

修士論文

低温でのイオン注入によって化合物半導体 GaSb 表面に
形成されるセル状構造とその形成機構

Cellular Defect Structure Formed on GaSb Surface by Low Temperature
Ion-Implantation and Its Formation Mechanism

高知工科大学 大学院 工学研究科

基盤工学専攻 博士課程前期(修士) 材料開発コース

新田 紀子

2002 年 3 月

「低温でのイオン注入によって化合物半導体 GaSb 表面に
形成されるセル状構造とその形成機構」

目次

第1章	緒言	1
第2章	セル状構造の発見	
2-1	実験	4
2-2	実験結果	6
2-2-1	TEM 観察	6
2-2-2	EDX で求めた局所組成	6
2-2-3	表面 FE-SEM 像	7
2-2-4	表面欠陥構造の詳細な解析	8
2-3	考察	9
2-3-1	表面欠陥構造	9
2-3-2	表面欠陥構造の形成機構	10
2-4	結論	13
第3章	形成機構の確認	
3-1	はじめに	22
3-2	実験	23
3-3	実験結果	24
3-3-1	注入量依存	24
3-3-2	基板温度依存	25
3-4	考察	27
3-5	結論	29

第4章	InSb 表面に形成されるセル状構造	
4-1	はじめに	38
4-2	実験	39
4-3	実験結果	40
4-4	考察	41
4-5	結論	42
第5章	総括	46
参考文献		48
本研究に関する研究業績		50
謝辞		52

第1章 緒言

電気伝導の型と導電率を制御する技術として、Si 半導体で確立されたイオン注入法は、1970 年代後期から、化合物半導体への応用が図られるようになる。実用上の主要な問題は、注入によってできる欠陥とその形成条件、そしてそれを除去するための熱処理条件を明らかにすることである。この流れの中での基礎的な研究は、1969 年の Mazey と Nelson による報告¹⁾を最初とする。その後 10 年近くの空白を経て、1970 年代末から 1980 年代にかけて、特に GaAs を対象としてラザフォード後方散乱 (RBS) や透過型電子顕微鏡 (TEM) による研究が、主としてアメリカのグループによって活発になされた²⁻¹⁰⁾。この活性化は、高い電子移動度をもつ GaAs が次世代高速演算デバイスの中心的な半導体材料と期待されたことによる。1980 年代から研究対象は照射損傷に耐性の強く宇宙空間での利用が期待される InP¹¹⁻¹⁴⁾、すでに発光ダイオードとして利用されている GaP²³⁾、長波長レーザーとして有望な GaSb²²⁻²⁵⁾ など、ほとんどの III-V 族化合物半導体に広げられた。

1980 年代中期には、主として GaAs に関する研究の集積から、化合物半導体中のイオン注入欠陥の形成とその回復(再結晶)過程は、以下のように説明された¹⁶⁾。高ドーズのイオン注入を行なうと、損傷エネルギーが臨界値(通常マトリクス 1 原子あたり、そのはじき出しのしきい値程度)以上蓄積された領域は非晶質化する。この非晶質層は比較的低温(673 K 程度)の熱処理によって下地に対して固相エピタキシャル再結晶するが、そのあとに数原子層と極めて薄い微小な双晶(マイクロツイン)が残される。

しかしながら、損傷エネルギーが非晶質形成を支配するというこの図式は、余りに単純化されていることが、1980 年代末から明らかになってくる。Taniwaki 等は、GaAs-100 keV Sn⁺¹⁷⁻¹⁹⁾、InP-40 keV Fe⁺¹⁹⁾、GaAs-40 keV Fe⁺¹⁸⁻²⁰⁾の実験結果から、非晶質形成の要因として、注入の結果試料表面層に導入される応力の効果をあげた。前の二つの系では、蓄積された損傷エネルギーが、マ

トリクス 1 原子あたりはじき出ししきい値の 1/10-1/100 程度でも非晶質化されていることを見出し、この結果を、非晶質/マトリクス界面の応力が非晶質化に大きく寄与しているとして説明した。GaAs-40 keV Fe⁺では注入したままの試料表面層に、通常再結晶過程であらわれるとされるマイクロツインが形成され、注入量が多くなるとこの領域は非晶質化することを観察した。このこともまた、非晶質層の形成に応力が大きな役割を与えていることを示している。

さらに GaSb と InSb のイオン注入では、他の化合物半導体では見られない異常な現象—盛り上がり (elevation)、あるいは膨張 (swelling)—が観察された。最初の発見は 1957 年に溯る。Kleitman と Yearian²¹⁾は、重水素イオン照射した GaSb と InSb の表面が盛り上がることを干渉計で観察した。1986 年、Homma²²⁾は反応性の高い Cs イオンを低エネルギーで GaSb に照射しながら SIMS 測定した場合、表面に特異なフィラメント状の組織からなる微細構造ができ、照射量を増加すると、侵食されクレーターができることを観察した。1988 年、Pearson 等²³⁾は、InAs、GaSb、GaP に Si、Mg をイオン注入した時に形成される欠陥のキャラクタリゼーションとその除去を試みた研究の中で、注入した GaSb のアニール後の表面には、粒径 17nm ぐらいの閃亜鉛鉱型 GaSb の多結晶が残されることを観察している。1991 年 Callec 等²⁴⁾は、GaSb にイオン、加速電圧、照射量(ドーズ量)を変えて照射して、照射された領域の盛り上がり高さを調べるとともに、断面構造を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。照射表面の盛り上がりが生じるための臨界注入量が非晶質化のそれと等しいことから、彼らは、盛り上がりは非晶質化の後に生じるのではないかと考えた。さらに 1993 年、Callec と Poudoulec²⁵⁾は注入欠陥が試料内部だけに形成されるようなイオン注入を行った GaSb の TEM 観察結果から、swelling (盛り上がり)に相当)はボイドとマイクロツインの形成とともに始まると述べている。

本研究では GaSb に低温で Sn⁺をイオン注入し、その欠陥形成と構造変化を、主として断面 TEM で調べた。この研究の当初のねらいは、イオン注入した GaSb の異常な挙動に焦点をあてたものではなく、GaAs、InP の研究¹⁷⁻²⁰⁾を引き継いだものであった。すなわち、非晶質形成の要因としては、

上記した応力以外にも、注入中に同時に起きるアニーリング、III-V族元素の組み合わせ(たとえば質量差)、注入イオン種などが考えられ、これらの影響を検証しようとしたものである。また相変態など、イオン注入による新しい効果をも期待した。本研究では、注入中のアニーリングを避けるために、イオン注入は低温で行ない、さらに照射効果を高めるため、注入イオンとして質量数の大きい Sn、化合物半導体として質量差の大きい元素の組み合わせ GaSb を選んだ。

第2章 セル状構造の発見

2-1 実験

住友電工社製 Teドープ n 型化合物半導体(100)GaSb ウエファーの鏡面に 60 keV の Sn⁺イオンを注入した。試料は 3 つあり、それぞれの注入量と基板温度は次の通りである。透過型電子顕微鏡用試料は、基板温度 153 K、注入量 8.9×10^{14} ions/cm² である。走査型電子顕微鏡用試料は基板温度、注入量はそれぞれ 151 K、 4.0×10^{14} ions/cm² と 150 K、 1.2×10^{15} ions/cm² である。注入したままの表面構造の SEM 観察は、特に金属コーティング等はせず、電界放射型走査型電子顕微鏡(FE-SEM) (JEOL JSM-6400F)によって行なった。

断面 TEM 観察用のサンプルは以下のようにして作製した。試料を二つに切断し、注入面を向かい合わせてエポキシ糊で貼りあわせた。その両側にさらに 0.5 mm 厚の Si 単結晶ウエファーを貼った。超音波カッター(GATAN 社製超音波ディスク・カッター Model 601)で、貼りあわせ面が円の中心になるように、φ2 mm の円柱に打ち抜き、これを内径 φ2 mm、外径 φ3 mm の真鍮円筒に埋め込み、エポキシ糊で固めた。それをダイヤモンドカッターで、1 mm 厚程度に切断し、手研磨によって、0.4 mm 厚にした。さらに、ディンブラー(VCR グループ社製ディンブラー MODEL 500)で、深さ 0.2 mm の窪みを作り、これを GATAN 社製モデル 691 PIPS 精密イオンポリッシングシステムでイオンミリングし、接着部を薄膜化し、これを断面 TEM 観察用サンプルとした。

電界放射型透過電子顕微鏡(FE-TEM) (JEOL JEM-2010F)によって、イオン注入領域近辺断面の明・暗視野、高分解能像、制限視野回折像を観察し、これを通常 TEM フィルムに記録した。試料表面に形成された欠陥の局所的な組成をエネルギー分散型 X 線分光(EDX) (OXFORD 社製 Link ISIS)で調べた。分析時の電子ビームの径は φ20 nm であった。局所的な構造は、イメージングプレートに記録した直接倍率 100 万倍の高分解能像をフーリエ変換し(FUJIFILM 社製の画

像処理ソフト L PROCESS を使った)、これから回折像を求めた。このときフーリエ変換した領域面積はすべて $13 \text{ nm} \times 13 \text{ nm}$ である。

2-2 実験結果

2-2-1 TEM 観察

試料(注入量 8.9×10^{14} ions/cm²、基板温度 153 K)を断面 TEM 観察した時の明視野像と制限視野回折像を Fig. 2-1 に示す。この試料の観察面は(110)である。イオン注入した GaSb 表面には、非常に特徴的な欠陥構造が形成されている。貼りあわせた糊の下に、比較的明るい領域がある。その下(試料奥)に比べて厚さが薄く見える。表面からの深さは約 220-250 nm であり、これは Sn イオン飛程の 30 nm (Fig. 2-2)の 10 倍近くもある。この領域の中には、筋状のやや黒いコントラストの組織が、マトリクスから伸び、だいたい同じ方向に並んでいる。マトリクスの上部には、厚さ 50 nm 程度の、強く歪みを受けた黒い領域が形成されている。この下のマトリクス 20-30 nm ぐらいの深さまで、5 nm ぐらいのサイズの点欠陥集合体が観察される。なお、ここで観察した欠陥構造と同様の組織は Sn⁺を注入した InSb の表面にも観察されている¹²⁾。

このような明るい領域の中に黒い筋状組織が観察される理由として、結晶構造の変化、あるいは組成の違いが生じている可能性がある。制限視野回折像では、閃亜鉛鉱型 GaSb の回折斑点(スポット)とアモルファスハロー以外は観察されず、試料を顕微鏡内で傾斜しても白、黒のコントラストは変わらなかったため、結晶構造が変化している可能性はない。次に、組成が変化している可能性を検証するために、この部分の局所組成分布を EDX によって調べた。

2-2-2 EDX で求めた局所組成

Fig. 2-3 は局所的な EDX スペクトルである。スペクトル右の写真(明視野像)に分析点を示す。A の部分は断面 TEM 試料作製時に使用したエポキシ糊の部分に相当し、B が試料最表面以下アルファベット順に奥にすすみ、H は注入の影響を受けていないマトリクスである。図に示しているス

ペクトルはこれら(A-H)のうちの一部である。マトリクス(H)では、この化合物半導体の構成元素である Ga と Sb の強いピークが観察される。注入原子である Sn は Sb のピークと重なっているため識別が困難である。それ以外の元素たとえば炭素 C はまったく検出されなかった。歪み領域(F)では、Ga と Sb の強度は減少し、C のピークが強くなっている。明るい領域ではこの傾向はさらに強い。糊(A)の部分では Ga、Sb、Sn はまったく検出されず、エポキシ糊の主成分である C のピークがほぼ 100%であった。酸素 O は C の強いピークに隠れてほとんど検出できない。

上記結果は、TEM 試料作製時に使用した表面のエポキシ糊が明るい領域に入り込んでいることを示している。このことから、表面の欠陥構造は表面側が開いている、すなわち天井が抜けた多数の筒状の組織が集合しているのであろうと考えた。当初、明るく見える部分と黒く見える部分では、組成あるいは構造が違う可能性を考えしたが、回折像および EDX の結果から、これは否定された。このコントラストの差は試料厚さによるものと考えられる。すなわち、明視野像で明るく見える領域は、筒状に空洞が存在していて、実質的な試料厚さが薄いところであり、その中でやや黒く見えるところは筒の壁が紙面にほぼ垂直なところであると考えられる。

2-2-3 表面 FE-SEM 像

これまで述べた結果から、表面には天井が抜けた多数の筒状の空洞からできた欠陥構造が形成されていると予想した。それを確認するために、注入したままの表面構造を FE-SEM で観察した。Fig. 2-4 にそれを示す。基板温度 150 K、注入量 1.2×10^{15} ions/cm² である。表面には、予想どおり蜂の巣のような構造—薄い壁で囲まれたたくさんの穴からできた構造—が観察された。穴の密度は 3×10^9 /cm² である。

2-2-4 表面欠陥構造の詳細な解析

電子顕微鏡による直接的な微小領域電子線回折ではスポットサイズが大きく、局所的な構造解析ができなかった。そこで蜂の巣状構造の高分解能像を表面からマトリクスにかけて 4 視野イメージングプレートに撮影し、25 点でフーリエ変換を行ない局所的な回折像を得た。Fig. 2-5 に、このようにして得られた代表的な高分解能像とその回折像を示す。結晶性を示すスポットは蜂の巣状構造の上部では見られないが、表面からの深さ 220 nm あたりから見え始め、下部に行くときさらに明瞭になる。これらのスポットはマトリクスの単結晶スポットと同じ位置にあらわれている。また、深さ 220 nm から歪み領域にわたって[111]晶帯軸に対称にエキストラスポットが観察され、双晶が形成されていることが確認された。

Fig. 2-6 は、EDX で求めた局所的な元素組成 (Ga、Sb、Sn) の深さ方向分布である。糊を除外して欠陥構造だけの組成を知りたいために、ここでは炭素 C を除いて解析した。なお、縦軸は、較正されておらず、組成の絶対値はわからない。表面ほど Sb に比べて Ga の濃度が高くなっており、最大 1.5 倍近くになっている。Sn に関しては、そのピークは Sb に重なっており、さらに強度が弱いことから確かなことは言えないが、歪み領域と最表面で約 1% の Sn 濃度が検出されている。

