

研究種目：基盤研究 (B)

研究期間：2006～2008

課題番号：18360047

研究課題名 (和文) 超高分解能結晶格子評価システムの構築

研究課題名 (英文) A Ultrahigh Resolution Silicon Lattice Comparator System

研究代表者

張 小威 (ZHANG XIAO-WEI)

大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・研究機関講師

研究者番号：80217257

研究成果の概要：FZシリコン単結晶は $10^{-8}$ 位の完全性があるといわれ、それを利用してX線回折用の光学素子や、アボガドロ定数などの基礎物理定数を精密に測定する研究などに用いられる。そのために大面積にわたって、単結晶の均一性を $1 \times 10^{-9}$ 程度の分解能で評価することが求められている。本研究では、 $2 \times 10^{-9}$ 程度の分解能で4インチ径のFZシリコン結晶に対して格子面間隔をマッピング測定するシステムを構築した。このシステムによって、大面積の結晶格子の均一性、結晶表面の加工ひずみに対するマッピング評価手法を確立した。実際にこのシステムを利用して、アボガドロ定数を決定するための $^{28}\text{Si}$ エンリッチしたシリコン単結晶の格子の均一性、結晶格子の熱膨張を計測した。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	6,000,000	1,800,000	7,800,000
2007年度	3,900,000	1,170,000	5,070,000
2008年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
総計	11,100,000	3,330,000	14,430,000

研究分野：応用物理学、X線光学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎

キーワード：物理計測・制御

## 1. 研究開始当初の背景

より高い検出感度で完全結晶に潜むわずかな欠陥を検出する実験技術を開発する動機は、より低い温度を求める低温技術、より高い圧力を求める高圧技術と同じであり、実験技術のフロンティアを開拓するものである。本研究の特徴は、自己参照型格子間隔コンパレータを用いて、高感度な計測技術や環境安定化技術を強力な放射光と組み合わせ、 $10^{-9}$ レベルの超高分解能でFZシリコン結晶格子を評価することにある。

百年以上も前に定義されたキログラム原器の標準は0.1ppmの精度を持っており、その時点では他のすべての標準原器の精度に勝っていた。しかし、他の標準が進化を遂げて、精度が改善され、今日ではキログラム原器の標準が一番精度の悪いものと成り下がってしまった。キログラムの定義を改めることが、新世紀に入ってから、盛んに議論されるようになった(藤井賢一, 大苗敦: 日本物理学会誌「基礎物理定数の新しい推奨値-アボガドロ定数とプランク定数の決定をめぐ

る最近の動き」57 (2003) 239-246)。二つの方法が提案され、一つは電気的な標準から定義するルート (ワット天秤法)、一つはアボガドロ数と原子量から定義する方法である。相互チェックする意味で、この二つの独立な方法による研究の比較に意義がある。

約30年前から考案されたX線/光学干渉計の技術で、X線波長によらずにシリコン結晶の単位胞体積が求められるようになった。また半導体産業の発達で、シリコン結晶の質が飛躍的によくなり、X線結晶密度法でアボガドロ数を決めることが本格的に検討された。シリコン単位胞にある原子数が4つあり、単位胞体積がわかれば、シリコンの原子密度がわかる。簡単のために、シリコン同位体と結晶内の不純物のことを無視して考えると、 $V_{mol} = M_{mol}/\rho = N_A v_{cell}/n$ となる。この $V_{mol}$ はモル体積、 $M_{mol}$ はモル質量、 $\rho$ は結晶マクロ的な密度、 $N_A$ はアボガドロ数、 $v_{cell}$ は単位胞の体積、 $n$ は単位胞内の原子数である。このように、アボガドロ数はミクロ的なX線結晶密度とマクロな結晶密度の比で決まる量である。不確かさ0.01ppmでキログラムを定義しようとするなら、アボガドロ数を0.01ppmの精度で、すなわちシリコン結晶の単位胞体積精度が0.01ppm以下に求められる。この体積精度を、立方体一辺長さの精度に直すと3ppb ( $3 \times 10^{-9}$ )になり、これが格子間隔測定に求められる最低レベルの実験精度である。マクロ的な結晶密度を測るのに用いる結晶の体積とX線結晶密度を得るのにX線/光学干渉計で測る結晶の体積とが約50万倍の開きがある。この溝がある程度を埋めないと、二つの密度の比をとる合理性が成り立たなくなる。

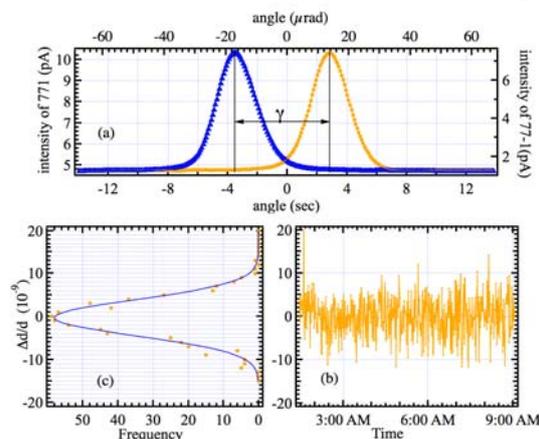
## 2. 研究の目的

FZシリコン単結晶は $10^{-8}$ 台の完全性があるといわれ、それを利用してX線回折用の光学素子や、アボガドロ定数などの基礎物理定数を精密に測定する研究などに用いられる。しかし、理論的に得られるはずの分光性能や、物理定数の不確かさが思ったように達成されず、いままで十分完全だと思われてきた結晶の完全性がもはや十分ではないかと疑い始め、分解能 $1 \times 10^{-9}$ 程度の均一性評価が求められている。本研究ではシリコン結晶に対して格子面間隔と格子面傾きをマッピング測定し、それによって、結晶格子の均一性、加工ひずみを評価する手法を確立するとともにこのような測定を高速に行う測定システムを構築するのである。

