

強磁場下における半導体中の転位・不純物反応 -磁場中その場観察実験装置による解明-

Dislocation-impurity interaction in semiconductors under magnetic field -In-situ experimental results-

東北大金研 米永一郎、高橋弘紀

I. Yonenaga and K. Takahashi
Institute for Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

半導体の高性能化に向けた課題の一つデバイスの機能である電氣的・光学的特性の不均一性や劣化の原因となる転位欠陥の発生と増殖を制御することであり、実際その要請の元で半導体中の転位の動特性に関する研究が広範に発展し、転位の運動に対する熱（温度）、力、電流、光などの外場や、さらに例えばシリコンでは酸素、ボロンなどの各種の不純物の影響などが解明された [1,2]。その知識は今日の無転位半導体結晶の育成や不純物との反応による欠陥制御技術の基盤となっている。

半導体中の転位は原子間の結合が切れた状態であり、バンドギャップ中にアクセプターないしドナーレベルを誘起する。そのため転位は種々の電氣的特性を示す。さらに、転位欠陥は電場の下でその運動が促進され、またその自己増殖過程を通じて素子の性能の劣化の引き金となる。これらの知識に比べ、それらの電荷状態を伴う転位が磁場の影響のもとでどのような特性を示すかについては、これまで利用可能な強磁場がないため、ほとんど調べられなかったが、近年イオン結晶における磁場下での軟化現象からの類推で注目され始めている [3-6]。

われわれはシリコンや、青色発光・レーザー素子、磁性半導体として開発されている窒化ガリウムなど各種の半導体を対象に、転位の運動が磁場下において促進又は抑制されるか、さらに各種の不純物と転位との相互作用が強磁場の影響を受けるかについて実験・理論の両面から解明することを目的として研究をスタートした。そして、昨年度までに、シ

リコン結晶について、その転位と主要不純物である酸素およびリンとの相互作用を調べた。不純物酸素は転位が発生中心からマクロに発生する過程で、転位に優先的に集積し、析出物を形成することで転位を固着し、結果、その発生を抑制することが知られている。ところが、磁場強度を 10T のもとで、室温、500°C、650°C、および 700°C において、処理時間 2 時間までの磁場処理を施すと、転位が発生中心から発生する段階で、上述の不純物酸素が転位に集積して転位を固着する効果を低下させることを見出した [7-11]。さらに、不純物リンについても、その磁場印加による転位固着現象を調べ、酸素不純物とは特徴を異にするが、磁場強度の増加とともに転位の固着力が増加することを得た [12]。これらの研究は、転位欠陥の発生に対する不純物の影響について、強磁場での事前処理がどのような効果を有するかを評価したものである。本年度はその現象について、磁場環境下で実際に運動を行っている転位に対する効果を調べた。ここではシリコン結晶を用いて行った“その場観察実験”の結果を報告する。

2. 実験

実験では、最大荷重 20 N を負荷できる三点曲げ変形試験装置を製作し、それを最高 800°C まで加熱できる高温加熱装置内に装着し、東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センターの 10T-CSM のボア部分にセットした。なお、磁場による浮遊効果を避けるため可動部分は非磁性材料から準備した。

実験に用いた試料は、帯溶融 (FZ) 法で育成した高純度シリコン結晶 (n 型、リン不純物濃度 $2.5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) とチョクラルスキー (CZ) 法で育成したシリコン結晶 (p 型、ボロン不純物濃度 $1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) であった。尚、結晶中に固溶した酸素濃度は FZ 結晶では 10^{15} cm^{-3} 以下であり、一方 CZ 結晶では $1.1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ であった。

各結晶から大きさが $2 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 16 \text{ mm}$ の短冊状の試料を切り出した。試料表面は (111) 面、長軸方向は [1-10] に平行である。あらかじめ転位の発生中心となるように室温で試料表面中央に長軸方向に沿ってダイヤモンド針で傷を導入した後、高温加熱変形装置にセットし、それをさらに強磁場発生装置内に装着した後、アルゴン気流中で、種々の磁場強度下で高温に加熱し、所定の温度になった段階で試料に所定の荷重を印加した。所定時間後、除加重、室温への冷却、磁場解除を行った。また、試料に荷重を印加したまま加熱・冷却することを行った。

室温に冷却した後、それらの試料中の転位を検出するために、クロム酸・フッ酸混合溶液に浸し化学腐食した。それによって検出された転位について、最初に導入した表面傷から移動した距離を光学顕微鏡で測定することで、転位の発生と運動に関する動特性を定量化した。

3. 実験結果

転位はあらかじめ導入した表面傷から優先的に発生するが、不純物を固溶する、ないし転位へ不純物が析出している結晶では、転位が発生するための臨界の応力が存在する。

Fig. 1 は高純度の FZ シリコン結晶について、温度 650°C での応力と転位の運動速度の関係を示す。運動速度は転位の表面傷からの移動距離を応力印加時間で除して求めた。なお、図中の数値は印加された磁場強度と負荷荷重を示す。磁気浮揚の影響を確認するため、同じ磁場強度で異なる負荷加重で応力-転位速度関係を調べたが、その影響は見いださ

