



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：2105036R

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、竹内 茉莉花、坪倉 拓夢、外山 正悟
S.Shikata, M.Takeuchi, T.Tsubokura, and S.Toyama

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。

入射角が極めて低く、結晶への侵入長も数十 μm と浅い $\langle 202 \rangle$ 反射を用いて、 $\langle 404 \rangle$ などの深い反射と異なり、表面情報を得るための実験を実施した。従来深さ方向情報が重畳して分離できなかった成長セクター境界の幅情報などが明瞭に観測された。今後、表面近傍と深いところの情報を分離し、エピタキシャル層形成後、デバイス作製して、転位表面の影響に関して検討を行う。

(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.

XRT experiments were conducted to obtain dislocation information relate to the epitaxial film growth, using $\langle 404 \rangle$ reflections, deposited on diamond substrate, whose dislocation information had already been measured by XRT in the same manner.

In the future, the dislocation information in the epitaxial film, such as the one inherited from the substrate dislocation, one occurred from the epi/substrate interface will be investigated.

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。その中で基板及びエピタキシャル膜の結晶欠陥について、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 絶縁性エピタキシャル膜／絶縁HPHT基板で、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 <404>である。計測のスキーム概要図例を図1に示す。結晶を回転して測定することで、トポグラフィ像を撮影し、4方向の結晶のトポグラフィ像を得ることが出来た。

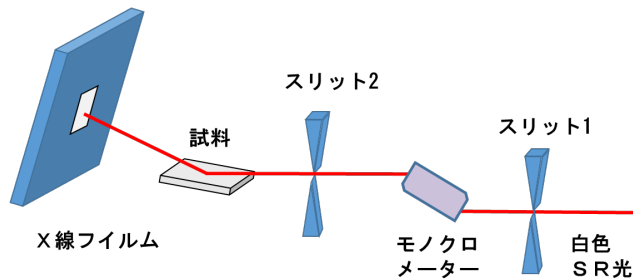


図1 X線トポグラフィの計測図

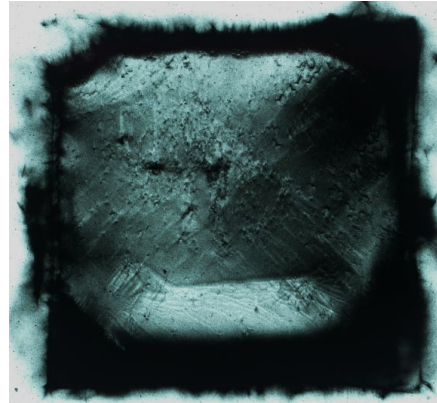


図2 エピタキシャル成長膜（3mm角）のX線トポグラフィ像 [404]

4. 実験結果と考察

絶縁性エピタキシャル膜／絶縁 HPHT 基板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。本例に用いた基板は予めX線トポグラフィの画像取得した基板を用いている。ダイヤモンドはX線の透過が大きいので、今回の画像は、基板にエピ膜による情報が完全に加算されたものである。

5. 今後の課題

今後、予め取得したX線トポグラフィ基板画像群と併せて前後の<404>×2=8枚の写真を用いて、転位の深さ方向、表面近傍の情報の分離を行う。また転位の方向、発生・消滅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
- 4) “Influence of threading dislocation on diamond Schottky barrier diode characteristics”, N.Akashi, N.Fujimaki, and S.Shikata, Diam.Relat.Mat., 109 (2020)108024
- 5) “Analysis method of diamond dislocation vectors using reflectance mode X-ray topography”, S.Shikata, K.Miyajima, and N.Akashi, Diam.Relat.Mat.,118 (2021) 108502

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（2021年度実施課題は2023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： 2023年 3月） |
| ② 研究成果公報の原稿提出 | （提出時期： 年 月） |