

X線トポグラフィー (X-ray Topography) の原理と応用

1. はじめに

この方法が地形学的 (topographic) と いわれる理由は、X線の回折斑点上の点と結晶上の点の間に1対1の対応があるからである。従来のX線では回折強度が弱く観察に長時間を要するため、電顕法普及しなかったが、最近では強力X線発生装置やシンクロトロン軌道放射による超強力X線源の開発と観察方式の技術の向上によって、観察に要する時間の短縮化との像の分解能と画質の改善がはかられ、電顕法と同様に“その場観察”の手法として利用される。特に電顕法と比較して、(イ) X線の透過能が大きく、厚いバルク結晶 (~5mm) の内部構造が観察できる。(ロ) 低い空間分解能 (テレビ系で高々6 μm) であるが、格子面間隔やその曲りの場所的变化を高感度に検出できる。(ハ) 試料結晶を各種の負荷条件下で広範囲に動的に追跡観察が可能である等の長所がある。

2. 結像 (像コントラスト) 原理と測定法

像コントラストの起因を表1に示す。運動学的と動学的効果によるものに大別され、さらに細別される。多くの場合、転位等の欠陥の場所的情報については運動学的回折コントラストによる像を取扱うだけでも十分である。像コントラスト消滅条件を解析することによって各場所の原子の構造、歪場の性質 (パーガス・ベクトルなど) を決定できる。主な測定法とその特徴を表2に示す。入射X線束は、普通幅の狭い (<100 μm) 矩形断面を有している。反射の場合はBraggケース、透過の場合はLaueケースと呼ばれる。その幾何学的配置は入射及び回折X線の性質、試料結晶の性質 (線吸収係数 (μ), 形状、厚さ) が工夫できることが特徴で、特別な装置を購入しなくても、X線源と検出器があれば、必要なX線光学系は手造りの装置で十分に代用できる。

3. Lang法

この方法はLaueケースの $K\alpha$ X線を利用する透過法で、反射ビームの強度は最適厚さが $\mu t \approx 1$ の試料で最も強くなる。図1にその幾何学的な位置図を示す。線源Sから出るX線は、結晶に当たる前に狭いスリット S_1 を通るので、非常に細い矩形状で、面ABに沿って結晶を横切る。このビームは、 S_1 は狭いスリットであり、Sと S_1 の間の距離Dは、数十cmと長くってあるから殆んど発散しない。図示の反射面は結晶面に垂直で、X線中の固有線に対して正しい

表1 X線トポグラフィーの結像 (像コントラスト) の原理¹⁾

(A) 運動学的回折効果: 結晶中の欠陥部で回折されたX線がそのまま直接記録される。 (1) 結晶構造そのものに起因するもの (結晶構造因子、異常分乱) (2) 消衰効果 (図) (3) 回折の角度位置のずれ
(B) 動力学的回折効果: 欠陥部で回折されたX線がその高辺で幾重にも回折され、入射X線とも干渉した波動場の強度が記録される。 (4) 異常透過 (Borrmann効果) (5) 回折の角度位置のずれ (6) 波の干渉効果 (ペンデル橋、モワレ縞)

実際の像のコントラストはこれらのいくつかの組み合わせによるものである。

表2 X線トポグラフィーの主な撮影法とその特徴¹⁾

撮影法	線質・配置	得られる情報	最高分解能
Schulz法	発散連続X線①	結晶粒の傾きと方向検出	10 μm ~
回転振動法(I)	発散単色X線②	広面積撮影、大傾角、わん曲検出	10 μm ~
回転振動法(II) (OMD)	発散単色X線②③	傾角検出 (10°) 大傾角歪結晶粒界の分布	1~2 μm
Lang法	狭幅X線②	欠陥変位ベクトル決定、断面静止像	1~2 μm
改良Lang法 (SOT)	狭幅X線②	湾曲結晶中の欠陥検出、大面積高分解能像	1~2 μm
改良Lang法 (CAC)	狭幅X線②	高分解能欠陥像、高次反射有効	~1 μm
Berg-Barrett法	広幅X線③	面積静止撮影 (透過型、反射型)	数 μm ~
フィルター法	広幅X線③	広面積静止撮影	数 μm ~
ソーラスリット法	広幅X線③	高分解大面積静止撮影	数 μm ~
二結晶法	広幅X線③	高分解能像静止撮影	1~2 μm
平行 (+, -)		高精度角度分解 格子面傾斜検出	

①点状焦点、連続X線、②点状焦点、特性X線、③線上焦点、特性X線を用いるもの

Bragg角を成している。スリット S_2 は回折ビームは通すが、透過ビームは乾板に当たらないようにしてある。結晶が固定されていると、乾板上の像は断面の地形図であり、その上の欠陥の分布を示す。結晶を乾板と一緒に前後に移動させることにより、投影

のある入射X線束が結晶の欠陥部に入射する場合、欠陥部全体がX線束を回折するため、欠陥部からの積分反射強度は完全部分からのものより大きくなる (図2参照)。結局、欠陥は回折強度の増大した部分として観察され、直接像と呼ばれ、鮮明である。図3

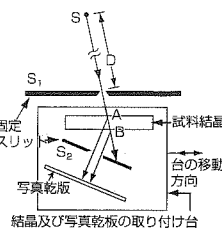


図1 Lang法の幾何学的配置図²⁾

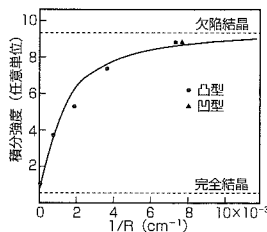


図3 X線消衰効果を示す図、結晶が不完全になるに従って積分強度が増大する。

地形図が作られる。結晶がかなり薄く、欠陥密度もそれ程高くない場合は欠陥の像が重なり合うこともなく、その密度を知るのに有用な方法である。

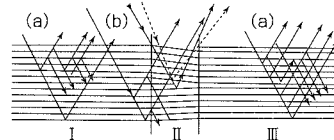


図2 回折コントラストの起因 結晶が完全部分 (IとIII)、転位を含む部分 (II)。
(a) の方向で入射したX線は完全結晶部分で多重反射を起こす。一方、(b) の方向で入射したX線は転位から離れた部分で多く反射するため、(a) から外れX線を多く反射し、結果的にこの欠陥部分からの積分強度が増大する。¹⁾



図4 フッ化リチウムの薄い結晶中の転位の存在を示すLangの地形図²⁾

は弾性的に曲げた薄い石英板に $\text{MoK}\alpha$ X線を反射させ、曲げの量と反射積分強度の関係、すなわち消衰効果を示すもので、不均一な格子歪と反射能力の関係を直接示している。図4は、弗化Liの薄い結晶のLang法で撮影した地形図で、黒い線は転位で、対角線的に走る帯は結晶の上下面で交る亜粒界中の転位を示す。またLang法により、フェロとフェリ磁性体の磁区を示すことができる。Langカメラは市販されており、半導体工業でSi単結晶の品質管理に多く使われる。

参考文献: 下記より多くを利用した。深謝する。

- 1) 入野野修: X線の動力学的回折現象を利用した手法, までりあ, 第35巻 (1996), 第9号, 999~1002頁。
- 2) カリテイ著, 松村源太郎訳: X線回折要論, 8-7節, 地形的な方法, (株)アグネ, 1992年4月, 10刷, 243~249頁。