

令和元年6月13日現在

機関番号：84502

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16H03913

研究課題名(和文) 異常散乱放射光マイクロ回折による混晶薄膜局所領域組成および歪みの独立決定法の開発

研究課題名(英文) Determination of composition and strain for strain released SiGe thin layers on Si with using anomalous x-ray microdiffraction

研究代表者

木村 滋 (Kimura, Shigeru)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・主席研究員

研究者番号：50360821

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,700,000円

研究成果の概要(和文)：Ge 原子の吸収端(11.103keV)およびその近傍のエネルギー(例えば11.000keV)のX線をを用い、両者のブラッグ反射強度を比較することにより、歪緩和SiGe層内の組成を決定する手法の開発を行った。この手法のキーポイントは、マイクロ回折の強度を精密に測定することであったため、ハイブリッドピクセル検出器(ASI社製Timepix STPX-65k)を、これまで開発を進めてきた高分解能マイクロ回折装置に導入した。その結果、Ge吸収端とその近傍のエネルギーで測定された回折強度差を0.2%以下の精度で測定することが可能なシステムが開発できた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究は、これまでX線回折ピーク位置から求めた格子定数から弾性変形理論とベガード則を利用して決定していたSiGe層の組成を、放射光がエネルギー可変の光源であることを利用し、Ge原子のK吸収端およびその近傍で異常散乱による強度変化から上述の仮定なしで求めるものである。本手法は、歪緩和SiGe層の歪と組成を独立に決定することができる唯一の方法である。また、この手法は他の局所領域に形成されるヘテロ薄膜材料(例えばGaInN系レーザー構造等)の組成・歪解析にも応用可能な技術である。

研究成果の概要(英文)：We developed anomalous x-ray microdiffraction method, which can determine composition and strain for strain released SiGe thin layers on Si by comparing diffraction intensity measured with x-ray energies of 11.103 keV (Ge k absorption edge) and 11.000 keV. The most important point of this development is to measure microdiffraction intensity precisely. For this purpose, we adopted a hybrid pixel detector (ASI Timepix STPX-65k) as a detector of high-resolution microdiffraction system we used. Accordingly, we succeeded to develop the microdiffraction system which enable us to compare diffraction intensity difference with precision less than 0.2%.

研究分野：量子ビーム科学

キーワード：放射光 X線回折 薄膜 異常散乱

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

(1) 近年における微細加工技術の進展はほぼシリコン(Si)の物理的性質の限界まで達しており、シリコンデバイスのさらなる高度化には材料に立ち戻った新たなブレークスルーが要求されている。このための技術として、**high-k 絶縁膜材料**や **FUSI(Fully Silicided)**、フルメタルゲートなどが次々と実用化され、歪 Si チャネルを用いたデバイスの高速化も既に実用化されている。この技術のポイントは Si よりも格子定数が大きな SiGe 層を微細なチャネル Si 層の両脇に形成し、両者の間に生じる応力を利用してチャネル Si 層に圧縮歪みを発生させることにある。これにより、チャネル Si 層のバンド構造が変化し、キャリアの移動度が向上する。

(2) この技術の課題は、歪量を如何に制御するかであり、そのためには SiGe 層の組成と歪緩和率を正確に評価する必要がある。X線回折法は、歪および組成を解析するために良く使用される方法である。しかしながら、一般的なX線回折による SiGe 層の組成の評価は、格子定数が組成と比例関係にあるという近似(ベガード則)と弾性定数に関するポアソン比を利用して求めている。一方で、格子定数だけでなく弾性定数(ポアソン比)も組成に依存するため、正確に組成を決定することは、実は困難である。現状は、ポアソン比も格子定数と同様に組成と比例関係にあるという近似を用いている場合が多いが、この近似の有効性は曖昧であり、組成決定に誤差を生む要因になっている。

2. 研究の目的

(1) 本研究の目的は、上述のような困難を克服し、放射光を用いたナノ集光異常散乱X線回折法により、SiGe 層の局所領域の組成と歪緩和率を独立に決定する手法を開発することにある。