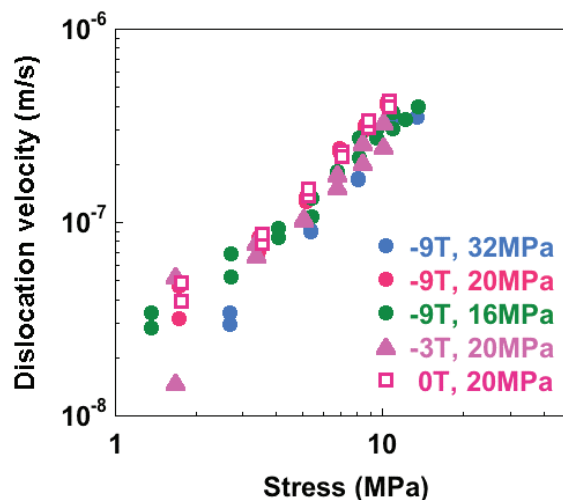


Fig. 1. Velocities of 60° dislocations in FZ-Si at 650°C as a function of the resolved shear stress. Effects of applied magnetic field intensity and applied load are shown.

ないことが分かる。また、この図から、磁場を印加しない (0T)、3T、最大の 9 T の場合について、応力と転位速度の関係はほぼ重複している。このことから、磁場環境は少なくとも 9 T までにおいては、高純度のシリコン結晶中の転位の運動に対して、影響しないと判断される。

同様に CZ シリコン結晶においても、運動を行っている転位の速度は 10 T までの磁場において同じであり、磁場の影響を受けないことが見いだされた。ところが、転位が酸素不純物の固着の影響を受けて発生が抑制される挙動では、これまで我々が磁場処理の影響として見いだしたもの [7-11] と同じ特徴が見いだされた。

Fig. 2 は不純物酸素を固溶するシリコン結晶について、温度 650°C で磁場を印加した状態で 2 時間保持し、その後応力を印加した時の、転位が発生するために必要な臨界応力の磁場強度に対する変化を示す。磁場強度が 3T の状況において、転位が発生するための応力が最大となり、それ以上高い磁場強度では磁場を印加しない場合と同じ発生応力となる。この特徴はこれまで我々が報告した結果 [11] と同じである。すなわち、転位-酸素不純物相互作用

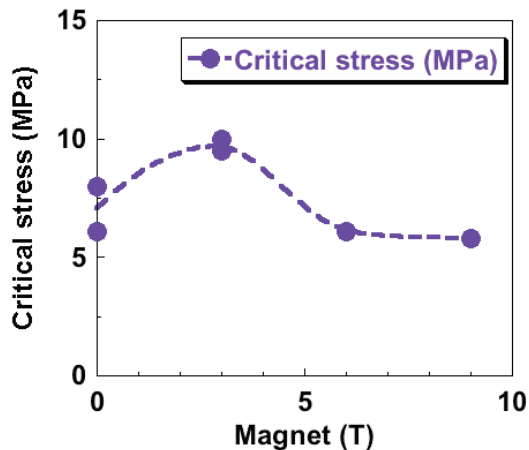


Fig. 2. Variation in the critical stress for dislocation generation of 60° dislocations at 650°C against the magnetic field intensity in CZ-Si.

に対する磁場の影響がその場観察実験法でも検証されたことになる。

4. まとめ

シリコン結晶における転位の運動と発生に対する強磁場の影響として、強磁場環境内で転位を運動させる、また不純物と相互作用させるその場実験装置を開発し、実験を行った。結果として、磁場環境を運動を行っている転位に対しては影響しないことが見いだされた。一方、転位と不純物酸素との相互作用に対する影響の特徴はこれまで見いだした結果と一致しており、今回それが検証されたことになる。

参考文献

- 1) K. Sumino and I. Yonenaga, Solid State Phenomena 85/86, 145 (2002).
- 2) I. Yonenaga, Solid State Phenomena 95/96, 423 (2004).
- 3) E. V. Darinskaya, E. A. Petrzhiik and S. A. Erofeeva, J. Phys.: Condens. Matter 14, 12883 (2002).
- 4) M. V. Badylevich, Yu. L. Iunin, V. V. Kveder, V. I. Orlov and Yu. A. Osipyan, Solid State Phenomena 95/96, 433 (2004).
- 5) V. I. Al'shits and E. V. Darinskaya, JETP Lett. 70, 761 (1999).
- 6) V. I. Al'shits, E. V. Darinskaya and M. V. Koldaeva, Phys. Solid State 43, 1703 (2001).
- 7) 米永一郎、兎澤逸平、高橋弘紀、東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センター平成 15 年度年次報告書、p. 144.
- 8) 米永一郎、兎澤逸平、高橋弘紀、東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センター平成 16 年度年次報告書、p. 151.
- 9) I. Yonenaga and K. Takahashi, J of Physics: Conf. Ser. 51, 407 (2006).
- 10) I. Yonenaga and K. Takahashi, J. Appl. Phys. 101, 053528 (2007).
- 11) I. Yonenaga, K. Takahashi, T. Taishi, and Y. Ohno, Physica B, 401-402, 148-150 (2007).
- 12) 米永一郎、高橋弘紀、東北大学金属材料研究所強磁場超伝導材料研究センター平成 18 年度年次報告書、p. 161.