

温度可変放射光 X 線回折を用いた逆格子マッピングによる  
Si 006 近傍で観測される Extra peaks の起源解明  
Evaluation of Extra Peaks Observed by Around Si 006 Using  
Reciprocal Space Mapping by X-ray Diffraction with Synchrotron Radiation

横川 凌<sup>a,b</sup>, 原 豊<sup>a</sup>, 井手 康貴<sup>a</sup>, 伊藤 佑太<sup>a</sup>, 寿川 尚<sup>a</sup>, 渡辺 剛<sup>c</sup>,  
廣沢 一郎<sup>d,b</sup>, 小椋 厚志<sup>a,b</sup>

Ryo Yokogawa<sup>a,b</sup>, Yutaka Hara<sup>a</sup>, Koki Ide<sup>a</sup>, Yuuta Ito<sup>a</sup>, Syo Sugawa<sup>a</sup>, Takeshi Watanabe<sup>c</sup>,  
Ichiro Hirose<sup>d,b</sup>, Astushi Ogura<sup>a,b</sup>

<sup>a</sup> 明治大学, <sup>b</sup> 再生可能エネルギー研究インスティテュート, <sup>c</sup> (公財)高輝度光科学研究センター,  
<sup>d</sup> (公財)佐賀県産業振興機構  
<sup>a</sup> Meiji University, <sup>b</sup> MREL, <sup>c</sup> JASRI, <sup>d</sup> SAGA-LS

本課題では、放射光 X 線回折(X-ray Diffraction: XRD)測定においてシリコン(Si) 006 近傍で観測される Extra peaks の起源を検討すべく逆格子空間マッピング(Reciprocal lattice mapping : RSM)を実施した。異なる製造方法で作製された Si 基板を準備し(Czochralski 法および Floating zone 法で作製)、Si 006 と Extra peak の位置関係、散乱強度分布について放射光 XRD による RSM から詳細に検討したので報告する。

キーワード： X 線回折法、逆格子空間マッピング

#### 背景と研究目的：

今日、情報端末のみではなくあらゆる「モノ」がワイヤレス通信により情報交換や制御できる IoT (Internet of Things)社会が到来すると期待されており、エネルギー収支の観点から、デバイスの低消費電力化のみならず、熱・光・振動などの環境エネルギーを用いた発電を可能とし、自立運用を達成するための新たな発電デバイスの確立が急務となる。

シリコン(Si)は微細加工プロセスが既に確立されており、低消費電力デバイス材料として積極的に使用され、次世代 IoT デバイスに必要不可欠な半導体である。また微細加工により熱伝導率が顕著に低下することから、近年新たな熱電材料としても注目されている。

我々はこれまで電子および熱電発電デバイス構造において重要な SiO<sub>2</sub>/Si 界面に対し、放射光 X 線回折(XRD: X-ray diffraction)で得られる、界面を反映した Crystal Truncation Rod (CTR)散乱を含んだ X 線散乱分布測定に取り組んできた。その際、00L 方向に沿った CTR 散乱強度分布測定を行ったところ本来禁制反射である Si 006 近傍で特異な Extra peak を観測した。過去の研究例では Si 基板上の熱酸化 SiO<sub>2</sub> に対して 111 Bragg 反射から伸びる CTR 上の低角度側に Extra peak が観測されており、熱酸化 SiO<sub>2</sub> 由来であるエピタキシャルな関係を維持した何らかの秩序構造を持つと報告されている[1]。しかしながら、これまでの研究課題ではどの酸化膜作製プロセス(熱酸化、CVD、スパッタリング法など)でも出現し、酸化膜無しの Si 基板でも観測されていることから、Si 基板内部の情報を反映している可能性があると考えしていたが未だ明らかにできていない。

上記背景を鑑み、Si 006 近傍で観測される Extra peaks の起源を検討すべく、本研究課題では放射光 XRD による逆格子空間マッピング(Reciprocal Space Mapping : RSM)を実施し、異なる製造方法で作製された Si 基板を準備し、Si 006 と Extra peak の位置関係、散乱強度分布について詳細に検討を行った。

#### 実験：

測定試料は結晶品質の異なる 2 種類の Si 基板(Cz: Czochralski 法および FZ: Floating zone 法で作製)を準備した。測定手法は XRD であり、BL19B2 の HUBER 社製の多軸 X 線回折計を使用した。X 線エネルギーは 10 keV に設定した。

