

# X線トポグラフィの基礎

九州シンクロトロン光研究センター 川戸清爾

SAGA-LS 実験技術セミナー  
X線トポグラフィの基礎と応用

Oct. 24, 2014

# X線トポグラフィの基礎

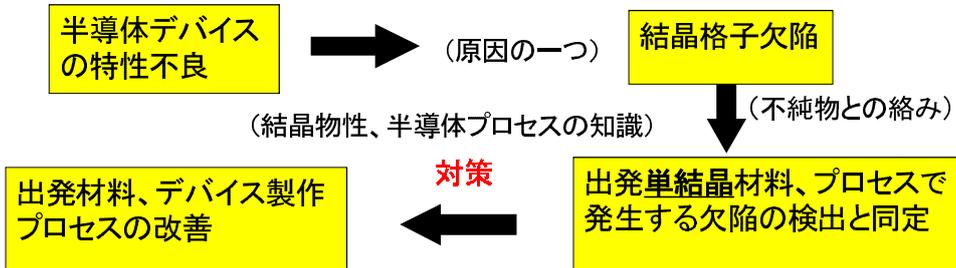
川戸清爾

九州シンクロトン光研究センター・特任顧問

## 内 容

1. X線トポグラフィの目的と欠陥評価法における位置づけ
2. 観察対象(局所歪みと長距離歪み)
3. トポグラフィの方法(実験室系、放射光利用)
4. 欠陥イメージの解釈(完全結晶領域と欠陥領域)

## 結晶格子欠陥評価の流れとX線トポグラフィの位置づけ



### 欠陥検出法

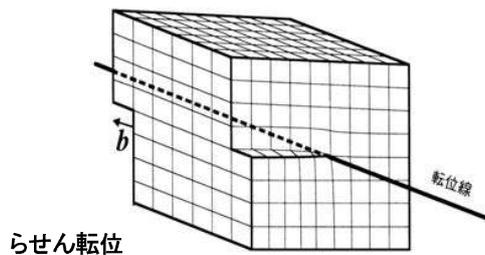
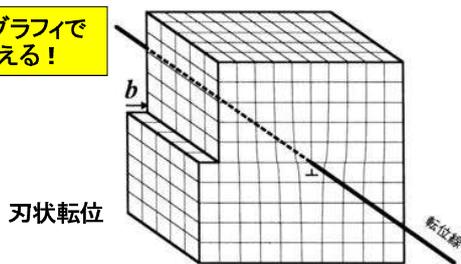
- \* 化学エッチング、**X線トポグラフィ(非破壊)**、透過電子顕微鏡 (欠陥の周りの歪みを検出)
- \* フォトルミネセンス、カソードルミネセンス、走査電子顕微鏡の電子線誘起電流モード (結晶内に発生させたキャリアの局所的な消滅などを検出)

## 観察対象1(局所歪み)

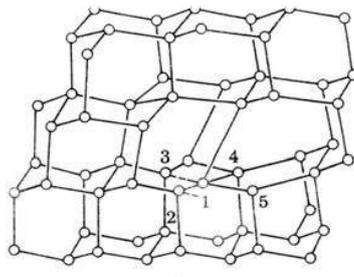
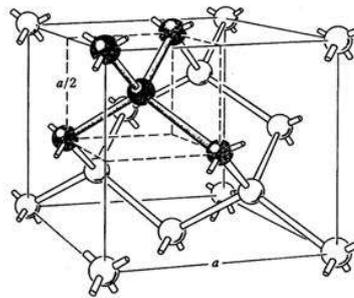
### 線欠陥(転位)

バーガースベクトル( $b$ )と転位線の方向による分類

トポグラフィでは見える!



