

(様式第5号)

セクショントポグラフィーによる
ダイヤモンド単結晶の欠陥の観察
Observation of defects in diamond single crystal by section topography.

嘉数 誠, 梶谷聡士, 松藤 遼, 波佐翔馬
Makoto Kasu, Satoshi Masuya, Ryo Matsufuji, Shoma Haza

佐賀大学大学院 工学系研究科
Graduate School of Engineering, Saga 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)

ダイヤモンドや酸化ガリウムは広いバンドギャップ、高い絶縁破壊電界や優れた熱伝導率などから次世代のパワーデバイス材料として期待されている。しかし、半導体デバイスの下地となる単結晶基板中の格子欠陥(結晶欠陥)は、素子特性に影響を与えるため課題である。これまで主に結晶成長中に発生する転位や積層欠陥などを観察してきたが、これらとは別に、プロセス過程で発生する欠陥も存在する。特に他材料では機械研磨などによる加工ダメージ・すべり転位の発生などが報告されており、これらも同じく抑制すべき課題である。そこで本研究では、セクショントポグラフィーという手法を用いて、加工プロセスによって発生した欠陥の観察を行った。

(English)

Diamond and Gallium oxide are wide band gap semiconductor, and are expected as high-efficient high-power electronics device. However, defects in crystals lead to a leakage current and decrease the breakdown voltage. Therefore, to minimize the defect density, it is critical to understand crystal defects such as dislocations and stacking faults. In this study, we investigated the defects generated by polishing process, using section topography.

2. 背景と目的

我々はこれまで新しい電子材料の創製とそれを生かしたデバイス応用に関する研究を行ってきた。現在は、シリコンカーバイド(SiC)、窒化ガリウム(GaN)、窒化アルミニウム(AlN)、ダイヤモンド、 β -Ga₂O₃等の広いバンドギャップをもつ新しい半導体の創製とそれをを用いた低損失・高耐圧のパワーデバイスの応用に関する研究を行っている。

環境・エネルギー問題は、今や不可避の深刻な社会問題である。エレクトロニクス、情報通信ネットワーク、電力ネットワークのエネルギー効率、システムのハードウェアの大部分を占めるシリコン(Si)材料の固有の物性限界に到達している。それを打破するために、Siよりバンドギャップが広いSiCやGaNや、新しいワイドギャップ半導体であるダイヤモンドや酸化ガリウムを用いた高効率

パワーデバイスの実用化に繋げ、エネルギー問題を根本的に解決することが最大の目標である。しかしながら、半導体結晶を用いて作製される電子デバイス・光デバイスの特性は、その結晶中の格子欠陥の物性に大きく左右される。例えば、線状欠陥である転位は格子歪、欠陥準位、局所反応サイトなどを与え、多くの場合、デバイス特性を悪化させる要因となる[1]。そのため結晶欠陥の観察や評価は、産業応用に向けた重要な課題である。

我々はこれまで X 線トポグラフィーによりダイヤモンド単結晶の転位や積層欠陥の観察と同定を行ってきた。これらの欠陥は主に結晶成長中に発生したものである。しかし、機械研磨などのプロセス過程によって発生する欠陥も他材料では報告されており、ダイヤモンドでも同様に加工起因の欠陥やダメージ層が発生していると思われる。そこで、本研究ではセクショントポグラフィーという手法により加工プロセスによって発生した欠陥やダメージ層の観察を行った。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

観察試料はHigh-Pressure High-Temperature (HPHT)法により成長したダイヤモンド単結晶を板状にした基板である。この基板を複数枚用意し、それぞれ異なる表面状態にした。研磨工程として、as grown→粗研磨(機械研磨)→仕上げ研磨(機械研磨)→化学機械研磨(CMP)となっているので、それぞれの工程のダイヤモンド結晶を準備した。粗研磨・仕上げ研磨による加工で表面ダメージが発生しているか、その観察された表面ダメージがCMP処理により緩和されているのか、などを観察した。

