



Title	X線二結晶法によるストライプ状SiO <sub>2</sub> /GaAs基板の格子歪の測定
Author(s)	前濱, 剛廣; 新里, 樹; 安富祖, 忠信
Citation	琉球大学工学部紀要(47): 77-87
Issue Date	1994-03
URL	<a href="http://hdl.handle.net/20.500.12000/12408">http://hdl.handle.net/20.500.12000/12408</a>
Rights	

X線二結晶法によるストライプ状SiO<sub>2</sub>/GaAs基板の格子歪の測定

前 濱 剛 廣\* 新 里 樹\*\* 安富祖 忠 信\*

Measurement of Lattice Strain of Striped SiO<sub>2</sub>/GaAs Substrate  
by X-ray double Crystal Method

Takehiro MAEHAMA\*, Itsuki SHINZATO\*\*, and Chusin AFUSO\*

## Abstract

A measurement method for relative lattice strain of striped SiO<sub>2</sub>/GaAs and the results of the measurements are presented. As the fundamental of the method the peak-splitting angle of the rocking curve of X-ray double crystal method due to the relative lattice strain is used.

The method is applied to some samples with different stripe widths. The results of the measurements reveal the following facts. The relative lattice strain varies inversely as the stripe width. The equation of the relationship is given by assuming the exponential distribution of the lattice strain. The relative lattice strain is divided into two terms by elastic theory. One is the spacing strain of the parallel atomic planes and the other is the tilting strain of the planes.

**Key Words:** X-ray double crystal method, Gallium arsenide, Silicon dioxide film, Lattice strain.

## 1. はじめに

本論文は、GaAs 基板表面に一樣に堆積された SiO<sub>2</sub> 酸化膜が縞状に整形されることによって生じた GaAs 基板表面の格子歪の測定法及びその測定結果について述べたものである。

ICプロセスでは、半導体基板表面に種々の異種物質薄膜をいろいろな形状に堆積する工程は必要不可欠なものである。例えば、絶縁膜や保護膜としては酸化膜を、配線には金属薄膜等を堆積する。しかしながら、異種物質間の接合境界にはそれぞれの物質の物性の不整合、格子定数の差異や熱膨張率の差異等により応力

が発生し格子歪が引き起こされることはよく知られている<sup>1)</sup>。この応力が大きいとデバイスプロセス中に半導体基板内に転位等の格子欠陥を発生させ、素子の特性に悪影響を与えたりする。また、この応力が格子欠陥を誘発させるほど大きくない場合でも、将来、素子構造の微細化が更に進んで行くと、それが素子作製プロセスや素子の特性に与える影響を無視できなくなることも考えられる。従って、半導体基板表面に堆積する物質の種類や形状、更にはその物質を堆積するときの条件等によって、半導体基板表面の応力や歪の状態がどのようになるかを測定し把握することも、ICプロセス研究における一つの重要課題と考えられる。

受理：1993年11月8日

本研究の内容の一部は第39回応用物理学関係連合講演会(1992年)で発表済

\* 工学部電気電子工学科 Dept. of Electrical and Electronic Engineering, Fac. of Eng,

\*\* 三菱電機株式会社 Mitsubishi Electric Co., Ltd.

Si基板では、自己酸化膜であるSiO<sub>2</sub>を良質の絶縁膜あるいは保護膜としてICプロセスに直接利用できる。今日見るように、Si基板ICが超LSIまで発展してきた要因の一つは、自己酸化膜であるSiO<sub>2</sub>の利用にあった。従って、Si基板ICに形成されたSiO<sub>2</sub>酸化膜が基板へ及ぼす応力や格子歪に関するいろいろな研究<sup>2)</sup>が行なわれているのは当然のことといえる。一方、Ⅲ-V化合物半導体であるGaAsのIC化の進展は、良質の自己酸化膜が形成されないこともあって、Siに比べかなり遅れていると言えよう。そのため、GaAs基板ICに堆積された絶縁膜あるいは保護膜としてのSiO<sub>2</sub>薄膜やSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>薄膜が基板へ及ぼす応力や格子歪に関する研究もあまり行われていないのが現状であろう。

これまで筆者らは、SiO<sub>2</sub>薄膜が一様に堆積されたGaAs基板に、SiO<sub>2</sub>薄膜の熱膨張率とGaAs基板のそれが異なるために生じた反りの曲率分布をX線2結晶法により精密に測定する方法等を報告している。<sup>3)</sup>

GaAs基板に一様に堆積されたSiO<sub>2</sub>薄膜が、Fig. 1に示すように、ICプロセスでよく見られるようなストライプ状に整形されたときの基板（以後これをストライプ状SiO<sub>2</sub>/GaAs基板と呼ぶ）にも、基板と膜との熱膨張率の違いから格子歪が発生すると考えられる。本論文は、そのような格子歪の測定法を示し、その測定法で測定した基板の歪状態について検討することを目的とする。格子歪の測定法としては、SiO<sub>2</sub>薄膜が残された帯域（以後これをSiO<sub>2</sub>堆積帯またはd帯と呼ぶ）とSiO<sub>2</sub>薄膜が除去された帯域（以後これをSiO<sub>2</sub>除去帯またはr帯と呼ぶ）との平均的な格子歪差（以後これを平均相対格子歪と呼ぶ）をX線2結晶法を用いて測定する方法を示した。また、その測定法を用いてストライプ状SiO<sub>2</sub>薄膜のストライプ幅によって相対格子歪がどのように変化するかを測定した。

## 2. 平均相対格子歪の測定原理

### 2.1 X線2結晶法の構成とロッキングカーブ

ストライプ状SiO<sub>2</sub>/GaAs基板の平均相対格子歪の測定は、X線2結晶法のロッキングカーブのピーク分離を利用しているので、まず、X線2結晶法の構成とロッキングカーブについて説明する。

Fig. 2 (a) は、X線2結晶法の基本構成の一つである非対称（+，-）平行配置を示したものである。

第1結晶に波長拡がり $\lambda_1 \sim \lambda_2$ のX線が、ある角度

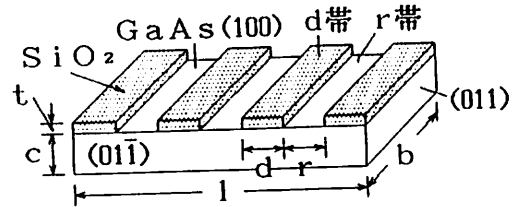


Fig. 1 Structure of striped SiO<sub>2</sub>/GaAs specimen.