(2) 具体的には、Ge 原子の吸収端(11.103keV)およびその近傍のエネルギー(例えば 11.000keV)のX線を用い、両者のブラッグ反射強度を比較することにより、歪緩和 SiGe 層内の組成を決定する。一方、歪は通常通り X線回折ピーク位置から決定する。これにより、これまで、歪と組成の両方を X線回折ピーク位置から決定していたものを、組成は回折強度差から、歪はピーク位置からとそれぞれ独立に決定可能になる。図1に SiGe 混晶からの 004 ブラッグ反射強度のエネルギー依存性の計算値を示す。吸収端近傍でブラッグ反射強度が Ge 組成に依存して大きく変化しており、両者を比較することにより精密な組成解析が可能であることを示している。

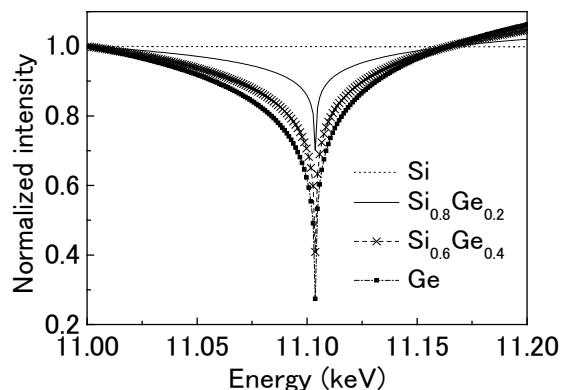


図1 SiGe 薄膜の 004 ブラッグ反射強度の計算値

3. 研究の方法

(1) 本研究は、SPring-8 BL13XU で開発を行ってきた 110 nm×160 nm の放射光ビームが利用可能なナノ集光回折システムを使用して実施した。本測定のコアポイントは、回折強度を精密に測定することである。研究開始当初のナノ集光回折システムで使用していた検出器は可視光変換型 CCD カメラであったため、ダイナミックレンジが 4 桁程度しかなく、本実験を実施するには能力不足であった。そこで、H29 年度の設定備品費で、ハイブリッドピクセル検出器 (ASI 社製 Timepix STPX-65k Si 1 mm) の導入を行った。この検出器は 55 μm×55 μm の空間分解能で、120 フレーム/秒、13 bit での読み込みができるため、回折強度を高計数で測定することができる。本検出器と高輝度な放射光マイクロビームを利用することで、1 秒間の計測で約 100 万カウントの計測が可能となり、統計誤差 0.1%の精度で回折強度を測定することが可能となる。

(2) 実際の測定は、上記で開発したナノ集光回折システムを利用し、Si 基板および歪緩和 SiGe 層からの 004 ブラッグ点近傍の逆空間マップ測定を X線のエネルギー、11.092 keV および 11.107 keV (吸収端近傍)で行った。

4. 研究成果

(1) 図2にハイブリッドピクセル検出器を導入したナノ集光回折システムを主要部分の写真を示す(①, ②)。X線の集光にはゾーンプレート (ZP) を用い、Order sorting aperture (OSA) を通し

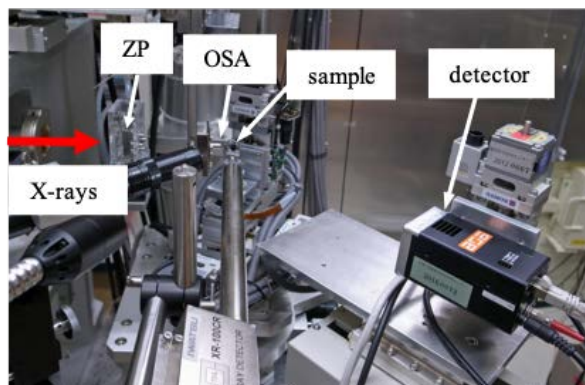


図2 ナノ集光回折システムの写真

て試料に入射する。試料は長焦点顕微鏡で観察することができる。ハイブリッドピクセル検出器を装置に組み込むために、新たに自動計測のための制御ソフトを作製した。

(2) 2次元ピクセル検出器である本検出器は、導入当初ピクセルごとの感度のばらつきが標準偏差で32%もあることが判明した。これでは精密な回折強測定を必要とする本研究が出来ないので、Flat field image を Ge の蛍光 X 線 (9.9 keV) で測定し、補正することで、感度ばらつきを標準偏差で 0.18% に補正できる方法を開発し、本研究に利用できるようにした(図3)。

