

# InAs / GaSb 超格子の X 線回折による平均歪量と STEM-EDS 組成分析の比較

○正入木 未来<sup>A)</sup>、原口 智宏<sup>A)</sup>、荒井 昌和<sup>B)</sup>

宮崎大学工学部教育研究支援技術センター<sup>A)</sup>、宮崎大学工学教育研究部<sup>B)</sup>

E-mail : m.shoiriki@cc.miyazaki-u.ac.jp

## 1. はじめに

中赤外領域は様々な環境ガスの吸収帯があり、InAs / GaSb はこれらの波長領域をカバーする有望な材料の 1 つである。有機金属気相成長法 (MOVPE) を用いて InAs 基板上に InAs / GaSb 超格子を成長すると、GaSb 層への As の混入、InAs 層への Sb の混入が起きる。これは、薄膜成長時に供給する原料の切り替えを行う際、供給を停止した後も装置内に原料が残存することが原因と考えられる。この現象により、結晶格子の歪が増大するのに伴い、薄膜の欠陥も増加するため膜厚を増加させることが難しくなる。そのため、超格子薄膜の膜厚を増加させるためには、結晶格子の歪量を減少させることが不可欠であり、そのためには成長条件に対する歪量を正確に知ることが必要となる。そこで、X 線回折 (XRD) の 0 次ピークから得られる実験値と、そこから想定される薄膜成長モデルとの相関が高くなるようフィッティングを行うことで GaSb 層、InAs 層への As、Sb の混入量を見積もり、その値から InAs / GaSb 超格子 1 層中の平均 As、In 組成を求めた。また、走査透過電子顕微鏡 - エネルギー分散型 X 線分光法 (STEM - EDS) による薄膜の組成分析を行い、XRD と同様に平均 As 組成を求めて XRD から得られた値と比較したので、その結果を報告する。

## 2. 検討方法・結果

### 2-1. 測定試料について

今回測定を行った試料の構造は、図 1 に示すように InAs 基板上に MOVPE 法によりバッファ層として InAs を 100 nm 成長させた後、InAs / GaSb 超格子を成長したものである。

XRD 測定用の試料として、超格子の単位膜厚を変化させ、15 ペアもしくは 30 ペア成長させたものを 13 サンプル調製し、そのうち表 1 に示す 3 サンプルについて STEM - EDS 測定との比較を行った。

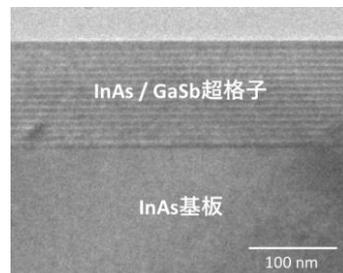


図 1 試料構造 (断面 TEM 像)

表 1 XRD, STEM - EDS 測定試料の膜厚および超格子の層数

試料	InAs 膜厚 (nm)	GaSb 膜厚 (nm)	超格子 1 層の膜厚 (nm)	超格子の層数
1	2.8	13.4	16.2	15
2	2.8	2.2	5.0	
3	1.2	1.9	3.1	30

### 2-2. XRD による InAs 層、GaSb 層への As、Sb 混入量の見積もり

前述の 13 サンプルの XRD 測定 ( $\omega - 2\theta$ ) を行い、図 2 に示すような XRD スペクトルを得た。このスペクトル中の InAs 基板のピークに対する 0 次ピークのずれから 2 つの超格子材料の平均歪量を求めこれを実験値とした。この値に対して、想定される濃度分布から格子定数を求め InAs / GaSb 超格子の歪の予想値を算出し、実験値との相関が最も高くなるようフィッティングを行った。

得られた XRD フィッティング値を用いて、InAs / GaSb 超格子 1 層中の平均 As 組成、および平均 In 組成の見積もりを行った。結果を表 2 に示す。

