

セクショントポグラフィーによる MgO 単結晶の欠陥観察の 3 次元化

石地耕太朗, 川戸清爾
九州シンクロトロン光研究センター

X 線トポグラフィーは結晶内部の欠陥構造を鮮明に観察できる有用な手法である。通常、トポグラフは 2 次元投影像として出力されるので、奥行き方向の構造情報は明確でない。そのため、最近では空間的な構造を把握できる 3 次元化の試みが行われている[1, 2]。SAGA-LS BL09A でもセクショントポグラフィー法を用いた欠陥構造の 3 次元化が可能なことを紹介する。

縦 $0.1 \times$ 横 5 mm^2 の白色光を、透過ラウエ配置に置いた MgO(001) 単結晶試料($10 \times 10 \times 2.5 \text{ mm}^3$)に照射し、試料を縦方向にステップ移動させながら、020 回折のセクショントポグラフを、高解像 CCD イメージ検出器(X-FDI: $6.4 \times 6.4 \mu\text{m}^2$ 解像)で逐次撮影し、一連の多枚の画像データを収集した。試料の撮影範囲は $5 \times 4 \times 1.8 \text{ mm}^3$ であった。その後、ImageJ ソフトウェアで 3 次元的な画像処理を行った。

図に MgO 単結晶のトポグラフを示す。(a)は 2 次元投影像、(b)は 3 次元化した像である。MgO 単結晶は複数のサブグレインで構成されており、それらが立体的に絡み合っていることが知られている[3]。(a)のトポグラフではサブグレイン像同士が重なり、構造を空間的に把握することが難しい。一方、(b)では、点線で囲まれたサブグレインは、手前に位置するなど、空間的な構造を容易に把握することができる。

[1] T. Mukaido, et al., J. Synchrotron Rad. 13, 484 (2006).

[2] 岡本ら, 第 25 回日本放射光学会年会, 9P113 (2012).

[3] U. Messerschmidt, et al., Mater. Sci. Eng. **68**, L1 (1984).

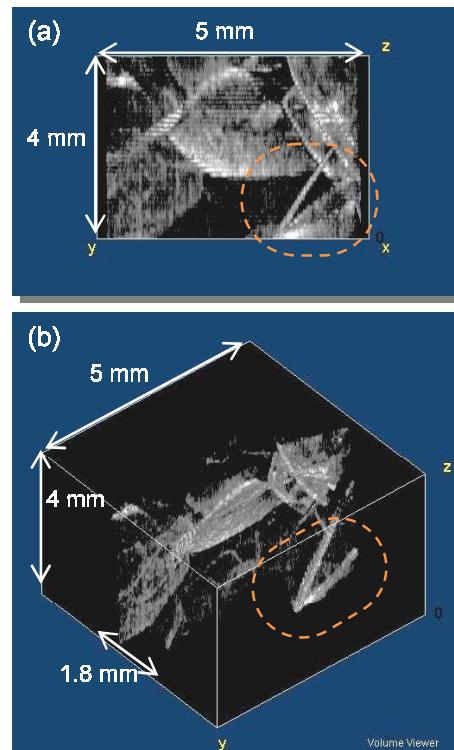


図 セクショントポグラフィーによる
MgO 単結晶の 3 次元サブグレイン構造。
ImageJ で画像処理した。
(a)2 次元投影像, (b)3 次元像

セクショントポグラフィーによる MgO単結晶の欠陥構造の3次元化

石地耕太朗，川戸清爾
九州シンクロトロン光研究センター

X線トポグラフィー法は欠陥構造を知る有用なX線イメージング法だが、通常は2次元の投影像で、構造の空間的な位置関係は分からない。最近では3次元化の試みが行われており[1, 2]、SAGA-LS BL09Aでもセクショントポグラフィーを用いてMgO単結晶の欠陥構造を3次元化した。

表1 X線トポグラフィーの2次元投影撮影と3次元立体撮影の違い

はじめに

| | 2次元投影撮影 | 3次元立体撮影 |
|-----|-------------|-------------|
| 撮影具 | X線フィルム | CCDイメージ検出器 |
| 解像度 | 高解像(1~2 μm) | 中解像(7 μm程度) |
| 難易度 | 中 | 高 |