拡がりて入射すると、第1結晶のそれぞれの点で、ブラッグの条件を満足するそれぞれの波長のX線のみが回折され、第2結晶に入射する。第2結晶の回折面の間隔が第1結晶のそれと等しく、しかも第1結晶の回折面と第2結晶の回折面とが平行になるようにセットされると、第1結晶で回折され第2結晶に入射したX線はすべてブラッグの条件を満足し回折される。従って、その状態から第2結晶を入射面（入射X線と回折X線とで形成する面）に垂直な軸の周りで左右に回転させると、その回転角 $\theta$ と回折強度の関係はFig. 2 (b)に示すようになる。この曲線をロッキングカーブ（回折強度曲線）と呼んでいる。このロッキングカーブをガウス関数で近似すると、次式ようになる。

$$f_{\theta B}(\theta) = A \exp\left(-\frac{4 \ln 2 (\theta - \theta_B)^2}{w^2}\right) \quad (1)$$

ここで $\theta_B$ はブラッグ角、 $w$ はロッキングカーブの半値幅（FWHM）である。非対称（+，-）平行配置におけるロッキングカーブの半値幅 $w$ は、次のようにして動力学的理論により与えられている<sup>4)</sup>。第2結晶をロッキングするときのロッキングカーブは第1結晶（固定）からの反射曲線（FWHM： $\Delta w_{1h}$ ）、第2結晶の固有回折曲線（単色平行な入射線に対するロッキングカーブ、FWHM： $\Delta w_{20}$ ）および波長分散曲線（波長スペクトルと配置による項、FWHM： $\Delta \theta_\lambda$ ）のコンボルーションで与えられる。従って、これらの回折曲線や波長分布がGaussianであるとする、このロッキングカーブもGaussianとなり、このFWHMは

$$w^2 = (\Delta w_{1h})^2 + (\Delta w_{20})^2 + (\Delta \theta_\lambda)^2 \quad (2)$$

と表される。但し, (+, -) 平行配置のときは,  $\Delta \theta_2 = 0$  となる。一般に, 固有回折曲線の半値幅  $\Delta w_0$  は,

$$\Delta w_0 = \left( \frac{\sin(2\theta_B - i_g)}{\sin i_g} \right)^{1/2} \frac{2\phi_n}{\sin 2\theta_B} \quad (3)$$

と表され, また出射側回折線の角度拡がりの半値幅  $\Delta w_h$  は

$$\Delta w_h = \left( \frac{\sin i_g}{\sin(2\theta_B - i_g)} \right)^{1/2} \Delta w_0 \quad (4)$$

となる。ここで,  $i_g$  は入射X線の照射角 (結晶表面と入射X線のなす角) であり,  $\phi_n$  は

$$\phi_n = \frac{e^2 \lambda^2}{m \pi c^2} \frac{F_{hkl}}{V} \quad (5)$$

で与えられる。この式で,  $e$  と  $m$  は電子の電荷量と質量,  $c$  は光速,  $\lambda$  はX線の波長,  $F_{hkl}$  は  $(hkl)$  面の構造因子,  $V$  は結晶の単位格子の体積を表わす。

### 2.2 平均相対格子歪の測定原理

Fig. 1 に示すような, ストライプ状  $\text{SiO}_2/\text{GaAs}$  基板においては,  $\text{SiO}_2$  薄膜の影響で  $d$  帯と  $r$  帯の間に格子歪の差を生じる。その格子歪の差異をそれぞれブラッグ角に反映させて,  $d$  帯のブラッグ角  $\theta_{Bd}$ ,  $r$  帯のブラッグ角  $\theta_{Br}$  とする。その基板を第2結晶としてロッキングカーブを測定すると,  $d$  帯と  $r$  帯のそれぞれロッキングカーブの重ね合わせとして全体のロッキングカーブが測定される。従って, それぞれのロッキングカーブの半値幅  $w$  に対して,  $d$  帯と  $r$  帯のブラッグ角の差  $|\theta_{Bd} - \theta_{Br}|$  が大きければ, 全体のロッキングカーブには Fig. 3 に示すような明確なピーク分離が観測される。

$\text{GaAs}$  を  $\{(422)^V, -(422)^R\}$  の非対称平行配置で, X線源として  $\text{CuK}\alpha_1$  を用いると, ロッキングカーブの半値幅は式(2)より  $3^\circ$  となる。従って,  $d$  帯と  $r$  帯の平均相対格子歪が  $3^\circ$  以上あれば, ロッキングカーブのピーク分離角から,  $d$  帯と  $r$  帯の平均相対格子歪を測定することができることになる。

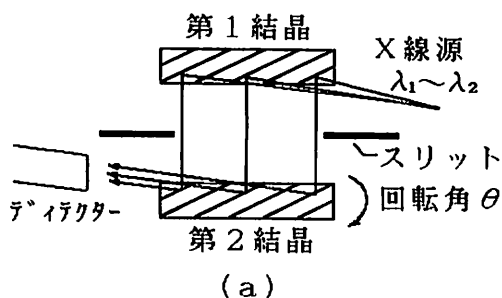


Fig.2 Schematic representation of an X-ray double crystal method. (a) The (+, -) double crystal arrangement. (b) A rocking curve obtained by the arrangement.

