

ウィグラービームライン BL07 での X 線トポグラフィーの検証

石地耕太朗, 河本正秀, 川戸清爾
九州シンクロトロン光研究センター

炭化ケイ素やダイヤモンドのような機能性単結晶材料の育成技術が向上し、それらの欠陥構造を観察するため X 線トポグラフィーの利用が増えている。SAGA-LS では偏向電磁石ビームライン BL09A と BL15 で X 線トポグラフィーを運用している。しかし、試料深部の欠陥構造を観察するには透過力の高い 15 keV 以上の X 線が望ましく、8 keV(ピーク位置)の 1/10 以下の強度となる BL09A, BL15 での観察は難しい。そこで、高エネルギー X 線を供給できるウィグラービームライン BL07 で X 線トポグラフィー実験を検証した。

BL07 光学ハッチ(光源から 13 m 位置)に BL09A の X 線トポグラフィーシステム[1]を移設し、実験を行った。図 1(a), (b)に反射ブラッグ配置での SiC ウェハの $\bar{1}\bar{1}28$ 回折($E = 8.85$ keV)と $2\bar{2}416$ 回折($E = 17.7$ keV)の単色トポグラフを示す。参考として、図 1(c)に BL09A での $\bar{1}\bar{1}28$ 回折の単色トポグラフも示す。(a)は(c)に比べて欠陥像のコントラストが低い。BL07 ではスペクトルが高エネルギーまで伸びており、Si モノクロメーターの 333 高次反射による高調波成分の回折が像形成に影響したためと考えられる。一方、(b)では円弧状の欠陥(基底面転位)が多く見られ、(a), (c)と様子が異なる[2]。この違いは(a), (c)では表面から 5 μm 程度、(b)では 50 μm 深さまでの欠陥構造を反映しているためである。また、透過ラウエ配置で 7 mm 径 Si ロッドの 004 回折($E = 15.6$ keV)を観察した(図 2(a))。BL09A で得た欠陥像(図 2(b)) と比べて図 2(a)は鮮明であった。15 keV 以上の高エネルギー領域において、BL07 での X 線トポグラフィーは反射ブラッグ・透過ラウエ共に試料深部の欠陥構造を良く捉えており、その有効性が示された。

[1] K. Ishiji, et al., Phys. Stat. Solidi A **208**, 2516 (2011). [2] T. Ohno, et al., J. Cryst. Growth **260**, 209 (2004).

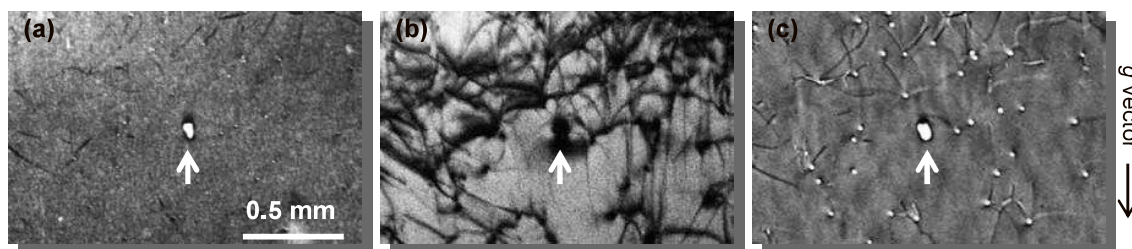


図 1 SiC ウェハの反射ブラッグでの単色トポグラフ。(a) $\bar{1}\bar{1}28$ 回折@BL07, (b) $2\bar{2}416$ 回折@BL07, (c) $\bar{1}\bar{1}28$ 回折@BL09A。同じ位置で撮影。矢印は目印の中空欠陥(マイクロパイプ)。

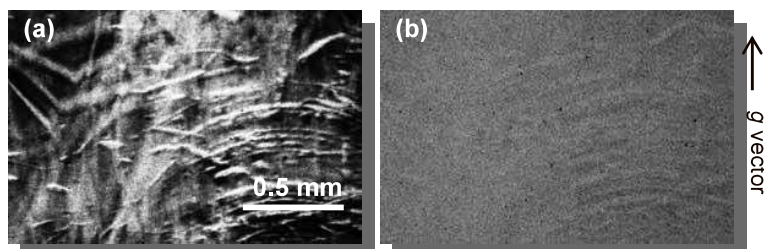


図 2 7 mm 径 Si ロッドの 004 回折の透過ラウエトポグラフ。(a)単色トポグラフ@BL07, (b)白色トポグラフ@BL09A。同じ位置で、厚い中央部を撮影。

2013年 産業技術総合研究所 九州シンクロtron光研究センター 合同シンポジウム

ウィグラービームラインBL07での X線トポグラフィーの検証

九州シンクロtron光研究センター

石地耕太郎, 河本正秀, 川戸清爾

はじめに

SiCやGaAsなど化合物半導体結晶の育成技術が向上し、X線トポグラフィーの利用が増加。

SAGA-LSでは偏向電磁石ビームラインBL09AとBL15でX線トポグラフィーを運用。
しかし、15 keV以上になるとX線強度が弱くなり、試料深部の観察が難しい。
たとえば、“5 mm厚試料の透過ラウエパターン観察”、“反射ブラッグ配置で表面から深さ0.3 mmの欠陥構造観察”には透過力の強い15 keV以上のX線が望ましい。

