



# 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：1807057S

BL番号：BL09

(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 CVD diamond single crystal

嘉数 誠, 梶谷聡士, 松藤 遼, 波佐翔馬

Makoto Kasu, Satoshi Masuya, Ryo Matsufuji, Shoma Haza

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。これまで主に結晶成長中に発生する転位や積層欠陥などを観察してきたが、これらとは別に、プロセス過程で発生する欠陥も存在する。特に他材料では機械研磨などによる加工ダメージ・すべり転位の発生などが報告されており、これらも同じく抑制すべき課題である。そこで本研究では、セクショントポグラフィーという手法を用いて、加工プロセスによって発生した欠陥の観察を行った。

### (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, we investigated the defects generated by polishing process, using section 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、 $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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[1]。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の転位や積層欠陥の観察と同定を行ってきた。これらの欠陥は主に結晶成長中に発生したものである。しかし、機械研磨などのプロセス過程によって発生する欠陥も他材料では報告されており、ダイヤモンドでも同様に加工起因の欠陥やダメージ層が発生していると思われる。そこで、本研究ではセクショントポグラフィーという手法により加工プロセスによって発生した欠陥やダメージ層の観察を行った。

### 3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

観察試料はChemical Vapor Deposition(CVD)法により成長したダイヤモンド単結晶を板状にした基板である。この基板を複数枚用意し、粗研磨・仕上げ研磨による加工で表面ダメージが発生しているか、どのような欠陥がみられるかを観察した。

測定はBL09において、セクショントポグラフィーという手法で行った。図1に示すような配置で  $g=400$  の回折を用いて断面像を観察し、欠陥の観察を行った。

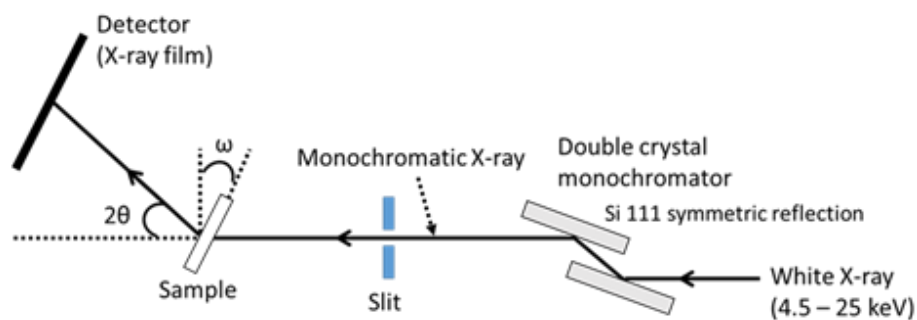


図1 透過 Laue 配置による X 線トポグラフィー測定

### 4. 実験結果と考察

CVD ダイヤモンドをトポ測定し、欠陥を同定した。転位コントラストの消滅測からバーガーズベクトルを求め、転位を刃状転位と混合転位に分類した。その後エッチピットを形成し、トポで測定した欠陥とエッチピットを対応させた。トポで観察した転位とエッチピットは一致しており、刃状転位はエッチピット形状が小さい。混合転位においてはエッチピット形状が大きくなった。

### 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。セクショントポグラフィーという手法を用いて、試料表面のダメージ層の観察を行った。今後はこれらの知見を欠陥の発生メカニズムの解明や、欠陥の抑制技術の開発へと拡張していくことが課題である。

### 6. 参考文献

[1] M. Kasu, M. Kubovic, A. Aleksov, N. Teofilov, Y. Taniyasu, R. Sauer, E. Kohn, T. Makimoto, and N. Kobayashi, *Diamond Relat. Mater.* **13**, 226 (2004).

### 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, セクショントポグラフィー,

**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： 2021年 3月)