



# 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 : 1910082R

B L 番号 : BL09

(様式第 5 号)

実施課題名 : X 線トポグラフィーによる単結晶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、奈良 佳樹、稲田力  
S.Shikata,K.Miyajima,Y.Nara, C.Inada

著者・共著者 所属 : 関西学院大学 理工学部  
School of Science, Kwansei 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 合成絶縁型ダイヤモンド結晶基板について、ほぼ無欠陥領域、個別認識可能な程度の欠陥密度の領域、欠陥のバンドル部分など特徴的な領域を全て含む結晶であることがわかった。今後、欠陥ベクトル、バーガーズベクトルの解析を実施する。またこの基板上にエピタキシャル成長を行い比較検討を行う。また従来良く知られたカソードルミネッセンス (CL) による欠陥との関連性について、詳細調査を行う。

### （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. It was found that the crystal contained regions with variety of dislocation densities ranging from dislocation-free to bundles. In addition, huge stacking faults are found.

In the future, we will analyze dislocation vectors and Burgers vectors. In the next stage, epitaxial growth will be given on this substrate, and following X-ray topography image acquisition. Additionally, we will conduct a investigation on the relationship between the well-known dislocations conventionally observed by cathodoluminescence (CL).

## 2. 背景と目的

地球のCO<sub>2</sub>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パワ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發揮することがわかってきてている。そんな中で、次世代ワイドギ

ヤ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）

測定試料は絶縁型HPHT（高温高圧）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gベクトルは、反射モードの<113>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。

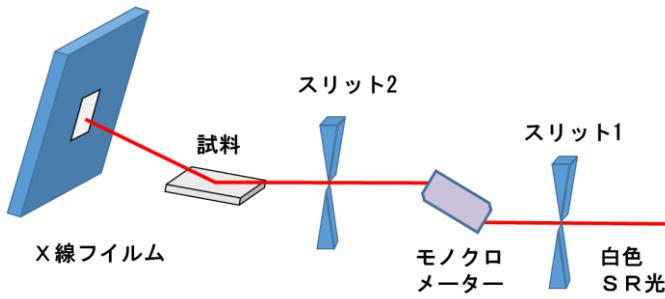


図1 X線トポグラフィの計測図

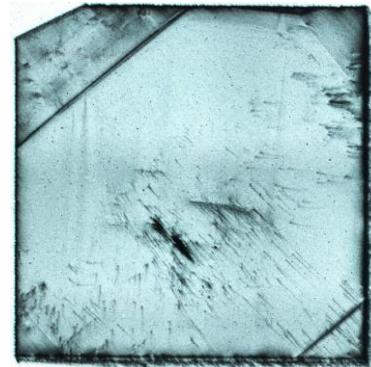


図2 HPHT基板(3mm角)の  
X線トポグラフィ像 [113]

### 4. 実験結果と考察

HPHT合成絶縁型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( $g=113$ )を得ることが出来た。ほぼ無欠陥領域、個別認識可能な程度の欠陥密度の領域、欠陥のバンドル部分など特徴的な領域を全て含む結晶であることがわかった。また巨大な積層欠陥と思われる欠陥が存在することなど、従来見られなかった特徴が見られた。

### 5. 今後の課題

今後、欠陥ベクトル、バーガーズベクトルの解析を実施する。またこの基板上にエピタキシャル成長を行い、さらにX線トポグラフィ像を取得し、比較検討を行う。また従来良く知られたカソードルミネッセンス(CL)による欠陥との関連性について、詳細調査を行う。

### 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： 2022年 3月）