

(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、山口浩司、明石直也、塚原隆太
English: S.Shikata, K.Yamaguchi, N.Akashi, R.Tsukahara

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、本施設を用いてX線トポグラフィーにより、欠陥観察を試みた。220系の逆格子ベクトル回折を用い結晶の欠陥像を取ることができ、[110]等価系の多くの積層欠陥が観察され、また[001][110][112]等価系の多くの転位線を同定することが出来た。また回折ベクトルとバーガーズベクトルによる $g \cdot b$ 解析により、刃状欠陥、複合欠陥を多数観測することができた。

(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. In order to investigate the dislocation of diamond and its growth process, dislocation observation and analysis are carried out by X ray topography method using BL09 of SR facility.

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する。

なお今回トライアルユースを希望する理由は、従来筆者らが行ってきた高エネ研（KEK）のSR光と異なり、本施設のビームが低エネルギーで、ビーム強度も低いので、高エネルギー光がないこと、サンプル温度上昇がない反面、長時間露光になるので、その長短を事前に試すことにある。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

測定試料は HPHT (高温高压) 法により成長させた単結晶のダイヤモンド (サイズは概ね3mm角) を用いた。表面は (0 0 1) 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、逆格子ベクトルが (220) 系となるように回折設定を行い、透過モードで測定し、フィルムに露光させた。計測のスキーム概要図を図1に示す。結晶のセットを4回転して測定することで、 $g=220, -220, -2\cdot 20, 2\cdot 20$ の4つの写真を得ることが出来た。小型SR施設のため、蓄積リングからのビームはリアルタイムで減少し、それにあわせてパルス数を変更するなど行った。利用日が2回入射の日であり、入射後は強いビームで比較的短時間で順調に、写真をとることが出来た。

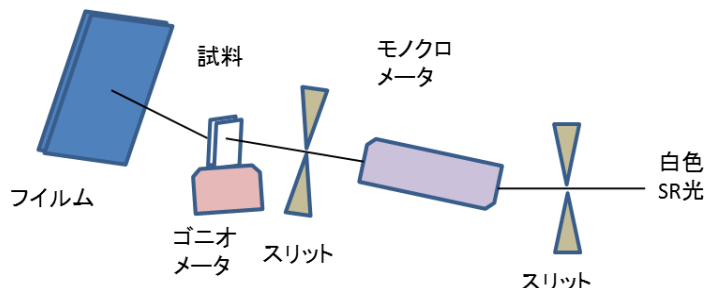


図1 X線トポグラフィの計測図

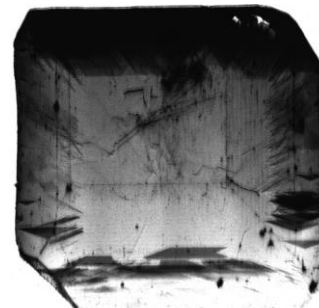


図2 X線トポグラフィ撮影像

4. 実験結果と考察

図2に示すようなX線トポグラフィの画像 ($g=220, -220, -2\cdot 20, 2\cdot 20$ の4つ) を得ることが出来た。ダイヤモンド単結晶はシリコンと比べて著しく結晶の欠陥が多く多数の欠陥が観察できた。[110]等価系の多くの積層欠陥が観察され、また[001][110][112]等価系の多くの転位線を同定することが出来た。また回折ベクトルとバーガーズベクトルによる $g \cdot b$ 解析により、刃状欠陥、複合欠陥を多数観測することができた。また本施設の利用が有効であることがわかった。

5. 今後の課題

本施設でのX線トポグラフィ観察が十分可能であることを確認したので、今後多くの結晶の評価を行う予定である。絶縁性結晶のみならず、低抵抗デバイスを可能にする低抵抗基板、エピ成長、研磨など表面処理などの欠陥観察を行い、欠陥の出来方を探る。また成長、ドーピング、研磨などの結晶プロセスにフィードバックしていく。

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)

"X-ray Topography Used to Observe Dislocations in Epitaxially Grown Diamond Film",

Y. Kato, H.Umezawa, H. Yamaguchi, and S.Shikata, Jpn. J. Appl. Phys. 51 (2012) pp. 090103-1~5

"Characterization of crystallographic defects in homoepitaxial diamond films by synchrotron X-ray topography and cathodoluminescence", H.Umezawa, Y.Kato, H.Watanabe, A.M.M.Omer, H.Yamaguchi, and S.Shikata, Diamond and Related Materials 20 (2011) pp 523-526

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(2016年度実施課題は2018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。

本実験はトライアルユース枠を利用させて頂いた。