2-4 考察

2-3-1 表面欠陥構造

SEM および TEM 解析の結果から求めた欠陥構造を模式的に示す。Fig. 2-7 は Sn^+ イオンを $8.9 \times 10^{14} \text{ ions/cm}^2$ 注入した GaSb 表面に形成された欠陥構造である。左の図は注入面を上部から見たもので、右図は垂直断面図である。穴の数密度は約 $3 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 、巣穴のサイズは径が 50 nm、深さが 250 nm、壁の厚さは 10 nm 程度である。壁は上端から 220 nm までは非晶質で、その下は結晶性があらわれている。また欠陥構造の下のほうに、50 nm 程度の厚さの損傷領域(強く歪みを受けた領域)が形成されている。この幅は Sn のイオン飛程と同程度である。壁の下部から損傷領域にかけてマイクロツインが認められる。壁の上部は、Sb に比べて Ga のほうが高濃度になっている。

本研究で観察された Sn^+ イオン注入した GaSb 表面の欠陥構造の形成は、通常のイオン注入をした化合物半導体の挙動では観察されない特異なものである。これは、1957 年の Kleitman と Yearian 以来、GaSb(あるいは InSb)で観察されてきたスウェリング⁷⁻¹¹⁾と関係のある現象と考えられ、欠陥構造にも類似点がある。Callec 等²⁴⁾は GaSb の盛り上がり部分を劈開し断面を SEM 観察し、盛り上がりの内部にはたくさんの穴ができスポンジのようになっていることを報告している。しかし、この構造には表面に“皮”があり、表面組織の形状としては似ていない。蜂の巣状構造は、Homma²²⁾が SEM で観察した室温、14.5 kV Cs^+ 照射初期の GaSb 表面のフィラメント状微細構造と比較的似ている。

化合物半導体ではないが、イオン照射された Ge 表面の SEM 像、断面 TEM 像に、本研究と良く似た欠陥構造が観察されている。Wilson²⁷⁾は Ge に 50 kV で加速したセルフイオン (Ge^+) を高濃度にイオン注入し、ドーズ量 $4 \times 10^{15} \text{ ions/cm}^2$ で直径 40 nm 程度の穴ができ、注入量が増加すると径は 120 nm ぐらいまで粗大化し飽和することを観察した。Appleton 等²⁸⁾は室温で Ge に 120 kV

で加速した In を注入し、表面の構造変化を断面 TEM で観察している。非晶質化した後もさらに注入を行なうと、クレーターができ、 5×10^{15} ions/cm² 注入でこの層の厚さは 20 nm までに成長していた。

2-3-2 表面欠陥構造の形成機構

表面欠陥構造の形成機構として、(1)イオン注入によって GaSb が削られ深い穴ができる、(2)壁が気相成長する、(3)壁が固相成長する、以上の 3 つの可能性が考えられる。

3 つの機構のうち(1)の機構は以下の理由でほとんど可能性がない。SEM および TEM の観察結果から、内径(50 nm)に比べて非常に深い(250 nm)穴が形成され、しかも穴と穴を隔てる壁の厚さは均一であることが示されている。このように一様で深さのある構造が、表面原子数とほぼ同程度の高密度イオン注入の直接損傷によって形成されるとは考えにくい。系は異なるが、本研究で得られたものともっともよく似た構造が形成された Appelton の実験²⁸⁾では、スパッターなしで壁が発達している。すなわち、彼らはいったん非晶質化した Ge 上に Al 蒸着した後、再度 In イオン注入して、Al と Ge の間に壁が成長し Al はそのとき持ち上げられていることを確認している。次に (2)の機構が成立するためには注入中の試料近傍の空間に Ga あるいは Sb の蒸気が供給されていなければならない。しかし試料は 150 K に冷却されており、基板の構成元素が蒸発することは考えられない。それゆえ壁が気相成長する可能性も除外できる。結局、欠陥構造形成機構として可能性のあるものとして、(3)壁の固相成長、が残る。

Fig. 2-8 に、著者等の考える形成メカニズムを示す。まず、後述する理由で注入の比較的早い時期に試料表面に盛り上がった所と窪んだ所ができるとする。Sn⁺イオンの注入によって、試料表面近傍(50 nm 程度の深さまで)には原子空孔と格子間原子が形成されるが、これらの欠陥はかなりの部分が合体消滅するものの一部は生き残る。盛り上がった所では、表面が近いので生き残った

欠陥も近くの表面に逃げほとんど消滅する。窪んだ所では、形成された原子空孔は近傍に留まるが、格子間原子は低温でも移動度が大きいいため、比較的遠くに移動する。盛り上がった所の下に、周りの窪んだ所から流れ込んだ格子間原子は上昇してさらに表面を盛り上がらせ、壁が形成される。窪み近傍に残された空孔は、注入が続く間に表面に逃げる可能性もちろんある。これは窪みをさらに深くする。このようにして、蜂の巣状の欠陥構造が形成されると考える。

これまでに得られている実験結果が、上記の機構で説明できるか以下に検討する。マトリクスの上部(空洞欠陥の下)に厚さ 50 nm の強い歪みを受けた損傷領域ができているが、この厚さは、Ga および Sb のはじき出ししきい値として 6.2 eV、7.5 eV²⁹⁾を採用して、TRIM コード³⁰⁾によって解析して求めた点欠陥形成領域にほぼ相当する厚さである。このことは、空洞の底が注入中の実質的な表面であり、表面原子のスプッター、蒸発あるいは壁への表面拡散はほとんど生じていないことを示している。それゆえ、壁の成長に必要な原子は壁の下から供給されていると考えられる。

次に欠陥構造の形成に必要な点欠陥の量的な検討を行なう。試料 1 で基板単位面積(1 cm²)あたりに形成される壁の体積は、 1×10^{-5} cm³ であり、これを構成する原子数は、およそ 3×10^{17} 個である。TRIM コード³⁰⁾によって解析すると、本実験の場合、基板単位面積(1cm²)あたり 2×10^{18} 個の格子間原子が形成されるが、この約 15%が供給され壁を形成するものと考えるのは不合理ではない(窪みの下に残された空孔が表面に逃げることを考慮すると、この量はもうすこし小さくてもよい)。実際イオン注入した GaSb では、ポイドが極めて効率よく生成している¹¹⁾。このことは格子間原子と空孔の合体消滅が他の III-V 化合物半導体(InSb を除く)に比べて起きにくいこと(格子間原子と空孔の移動度の差が大きいこと)を示している。

壁の結晶構造と組成が上部と下部で異なっているが、これも上記の考えを否定しない。壁下部に結晶性が見られ、上部になると結晶性が失われているが、壁は当初結晶性を保ったまま成長したとしても、薄い壁全体は絶え間ないイオン照射にさらされるため、成長とともに非晶質化する。Fig.

2-5 の壁下部の結晶スポットがマトリクスの単結晶スポットと同じ位置にあらわれることは、壁が下地からエピタキシャル成長している可能性が大きいことを示している。また、壁の組成に Ga 濃度が大きいことは、格子間原子の移動度に Ga と Sb で差があるとすると説明できる。

壁の高さ方向への成長は、表面積を大きくしその結果表面エネルギーの増加をもたらすので、通常は考えにくい。しかし、類似する例として金属ウイスカーの成長が古くから知られている。金属ウイスカーは根元から固相成長する。この場合、Frank の考え³¹⁾に従えば、拡散による原子供給と、転位を上昇させるための(原子を成長方向に供給するための)応力が必要とされる。著者等の GaSb-Sn⁺の場合では、これら二つの要因は満たされている。イオン注入によって格子間原子は周辺から絶え間なく壁の下に補給される。また TEM 像から明らかなように、注入領域には強い歪みが観察される。特に、局所回折像に見られるエキストラスポットの存在は、強い応力のため変形双晶が形成されていることを示している。

室温で注入された GaSb の場合臨界注入量が存在する²⁴⁾こと、また Ge ではクレーターが非晶質化した後の表面にできる²⁸⁾ことから、しばしば非晶質化が、スウェリングによる特異な形状変化の必要条件と考えられているが、本研究で提案した機構では特にその必要はない。これらの系では、おそらく壁成長を駆動するのに十分な点欠陥と応力が蓄積されるほどにイオン注入された時、非晶質化の臨界点を越えたのであろう。

最初に窪んだ所と盛り上がった所ができる原因の可能性の一つとして、ボイド形成がある。表面近傍にボイドが形成され、成長し表面と交差することで表面に穴ができる²⁷⁾と主張されている。しかし、格子間原子と空孔の移動度に十分差があれば、注入初期に(10^{15} - 10^{16} ions/m²程度、すなわち 50 nm×50 nm の面積に 1 個のイオンが打ち込まれる程度の注入量)、盛り上がった所と窪んだ所ができる。本研究の TEM 像、SEM 像には、特にボイド機構を強く支持する結果は得られておらず、この適否は、現在進めている注入量の低いところでの研究によって明らかにできると考えている。

2-4 結論

本研究では、150-153 K で(100) GaSb に 60 keV Sn⁺イオン注入を行ない、表面に形成される欠陥の構造と組成を、FE-TEM、FE-SEM、EDX および高分解能像のフーリエ変換で調べ、以下のことを明らかにした。8.9×10¹⁴ ions/cm² 注入した表面には、内径 50 nm 程度の筒状空洞の集合が蜂の巣状に形成され、各空洞は厚さ 10 nm 程度の薄い壁で隔てられている。空洞の深さは約 220-250 nm であり、これは注入イオン飛程の約 10 倍にあたる。空洞を隔てる壁の厚さは 10 nm 程度である。その上部は非晶質であるが、下部の局所回折像にはマトリクスと同じ結晶スポットがあらわれてくる。また Ga 濃度は壁上部で高くなっている。その下には、厚さ約 50 nm の強く歪みを受けた領域がある。この欠陥構造の形成は、GaSb でこれまでに観察された特異な挙動と類似の現象と考えられる。イオン照射によって作られる格子間原子と空孔の移動度の差が大きいことを前提として、この特徴的な欠陥構造の形成モデルを提案し、本研究で得られている実験結果およびこれまでの研究と比較し、その妥当性を検証した。

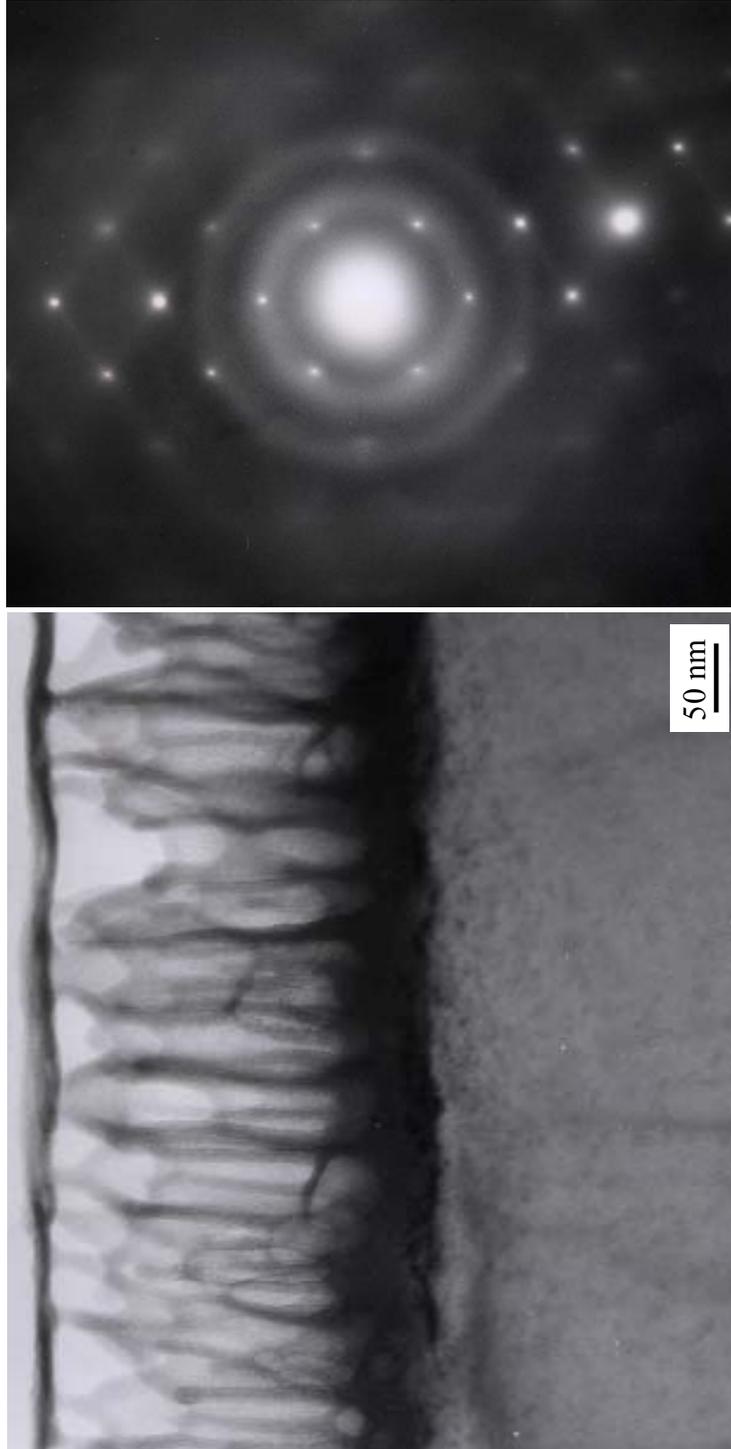


Fig. 2-1. The cross-sectional TEM view (bright field) and the selected area electron diffraction pattern (SAED) of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺ to a dose of 8.9×10^{14} ions/cm² at 153K. Two layers, a bright contrast region from the surface to the depth of 220-250 nm, and a heavy-strain contrast region with a 50 nm thickness under it, are observed. Amorphous halos in SAED originate from the bright contrast region.