15 keV以上のX線でも高強度であるウィグラービームラインBL07だと、
試料深部の欠陥構造の観察が見込める。

高エネルギー領域までカバーしているBL07でX線トポグラフィー実験を検証する。

ビームの性質

BL09AとBL07のスペクトルとビームを比較

	BL09A	BL07
発生源	偏向電磁石 (1.45 tesla)	超伝導ウィグラー (4 tesla)
光源サイズ	38(V) × 185(H) μm ²	41(V) × 593(H) μm ²
光源-試料 距離	23 m	13 m
試料位置 のビームサイズ	7(V) × 100(H) mm ²	4(V) × 30(H) mm ²

図1 BL09AとBL07の試料位置でのスペクトル

表1 BL09AとBL07のビームの比較

BL09Aはおおむね5~20 keVでX線トポグラフィー観察に有効だが、
BL07はかなり高エネルギー領域まで有効であることが分かる。

試料と実験

X線トポグラフィーシステム[1]をBL07へ移設し、反射ブラッグと透過ラウエで検証

4°オフ角4H-SiCウェハー
• エピ厚さ 5 μm
• 表面 (0001)
• サイズ 8 × 8 mm²

引き上げ法CZ-Siロッド
• 径 7 mm
• 成長方向 [001]

図2(a) 反射ブラッグ配置
-1-128(8.85 keV), -2-2416(17.7 keV) 回折を観察

図2(b) 透過ラウエ配置
004回折(15.6 keV)を観察

反射ブラッグでのX線トポグラフィー

SiCウェハーの-1-128回折と-2-2416回折の欠陥構造を観察

図3 SiCの単色トポグラフ。同じ位置を撮影。矢印は目印の中空欠陥(マイクロバンプ)。

- (a)は(c)に比べ欠陥構造が不明瞭。Siモノクロメーターの高調波成分Si(333)からの回折が混入していると考えられる。
- (b)の欠陥構造は鮮明だが、(a)、(c)と様子が異なる[2]。(a)と(c)は表面から約5 μmで、(b)は50 μm深さまで反映していることに由来。
- 表面付近と試料深部の欠陥構造を関連させて議論できる。

透過ラウエでのX線トポグラフィー

Siロッドの004回折の欠陥構造を観察

図4 7 mm径のSiロッドの004回折のトポグラフ。試料の同じ位置、最も厚い中央部を撮影。

- (a)の欠陥構造は(b)に比べて鮮明。BL07では15 keVでも十分に強く、厚い試料でもトポグラフ観察が容易。
- 撮影時間は(a)40秒、(b)800秒で、BL07が有利。

7

留意事項

BL07でX線トポグラフィー実験を行う際の留意事項

・調整時に白色光の回折をデジタルイメージ検出器で観察するが、強すぎるので2 mm厚のアルミなどで減衰させる必要がある。

・白色トポグラフでは、高次回折光が重なり、欠陥像がぼやける。BL07での白色トポグラフィー実験は不向き。

・試料-検出器間距離を70 mm以下にしないと像が流れる(今回の実験では50 mm)。光源サイズと光源-試料間距離に依存。



図5(a) SiCの-1-128回折の白色トポグラフ。高次回折光が重なり、欠陥像が不明瞭。



図5(b) SiCの-1-128回折の白色トポグラフ。試料-検出器間距離は100 mm。像が横に少し流れている。

8

まとめ

	BL09A	BL07
長所	・高次の回折が無視でき、白色トポグラフ観察が容易。 ・数keVの単色トポグラフが鮮明に観察。 ・ビーム幅100 mmで、広い面積を撮影可。	・強度が強いため短時間で撮影できる。 ・高エネルギーでも強度が強いため、試料深部の欠陥構造の観察が容易。 ・厚い試料でも十分な透過強度を持つ。
短所	・強度が弱く、撮影に時間が掛かる。とくに、15 keV以上は弱い。 ・厚い試料の透過観察は困難。Siだと厚さ3 mm以下が目安。	・ビーム幅30 mmで、広域撮影は不向き。 ・白色トポグラフ観察では高次の回折が重なる。 ・単色トポグラフでも、数keVだとモノクロメーターの高調波成分からの回折が重なる。

表2 BL09AとBL07でのX線トポグラフィーの長所と短所

15 keV以上において、透過ラウエ・反射ブラッグ共に試料深部の欠陥構造を鮮明に観察できる(BL07でのX線トポグラフィーの特長)。

[参考文献]

[1] K. Ishiji, et al., Phys. Stat. Solidi A **208**, 2516 (2011). [2] T. Ohno, et al., J. Cryst. Growth **260**, 299 (2004).

- 128 -