

イメージングプレートを利用した平面波 X 線 トポグラフィによるシリコン単結晶の格子歪み解析

工藤 喜弘, 小島 繁, 劉 光佑, 川戸 清爾

ソニー(株)中央研究所*

Lattice Distortion Analysis of Silicon Crystals by Plane-Wave X-Ray Topography Using Imaging Plates

Yoshihiro KUDO, Shigeru KOJIMA, Kuang-Yu LIU and Seiji KAWADO

Sony Corporation Research Center

Imaging plates (IPs) were utilized as a recording medium for plane-wave x-ray topography (PWT) using synchrotron radiation. We developed a novel IP-analysis system to determine lattice distortion in as-grown silicon crystals from plane-wave x-ray topographs. This system analyzes the topographs recorded on the IP and gives the distortion as local variations in spacing and orientation of lattice planes ($\Delta d/d$ and $\Delta\alpha$) in any position on the crystal.

Lattice distortion in silicon crystals grown by different methods was measured using the analysis system. The variation in $\Delta d/d$ along the growth direction in magnetic Czochralski silicon was closely correlated with an oxygen concentration fluctuation. A concentric striation pattern observed in 8-inch-diameter Czochralski silicon crystals was interpreted in terms of $\Delta d/d$, while the variation in $\Delta\alpha$ revealed the existence of frozen-in strain. In floating-zone silicon the $\Delta d/d$ variation differentiated between the vacancy-rich area and the interstitial-rich area.

We measured the linearity, spatial resolution and granularity of x-ray intensity images recorded on IPs to evaluate the influence of these characteristics on profiles of local lattice distortion in silicon crystals obtained by PWT. The measurement of modulation transfer function and root mean square of x-ray intensity indicated that profiles of lattice distortion with a period of more than 0.5 mm were reproduced by PWT in combination with the present IP-processing system.

1. はじめに

近年半導体デバイスの高集積化, 高機能化が進み, その基板となるシリコン単結晶の結晶性に対

する要求もますます厳しいものになってきた。結晶成長中に取り込まれる酸素などの不純物やドーパントの結晶内での分布の均一性も, より精度良

* ソニー(株)中央研究所 材料解析センター 〒240 横浜市保土ヶ谷区藤塚町174
TEL 045-353-6854 FAX 045-353-6908
e-mail ykudo@src.sony.co.jp

く制御する必要が高まっている。一般に、不純物やドーパントは、成長条件に応じて、結晶成長方向及び結晶動径方向に、周期的にその濃度を変えながら分布する。

X線トポグラフィは、試料の広い範囲にわたる結晶性を非破壊で捉えることができる手法として、単結晶の評価に広く利用されている。シリコンのような完全性の高い結晶にブラッグ条件を満たして入射したX線は、結晶内部で構成原子による多重散乱を受け、動力学的な回折により、一般に数 μrad ~数十 μrad 程度の発散角をもって出射する。主として、この発散角の大きさが、結晶の局所的なブラッグ条件の乱れを引き起こす格子の歪みに対する感度を決める。

シリコン結晶中の不純物などによって、シリコンの結晶格子はわずかに歪み、局所的にX線に対するブラッグ条件が変わる。しかし、通常のX線光学系では、入射X線の角度拡がりが大きいために、as-grown結晶に対する歪みの評価はできず、適切に熱処理して歪みをより顕在化させた結晶に対して専ら評価がなされている。我々は、X線トポグラフィの歪みに対する感度を上げるために、非対称反射によって特定の波長においてサブ μrad という非常に狭い角度拡がりをもつ、いわば平面波と言ってもよいX線を作る光学系を採用し、原子核乾板に撮られたas-grownシリコン結晶のX線トポグラフから格子歪みを 10^{-8} オーダで測定した¹⁾。

X線トポグラフの撮像媒体としては、X線フィルムや原子核乾板が一般に用いられているが、我々はここ数年来、数値的な処理に優れたイメージングプレート(IP)²⁻⁶⁾の利用を進めてきた⁷⁻¹⁰⁾。IPは元々医療分野でのComputed radiographyに使われるものとして開発されたものだが、最近では材料解析の分野でも積極的に利用されるようになってきた。我々はIPから読み出された画像データを効率良く解析し、試料上の任意の位置での格子歪みを容易に算出することを可能とするシ

ステムを構築した⁸⁾。ここでは、実験手法を説明した上で、その歪み解析システムの構成と機能を説明すると共に、実際のシリコン結晶を解析した例を紹介する。さらに、歪み解析の定量性に影響を及ぼすIPの特性の評価も行なったので、それについても合わせて報告する。

2. 実験

ここでは、as-grownシリコン結晶の格子歪み像を観察するのに有効な実験手法である平面波X線トポグラフィと、その撮像媒体に用いたIPの特性評価のためのX線露光実験について説明した後、IPの読み取りから画像処理を行う手順を示す。

2.1 平面波X線トポグラフィ

実験は文部省高エネルギー物理学研究所放射光実験施設の実験ステーションBL-15Cにてなされた⁷⁻⁹⁾。偏向電磁石からのシンクロトロン放射光をX線源としているために、通常の実験室系の線源に比べて $10^3\sim 10^6$ 倍ほども強度が大きく、露光時間の短縮、及び露光量の増大に寄与している。図1の光学系に示されているとおり、高純度(抵抗率 $10000\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以上)のFloating-Zone(FZ)シリコン結晶から作製された、Si 111対称反射の二結晶モノクロメータによって、白色の放射光を波長 $0.112\ \text{nm}$ のX線に単色化した。それを実験ハッチ内のスリットにより、 $3\times 55\ \text{mm}^2$ (縦 \times 横)のサイズに制限した。入射ビーム強度の時間的変動を見るために、イオンチェンバーに通した後でコリメータ結晶に入射させた。コリメータ結晶もモノクロメータ同様に高純度のFZシリコンから作られており、その表面は(111)である。X線はコリメータのSi 800非対称反射によって、強度プロファイルの半値幅で $50\ \text{mm}$ 程にまで縦方向に拡大された。それと同時に、その発散角は、波長分散を無視すると $3\times 10^{-7}\ \text{rad}$ 、波長分散を考慮すると $4\times 10^{-5}\ \text{rad}$ にまで狭められ

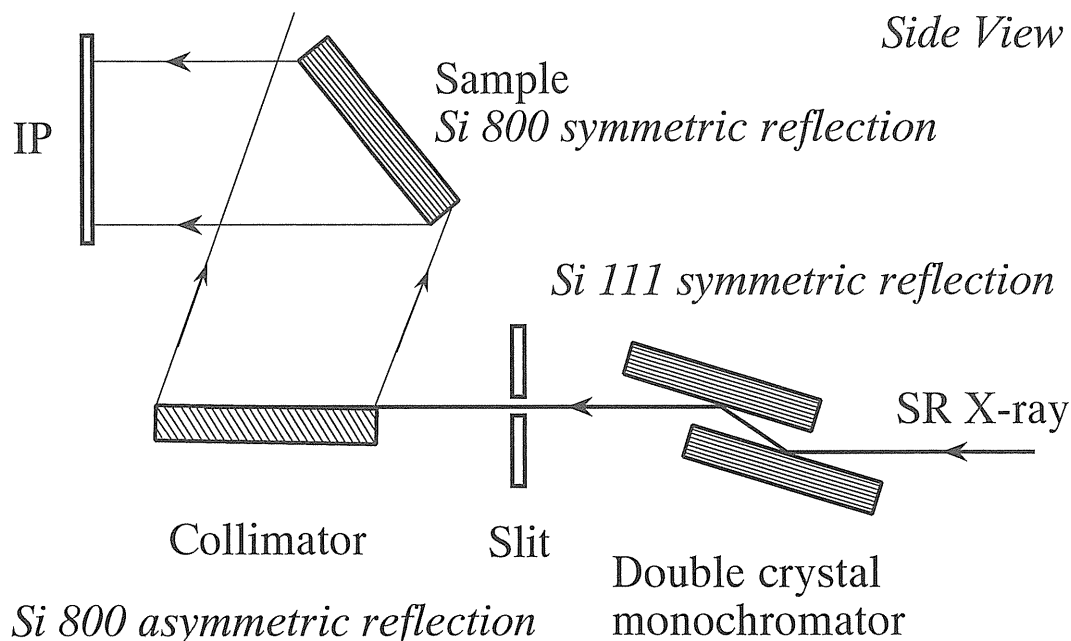


Figure 1. X-ray optics for plane-wave x-ray topography (PWT).

