

ピンポイント X 線トポグラフィーの開発 Development of Pin-point X-ray Topography

山口 博隆^a, 梶原 堅太郎^b
Hirotaka Yamaguchi^a, Kentaro Kajiwara^b

^a産業技術総合研究所, ^b(財)高輝度光科学研究センター
^aAIST, ^bJASRI

二結晶 X 線トポグラフィーを用いて、平行化された X 線ビームに対しての転位コントラストを観察し、転位密度が一定程度高い結晶の高分解能な転位評価を試みた。第 1 結晶の Si 773 反射で 35 keV の X 線ビームを平行化し、第 2 結晶の ZnO ウエハのラウエケースの回折条件において暗視野像と明視野像を原子核乾板に記録した。その結果、通常のビーム条件では得られない、貫通転位の断面像を得ることができた。

キーワード： X 線トポグラフィー、転位、ZnO

背景と研究目的：

X 線トポグラフィーは試料の加工が必要なく、また、視野の広い欠陥評価手法である。現在では、放射光 X 線を利用することによって、短時間に鮮明な欠陥像を捉えることができる。密度が 10^4cm^{-2} 程度の転位を含むような結晶でも、転位のひとつひとつを分離して観察することが可能である。このため、パワーエレクトロニクス材料として研究が進められている SiC やダイヤモンドなどの結晶や素子の研究開発において、放射光 X 線トポグラフィーは便利な欠陥評価法として利用されている。X 線トポグラフィーで観察される転位コントラストは、転位芯から数十～百マイクロン程度の広がりをもっているため、解析の分解能には限界がある。しかし、転位の形態を詳細に明らかにするためには、転位芯近傍のひずみを詳細に観察する必要がある。そこで、転位をピンポイントに高分解能解析する手法を開発することが本研究の目的である。

第 1 結晶によって X 線ビームを平行化し、第 2 結晶の試料のトポグラフを観察する二結晶配置による測定は、これまで無転位シリコン結晶中の微小欠陥の評価など、高感度なひずみ検出の手法として開発された（平面波 X 線トポグラフィー）。この手法をひずみ勾配の大きな転位に適用すると、特定のひずみ領域を選択的に映し出すことになり、高分解能な評価が可能となる。われわれは、SiC についてこの方法を適用して、高分解能な転位評価を試みてきた。Si 331 非対称反射を第 1 結晶とした SiC 0008 のブラッグケース平面波 X 線トポグラフィーでは、ウィークビーム条件で貫通らせん転位の深さ方向への投影やバーガースベクトルの符号決定ができることを示した[1]。また、ラウエケースの回折においては、貫通転位の断面投影像が得られた。これによって、貫通混合転位の刃状成分とらせん成分の分離、および貫通らせん転位がウエハ表面に誘起するひずみの観察など、詳細な評価が可能であることがわかった[2]。

本課題では、水熱合成法による高品質な ZnO ウエハに対して、高分解能な転位観察を試みた。とくに SPring-8 の特性を活かして、35 keV の X 線ビームを使ったラウエケースの回折条件について検討した。

実験：

試料は東京電波製 ZnO ウエハで、表面方位は(0001)、厚さは 0.1 mm である。測定は BL19B2 第 3 ハッチにおいておこなわれた。波長 0.15 nm の X 線を使ったブラッグケース 0004 や $11\bar{2}4$ の X 線トポグラフによって転位分布を概観した。つづいて、波長 0.0349 nm の X 線に対してラウエケースの 2240 および 4400 などについて、回折条件による転位コントラストの変化を詳細に評価した。二結晶配置においては、試料と同一の回折面を第 1 結晶に選ぶことが理想的である。しかし、ZnO の完全結晶は手に入らないため、第 1 結晶として Si773 非対称反射（非対称因子 $b=0.037$ ）を用いた（図 1）。CCD カメラによって画像をモニターし、試料の任意の位置における回折強度