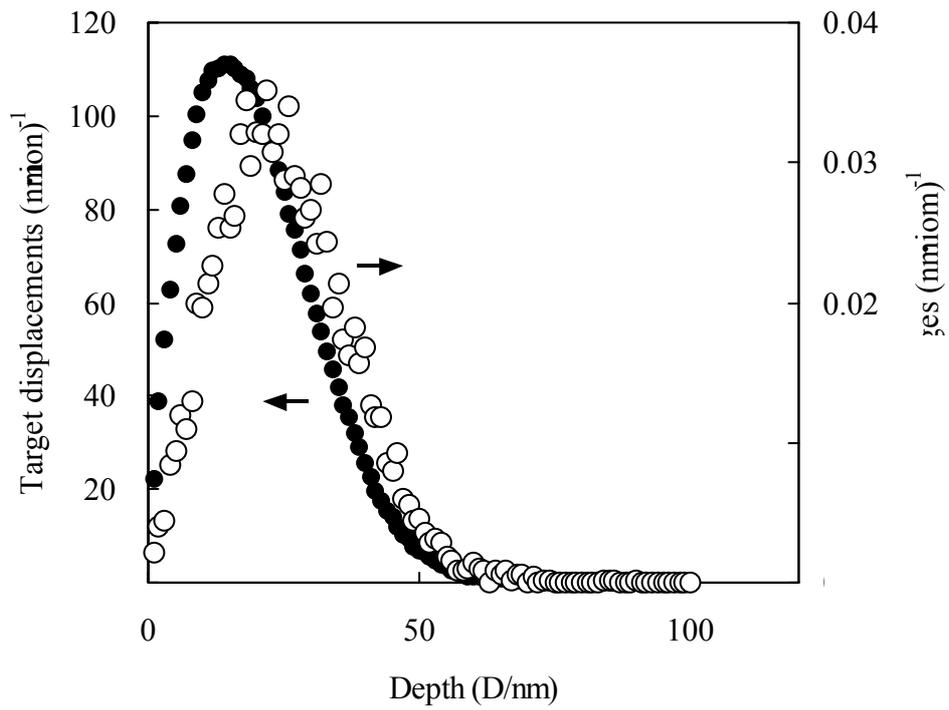


Fig. 2-2. Ion implantation simulation by TRIM code. The peak is about 30 nm from the surface. The ions achieved about 50 nm.

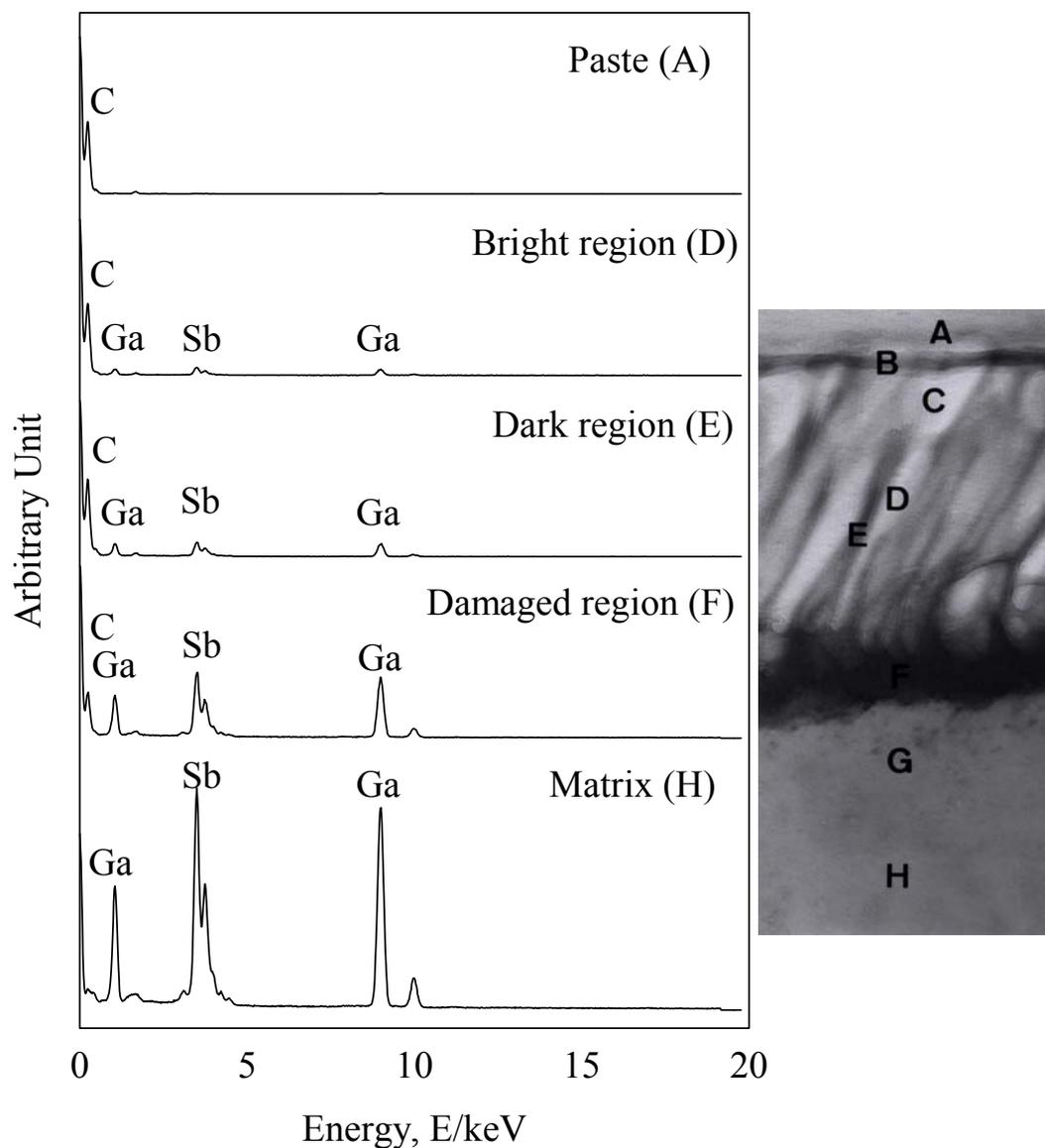


Fig. 2-3. EDX spectra from the local areas ($\phi 20$ nm) in the surface defect structure observed in Fig. 1-1. Analyzed spots (A-H) are shown in the TEM photograph on the right. Ga and Sb peaks are dominant in the matrix (H). Near the surface their intensities decrease and the peak intensity of C becomes strong, which shows that epoxy resin is buried in the surface.

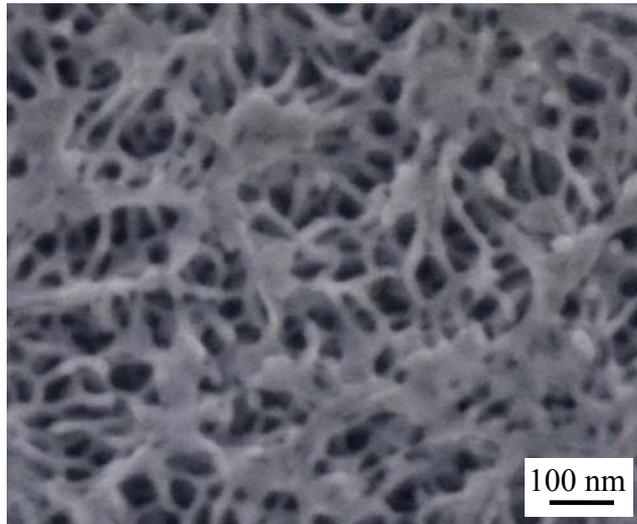


Fig. 2-4. FE-SEM images of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺. A defect structure consisting of cavities are formed; the density of cavity is $5 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ in the sample implanted to the dose of $4.0 \times 10^{14} \text{ ions /cm}^2$.

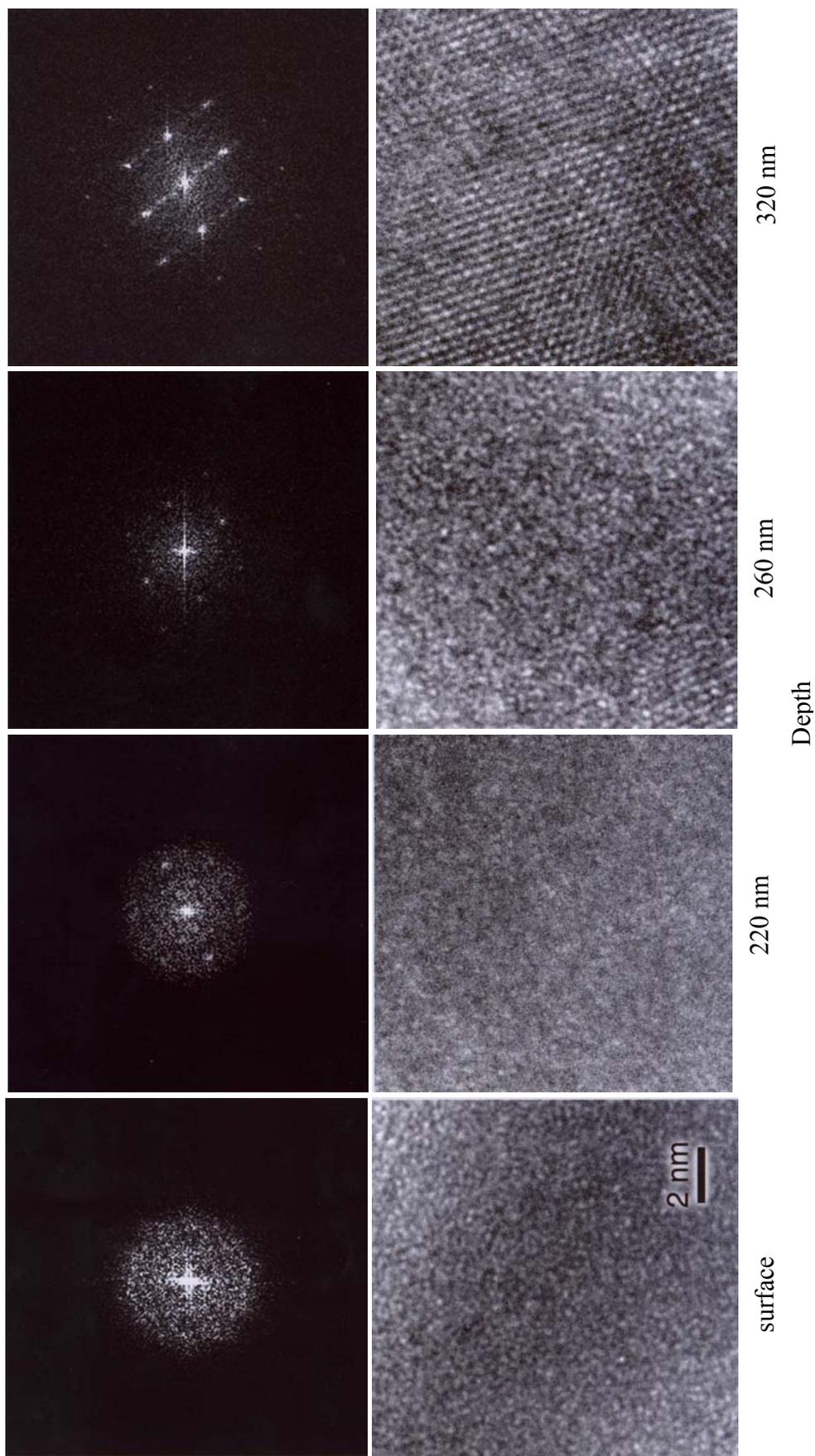


Fig. 2-5. Electron diffraction patterns obtained by Fourier transformation of HRTEM images are shown as a function of the depth from the surface (8.9×10^{14} ions/cm²). The region near the surface is amorphous but the diffraction pattern of the region which is deeper than 220nm reveals crystalline spots coinciding with those of matrix.

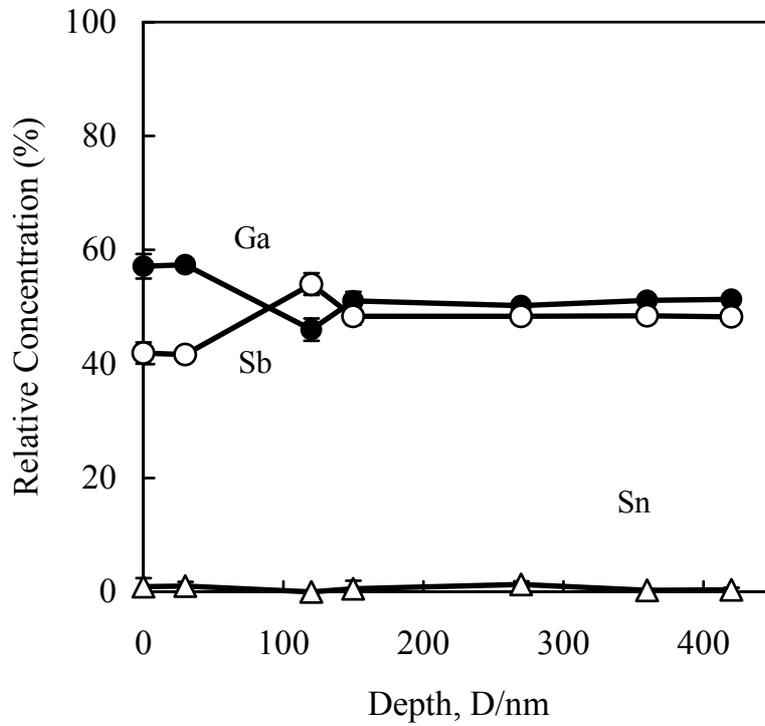


Fig. 2-6. Concentrations of Ga, Sb and Sn obtained from the EDX spectra are shown against the depth from the surface. Analyzed spots (B, C, D, E, F, G, H) are shown in Fig. 2-3. The vertical axis is not standardized. In the surface Ga concentration increases, which is about 1.5 times as high as Sb.