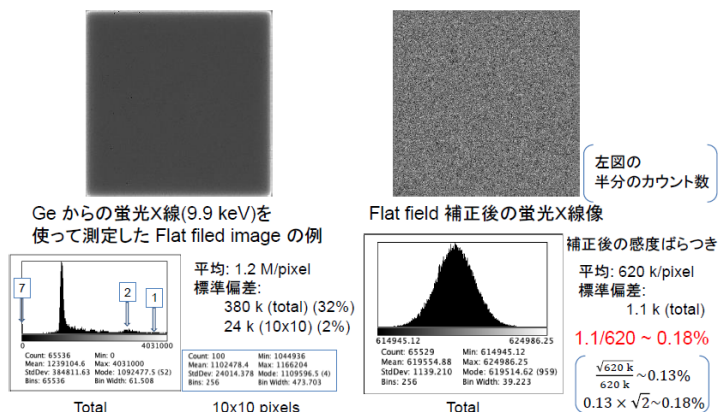


図3 Timepix STPX-65k Si 1 mm の感度ばらつき補正

(3) 上記ナノ集光回折システムを使用し、Si 基板上歪み緩和 SiGe 層の組成を決定することを目的に、Si 基板および歪緩和 SiGe 層からの 004 ブラッグ点近傍の逆空間マップ測定を X 線のエネルギー、11.092 keV および 11.107 keV (吸収端近傍) で行った。図4

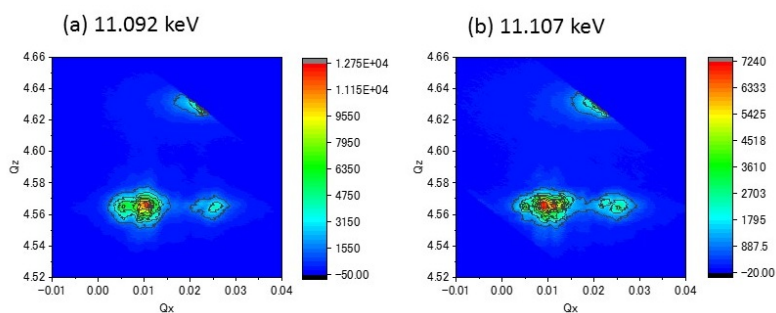


図4 測定した逆空間マップ

に測定した逆空間マップを示す。(a)が 11.092 keV, (b) 11.107 keV で測定したものである。吸収端エネルギーである 11.107 KeV でピーク強度が減少していることが分かる。これは、Ge 成分の異常散乱によるものである。一方で、逆格子マップの形状も変化しており、波長を変更により測定箇所が僅かに変わっていることが分かり、組成決定までには至らなかった。

<引用文献>

- ① Yasuhiko Imai, Kazuyoshi Sumitani, and Shigeru Kimura, Rapid single crystal structure analysis using high-flux synchrotron radiation of SPring-8, AIP Conference Proceedings, 査読有, Vol. 2054, (2019), 050004,
- ② 今井康彦, 隅谷和嗣, 木村 滋, 日本結晶学会誌, Vol. 61, No. 1, (2019), 51-55.

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計2件)

- ① Yasuhiko Imai, Kazuyoshi Sumitani, and Shigeru Kimura, AIP Conference Proceedings, Vol. 2054, (2019), 050004, DOI: 10.1063/1.5084625
- ② 今井康彦, 隅谷和嗣, 木村 滋, 放射光ナノビーム X 線回折による結晶評価の現状, 日本結晶学会誌, 査読有, Vol. 61, No. 1, (2019), 51-55. DOI: 10.5940/jcrsj.61.51

[学会発表] (計2件)

- ① Yasuhiko Imai, Kazuyoshi Sumitani, and Shigeru Kimura, Current status of nanobeam x-ray diffraction station at SPring-8, Synchrotron Radiation Instrumentation (SRI 2018), 2018 年.
- ② 今井康彦, 隅谷和嗣, 木村 滋, ナノビーム X 線回折装置へのピクセル検出器の導入, 第32回放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム, 2019 年.

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://rud.spring8.or.jp/member/0004124.html>

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名：今井 康彦

ローマ字氏名：(IMAI, Yasuhiko)

所属研究機関名：公益財団法人高輝度光科学研究センター

部局名：利用研究促進部門

職名：主幹研究員

研究者番号 (8 桁)：30416375

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。