曲線を測定した。また、いくつかの条件下で、回折および透過のそれぞれのトポグラフを原子核乾板 Ilford L4 に記録した。

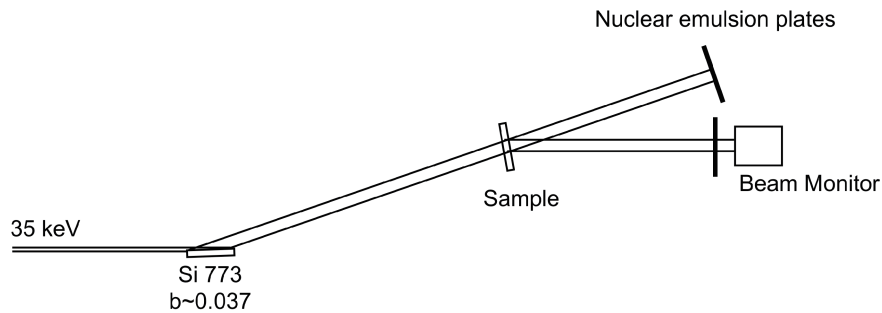


図 1. 2 結晶 X 線トポグラフィのセットアップ

結果および考察：

ZnO はウルツ鉱型結晶構造（六方晶系）をもち、主な転位としては、(0001)面内に延びる基底面転位（バーガースベクトル $\vec{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ）と [0001] 方向にのびる貫通転位（らせん転位 $\vec{b} = n\langle 0001 \rangle$, $(n = \pm 1, \pm 2, \dots)$ ）および刃状転位 $\vec{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ）が存在する。図 2 には、通常のビームによる 0004 と 01 $\bar{1}0$ の X 線トポグラフを示しているが、それぞれ、おもに貫通転位と基底面刃状転位の面内分布が見えている。

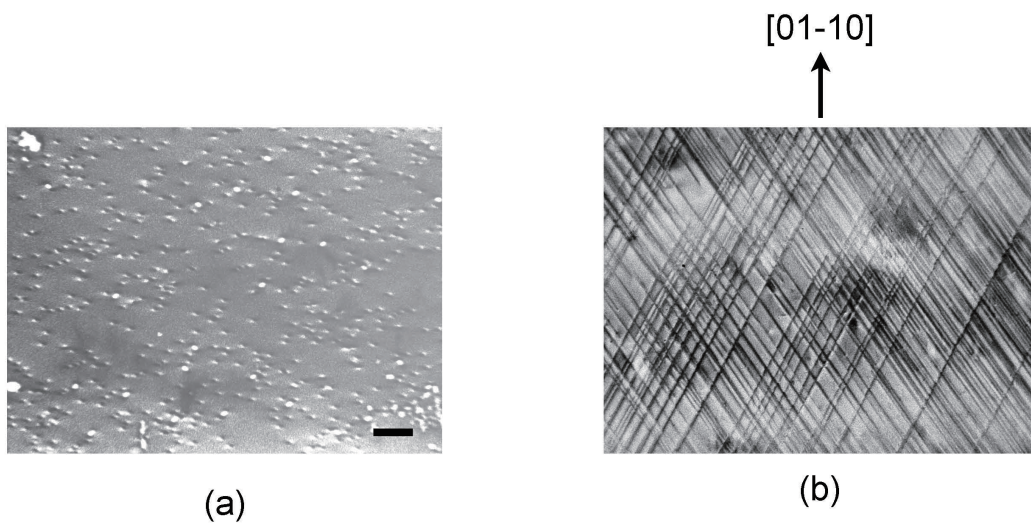


図 2. (a) 0004（ブラッグケース、 $\lambda = 0.15$ nm）および (b) 01 $\bar{1}0$ （ラウエケース、 $\lambda = 0.0657$ nm）の X 線トポグラフ。(a)のスケールは 0.1 mm。

二結晶法による ZnO の回折強度曲線の半値幅は、場所に依存するが、平均的には 22 $\bar{4}0$ 反射で 1.1 arcsec（図 3）、4400 反射で 0.8 arcsec の程度であった。図 4 に、22 $\bar{4}0$ 反射と 0000（透過）の X 線トポグラフを示す。(c) の 2 枚の画像は中央部が、回折ピークから約 0.5 arcsec ずれた位置に相当するが、その近傍で線状の転位コントラストが観察された。両者の像は、単純に白黒逆転しているのではなく、像の左右反転が起きていることから、基底面転位の面内投影像ではなく貫通転位の断面像であると考えられる[2]。

