

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均一性評価と 二結晶間格子比較

Uniformity Evaluation 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, Beijing 100049, China

1 はじめに

2019 年 5 月に国際単位系 (SI) が改定され、7 つの基本単位のうち、質量の単位キログラムはプランク定数 h 、物質量の単位モルはアボガドロ定数 N_A 、電流の単位アンペアは電気素量 e 、熱力学温度ケルビンにボルツマン定数 k に基づき再定義された。再定義後のキログラムの実現方法としては、単結晶シリコンを用いた X 線結晶密度 (XRCD) 法と、キップルバランス (ワットバランス) 法とがある。産総研ではドイツやイタリア、フランスなどの標準研究機関と共同で、XRCD 法により同位体 ^{28}Si を濃縮した単結晶シリコンの密度と格子定数、モル質量からアボガドロ定数を決定する国際アボガドロプロジェクト (IAC) に参加し研究を進めてきた[1-2]。2017 年には世界最高精度でのアボガドロ定数の決定に成功しており、現在では XRCD 法によるキログラムの実現[3]を行っている。

XRCD 法によるキログラムの実現では、単結晶シリコン球の質量を、シリコン球の体積 V と格子定数 a_0 、シリコンのモル質量と電子のモル質量比 m_{Si}/m_e 、プランク定数 h とから、以下の関係式を用いて実現する。

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

格子定数の絶対値については X 線光波複合干渉計により測定される[4-5]。一方、KEK-PF の BL-3C に設置されている自己参照型格子比較器 (SRLC) は、結晶格子定数の均一性を超精密に評価することのできる極めて信頼性の高い評価技術であり、絶対測定を行った試料部分を含め、単結晶インゴット内の格子定数の均一性について、 3×10^{-9} の精度で結晶品質評価を行うことが可能である[6-9]。また、最近我々は、SRLC を用いて二結晶間の格子定数の比較を行っている。格子定数が既知の参照結晶と比較することにより、新しい結晶の格子定数を決定することができる。本方法は、ブラッグ反射を用いるため、

試料の形状によらない測定が可能であり、複数の試料間の比較測定が簡便にできる利点がある。

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定数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。

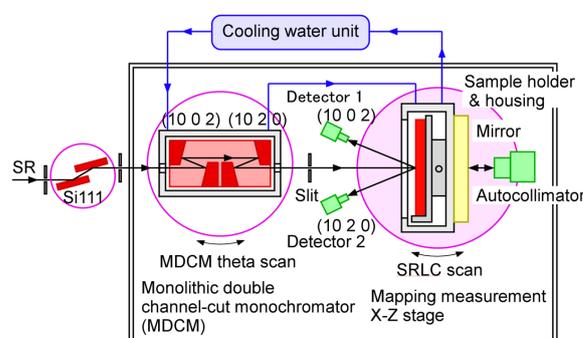


図 1：自己参照型格子比較器の概略図

3 結果と考察

ドイツ PTB でキログラム実現のために FZ 法により作製された同位体濃縮結晶二つについて、詳細な格子定数の均一性評価（マッピング測定）を行なった。測定した試料は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（ $\phi 70$ mm x 厚さ 6 mm）と Si28-31Pr11 M.1（ $\phi 76$ mm x 厚さ 6 mm）である。試料面は $\langle 100 \rangle$ である。試料は研磨剤（#1000）で研磨した後、硝酸、酢酸、フッ酸混合液（5:3:3）で化学エッチングし、表面の加工変質層を除去した。

両試料はアルミホルダーに固定し、温度制御された試料ハウジングにセットした。2つの白金抵抗測温体をアルミホルダーの左右に貼り付け試料温度を測定した。温度は実験ホール内温度に近い 23 °C ~ 24 °C で、左右の温度差は 1 mK 以下、温度の長時間安定性は数 mK であった。

結晶試料 Si28-24Pr11 M.1（図 2）と Si28-31Pr11 M.1（図 2）の種結晶側面、多結晶側面のそれぞれについて縦 30 mm、横 60mm の範囲でマッピング測定を行った。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 1 mm である。格子定数分布には、微かな同心円状の様相が見られる。詳しい解析は現在行っている。

4 まとめ

結晶試料 Si28-24Pr11 M.1 と Si28-31Pr11 M.1 の種結晶側面、多結晶側面のそれぞれについて、格子定数の分布測定を行なった。また、二結晶の格子定数の比較測定についても測定法を確立すべく、検討を行なっている。

参考文献

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

* waseda.atsushi@aist.go.jp

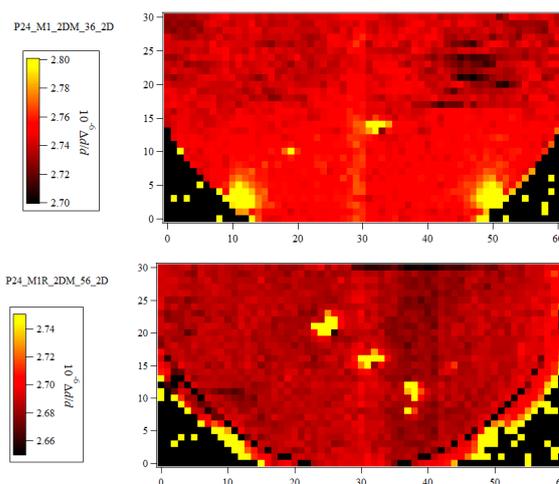


図.2 格子定数分布。Si28-24Pr11 M.1 種結晶側（上）と多結晶側（下）。

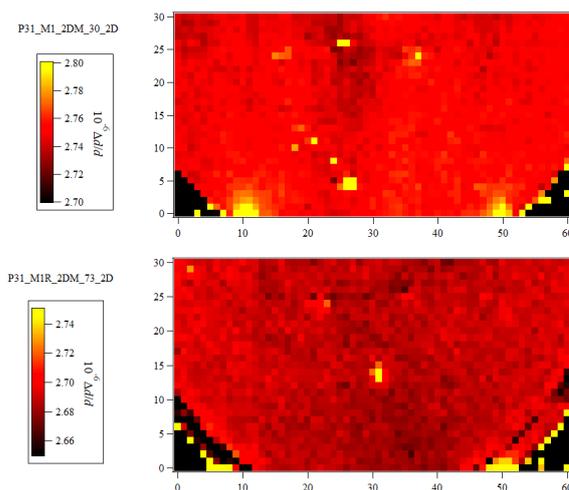


図.3 格子定数分布。Si28-24Pr11 M.1 種結晶側（上）と多結晶側（下）。