### 3. 実験方法

#### 3.1 試料

平均相対格子歪の測定には全部で5つの試料を用いた。それらの試料はいずれもCVD法 (堆積温度  $350^\circ\text{C}$ ) によって  $\text{GaAs}$  (100) 面上に  $\text{SiO}_2$  薄膜が  $1000 \text{ \AA}$  堆積された基板から劈開により約  $4.5\text{mm}$  角に切出した。この試料の  $\text{SiO}_2$  薄膜をフォトリソグラフィにより, Fig. 1 に示すようなストライプ状に整形した。測定に用いた5個の試料のそれぞれの形状のサイズ及び  $\text{SiO}_2$  堆積帯 ( $d$ 帯) と  $\text{SiO}_2$  除去帯 ( $r$ 帯) のそれぞれの幅のサイズ等を表1に示す。

試料1~4は平均相対格子歪とストライプ幅との関係を測定するためのもので, それぞれ  $d$  帯と  $r$  帯の幅を等しくしてある。試料5は, ロッキングカーブの2つのピークがそれぞれ  $d$  帯と  $r$  帯のいずれの回折ビー

クに対応するかを決定するために用いるものである。そのため、この試料ではd帯とr帯の幅に差をつけて、X線トポグラフでd帯とr帯を容易に識別できるようにした。

### 3.2 平均相対格子歪の測定

2節で説明した測定原理に基づき SiO<sub>2</sub> 堆積帯 (d帯) と SiO<sub>2</sub> 除去帯 (r帯) の平均相対格子歪の測定を行う。X線2結晶法の構成は  $\{(422)^V, -(422)^R\}$  配置とし、そのX線源には CuK $\alpha_1$  (波長  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ) を用い測定は以下の手順で行った。

(1) ストライプの長さ方向に対して直角方向の相対格子歪を測定するため、Fig. 4 (a) に示すようにストライプの長さ方向が入射面に対し直交するように試料をセットし、ロックンクカーブを測定した。このロックンクカーブの半値幅に試料全体の反りや欠陥の影響

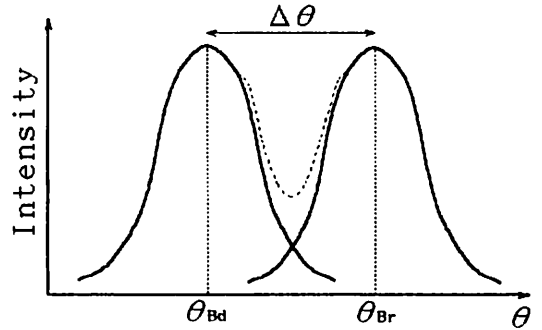


Fig.3 Schematic illustration of the double peak rocking curve obtained from a striped SiO<sub>2</sub>/GaAs specimen.

Table 1. Sizes of specimens (See Fig.1 for symbols)

Specimen numbers	$a$ [ $\mu\text{m}$ ]	$b$ [ $\mu\text{m}$ ]	$c$ [ $\mu\text{m}$ ]	$t$ [ $\text{\AA}$ ]	$d$ [ $\mu\text{m}$ ]	$r$ [ $\mu\text{m}$ ]
1	4350	4450	350	1000	10	10
2	4600	4700	350	1000	20	20
3	4600	4300	350	1000	40	40
4	4350	4550	350	1000	60	60
5	4350	4200	350	1000	120	60

が入らないように、入射X線は、スリット (約300  $\mu\text{m}$ ) で細く絞って用いた。この測定は、ストライプ幅に対して平均相対格子歪がどのように変化するかを調べるため、 $d = r = 10, 20, 40, 60 \mu\text{m}$  である試料1, 2, 3, 4 に対して行なった。

(2) 格子歪の異方性を調べるため、ストライプの長さ方向に対して平行方向の格子歪も測定した。Fig. 4 (b) に示すようにストライプの長さ方向が入射面に対し平行になるよう試料をセットし、(1)と同様の測定を行なった。

(3) ロックンクカーブの2つのピークのそれぞれがd帯とr帯のいずれの回折ピークに対応するかを確定するために試料5をFig. 4 (a) のようにセットし、 $\{(422)^V, -(422)^R\}$  の非対称平行配置で、それぞれの回折ピークに対応するX線トポグラフィーを撮った。試料5は、X線トポグラフィーのコントラストよりd帯とr帯の判別が容易になるようそれぞれの帯の幅を異なる値 ( $d = 120, r = 60 \mu\text{m}$ ) にした。

## 4. 実験結果及び考察

### 4.1 平均相対格子歪の測定結果

Fig. 4 (a) に示すように、ストライプの長さ方向にX線の入射面が直交するように試料をセットし、 $\{(422)^V, -(422)^R\}$  配置で平均相対格子歪を測定した結果を考察する。試料をこのようにセットした場合、測定される歪はストライプの長さ方向に対して直角方向の平均相対格子歪である。Fig. 5は、試料3 ( $d = r = 40 \mu\text{m}$ , 表1参照) のSiO<sub>2</sub> 薄膜をストライプ状に整形する前のロックンクカーブの測定結果である。横軸は入射X線に対する試料の回転角、縦軸はX線の回折強度を表わす。

ストライプ状に整形する前のロックンクカーブはシングルピークであることがFig. 5より明らかである。もし測定試料に反りも欠陥もなく、完全に平坦であるならば、そのロックンクカーブの半値幅 (FWHM) は理論値 ( $3.13^\circ$ ) に近くなるはずであるが、それよ

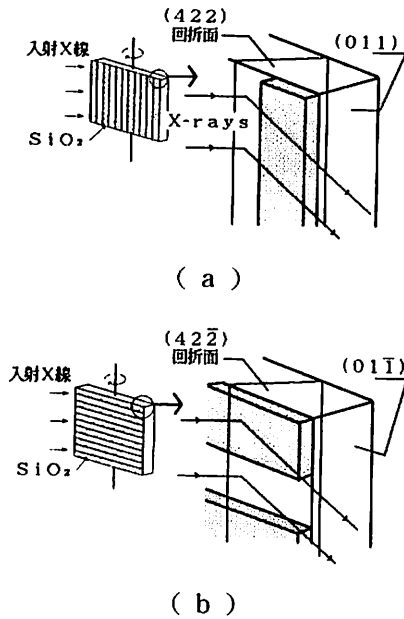


Fig.4 Geometrical arrangements of specimen for the measurement. X-ray beams enter the specimen (a) at right angle or (b) parallel to the stripes.