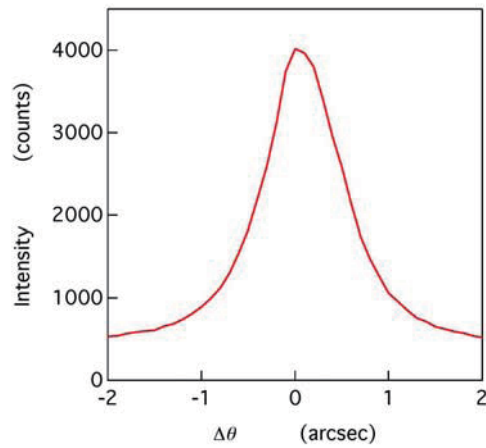


図 3. 二結晶法による 2240 反射の回折強度曲線

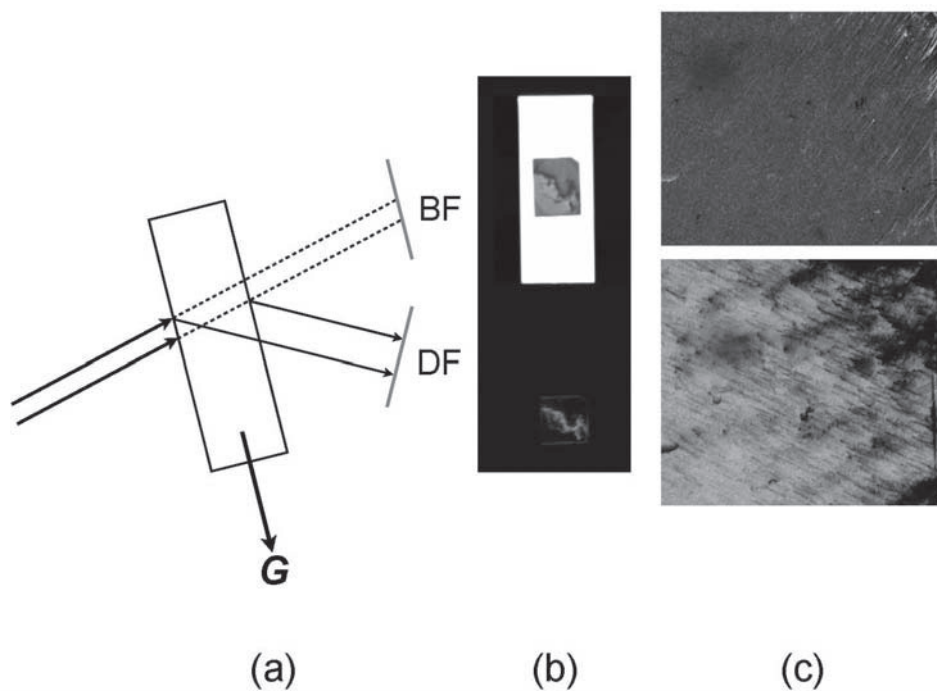


図 4. (a) 二結晶 X 線トポグラフィーにおける第 2 結晶 (試料) と回折ビーム(DF)および透過ビーム(BF)の位置関係、(b) BF および DF の CCD 画像と、(c) 原子核乾板に撮影された BF と DF の拡大図 (一部)。

今後の課題：

SPring-8 で得られる短波長 X 線を用いて、ZnO のラウエケース X 線トポグラフによる高分解能な転位観察を試みた。今回、二結晶法で評価したウエハは貫通転位密度が高かったため、個々の転位についての詳細な観察までには至らなかった。今後は、より転位密度の低いウエハについて個々の転位を詳細に評価することによって、本手法の有効性を調べていきたい。また、特定の観察領域に焦点を合わせて回折条件を調整するためには、高分解能な画像モニターが必要である。今後は、高分解能 X 線カメラ (ビームモニター) の活用を考えたい。

参考文献：

- [1] H. Yamaguchi and H. Matsuhata, *J. Electron. Mater.* **39**, 715 (2019).
- [2] H. Yamaguchi and H. Matsuhata, in preparation.