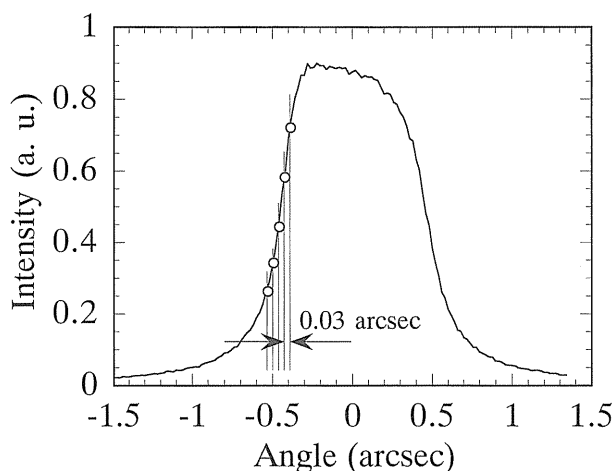


Figure 2. Measured rocking curve of Si 800 symmetric reflection.

る。この拡大された X 線を試料に照射し、その対称 Si 800 反射からの回折像を IP に露光した。

試料のトポグラフを撮影する前に、撮影時の入射角度位置を決めるために、図 2 に示すような、試料からの X 線回折強度曲線（ロッキングカーブ）を測定した。図 2 に明示されているように、回折強度曲線のピークの低角側で半値を与える角度辺りの、線形性領域で、0.03 arcsec おきに 1 枚ずつ計 5 枚のトポグラフを撮影した。露光時

間を調整するため、0.5 mm 厚のアルミニウムの薄板でコリメータに入射する X 線を減衰させ、IP に 1 分間露光した。次に、試料をその表面の法線の周りで 180° 回転した配置で、同様に一連のトポグラフを撮影した。

露光直前に白色可視光を IP に照射して、潜像及び自然放射線に感光したかぶりを完全に消去した。露光に際しては IP を専用のカセットに収めて可視光に感光しないようにした。露光後は速やかに読み取るのが望ましいが、現状では読み取り装置の設置場所と実験ステーションとが地理的に離れているために、1~3 日後に読み取りを行っている。読み取りまでの間はできるだけ IP に記録された強度の減衰（フェーディング）を抑えるために、IP を低温に保った。

2.2 イメージングプレート (IP) 特性評価

特性評価のための露光実験の光学系を図 3 に示すが、基本的に図 1 に示した平面波 X 線トポグラフィの光学系に準じている。ここで調べた特性は、ダイナミックレンジ、粒状性、及び空間分解能である¹¹⁾。粒状性の測定では、均一露光が必

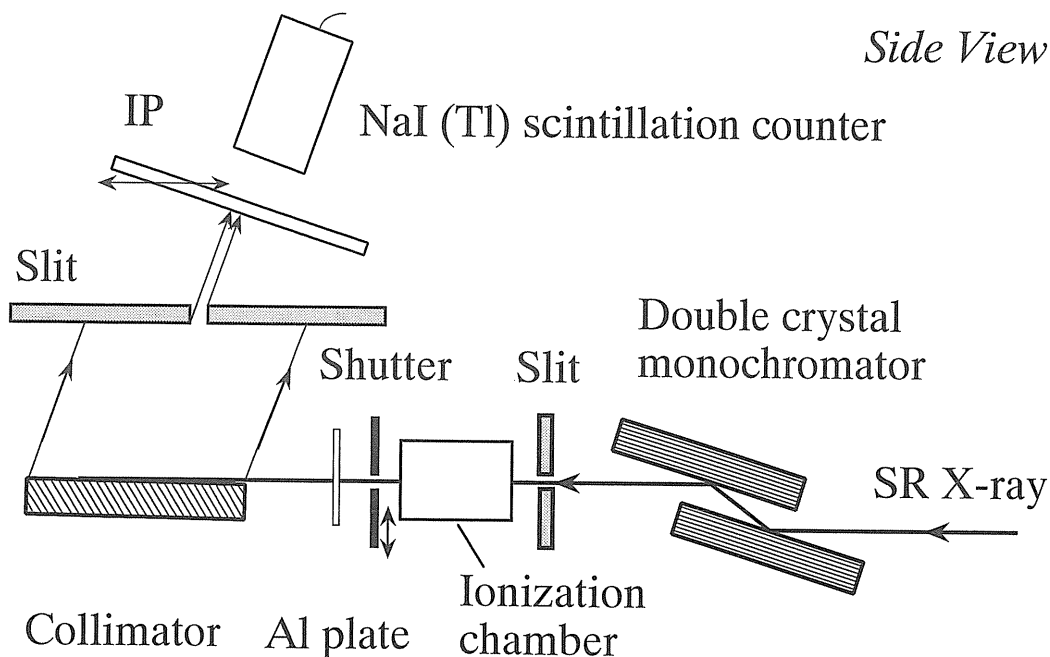


Figure 3. X-ray optics for investigating IP characteristics.

要となるが、放射光の強度は軌道面に鉛直方向にはほぼガウス分布を示し、水平方向にはほぼ一定であるから、ここではコリメータからの回折像をスリットで制限し、制限した方向にIPを定速往復運動させながら露光することによって、均一露光を実現した。この均一露光は、他の特性の測定に際しても行った。

ダイナミックレンジと粒状性の測定では、コリメータ前に配置したアルミニウムの減衰板（厚さ0.2 mm～2.4 mm）の厚さを調節して露光量を変えた。空間分解能の測定に際しては、IPへの矩形波入力を作るために、2.0～20 line pairs per mm (lp/mm) までの空間周波数を持つ鉛製X線テストチャート（JIS M-4Au30R相当）を用いた。

放射光をモノクロメータに照射した直後は熱的に安定しないので、コリメータ前のシャッターを閉じ、イオンチェンバーでモニターしたX線強度が一定になってから、シャッターを開けて露光を開始した。

2.3 画像形成

使用したIPはFuji DL-URⅢという高分解能タイプのもの（いわゆるブルーIP）で、その読み取りには、透過電子顕微鏡像の読み取り装置として市販されているJEOL PIXsysTEMのIPリーダーを利用している^{12,13}。読み取り画素間隔は50 μmで、画像は1536×2048画素で構成されるから、有効画像領域は76.8×102.4 mm²となる。読み取りに際して、輝尽発光を光電子増倍管で対数増幅し、その強度を12ビット、すなわち4096階調にA/D変換する。従って、1画像で4桁のダイナミックレンジを実現しているが、読み取り時の信号増幅のゲインを変えることにより、5桁にわたる露光量に対応できる。読み取りのモードはHR (High Resolution) とHS (High Sensitivity) の2種類用意されており、前者は読み取りの際にリーダー内部で光電子増倍管の前にアパチャーを入れ視野を制限して空間分解能を向上させようというモードで、後者はアパチャーを入れずに感度を向上させようというモードである。

