



**X線トポグラフィ法によるSi結晶の
歪の分布の評価
～方法とMEMSへの応用～**

坂 貴

大同大学 電気電子工学科

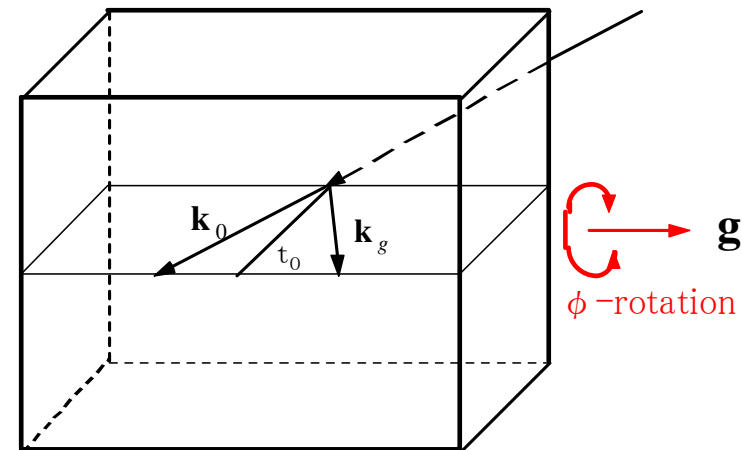
**PF研究会「X線トポグラフィの現状と展望」
2011年1月11～12日 KEK**

ϕ -回転法による歪の測定

動力学的回折効果を利用
完全に近いバルク結晶の歪を検出

透過法を用いる。

- (1) 入射X線は水平に試料に入射
- (2) 結晶を対称ラウエの条件で垂直に設置
- (3) 結晶を散乱ベクトルの回りに回転させる(ϕ -回転)。
- (4) 試料が一様に湾曲あるいは振れている場合、垂直の状態では歪の影響が現れないが、 ϕ -回転により、歪の影響が現れる。



ϕ -回転により結晶の見掛け上の厚さは

$1 / \cos \phi$ 倍になる。



積分反射強度測定

[試料]

Si (101) 厚さ $t_0 = 714 \mu\text{m}$

ガラスカッターでスクラッチを入れ、矩形に劈開
⇒ スクラッチにより歪が導入される。

[X線回折装置]

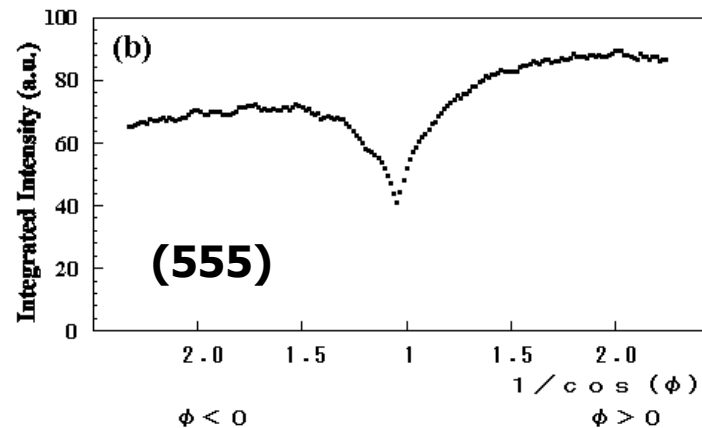
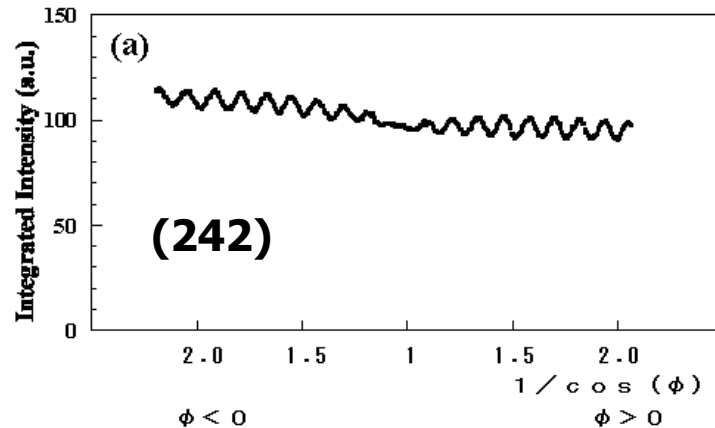
RU-1500 (リガク)