りも数秒程度広がっている。それは、すでに報告<sup>3)</sup>したように、整形前の試料には、基板表面全体に堆積されたSiO<sub>2</sub> 薄膜によって反りが生じているため、入射X線をスリットで約300μmに絞り込んでいるにもかかわらず、いくらか反りの効果がロッキングカーブの半値幅に現れたことによる。ちなみに、スリットを全開して、試料全体にX線を照射して測定したロッキングカーブの半値幅は20.0°となり反りの効果が明確に現れた。このことは、入射X線をスリットで約300μmに絞り込むことで、ロッキングカーブの半値幅に与える反りの影響をかなり除去できることを示している。

Fig. 6 (a) (b) は試料3のSiO<sub>2</sub> 薄膜をストライプ状に整形した後の、入射X線の回折を表す試料断面の模式図とロッキングカーブの測定結果である。Fig. 6 (b) に示したロッキングカーブは、入射X線が約300μmの幅で照射されるので、d帯とr帯約4対のストライプ領域から回折されてきたX線で測定されたことになる。そのロッキングカーブには、Fig. 5 に示したSiO<sub>2</sub> 薄膜をストライプ状に整形する前のものとは異なり、明確に分離した2つのピークがみられる。

このようにピークが2つ現われたのは、2節で説明したように、GaAs 基板上にSiO<sub>2</sub> 薄膜がストライプ状に形成されているために生じた格子歪が原因である。この歪により、Fig. 6 (a) に示すようにSiO<sub>2</sub> 薄膜が堆積されている領域(d帯)の表面近傍の回折面の面間隔 $a_d$ と除去された領域(r帯)の表面近傍の面間隔 $a_r$ の値に差異を生じることになる。従って、入射X線はそれぞれの面間隔にあった条件の角度で回折され、Fig. 6 (b) のようにピークが2つに分離して現われると考えられる。

このようにピーク分離が格子歪によって生じたものであると考えれば、2つのピーク間の分離角 $\Delta\theta$ はストライプに直角方向のd帯とr帯の間の平均相対格子歪に相当する。ピーク分離が格子面間隔の歪だけによるものであるならば(歪として格子面の傾きの変化も考慮した考察は4.5項に述べてある。), その分離角 $\Delta\theta$ は、

$$\Delta\theta = \frac{a_d - a_r}{a_0} \tan\theta_B \quad (6)$$

によって与えられる。ここで、 $a_0$ は、結晶の内部深くにあって格子歪の生じていない格子面間隔を表す。(6)式から分るように、 $\Delta\theta$ を測定すれば試料に生じている歪の大きさを求めることができる。Fig. 6 (b) のピーク間の分離角 $\Delta\theta$ は8.0°である。

#### 4.2 ストライプ幅と平均相対格子歪の関係

4.1項では、SiO<sub>2</sub> 薄膜がストライプ幅40μm面間隔に形成された試料3に対するロッキングカーブのピーク間の分離角 $\Delta\theta$ と平均相対格子歪との関係について説明した。実際のデバイス作製でGaAs 基板上に堆積されたSiO<sub>2</sub> 薄膜は色々な形状に整形される。そのため、ストライプ幅の大きさに対して相対格子歪の値がどのように変化するかを知ることも重要である。ここではそれぞれストライプ幅の異なる試料1, 2, 3, 4 (表1参照) の4個に対するロッキングカーブのピーク間の分離角 $\Delta\theta$ つまり平均相対格子歪の差異について考察する。但し、これらの試料はd帯とr帯のストライプ幅を等しく作製してある。

Fig. 7 はそれぞれの試料に対するロッキングカーブを示したもので、(a)は試料1 ( $d=r=10\mu m$ ), (b)は試料2 ( $d=r=20\mu m$ ), (c)は試料3 ( $d=r=40\mu m$ ), (d)は試料4 ( $d=r=60\mu m$ ) に

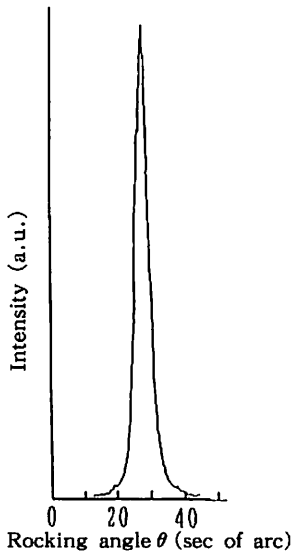


Fig. 5 A single peak rocking curve obtained from a specimen with the SiO<sub>2</sub> film before stripes are formed.

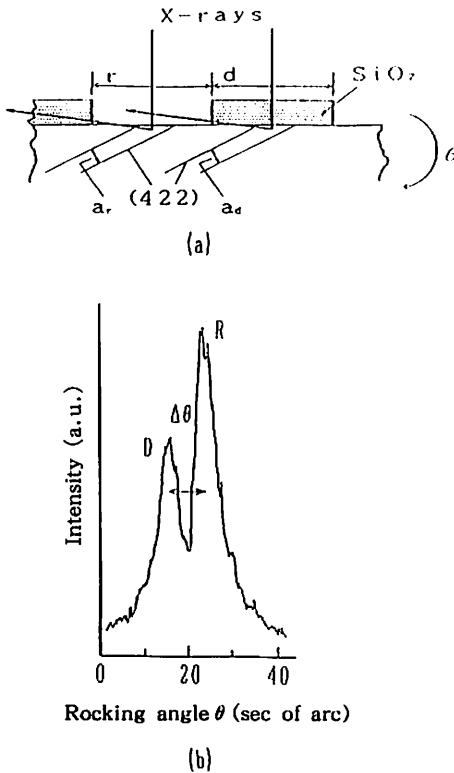


Fig. 6 (a) Schematic illustration of X-ray diffraction by (422) planes of a striped SiO<sub>2</sub>/GaAs specimen. (b) A double peak rocking curve obtained by the X-ray diffraction shown in (a).

