

薄膜 X 線測定法 基礎講座

第3回 高分解能 X 線回折法

紺谷 貴之 *

1. はじめに

世の中には様々な電子機器が存在しており、その技術の一端を担っているのが半導体材料である。例えば GaN や GaAs に代表される III-V 族半導体はバンドギャップが可視光領域に近いため、光デバイスに応用されている。これらは、他の III-V 族元素と固溶体を作ることによりバンドギャップを調整することができる。例えば GaN は In や Al と固溶体を作り、その比率を変えることにより、発光波長や屈折率を調整することができ、青色発光ダイオードや半導体レーザーといったデバイスに応用されている。

こういった材料の開発では、特性と物性の相関を知ることが重要である。これらの材料に X 線回折法を用いると、膜の組成、膜と基板の方位関係、膜厚などの物性に関係する情報を知ることができる。

これらの多くは、単結晶基板の上に膜がエピタキシャル成長したいわゆる完全性の高い結晶である。これらの材料に対して、X 線回折法を用いて解析を行う場合、通常の粉末結晶や不完全結晶とは異なる、動力学的回折理論を適用することができる。この理論を適用するためには粉末試料などを測定する通常の光学系（集中法や平行ビーム光学系）では不十分であり、さらに X 線の平行性や单色性を高めるなどして高分解能測定を行う必要がある。

本稿では、主に半導体材料や単結晶基板の評価を行う際に用いられる、高分解能 X 線回折法に関して紹介する。

2. X 線回折測定と逆格子ベクトル⁽¹⁾

X 線や結晶格子面の「方向」を意識しながら回折条件を表現するには、大きさと方向を持つ量、ベクトルを用いるのが便利である。ある結晶格子面 (hkl) を考えたとき、この格子面と一対一に対応するベクトルを次のように定める（図 1）。

- ・大きさ：(hkl) 面の d 値の逆数
- ・方向：(hkl) 面の法線方向

* 株式会社リガク 応用技術センター

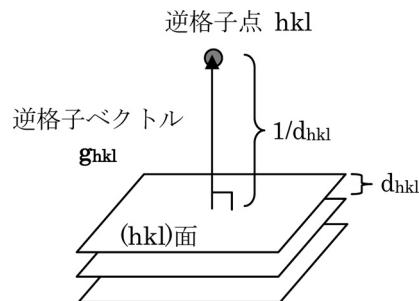


図 1. 結晶格子面 (hkl) の逆格子ベクトルと逆格子点。

このように定義したベクトルを逆格子ベクトル（記号 \mathbf{g}_{hkl} ），そしてベクトルの先端を逆格子点 hkl と呼ぶ。X 線被照射体積内において格子定数の大きさや結晶格子面の方位が変化していれば、それに伴って \mathbf{g}_{hkl} の大きさおよび方向にそれぞれ変化が生じる。そのため実試料の逆格子点は、結晶性およびその異方性を反映して逆空間上での広がりが存在する。この評価には、4.2 で述べる逆格子マップ測定が有効である。

次に、回折を起こす条件について考える。入射および散乱 X 線を大きさが $1/\lambda$ 、方向が X 線の進行方向と一致する波数ベクトル \mathbf{k}_0 および \mathbf{k} でそれぞれ表し、 \mathbf{k}_0 および \mathbf{k} によって定義されるベクトル

$$\mathbf{K} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_0 \quad (1)$$

を導入する。 \mathbf{K} は散乱ベクトルと呼ばれ、その大きさ $|\mathbf{K}|$ は格子面間隔 d_{hkl} の逆数に等しい（図 2）。X 線回折測定における試料表面に対して X 線の入射角度と出射角度を等しく保ちながら走査する $\theta-\theta$ 軸スキャンは \mathbf{k}_0 および \mathbf{k} の方向を変えることに相当し、その結果 \mathbf{K} の大きさや方向が変化する。Bragg の式が満足されて回折が起こるということは、散乱ベクトル \mathbf{K} が逆格子ベクトル \mathbf{g}_{hkl} に一致することに相当する。

3. 高分解能 X 線回折法

3.1. 運動学的回折理論と動力学的回折理論⁽²⁾⁻⁽⁴⁾

通常の粉末結晶や不完全結晶は粒界、転位などの格子欠陥を多く含み、三次元的な周期性が乱れている。

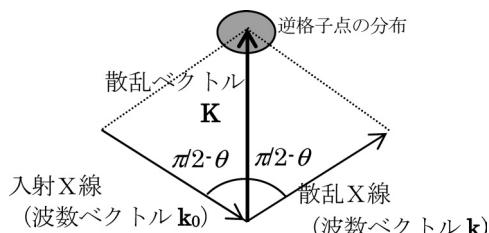


図2. X線回折条件のベクトル表記.

