



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：2012130S

BL番号：BL09

(様式第5号)

最高品質ヘテロエピタキシャルダイヤモンド層のX線トポグラフィー観察
およびX線ロックンクカーブ測定

X-ray topography observation and X-ray rocking curve of high-quality heteroepitaxial diamond epilayer

嘉数 誠, Sdoeung Sayleap
Chaman Md Muhidul Islam

Makoto Kasu, Sdoeung Sayleap,
Chaman Md Muhidul Islam

佐賀大学大学院 理工学研究科
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。

最近、異種材料であるサファイア基板上にダイヤモンドをヘテロエピタキシャル成長できるようになり、世界最高品質の結晶性を発表した。今まで高温高压合成法では4mm角程度であった面積が、現在では1インチ径、近日中に2インチ径ができる予定である。

そこで今回は、X線トポグラフィーでヘテロエピタキシャルダイヤモンドの結晶性を調べることとシンクロトロンで微小スポット径にしたX線回折ロックンクカーブで半値幅を調べる。

(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.

Recently, diamond heteroepitaxial growth on a sapphire substrate has been achieved, and its highest quality has been reported. Presently, 1-inch heteroepitaxial diamond is realized and in the near future, 2-inch wafer will appear.

In this study, we investigate crystal quality by X-ray topography, and measure FWHM of X-ray rocking curves.

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。

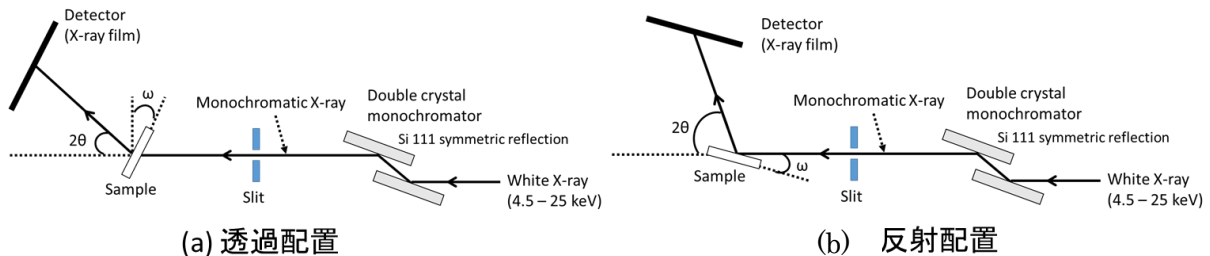
環境・エネルギー問題は、今や不可避の深刻な社会問題である。エレクトロニクス、情報通信ネットワーク、電力ネットワークのエネルギー効率、システムのハードウェアの大部分を占めるシリコン(Si)材料の固有の物性限界に到達している。それを打破するために、Siよりバンドギャップが広いSiCやGaNや、新しいワイドギャップ半導体であるダイヤモンドや酸化ガリウムを用いた高効率パワーデバイスの実用化に繋げ、エネルギー問題を根本的に解決することが最大の目標である。しかしながら、半導体結晶を用いて作製される電子デバイス・光デバイスの特性は、その結晶中の格子欠陥の物性に大きく左右される。例えば、線状欠陥である転位は格子歪、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。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。我々はこれまでにX線トポグラフィー測定によりダイヤモンド単結晶や β -Ga₂O₃単結晶の転位や積層欠陥の観察と同定を行ってきた。

3. 実験内容 (試料,実験方法,解析方法の説明)

ダイヤモンド単結晶において、結晶内部に存在する転位の観察を行う。これらの転位のバーガーズベクトルを同定するため、それぞれの基板で様々な回折条件下で測定を行う。

サンプルを $g=\{605\}$, $\{224\}$ 等のトポグラフ像を測定する。エピタキシャル結晶の観察を目的としているため、X線の基板への侵入は出来るだけ避けたい。また、エピ結晶の欠陥と、基板欠陥を確実に区別するため、浅い侵入のトポグラフ像と深い侵入のトポグラフ像を両方測定する。 g ベクトルは出来るだけ多くのパターンで測定し、得られたトポグラフ像を比較し、欠陥コントラストの消滅則により、転位のバーガーズベクトルを同定する。

測定条件(X線エネルギー、試料配置など)は測定試料の面方位、観察範囲(表面からの深さ)によって変更するが、ブラッグ条件に当てはめ条件を決定する。



4. 実験結果と考察

今回、X線のビーム径を絞ってX線ロッキングカーブを測定したが、半値幅は100sec程度と、実験室系とあまり変わらない値が得られた。シンクロトロン光でも1mm以下までビーム径を絞るのは難しいと思われる。

X線トポグラフィーも測定したが、結晶に内在する歪みが観測された。

5. 今後の課題

ヘテロエピタキシャルダイヤモンド結晶は、ところどころグレインがあり、歪みも大きいことがわかった。今後、結晶の改良を進め、再度、トライしていきたい。

6. 参考文献

- [1] M. Kasu, *et al.*, Japanese Journal of Applied Physics 55, 1202BB (2016).
- [2] O. Ueda, *et al.*, Japanese Journal of Applied Physics 55, 1202BD (2016).
- [3] H. Yamaguchi, *et al.*, Superlattices and Microstructures 99, 99 (2016).

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.
- [5] S. Sdoeung, K. Sasaki, K. Kawasaki, J. Hirabayashi, A. Kuramata, T. Oishi, and M. Kasu, “Origin of reverse leakage current path in edge-defined film-fed growth (001) β -Ga₂O₃ Schottky barrier diodes observed by high-sensitive emission microscopy”, *Applied Physics Letters* **117**, 022106 (2020).
- [6] S. Sdoeung, K. Sasaki, K. Kawasaki, J. Hirabayashi, A. Kuramata, and M. Kasu, “Polycrystalline defects—origin of leakage current—in halide vapor phase epitaxial (001) β -Ga₂O₃ Schottky barrier diodes identified via ultrahigh sensitive emission microscopy and synchrotron X-ray topography”, *Applied Physics Express* **14**, 036502 (2021).
- [7] S. Sdoeung, K. Sasaki, S. Masuya, K. Kawasaki, J. Hirabayashi, A. Kuramata, and M. Kasu, “Stacking faults: Origin of leakage current in halide vapor phase epitaxial (001) β -Ga₂O₃ Schottky barrier diodes”, *Appl. Phys. Lett.* **118**, 172106 (2021)

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, X線トポグラフィ

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 10月)