IPの読み取りから画像処理までを行うシステムの構成図を図4に示す。IPの読み取りは、IP

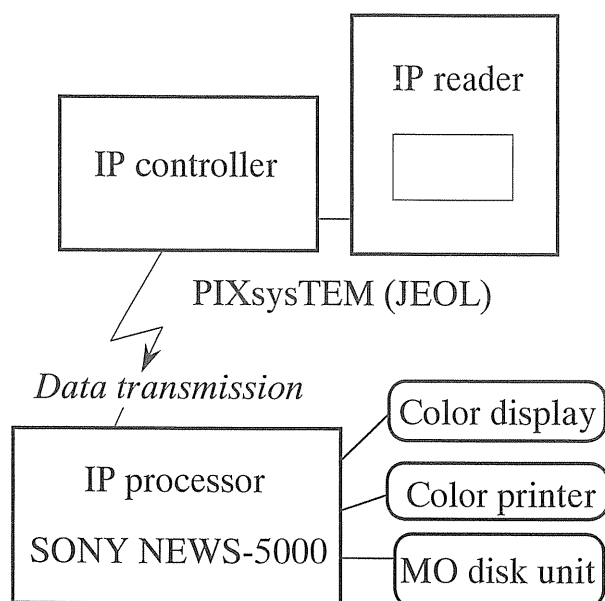


Figure 4. Diagram of IP analysis system.

コントローラでIPリーダを制御して行われる。読み取られた画像はIPコントローラに組み込まれた内部記憶装置に保存されるのだが、1つの画像ファイルのデータサイズは6MBにもなり、画像間の複雑な演算を行うには、PIXsysTEMのIPコントローラではパフォーマンスが劣る。そこで、よりパフォーマンスの高いワークステーションSony NEWS 5000に画像データを全て転送してそこで歪み計算を行う。

3. 格子歪み解析

ここではまず格子歪み解析の原理について記した後、IPから読み取られたX線トポグラフからシリコンの歪みプロファイルを得るまでの解析手順について説明する。

3.1 解析原理

X線回折強度の変動から結晶の格子歪みを測定しようとする実験はBonse¹⁴⁾から始まり数多くなされているが、Imai¹⁵⁾はKikuta¹⁶⁾の手法に基づいて、成長縞として観察される不純物分布に対応するシリコンの格子歪みを、試料上の連続した位置で格子面間隔の変動 $\Delta d/d$ と格子面方

位の変動 $\Delta\alpha$ の2つの成分に分離して測定した。ただし、Imaiらはトポグラフィによるのではなく、カウンターにより一次的に強度変動を測定した。

我々の格子歪み解析手法も原理的にKikutaらの手法に基づいている^{7,8)}。図2に示され、ピークの低角側の半値前後の強度変動の大きいトポグラフ撮影角度範囲 $(-0.5 \sim -0.4 \text{ arcsec})$ の辺りでは、X線回折強度変動 ΔI は試料の回転角の変化 $\Delta\theta$ と線形関係にある。その比例係数を k とすると、 $\Delta\theta$ はブラッグ角のずれに置き換えられることから、

$$\begin{aligned} \Delta I &= k\Delta\theta \\ &= k\left(\frac{\Delta d}{d} \tan \theta_B + \Delta\alpha\right) \end{aligned} \quad (1)$$

と表される。ここで θ_B はブラッグ角である。初めの試料配置をcase Aとし、試料をその表面の法線の周りに 180° 回転させた配置をcase Bとすると、各caseでの $\Delta\alpha$ の ΔI に対する寄与は互いに逆転するので、その2つの配置での強度測定から $\Delta d/d$ と $\Delta\alpha$ は次のように分離して求められる。

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{k_B \Delta I_A + k_A \Delta I_B}{2k_A k_B \tan \theta_B} \quad (2)$$

$$\Delta\alpha = \frac{k_B \Delta I_A - k_A \Delta I_B}{2k_A k_B} \quad (3)$$

ここで θ_B 以外の添字は各caseに付随する量であることを表す。

3.2 歪み計算

前項に記した格子歪み解析の原理に基づいて、デジタル化されたトポグラフから格子歪みを算出するための解析ソフトウェアSCANを開発した⁸⁾。SCANは図4のIPプロセッサとして使用

するワークステーション Sony NEWS 上で動作する。この IP プロセッサは UNIX 4.3 BSD をベースにした NEWS-OS 4.2.1R と X Window System を採用しており、マウスのみによる SCAN の操作を可能としている。SCAN は各機能ごとにいくつかのサブプログラムから構成されているので、解析の手順に沿って説明する。

1) LOADDATA

画像データを読み込み、図 5 のようにディスプレイにモノクロ 256 階調で表示し、各 case 及び各 angle (5 つの角度位置をそれぞれ angle 1~5 としている) に仕分ける。さらに必要ならば、画像の中で計算に用いない部分を除去し、処理の高速化を図れるようにしている。

2) MODIFY

一つの基準画像に対して、他の画像を平行移動、回転、拡大・縮小して、全ての case と angle の画像の空間的位置を揃える。この画像の空間的な位置あわせは、図 5 に見られるような試料の四隅に付けたマーク像を各頂点とする四角形を、各画像間で一致させることによって実現され

る。位置合わせをすることにより、画像内の任意の位置で(2)(3)式に現われる比例係数 k_A と k_B を計算でき、歪み測定が可能となる。なお位置合わせが終了すると、試料表面と散乱面との交線に平行な方向(図 5 では縦方向)に $\text{cosec } \theta$ 倍に画像は引き伸ばされ、その縦横比が実際の試料と同一になるようにしている(図 5 は引き伸ばされた後の画像である)。

3) SAMPLING

歪み測定位置を設定する。X 軸(横方向)または Y 軸(縦方向)に平行な長さ 1000 画素(50 mm)の直線、または一辺 200 画素(10 mm)の正方形で設定する。図 5 では試料の中心に Y 軸に平行に直線が引かれており、そこでの強度値を参照して歪み計算がなされることを示している。

4) ANALYZE

各 case 5 枚の一連のトポグラフにおいて、SAMPLING にて設定した測定位置での強度プロファイルを表示する。次いで、その 5 つのプロファイルの強度変化の試料回転角に対する回帰直線の傾きとして、各 case 毎の比例係数 k を測定してから、(2)(3)式の ΔI_A および ΔI_B に用いるプロファイル(通常 angle 3)を選択して歪み計算を実行する。

5) OUTPUT

各段階で処理されたトポグラフ画像、強度プロファイル、および歪みプロファイルを画面に表示したり、図 4 の構成図にあるように IP プロセッサに接続されているカラープリンターなどから出力したりする。結果のプロファイルは他の処理系でも利用できるようにデータ変換もなされ得る。

1 つの試料に関わるデータ容量は合計で 200 MB 程にも及ぶので、作業後は全体を MO ディスクに保存するようにしている。

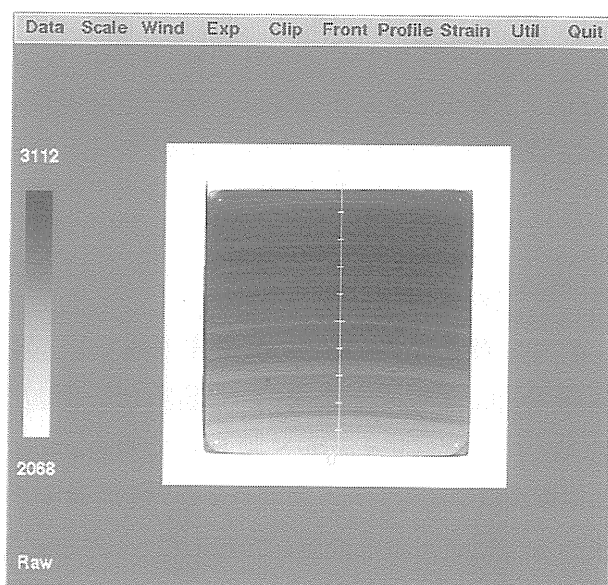


Figure 5. Plane-wave x-ray topograph of the sample prepared from the same MCZ silicon ingot as described in section 3-3-1. This figure was printed out by the IP analysis software "SCAN". The center line graduated in 5 mm indicates the position where distortion is measured.