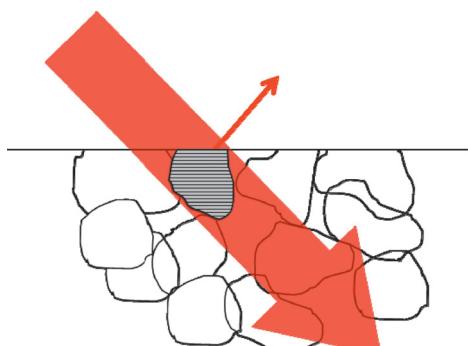


図3. 運動学的回折理論.

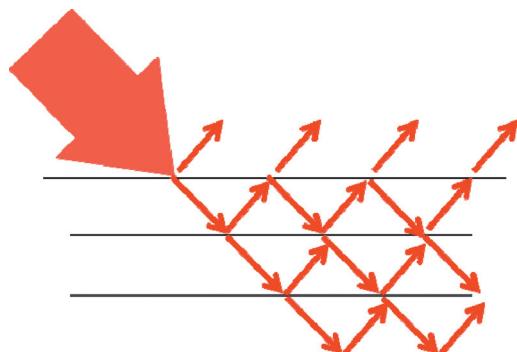


図4. 動力学的回折理論.

それをモデル化したものをモザイク結晶と呼び、多数の周期性の乱れのない微小領域が、わずかな方向のずれを持って集合していると考える。モザイク結晶では互いに干渉しあえる領域が小さいので、入射X線は結晶中でほぼ1回だけ散乱を受ける(図3)。このような場合に成り立つのが運動学的回折理論であり、多くの無機、有機結晶または非晶質、液体の場合にも成り立つ。

一方、結晶が完全に近い場合、モザイク結晶とは異なり、図4に示すように、結晶中で起こる多重散乱の効果を無視することができなくなる。この多重散乱を考慮した理論が動力学的回折理論であり、Si, Ge, GaAs, GaNなどの完全性の高い結晶の場合、この理論が適用される。図4のように完全結晶に対して、X線を照射し、ある格子面で入射方向からの波によって回折を起こすと、回折方向と透過方向の波が生じ、これが多数の格子面で繰り返し反射を起こす。このような

反射が繰り返されると、結晶内に生じるこれらの波の干渉により様々な回折現象が現れる。それによって得られた回折パターンから様々な情報を取得することができる。

3.2. 入射光学系素子

化合物半導体材料では、複数の化合物で固溶体を作成し、バンドギャップを制御することがある。回折パターンのピーク位置から計算した格子定数にVegard則を適用すれば、固溶体組成を知ることができる。

例えば、GaAsとInAsは固溶して $In_xGa_{(1-x)}As$ という組成をとる。各々の端成分の格子定数は以下である。

$$a_{\text{GaAs}} = 5.6538 \text{ \AA}$$

$$a_{\text{AlAs}} = 5.6611 \text{ \AA}$$

両者を比較するとその差は 0.0073 \AA しかなく、これを相対値で示すと、 $\Delta a/a = 1.3 \times 10^{-3}$ となる。つまり、組成を1%の精度で求めようとした場合、さらにこの1/100の精度で格子定数を求める必要がある。これは、言い換えると、ブラッグ角度を1万分の数度の精度で測定しなければいけないことに相当する。これは一般的な粉末X線回折法の精度よりも1桁以上高いものである。そこで、必要となってくるのが複結晶配置可能な高分解能X線回折装置である。複結晶法では、試料以外にGeやSiなどの完全性の高い結晶を用いることによって、X線の波長域を制限するモノクロメータとしての働きと、X線の平行性を高めるコリメータとしての働きを持つ。

複結晶配法においてモノクロメータ・コリメータとして用いる結晶は完全性の高い単結晶である。図5に主に用いられる結晶と光学系の種類を示す。ここで、完全結晶のブロックに溝(チャンネル)を切ることによって、2~数回のBragg反射を行わせるものをチャンネルカット結晶と呼ぶ。ここでは、Geの例を示したが、Siの単結晶も良く用いられる。

表1に異なる入射光学系素子を用いた場合の、分解能(角度発散)、波長単色性、および相対強度の関係を示す。表を見ると、高分解能な光学系になるほど、

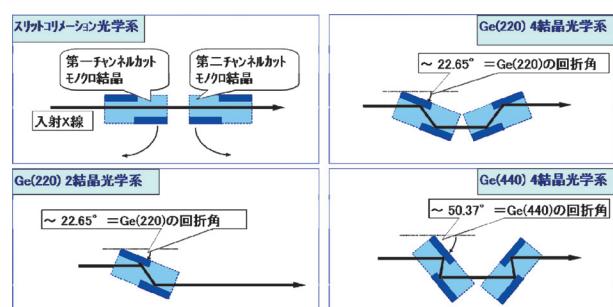


図5. 高分解能測定に用いられる主な入射光学系素子.