Ag target : 50kV, 1200mA

[積分反射強度の測定]

- (a) [101]晶帯軸に属する回折面の反射を結晶を散乱ベクトルの回りに回転させて測定
- (b) 白色X線からの $\sim 0.4 \text{\AA}$ の波長を使用

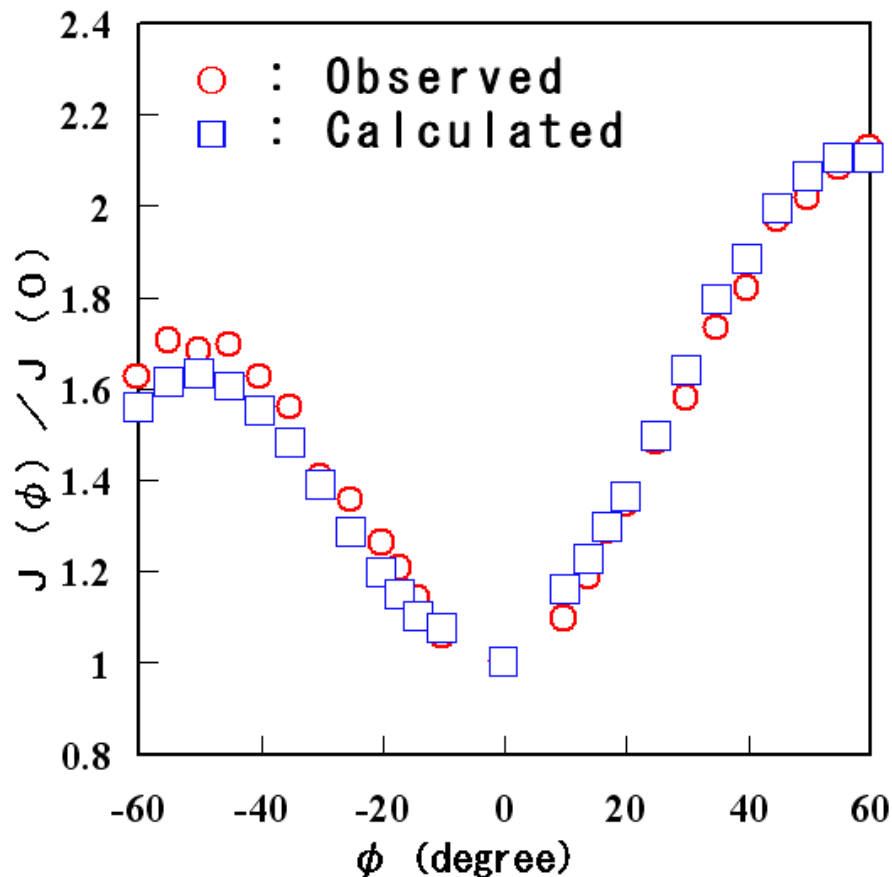
積分反射強度の測定結果



[積分反射強度 $J(\phi)$ の特徴]

- (1) $J(\phi)$ は ϕ -回転に対して非対称である→Borrmann効果の影響が ϕ の符号で異なる。
- (2) 555反射では $J(\phi)$ は ϕ -回転により強度が著しく増大する→ 動力学的回折から運動学的回折に近づく。

積分反射強度の計算



555 反射の積分反射強度の実験と計算を比較した。

試料は試料エッジに沿った軸の周りに700mの曲率半径で湾曲している。

歪を有する結晶による積分反射強度

積分反射強度

$$J_g \propto E(Z, M) \exp(-\mu_0 t / \cos \theta_B)$$

μ_0 : 線吸収係数 t : 結晶の有効厚

$M = \mu_g t / \cos \theta_B$ μ_g : Borrmann吸収係数

$$Z = f(\mathbf{g}, \lambda) \times t \times \left[\cot \theta_B \frac{\partial^2}{\partial z^2} - \tan \theta_B \frac{\partial^2}{\partial x^2} \right] (\mathbf{g}\mathbf{u})$$