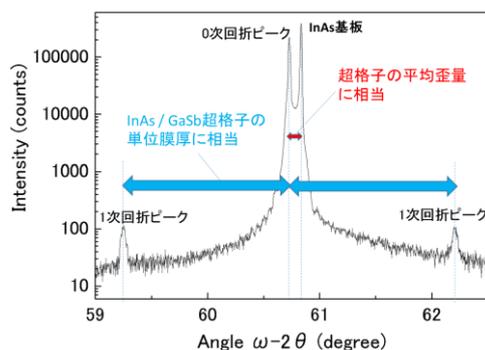


図2 InAs / GaSb 超格子の XRD スペクトル

表2 XRD フィッティング値による InAs / GaSb 1 層中の平均 As, In 組成の見積もり

試料	平均 As 組成 (%)	平均 In 組成 (%)
1	18.9	17.1
2	61.2	55.3
3	48.2	38.2

### 2-3. STEM - EDS による組成分析

STEM - EDS 測定は 2-1 に示した試料 1~3 に対して、加速電圧 200 kV にて測定した。測定後、解析ソフトを用いて基板、薄膜それぞれの任意の範囲を抽出し、特性 X 線の強度比からクリフ・ロリマー法を用いて簡易定量分析を行った。

得られた結果をⅢ族 (Ga, In)、V 族 (As, Sb) それぞれの合計が 100%となるように変換した結果を表 3 に示す。この値を InAs / GaSb 超格子 1 層中の平均 As 組成とみなし、XRD フィッティング値から得られた値との相関をプロットしたものを図 3 に示す。図 3 より試料 2、3 の平均 As 組成について XRD、STEM - EDS それぞれから得られた値に高い相関がみられる傾向にある。しかし試料 1 には相関がみられない。この問題を検証するために、STEM - EDS の定量分析方法、試料構造や STEM - EDS の空間分解能を加味した測定方法等を検討中である。

表3 STEM - EDS 測定より得た InAs / GaSb 超格子薄膜の組成

試料	Ga (%)	As (%)	In (%)	Sb (%)
1	63.0	54.1	37.0	45.9
2	56.4	71.1	43.6	28.9
3	48.1	52.1	51.9	47.9

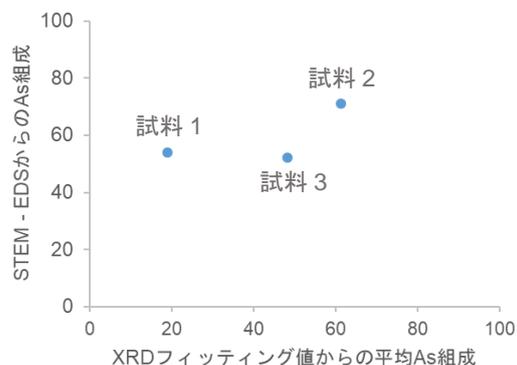


図3 XRD フィッティング値および STEM - EDS 測定からの平均 As 組成の相関

### 3. まとめ

今回、XRD による InAs 基板上的 InAs / GaSb 超格子における InAs 層、GaSb 層への As、Sb の混入量の見積りとして、膜厚の異なる 13 サンプルの XRD の 0 次ピークを用いたフィッティングを行い、As、Sb それぞれの組成を求め、それらの値を用いて InAs / GaSb 超格子 1 層の平均 As、In 組成を算出した。また、STEM - EDS による簡易定量分析を行い、InAs / GaSb 超格子全体の組成を求め、XRD と同様に平均 As 組成を得た。これらの値を比較し 2 サンプルについて相関がみられる傾向にあることが確認できた。しかし、1 サンプルについては相関がみられなかったため、今後この試料の再測定を含む複数のサンプルの測定を行い検証を進める予定である。また、STEM - EDS による定量分析では、試料加工時のダメージや、観察時の試料汚染、試料の厚み等の影響による定量分析結果の変動という課題もある。そこで、これらを補完するために、二次イオン質量分析 (SIMS) や X 線光電分光法 (ESCA) 等の測定を行うことも検討中である。

### 謝辞

本検討における透過電子顕微鏡試料作製、観察および STEM - EDS 測定に関する技術習得は、文部科学省 設備サポートセンター事業 (H29~31) の一環として実施した。