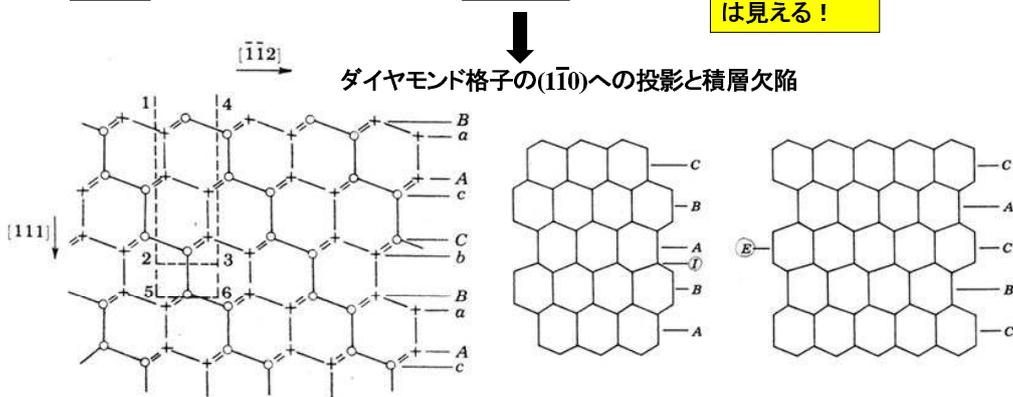
### ダイヤモンド構造



60° 転位 (glide set)

面欠陥： 小傾角境界、双晶境界、積層欠陥

トポグラフィでは見える！



ABCABCABC...の面配列から

I: C面を抜くと、ABABC...内因性積層欠陥 (intrinsic stacking fault)

E: AB面の間にC面を外から入れると、ABCACBCABC...外因性積層欠陥 (extrinsic stacking fault)

体積欠陥

不純物原子の析出、ボイド欠陥

トポグラフィでは見える！

トポグラフィでは見えない！

## 観察対象2(長距離歪み)

### 1. 外的要因による歪み

表面加工: スクラッチ(引っ掻き)、インデント(押し込み)

極端に弱い場合は見えない！

結晶加工(パターン形成、拡散、イオン注入など)

外力による変形: 圧縮、引張り、曲げ

試料のホルダーへの取り付け

### 2. 内的要因による歪み

成長結晶に凍結された内部歪み

結晶に内在する不純物分布: 成長縞

## X線トポグラフィの要素技術:

光源(X線源)、光学系(実験配置)、記録媒体

\* 実験室系; (例)トラバース・トポグラフィ、二結晶トポグラフィ

\* 放射光利用; (例)単色X線トポグラフィ(平面波X線トポグラフィ)