↑

↑

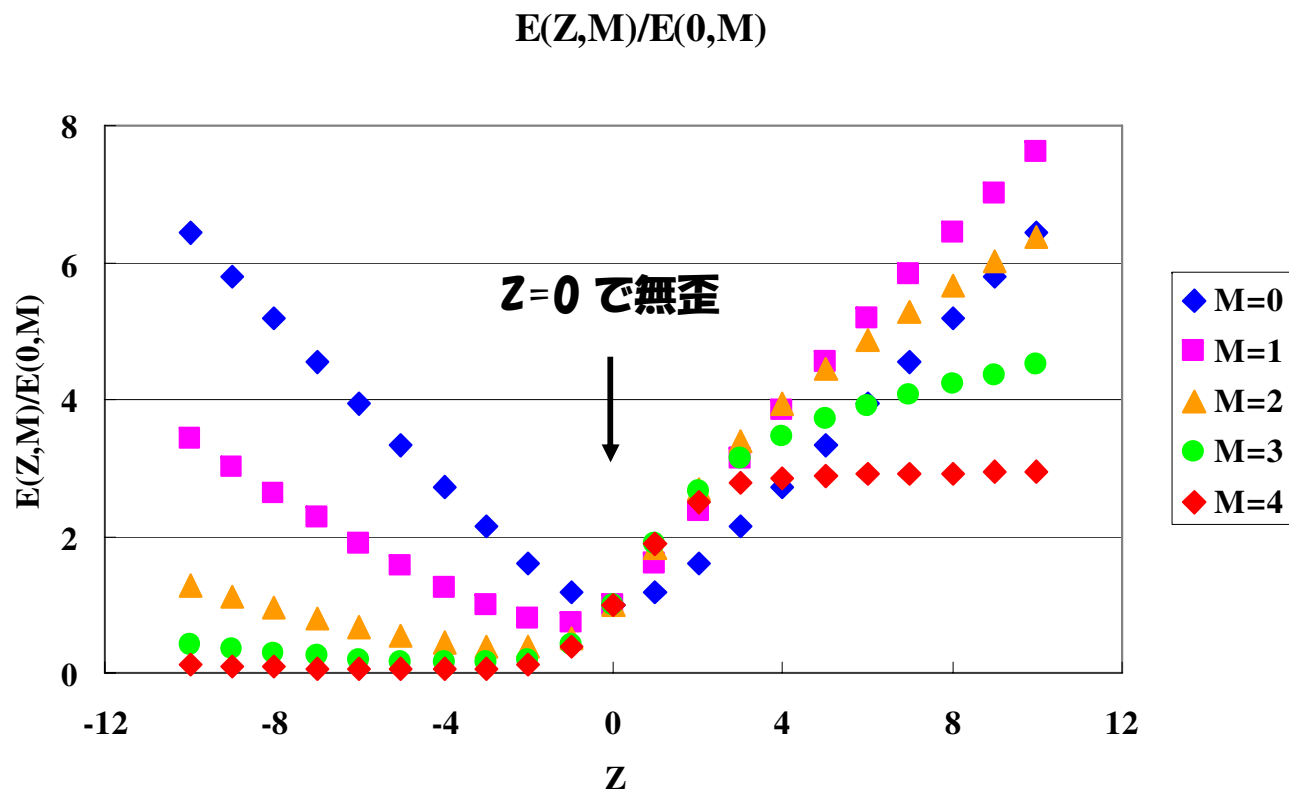
格子面の湾曲 格子面の伸縮

\mathbf{g} : 散乱ベクトル

\mathbf{u} : 歪による原子位置の変位を表すベクトル

$Z = 0$: 無歪、あるいは一様な歪の場合

一様な歪勾配を有する結晶による積分反射強度



[強度の増大]

運動学的な回折に近づく（1次消衰効果の抑制）。

[強度の減少]

Borrmann効果（異常透過）が抑制される。

一様な歪勾配を有する結晶による積分反射強度

試料は結晶表面上の軸の周りに一様に湾曲
あるいは捩れていると仮定

湾曲

$$Z = \frac{\pi V_0 g}{r_e \lambda C |F_g|} \cos \theta_B \sin 2\delta \sin \phi \frac{t_0}{R}$$

R : 湾曲の曲率半径

捩れ

$$Z = \frac{2\pi V_0 g}{r_e \lambda C |F_g|} \cos \theta_B \sin^2 \delta \sin \phi t_0 \theta$$