対応している。これらの図から、そのロックンクカーブのピークの分離角  $\Delta\theta$  は、ストライプ幅が小さいほど大きくなっていることがわかる。

このストライプ幅に対するロックンクカーブのピークの分離角  $\Delta\theta$  の測定結果をプロットしたのが Fig. 8 である。その図の横軸は  $d=r$  であるストライプ幅、縦軸はロックンクカーブのピーク分離角すなわち平均相対格子歪  $\Delta\theta$  である。この図は、ストライプ幅が大きくなるに従い、平均相対格子歪  $\Delta\theta$  が小さくなっていることを明確に示している。またストライプ幅  $d=r=20, 40, 60\ \mu\text{m}$  の格子歪の測定値はほぼ一直線上にのっているが、 $d=r=10\ \mu\text{m}$  の格子歪はその直線上から下にずれていることも読み取れる。つまり、 $d=r=20\sim 60\ \mu\text{m}$  の間では、平均相対格子歪  $\Delta\theta$  はストライプ幅にほぼ逆比例しているといえるが、ストライプ幅が小さくなるとその値は逆比例関係から外れてある値に飽和して行くように見える。

このようなストライプ幅に対する平均相対格子歪の変化は、 $d$  帯の歪分布関数を仮定することによってある程度説明できることを示す。まず歪分布はストライプに直角方向に生じており、ストライプに平行方向の歪分布はないものとする。そこで、試料表面でストライプに直角方向に  $x$  軸をとり、 $d$  帯の端を原点に、 $d$  帯の端から中心の方向を軸の方向にする。このとき歪は、原点である  $d$  帯の端で最大値をとり、 $d$  帯の中心の方向へ向かって指数関数的に減少していくと仮定する。このように歪分布関数を位置  $x$  の関数として表わすと、

$$\Delta\theta = A \exp(-kx) \quad (7)$$

但し  $0 \leq x \leq d/2$

で与えられる。ここで、 $A$  は歪の最大値、 $k$  は歪の緩和定数、 $d$  はストライプ幅である。実際に測定される歪の値は全体の平均値であるから、この歪分布関数を平均すると、

$$\begin{aligned} \overline{\Delta\theta} &= \frac{1}{d/2} \int_0^{d/2} A \exp(-kx) dx \\ &= \frac{2A}{kd} \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{kd}{2}\right) \right\} \quad (8) \end{aligned}$$

が得られる。これが平均格子歪を表わす式である。またストライプ幅  $d$  が大きいとき、(8)式は近似することができ

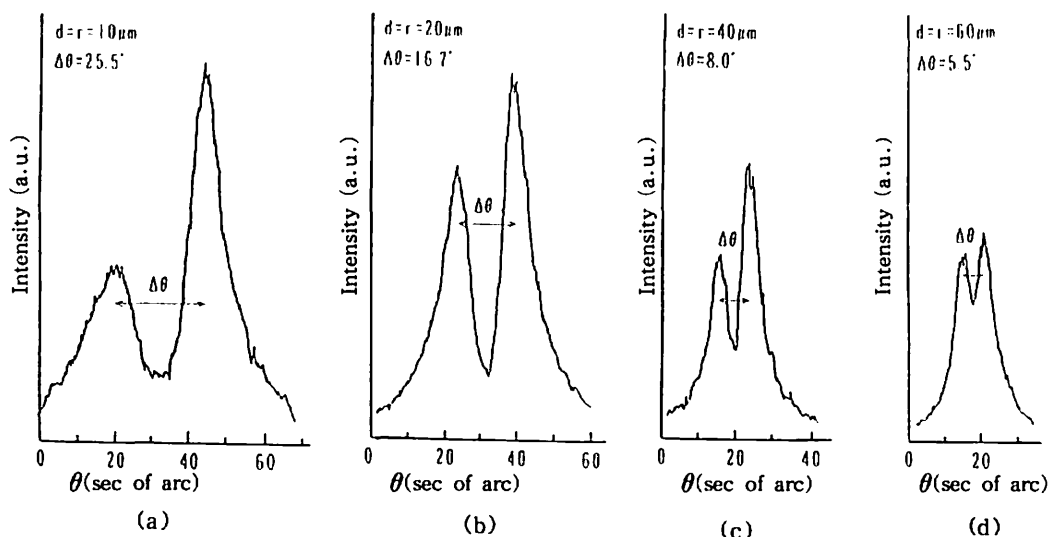


Fig.7 The double peak rocking curves, (a), (b), (c), and (d) obtained from the striped SiO<sub>2</sub>/GaAs specimens with the stripe width of 10 μm, 20 μm, 40 μm, and 60 μm, respectively.

$$\frac{1}{\Delta \theta} = \frac{2A}{k} \frac{1}{d} \quad (9)$$

と表わされる。この式で相対格子歪  $\Delta \theta$  はストライブ幅  $d$  に逆比例している。これはFig. 8 から  $d=20\sim 60 \mu\text{m}$  の範囲の相対格子歪  $\Delta \theta$  をストライブ幅  $d$  の関数として表わした

$$\Delta \theta = \frac{328}{d} \quad (10)$$

とよく一致している。よって、(9)式は相対格子歪  $\Delta \theta$  を表わす近似式として妥当な式といえ、(10)式はストライブ幅  $d = r \geq 20 \mu\text{m}$  の範囲のときかなり正確な格子歪の値を与えると考えられる。(8)式の計算結果をFig. 8に示す。その計算には、歪の最大値  $A$  として  $\{(422)^V, -(422)^V\}$  配置のX線トポグラフィのコントラストの観測から得られた約  $100^\circ$  を用い、歪の緩和定数  $k$  としては、(9), (10)式から得た  $k = 2A/328$  を用いた。

Fig. 8 から、直線関係から外れている  $d = r = 10 \mu\text{m}$  の平均格子歪の測定値は(8)式の計算値とはほぼ一致していることがわかる。

従って、ストライブ状 SiO<sub>2</sub>/GaAs 基板の格子歪状態の一つの近似として、 $d$  帯と  $r$  帯の境界に格子歪が

集中し、それぞれの帯の中心に向かって指数関数的に歪が緩和するように分布していると考えることができる。なお、この近似では、 $d$  帯と  $r$  帯の境界に集中する格子歪の最大値は、SiO<sub>2</sub> 膜の堆積条件と膜厚が一定であればストライブ幅に依存しないことを仮定している。