逆格子空間内で高い分解能が確保できる chi=pi/2 setting を精度よく実現するため Si 004 および

Si 008 の測定により回折装置の  $\phi$  軸と Si001 が 0.005 度以内で一致するように調整した。Si 006 の測定により UB-matrix パラメータを決定してから Si 基板の Si 006 近傍の RSM 測定を行った。温度は Anton Paar 社製の小型高温アタッチメント DHS1100 を用いて、Cz 法で作製された Si 基板に対し室温および高温(600 K)の 2 条件に設定し、温度可変放射光 XRD 測定を行った。

#### 結果および考察：

図 1 に Cz 法で作製された Si 基板の Si 006 近傍の RSM を示す。結果、Si 006 Bragg peak の直下に明瞭な Extra peak、さらにクロス状に分布する特異な X 線散乱強度分布を観測した。 $\phi$  scan (Si 基板面内に対する角度)も実施したところ、 $\phi$  の変化に伴い Si 006 Bragg peak 直下の明瞭な peak、クロス状に分布する X 線散乱強度分布も変化し、 $\phi$  に依存することも確認した。これらの分布は FZ 法で作製された Si 基板でも観測され、Cz-Si 基板よりも散乱強度が全体的に弱いことも確認した。さらに 600 K 下で Cz-Si 基板の RSM 測定を実施した結果、室温と比較して散乱強度が弱いことも併せて分かった。これらの傾向を踏まえ、本研究課題で観測された X 線散乱強度分布の由来は Si 基板内部に存在する酸素析出物による影響、もしくは多重回折である可能性が挙げられるが [2]、今後もシミュレーションを含めた詳細な分析が必要だと考える。

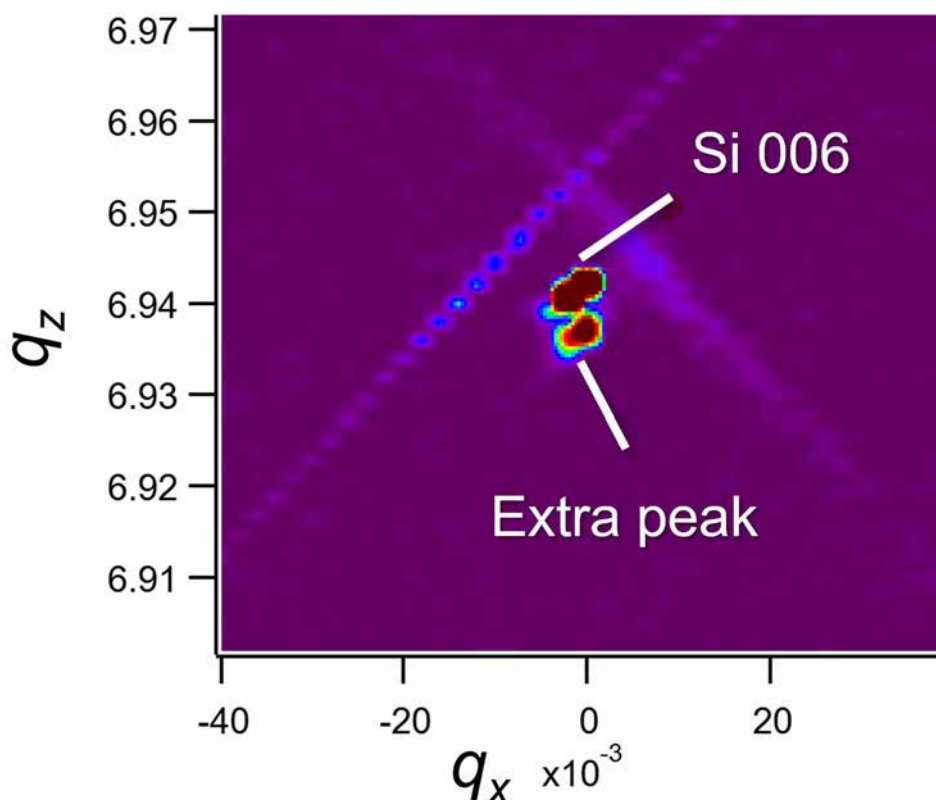


図 1. Cz 法で作製された Si 基板の Si 006 近傍の RSM

#### 今後の課題：

Si 006 近傍で観測される Extra peaks の起源を検討すべく、分子動力学法によるシミュレーションで酸素析出物の影響を調査し、実験結果と照らし合わせる予定である。また、酸素濃度が異なる Si 基板を準備し、放射光 XRD による RSM 測定を行う予定であり、酸素濃度による影響を注意深く検討する。

#### 参考文献：

- [1] K. Tatsumura et al., *Phys. Rev. B* **69**, 085212 (2004).
- [2] E. Rossmanith et al., *J. Appl. Cryst.* **34**, 157(2001).