θ : 単位距離あたりの断面の
回転角

δ : 湾曲軸あるいは捩れ軸と散乱ベクトルのなす角

Z は $\sin \phi$ の形で ϕ に依存する。

[ϕ -回転による強度の増大]

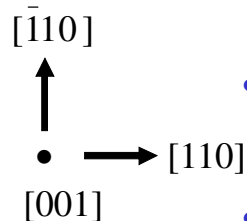
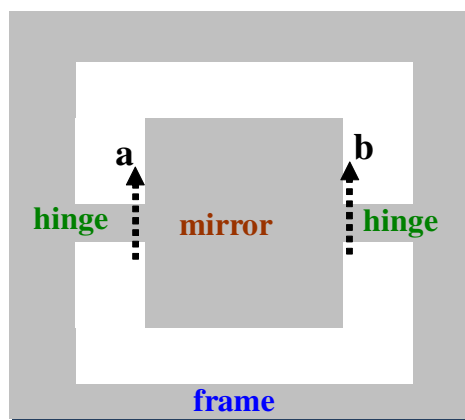
$\phi=0^\circ$ の状態では $Z=0$ となり、結晶は完全な場合と区別できないが、 ϕ -回転により、歪の影響が現れる。

[ϕ -回転による強度の非対称]

Borrmann効果の影響が回転の向き (ϕ の正負) により異なる。

MEMSに用いられる Si 結晶に応用

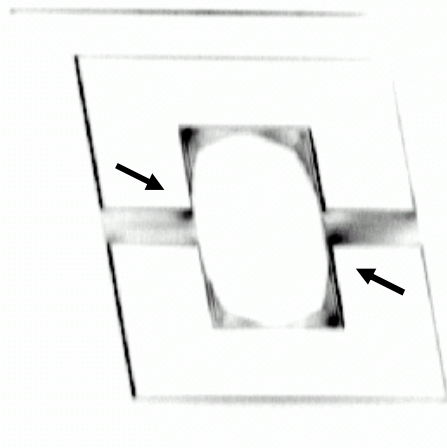
- MEMS とは **M**icro **E**lectro **M**echanical **S**ystems の略で、半導体微細加工技術を用いて、Si基板上にミリメートル寸法の微細な機械構造をマイクロメートル単位の精度で設計・製作する技術の総称である。
- 光MEMS分野では、金属の薄膜をSi基板に蒸着して金属反射鏡として用いることが多い。金属蒸着により、Si基板全体が歪み、その歪が微細加工した複雑な形状の一部に集中し、破壊することがある。
- このため、歪の分布を調べる方法の開発が必要とされる。
- 本研究では、 ϕ -回転法により、MEMS技術に使用される共振ミラーデバイスに用いられる Si の歪を調べた。



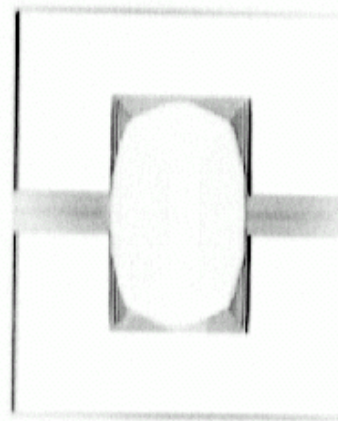
- 試料：フレーム、中央のミラー、2本のヒンジ
ヒンジ： $100\ \mu\text{m}$
フレームおよびミラー：Si ($100\ \mu\text{m}$) /
SiO₂膜 / Si ($200\ \mu\text{m}$)
- 今回の試料は歪集中を顕著にするため、意識的にミラーおよびフレームとヒンジの結合部分が直角に加工されている。
- 実験条件
220 反射
CuK α_1
トラバーストポグラフ法 (Lnag法)
Imaging Plate (分解能 $25\ \mu\text{m}$) を使用

観測結果 (1)

