

(様式第5号)

CVD 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, 片桐英鉄

Makoto Kasu, Satoshi Masuya, 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。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。これまでダイヤモンド単結晶の結晶欠陥の観察や同定を行ってきたが、これらの発生機構は明確には分かっていない。そこで本研究では下地結晶と成長結晶の欠陥を観察することにより、結晶欠陥の発生機構に関して議論した。

(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. In this study, to investigate the generation mechanism of defects in diamond, we observed defects in HPHT substrate and CVD epitaxial layer, and compared each defects. Then we found some defects in CVD layer occurred by taking over substrate defects.

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。

我々はこれまで X 線トポグラフィーによりダイヤモンド単結晶中の結晶欠陥の観察と同定を行ってきたが、これらの発生機構に関して明確に分かっていない。そこで本研究では、Chemical Vapor Deposition(CVD) 法により成長したダイヤモンド単結晶の結晶欠陥の発生機構に関して議論する為、下地基板結晶と成長結晶の結晶欠陥の比較を行った。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

CVDダイヤモンド単結晶の結晶欠陥の発生機構を調べるため、以前にX線トポグラフィーにより結晶欠陥の観察と同定を行った高温高压合成(HPHT)ダイヤモンド単結晶を下地基板として、マイクロ波プラズマCVDによりエピタキシャル成長を行った。この時のエピタキシャル層の厚みは約50 μm である。成長後の成長面は荒れているため、CVD層を十分残しつつ機械研磨を行い、平坦化処理をしている。研磨後の厚さも、X線の侵入長がCVD層内で収まるように設定した。

この試料に対して、図1に示す反射Bragg配置により $g=022$ 等の反射トポを測定し、転位等の欠陥の観察を行う。以前に下地基板も同じ回折条件でトポ測定を行っているため、成長前後でトポ像の比較を行い、転位の発生源などを調べる。また、 $g \cdot b$ 消滅則により転位のバーガーズベクトルも求め、転位の構造も調べた。

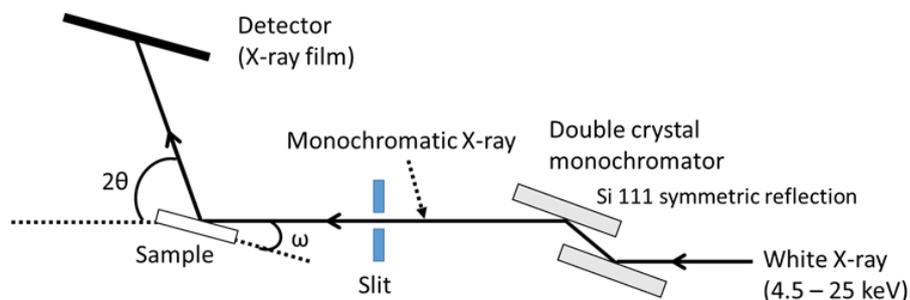


図 1 X 線トポグラフィー装置図

4. 実験結果と考察

得られたトポ像では欠陥として主に転位が観察された。CVD 結晶特有の基板結晶からの貫通転位と思われる。これらの転位は成長後の表面に観察された異常成長丘 ((ヒロック) トポ測定前に機械研磨により除去) の位置と対応し、転位によりヒロックが形成されていることがわかった。また、下地基板のトポ像と比較すると、一部の転位は下地基板の転位を引継いで発生しているが、他の物は下地結晶のトポとは相関がなく、表面の荒れや残渣物などを起点に発生していると考えている。

他の報告等では CVD 結晶において複数の転位が束状に観察されているが、今回の観察でも同じように 2~3 本の転位が束状に発生している。 $g \cdot b$ 消滅則により一部の転位は混合転位であることがわかった。

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 線トポグラフィー観察を行った。HPHT 基板結晶と CVD 成長結晶を個別に測定した。CVD 成長において一部は基板の転位を引継いで発生しているが、基板欠陥と相関がない箇所でも発生している転位もあった。

今後はこれらの転位の構造を詳細に調べることと、CVD 結晶における欠陥の発生機構に関して詳細に明らかにすることが課題である。

6. 参考文献

[1] H. Sumiya and K. Tamasaku, Japanese Journal of Applied Physics 51 (2012) 090102.

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, 高温高压合成, 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： 2020年 3月）