表 1. 光学系素子の機能と使い分け。

選択素子	ミラーのみ(スリットコリメーション)	Ge(220) 2結晶光学系	Ge(220) 4結晶光学系
分解能 (角度発散)	0.05° (放物面ミラー)	~ 0.01° (波長分散広がり)	~ 0.0033° (Ge220回折幅)
波長単色性	Kα1+α2(+Kβ)	Kα1	Kα1の一部
相対強度	1	~ 1/20	~ 1/100

強度が小さくなっていることがわかる。例えば、Ge(220) 4 結晶光学系を用いた場合、放物面ミラーのみを用いたいわゆるスリットコリメーション光学系と比較して、ダイレクトビームで比較するとその強度は 1/100 程度となる。高分解能を得ようとすれば、強度が犠牲になることに注意されたい。

結晶性が不明な試料を測定する場合にはまず、最も強度を得ることのできるスリットコリメーション光学系で測定を行い、弱いピークも見逃さないようにしておくのが良いと思われる。次に、調べたい回折線の 2θ 位置においてロッキングカーブ測定 (ω 測定) を行い、その半値幅を確認する。目安として、半値幅が 0.1° 以下であった場合には、スリットコリメーション光学系では分解能が不足していると考えられるため、Ge(220) 2 結晶光学系に変更して測定を行う。変更後の光学系でも同様の測定を行い、半値幅が 0.02° 以下であれば、Ge(220) 4 結晶光学系に変更する。

チャンネルカット結晶を用いた光学系では、入射角度の変化と共に分解能が変化する。入射角度と分解能の関係を図 6 に示す。図 6 において横軸は θ で示している。2 結晶光学系の場合、ある回折角度近傍においては高分解能が得られるが、広範囲で高い分解能は得られない。一方、4 結晶光学系を用いた場合、広範囲にわたって高分解能を得ることが可能である。また、

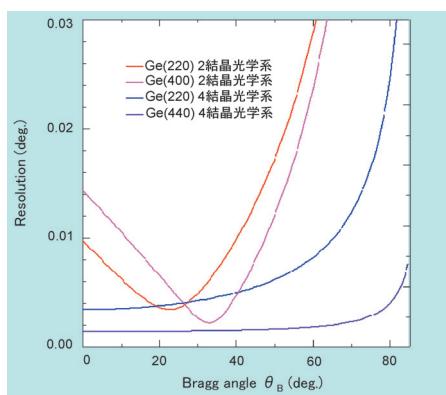


図 6. 入射角度と分解能の関係。

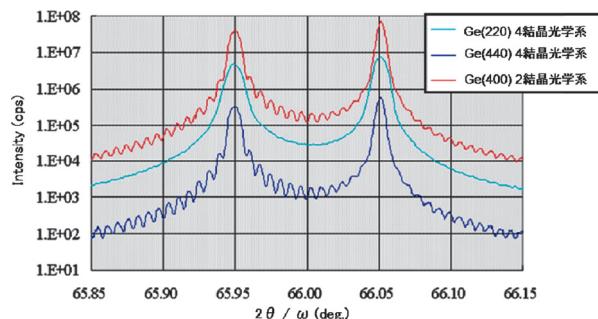


図 7. 入射光学系を変えた場合の AlGaAs/GaAs ロッキングカーブプロファイル比較。

Ge(400) 2 結晶光学系と Ge(220) 4 結晶光学系を比較した場合、全体的には Ge(220) 4 結晶光学系の方が高分解能を得られているが、 33° 付近では Ge(400) 2 結晶光学系の方が高分解能となる。

Ge(400) 2 結晶光学系の効果が有効な例として AlGaAs/GaAs の測定例を図 7 に示す。

測定範囲が $2\theta=65.85\text{--}66.15^\circ (\theta=32.93\text{--}33.08^\circ)$ であるため、Ge(400) 2 結晶光学系でも、Ge(440) 4 結晶光学系と同様、高分解能が得られており、両者共に膜厚由来の細かい振動を検出している。また、Ge(400) 2 結晶光学系では、Ge(440) 4 結晶光学系と比較して強度も 100 倍程度大きくなっている。解析対象の回折角度に応じて適切な光学系を選択することで、より良質（高強度、高分解能）なデータを取得することが可能である。

一方、Ge(220) 2 結晶光学系では分解能が足りず、細かい振動が検出できていないことがわかる。膜厚は振動周期に反映されるため、この光学系で取得したプロファイルからは膜厚の情報を知ることができない。

4. 測定と解析

4.1. ロッキングカーブ測定 ($2\theta/\omega$ スキャン)

一般に、“ロッキングカーブ測定”と言った場合、主に多結晶測定の分野では、前号で紹介した、回折角 (2θ) に検出器を固定し、試料を ω 軸周りに揺動させ、配向性の強さを測定する技法を示す場合がある。一方、今回紹介しているエピタキシャル結晶や単結晶の $2\theta/\omega$ 測定のこともロッキングカーブ測定と呼ぶ。本稿においては、混乱を避けるため、ロッキングカーブ測定と記載があった場合、後者を指すものとする。

