

自己参照型格子比較器による単結晶シリコンの格子定数の均一性評価と 結晶間格子定数の超精密比較

Homogeneity Characterization of Lattice Spacing and Lattice Comparison for Silicon Crystals by the Self-Referenced Lattice Comparator

早稲田篤¹、張小威²

¹産業技術総合研究所 計測標準研究部門、〒305-8563 つくば市梅園 1-1-1 中央第3

²中国科学院高能物理研究所 同步輻射、100049 中国北京市玉泉路 19 号乙

WASEDA Atsushi¹ and ZHANG Xiaowei²

¹AIST/NMIJ、1-1-1 Umezono、Tsukuba、305-8563、Japan

²IHEP/BSRF、Yuquan Road 19B、Shijingshan District、Beijin 100049、China

1 はじめに

2018年11月にパリ郊外で開かれた度量衡総会で、国際単位系 (SI) の7つの基本単位の中の4つの基本単位、質量と温度、電流、物質量の定義の改定が承認された。新しいSIではプランク定数 h とアボガドロ定数 N_A はそれぞれキログラムとモルを再定義する定義値となった。質量の単位キログラムの実現には、キップルバランス (ワットバランス) 法と、単結晶シリコンを用いた X 線結晶密度 (X-ray crystal density, XRCD) [1]がある。XRCD 法では定義値であるプランク定数 ($h = 6.626\ 070\ 15 \times 10^{-34}$ J s) を用いて、以下の式により、質量が決定される。

$$m = \frac{8V}{a_0^3} \frac{2R_\infty h m_{\text{Si}}}{c\alpha^2 m_e}$$

ここで、 m_{Si}/m_e 、 V 、 a_0 はそれぞれシリコンと電子の質量比、シリコンの体積、格子定数であり、絶対測定により決められる。これらの絶対測定に加え、単結晶シリコンの結晶評価として、モル質量や、密度、格子定数の一様性を評価する必要がある。

格子定数に関しては、X 線干渉計と光波干渉計を組み合わせた絶対測定[2-3]が行われると共に、格子定数の一様性評価は自己参照型格子比較器 (Self-Referenced Lattice Comparator, SRLC) [4-5]を用いて [6-7]行われる。また、SRLC を用いて格子定数の絶対測定が行われた AVO28 結晶と、新しい結晶の格子定数の結晶間比較測定を行うことにより、新しい結晶の格子定数を決定することができる。

産総研はこれまで単結晶シリコンを用いたアボガドロ定数の決定に関する研究を続けており、各国研究機関が協力するアボガドロ国際プロジェクト (International Avogadro Coordination Project、IAC Project) に参加し研究を推進してきた[8-9]。SI 再定義後は、同位体濃縮 ^{28}Si 単結晶を用いた、キログラムの実現に関して、各国と協力して研究を行っている。

2 自己参照型格子比較器

KEK-PF にて開発してきた単結晶シリコンの格子面間隔分布評価の測定手法は、放射光の強度と指向性および波長選択性を生かし、結晶内の等価な指数面の同時反射を活用した自己参照型格子比較法で、高速かつ高精度、高感度に、大面積の結晶に対してマッピング測定を行うものである (図1)。

結晶に対して試料結晶中の法線方向の特定な二つの等価な面指数を用いると、モノクロメータで単色化された X 線は、結晶の回転がわずか 10 秒程度の角度範囲で二つの X 線回折反射がほぼ同時に得られる。二つの反射角度位置の差 γ が 0.004 秒程度に検出できれば、回折面の面間隔分解能が 1×10^{-9} の不確かさで求められることに対応する。

SRLC は PF のビームライン BL3C にインストールされている。今回の実験では、回折面(10 2 0)と(10 0 2)を使用しており、波長とブラッグ角はそれぞれ、0.1055 nm と 82.03°である。本測定では格子定数のマッピング測定間隔は水平方向が 1 mm、垂直方向が 2 mm で行なった

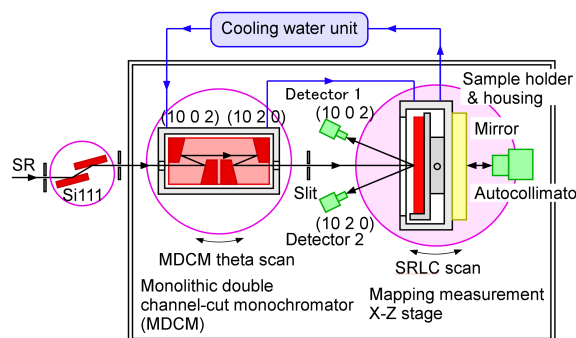


図1：自己参照型格子比較器の概略図

3 格子定数の均一性評価

ドイツ PTB では新たにキログラム実現のため二つの同位体濃縮結晶インゴットを FZ 法により引き揚げています。それぞれの種結晶側から切り出された、半円状ディスク試料、Si28-24Pr11 M.1 (φ70 mm x 厚さ 6 mm) と Si28-31Pr11 M.1 (φ76 mm x 厚さ 6 mm) について、格子定数の一様性評価を行なった。試料面は<100>である。