3.3 応用例

実際に as-grown の magnetic Czochralski (MCZ), Czochralski (CZ), Floating-Zone (FZ)

の各シリコン結晶を試料として、それらの平面波 X 線トポグラフを解析し格子歪みを測定した例を示す⁹⁾。

3.3.1 MCZ シリコン

6 インチ径 undoped MCZ シリコンのインゴットから図 6 のように、サイズ $50 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$ (縦×横×厚さ) の試料を縦割りで切り出した。トポグラフによる観察面は、結晶成長方向 $[001]$ に平行であり、かつ (100) 面に平行である。この試料の平面波 X 線トポグラフを図 7 に示す。成長方向にストリーションが観察されるが、インゴットの外周部 (図 7 の左側) に近いために、ストリーションは外周部に向かって下がるように成長方向に対して傾いている。図 7 の右側の上下のマーク像は、試料表面に付けたケがきに因るもので、それを目印にその間で格子面間隔の変動 $\Delta d/d$ を測定した。

図 8 の下のプロファイルが $\Delta d/d$ を表すが、原点は図 7 の下のマーク像位置である。ストリーションに対応して、 2×10^{-7} 以内で変動している。 $\Delta d/d$ がストリーションに対応するのは、成長時に結晶に取り込まれた主な不純物である酸素がシリコンの格子間に取り込まれることによって、格子が局所的に歪むためであると考えられる。そこで、トポグラフィでの観察後、顕微赤外分光法で $\Delta d/d$ の測定位置と同一の位置で格子間酸素濃

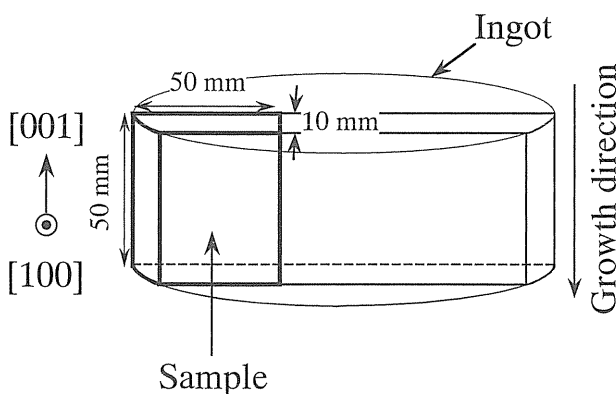


Figure 6. Position of the sample in an MCZ silicon ingot.

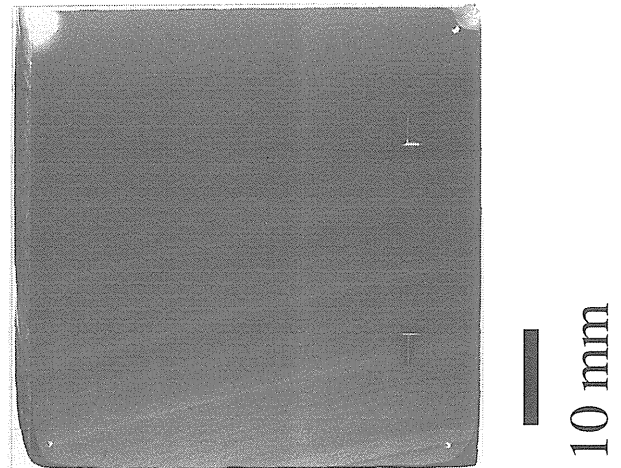


Figure 7. Plane-wave x-ray topograph of the MCZ silicon sample.

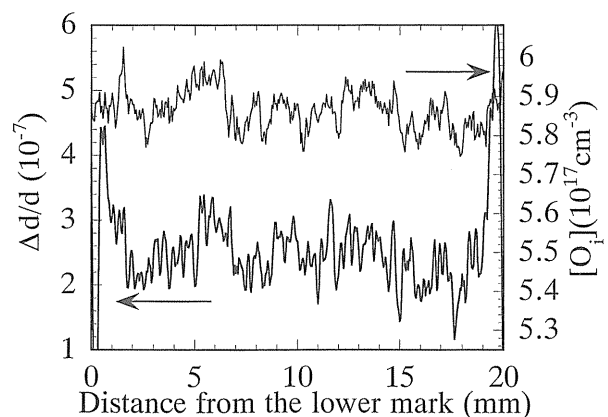


Figure 8. Variations in $\Delta d/d$ and oxygen concentration $[O_i]$ measured between the two marks in Fig. 7.

度 $[O_i]$ を測定することにした。

試料を表面に平行に 2 mm 厚まで薄くし、両面研磨後、FTIR 分光装置 (JEOL JIR-6000) にてアパチャーサイズ $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ で $50 \mu\text{m}$ おきに吸収係数を測定した。吸収係数から酸素濃度を求めるのに使われる換算係数は $3.14 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ とした。求められた酸素濃度 $[O_i]$ が図 8 の上のプロファイルである。 $\Delta d/d$ と $[O_i]$ とはよく対応しているように見える。実際、両者の間の相関係数は 0.61 と統計的に計算され、両者の間に高い

相関のあることが客観的に示された。

さらに、 $\Delta d/d = \beta \Delta [O_i]$ という関係を仮定する ($\Delta [O_i]$: 格子間酸素濃度の相対的变化, β : 定数) と, 図8から最小二乗法により $\beta = 4.5 \times 10^{-24} (\text{atoms/cm}^3)^{-1}$ と求められた. この結果は, これまでに報告された $\beta = 4.4 \times 10^{-24}$ という値¹⁷⁾に非常に近いということが分かった。

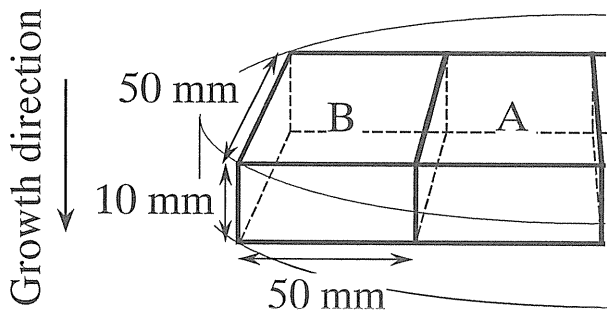


Figure 9. Position of the sample in a CZ silicon ingot.

