

VB サファイア結晶中の W インクルージョンの形成機構の検討

The formation mechanism of W inclusions in VB-grown sapphire crystal

○杉本 圭¹、太子 敏則²、干川 圭吾¹(1.信州大工, 2.信州大環境エネ研)

○Kei Sugimoto¹, Toshinori Taishi², Keigo Hoshikawa¹(1.Shinshu Univ.(eng), 2.Shinshu Univ.)

E-mail: taishi@shinshu-u.ac.jp

【緒言】 GaN ベースの白色 LED の基板や窓材として使用されるサファイア結晶の品質に影響を与える微小欠陥には、転位、気泡、ボイド、インクルージョンなどがある。Danko らはサファイア結晶中の microparticle に関して報告しており、サイズは $5\sim 15\mu\text{m}$ であり、形状は立方体、組成は AlAl_2O_4 であると推測している¹⁾。一方、我々は垂直ブリッジマン(VB)法により育成したサファイア結晶中に観察される、microparticle と形状、大きさ共に非常に似たインクルージョンについて、組成はタングステン(W)であり、形状は立方体状及び不定形があり、種子付け界面付近に存在することを報告した²⁾。本研究では、VB 法におけるサファイア結晶成長におけるインクルージョンの形成過程を検証し、形成機構を検討した。

【実験方法】 表面酸化膜を意図的に形成した W プレートを用意し、その上にサファイアを置き、サファイア融点 2050°C のところ真空下約 1500°C で 3 時間加熱処理を施した。実験後サファイア結晶表面を、光学顕微鏡、SEM により観察し、組成は EDS 分析により評価した。

【結果と考察】 図 1 に表面酸化膜を形成した W プレート上で加熱したサファイア結晶側面の SEM 写真を示す。サファイア表面に白い付着物が多数確認することができた。一方、酸化膜を除去した W プレートを用いて同実験を行ったサファイア結晶表面には、付着物は確認できなかった。また、図 1 の赤枠線部の EDS 分析結果を図 2 に示す。白い付着物は W であることが分かった。

上記の結果から、炉内昇温中にサファイア表面に W 付着物が形成され、W 付着物の発生は W プレート表面の酸化膜の有無に依存することが分かった。VB 結晶育成では、育成前の原料融解の際にるつぼの内壁酸化に由来して原料表面に形成される W 付着物が融液中に入り、それらがサファイア融液よりも比重が大きいため沈降することにより、W インクルージョンとして種子付け界面に多く存在していると考えられる。

【参考文献】

- 1) A. Ya. Danko et al., Func. Mater. 10 (2003) 217-223.
- 2) 杉本圭他, 第 44 回結晶成長国内会議, 06pC02.

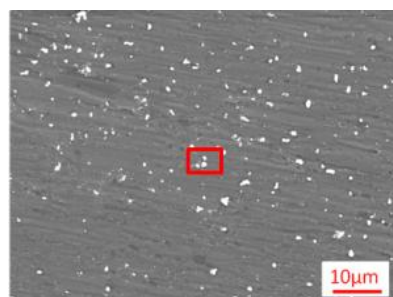


図 1 実験後のサファイア結晶表面 SEM 写真

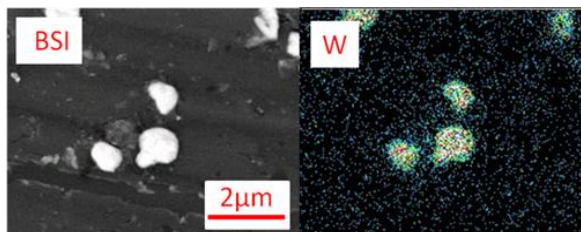


図 2 図 1 赤枠線部の EDS 分析結果