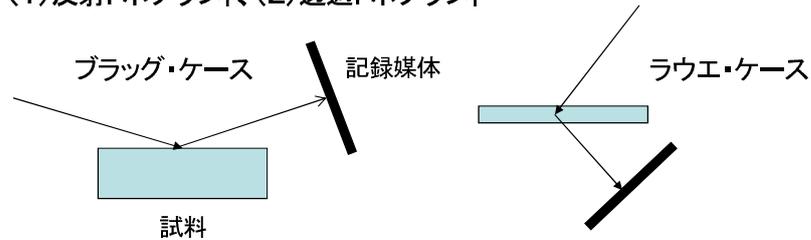
白色X線トポグラフィ

マイクロビーム利用イメージング\*

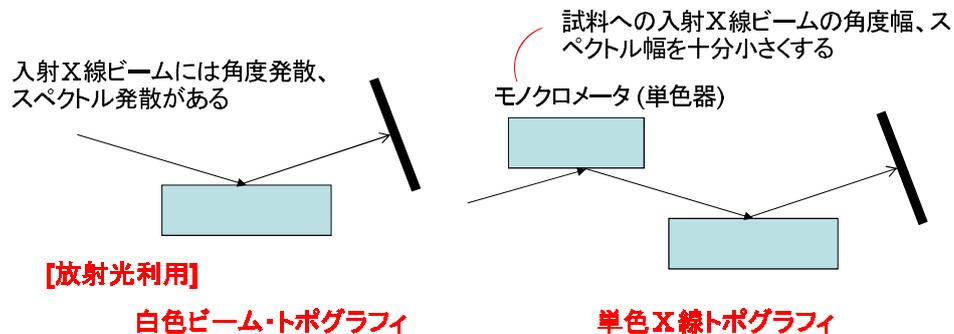
\* 今回は省略

## X線トポグラフィ用光学系の分類

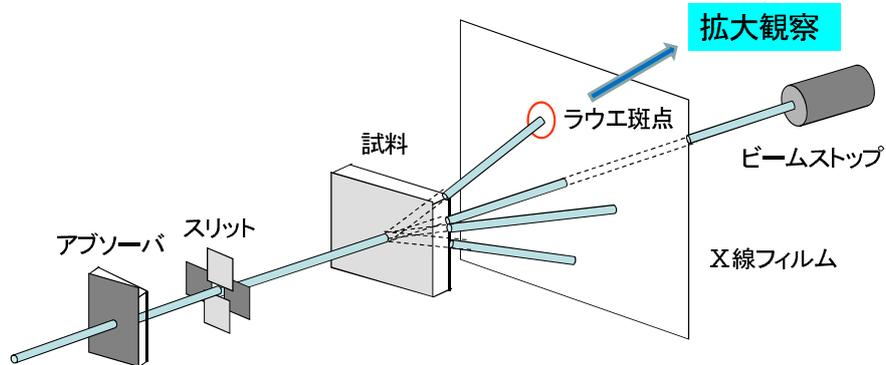
分類1 (1)反射トポグラフィ、(2)透過トポグラフィ



分類2 (1)単一結晶トポグラフィ、(2)二結晶(多重結晶)トポグラフィ



## 放射光白色ビーム・トポグラフィの光学系



白色ビーム  
(連続X線)  
を直接試料  
に照射する

### 光源 - 試料間距離

ESRF ; 145 m    SPring-8 ; 45 m (通常BL) と 200 m (中尺BL)

(長い)

試料 - 検出器間距離  
1 m 以上が可能

SAGA-LS; 24 m (BL09A)

## トポグラフィではどんなデータが得られるのか

X線回折トポグラフィは、結晶の異なる位置で回折する  
X線強度の変動を視覚化する技術

イメージ・コントラストとして観察される

主な像**コントラスト**: 方位コントラスト、回折(or消衰)コントラスト

### 使用するX線光学系とコントラスト

#### 実験室系

- \* 反射トポグラフィ(ベルグ・パレット法): 方位コントラスト、回折コントラスト
- \* 透過トポグラフィ(ラング法): 回折コントラスト、方位コントラスト
- 二結晶トポグラフィ: 方位コントラスト(高精度)

#### 放射光利用

- 単色トポグラフィ、平面波トポグラフィ: 方位コントラスト(高精度)
- 白色トポグラフィ: 回折コントラスト、方位コントラスト

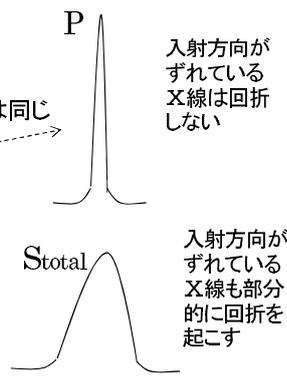
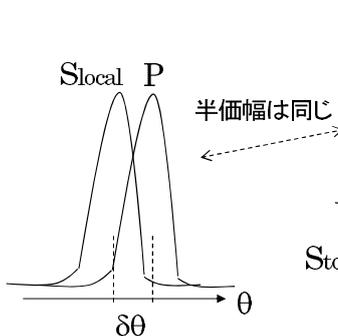
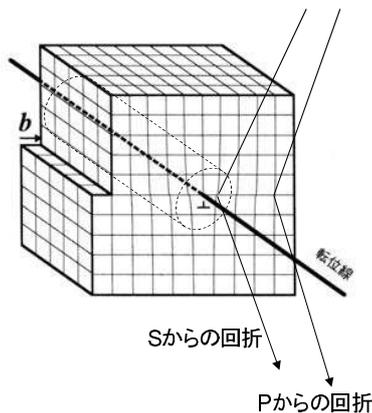
## 欠陥イメージの起源 [概念的な説明]

コントラストを生じる回折効果は、入射X線束の平行性(角度広がり)、単色性、試料結晶の厚さ、X線吸収係数などで異なる。(今回は $\mu t$ 依存は省略)

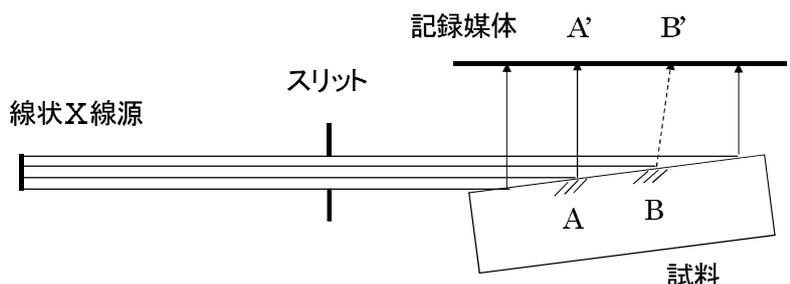
転位の周辺歪み領域(S)と完全結晶領域(P)におけるブラッグ角のずれ( $\delta\theta$ )

