



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：1711114S

BL番号：BL09

(様式第5号)

大面積ダイヤモンド単結晶の X 線トポグラフィー観察

X-ray Topography observation of diamond single crystal.

嘉数 誠, 梶谷聡士, 森林朋也, 片桐英鉄

Makoto Kasu, Satoshi Masuya, Tomoya Moribayashi, Eitetsu Katakiri

佐賀大学大学院 工学系研究科

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すべてご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください（核実験参加機関より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。したがって、これらの結晶欠陥の観察・評価は産業応用に向けた重要な課題であるが、これまでのダイヤモンド単結晶の欠陥評価は、我々及び外部機関共に高温高圧（HPHT）結晶またはホモエピ結晶に関してのものだった。これらの結晶は数 cm^2 程のサイズであり、大型化が難しい。そのため本研究では大面積を目指したヘテロエピ結晶の X 線トポグラフィー観察を行い、その結晶性を評価した。

(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. Therefore, to minimize the defect density, it is critical to understand crystal defects such as dislocations and stacking faults. Previous studies focused on HPHT single crystal or homo epitaxial diamond, and there are few reports about defects in hetero epitaxial diamond. In this study, we observed defects in hetero epitaxial diamond by X-ray topography.

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、 $\beta\text{-Ga}_2\text{O}_3$ 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は、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が、これまでのダイヤモンドの結晶欠陥に関する研究はほとんどが HPHT 結晶、もしくはホモエピ結晶に関しての報告だった。しかしこれらの結晶は大型化が難しく、産業化に向けた大型結晶に関しては結晶欠陥に関して詳しくわかっていない。

そこで本研究では大面積成長を目指したヘテロエピタキシャル結晶に関して焦点を当て、X線トポグラフィにより結晶欠陥や結晶性を評価した。

3. 実験内容 (試料, 実験方法, 解析方法の説明)

測定試料はヘテロエピタキシャルダイヤモンド単結晶である[1]。MgO(100)基板にスパッタ法でIrを成膜し、そのIr上にダイヤモンドをマイクロ波プラズマCVD法によりヘテロエピ成長を行っている。ダイヤモンドの成長後、下地のMgO/Irは剥離し、ダイヤモンドの自立膜となっている。サイズは10mm×10mm×0.5mmのプレート状基板である。このプレート基板を複数枚用意し、それぞれ異なる条件で化学機械研磨(CMP)を施し、その変化についても調べた。

結晶欠陥の観察はBL09のビームラインを利用し、X線トポグラフィにより観察する。図1に示すような反射Bragg配置で、 $g=220$ の回折で測定を行った。

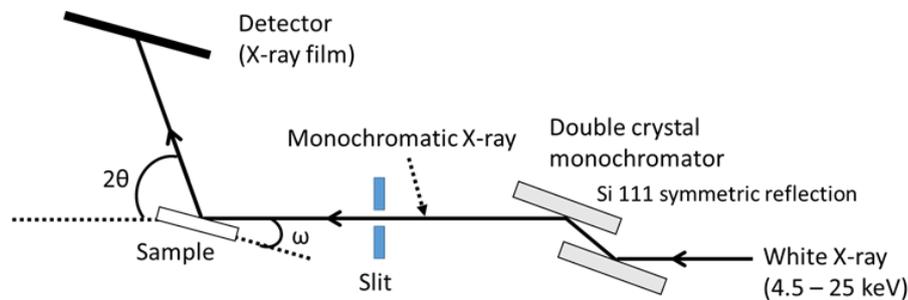


図 1 X線トポグラフィ装置図

4. 実験結果と考察

得られたトポ像は、全体がぼやけており、個々の欠陥を観察することは困難だった。これは結晶内の歪が大きく、結晶全体で均一に回折していないと思われる。X線トポグラフィでの観察は困難であり、膜質を改善する必要がある。

欠陥の観察はあまり出来なかったが、CMPの処理時間依存性を見ると、処理時間が長い程、トポ像がシャープになっており、結晶性が向上していることが示唆された。膜全体の品質の問題もあるが、CMP処理により表面近傍のダメージ層が緩和していることが考えられる。窒化ガリウムやサファイア基板と同様にダイヤモンドにおいてもCMP処理により表面近傍のダメージ層を緩和する機構があることがわかった。今後、CMPの技術も含めて、ヘテロエピダイヤモンドの品質向上が求められる。

5. 今後の課題

次世代のパワー半導体として注目されるダイヤモンドのシンクロトロン放射光を用いたX線トポグラフィ観察を行った。大面積ウェーハとして期待されているヘテロエピタキシャル結晶を用いて、結晶性の評価、欠陥の観察を行った。結晶全体に歪が大きく、トポ測定で個々の欠陥を評価するのは困難であり、更なる膜質の向上が課題である。しかし、CMP処理の効果が確認できた。今後これらの技術を用いて、産業レベルの高品質ヘテロエピタキシャルダイヤモンドの合成技術が必要である。

6. 参考文献

[1] H. Aida, S. W. Kim, K. Ikejiri, Y. Kawamata, K. Koyama, H. Kodama, A. Sawabe, Applied Physics Express 9, 035504 (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.

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, ヘテロエピタキシャル成長, 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(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。

① 論文(査読付)発表の報告 (報告時期： 2019 年 3 月)