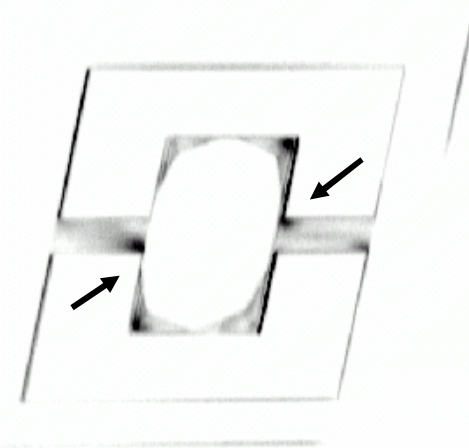
(a) $\phi = -30^\circ$



(b) $\phi = 0^\circ$



(c) $\phi = +30^\circ$



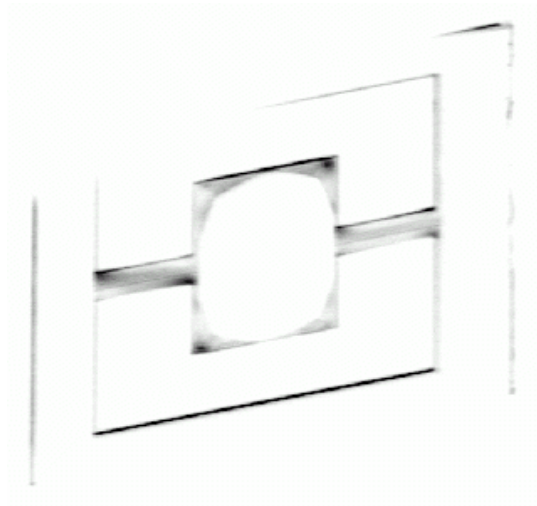
→ g

$\phi = 0^\circ$ においては、強度は緩やかな変化が観測されたが、ほぼ均一である。

一方、 $\phi = \pm 30^\circ$ では矢印で示す様に、ヒンジとミラーあるいはヒンジとフレームとの付け根の対角するコーナにおいて、回折強度の増加と減少が観測された。さらに ϕ 回転の正負により強度の増減が反転した。

観測結果 (2)

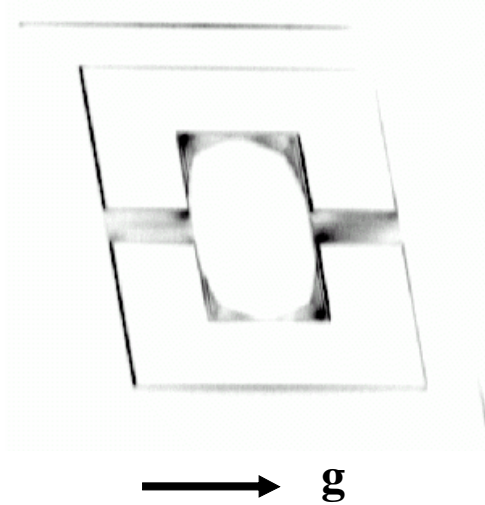
$\phi = -30^\circ$



湾曲

$$Z = \frac{\pi V_0 g}{r_e \lambda C |F_g|} \cos \theta_B \sin 2\delta \sin \phi \frac{t_0}{R}$$

$\phi = -30^\circ$



捩れ

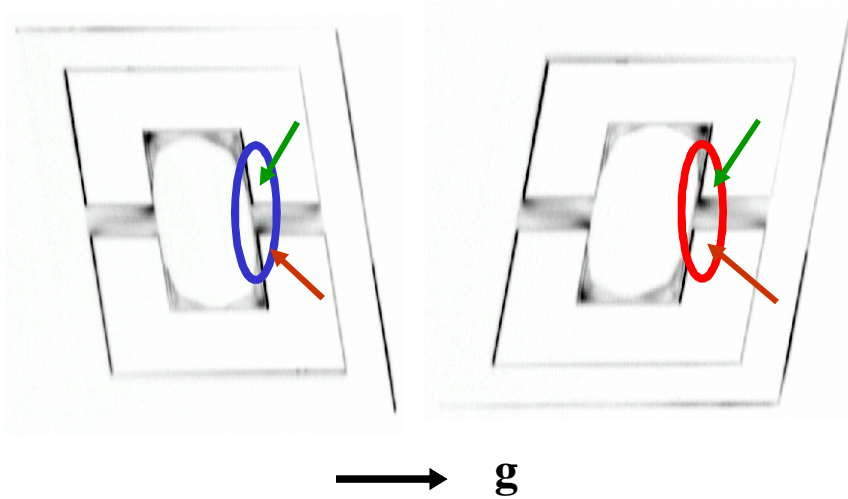
$$Z = \frac{2\pi V_0 g}{r_e \lambda C |F_g|} \cos \theta_B \sin^2 \delta \sin \phi t_0 \theta$$