単色**平行**ビームを使用した場合: 回折強度差に応じたコントラスト  
[方位コントラスト]

単色**発散**ビームの場合: 積分強度差に応じたコントラスト  
[回折or消衰コントラスト]



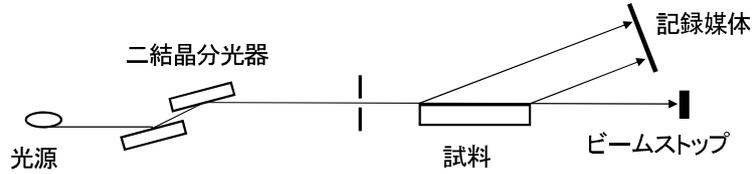
## 反射トポグラフィ(ベルグ-バレット法) **実験室系** の場合



X線源から出た発散ビームは、スリットを介して試料表面に浅い角度で入射し、回折したビームの像が記録媒体にとらえられる。

領域A: 不完全結晶領域(個々の欠陥) → 像A': **回折コントラスト**  
 領域B: 方位 or 面間隔の異なる領域 → 像B': **方位コントラスト**

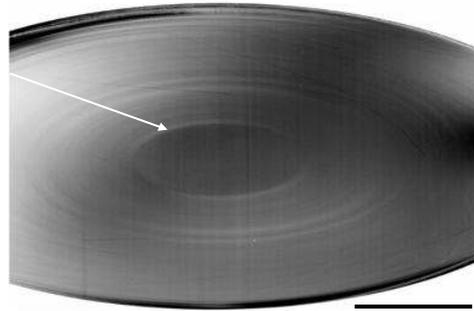
## 放射光利用におけるベルグバレット法と像コントラスト



放射光源から発した白色X線を二結晶分光器で単色、平行化したのち、試料表面に浅い角度で入射させ、回折してきたビームの像を記録媒体にとらえる。

方位コントラスト  
(スクラッチ)

↑  
g

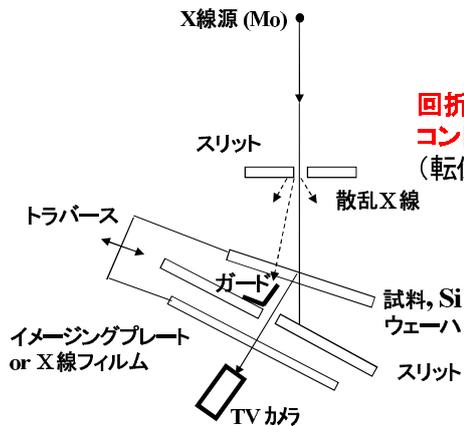


50 mm

鏡面研磨した300 mm径(001)Si結晶板(厚さ: 10 mm)の表面に見られた同心円状のスクラッチ・パターン。X線エネルギー: 60 keV; 入射角: 0.3°; 2 2 12 非対称反射。

## 実験室系X線トポグラフィの像コントラスト

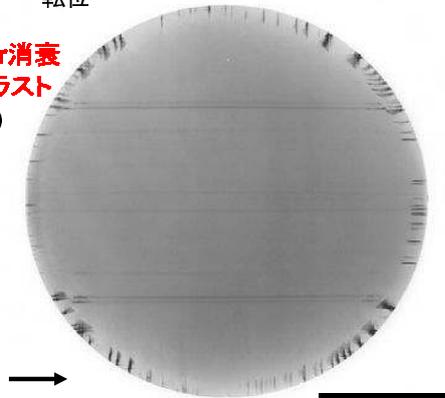
### 透過トポグラフィ(ラング法)



### トラバーストポグラフ

熱処理した300-mm 径 (001)  
CZ-Si ウェーハで観察されたスリップ  
転位

回折or消衰  
コントラスト  
(転位)



g 220

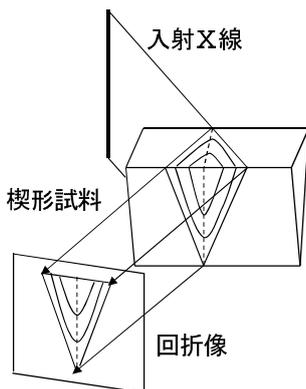
100 mm

## 透過セクション・トポグラフで見えるイメージ(1)

### (1) 完全結晶領域:

ペンデル縞(結晶内に生じるX線波動場の干渉によって起こる)