4.1.1. 測定方法

ロッキングカーブ測定では、前号で紹介した Out-of-Plane 測定と同様に、測定軸として $2\theta/\omega$ 軸を用いる。つまり、試料表面に対する X 線の入射角度と出射角度を等しく保ちながらスキャンを行うことになる（図 8）。この場合、散乱ベクトル \mathbf{K} の方向は試料に対して一定に保たれ、その大きさのみが変化する。それゆえ、試

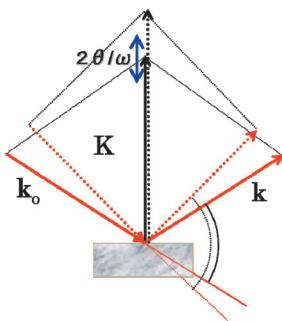


図 8. ロッキングカーブ測定。

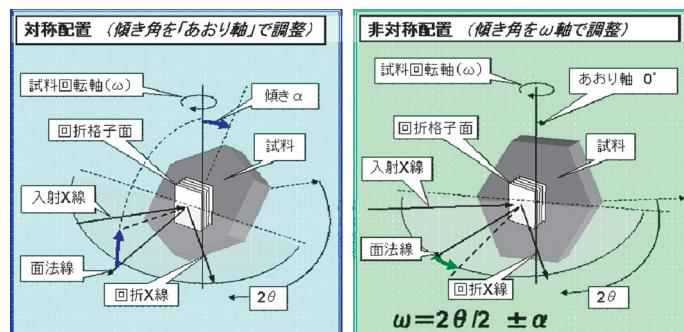


図 10. 対称配置と非対称配置。

料面と格子面の方向が一致する場合、格子面の方向が散乱ベクトルの方向と同じで、格子面間隔だけが異なる格子面による回折が観測される。これは、格子定数の変化やばらつきを観測することに相当する。

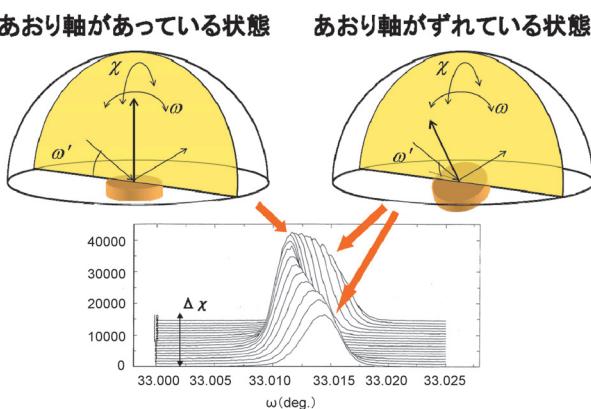
ロッキングカーブ測定を行う場合、あおり軸を調整し、逆格子点を入射 X 線と回折 X 線が作る散乱面上に存在させる必要がある。この操作のことをあおり軸調整（軸立て調整）と呼ぶ。最近の装置では、この手順が煩雑な軸調整を自動で行う機能が備わった測定ソフトウェアが搭載されていることが多い。

図 9 にあおり軸のずれによる ω スキャンへの影響を示す。図中に示したプロファイルはあおり軸をステップ移動でずらしながら ω スキャンを行った結果である。この動作のことをあおり軸調整と呼び、ピーク位置が最も低角度になるか、ピークの半値幅が最も狭くなるか、ピーク強度が最も強くなるようなあおり軸の位置を決定する。

逆格子点を散乱面上に存在させるために、対称配置の場合には x 軸、非対称配置の場合には ϕ 軸の位置を調整する。それぞれの配置については図 10 に示す。これらの軸がずれている場合、回折ピークの位置が実際の値よりも高角側にずれ、回折ピークの幅が広がり、回折ピーク強度が減少する。

4.1.2. 解析およびプロファイルの解釈

図 11 に $In_xGa_{(1-x)}As$ 200 nm を GaAs 基板の上に製膜

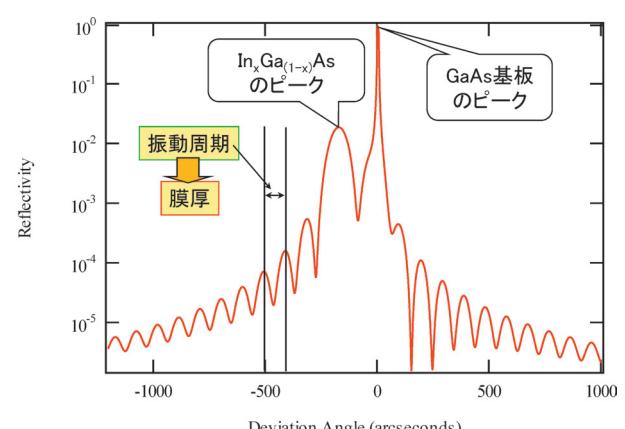
図 9. あおり軸のずれによる ω スキャンへの影響。

した試料のロッキングカーブプロファイルを示す。この試料は $In_xGa_{(1-x)}As$ 膜がエピタキシャル成長しており、その組成は $x=0.01$ である。