#### 4.3 平均相対格子歪の異方性

4.1 及び 4.2 項での考察はストライブに直角方向の平均相対格子歪についてであった。平均相対格子歪の異方性を考察するために、試料をストライブの長さ方向がX線の入射面に対し平行になるように Fig. 4 (b) のようにセットした場合の測定結果について述べる。このセットにより測定される歪は、ストライブの長さ方向に平行方向の平均相対格子歪である。しかし、このセットにより測定されたすべての試料に対するロックンクカーブには、Fig. 6 (b) に現れたようなピーク分離は観測されなかった。

2.3 項で述べたように、平均相対格子歪が  $3^\circ$  以上でなければロックンクカーブに明確なピーク分離は現れない。従って、ストライブの長さ方向に平行方向の平均相対格子歪が生じているとしても、その値はピーク分離を引き起こさせるほど大きくはなく、 $3^\circ$  以下と考えられる。つまり、ストライブの長さ方向に



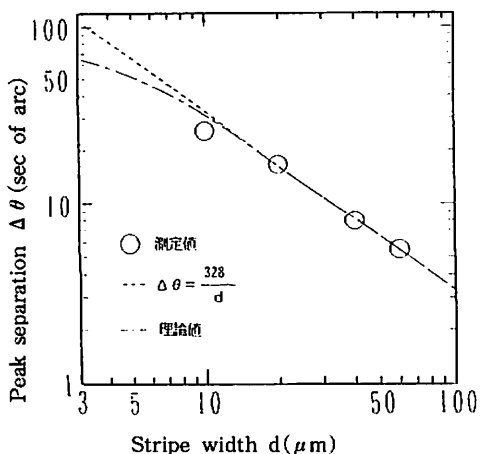


Fig.8 The peak separation angles of the double peak rocking curves versus widths of the SiO<sub>2</sub> stripes formed on the specimen surfaces.

直角方向の平均相対格子歪は、ストライプ幅10 $\mu\text{m}$ の場合25.5 $^\circ$ であり、それに対して平行方向のそれは1/8以下とかなり小さく、直角方向と平行方向の平均相対格子歪の間には、ストライプ形状の異方性を反映した明確な異方性のあることが分る。

#### 4.4 d帯とr帯に対応する回折ピークの特定

4.1及び4.2項で考察したロックンクカーブの2つのピークが、それぞれd帯とr帯のいずれに対応する回折ピークであるのかをまだ特定していないので、本項ではその特定結果について述べる。

Fig. 9は、d帯とr帯のストライプ幅が異なる試料5 ( $d=120, r=60\mu\text{m}$ )を $\{422\}^V, -(422)^R$ 配置で、(Fig. 4 (a))のようにX線の入射面がストライプの長さ方向と直交するようにセットして得られたロックンクカーブとX線トポグラフである。d帯とr帯の幅の異なる試料5を実験試料に用いたのは、撮影されたX線トポグラフでd帯とr帯の判別が容易にできるようにするためである。

Fig. 9に示すロックンクカーブでは、ピークの変離があまり明確ではないが、左側のピークの回折強度が右側のピークの強度のはば2倍になっている。この強度の違いは、回折強度が回折領域の面積に比例することから、試料5のd帯の面積 ( $d=120\mu\text{m}$ )とr帯の面積 ( $r=60\mu\text{m}$ )が2倍違うために生じたものと考えることができる。この解釈に従えば、回折強度の強い低角側(左側)のピークはd帯に対応し、強度の弱い高角側(右側)のピークはr帯に対応すると特定

してもよいように思える。しかし、このような回折強度の強弱だけによるピーク判定にはまだ不確実な点がある。それは、4.2項のFig. 7のすべてのロックンクカーブに見られるように、d帯とr帯のストライプ幅が等しい試料であるにもかかわらず、それぞれのロックンクカーブの2つのピークは同じ回折強度を示さず、常に低角側のピークが低くなっているからである。従って、上述した方法よりも確かな方法による確定が必要となる。次に、その方法としてX線トポグラフィーを用いたピークの特定法とその結果について述べる。

Fig. 9の写真AとBは、それぞれロックンクカーブの低角側のピークを代表する点A及び高角側のピークを代表する点Bで撮影されたトポグラフィーである。

トポグラフィーのコントラストの黒い領域は、より強度の強い回折X線が乾板を感光してできるので、この部分はちょうど試料のブラッグの条件を満足した領域が写しだされたことになる。従って、点Aで撮影されたトポグラフィーAでは、より太いストライプが黒いコントラストを呈しているの、これは幅の広いd帯からの回折によるものと判断できる。また点Bで撮影されたトポグラフィーBでは、トポグラフィーAの場合とは逆に、より細いストライプが黒いコントラストを呈しているの、これは幅の狭いr帯からの回折によるものと判断される。

以上のような回折ピーク強度の考察及びトポグラフィーのコントラストの結果から、低角側(左側)のピークはd帯からの回折に対応し、高角側(右側)のピークはr帯からの回折に対応していると結論される。Fig. 9のロックンクカーブのピークには、それぞれd帯に対応したのものには記号Dを、r帯に対応したのものにはRを付してある。

#### 4.5 格子面間隔歪と面傾斜角歪

d帯とr帯の平均回折角をそれぞれ $\theta_{Bd}, \theta_{Br}$ とすると、上述したロックンクカーブのピークとの対応関係より、 $\theta_{Br} > \theta_{Bd}$ となることは明らかである。この関係は、回折面( $(hkl)$ 面)に平行なd帯とr帯の格子面のそれぞれの面間隔 $a_d, a_r$ の大小関係及びそれらの面の傾斜角の差異によって説明できる。d帯とr帯のこのような格子歪の差異は、d帯にはSiO<sub>2</sub>薄膜が堆積されたままであるが、r帯ではそれが除去されているために生じたものである。つまり、GaAs基板よりも熱膨張係数が小さいSiO<sub>2</sub>薄膜が350 $^\circ\text{C}$ で堆積され室温まで下げられたため、GaAs基板はSiO<sub>2</sub>

