

課題番号：1807053R

BL番号：BL09

(様式第5号)

実施課題名：マイクロビーム X線を用いた単結晶ダイヤモンドの
結晶性評価

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

著者・共著者 氏名： 鹿田真一、河田快

English: S.Shikata and K.Kouda

著者・共著者 所属： 関西学院大学 理工学部

English: 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（トライアルユースを除く）。
- ※ 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、本施設を用いたマイクロ X線回折の走査測定により、通常の X線回折情報との比較検討を試みた。

HPHT で成長した単結晶ダイヤモンドを基板に取り出した放射光[004]回折をスリット通過させ、縦約 200 μm 、横約 200 μm の領域に絞り、ステージで試料を操作して計測した。3 \times 9 の走査データを得た。明らかに結晶性の位置依存が存在することがわかった。

(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 crystallinity by X-ray diffraction were carried out using the SR facility.

X ray diffraction measurements using [404] vector are carried for a diamond grown by high pressure high temperature (HPHT) method. By introducing the micro-area measurement for 200 μm x 200 μm accompanied by two dimensional scanning of 3x9, the distribution of crystallinity of diamond was 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。その中で結晶性評価について、通常のX線回折によるFWHM評価などと、結晶性に関するマイクロ情報との相関関係を調査するために、BL9のビームサイズを絞り、マイクロ領域のみのロックアップ計測を、走査測定で実施し、結晶のマイクロ評価を実施した。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

測定試料は HPHT（高温高压）法により成長させたノンドープ絶縁性高抵抗ダイヤモンド（サイズは概ね3mm角）を用いた。結晶表面は（001）面で、ファイン研磨済の結晶である。X線は本施設BL09を用い、取り出した放射光をスリット通過させ、縦200 μm 、横200 μm の領域に絞り、計測した。用いた逆格子ベクトルは、[004]回折である。なお、ステージで試料を操作して計測を実施し、3 \times 9の走査データを得た。

4. 実験結果と考察

HPHT 上記基板に、絶縁性高抵抗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1に示すようなマイクロ領域（縦200 μm 、横200 μm ）の[004]X線回折スペクトルを得ることが出来た。以前撮影した HPHT ダイヤモンド結晶のX線トポグラフィ写真による転位欠陥等と比較検討することで、明らかに結晶性の位置依存が存在することがわかった。

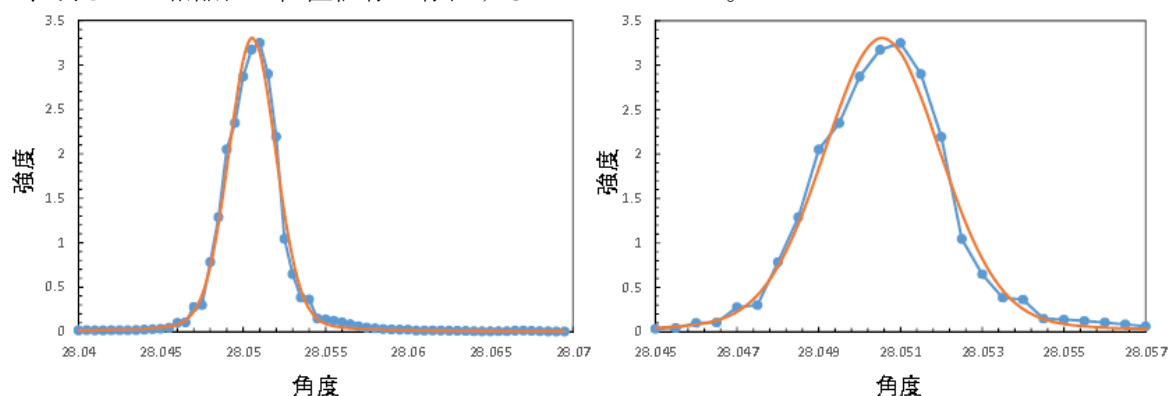


図1 隣接場所におけるマイクロ領域（縦200 μm 、横200 μm ）の[004]X線回折スペクトル

5. 今後の課題

今回観測の結晶とX線トポグラフィ、ラマン分光その他による結晶転位などとの相関関係を詳細に探り、マクロな結晶評価の意義を探る。

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）

- 1) “Precise measurements of diamond lattice constant”, S.Shikata, T.Tanno, T.Teraji, H.Kanda, T.Yamada and J.Kushibiki, Jap.J.Appl.Phys., 57(2018) 111301
- 2) “Dislocation analysis of p type and insulating HPHT diamond seed crystals”, S.Shikata, E.Kamei, K.Yamaguchi, Y. Tsuchida and H. Takahashi, Mat.Sci. For., 924(2018) pp.208-211
- 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, Diam. Relat. Mat., 73 (2017) pp.241-247
- 4) “Single crystal diamond wafer for high power electronics”, S.Shikata, Diam. Relat. Mat., 65(2016) pp.168-175

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線回折、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（2018年度実施課題は2020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 12月）