図 11 を見ると、GaAs 基板のピークの低角側に $In_xGa_{(1-x)}As$ のピークが検出されていることがわかる。固溶体組成をもつ物質の場合、組成の変化と共に格子定数が変化する。基板の格子定数が既知であると仮定した場合、この法則を利用して、基板ピーク位置からのシフト量を調べれば薄膜層の組成がわかる。しかし、薄膜層が基板からの束縛を受け、格子が歪むことがあります。そのためピークがシフトする。歪んでいる試料の格子定数を求める際にはその影響を考慮して計算しなければならない。歪みの有無が不明の場合には、逆格子マップ測定で歪の有無を確認することが必要になる。

図 12 に組成を変えた場合のプロファイル形状の変化を示す。組成 x が大きくなると $In_xGa_{(1-x)}As$ のピーク位置が低角側にシフトしていることがわかる。

図 11、図 12において、それぞれのピークの周辺には、フリンジといわれる振動が観測されている。この振動の周期は、薄膜層の膜厚に起因しているため、周期から膜厚を求めることができる。簡易的に膜厚のみを知りたい場合、得られた振動ピーク位置を調べ、隣接する振動ピークの間隔から膜厚を計算することができる。

図 11. $In_xGa_{(1-x)}As/GaAs$ のロッキングカーブ測定プロファイル。

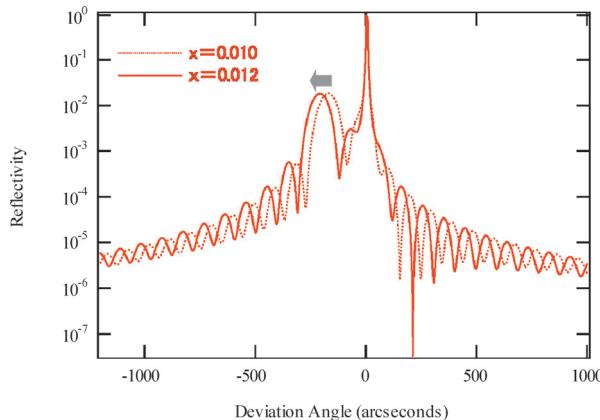


図 12. $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}/\text{GaAs}$ のロッキングカーブ測定プロファイル（組成を変えた場合のプロファイル形状の変化）。

図 13 に膜厚を変えた場合のプロファイル形状の変化を示す。膜厚が大きくなると振動周期が短くなることがわかる。

一般に、解析にはプロファイルフィッティングの技法が用いられる。あらかじめ、膜厚、組成、基板、膜の種類などの設計値からシミュレーションパターンを作成した後、実測のデータとプロファイル形状を再現するように各種パラメータを変化させることによって、実際の値を求める。

以前は、最小二乗フィッティング機能のみを有しているソフトウェアが主流であり、ある程度初期パラメータが実測データと近い値を示していない場合には解が発散してしまうことが多かった。しかし、最近では、実際の膜構造と設計値がある程度離れた値を示している場合でも、大域最適化(Global optimization)の機能を用いて広い範囲で大まかにパラメータを動かした後で、最小二乗フィッティングを行うという技法が確立した。この技法を用いると、初期構造と実際の構造が離れている場合だけでなく、複雑な膜構造を持つ場

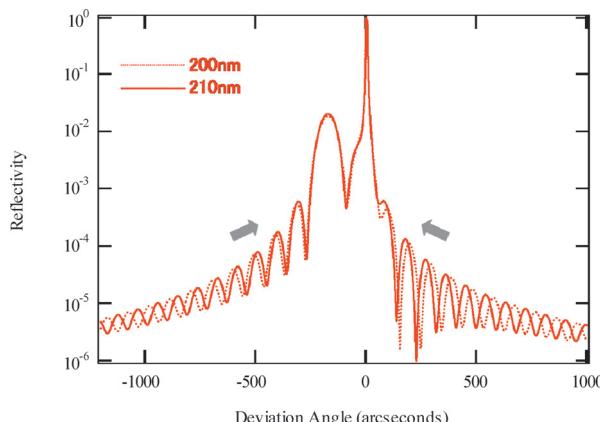


図 13. $\text{In}_x\text{Ga}_{(1-x)}\text{As}/\text{GaAs}$ のロッキングカーブ測定プロファイル（膜厚を変えた場合のプロファイル形状の変化）。