3.3.2 CZ シリコン

8インチ径PドープCZシリコンのインゴットから図9のように, サイズ $50 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$ (縦 \times 横 \times 高さ)の試料を2つ隣り合わせに切り出した。インゴットを輪切りにして得られた試料表面は, 成長方向 $[001]$ に直交している。2つの試料の平面波X線トポグラフを図10に並べて示す。インゴットの中心, すなわち図10中央下端を中心にした同心円状のストリーションが観察される。2つのトポグラフを連続してみると, インゴットの中央に相当する下端付近, 2試料の境界辺り, 外周部に近い上端付近が各々白く写っており, そこでは回折強度が低いことが分かる。またそれらの領域に挟まれるように, 動径方向に見て2つの試料の中心部近傍がそれぞれ黒く写っており, そこでは回折強度が高くなっていることが分かる。

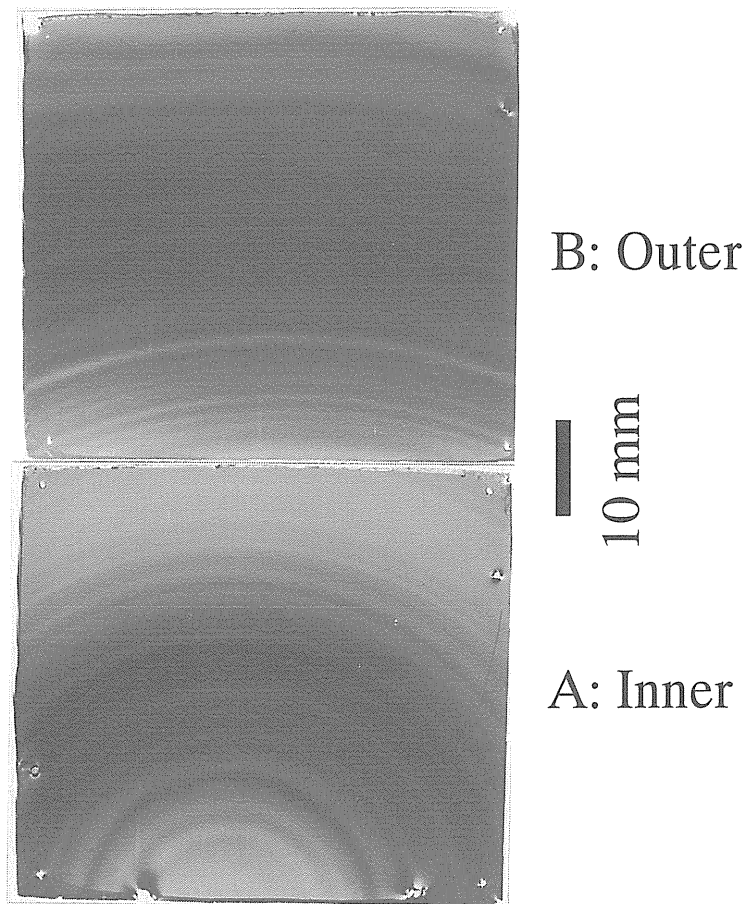


Figure 10. Plane-wave x-ray topograph of the CZ silicon sample.

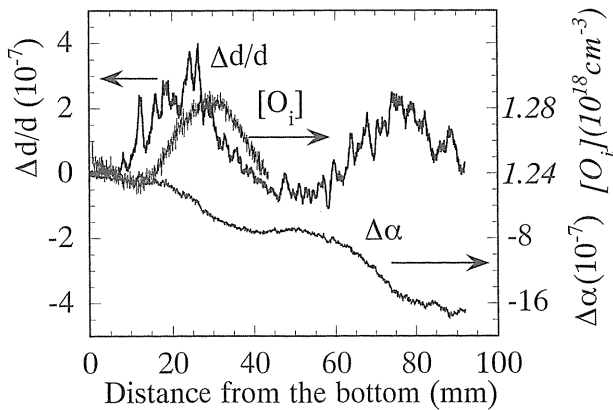


Figure 11 Variations in $\Delta d/d$, $\Delta\alpha$ and oxygen concentration $[O_i]$ measured from the bottom to the top in Fig. 10.

図10の下端から上端に向かって試料の中心線上で格子面間隔の変動 $\Delta d/d$ と格子面方位の変動 $\Delta\alpha$ を測定した結果が、図11である。 $\Delta d/d$ の局所的な成分として、ストリエーションに対応する ~ 3 mm 周期の $\sim 1 \times 10^{-7}$ の変動がある。さらに全体の傾向として、25 mm 及び75 mm 辺りにピークを示す幅広い $\sim 2.5 \times 10^{-7}$ の変動が認められる。

この試料についても、MCZ シリコンと同様の加工を施し、顕微赤外分光法で格子歪みの測定位置と同一の位置で、格子間酸素濃度 $[O_i]$ を測定した。2つの試料のうち中心に近い側のもので測定した結果が図11に合わせて示されている。 $[O_i]$ は $\Delta d/d$ の大きな変動と同様の変化を示している。但し、ストリエーションに対応する短い周期の変動は見られない。今回の実験条件では、X線は表面から $7 \mu\text{m}$ 程度しか侵入しないのに対して、赤外光は2 mm 厚の試料を透過するために、X線トポグラフから測定された $\Delta d/d$ には表面近傍のストリエーションが主に関わっているのに対して、 $[O_i]$ は2 mm 厚の試料の間に存在する全てのストリエーションに関わることになる。しかも輪切り試料なので、引き上げ方向に対して、ストリエーションは中心から外周部にかけて緩やかに下がるように分布する。従って、試料表面とストリエーションとは数度から十数度という浅い角

度で交わることになり、 $[O_i]$ の測定では各々のストリエーションの影響が平均化されてしまう。また外周部に向かってストリエーションが下がっていることが、 $[O_i]$ のプロファイルが $\Delta d/d$ の大きい変動に対して、より外周部にシフトする原因である。

一方、 $\Delta\alpha$ は外周部に向かって 2.0×10^{-8} rad/mm の割合で一様に下がると共に、 $\pm 2 \times 10^{-7}$ の範囲内で緩やかに変動している。一様な変動は、格子面が外周部に向かって徐々に下がるように傾いており、その傾きは外周部に近いほど大きいことを表している。また緩やかな変動は位相のずれはあるものの、ほぼ $\Delta d/d$ の大きな変動に対応する。

従って、 $\Delta d/d$ の変動と $\Delta\alpha$ の緩やかな変動は格子間酸素の不均一分布が原因であり、 $\Delta\alpha$ の一様な変動は、結晶成長時に内部応力がかかり、そのまま frozen-in 歪みとして残ったものだと考えられる。

3.3.3 FZ シリコン

4 インチ径 B ドープ FZ シリコンのインゴットから図12のように、サイズ $50 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$ (縦 \times 横 \times 厚さ) の試料を切り出した。インゴットを輪切りにして得られた試料表面は、結晶成長方向 $[001]$ に直交している。この試料の平面波 X 線トポグラフを図13に示す。前項の CZ シリコン同様インゴットの中心、すなわち成長軸を中心とした円形状のストリエーションが観察される。ストリエーションの様子は CZ シリコンとは異なり、不連続で幅が狭く、分布も密になっている。さらに各々の縞のコントラストがよりはっきりしている。このストリエーションの原因は、一般に言われているように、主な残留不純物である置換型の炭素の不均一分布であると考えられる。

図13の下端から上端に向かって試料の中心線上で格子面間隔の変動 $\Delta d/d$ と格子面方位の変動 $\Delta\alpha$ を測定した結果が、図14である。ストリエー

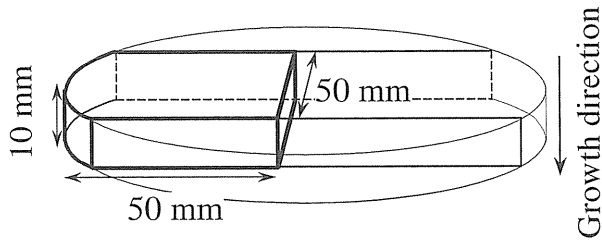


Figure 12. Position of the sample in an FZ silicon ingot.

