

同時回折 X 線トポグラフィーのデモンストレーション

石地耕太朗

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

通常、X 線トポグラフィーでは X 線を単結晶に入射して 1 つの回折を得る。しかし、エネルギーと試料角度を精密に調整すると、複数の回折を同時に捉えることができるうえ、透過ダイレクト光(明視野光)には回折光(暗視野光)と同様の欠陥構造を観察できる[1]。そこで、BL09 で同時回折 X 線トポグラフィーを試み、長所・短所を調査した。

4H-SiC 小片試料を用いて同時回折 X 線トポグラフィーのデモ実験を行った。等価な回折 $g = 01-11, -1101, 10-11$ (暗視野光)と明視野光を X 線フィルムで撮影した。図 1 に暗視野光と明視野光の X 線トポグラフを示す。図 1(a), (b)の暗視野光にも明視野光にも転位が見られるが、白黒コントラストが反転していた。今回の暗視野光では、基底面転位(BPD)のバーガースベクトル b_{BPD} との内積がゼロになり、いずれかで BPD は消える。この性質を利用して、同時回折条件を観察すれば、効率良く b_{BPD} の決定ができる。一方、図 1(c)の明視野光には全ての暗視野光の転位イメージが反映していた。全ての転位を捉える場合に有効であると言える。その他、スキャン撮影、エネルギー変化についても調べ、これらの実験条件、転位イメージ、撮影時間における長所と短所も本報告で示す。

[1] Y. Tsusaka, et al., Rev. Sci. Instr. 87, 23701 (2016).

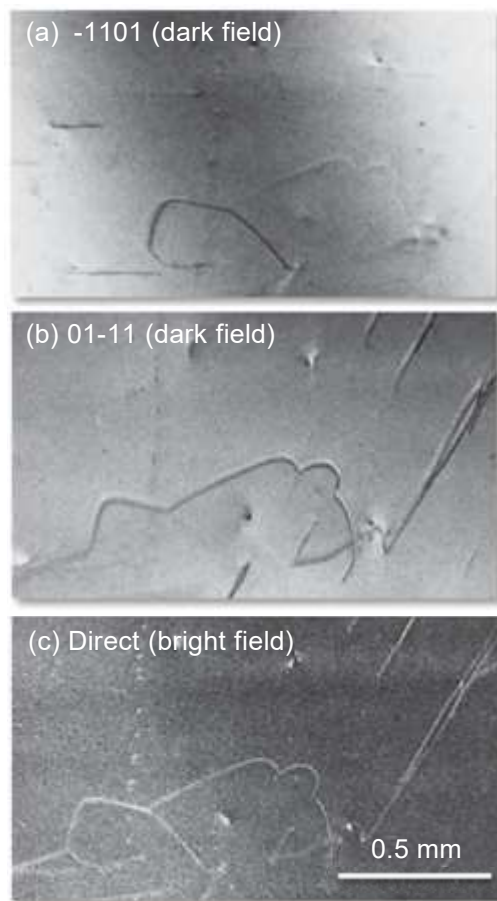


図 1 4H-SiC の同時回折 X 線トポグラフ。同じ個所を示す。
(a) 暗視野光($g = -1101$)
(b) 暗視野光($g = 01-11$)
(c) 明視野光(ダイレクト光)

はじめに

X線トポグラフィーでは単色X線を単結晶すると1つの回折が見えるが、精密に調整すると、複数の回折を同時に捉えることができる[1]。また、透過ダイレクト光(明視野光)にも回折光(暗視野光)と同様の欠陥構造が見える[1]。今回、SAGA-LSで同時回折X線トポグラフィーデモ実験を行い、その長所と短所を報告する。

実験

試料

- 4H-SiC(0001)小片(10x10x0.13 mm³薄板)。薄く結晶反りの大きい系。
- CZ-Si棒状(5 mm径円柱)。厚く結晶反りの小さな系。

実験条件

- 4H-SiC: 等価な回折 $g = 01-11, -1101, 10-11$ (暗視野光)とそのダイレクト光(明視野光)。
- CZ-Si: 220回折(暗視野光)とそのダイレクト光(明視野光)。

同時回折の調整

蛍光板で確認しながら、エネルギーと試料角度を調整。

- 4H-SiC小片試料は結晶反りが大きく、 $g = -1101, 10-11$ では一部しか見えない。回折条件を満たした面積が小さい。
- 4H-SiC小片試料の明視野光は非常に強い。一方、CZ-Si棒試料は暗視野光も明視野光も同程度の強度。

