関しては、un-doped GaN を粉砕し粉状にした後、MgO 粉末試料を混ぜ合わせた。その際の混合比率は、MgO:GaN=1:10000 であり、このとき GaN 粉末中の Mg 濃度が  $1 \times 10^{19} / \text{cm}^3$  程度となる。

(b) XAFS measurements :

XAFS 測定は、SPring-8 の BL27SU にて実施した。2010 年に導入されたアワーズテック社製の SDD (Silicon Drift Detector) を用いた蛍光 XAFS 法を本系に適用した<sup>[2]</sup>。測定は、入射 X 線のエネルギーを変えながら、SDD にて蛍光 X 線スペクトルを取得し、予め一次標準試料と二次標準試料で決定しておいた最適な蛍光 X 線スペクトルの切り出し範囲を用いて、Mg と Ga の蛍光 X 線成分を分離し、Mg-K 端の X 線吸収端近傍構造 (XANES) のスペクトルを取得した<sup>[3,4]</sup>。なお、XAFS 測定は S/B 比を良くするために垂直偏光で実施した。また、Mg の状態は GaN 表面~50 nm 領域とそれより深部の領域で異なる可能性が考えられるが、今回は、GaN 表面~50 nm の領域に着目した。GaN 表面~50 nm の情報を選択的に取得するために蛍光 X 線信号の取出し深さが約 50 nm になるように X 線の入射角度を 10° に設定した。なお、深部の Mg の評価は今後の課題である。

結果および考察 :

図 2(上)は、注入 Mg の XANES スペクトルである。これらスペクトルの測定には約 10 時間/試料の時間を要した。これらの XANES スペクトルの特徴について以下に述べる。なお、比較データとして金属 Mg<sup>[5]</sup>、MgO の XANES スペクトルも併せて示した。これらのデータのエネルギー補正は、1308 eV に観測される MgO の第 1 ピークのエネルギーを用いて実施した。

表 1. 各試料の吸収端のエネルギー

試料名	アニール条件	ホワイトライン	吸収端
Mg注入GaN	アニールなし	1308 eV	1305 eV
Mg注入GaN	1150°C	1308 eV	1305 eV
Mg注入GaN	1280°C	1308 eV	1303 eV
Mg注入GaN	1400°C	1308 eV	1303 eV
MgO		1308 eV	1307 eV
金属Mg		1309 eV	1304 eV

図 2(上)において、注入 Mg の XANES スペクトルの特徴は、アニール処理温度を増大させるに伴って吸収端が 1~2 eV 低エネルギー側にシフトする点である。なお、ここでは吸収端をホワイトラインにおける吸収強度の半値となるエネルギー位置と定義し、各スペクトルの吸収端に関する情報を表 1 に記す。特に、1150°C の高温アニール処理品から 1280°C の高温アニール処理品の間で吸収端が低エネルギー側にシフトしていることがわかる。図 2(下)に比較試料として MgO と金属 Mg<sup>[5]</sup> の XANES スペクトルを示す。通常、酸化状態から金属状態になると吸収端が低エネルギー側にシフトする。MgO と金属 Mg の吸収端の関係もそれと同じ振る舞いを示すことが分かる。このことから、1280°C、および、1400°C 高温アニール処理品の Mg 状態は、アニールなし品、および、1150°C アニール処理品の Mg 状態よりも金属的な状態がより多く混在している可能性が考えられる。

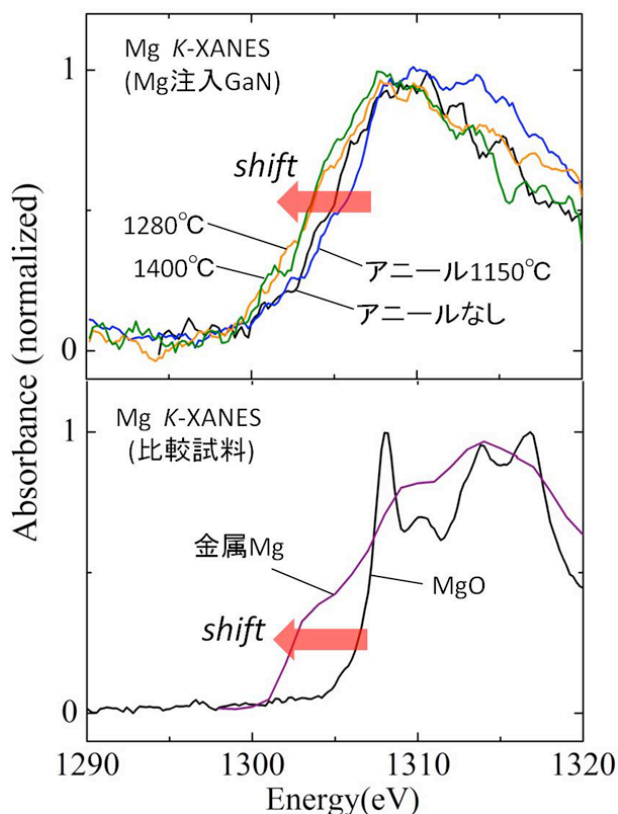


図 2. Mg 注入 GaN の Mg の K-XANES スペクトルのアニール温度依存性(上)、比較試料の Mg の K-XANES スペクトル(下)

謝辞：

本課題の実験に際し、SPring-8 の BL27SU 担当である為則様には多大なるご協力を頂きました。この場を借りて、厚く御礼申し上げます。なお、本研究の一部は NEDO による支援を受けております。

参考文献：

[1] S. J. Paerton, J. C. Zolper, R. J. Shul and F. Ren: *J. Appl. Phys.* **86**, 1 (1999).  
 [2] Y. Tamenori, M. Morita and T. Nakamura: *J. Synchrotron Rad.* **18**, 747-752 (2011).  
 [3] SPring-8 利用報告書(課題番号：2010A1728、2010B1825、2011A1716).  
 [4] T. Yonemura, J. Iihara and Y. Saito: SPring-8/SACLA 利用研究成果集. Vol.1 No.2 (2013).  
 [5] J. W. Chiou, H. M. Tsai, C. W. Pao, K. P. Krishna Kumar, S. C. Ray, F. Z. Chien and W. F. Pong: *Appl. Phys. Lett.* **89**, 043121 (2006).

©JASRI

(Received: October 4, 2012; Early edition: April 25, 2014; Accepted: July 3, 2014; Published: July 10, 2014)