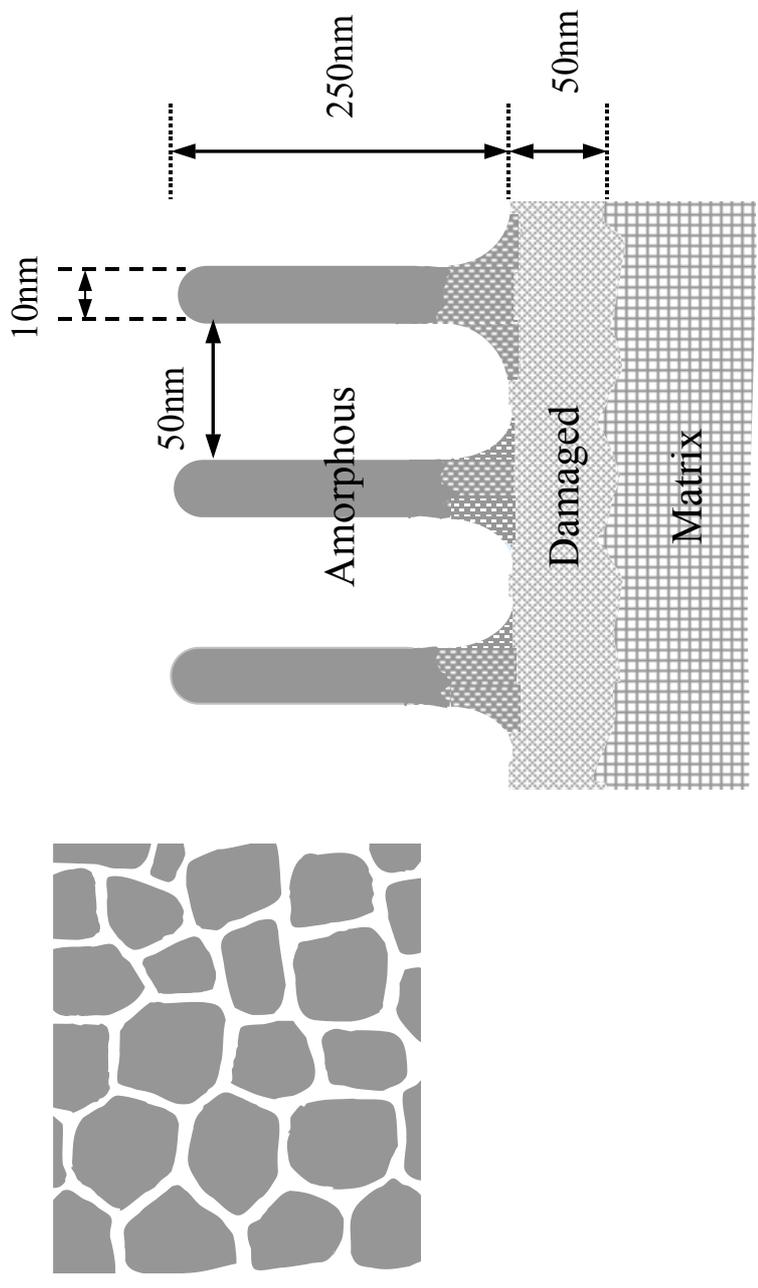


Fig. 2-7. The illustration of the defect structure formed on the GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺ to the doses of 8.9×10^{14} ions /m². The upper picture shows the top view and the lower one does the cross-sectional view.

- Vacancy
- Interstitial

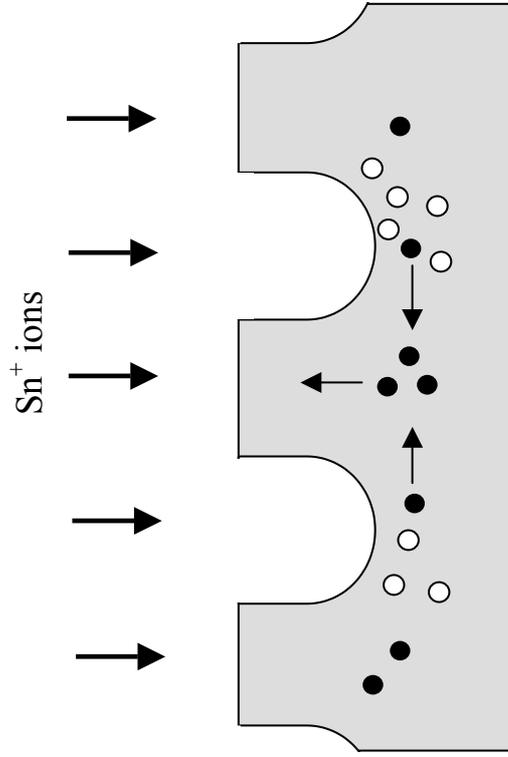


Fig. 2-8. The defect formation mechanism proposed in the previous paper is shown. The point defects created on the hills do not contribute to the development of the defect structure because of their annihilation to the surface sink. Under the hollows, the vacancies escaped from recombination are left there and the survived interstitial atoms migrate and aggregate under the hills to increase the height of the hills.

第3章 形成機構の確認

3-1 はじめに

低温で GaSb 表面に 60 keV で加速した Sn^+ を注入したときに特異なセル状構造が形成されることを断面 TEM 観察、SEM および TEM-EDX によって発見した²⁶⁾。このセル状構造はイオン注入によるスパッタリングで形成されたものではなく、照射によって導入される点欠陥の移動によって形成されると提案した³²⁾。しかしながらこのモデルは単純ではない。本章では形成機構のさらなる検証を行なう。

提案したモデルでは点欠陥の挙動が、セル状構造形成に大きな寄与を果たすことを前提とした。それを確かめるために、以下の 2 つのパラメータを変えて実験を行った。まず 1 つは Sn イオンの注入量である。注入量を変化させるということは、点欠陥の形成量を制御することである。点欠陥の形成量を変化させ、形成されるセル状構造の大きさを検証した。また提案した注入初期の盛り上がりと窪みの形成についての確認を行なった。2 つめは注入時の基板温度である。基板温度を変化させるということは、点欠陥の移動度を制御することである。特に格子間原子、空孔どちらも移動しやすい室温で注入を行ない、形成されるセル状構造を低温で注入したものと比較した。そしてこれらの実験から得られた結果より提案した形成機構の修正を行なう。

3-2 実験

住友電工社製 Teドープ n 型化合物半導体(100)GaSb ウエファー鏡面に 60 keV の Sn⁺イオンを低温および室温で注入した。それぞれの注入量と基板温度は Table.3-1 に示す。

構造評価は第 2 章と同様である。さらにそれに加えて、注入したままの表面の粗さを原子間力顕微鏡 (AFM) (OLYMPUS NV2000) で測定した。

Table.3-1. The experimental condition of implantation.

Substrate Temperature (K)	147	132	151	150
Dose (ions/cm ²)	1.0×10^{14}	2.0×10^{14}	4.0×10^{14}	1.2×10^{15}

Substrate Temperature (K)	R. T.	R. T.
Dose (ions/cm ²)	4.1×10^{14}	8.1×10^{14}

3-3 実験結果

3-3-1 注入量依存性

Fig. 3-1 に、注入量を変えて照射した表面の FE-SEM 像を示す。左から注入量は 1.0×10^{14} ions/cm²、 2.0×10^{14} ions/cm²、 4.0×10^{14} ions/cm²、 1.2×10^{15} ions/cm² である。それぞれの表面にたくさんの穴が観察されている。 1.0×10^{14} ions/cm² では所々に穴が形成されているだけだが、注入量が増加すると表面一面に穴が形成されている。注入量が 2.0×10^{14} ions/cm² では注入量が少ないにもかかわらず 4.0×10^{14} ions/cm² のほうの穴の径は大きくなっている。

断面 TEM 像とその制限視野回折像を Fig. 3-2 に示す。左から注入量は 2.0×10^{14} ions/cm²、 4.0×10^{14} ions/cm²、 8.9×10^{15} ions/cm² である。注入量に比例して壁の高さつまりセルの深さは大きくなっている。しかしながら、壁の厚さ、穴の径はあまり変化はなかった。その変化をグラフにしたものを Fig. 3-3 に示す。

セル状構造の形は、低注入量では丸く、注入量が増すと楕円形になり、高注入量では縦に長い構造になる。またマトリックスの上の損傷領域は注入量が低いほうではジグザグに形成されているが、注入量の多いものではフラットに形成されている。壁の結晶構造は制限視野回折像より、低注入量では多結晶であり、高注入量ではアモルファスになっている。

次に Fig.3-4. に AFM の測定結果を示す。注入量が 1.2×10^{15} ions/cm² の表面の粗さは大きいですが、注入量が 4.0×10^{14} ions/cm² の表面はそれほど凸凹ではない。実際サンプル表面の粗さはただか 5 nm である。

注入量が 4.0×10^{14} ions/cm² の高分解能像をイメージングプレートに撮影し、局所的な回折像を

得た。Fig. 3-5.に、得られた代表的な高分解能像とその回折像を示す。結晶性を示すスポットはマトリックスから表面にかけてすべてに表れている。また多結晶スポットが観察されている。さらに注入量 8.9×10^{14} ions/cm² の試料と同様に歪み領域にわたって[111]晶帯軸に対称にエキストラスポットが観察され、双晶が形成されていることが確認された。

3-3-2 基板温度依存性

室温で注入した試料の表面 FE-SEM 像を Fig. 3-6 に示す。右側が注入量、 4.1×10^{14} ions/cm² の試料で左側が 8.1×10^{14} ions/cm² の試料である。薄い壁は形成されているがセル状構造はかなり壊されている。注入量が増加すると組織はやや粗大化している。

同様に室温でイオン注入した断面 TEM 像を Fig. 3-7.に示す。低温注入と比較してきれいなセル状構造は形成されていなかった。低注入量 4.1×10^{14} ions/cm² では、コントラストは弱いのはつきりとはいえないが、欠陥の大きさはおよそ 70 nm である。高注入量 8.1×10^{14} ions/cm² の試料では、欠陥の大きさは 220 nm で、壁の厚さは 10 nm である。欠陥の下の方には丸く小さなボイドがたくさん形成されている。そして楕円形のボイドがいくつも縦に重なって欠陥構造が形成されている。

3-4 考察

SEM および TEM の結果より、注入量を増加させるとそれに比例して欠陥構造は大きくなった。注入量が増えると点欠陥の形成量が増加する。それによって形成される欠陥も比例して大きくなっているため点欠陥によって欠陥構造が形成されていることは妥当である。

また断面 TEM 像より、第 2 章で議論した注入初期の盛り上がりと窪みの形成はボイドであることが分かった。注入初期ではセル状構造は丸いあるいは楕円形をしている。さらに AFM の結果よりも低注入量の凹凸が少なかった。これは、表面に薄い皮(天井)があることがわかる。以上より注入の初期構造はボイド形成であることが確認できた。

局所的な回折像より、注入初期は多結晶で注入量が増すとアモルファスになっている。これは注入初期はエピタキシャル成長をしているが、壁は注入中イオン照射にさらされているために、アモルファスに変化したものと考えられる。

また室温での注入では低温に比べて壁は崩されている。そしてボイドこれは温度が高いと点欠陥の移動度が大きくなり、きれいなセル状構造が形成されなかったと考えられる。ボイドは室温の方が低温に比べて形成数は大きい。

以上の注入量および基板温度を変化させた実験より、点欠陥の挙動がセル状構造形成に支配的であることが証明された。それらを基に改良した形成機構を Fig. 3-8 に示す。まず注入初期にボイドが形成される。 Sn^+ イオンの注入によって、試料表面近傍(50 nm 程度の深さまで)には原子空孔と格子間原子が形成されるが、これらの欠陥はかなりの部分が合体消滅するものの一部は生き残る。ボイドとボイドの間では、表面が近いので生き残った欠陥も近くの表面に逃げほとんど消滅する。一方でボイドの下では、形成された原子空孔は近傍に留まるが、格子間原子は低温でも移

動度が大きいため、比較的遠くに移動する。壁下部に、周りの窪んだ所から流れ込んだ格子間原子は上昇してさらに表面を盛り上がらせ、壁が形成される。結果的にボイドが縦方向に成長し、破裂することによってセル状構造が形成されると考える。

3-5 結論

本章では、第2章で提案した点欠陥の挙動に基づき、形成モデルを確かめるために、形成量(注入量)、移動度(基板温度)を変化させ実験を行ない、SEM、TEM、AFM、フーリエ変換によって解析を行なった。注入量に比例して形成されるセル状構造は大きくなった。そして注入の初期構造がボイドであることが明らかになった。また室温での注入では低温に比べてきれいなセル状構造が形成されなかった。これらの実験より、点欠陥の挙動がセル状構造に寄与していることが分かった。そしてそれに基づき新しい形成機構を提案した。

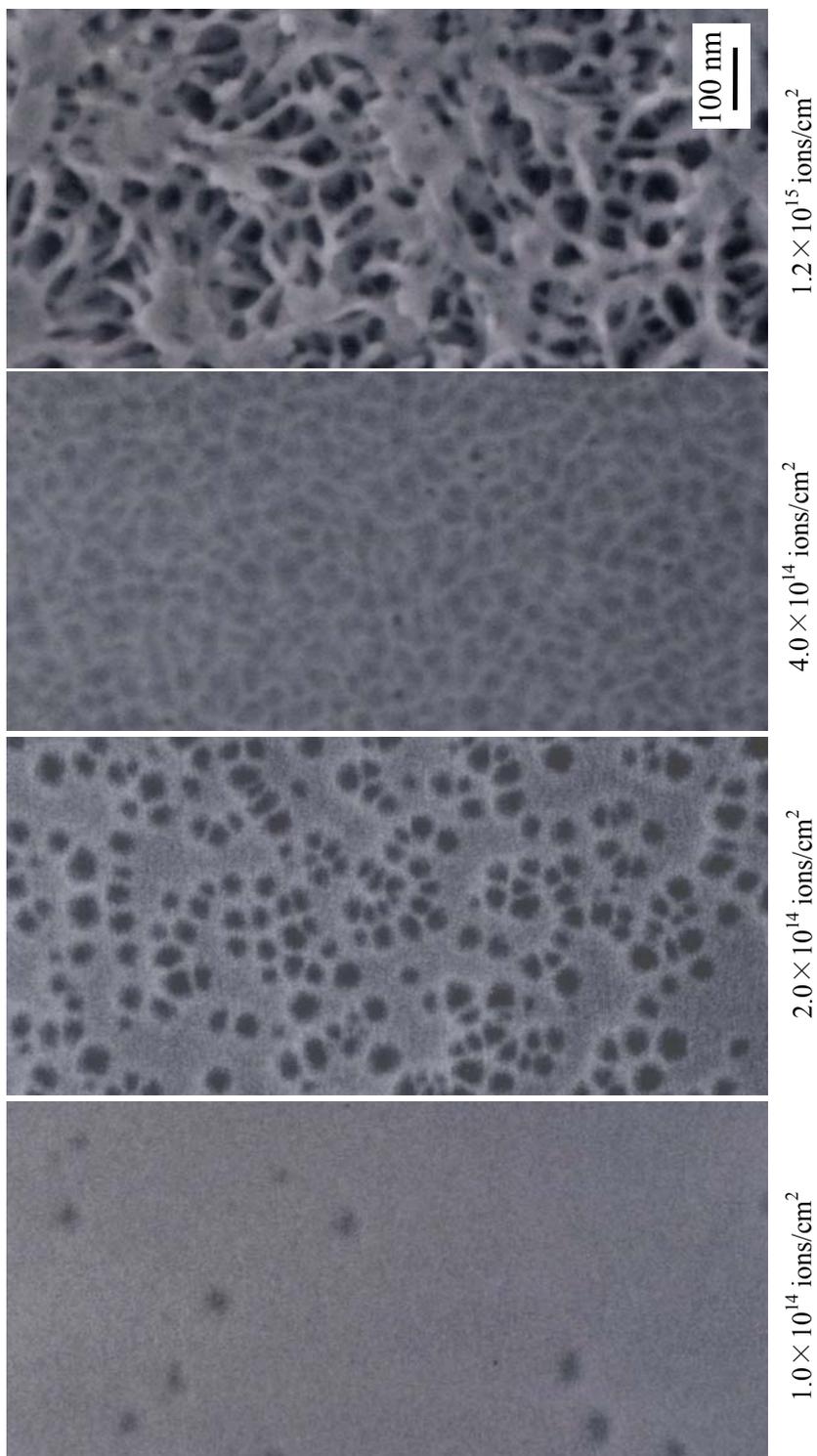


Fig. 3-1. FE-SEM images of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺. An anomalous structure consisting of many cavities was observed on as-implanted surfaces of samples.