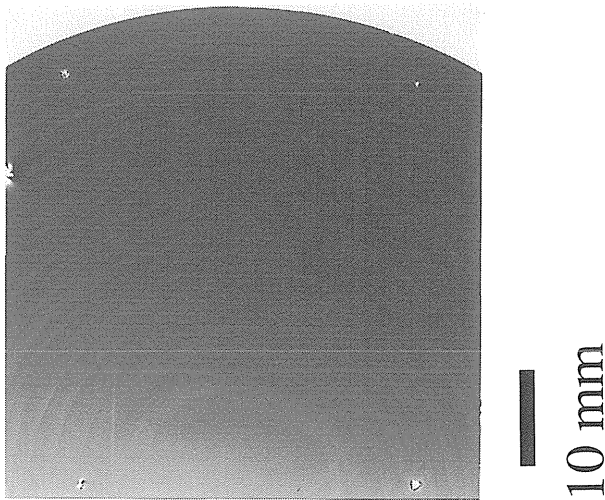


Figure 13. Plane-wave x-ray topograph of the FZ silicon sample.

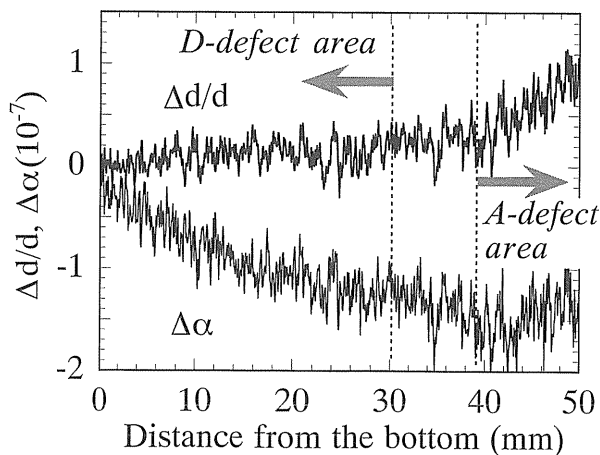


Figure 14. Variations in $\Delta d/d$ and $\Delta\alpha$ measured from the bottom to the top in Fig. 13.

シオンに対応する $\Delta d/d$ の局所的な変動の大きさは $\sim 5 \times 10^{-8}$ であり、MCZ や CZ に比べて $1/2 \sim 1/4$ 倍と小さい。

なお、Cu デコレーション処理された別の試料の X 線観察から、過剰な格子間シリコンが原因で生じると言われる A 欠陥領域と、過剰な空孔が原因で生じると言われる D 欠陥領域が、この試料には存在することが分かっている。それらの領域と歪みプロファイルとの対応が図14に示されているが、 $\Delta d/d$ の変動の中心は、D 欠陥領域では殆どずれないのに対して、A 欠陥領域では領域境界から外周にかけて増大し、その変化幅は 7×10^{-8} に及ぶ。この結果から、A 欠陥領域では格子間シリコンが過剰で格子が拡大しているものと推察される。

4. IP の特性

これまで述べたように、X 線トポグラフィの撮像媒体には IP を用いてきたが、その IP の特性は読み取られたトポグラフィの画質を左右する。ここでは平面波 X 線トポグラフィに利用した場合の IP の特性を示し、その歪み解析への影響を定量的に見積もる。

4.1 実験結果

ダイナミックレンジは図15に示すとおり、ほぼ5桁の露光量域に及び、線形性領域もそれと同じとなった。また IP の読み取りモードによる違いはなかった。図2に示されたトポグラフィ撮影角度

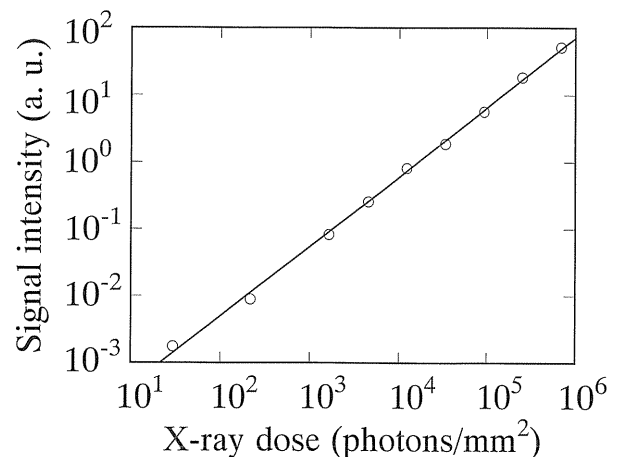


Figure 15. Signal intensity on the IP vs x-ray dose.

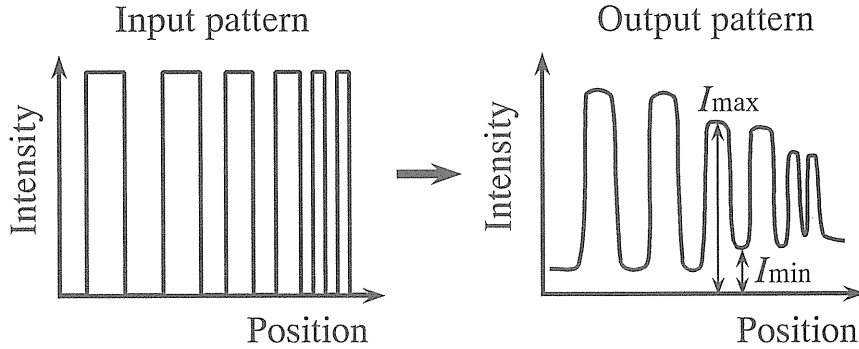


Figure 16. Schematic intensity profiles of square-wave input and output patterns.

位置では、強度変動はせいぜい1桁の範囲に収まるので、確かに各トポグラフは読み取り強度の線形性が保証された領域で撮影されたと言える。

続いて空間分解能は、次の式で表されるCTF (Contrast Transfer Function) で評価した。

$$CTF(f) = \frac{I_{max}(f) - I_{min}(f)}{I_{max}(f) + I_{min}(f)} \quad (4)$$

ここで $I_{max}(f)$ と $I_{min}(f)$ は、図16に示されるように、空間周波数 f の矩形波入力を読み取った結果のピークと谷の強度をそれぞれ表す。

実験的に得られたCTFをプロットしたのが図17である。どの空間周波数領域においても、HRモードで読み取られたほうが高いレスポンスを示し、空間分解能が高いことが分かる。ここで、0.9以上のレスポンスを示せば入力波は再現されたと見做すと、HRで4 lp/mm, HSで2.5 lp/mm以下の空間周波数で再現性が保証される。

最後にRMS (Root Mean Square) で評価した粒状性を図18に示す。全露光量域において、HRモードでHSモードより大きいRMSを示し、粒状性がよくないことが分かる。どちらも露光量が高くなるに連れて、粒状性は改善されるが、RMSの低下の割合は次第に小さくなっている。その低下の割合から、 10^4 photons/mm²以下では量子モトルが、 10^5 photons/mm²以上では構造モトルが支配的であると言える。

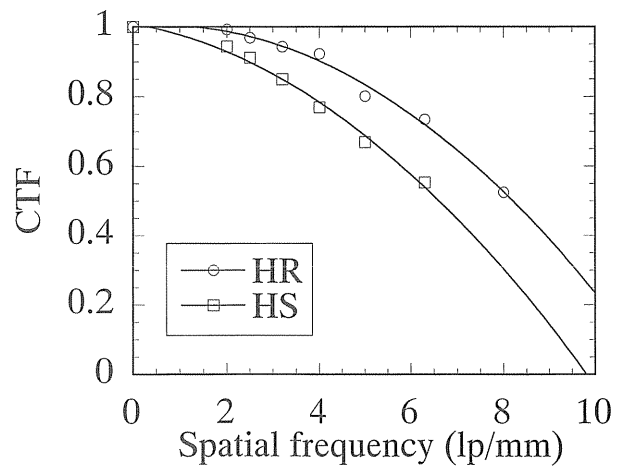


Figure 17. CTF vs spatial frequency curves measured in the HS and HR modes.