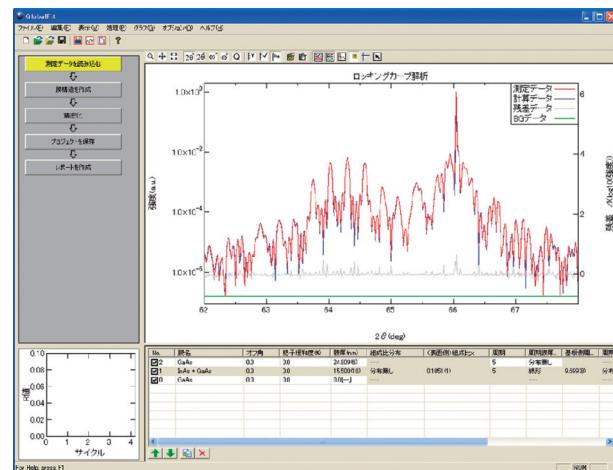


図 14. GlobalFit Extended Rocking Curve Analysis 解析画面。

合にも威力を發揮する。ここで、大域最適化とは、最小二乗フィッティングが局所的な領域での最適化を行うのに対し、パラメータを大幅に変化させて解に近づける手法である。

図 14 に多彩な機能を持つロッキングカーブ解析用ソフトウェア“GlobalFit Extended Rocking Curve Analysis”的画面を示す。

このソフトでは、簡単に操作できる GUI (Graphical User Interface) 上から簡単に、初期膜構造の作成、プロファイルのシミュレーション、大域最適化、最小二乗フィッティングを行うことができるほか、多層膜構造、周期層構造、組成傾斜などを持つ材料の解析も可能である。

4.2. 逆格子マップ測定

4.2.1. 測定方法

逆格子マップ測定とは、回折角度と試料回転軸の両方を走査する、すなわち、散乱ベクトル \mathbf{K} を走査することにより逆格子点の二次元分布を得る手法である（図 15）。Out-of-plane 測定の代わりに In-Plane 測定とロッキングカーブ測定とを組み合わせた逆格子マップ測定を行えば、積層方向軸に直交する逆格子点の方位分布や強度分布を測定できる。

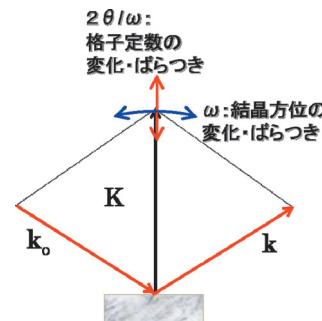


図 15. Out-of-Plane 逆格子マップ測定。

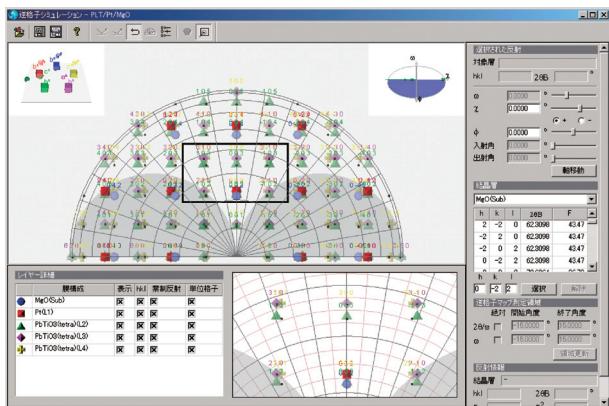


図 16. 逆格子シミュレーション。

これら Out-of-plane および In-Plane 逆格子マップ測定を組み合わせることにより、逆格子点分布を三次元的に観測でき、基板や薄膜単結晶試料の逆格子点の位置関係や形状の違いといった情報から、膜と基板の方位関係、格子定数、膜の歪み状態などを解析することができる⁽⁵⁾⁻⁽¹⁵⁾。

逆格子マップ測定を行うためには、あらかじめ、設計値を元にして、基板と膜の方位関係や、回折角度などを調べておくことが必要である。結晶構造情報を基に逆格子点の配置を計算することも可能であるが、結晶学の知識を要する。一方、薄膜用 X 線回折装置 SmartLab の制御ソフトウェアである SmartLab Guidance には逆格子シミュレーションの機能が装備されているため、薄膜材料の構造を指定するだけで簡単に計算を行うことができる（図 16）。このソフトウェアはシミュレーションを行うだけではなく、選択した逆格子点を測定するためのゴニオメータ配置も自動計算し、軸の移動までを行うことが可能である。

4.2.2. 解析およびデータの解釈

図 17 に GaAs 上に製膜した AlGaAs の逆格子マップ測定結果を示す。図の解釈に関しては後述するが、基板と膜の逆格子点が上下に並んでいる事から、膜が歪んでいることがわかる。逆格子マップでは、逆空間内における逆格子点の位置や形状を表すために、 2θ や ω などの測定軸の代わりに、逆空間における直交座標系 (q_x , q_z) を用いると格子面間隔を算出することが便利である。図において、横軸および縦軸は q 座標で示してある。 q 座標の定義は以下のようになる。また、図 18 に逆格子マップと q 座標の概念を示す。図 18 においては、試料表面に平行な格子面を (00l) として示している。