δ を 90° 変化させた場合、強度が増大した部分が反転した。これより、この部分の歪は湾曲が支配的であると考えられる。

歪の定量(1)

$\phi = -30^\circ$

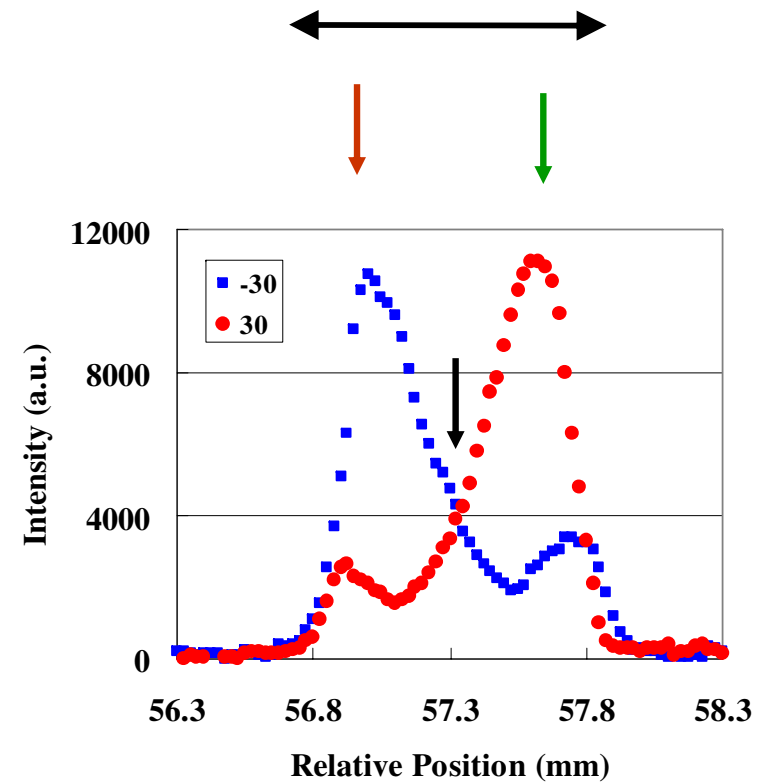
$\phi = +30^\circ$



ヒンジの付け根の部分の強度分布を調べた。

$\phi = -30^\circ$ の強度は矢印の位置で最大になる。一方、最小になるのは $\phi = -30^\circ$ での強度が最大になる矢印の位置とほぼ同じ位置である。

ヒンジ部

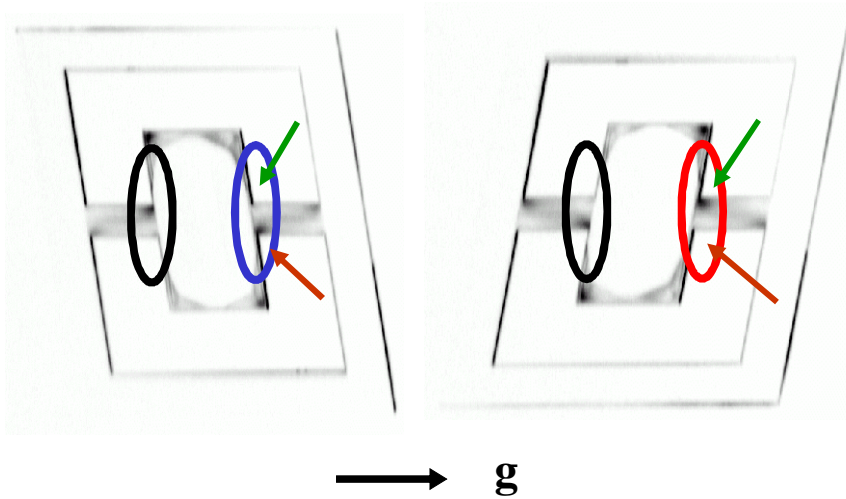


これより、 $\phi = -30^\circ$ においては、ヒンジの下部で $Z > 0$ であり、上部で $Z < 0$ である。一方 $\phi = +30^\circ$ では、符号が反転している。このため、 $\phi = -30^\circ$ と $\phi = +30^\circ$ の強度が一致する位置で $Z = 0$ である。