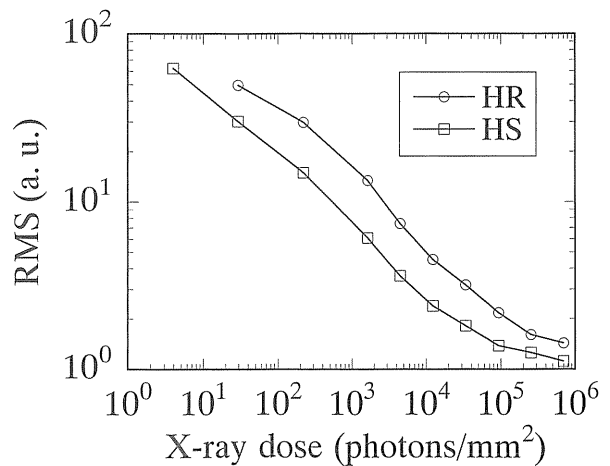


Figure 18. RMS vs x-ray dose curves measured in the HS and HR modes.

4.2 IP 特性の格子歪み解析への影響

実際に観察されるシリコン結晶の成長縞の周期は、成長方向に平行な表面では、図8に示される

ように0.3~1 mm程度であることが殆どである。そこで、IP特性、すなわち空間分解能と粒状性の格子歪み解析への影響を明瞭に見積もるために、1, 0.5, 及び0.25 mmの周期をもつ3つの正弦波入力を考える。正弦波としたのは、実際の強度変動は異なる周期をもつ正弦波の重ね合わせで書き表されるからである。正弦波入力に対する空間分解能を評価する量として、MTF (Modulation Transfer Function) があるが、それはCTFと次の式で関係づけられる。

$$\text{MTF}(f) = \frac{\pi}{4} \left\{ \text{CTF}(f) - \sum_{k=1}^{\infty} (-1)^k C_k \times \frac{\text{CTF}[(2k+1)f]}{2k+1} \right\} \quad (5)$$

ここで $C_1=1, C_2=1, C_3=1, C_4=0, C_5=1, \dots$ である。実験値であるCTFを(5)式を用いて換算して得られたMTFを表1に示す。

表1のMTFから、正弦波状のX線強度変動の振幅は、周期1 mmの場合、HRとHSのどちらのモードの読み取りでも90%以上保たれるが、0.25 mmになると、HRモードで41%、HSモードで26%にまで減少してしまうことが分かる。

仮定した正弦波入力から、3.1節(2)式を用いて格子面間隔の変化 $\Delta d/d$ が求められる。ここでは簡単のために、 ΔI_A と ΔI_B は、それぞれその周期と振幅を同じくし、平均強度に対する振幅の比を1/10とし、さらに互いに1/4周期ずれていると仮定した。ここで1/4周期のずれは、格子歪みの表面緩和による $\Delta d/d$ と $\Delta\alpha$ の1/4周期のずれ¹⁰⁾

Table 1. MTF values calculated from CTF

Period of sine wave (mm)	Spatial frequency (lp/mm)	MTF	
		HR	HS
1	1	0.979	0.936
0.5	2	0.872	0.785
0.25	4	0.414	0.256

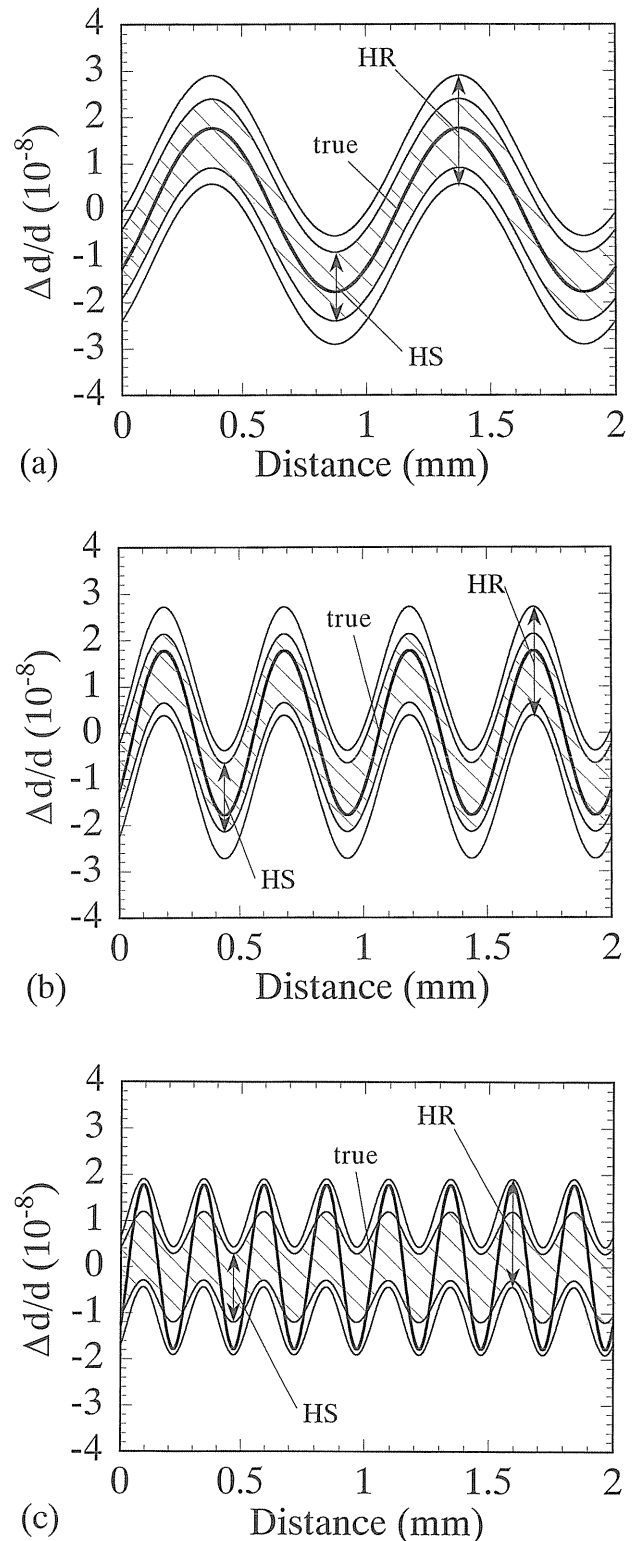


Figure 19. $\Delta d/d$ profiles simulated on the basis of the sine wave intensity profiles with a period of (a) 1 mm, (b) 0.5 mm, and (c) 0.25 mm. All the profiles were shifted vertically so that the center of the variation in the true distortion profiles would be located at 0. The solid line indicates the true $\Delta d/d$ profile calculated from the input intensity profile. The inner belt and outer belt, whose vertical width indicates the error range, show profiles obtained in the HS and HR modes, respectively.