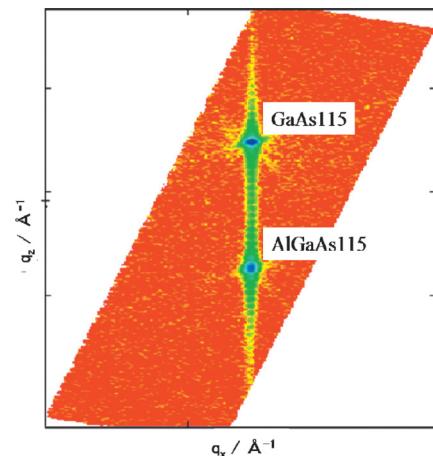
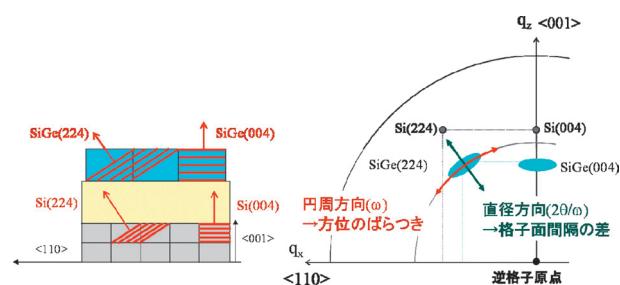


図 17. AlGaAs/GaAs の逆格子マップ測定。

図 18. 逆格子マップと q 座標の概念。

$$\begin{aligned} q_x &= \frac{2}{\lambda} \sin \frac{2\theta}{2} \sin \left(\frac{2\theta}{2} - \omega \right) = \frac{1}{\lambda} \{ \cos \omega - \cos(2\theta - \omega) \} \\ q_z &= \frac{2}{\lambda} \sin \frac{2\theta}{2} \cos \left(\frac{2\theta}{2} - \omega \right) = \frac{1}{\lambda} \{ \sin \omega + \sin(2\theta - \omega) \} \end{aligned} \quad (2)$$

式 (2)においてはこれに 2π をかけて算出する場合もある。 q_x および q_z は格子面間隔の逆数であり、それぞれ、試料表面法線との位置関係から q_{\perp} , q_{\parallel} と示す場合もある。例えば、図 18において q_z は試料の結晶方位軸 $[00l]$, q_x は $[hk0]$ と平行になっている。この場合、観測対象の逆格子分布の中心座標 (q_x , q_z) から d_{hk0} と d_{00l} を個別に求めることができ、そこから格子定数を算出することが可能である。

図 19 に基板上に積層したヘテロエピタキシャル層の例を示す。それぞれ、緩和した格子、歪んだ格子、傾いた格子の逆格子点の配置を示す。例えば、GaAs 上の AlGaAs のように膜と基板の結晶構造が同じ場合、緩和した格子では、ある指数における膜の逆格子点は、同じ指数を持つ基板の逆格子点と原点を結ぶ直線上に位置する。この直線は、 $2\theta/\omega$ スキャンと同様である。一方、面内方向の格子定数が基板と膜で一致するよう歪んだ格子の場合、ある指数における膜と基板の逆格子点は、図鉛直方向に並んでおり、結果的に図水平方向の座標である、 q_{\parallel} 方向の座標が等しくなっている。

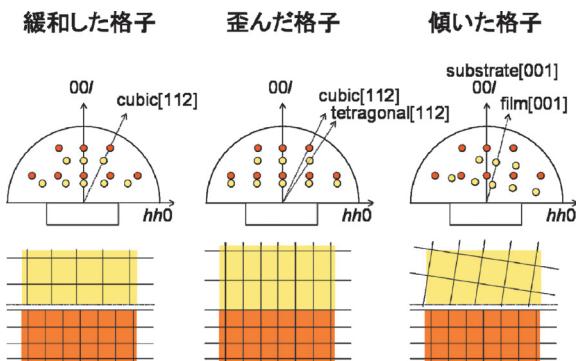


図 19. ヘテロエピタキシャル層の逆格子マップ。

また、格子緩和の有無にかかわらず、膜の結晶方位が基板に対して傾いている場合、膜の逆格子点がこの傾きに応じてずれる。このずれ量は、基板と膜の結晶方位のずれに相当する。

4.2.3. 測定の注意点

ここまで、高分解能測定に関して述べてきたが、受光光学系の分解能に関する注意点を示す。

測定の分解能を逆空間で表現した場合、その拡がりは、入射 X 線の单色性、入射 X 線の発散角度、受光側の 2θ 分解能、入射または受光側の波長分散成分によって決定される。この拡がりのことを分解能関数と呼ぶ。

一般に、逆格子マップ測定では、まずは受光アナライザ結晶を用いずに 1 時間程度の短時間で予備測定を行う。得られた基板および膜の逆格子マップの広がりを確認、入射および受光分解能を判断し、必要に応じて、受光アナライザ結晶を用いて本測定を行う。測定対象とする逆格子点の大きさに見合った分解能関数（光学系）を設定する必要がある。