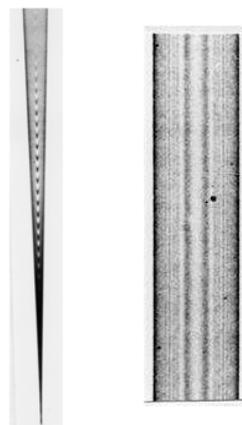
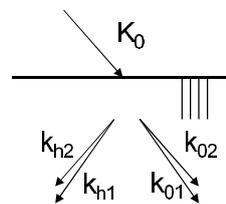
平行平板試料では平行線状に、楔形試料では双曲線の形をとる。



平行平板試料



回折像



放射光白色トポグラフィの  
イメージも、ほぼ同じ

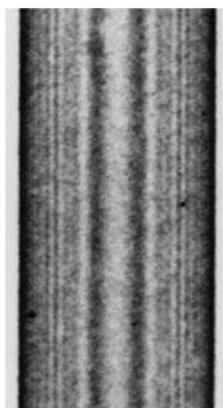
Si, AgK $\alpha_1$ , 対称220反射

実験室系

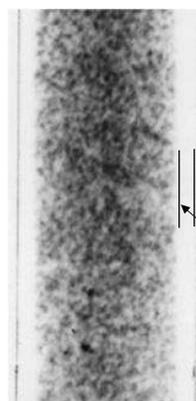
## セクション・トポグラフで見られるイメージ(2)

### (2-1) 歪み領域:

1. 長距離歪み → ペンデル縞の変形
2. 微小欠陥 → [密度:小] 小さなドット(点)、ペンデル縞は乱れない  
(酸素析出物) ペンデル縞の乱れ  
[密度:大] ドットが密集、ペンデル縞は見えなくなる



CZ-Siウエーハの  
熱処理によるセク  
ション・トポグラフ  
像の変化



Denuded  
zone

実験室系

AgK $\alpha_1$ , 対称220反射

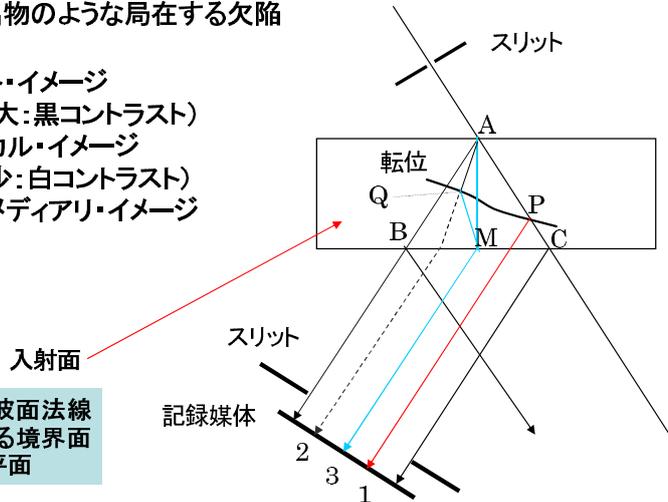
## セクション・トポグラフで見られるイメージ(3)

(2 - 2) 歪み領域:

3. 転位や析出物のような局在する欠陥

1. ダイレクト・イメージ  
(強度増大: 黒コントラスト)
2. ダイナミカル・イメージ  
(強度減少: 白コントラスト)
3. インターメディアリ・イメージ  
(縞模様)

