



# 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 : 1705029R

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  
English : Observation of single crystal diamond dislocations by X ray topography

著者・共著者 氏名 : 鹿田真一、明石直也、河田快  
English: S.Shikata, N.Akashi, K.Kouda

著者・共著者 所属 : 関西学院大学 理工学部  
English: 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。404 系の g ベクトル回折を用い絶縁性結晶の欠陥像を取ることが出来た。成長時の 4 つのセクター境界周辺で多数の欠陥が見られること、中心部に種結晶から[001]セクター方向に成長した部分に欠陥束が明瞭に観察されることなど、従来と異なる情報が得られた。

### (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. In order to investigate the dislocation of diamond and its growth process, dislocation observation and analysis are carried out for undoped diamond HPHT substrates with (404) and its equivalent g vectors by X ray topography method using BL09 of SR facility. Finally, very clear dislocation lines along four growth sectors and [001] direction dislocations bundle in the center, presumably originate from the seed crystal.

## 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開始する。

### 3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

測定試料は HPHT (高温高圧) 法により成長させたBドープp型低抵抗単結晶、絶縁性高抵抗ダイヤモンド（サイズは概ね3mm角）を用いた。前者のドーピング濃度は概ね300ppmである。表面は(001)面で、ファイン研磨済（恐らく一般の半導体ウェハに比べては十分ではない）の結晶である。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、逆格子ベクトルが(404)及び(202)系となるように回折設定を行い、反射モードで測定し、フィルムに露光させた。計測のスキーム概要図を図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。

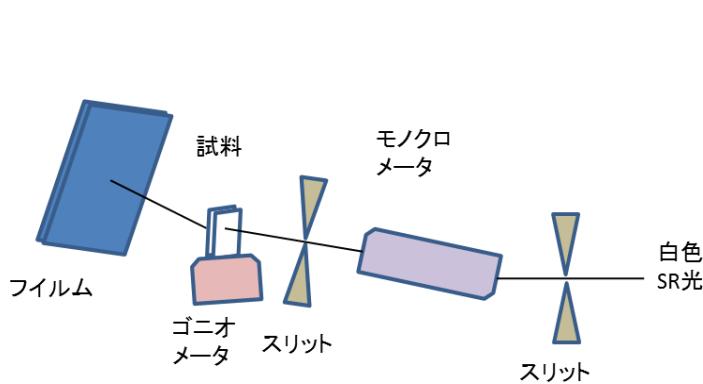


図1 X線トポグラフィの計測図

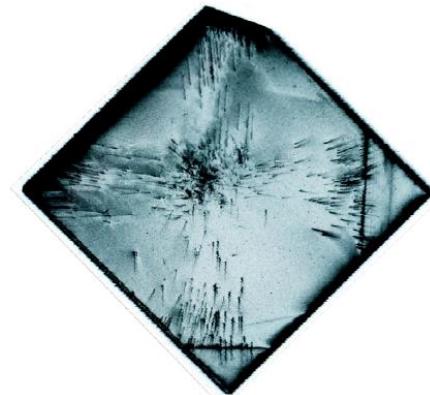


図2 HPHTダイヤ（3mm角）のX線トポグラフィ撮影像

### 4. 実験結果と考察

絶縁性HPHTダイヤモンド結晶に関して、図2に示すようなX線トポグラフィの画像( $g=4\text{-}40$ 系)を得ることが出来た。成長時の4つのセクター境界周辺で多数の欠陥が見られること、中心部に種結晶から[001]セクター方向に成長した部分に欠陥束が明瞭に観察されること、右端部分と下端部分に洗浄の欠陥が観測されることなど、これまでと異なる情報が得られた。

### 5. 今後の課題

今回観測のトポグラフィ像に加えて、異なる $g$ ベクトルの実験を行い、バーガーズベクトルの同定評価を行う予定である。今後この基板上にエピタキシャル膜成膜を行い、トポグラフィ観察を行うと共に、結晶成長界面からの新たな欠陥発生との関連を調査する。

### 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）

”高濃度P+ダイヤモンドエピ膜の結晶歪と欠陥評価”, 山口浩司, 土田有記, 田淵裕基, 大谷昇, 鹿田真一, 第64回応用物理学会春季学術講演会、パシフィコ横浜（神奈川県横浜市）3/14-17 (2017)

”X線トポグラフィを用いたp+HPHTダイヤモンドの欠陥評価”, 亀井栄一, 山口浩司, 土田有記, 鹿田真一, 同上

”Dislocation analysis of p<sup>+</sup> HPHT diamond by X-ray topography”, E. Kamei, K. Yamaguchi, Y.Tsuchida and S. Shikata, New Diamond and Nano Carbons 2017, May 29-June 1, Cairns, Australia, (2017)

”Evaluation of strain and dislocation of p+ diamond epitaxial layer on HPHT”, K. Yamaguchi, Y.Tsuchida, Y.Tabuchi, N.Ohtani and S.Shikata, 同上

### 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（2017年度実施課題は2019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。