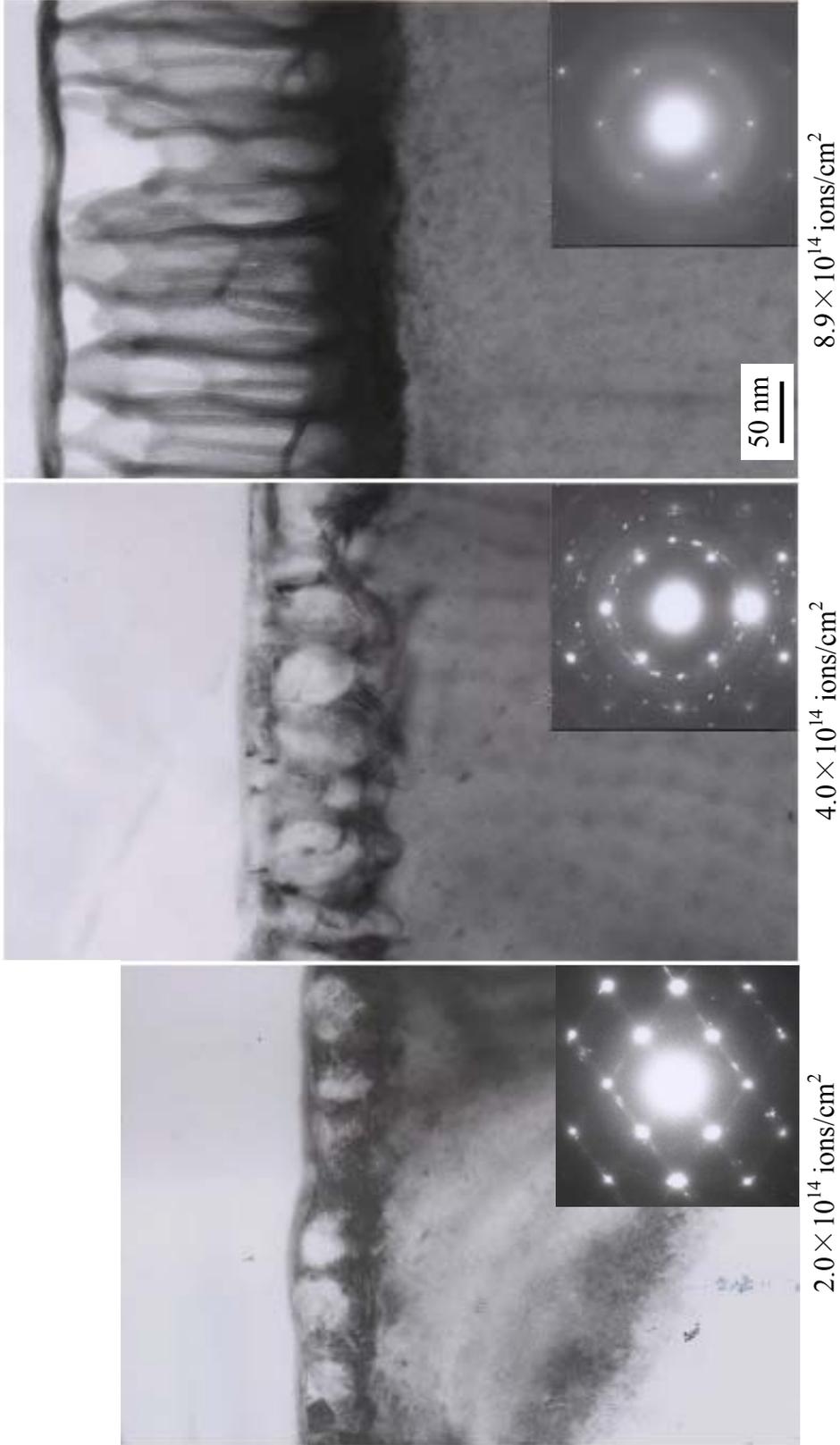


Fig. 3-2. The cross-sectional TEM view (bright field) and the selected area electron diffraction pattern (SAED) of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺ to a dose of 2.0 × 10¹⁴ ions/cm², 4.0 × 10¹⁴ ions/cm² and 8.9 × 10¹⁴ ions/cm² at low temperatures. With increasing ion dose, the height of the cells increased linearly, however, their diameters did not change much. The thickness of the walls partitioning the cells was almost constant.

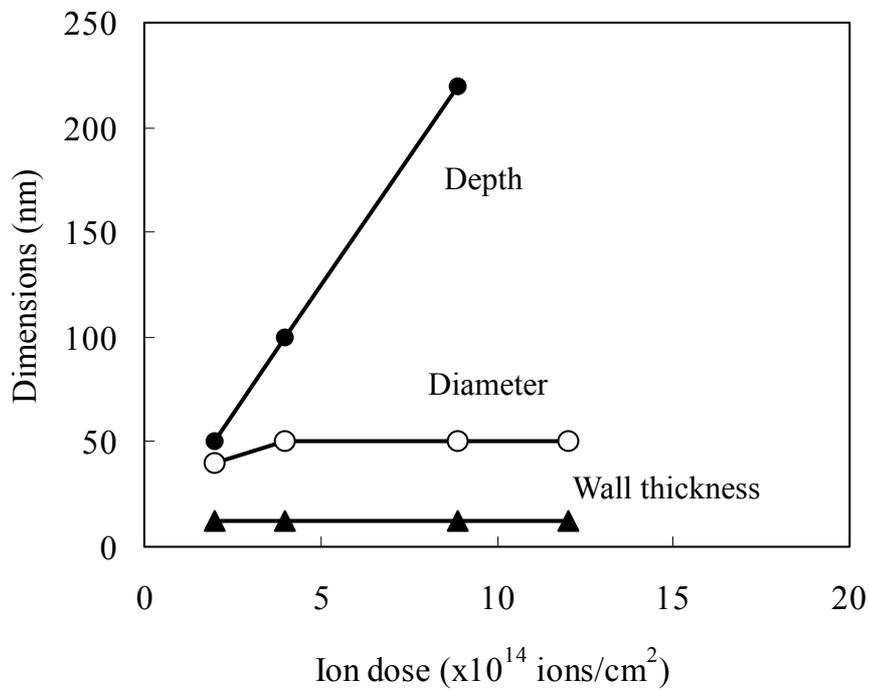
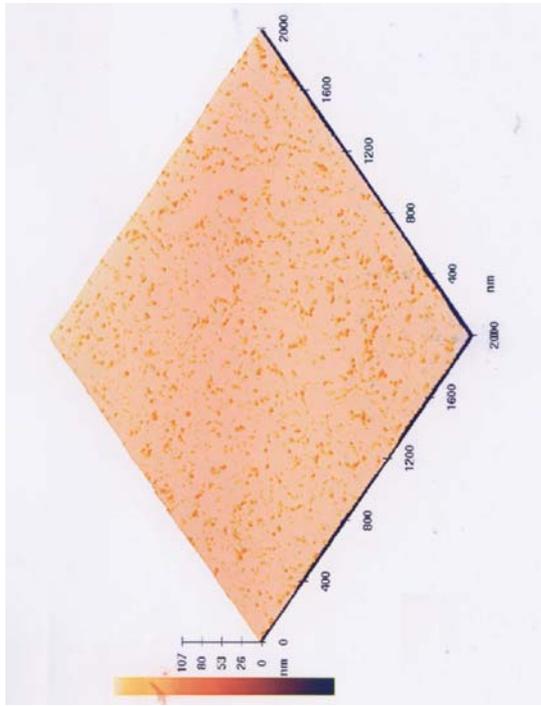
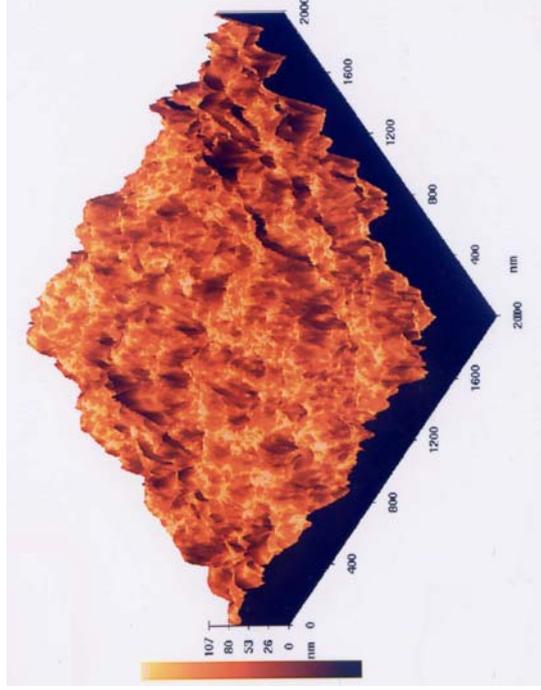


Fig. 3-3. Dependence of defect dimensions on ion dose on GaSb surface implanted by 60 keV Sn⁺. The depth of the cells increased linearly with increasing ion dose, however, the diameters and the thickness the walls did not change mach.



4.0×10^{14} ions/cm², Ts=151 K



1.2×10^{15} ions/cm², Ts=150 K

Fig. 3-4. AFM images of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺. The surface of sample implanted with a dose of 1.2×10^{15} ions/cm² is very irregular, however that implanted with 4.0×10^{14} ions/cm² is not so irregular.

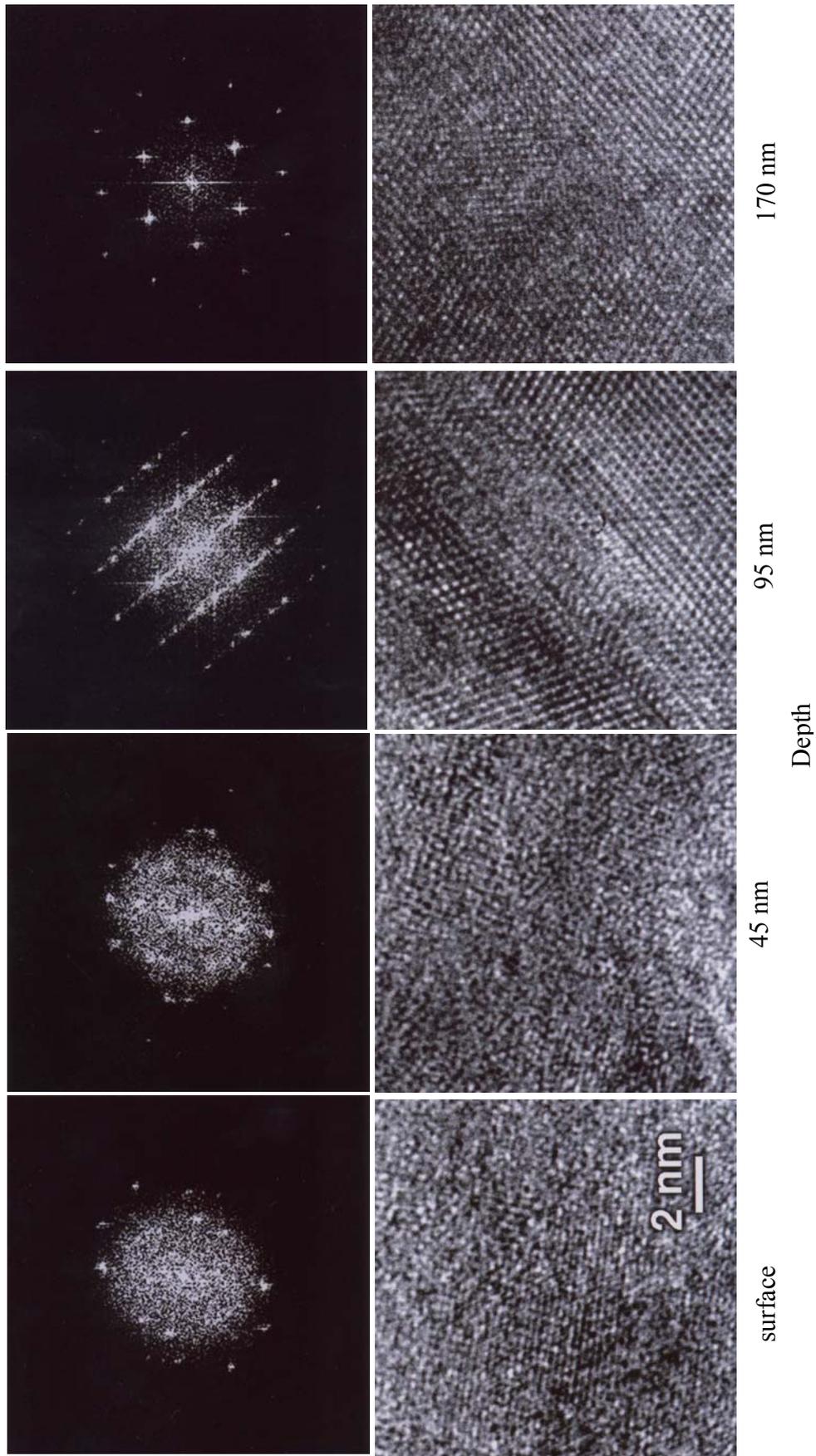


Fig. 3-5. Electron diffraction patterns obtained by Fourier transformation of HRTEM images are shown as a function of the depth from the surface (4.0×10^{14} ions/cm²).