歪の定量(2)

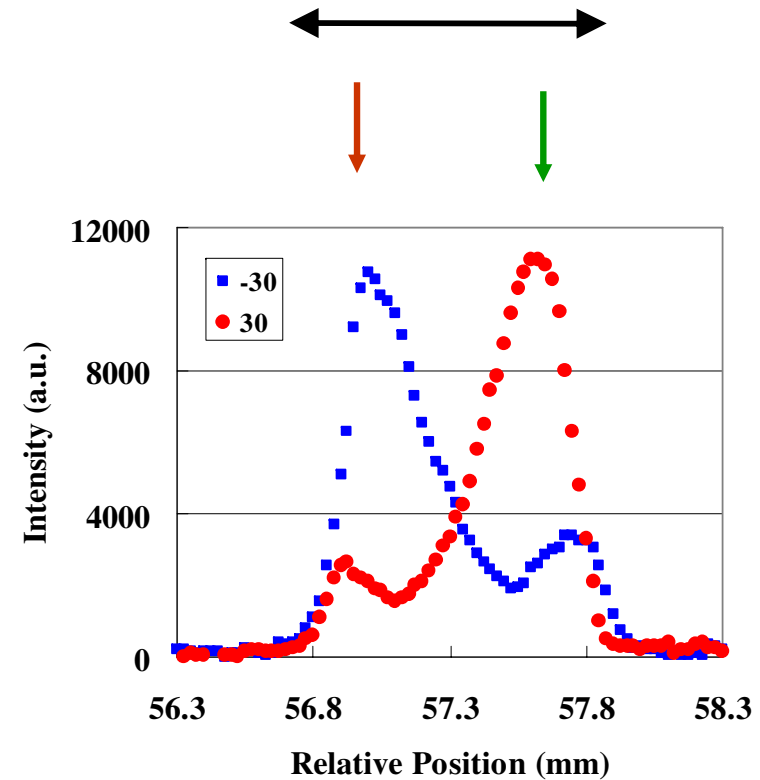
$\phi = -30^\circ$

$\phi = +30^\circ$



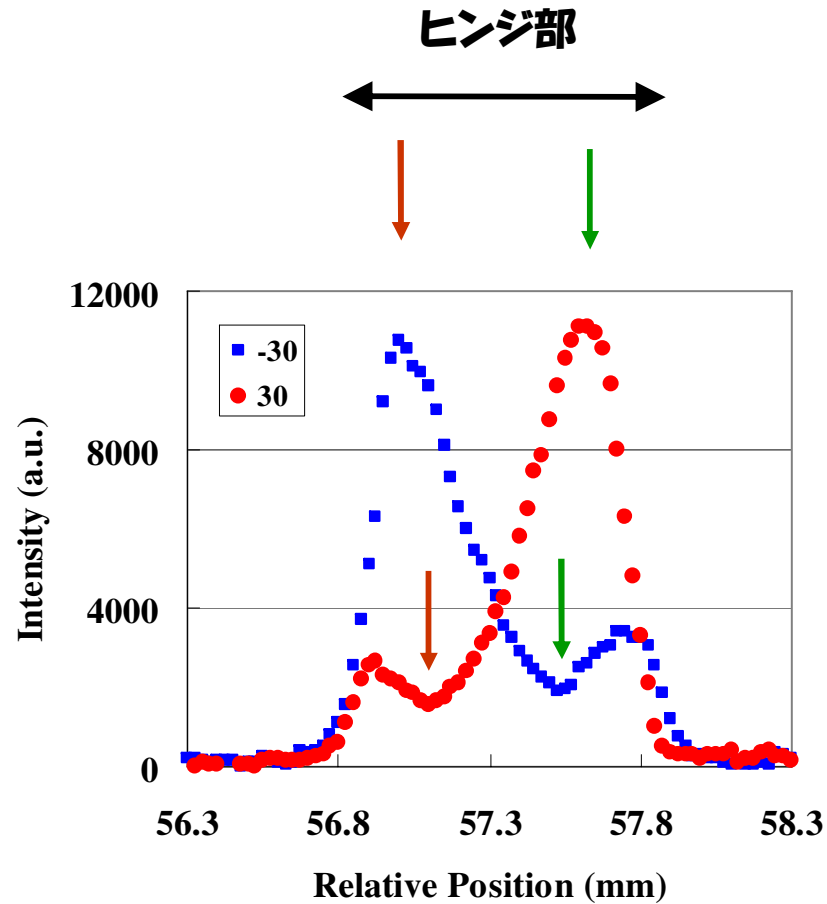
それぞれのヒンジの付け根の部分の最大強度と $Z=0$ での強度比は2.6および2.7となり、それより求めた Z は2.0および2.2で曲率半径は2.1mおよび2.0mであった。