## 3. 研究の方法

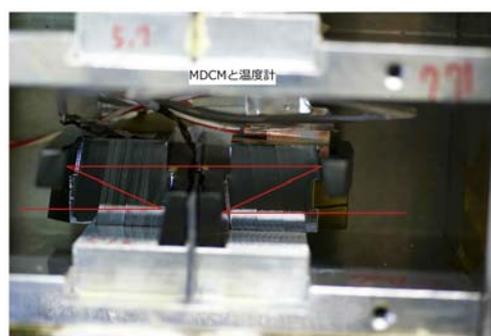
高速精密格子定数分布測定法は、試料結晶中にある2つ等価な回折面の同時反射を利用した自己参照型コンパレータ測定法を採

用した。高分解能を得るために、回折角がなるべく高く、回折ピーク幅がなるべく狭く、色分散のない光学系を選ぶことが重要である。具体的にシリコン<110>法線方向の結晶に対して、その方向に沿って結晶に0.1086nmのX線を入射すると、ブラッグ角が $84.23^\circ$ の(771)と(771)がほぼ同時に回折条件が満たされ、十数秒の測定範囲で下図のような回折の反射曲線を得ることができ



る。同じくメジャーな結晶方位<100>法線方向の結晶に対して、(10,02)と(10,20)の反射が利用できる。そのとき、X線入射方向が結晶(100)方向と約 $8^\circ$ の角度をなす。

この測定のための特定な波長を放射光連続スペクトルから切り出すために一体型モノクロメータが設計、加工された。温度がコントロールされている条件下で、結晶の格子間隔が一定値となる。従って、結晶内二つの格子面の(+,+)配置の連続反射を利用すれば、原理的にある決まった波長を切り出すことができる。我々がこのようなモノクロメータのことをモノリシック・ダブルチャンネル



ルカット・モノクロメータ (MDCM) と名付けた。写真は温度センサーを直接取り付け、恒温のアルミハウジング内に設置されるMDCMである。10ppmレベルでこの装置がある決まった波長を出すといえるが、我々が1ppbレベルの格子間隔変動の検出を目指しているので、ビーム変動による1ppbレベル波長変動があっても困るのである。我々はX線回

折が有限なバンド幅を持つが、ビームの角度変動によって生じたビームの中心波長の変化が仮にあっても、 $1 \times 10^{-9}$  検出レベル以下であることを実験的に確かめた。また、いつでも同じ波長を取り出すための MDCM 調節手順を確立した。

#### 4. 研究成果

(1) ハードウェア的に超高分解能シリコン結晶格子コンパレータを構築した。一回の測定時間が約 30 秒であり、その分解能は  $2 \times 10^{-9}$  に到達できたことを実験的に確かめた。

(2) 自己相関型結晶格子コンパレータの調整手順を確立した。この手順に従うと、異なる結晶間の格子では、 $5 \times 10^{-9}$  レベルで比べることができ、同一結晶内では  $2 \times 10^{-9}$  レベルのマッピング測定ができる。

(3) 同位体  $^{28}\text{Si}$  を 99.994% エンリッチしたシリコン結晶と  $^{28}\text{Si}$  自然含有の FZ シリコンの格子常数と比較測定し、 $20^\circ\text{C}$  における熱膨張率についても測定した。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① Zhang Xiaowei and Hiroyuki Fujimoto, Jpn. J. Appl. Phys. 45 (2006) pp. 7933-7937, "Characterization of Wavelength Stability of Dispersive Monolithic Double Channel-Cut Monochromator in Order of  $10^{-9}$ "

[学会発表] (計 6 件)

- ① 応用物理学会、2007/03/27、青山学院大学、藤本弘之、三隅伊知子、権太聡、張小威、「放射光によるナノ構造の評価」
- ② 放射光学会、2008/01/13、立命館大学びわこ草津キャンパス、張小威、藤本弘之、高富俊和、「超精密微小回転ゴニオメータ」
- ③ 精密電磁気計測国際会議 (CPEM)、2008/06/12、ボルダー(アメリカ合衆国)、早稲田篤、藤本弘之、張小威、「Density measurement of a small  $^{28}\text{Si}$  single crystal」
- ④ 第 26 回 PF シンポジウム、2009/03/24-25、つくば国際会議場、早稲田篤、藤本弘之、張小威、「アボガドロ定数決定のためのシリコン単結晶の結晶評価」
- ⑤ 物理学会、2009/03/28、立教大学、張小威、岡田安正、山口博隆、「シリコン膨張係数を利用した高温炉試料

温度の較正」

- ⑥ 第 10 回国際アボガドロ常数会議、2009/04/15-16、つくば市産総研、藤本弘之、早稲田篤、張小威、「Evaluation of 2D Distribution of Si Lattice Parameters at KEK」

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

張 小威 (ZHANG XIAO-WEI)

大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・研究機関講師

研究者番号：80217257

##### (2) 研究分担者

杉山 弘 (SUGIYAMA HIROSHI)

大学共同利用機関法人・高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・助教

研究者番号：80222058

##### (3) 連携研究者

なし