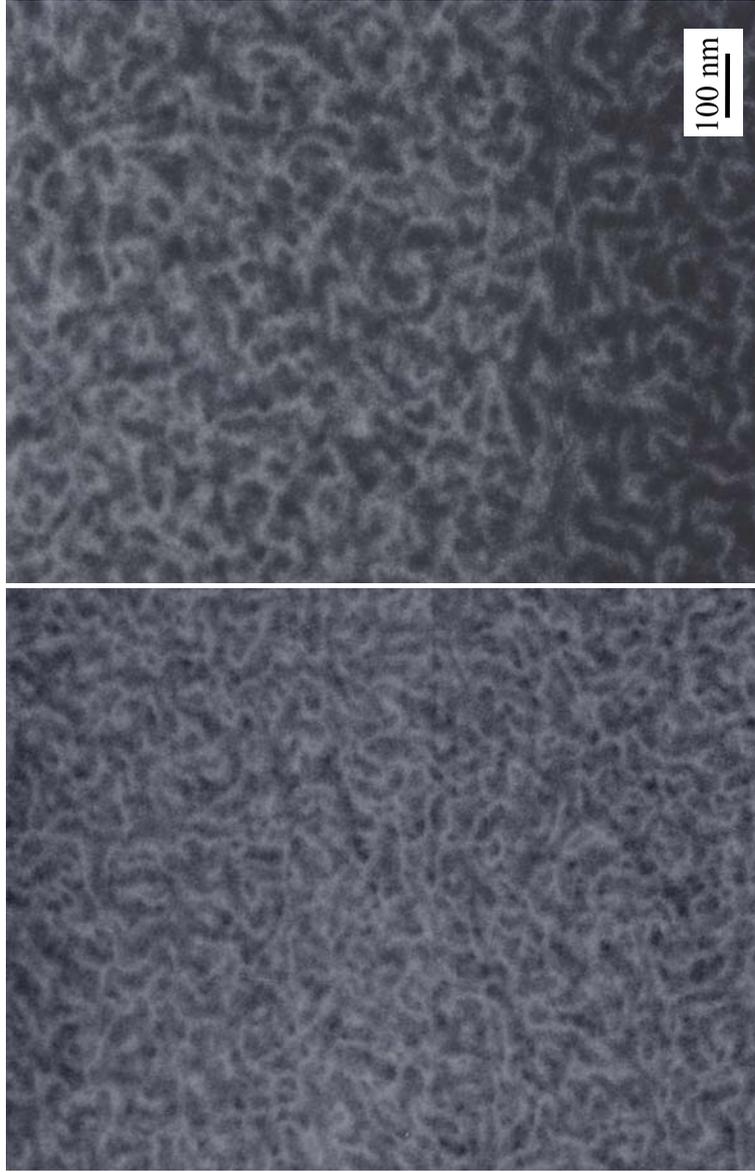
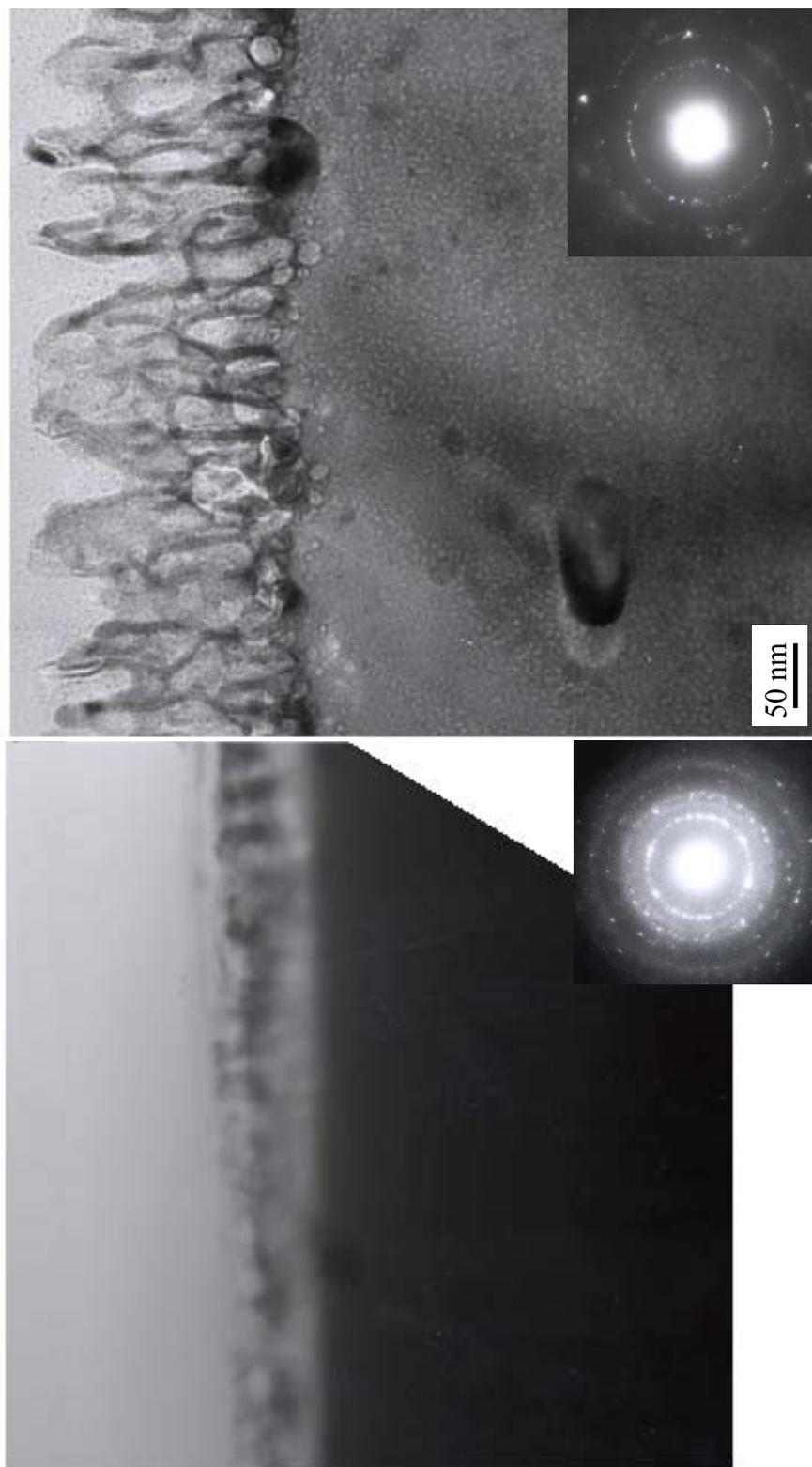


Fig. 3-6. SEM images of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺. In the sample implanted at room temperature the walls were also created on surface, however, the cell structure was not developed.



4.1×10^{14} ions/cm²

8.1×10^{14} ions/cm²

Fig. 3-7. The cross-sectional TEM image (bright field) and diffraction pattern of GaSb implanted with 60 keV Sn⁺ at room temperature.

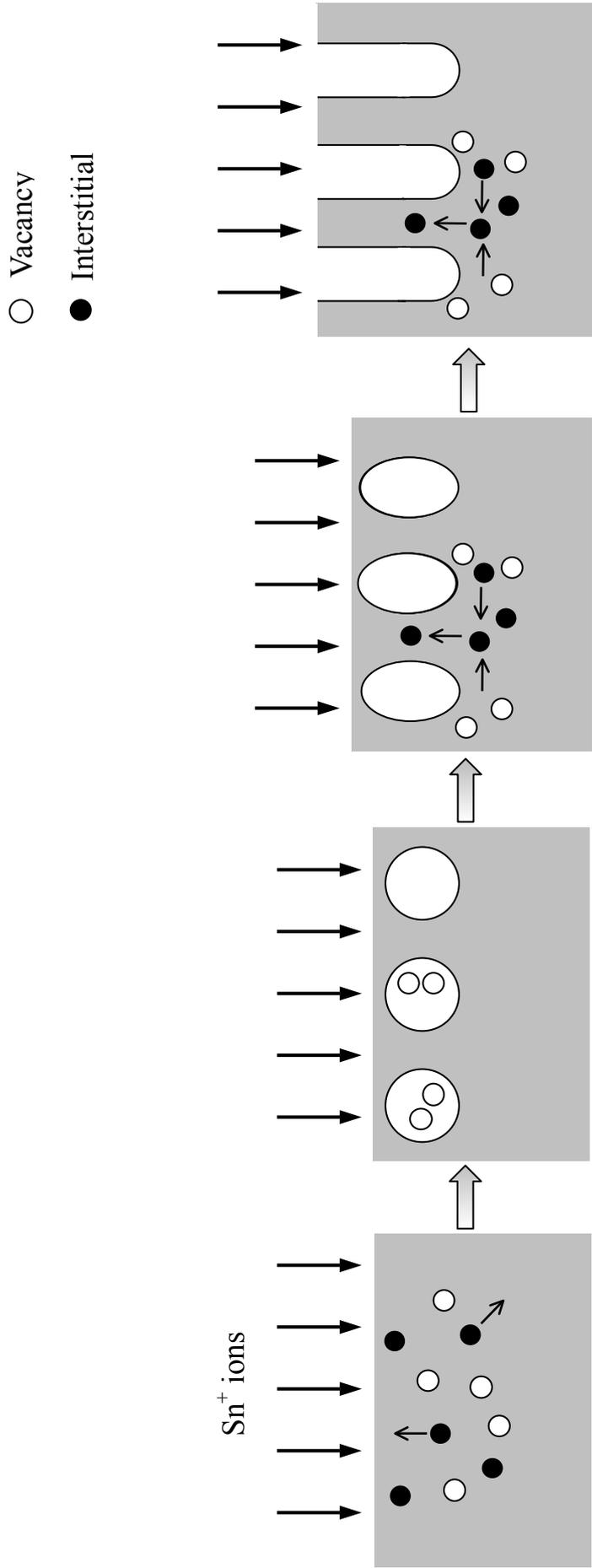


Fig. 3-8. The improved formation mechanism of defect structure is shown. (i) The point defects are created by ion-implantation. Interstitials migrate in a long range and vacancies remain. (ii) Voids are formed at the early stage of implantation. (iii) Under the voids, the vacancies which escaped recombination are left there and the surviving interstitial atoms migrate and aggregate under the walls to increase the height of the walls. (iv) The voids grow in one direction perpendicular to the surface and the surface of the voids are burst so that the cellular structure is formed and developed by implantation.

第 4 章 InSb 表面に形成される構造

4-1 はじめに

III-V 族化合物半導体である GaSb に 60 keV に加速した Sn^+ イオン注入したとき表面にセル状構造が形成された。この構造は Sb 元素を有する InSb 表面にも同様に発現している¹²⁾。この章では InSb に Sn^+ イオン注入したときに表面に形成されるセル状構造について述べる。

4-2 実験

住友電工社製 Teドープ n 型化合物半導体(100)InSb ウエファー鏡面に 60 keV の Sn⁺イオンを低温および室温で注入した。それぞれの注入量と基板温度は Table.4-1 に示す。

構造評価は第 2 章と同様である。

Table.4-1. The experimental condition of implantation.