ヒンジ部



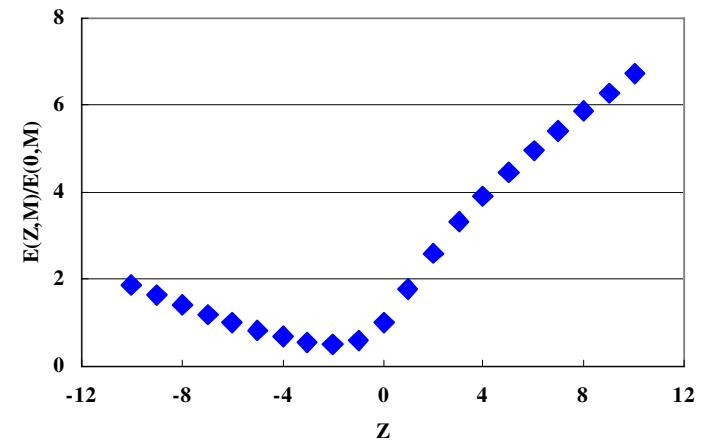
もう一方のヒンジの付け根の部分の強度比は3.1および3.4となり、それより求めた Z は2.6および3.0で曲率半径は1.6mおよび1.3mであった。

補足



$\phi = \pm 30^\circ$ での強度が最小になる位置は最大になる位置より僅かに内側にずれている。

これは、 $Z > 0$ においては強度は Z とともに単調に増加するが、 $Z < 0$ においては極小を持つためである。



歪がない状態との強度比の Z 依存性



MEMSのまとめ

一様な湾曲の場合

$$Z = \frac{\pi V_0 g}{r_e \lambda C |F_g|} \cos \theta_B \sin 2\delta \sin \phi \frac{t_0}{R}$$

強度の変化より曲率半径を見積もり、 $R = \sim 2 \text{ m}$ が得られた。

一方、回折プロファイルのピーク位置の変化および光学的な方法より、試料全体は **8 m** の曲率半径で湾曲していることが確認されており、ヒンジの付け根に **~4倍** の歪集中が生じている。

MEMSに用いられるSiは、歪集中により破断することがあり、その改善が求められている。本報告で述べた、結晶を散乱ベクトルの回りに回転させる方法により、広範囲に亘る歪の分布を高感度かつ簡便に検出することが可能である。

本方法は動力的回折効果を利用しているため、動力的な回折効果が生じるだけの結晶厚が必要である。本実験で用いたCuK α 線による**220反射**の場合、効果が生じ始める厚さは**~5 μm** であり、**~30 μm** の厚さがあれば充分である。



最後に

試料が結晶表面上の軸の周りに一様に湾曲あるいは捩れている場合、同一の試料を用いて完全な場合 ($\phi = 0^\circ$) と完全でない場合の比較が可能である。

一様に湾曲した試料では、観測された強度は理論とよく一致する

T. Saka, J. Appl. Cryst. 36, (2003). 249.

T. Saka, Japan. J. Appl. Phys. 43, (2004), 841.

T. Saka, J. Appl. Cryst. 38, (2005), 958.

T. Saka, phys. stat. sol. (a) 204, (2007), 2633.

T. Saka, phys. Stat. sol. (a) in submitting.

一方、一様に捩れた試料を用いた検証はなされていない。

一様に捩れた試料 あるいは 歪集中を評価する必要がある **(壊しても良い)** 試料をお持ちの場合は、提供して頂けると幸いです。