定義: 入射光の波面法線と入射点における境界面の法線とを含む平面



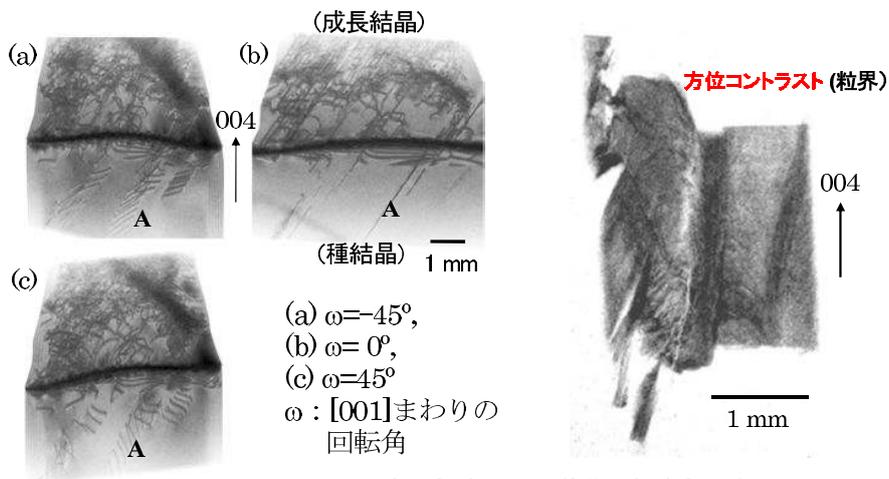
4. 面状欠陥 → ダイレクト・イメージ + 干渉模様 = 砂時計の形状

## 放射光白色トポグラフにおける欠陥イメージ

実験室系のトラバース・トポグラフ(ラウエ・ケース)に相当

CZ-Si (110)薄板(種結晶、成長結晶境界部分)、0.6 mm厚、004スポット、60 keV

Mn-Znフェライト(110)薄板、200 μm厚、004スポット、60 keV



波長広がりによる積分反射強度の差  
A: 小傾角境界(転位列) 回折or消衰コントラスト

SPring-8

## 転位のイメージ [理論的な考察]

A. Authier: Dynamical Theory of X-Ray Diffraction, 2001, Oxford による

### ダイレクト・イメージ

転位芯近傍のより歪んだ領域によるダイレクト・ビームの反射に起因する→運動学的なモデル

ダイレクト・イメージに寄与する領域を、転位芯のまわりの強く歪んだ領域と仮定する。転位芯のところでは、実効的な方位ずれ  $\delta\theta$  が、ある一定値よりも大きいので、

$$\delta\theta = -\frac{1}{k \sin 2\theta_B} \frac{\partial(\mathbf{h} \cdot \mathbf{u})}{\partial x_h} \geq K \times 2\delta_{OS}$$

ここで、 $\mathbf{h}$  は回折ベクトル\*、 $\mathbf{u}$  は変位ベクトル、 $2\delta_{OS}$  はロッキングカーブの幅(FWHM半価幅)、 $K$  は任意の係数である

\*注意: 実空間で表す $\mathbf{h}$ の向きが、一般のテキストの $\mathbf{g}$ と逆

この関係式は転位の周りの等歪み面を定める

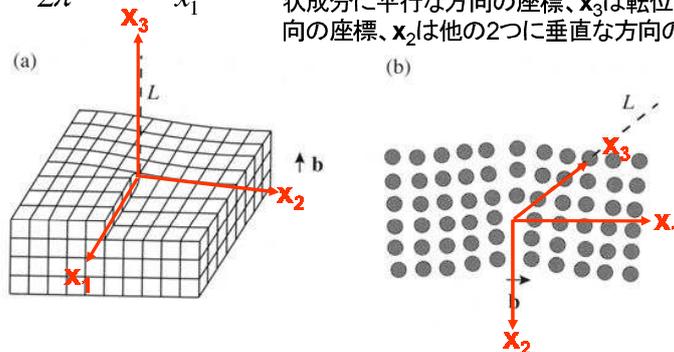
## 転位の変位ベクトル $\mathbf{u}$ の成分

$$u_1 = \frac{b_e}{2\pi} \left[ \arctan \frac{x_2}{x_1} + \frac{x_1 x_2}{2(1-\nu)(x_1^2 + x_2^2)} \right]$$

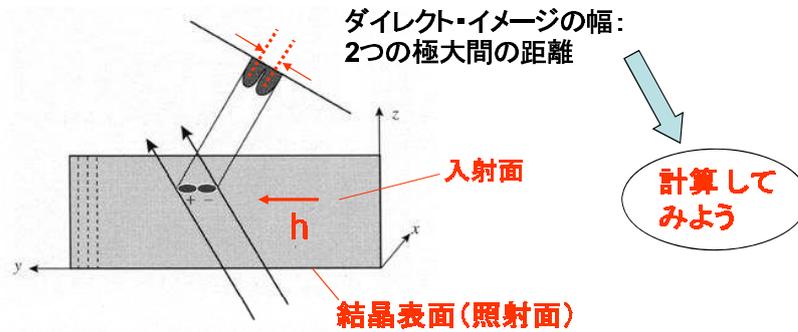
$$u_2 = -\frac{b_e}{8\pi(1-\nu)} \left[ 2(1-2\nu) \ln \frac{\sqrt{x_1^2 + x_2^2}}{r_0} + \frac{x_1^2 - x_2^2}{x_1^2 + x_2^2} \right]$$