両結晶とも、格子歪は殆どなく、均一な格子定数分布であった。アボガドロ定数決定で以前用いた同位体濃縮結晶 AVO28 (Si28-10Pr11) についても格子定数は同様に均一な結果が得られている[6-7]。

4 結晶間格子定数の精密測定

SRLC は結晶内の格子定数の分布測定にこれまで用いてきた。SRLC はモノクロメーター (Monolithic double channel-cut monochromator, MDCM) との格子間隔の差を測定するものであり、結晶内格子定数の分布測定では、MDCM との相対変化を測定することにより評価できた。しかし、二結晶間の格子定数を比較する場合、MDCM を介して差を測定することになり、両測定において、試料及び MDCM のアライメントを精密に行う必要がある。

MDCM のアライメントが格子定数の測定に及ぼす影響を評価するため、放射光の発散と MDCM のチルト角の影響を評価した。放射光は MDCM により z 方向は 0.5 mm 以下のビーム幅となっている。一方、x 方向は MDCM の幅により 10 mm の X 線幅があり、スリットにより 1 mm 或いは 0.5 mm に絞って測定を行なっている。この X 線幅のどの位置の X 線を用いるかを、スリットの x 位置により決めることになる。MDCM のチルト角を調整することにより、この変化を最小限にすることができる。測定では、(110)結晶と(100)結晶について行うが、それぞれについて、最適なアライメント設定方法を検討した。

図 3 は(110)結晶について、MDCM のチルト角を変化させ、スリットの位置の違いによる格子面感間隔測定の変化を示す。格子面間隔の測定値がほぼ一定となるチルト角を調整することができる。

同様の測定を(100)結晶についても行った (図 4)。こちらについてもチルト角の調整を行うことにより、調整することができる。

5 まとめ

二つの同位体濃縮結晶、Si28-24Pr11 M.1 と Si28-31Pr11 M.1 について、KEK-PF の放射光を利用した SRLC を用いて格子定数の一様性評価を行なった。

二結晶間の格子定数の比較測定を行うための、MDCM および試料結晶の最適なアライメント法を確立するための予備実験を行なっている。さらに不確かさを評価することにより、二結晶間格子定数の比較測定技術の開発を目指している。

参考文献

- [1] K. Fujii, et al., Metrologia **53**, A19 (2016).
- [2] E. Massa, et al., Metrologia **48**, S44 (2011).
- [3] E. Massa, et al., J Phys. Chem. Ref. Data **44**, 031208 (2015).
- [4] X. W. Zhang, H. Sugiyama, M. Ando, Y. Imai and Y. Yoda, J. Appl. Crystallogr. **36**, 188 (2003).
- [5] H. Fujimoto, A. Waseda and X. W. Zhang, Metrologia **48**, S55 (2011).
- [6] A. Waseda, H. Fujimoto, X. W. Zhang, N. Kuramoto and K. Fujii, IEEE Trans. Instrum. Meas. **64**, 1692 (2015).
- [7] A. Waseda, H. Fujimoto, X. W. Zhang, N. Kuramoto and K. Fujii, IEEE Trans. Instrum. Meas. **66**, 1304 (2017).
- [8] B. Andreas et al., Metrologia. **48**, S1 (2011).
- [9] Y. Azuma, et al., Metrologia **52**, 360 (2015).

* waseda.atsushi@aist.go.jp

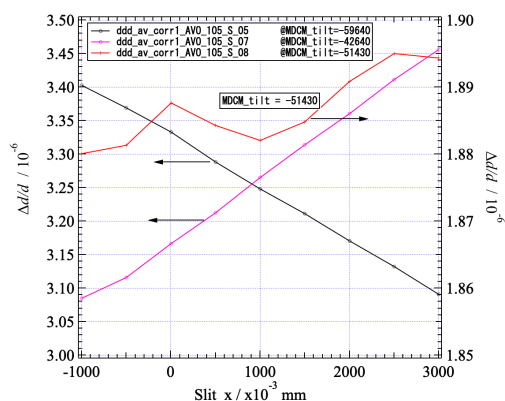


図 2. (110)単結晶 Si について、MDCM のチルト角を変化させたときの、放射光のスリット (x 方向) 位置と delta-d の関係

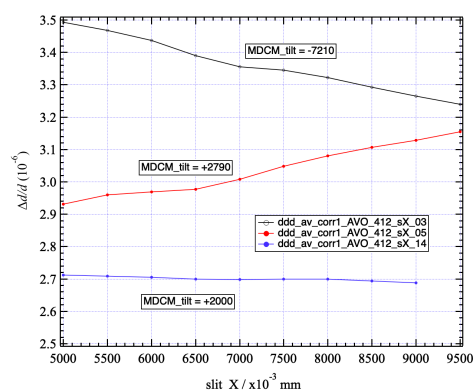


図 3. (100)単結晶 Si について、MDCM のチルト角を変化させたときの、放射光のスリット (x 方向) 位置と delta-d の関係