測定はBL09において、セクショントポグラフィーという手法で行った。図1に示すような配置で $g=400$ の回折を用いて断面像を観察し、欠陥の観察を行った。

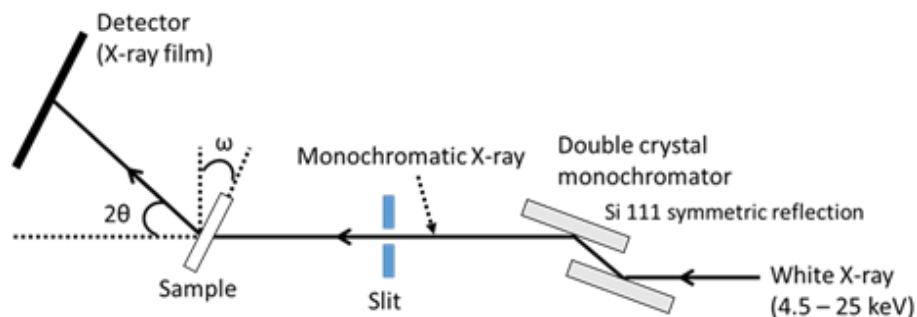


図1 透過 Laue 配置による X 線トポグラフィー測定

4. 実験結果と考察

得られたトポ像の表面付近のコントラストからダメージの有無を調べることが出来た。As grown 表面では、表面近傍に多数の黒コントラストが発生しており、表面の荒れなどによる乱反射の可能性もある。機械研磨を行った表面にはうっすらとコントラストがあり、加工起因の応力が発生しているものと思われる。CMP を行った表面ではこれらのコントラストはあまり観察されず、加工による表面の応力が緩和されていると思われるが、CMP 処理時間の依存性に関してはあまり特徴が確認できなかった。しかし、機械研磨によって発生した表面近傍のダメージ層を、CMP 処理によって緩和できることがわかった。

5. 今後の課題

次世代のパワー半導体として注目されるダイヤモンドのシンクロトン放射光を用いた X 線トポグラフィー観察を行った。セクショントポグラフィーという手法を用いて、試料表面のダメージ層の観察を行った。機械研磨などによって発生したダメージ層を CMP 処理によって除去できることがわかった。今後は CMP 処理の最適化などが課題である。

6. 参考文献

[1] M. Kasu, M. Kubovic, A. Aleksov, N. Teofilov, Y. Taniyasu, R. Sauer, E. Kohn, T. Makimoto, and N. Kobayashi, *Diamond Relat. Mater.* **13**, 226 (2004).

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)

[1] M. Kasu, R. Murakami, S. Masuya, K. Harada, and H. Sumiya, Synchrotron X-ray topography of dislocations in high-pressure high-temperature-grown single-crystal diamond with low dislocation density, Applied Physics Express, **7** (2014)125501.

[2] S. Masuya, K. Hanada, T. Uematsu, T. Moribayashi, H. Sumiya, M. Kasu, Determination of the type of stacking faults in single-crystal high-purity diamond with a low dislocation density of $<50\text{cm}^{-2}$ by synchrotron X-ray topography, Japanese Journal of Applied Physics **55**, (2016)040303

[3] S. Masuya, K. Hanada, T. Moribayashi, H. Sumiya, M. Kasu, Determination of partial dislocations of stacking fault in (111) single crystal diamond grown on (111) seed crystal by synchrotron X-ray topography, Journal of Crystal Growth, **468** (2017) 439.

[4] S. Masuya, K. Hanada, T. Oshima, H. Sumiya, M. Kasu, "Formation of stacking fault and dislocation behavior during the high-temperature annealing of single crystal HPHT diamond", Diamond and Related Materials **75** (2017) 155.

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)

ダイヤモンド, セクショントポグラフィー, 化学機械研磨(CMP)

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(2018年度実施課題は2020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 3月)