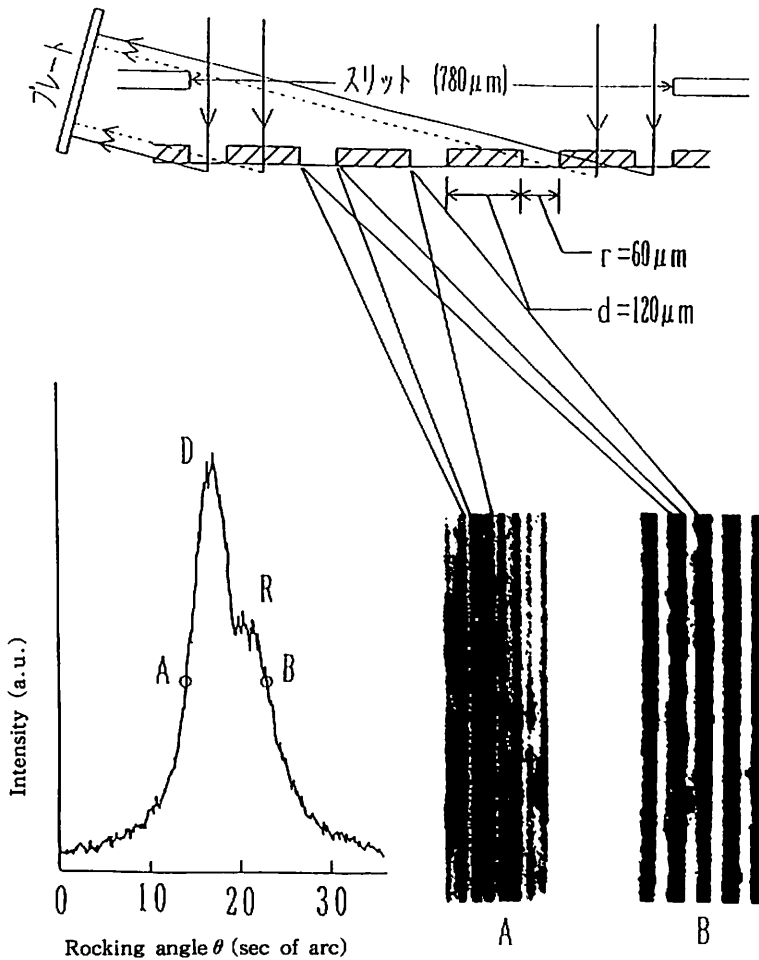


Fig.9 Determining the peak of the double peak rocking curve corresponding to X-ray diffraction from d-stripes or r-stripes. X-ray topographs, A and B are taken at points A and B on the rocking curve, respectively.

薄膜より引っ張り応力を受けることになる。従って、d帯のGaAs基板は、その界面近傍で(100)面に平行でストライプの長さ方向に対して直角方向([011]方向)に押し広げられていることになるが、r帯ではSiO<sub>2</sub>薄膜が除去されているのでその影響はほとんど無いと考えることができる。

以上のような考えに基づき、d帯のGaAs基板の格子定数aが、SiO<sub>2</sub>薄膜の影響によりΔaだけ[011]方向に引き伸ばされたとすると、(100)面とαの交角をなす(hkl)面はどのように変形するかを模式的に示したのがFig.10である。この場合、[100]方向の格子定数は、図に示されているようにポアソン比

(ν)倍のνΔaだけ縮むことになる。この歪により、(hkl)面は(hkl)′面へ変化するので、図から明らかなように、この面は[011]軸の周りを時計方向にΔα=α-α′回転し、面間隔はΔd=df-DFだけ増大したことになる。ここで、α′は(hkl)′面が(100)面となす角である。

Δαが非常に小さな値であるとする、この図よりΔαは

$$\Delta\alpha = (1-\nu) \frac{\Delta a}{a} \sin\alpha \cos\alpha \quad (11)$$

となり、また、Δdは

$$\Delta d = \Delta a \{1 - (1 + \nu) \cos^2 \alpha\} \sin \alpha \tag{12}$$

と表せる。この面間隔の変化  $\Delta d$  を (6) 式を用いて回折角の変化に換算すると

$$\Delta \theta_d = \frac{\Delta a}{a} \{1 - (1 + \nu) \cos^2 \alpha\} \tan \theta_B \tag{13}$$

となる。

従って、d 帯の  $(hkl)$  面の回折角  $\theta_{Bd}$  は、SiO<sub>2</sub> 薄膜の影響を受けていない r 帯の  $(hkl)$  面の回折角  $\theta_{Br}$  より  $\Delta \alpha + \Delta \theta_d$  だけ低角側に移動することになる。つまりこれが、ロッキングカーブのピーク分離角  $\Delta \theta$  を意味することになるので、 $\Delta \theta$  と (11) 及び (13) 式より、d 帯の格子の歪率  $\Delta a/a$  は

$$\frac{\Delta a/a}{\frac{\Delta \theta}{[(1 - \nu) \sin \alpha \cos \alpha + \{1 - (1 + \nu) \cos^2 \alpha\} \tan \theta_B]}} \tag{14}$$

と表すことができる。

この (14) 式を用いると、ストライプの幅が 10  $\mu\text{m}$  である試料 1 の場合、格子の歪率  $\Delta a/a$  は 0.000268 となった。数値は、それぞれ  $\Delta \theta = 25.5^\circ$ 、 $\nu = 0.29$ 、 $\alpha = 35.26^\circ$ 、 $\theta_B = 41.8^\circ$  を代入した。

(11) ~ (14) 式に、X線として CuK $\alpha_1$  を用いた (422) 回折における具体的な数値、 $\alpha = 35.26^\circ$ 、 $\theta_B = 41.8^\circ$ 、 $\nu = 0.29$  を代入すると、

$$\Delta a/a = 2.17 \Delta \theta \tag{15}$$

$$\Delta \alpha = 0.76 \Delta \theta \tag{16}$$

$$\Delta \theta_d = 0.27 \Delta \theta \tag{17}$$

$$\nu \Delta a/a = 0.63 \Delta \theta \tag{18}$$

が得られる。(16) と (17) 式は、(422) 面の平均相対格子歪  $\Delta \theta$  の約 7 割が面の傾きの歪で、約 3 割が面間隔の歪であることを示している。以上の結果は、弾性論によるものであるが、これらが妥当なものかどうかを以下のように検証した。