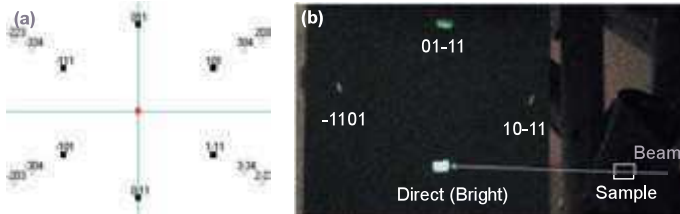


図1 4H-SiCの同時回折パターン。(a)シミュレーション、(b)蛍光板での実測

結果

4H-SiC小片(結晶反り大)の同時回折の転位イメージ

- 暗視野光(回折光)・明視野光(直接光)の転位の白黒コントラストは互いに反転。
- 同時回折では複数の回折を同時撮影でき、消滅ルール $g \cdot b = 0$ が成り立つ場合は効率よく b を決定。
- 明視野光は全ての暗視野光の重ね合わせ。全ての暗視野光の転位イメージを反映。
- 通常、結晶反りが大きい試料ではスキャン撮影するが、明視野光では回折していない領域が重なり、転位イメージは不明瞭。

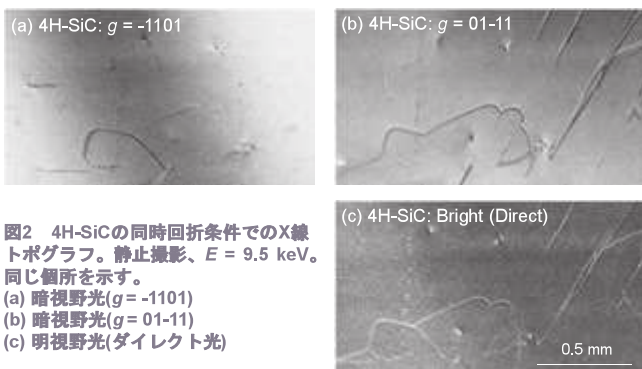


図2 4H-SiCの同時回折条件でのX線トポグラフ。静止撮影、 $E = 9.5$ keV。同じ箇所を示す。
(a) 暗視野光($g = -1101$)
(b) 暗視野光($g = 01-11$)
(c) 明視野光(ダイレクト光)

単一回折と同時回折の転位イメージの違い

- 明視野の転位イメージは複数同時回折より、単一回折の方がやや鮮明。
- 複数同時回折の明視野に全ての転位が見える。

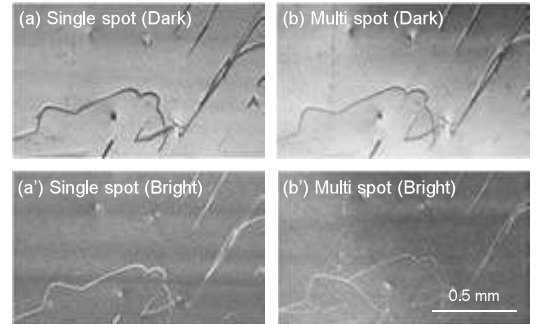


図3 4H-SiCのX線トポグラフの暗視野光と明視野光 (a), (a')単一回折、(b), (b')同時回折

Si棒(結晶反り小)の同時回折の転位イメージ

- 暗視野光・明視野光ともに転位を確認(白黒コントラスト反転)。
- CZ-Si棒は結晶反りが小さく大部分が回折するので、スキャンしても塗りつぶされず転位が鮮明。
- 明視野は暗視野より短い時間で撮影可能。

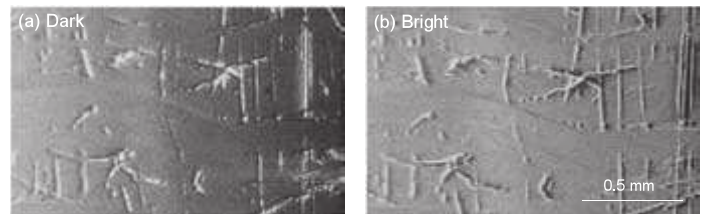


図4 CZ-Si棒の同時回折トポグラフ($g = 220$) (a)暗視野光、(b)明視野光(ダイレクト光)

まとめ

	長所	短所
条件	<ul style="list-style-type: none"> ■ 複数の回折を同時に撮影可能。 ■ 明視野光でも$g \cdot b = 0$の消滅ルールが成立。$g \cdot b$解析が可能。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 調整が高難易度。時間と慣れが必要。 ■ 明視野は透過配置のみ。 ■ 棒状は吸収が大きく、最強度の回折のみ見えない。
撮影時間	<ul style="list-style-type: none"> ■ 明視野光は暗視野光より短い。 	
転位イメージ	<ul style="list-style-type: none"> ■ 暗視野光と明視野光の転位のコントラスト反転。 ■ 棒状(結晶反り小)の場合、スキャン撮影しても明視野光の転位は明瞭。 	<ul style="list-style-type: none"> ■ 薄板(結晶反り大)の場合、スキャン撮影で明視野光の転位は見えない。

表1 同時回折X線トポグラフィーの長所と短所

[1] Y. Tsusaka, S. Takeda, H. Takano, K. Yokoyama, Y. Kagoshima, and J. Matsui, Rev. Sci. Instr. 87, 23701 (2016).