



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 : 1709089R

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、藤巻菜奈子
English: S.Shikata, N.Akashi and N.Fujimaki

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。

P+HPHT ダイヤモンド結晶を基板に、p- ダイヤモンドエピタキシャル膜を成長した試料について、明瞭な X 線トポグラフィの透過画像 ($g=202$ 系) を得ることが出来た。以前撮影した P+HPHT ダイヤモンド結晶のみの欠陥と比較検討することで、新たに 50 余個の結晶欠陥と思われる箇所が観察された。

(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. 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.

X-ray topography images ($g = 202$ series) was obtained for a p- diamond epitaxial film grown epitaxially on a P + HPHT diamond crystal as a substrate. By comparing with the defects of P + HPHT diamond substrate taken before, 50 dislocations were observed.

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 がすこしづつ電車、家電、産業機器などで実用に供され、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 HPHT (高温高圧) 及びCVD (Chemical Vapor Deposition) 法により成長させたB ドープ p 型低抵抗単結晶、及び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、反射モードで測定し、フィルムに露光させた。用いた逆格子ベクトルは透過が [220]、反射が [404]、[202] 及び[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。

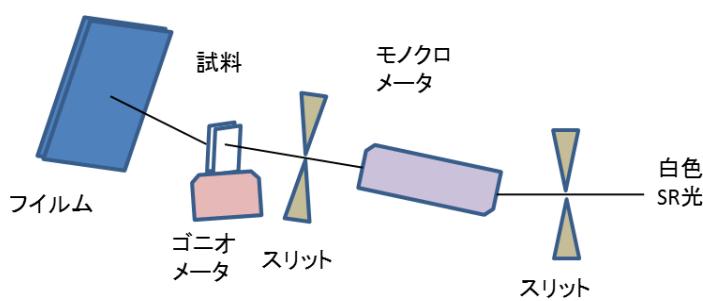


図1 X線トポグラフィの計測図

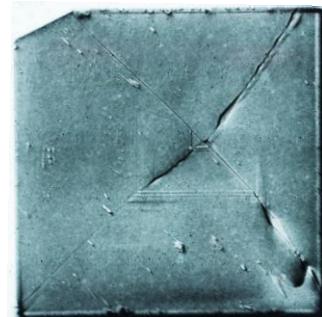


図2 エピ膜/基板 (3mm角) の
X線トポグラフィ撮影像

4. 実験結果と考察

P+HPHT ダイヤモンド結晶を基板に、p- ダイヤモンドエピタキシャル膜を成長した試料について、図2に示すような X 線トポグラフィの透過画像 ($g=202$ 系) を得ることが出来た。以前撮影した P+HPHT ダイヤモンド結晶のみの欠陥と比較検討することで、新たに 50 余個の結晶欠陥と思われる箇所が観察された。

5. 今後の課題

今回観測の結晶上に、欠陥部分を正確に含むように、デバイスプロセスを行い、縦型構造のショットキーバリアダイオード (SBD) を作製する。そして、SBD の電気特性を計測し、欠陥がデバイスに及ぼす影響について、欠陥種別ごとに調べていく。

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）

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, (2018) accepted for publication Jan.9 2018

2) ”Influence of dislocations to the diamond SBD reverse characteristics”,
N. Akashi, A.Seki, H.Saitoh, F.Kawai and S.Shikata,
Material Science Forum, (2018) accepted for publication Dec.9 2017

3) “Evaluation of p+ HPHT diamond substrate for power device application”,
S.Shikata, Y.Tsuchida, K.Yamaguchi, E.Kamei, D.Fukunaga, Y.Tabuchi and N.Ohtani,
Diamond and Related Materials, 73(2017)pp.241-247

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。