の発生を考慮したものである。また波長0.112 nmにおけるSi 800対称反射の理論的に計算されたロッキングカーブから、 $k_A=k_B=2.7\times 10^7/\text{rad}$ とした。

こうして計算された $\Delta d/d$ のプロファイルを図19に示す。これらのプロファイルには粒状性に起因する読み取り誤差と空間分解能を表すMTFが考慮されている。通常の平面波X線トポグラフィでは、露光量が 6×10^4 photons/mm²であるが、その露光量でのRMSから、HRモードで4.7%、HSモードで3.0%の読み取り誤差がそれぞれ標準偏差として見込まれる。またMTFは表1に示したとおりである。

図19の各図には、そうしたIPの特性を考慮せずに計算された真の格子歪み変動も示されている。粒状性から来る誤差範囲は、どの周期でも共通で、HRモードで 2.3×10^{-8} 、HSモードで 1.5×10^{-8} である。周期1 mmでは、どちらのモードでも真の変動は誤差範囲の中心付近にある。しかし、周期0.25 mmになると、HSモードでは誤差範囲を逸脱する部分が存在し、HRモードでも辛うじて誤差範囲に収まるというほどに振幅が減少してしまう。そして、全ての範囲で $\Delta d/d=0$ が誤差範囲に入ってしまう、定性的にも格子歪み変動が捉えられない可能性がある。実際上は、0.5 mm以上の周期の変動なら、IPを用いた平面波X線トポグラフィで検出し、測定することができると言える。

5. むすび

平面波X線トポグラフィの撮像媒体にIPを利用することによって、as-grownのシリコン結晶の微小格子歪みを測定するシステムを構築した。格子歪みは、結晶内の不純物分布、残留応力、点欠陥分布を敏感に反映しており、結晶性を調べるのに有効であった。格子歪みを求めるにはトポグラフィに記録された強度を定量的に測定することが不可欠であるが、IPの応答の線形性の広さで定

量性が保証され、またトポグラフィ全体が数値データ化されるので、新規に開発した解析ソフトウェアを利用して、試料の任意の位置での格子歪みの測定が容易に実現された。読み取りの際の画素間隔と全体の画素数にもよるが、IPにより得られる画像のデータサイズは通常数MBにも及ぶので、高いパフォーマンスをもつコンピュータを使用しないと、実用的な速度で画像に対する演算を実行できないというきらいはある。しかし、IPはX線に対し高感度に、かつ線形性良く応答し、X線強度を二次元的に数値化してくれるので、X線による材料評価には極めて有効で、今後も広く利用されていくものと思われる。

さらにIPの特性は格子歪み解析の定量性に大きく影響する。その特性は実験条件に依存するが、我々の平面波X線トポグラフィ実験では、粒状性から来る格子歪みの測定誤差は 10^{-8} オーダーと見積もられた。また変動周期が短くなると空間分解能が低下することから、実用上0.5 mm以上の周期をもつ変動なら問題なく検出でき、測定できることが分かった。IPを用いて物性の定量評価をする際には、実験条件毎にその特性の影響を明らかにしておくことが重要である。

謝辞

本研究は、主に文部省高エネルギー物理学研究所との共同研究として行われ、ご協力いただいた東大工学部・石川哲也助教授（現 理研主任研究員）、高エネルギー研・平野馨一助手、ソニー（株）・前川格氏に感謝申し上げます。またIPの利用に関しご教示いただきました高エネルギー研・雨宮慶幸助教授（現 東大工学部）、さらに試料をご提供くださった信越半導体及び三菱マテリアルシリコンの皆様のご協力に謝意を表します。

文献

- 1) S. Kawado, S. Kojima, I. Maekawa and T. Ishikawa: *Defects in Silicon II*, eds. W. M. Bullis, U.

- Gösele and F. Shimura (The Electrochemical Society, Pennington, 1991) p. 65.
- 2) J. Miyahara, K. Takahashi, Y. Amemiya, N. Kamiya and Y. Satow: Nucl. Instrum. and Methods **A246**, 572 (1986).
 - 3) Y. Amemiya, T. Matsushita, A. Nakagawa, Y. Satow, J. Miyahara and J. Chikawa: Nucl. Instrum. and Methods **A266**, 645 (1988).
 - 4) 宮原諄二: 固体物理 **21**, 172 (1986).
 - 5) 宮原諄二, 雨宮慶幸, 松下 正: 日本物理学会誌 **45**, 398 (1990).
 - 6) 高橋健治, 宮原諄二: 日本結晶学会誌 **35**, 256 (1993).
 - 7) I. Maekawa, Y. Kudo, S. Kojima, S. Kawado and T. Ishikawa: Appl. Phys. Lett. **62**, 2980 (1993).
 - 8) Y. Kudo, S. Kojima, K.-Y. Liu, S. Kawado and T. Ishikawa: Jpn. J. Appl. Phys. **33**, L823 (1994).
 - 9) Y. Kudo, K.-Y. Liu, S. Kojima, S. Kawado and T. Ishikawa: *Semiconductor Silicon/1994*, eds. H. R. Huff, W. Bergholz and K. Sumino (The Electrochemical Society, Pennington, 1994) p. 1135.
 - 10) S. Kawado, Y. Kudo, S. Kojima, K.-Y. Liu and T. Ishikawa: Jpn. J. Appl. Phys. **34**, L89 (1995).
 - 11) Y. Kudo, S. Kojima, K.-Y. Liu, S. Kawado, T. Ishikawa and K. Hirano: Rev. Sci. Instrum. **66**, 4487 (1995).
 - 12) N. Mori, T. Oikawa, Y. Harada and J. Miyahara: J. Electron Microsc. **39**, 433 (1990).
 - 13) T. Oikawa, N. Mori, N. Takano and M. Ohnishi: J. Electron Microsc. **39**, 437 (1990).
 - 14) U. Bonse: *Direct Observation of Imperfections in Crystals*, eds. J. B. Newkirk and J. H. Wernick (Interscience, New York, 1962) p. 431.
 - 15) M. Imai, Y. Shiraishi, M. Shibata, H. Noda and Y. Yatsurugi: J. Electrochem. Soc. **135**, 1779 (1988).
 - 16) S. Kikuta, K. Kohra and Y. Sugita: Jpn. J. Appl. Phys. **5**, 1047 (1966).
 - 17) D. Windisch and P. Becker: Phys. Stat. Soc. (a) **118**, 379 (1990).

きいワード

空間分解能と粒状性

もともと電気通信分野で発達したが、写真など画像分野でも空間分解能の評価に MTF (modulation transfer function) と CTF (contrast transfer function) が広く用いられるようになった。MTF は各空間周波数での正弦波入力コントラストに対する出力コントラストの割合で、通常は、空間周波数 0 の値で規格化するので、空間周波数 0 の出力コントラストに対する各空間周波数の出力コントラストの減弱割合で表される。一方、CTF は、矩形波チャートの撮影で、空間周波数 0 における出力コントラストに対する各空間周波数の出力コントラストの減弱割合で表される。一般に精度の高い正弦波チャートの製作は容易ではないので、矩形波チャートの撮影で得られる CTF から、

本文に示した Coltman の換算式 (式 5) を用いて MTF を求める。

画像の粒状を物理的に測定された数値として表したもののひとつに、今回採用した RMS 粒状性 (root mean square granularity) がある。RMS 粒状性は画像の微細濃度分布の標準偏差 (分散の平方根) のことで、測定値の集団のばらつきを表す値である。ばらつきを調べる空間サイズは、対象に合わせて適当に選ぶが、IP からの読取画像のようにデジタル化されたものに対しては、各画素が空間的な測定単位となる。RMS 粒状性は、濃度のばらつきと濃度の変動を分離できないので、測定の際には、大きな濃度むらや一定の傾向の無い均一露光された画像を必要とする。