Na フラックス法における電気抵抗測定を用いた結晶成長に伴う溶液状態変化のモニタリング

In-situ monitoring of Na-flux crystal growth by electrical resistance measurement

阪大工 1,阪大院工 2, 阪大レーザー研 3
○(B)糸澤 孝一 1, (M1)Ricksen Tandryo2, 村上 航介 2, 今西 正幸 2, 吉村 政志 3, 森 勇介 2
Sch. of Eng. Osaka Univ. 1, Grad. Sch. of Eng.Osaka Univ. 2, ILE , Osaka Univ.3
○Koichi Itozawa1, Tandryo Ricksen2, Kosuke Murakami2,
Masayuki Imanishi2, Masashi Yoshimura3, Yusuke Mori2
E-mail: itozawa@cryst.eei.eng.osaka-u.ac.jp

【はじめに】Na フラックス法では、高温、高圧、腐食性ガス雰囲気という過酷な成長環境により成長過程の観察が困難であった。しかし、GaN ウエハを量産するために育成プロセスの安定化は必須であり、安定性の向上のためには、成長中の溶液状態の変化を観察する技術が必要である。そこで 4 端子測定法を用いてフラックスの電気抵抗を測定することにより、間接的に窒素溶解量の定量化を行なってきた[1]。本研究では、フラックスの電気抵抗を測定しながら結晶成長を行うことで、成長に伴うフラックス状態の変化をモニタリングすることに初めて成功したので報告する。

【実験と結果】微小抵抗を持ったフラックスの電気抵抗を測定するために 4 端子測定法を用いて測定を行った。途中で種基板(GaN/Sapphire)の浸漬を行うディッピング法によって結晶を成長させた場合と、結晶成長を行わなかった場合のフラックスの電気抵抗測定をそれぞれ行った。実験条件はどちらも温度 870oC、窒素圧力 4 MPa である。種結晶有り、無しでの抵抗測定結果をそれぞれ Fig. 1、Fig. 2 に、前者の条件で育成した結晶を Fig. 3 に示す。今回の実験で、結晶成長と電気抵抗測定を両立させることに初めて成功した。どちらの条件でも抵抗値の減少する領域が存在するが、それは炭素添加による影響であると考えている[2]。結晶成長を行わなかった場合、抵抗値は連続的に増加した。一方、測定開始から 24 時間後に基板を浸漬させると、瞬間的に抵抗値が増加し、その後 40 時間付近で減少し始めた。この変化は基板の浸漬を行わなかった場合には確認されず、基板を浸漬させた場合にのみ確認されたことから、基板の浸漬及び成長に起因する溶液状態変化による影響だと考えられる。この抵抗値の変化に関する詳細は当日報告する。以上より、フラックスの電気抵抗を測定しながら結晶成長を行うことで、溶液状態のモニタリングが可能となり、育成プロセスの安定化が期待できる。

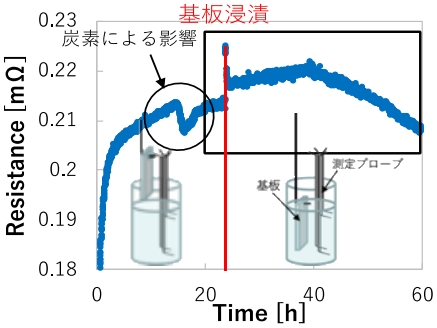

Fig. 1 Resistance profile of flux exposed to nitrogen gas in the case of growing crystal with dipping method.

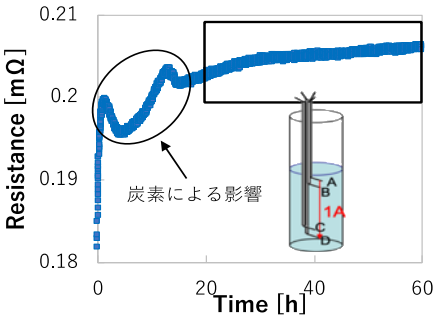

Fig. 2 Resistance profile of flux exposed to nitrogen gas

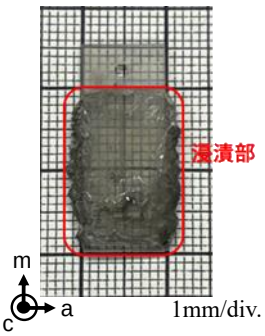

Fig. 3 Optical image of grown crystal after in-situ monitoring.

参考文献

[1] R. Tandryo *et al*., Appl. Phys. Express **12**, 065502 (2019)
[2] 糸澤他, 第 2 回結晶工学×ISYSE 合同研究会, 1P02

謝辞
本研究は JSPS 科研費 18K14138（若手研究）の助成を受けたものです。