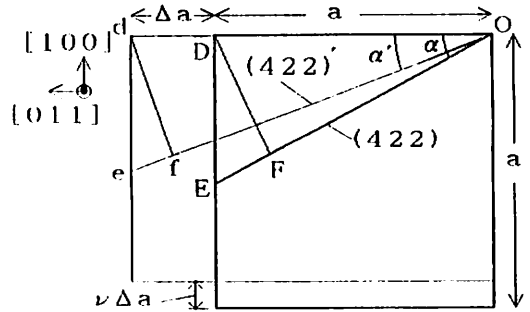


Fig.10 Schematic illustration of the displacement of the (422) plane due to extension of the lattice constant.

表 2 は、(15) ~ (18) 式に、Fig. 7 に示した各試料の  $\Delta \theta$  の測定値を代入して得た計算値を示したものである。このなかで  $\nu \Delta a/a$  の値は (100) 面間隔の相対歪率であるが、これは、(422) 面の相対格子歪の測定値に基づき弾性論から導かれた (18) 式より計算されたものである。例えば、 $d = 10 \mu\text{m}$  の試料の場合  $\nu \Delta a/a = 0.78 \times 10^{-4}$  であるが、これを (4) 式を用いて、(400) 回折のブラッグ角 ( $\theta_B = 33.03^\circ$ ) の変化に換算すると  $10.5^\circ$  となる。これは、この試料の (400) 回折によるロッキングカーブに  $10.5^\circ$  のピーク分離が現れることを意味している。Fig. 11 は、この試料の (400) 回折により測定されたロッキングカーブである。これには、予測されたようなピーク分離が現れていない。これは、 $10.5^\circ$  の相対格子歪が、相対格子歪のない (400) 回折のロッキングカーブの半値幅  $12^\circ$  より小さく、明確なピーク分離を生じさせることができなかったためと考えられる。このような場合、相対格子歪の効果はロッキングカーブの半値幅の広がりとして現れる。確かに、Fig. 11 の半値幅は、 $19.5^\circ$  と相対格子歪のないときの  $12^\circ$  より  $7.5^\circ$  拡大していることが分る。従って、この  $7.5^\circ$  が測定された (400) 面の相対格子歪であり、これが (422) 面の測定結果に基づき計算された値  $10.5^\circ$  にはほぼ等しくなっているので、弾性論を適用した計算結果が妥当なものであることが検証されたことになる。

### 5. まとめ

ストライプ状 SiO<sub>2</sub>/GaAs 基板の平均相対格子歪を X線 2 結晶法のロッキングカーブのピーク分離角を用いて測定する方法を提案した。また、その測定法によ

Table 2. Calculated values of various strains obtained from (422) diffraction measurement.

Stripe width		10	20	40	60
$d = r$	$\mu\text{m}$				
$\Delta\theta$	sec of arc	25.5	16.7	8.0	5.5
$\Delta a/a$	$\times 10^{-4}$	2.68	1.76	0.84	0.5
$\Delta\alpha$	sec of arc	18.5	12.1	5.8	4.0
$\Delta\theta x$	sec of arc	6.9	4.5	2.2	1.5
$\Delta x/x$	$\times 10^{-4}$	0.38	0.25	0.12	0.08
$\nu \Delta a/a$	$\times 10^{-4}$	0.78	0.51	0.24	0.1

る測定結果から、ストライプ状 SiO<sub>2</sub>/GaAs 基板の歪に関する次のような知見が得られた。

(1) SiO<sub>2</sub> 薄膜が残された帯域 (d 帯) の格子定数は、SiO<sub>2</sub> 薄膜が除去された帯域 (r 帯) のそれよりも帯域の長さ方向と直交する方向に伸びている。この結果は、GaAs よりも SiO<sub>2</sub> の熱膨張係数が大きいことから予測される結果と定性的に一致する。

(2) d 帯と r 帯の長さ方向の格子定数の差はほとんど観測されなかった。これは、格子歪にストライプの形状に対応した異方性が生じていることを示している。

(3) 平均相対格子歪の大きさは、ストライプの幅に逆比例的に変化する。このことは、格子歪がストライプの端から中央にかけて指数関数的に減衰するような分布を仮定することで説明された。

(4) 測定された (422) 面の平均相対格子歪を弾性論に基づく計算により面傾斜の成分と面間隔の成分に分解した。また、この計算より得られた (400) 面の相対格子歪率と (400) 面のロックンクカーブの測定から得られた値がほぼ一致することから、弾性論に基づく歪の解析が妥当であることを示した。

今後の課題は、この研究で仮定した格子歪分布を実際に測定する方法を確立することである。

最後に、本研究に対し試料を御提供頂きました三菱マテリアル株式会社中央研究所の富山能省工学博士に謝意を表す。

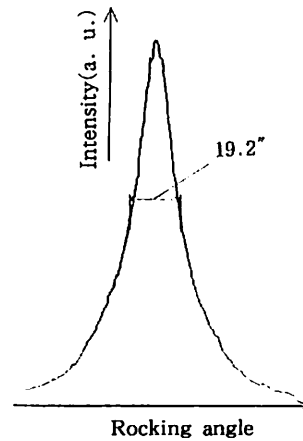


Fig.11 A rocking curve obtained from the specimen 1 by (400) diffraction.

参考文献

- 1) 酒井士郎：個体物理 25 (1990) 193.
- 2) Y. Nishino, S. Isomae, and M. Horiuchi: *Jpn. J. App. Phys.* 29 (1990) 1048
- 3) 前濱剛廣, 安富祖忠信：琉球大学工学部紀要 第42号 (1991) 71
- 4) 伊藤進夫：日本結晶学会第2回結晶成長講習会テキスト (1993) 105