

CVD 単結晶ダイヤモンドの X 線トポグラフィ

X-ray Topography of CVD Single-Crystal Diamond

杉山弘¹, 平野馨一¹, 伊藤健二¹, 藤森直治²

1 KEK-PF, 2 (株)イーディーピー

高圧合成(HPHT)法で製作されたⅡa型単結晶ダイヤモンドは、高い結晶完全性を持ち、ダイヤモンド本来の熱的特性を生かした応用が進められている。既にいくつかの放射光施設でモノクロメータとしても使用されている。HPHT法は形状に制限があることから、気相合成(CVD)法での製作技術が開発され、10 mm角を超える大型単結晶が市場に出ている。CVD単結晶ダイヤモンドは、価格が大幅に安価であるだけでなく、薄板を直接製造できる等の特徴があり、放射光用光学素子にも応用が期待されている。しかし、その結晶性はHPHT-Ⅱa結晶に比べて十分とは言えない。ERLなどの次世代光源には熱負荷の観点から様々な光学素子として大型で良質な単結晶ダイヤモンドが必要であり、この改良を進めるために現状のCVD単結晶ダイヤモンドの結晶性を評価した。

評価したCVD単結晶ダイヤモンドは、エピ成長実験等に用いる結晶であるが、0.1 mm厚の大きさの異なる2種類4個を使用した。製作は気相合成種結晶に、メタン濃度5%の水素ガスを原料とし、マイクロ波プラズマCVD法で行った。安定成長のために0.1%以下の窒素を混入している¹⁾。成長面の研磨を行った場合もあるが、スカイフ盤による機械研磨である。周囲はYAGレーザーにより切断した。比較としてHPHT-Ⅱa結晶も評価した。

測定波長は0.78 Åで、非対称Si 440(コリメータ, $\theta_B = 24.0^\circ$)と対称Diamond 004(試料, $\theta_B = 25.9^\circ$)のほぼ平行配置の光学系を用いた。コリメータ、試料ともブラック配置である。CCDカメラを用いてロッキングカーブ測定を行い、ピクセルごとの半値幅2次元分布を求めた。

CVD単結晶は総じてHPHT-Ⅱa結晶(半値幅10 μ rad程度)に比べて1桁大きい半値幅150 μ rad程度となった。製作条件によって若干の違いはあるものの、4つの試料に大きな差異がないことから、CVD法による成長条件が起因していると考えられ、さらに結晶性向上のために成長条件の改良が必要である。また、半値幅は結晶の場所によって大きな違いがあり、50 μ rad以下の部分もあることが判明した。この結果は種結晶の調整や成長条件の適正化で良質な結晶を得られる可能性を示唆している。

1) A.Chayahara et al., Diamond and Related Material, 13,(2004)1954.