$$u_3 = \frac{b_s}{2\pi} \arctan \frac{x_2}{x_1}$$

$\nu$ はポアソン比、 $b_e$ と $b_s$ はバーガースベクトルの刃状成分とらせん成分。 $r_0$ は転位芯の半径、 $x_1$ は転位の刃状成分に平行な方向の座標、 $x_3$ は転位線に平行な方向の座標、 $x_2$ は他の2つに垂直な方向の座標。



## 転位のダイレクト・イメージのダブル・コントラスト



座標軸の選択: x 軸を入射面に垂直に、y 軸を回折ベクトル  $h$  に平行に、z 軸を結晶表面に垂直で、結晶の内側へ向かってとる。対称反射に限定する。

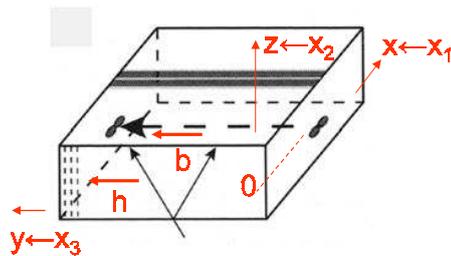
**実効的な方位ずれ:**

$$\delta\theta = - \left[ \frac{\partial}{\partial z} - \tan\theta_B \frac{\partial}{\partial y} \right] (u_h) \quad u_h \text{は変位ベクトル } u \text{ の } h \text{ 方向成分}$$

\* より一般化された扱いとSiCの転位像シミュレーション → R. Tanuma et al.: J. Appl. Phys. 114, 023511 (2013) 参照

## 回折ベクトルに平行ならせん転位

$$\mathbf{h} \cdot \mathbf{b} = hb$$



$u$  の  $h$  方向成分は、 $u_h = \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{z}{x}$

$$\delta\theta = - \left[ \frac{\partial}{\partial z} - \tan\theta_B \frac{\partial}{\partial y} \right] \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{z}{x}$$

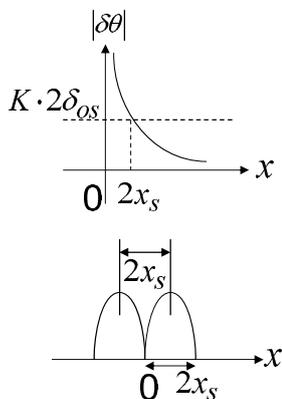
$$= - \frac{b}{2\pi} \frac{\partial}{\partial z} \tan^{-1} \frac{z}{x} = - \frac{b}{2\pi} \frac{x}{x^2 + z^2}$$

$z=0$  とおくと  $\delta\theta = - \frac{b}{2\pi} \frac{1}{x}$  従って  $|\delta\theta| = \frac{b}{2\pi} \frac{1}{x}$

$x = 2x_s$  (イメージの幅) とおくと  $\frac{b}{2\pi} \frac{1}{2x_s} = K \cdot 2\delta_{os}$

従って  $2x_s = \frac{1}{K} \frac{b}{2\pi} \frac{1}{2\delta_{os}}$  と書ける。

イメージの幅は、ロッキングカーブの幅  $2\delta_{os}$  に反比例する。



## まとめ

1. X線トポグラフィの目的と欠陥評価法における位置づけ
  - \* 欠陥評価の結果のフィードバック
  - \* X線トポグラフィの非破壊という特徴を生かす→プロセス前後の比較
2. 観察対象(局所歪みと長距離歪み)
  - \* 検出の目安は、 $10^{-6}$ の歪みが数 $\mu\text{m}$ の広がりで存在すること
  - \* 試料結晶の処理に注意：本来存在していない歪みを入れないこと
3. トポグラフィの方法(実験室系、放射光利用)
  - \* 目的に合った方法の選択
  - \* 適切な試料準備
4. 欠陥イメージの解釈(完全結晶領域と欠陥領域)
  - \* 信頼できる前例を参照する
  - \* 動力学的回折理論に基づく理解