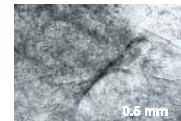


図1 2次元投影のトポグラフ。
微細な欠陥構造の観察に有効。

実験

[セクショントポグラフィー]

ビームの縦幅を0.1 mm程度以下と狭くし、縦方向に試料を走査して断層状のトポグラフを収集する方法[1, 2]。断層状トポグラフを画像処理して3次元的な像を得ることができる。SAGA-LSでは以下のようない制限がある。

- 主に白色光の撮影。単色光だと弱すぎて検知できない。
- 透過ラウエ配置が適当。反射ブロック配置だと試料厚みが不十分で立体にならない。
- 試料厚みは4 mm程度以下。厚すぎると、透過強度が弱くなり、検知できない。

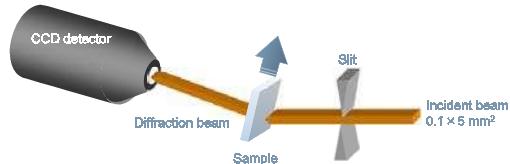


図1 セクショントポグラフィー実験装置

[条件]

- ビームサイズ0.1×5 mm²の白色光を照射。
- 透過ラウエ配置でMgO単結晶のO20回折を観察。
- 回折角度2θ = 25°、試料角度ω = 15°、回折エネルギーE = 10 keV。
- 撮影にCCDイメージ検出器(X-FDI: Photonic Science)を使用。6.5×6.5 μm²と高解像だが、視野は8×7 mm²と狭い。
- 試料縦方向に0.1 mmごとのステップスキャン。1点当たり60秒、4 mm範囲を撮影。40枚のスライス画像を収集。
- 40枚の画像を“ImageJ”(フリーソフト)で3次元化画像処理。



純度99.9%のMgO(100)単結晶。10×10×1.8 mm³。

| 構造 | 塩化ナトリウム構造 |
|----|--|
| 密度 | 3.6 g/cm ³ |
| 融点 | 2850 °C |
| 特徴 | <ul style="list-style-type: none"> ■ 結晶内にはサブグレインで構成される[3]。 ■ 透明で、耐熱性が良い。 ■ 湿気と反応して表面は少し曇っている。 |
| 用途 | 主に電子・光学材料の下地基板として利用。 |

図2 MgO単結晶の写真(左)と基本情報(右)

結果

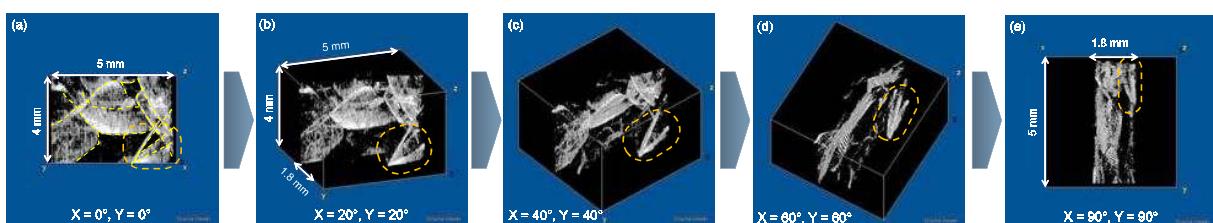


図3 ImageJで画像処理したMgO O20回折の3次元化トポグラフ。(a)~(f)までX, Y軸を回転させた。

- (a)から(e)までX, Yの角度を少しずつ変化。(a)と(e)は2次元投影像。(b), (c), (d)は3次元立体像と見なせる。
- 2次元投影像ではサブグレイン構造が分かるが、その境界線(a)の黄点線)は重なって奥行き不明。
- 3次元立体像ではサブグレイン構造の空間的な配置が把握できる。とくに、橙点線のサブグレインは手前に位置することがよく分かる。

まとめ

- SAGA-LS BL09Aでセクショントポグラフィーによる欠陥構造の3次元化が可能。空間的な構造を把握することができる。
- らせん転位などの個々の欠陥を識別するのは困難。比較的大きな欠陥構造(MgOのようなサブグレイン構造)が適当。

[1] T. Mukaido, et al., J. Synchrotron Rad. 13, 484 (2006).

[2] 岡本ら, 第25回日本放射光学会年会, 9P113 (2012).

[3] U. Messerschmidt, et al., Mater. Sci. Eng. 68, L1 (1984).