参考として、図 21 に受光光学系を変化させた場合の逆格子マップ測定データを示す。

2θ 分解能が低い場合には逆格子点が大きく横に広がってしまうことがわかる。この場合、逆格子点の位置情報を正確に取得することができないため、解析は困難である。測定を行う際には、入射光学系だけではなく、受光光学系にも注意を払う必要がある。受光光

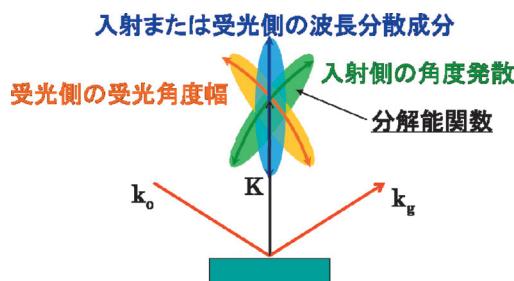
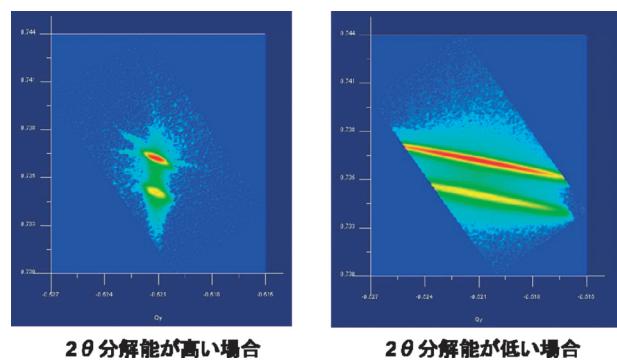


図 20. 逆格子と光学系分解能。

図 21. 2θ 分解能を変えた場合の逆格子マップ測定データ比較。

学系にスリットまたは PSA (Parallel Slit Analyzer) を用いた場合の 2θ 分解能の目安は $0.1\text{--}0.5^\circ$ であり、結晶アナライザーを用いた場合の 2θ 分解能の目安は 0.01° 程度である。入射光学系と同様、結晶性の低い試料を測定する場合には結晶アナライザーを用いると強度が 1 柄以上下がってしまうため、必要な分解能を考慮して適切な光学系を用いることが望ましい。

5. おわりに

今回は、半導体材料などでよく利用されるロッキングカーブおよび逆格子マップ測定の考え方、測定方法などについて解説した。高分解能測定というと、測定、解析共に難しいという印象をもたれている方も多いかもしれないが、最近では、測定、解析を支援するソフトウェアも多数存在している。また、より多くの情報を取得するために次号以降に紹介する In-plane 測定、反射率測定などの併用をお勧めする。

参考文献

- (1) 小城あや、紺谷貴之、稻葉克彦：リガクジャーナル, **37** (2006), No. 2, 21–27.
- (2) 菊田惺志：X 線回折・散乱技術 上, 東京大学出版会, (1992).
- (3) 加藤範夫：X 線回折と構造評価, 朝倉書店, (1995).
- (4) Andre Authir: *Dynamical Theory of X-Ray Diffraction*, Oxford Univ. Press, (2003).
- (5) 表 和彦、稻葉克彦：ぶんせき, (2002), 623–629.
- (6) 稲葉克彦：リガクジャーナル, **35** (2004), No. 1, 27–36.
- (7) 表 和彦、小城あや：リガクジャーナル, **36** (2005), No. 2, 29–34.
- (8) M. Ofuji, K. Ishikawa, H. Takezoe, K. Inaba and K. Omote: *Appl. Phys. Lett.*, **86** (2005), 062114-1–062114-3.
- (9) 稲葉克彦、小池一歩、佐々誠彦、井上正崇、矢野満明：材料, **56** (2007), 223–228.
- (10) T. Minegishi, T. Hanada, H. Suzuki, Z. Vashaei, D. C. Oh, K. Sumitani, O. Sakata, M. W. Cho and T.

- Yao: *Phys. Stat. Sol. (c)*, **4** (2007), 1715–1718.
- (11) 太田裕道, 野村研二, 平松秀典, 平野正浩, 細野秀雄: リガクジャーナル, **37** (2006), No. 1, 3–10.
- (12) H. Ohta, M. Orita, M. Hirano and H. Hosono: *J. Appl. Phys.*, **89** (2001), 5720–5725.
- (13) Y. F. Chen, S. K. Hong, H. J. Ko, V. Kirshner, H. Wenish, T. Yao, K. Inaba and Y. Segawa: *Appl. Phys. Lett.*, **78**, (2001), 3352–3354.
- (14) T. Kado: *J. Appl. Phys.*, **103** (2008), 043902-1–043902-4.
- (15) P. Zaumseil and T. Schroeder: *J. Appl. Phys.*, **104** (2008), 023532-1–023532-7.