Substrate Temperature (K)	147	132	151	150
Dose (ions/cm ²)	1.0×10^{14}	2.0×10^{14}	4.0×10^{14}	1.2×10^{15}

4-3 実験結果

Fig. 4-1 に、表面の FE-SEM 像を示す。GaSb と同様な組織が観察された。表面にたくさんの穴が形成されている。左から注入量は 1.0×10^{14} ions/cm²、 2.0×10^{14} ions/cm²、 3.8×10^{14} ions/cm²、 6.7×10^{14} ions/cm² である。 2.0×10^{14} ions/cm² と 3.8×10^{14} ions/cm² では、注入量が 2 倍になっているにもかかわらず、穴の大きさ、密度はあまり変わらなかった。

次に断面 TEM 像とその制限視野回折像を Fig. 4-2 に示す。左から注入量は 3.8×10^{14} ions/cm²、 6.7×10^{14} ions/cm² である。注入量に比例して壁の高さは大きくなっている。低注入量では壁の高さがおよそ 35 nm、穴の径は 25 nm、壁の厚さは 10 nm である。高注入量では壁の高さがおよそ 150 nm、穴の径は 40 nm、壁の厚さは 10 nm である。低注入量、高注入量ともにセルの形は丸く、ボイドが形成されている。InSb は GaSb に比べてその傾向は顕著である。また GaSb のような歪領域は観察されなかった。制限視野回折像では、多結晶リングとアモルファスリングが観察された。

Fig. 4-3 に形成されるセル状構造のデジメンジョンの変化をグラフにしたものを示す。注入量に比例して壁の高さは大きくなっている。しかしながら壁の厚さ、穴の径に関してはあまり変化はなかった。

Fig. 4-4 は、EDX で求めた局所的な元素組成 (In, Sb, Sn) の深さ方向分布である。GaSb と同様に糊を除外して欠陥構造だけの組成を知りたいために、炭素 C を除いて解析した。なお、縦軸は、較正されておらず、組成の絶対値はわからない。表面ほど In に比べて Sb の濃度が高くなっており、Sn に関しては、InSb と同様に歪み領域と最表面で約 1% の Sn 濃度が検出されている。

4-4 考察

GaSb 表面に観察されたセル状構造が InSb 表面にも同様に観察された。GaSb と比べてセルの形は球に近い。EDX の結果は GaSb とは異なっていた。GaSb では Sb に比べて Ga 濃度が高かったが、InSb では In に比べて Sb の濃度が高くなっている。また InSb 表面に形成されたセル状構造の形成機構は GaSb と同じように点欠陥の移動によって形成されているものとする。

現在のところ、この特異なセル状構造は、GaSb と InSb にしか見出していない。しかし、格子間原子と空孔の移動度の差が十分あれば、他の系でも可能性がある。今後以下に挙げるような、新しい系の探索を考えている。半導体 Ge、AlSb: これらは、同様の現象が生じる可能性が大きい。Ge はイオン注入によって非晶質化した後クレーターが表面にできると報告されている。また AlSb は GaSb、InSb と同じ構成元素 Sb を有する。II-VI 族、IV-VI 化合物半導体: この半導体群のイオン注入欠陥の研究は III-V 族に比べて少ない。その他の機能性材料: 光触媒反応が注目されている TiO₂ や高温超伝導体を試みる。前者は表面積を大きくすることでさらにその効果を増大することが可能であり、後者はトンネル障壁に起因する新機能の発現が期待される。

4-5 結論

147-151 K で(100)InSb に 60 keV Sn⁺イオン注入を行ない、表面に形成される欠陥の構造と組成を、FE-TEM、FE-SEM、EDX および高分解能像のフーリエ変換で調べ、以下のことを明らかにした。8.1×10¹⁴ ions/cm² 注入した表面には、内径 50 nm 程度の筒状空洞の集合が蜂の巣状に形成され、各空洞は厚さ 10 nm 程度の薄い壁で隔てられている。空洞の深さは約 220-250 nm である。空洞を隔てる壁の厚さは 10 nm 程度である。また Sb 濃度は壁上部で高くなっている。GaSb で観察された歪み領域は観察されなかった。この構造の形成は、GaSb 観察された現象と同様のものと考えられる。イオン照射によって作られる点欠陥の移動によって、セル状構造が形成されるという、メカニズムも同様であると考えられる。

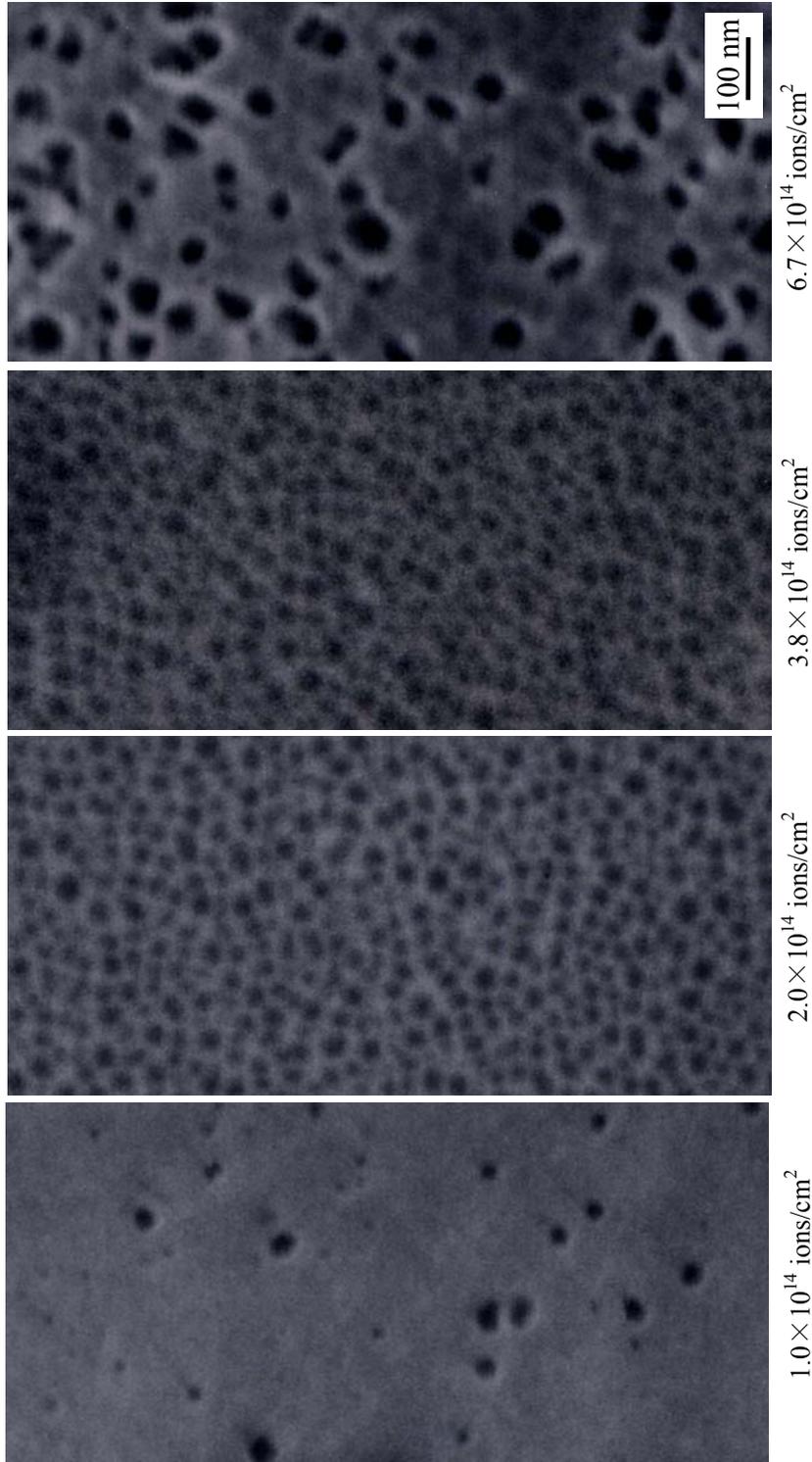
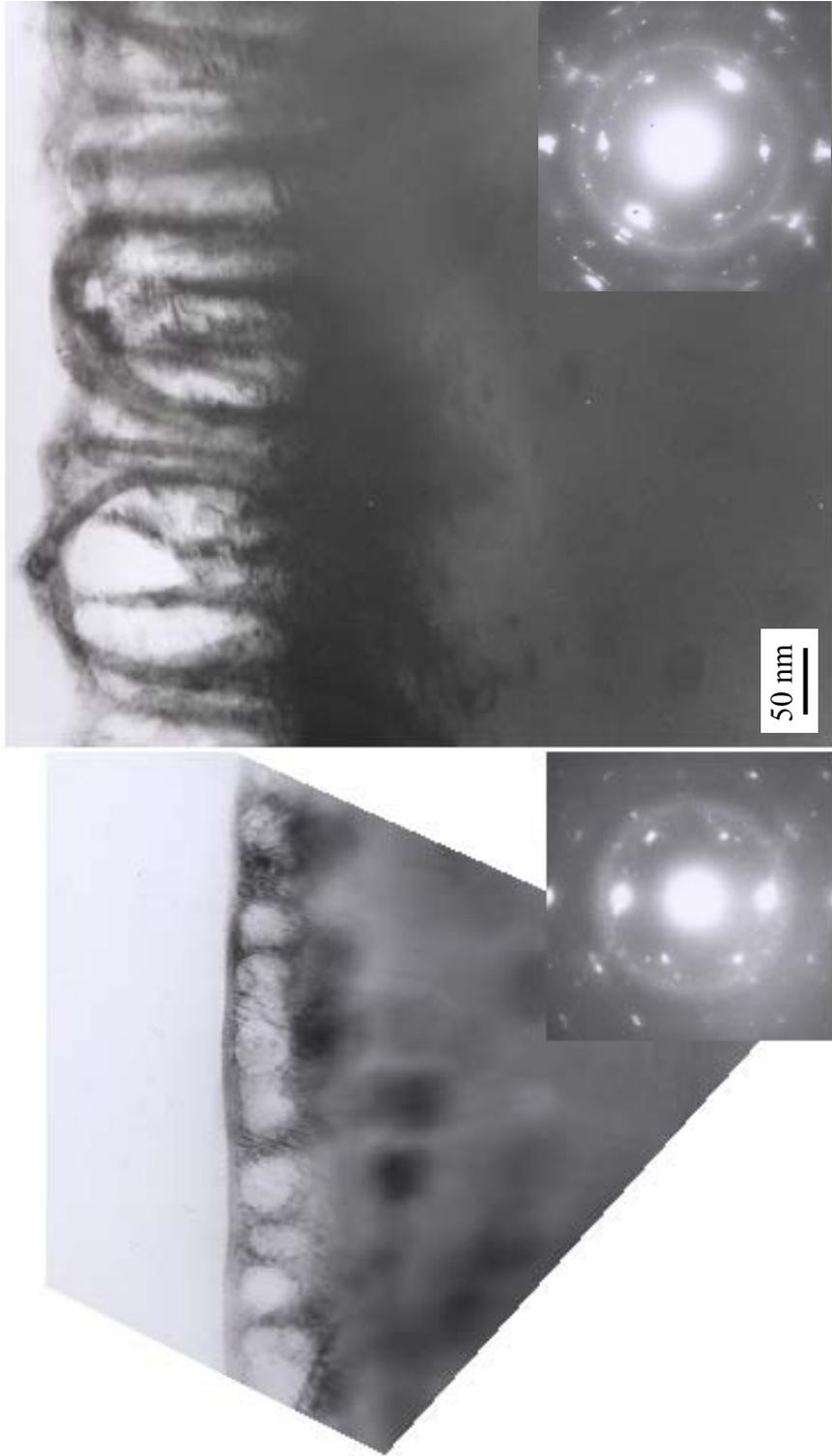


Fig. 4-1. FE-SEM images of InSb surface implanted with 60 keV Sn⁺. FE-SEM images of GaSb surface implanted with 60 keV Sn⁺. An anomalous structure consisting of many cavities was observed on as-implanted surfaces of samples.



3.8×10^{14} ions/cm² 6.7×10^{14} ions/cm²
Fig. 4-2. The cross-sectional TEM image (bright field) and diffraction pattern of InSb implanted with 60 keV Sn⁺. The formed structures are similar to GaSb.

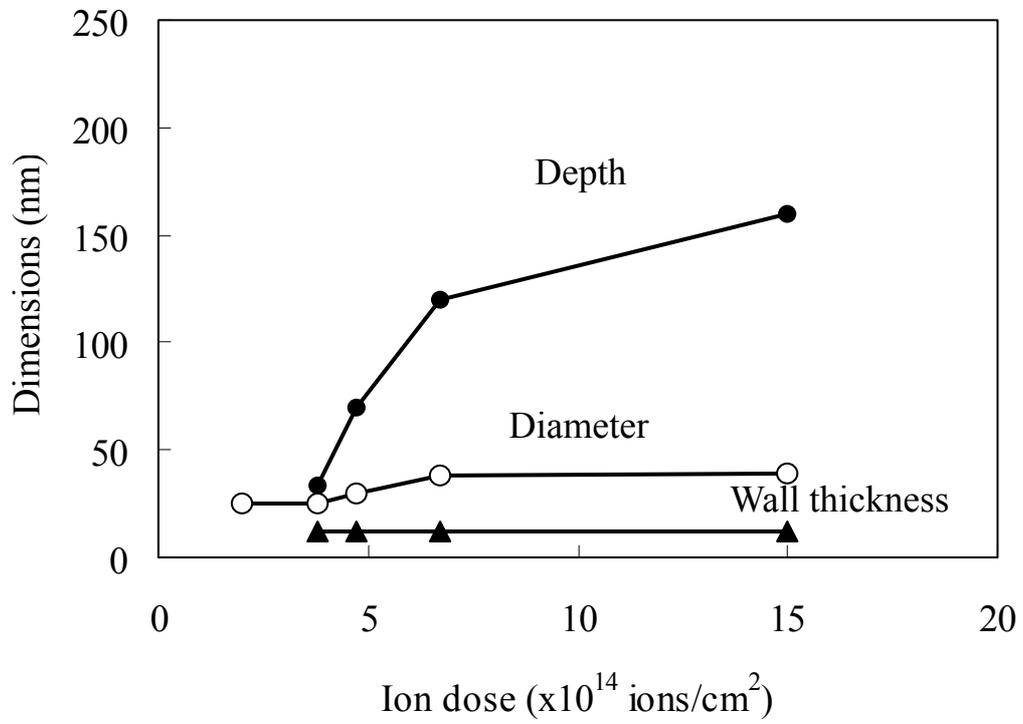


Fig. 4-3. Dependence of defect dimensions on ion dose on InSb surface implanted by 60 keV Sn⁺. The depth of the cells increased linearly with increasing ion dose, however, the diameters and the thickness the walls did not change much.

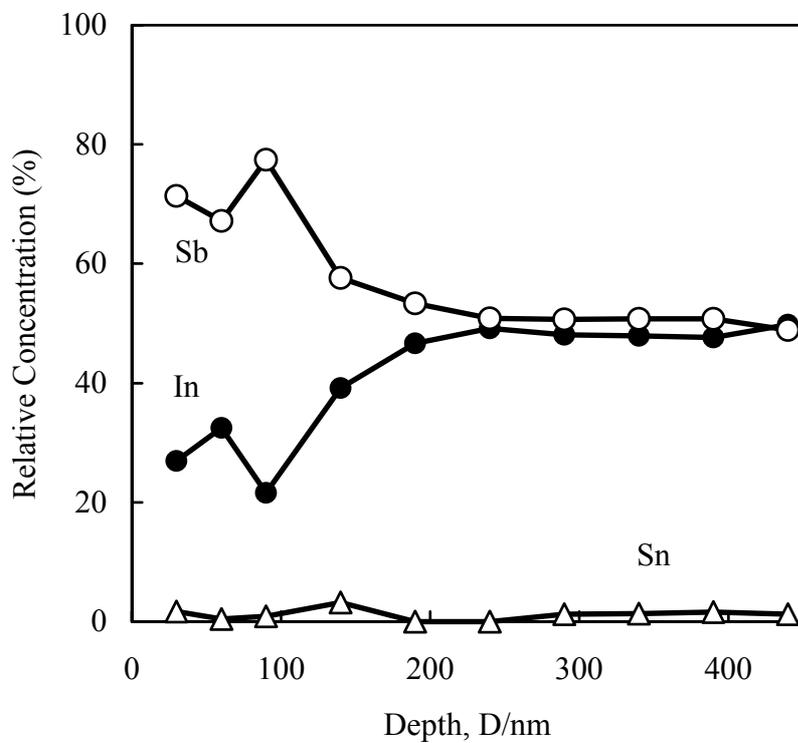


Fig. 4-4. Concentrations of In, Sb and Sn obtained from the EDX spectra are shown against the depth from the surface. The vertical axis is not standardized. In the surface Sb concentration increases, which is about 2 times as high as In.

