

九州シンクロトロン光研究センター 県有ビームライン利用報告書

課題番号：1904017R

BL番号：BL09

(様式第5号)

実施課題名：X線トポグラフィによるダイヤモンドの欠陥観察
Observation of single crystal diamond dislocations by X-ray topography

著者・共著者 氏名：鹿田真一、宮嶋孝輔、佐藤雄哉、稲田力
S.Shikata, K.Miyajima, Y.Satoh, C.Inada

著者・共著者 所属：関西学院大学 理工学部
School of Science, Kwansai Gakuin University

- ※1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より1人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

次世代省エネルギーパワーデバイス用ワイドギャップ半導体材料として、Siの約30倍の絶縁破壊電界を有するダイヤモンドが、高耐圧・高電流密度を生かした基幹系機器で、さらに低損失かつ高温動作可能なパワーデバイスとして利用されることが期待されている。現在のダイヤモンド単結晶材料（ウェハ）は、サイズ、低欠陥、低抵抗などで様々な開発課題を抱えている。その中で結晶欠陥について、評価及び成長の両面で研究を急ぐ必要があり、本施設を用いてX線トポグラフィにより、欠陥観察を試みた。HPHT（高温高圧法）によって成長した高濃度Bドーパ単結晶ダイヤモンド基板について、明瞭なX線トポグラフィの反射画像を得ることが出来た。本計測では、軽元素結晶におけるX線の深い入射の像解析のため、転位解析が可能なレベルのHPHT結晶を選んで、 $g=404$ 系の4方向の良好なトポグラフィ像撮影することができた。

(English)

Diamond is receiving much attention as the next generation wide bandgap semiconductor material because of its extreme characteristics such as the high electric breakdown field. Diamond material (wafer) suffers the size, resistivity and dislocation issues due to extreme equilibrium condition of growth. It is necessary to investigate dislocations and plane type defect such as stacking fault, in terms of both evaluation and growth toward power semiconductor material, intensive observation of defects by X-ray topography were carried out using this facility.

Clear images of the four $g = 404$ diffractions were obtained for a highly B-doped single crystal diamond substrate grown by HPHT (high temperature high pressure method) by reflection mode X-ray topography measurement. In this measurement, we have carefully selected HPHT crystal capable for dislocation analysis of deep X-ray penetration material.

2. 背景と目的

地球のCO₂の50%削減に向けて、殆ど全ての産業・輸送機器に用いられる省エネルギー半導体の貢献が期待されている。Siが性能限界を見せ始め、SiCがすこしづつ電車、家電、産業機器等で実用に供され、大きな省エネ効果を発揮することがわかってきている。そんな中で、次世代ワイドギャップ半導体材料としてのダイヤモンドはSiに比べ約30倍の絶縁破壊電界、約5倍のバンドギャップを有しており、高耐圧・高電流密度を生かした基幹系機器で、さらに低損失かつ高温動作可能なパワーデバイスとして利用されることが期待されている。現在のダイヤモンド単結晶材料（ウェハ）は、

サイズ、低欠陥、低抵抗などで様々な開発課題を抱えている。その中で結晶欠陥について、評価及び成長の両面で研究を急ぐ必要があり、本施設ビームラインを用いた研究を実施する。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

測定試料は HPHT（高温高压）で、表面は（001）面でファイン研磨済の結晶を用いた。X線トポグラフィは本施設BL09を用い、取り出した放射光をスリット通過させ、反射モードで測定し、フィルムに露光させた。用いた逆格子ベクトルは、反射モードの $\langle 404 \rangle$ である。計測のスキーム概要図例を図1に示す。結晶のセットを回転して測定することで、トポグラフィ像を撮影し、数種類の結晶のトポグラフィ像を得ることが出来た。

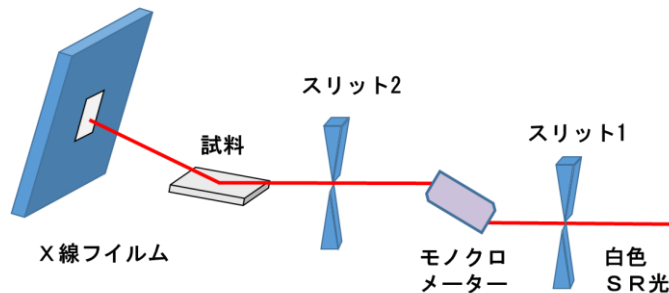


図1 X線トポグラフィの計測図



図2 HPHT基板（3mm角）の X線トポグラフィ像 $\langle 404 \rangle$

4. 実験結果と考察

HPHT 合成ダイヤモンド結晶基板について、図2に示すような反射 X 線トポグラフィの画像群 ($g=404$) を得ることが出来た。HPHTの4つの成長セクター、成長時の積層欠陥及び主に成長方向に沿った転位が多数見られることがわかる。同様のトポグラフィ像を $\langle 404 \rangle$ のその他の3方向でも得られている。

5. 今後の課題

c 軸成分を有する転位の解析に関して、先に、トポグラフィにおける幾何学的解析により、4 方位の像解析により、転位のベクトルを同定する方法を見出した。これを $g \cdot b$ 解析と併せることで、転位の同定が可能になる。今後、これを用いて、画像解析を進め、HPHT成長時における転位の種類の同定と発生等に関して解析を行う。

6. 参考文献

“Development of white and monochromatic X-ray topography system in SAGA-LS”,
K. Ishiji, S.Kawado, and Y. Hirai, Phys. Status Solidi A 208, No. 11, 2516–2521 (2011)

7. 論文発表・特許（注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果） （下線は本施設利用者）

- 1) “Dislocation analysis of p type and insulating HPHT diamond seed crystals”,
S.Shikata, E. Kamei, K.Yamaguchi, Y. Tsuchida and H. Takahashi,
Material Science Forum, 924 (2018) pp.208-211
- 2) “Influence of dislocations to the diamond SBD reverse characteristics”,
N.Akashi, A.Seki, H.Saitoh, F.Kawai and S.Shikata,
Material Science Forum, 924 (2018) pp.212-216
- 3) “Dislocation analysis of homoepitaxial diamond (001) film grown with oxygen feeding by synchrotron radiation light X-ray topography”,
S.Shikata, Y. Matsuyama, and T.Teraji, Jap.J.Appl.Phys.,58 (2019) 045503

8. キーワード（注：試料及び実験方法を特定する用語を2～3）

結晶欠陥、X線トポグラフィ、ダイヤモンド、単結晶

9. 研究成果公開について（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください（2019年度実施課題は2021年度末が期限となります）。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文（査読付）発表の報告（報告時期： 2021年 9月）