第 5 章 総括

本研究では、低温および室温で GaSb と InSb に 60 keV で加速した Sn⁺イオン注入を行ない、表面に形成される欠陥の構造を、FE-TEM、FE-SEM、EDX、AFM および高分解能像のフーリエ変換で調べた。

第 1 章では、本論文の緒言として、研究の背景ならびに目的について概説した。

第 2 章では、GaSb 表面に特異なセル状構造が形成されることを発見し、その構造の詳しい解析を行なった。8.9×10¹⁴ ions/cm² 注入した表面には、内径 50 nm 程度の筒状空洞の集合が蜂の巣状に形成され、各空洞は厚さ 10 nm 程度の薄い壁で隔てられている。空洞の深さは約 220-250 nm であり、これは注入イオン飛程の約 10 倍にあたる。空洞を隔てる壁の厚さは 10 nm 程度である。その上部は非晶質であるが、下部の局所回折像にはマトリクスと同じ結晶スポットがあらわれてくる。また Ga 濃度は壁上部で高くなっている。その下には、厚さ約 50 nm の強く歪みを受けた領域がある。この欠陥構造の形成は、GaSb でこれまでに観察された特異な挙動と類似の現象と考えられる。イオン照射によって作られる格子間原子と空孔の移動度の差が大きいことを前提として、この特徴的な欠陥構造の形成モデルを提案し、本研究で得られている実験結果およびこれまでの研究と比較し、その妥当性を検証した。

第 3 章では、提案した点欠陥の挙動に基づく、形成モデルを確かめるために、形成量(注入量)、移動度(基板温度)を変化させ実験を行ない、SEM、TEM、AFM、フーリエ変換によって解析を行なった。注入量に比例して形成されるセル状構造は大きくなった。そして注入の初期構造がボイドであることが明らかになった。また室温での注入では低温に比べてきれいなセル状構造が形成されなかった。これらの実験より、点欠陥の挙動がセル状構造に寄与していることが分かった。そしてそれに基づき新しい形成機構を提案した。

第4章では、147-151 K で(100) InSb に 60 keV Sn⁺イオン注入を行ない、表面に形成される欠陥の構造と組成を、FE-TEM、FE-SEM、EDX および高分解能像のフーリエ変換で調べ、以下のことを明らかにした。8.1×10¹⁴ ions/cm² 注入した表面には、内径 50 nm 程度の筒状空洞の集合が蜂の巣状に形成され、各空洞は厚さ 10 nm 程度の薄い壁で隔てられている。空洞の深さは約 220-250 nm である。空洞を隔てる壁の厚さは 10 nm 程度である。また Sb 濃度は壁上部で高くなっている。GaSb で観察された歪み領域は観察されなかった。この構造の形成は、GaSb で観察された現象と同様のものと考えられる。イオン照射によって作られる点欠陥の移動によって、セル状構造が形成されるという、メカニズムも同様のものだと考えられる。

本研究で観察された GaSb および InSb 表面にセル状構造が形成されるこの現象は新しく、構造のサイズはナノからサブミクロンにわたる。すなわち表面機能化とそのプロセスへの応用が期待される。今後の研究では以下のような事柄に取り組む。構造の物性説明：電子デバイスへの応用や表面機能化を図るとき、この構造の物性は重要である。特に電子・光物性に注目する。この壁の厚さは量子サイズ効果があらわれるナノのオーダーである。例えばポーラスシリコンやナノシリコンに見られる発光現象が期待される。以下の実験を行って、新しい光デバイスへの応用の可能性の検討を行なう。まず、フォトルミネッセンス測定によって、電子・光物性を測定する。また組織が微細であるため、通常の測定法では電気物性の評価は困難と考えられる。よって STM(走査トンネル顕微鏡)を利用してこれを評価する。応用の可能性の検証：デバイスへの応用は、構造制御ができるかどうかにかかっている。穴の分布(大きさ)、深さ、壁のサイズ、これらの制御の可能性を検証する。現在のところイオン注入だけでは、穴の位置は規則的にならない。提唱している形成機構のモデルでは、穴ができる位置は偶然的であり、完成される構造は十分に規則正しくはならない。これを克服するために、ウェーハ上に FIB(集束イオンビーム)であらかじめ窪んだところを規則的に配置する。その後、イオン注入をおこなって、窪み間に壁を成長させる。壁の厚さが一定で、穴の径と壁の高さを制御して規則正しいセル状構造を作製することを試みる。

参考文献

- 1) D. J. Mazey and R. S. Nelson: *Radiation Effects*, 1 (1969) 229.
- 2) M. G. Grimaldi, B. M. Paine, M. A. Nicolet, and D. K. Sadana, *J. Appl. Phys.* 52 (1981) 4038.
- 3) R. S. Bhattacharya, A. K. Rai, P. P. Pronko, J. Narayan, S. C. Ling, and S. R. Wilson, *J. Phys. Chem. Solids* 44 (1983) 61.
- 4) R. S. Bhattacharya, A. K. Rai, S. C. Ling, and P. P. Pronko, *Phys. Status Solodi A* 76 (1983) 131.
- 5) A. K. Rai, R. S. Bhattacharya, P. P. Pronko, and S. C. Ling, *J. Appl. Phys.* 54 (1983) 2307.
- 6) A. K. Rai, R. S. Bhattacharya, and P. P. Pronko, *Phys. Status Solodi A* 80 (1983) 367.
- 7) D. K. Sadana, H. Choski, J. Washburn, P. F. Byrne, and N. W. Cheung, *Appl. Phys. Lett.* 44 (1984) 301.
- 8) D. K. Sadana, T. Sands, and J. Washburn, *Appl. Phys. Lett.* 44 (1984) 623.
- 9) T. Sands, D. K. Sadana, R. Gronsky, and J. Washburn, *Appl. Phys. Lett.* 44 (1984) 874.
- 10) W. G. Opyd, J. F. Gibbons, J. C. Bravman, and M. A. Parker, *Appl. Phys. Lett.* 49 (1986) 974.
- 11) E. F. Kennedy, *Appl. Phys. Lett.* 38 (1981) 375.
- 12) P. Auvray, A. Guivarc'h, H. L'Haridon, G. Pelous, and M. Salvi, *J. Appl. Phys.* 53 (1982) 6202.
- 13) D. K. Sadana, H. Choksi, J. Washburn, P. F. Byrne, and N. W. Cheung, *Appl. Phys. Lett.* 44 (1984) 301.
- 14) S. A. Schwarz, B. Schwartz, T. T. Sheng, S. Sheng, and B. Tell, *J. App. Phys.* 58 (1985) 1698.
- 15) C. Licoppe, Y. I. Nissim, P. Krauz, and P. Henoc, *Appl. Phys. Lett.* 49 (1986) 316.
- 16) D. K. Sadana: *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 7/8 (1985) 375.
- 17) M. Taniwaki, H. Koide, N. Yoshimoto, T. Yoshiie, S. Ohnuki, M. Maeda, and K. Sassa: *J. Appl. Phys.* 67 (1990) 4036.
- 18) M. Taniwaki, H. Koide, T. Yoshiie, Y. Hayashi, and H. Yoshida: *J. Non-Cryst. Solids* 117/118 (1990) 745.

- 19) M. Taniwaki, M. Yanaba, T. Yoshiie, and Y. Hayashi: Defect Diffus. Forum, 95/98 (1993) 989.
- 20) M. Taniwaki, T. Yoshiie, H. Koide, M. Ichihashi, N. Yoshimoto, H. Yoshida, and Y. Hayashi: J. Appl. Phys. 66 (1989) 161.
- 21) D. Kleitman and H. J. Yearian: Phys. Rev. 108 (1957) 901.
- 22) Y. Homma: J. Vac. Sci. Technol. A5 (1987) 321.
- 23) S. J. Pearton, A. R. Von Neida, J. M. Brown, K. T. Short, L. J. Oster, and U. K. Chakrabarti: J. Appl. Phys. 64 (1988) 629.
- 24) R. Callec, P. N. Favennce, M. Salvi, H. L'Haridon, and M. Gauneau: Appl. Phys. Lett. 59 (1991) 1872.
- 25) R. Callec and A. Poudoulec: J. Appl. Phys. 73 (1993) 4831.
- 26) M. Taniwaki, Y. Hayashi, and T. Yoshiie: Proc. Int. Conf. On Solid-Solid Phase Transformations '99 (1999) 425.
- 27) I. H. Wilson, J. Appl. Phys. 53 (1982) 1698.
- 28) B. R. Appleton, O. W. Holland, D. B. Poker, J. Narayan, and D. Fathy: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B7/8 (1985) 639.
- 29) K. Thommen: Phys. Rev. 174 (1968) 938-945; erratum, Phys. Rev. 179 (1969) 920.
- 30) J. P. Biersack and L. G. Haggmark: Nucl. Instrum. Methods 174 (1980) 257.
- 31) F. C. Frank: Phil. Mag. 44 (1953) 854.
- 32) 新田紀子, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正, 日本金属学会誌 64 (2000), 1141.

本研究に関する研究業績

論文

- (1) 新田紀子, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正,
「低温での Sn イオン注入によって GaSb 表面に形成される特異な欠陥構造とその形成機構」
日本金属学会誌, 2000 年 12 月, 第 64 卷 第 12 号, 1141-1147.
(同一内容を欧文誌 Mater. Trans. に投稿中,
Formation of Anomalous Defect Structure on GaSb Surface by Low Temperature Sn
Ion-Implantation)

論文(投稿中)

- (1) N. Nitta, M. Taniwaki, Y. Hayashi, and T. Yoshiie,
Formation of Cellular Defect Structure on GaSb Ion-implanted at a Low Temperature,
J. Appl. Phys., submitted.

紀要

- (1) M. Taniwaki, N. Nitta, Y. Hayashi, Y. Satoh, and T. Yoshiie,
Formation of an Anomalous Defect Structure on the Surface of Tin Ion-implanted GaSb,
KURRI Progress Report 1999 (The Research Reactor Institute, Kyoto University).
- (2) N. Nitta, M. Taniwaki, Y. Hayashi, Y. Satoh, and T. Yoshiie,
Formation of Cellular Defect Structure on GaSb Ion-implanted at a Low Temperature
KURRI Progress Report 2000 (The Research Reactor Institute, Kyoto University).

学会発表

- (1) 新田紀子, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正,
「Sn イオン注入によって形成される欠陥の TEM 解析」, 日本金属学会, 金沢工業大学,
1999 年 11 月 20-22 日.
- (2) 新田紀子, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正,
「GaSb-60 keVSn⁺表面に形成される欠陥の TEM 解析」, 応用物理学会, 青山学院大学,
2000 年 3 月 29-31 日.
- (3) 新田紀子, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正,
「Sn⁺イオン注入した GaSb 表面欠陥構造形成の初期過程」, 応用物理学会, 北海道工業大
学, 2000 年 9 月 3-7 日.
- (4) 新田紀子, 近森加奈, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正,
「イオン注入によって GaSb と InSb 表面に形成される特異な欠陥構造」日本金属学会,
名古屋大学, 2000 年 10 月 1-3 日.
- (5) 新田紀子, 谷脇雅文, 鈴木朝夫, 林禎彦, 佐藤裕樹, 義家敏正,
「Sn⁺イオン注入した GaSb 表面欠陥構造の基板温度依存性」応用物理学会, 明治大学,
2001 年 3 月 27-30 日.
- (6) N. Nitta, M. Taniwaki, Y. Hayashi, and T. Yoshiie, Formation of Cellular Defect Structure on
GaSb Ion-implanted at a Low Temperature, The Thirteenth International Conference on Crystal
Growth (ICCG-13), Doshisha University, Kyoto, Japan, 30 July – 4 August 2001.

謝辞

本研究を遂行するにあたり、終始変らぬ御指導ならびに御鞭撻を賜りました高知工科大学工学部物質・環境システム工学科 谷脇雅文教授に深く敬意と感謝の意を表します。

イオン注入実験およびその他に関して多くのご援助を頂いた、京都大学原子炉実験所 林禎彦技官、佐藤裕樹助手、義家敏正教授に感謝の意を表します。

またご援助を頂いた、高知工科大学工学部物質・環境システム工学科 坂輪光弘教授 福富元教授、当時高知工科大学工学部物質・環境システム工学科 鈴木朝夫教授に感謝の意を表します。

FE-SEM の実験において、高知カシオ株式会社と本社 TFT 製造部プロセス技術課 馬場延明氏、小松志麻氏のご厚意で行ないました。両氏に深く感謝致します。

いくつかの重要な参考文献は、北海道大学工学部量子物理学専攻固体量子講座 白峰賢一助手にお願いして手に入れることができました。深く感謝致します。

AFM の実験においては高知工科大学工学部知能・機械システム工学科 竹内彰敏助教授のご協力で行なうことができました。深く感謝申し上げます。

一緒に実験を行なった、当時高知工科大学工学部物質・環境システム工学科学生近森加奈氏、高野愛氏に深く感謝致します。

多くの助言を頂いた高知工科大学工学部物質・環境システム工学科 藤原弘助手に心よりお礼申し上げます。

高知工科大学工学部物質・環境システム工学科物質工学講座谷脇研究室のみなさまには実験、その他において協力を頂きました。深く感謝致します。

最後に、励ましの言葉をかけてくれた、たくさんの友人に心より感謝致します。