

SmartLabで実現できる様々な極点測定法と薄膜解析のアプリケーション

稲葉 克彦*

1. はじめに

極点測定法は、バルク試料・薄膜試料を問わず多結晶試料における配向組織や集合組織の観察、エピタキシャル薄膜の結晶方位やドメイン構造の解析などに用いられるX線回折技法の1つである⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。この技法については既に、リガクジャーナルの薄膜X線測定法基礎講座第7回の「極点測定法」⁽¹⁾において詳しい解説が出ているが、特に薄膜試料を対象とした場合に、本技法の測定の考え方や解釈についての相談を受けること多々ある。また、2次元検出器を搭載し、かつIn-plane測定軸を有するSmartLab装置においては極点測定法として3通りの手法が選択可能であるので、どの測定手法を用いればよいかを悩んでいるユーザもいるかも知れない。そこで本稿では、測定技法選択の参考とすべく、改めてこの3通りの極点測定法の特徴を整理し、測定・解析上の注意点をまとめることとした。また、測定技法として非常に特徴的な技法である、“In-plane測定軸を用いた極点測定法”については、最新のアプリケーション事例とともに、その特徴を紹介することとする。

2. 極点測定法の比較

2.1. 極点測定法の概念について

極点測定は測定する反射指数を定め、その回折角度($2\theta_B$)に検出器位置を固定した状態で、試料の方位を変化させた際に現れる強度変化から、試料の配向組織やエピタキシャル方位関係を議論するための情報を得る測定技法である。試料の方位を変化させた状態の表現方法としては、観測している格子面の法線が、試料表面から何度傾いているか、と、試料表面法線周りに何度回転させたか、の2つの変数で表現される。地球になぞらえて言えば、緯度と経度で表現されることとなり、角度の名称としては、それぞれ、 α , β と呼ばれる。緯度に相当する角度は、薄膜試料の場合、観測し

ている格子面の法線が表面と直交する(In-plane測定の状態)時を $\alpha=0^\circ$ 、格子面が表面と平行($2\theta/\theta$ 測定の状態)である時を $\alpha=90^\circ$ として表現される⁽¹⁾ことが多いようである。本講では、格子面の法線と試料表面法線のなす角度を ψ と呼ぶこととする^{(4),(7)}。

極点測定では回折角度を固定して測定しているので、逆空間内において、座標原点から距離一定の曲面上での反射強度分布を計測していることになる。これに対し、逆格子マップ測定の場合は座標原点を通る平面断面上の信号強度分布を観測^{(1),(5)-(7)}していることとなる。図1に、極点測定と一般的な逆格子マップ測定の比較を模式図にて示した。

また、極点測定では回折角度を固定して測定しているため、エピタキシャル薄膜が基板に拘束されて弾性変形を起こした状態を回折角度の変化として観測することはできない。その目的に対しては逆格子マップ測定が有効である。一方で、エピタキシャル薄膜が基板結晶に対してどのような方位関係で成長しているのかを議論するためには、極点測定を用いた方がよい。何故ならば、逆格子マップ測定では、基板とエピタキシャル薄膜の方位関係を事前に予想し、基板と薄膜の逆格子点の配置関係を議論することが多いため、予想とは異なる方位関係が共存している場合や複数のドメイン構造が共存している場合の解析にはあまり向かないからである。より詳細な解析のためには、極点測定や、広域逆格子マップ測定またはIn-plane逆格子マッ

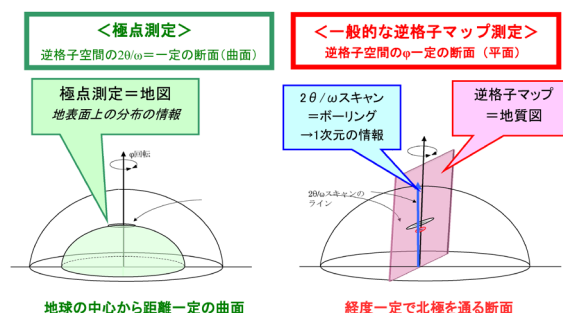


図1. 極点測定と逆格子マップ測定の比較模式図。

*株式会社リガク X線研究所

ブ測定などの複数の測定を行い、逆格子シミュレーションツールを活用して複合的にエピタキシャル薄膜の結晶方位を解析することが必要である^{(4),(7)}。

2.2. 従来からの極点測定法

薄膜測定用に χ クレードルを有する SmartLab 機種であれば、 α 軸の操作を χ 軸にて、また、 β 軸の操作を ϕ 軸にて行うことで極点測定が可能である。 χ クレードルを有していない装置構成であっても、 $\alpha\beta$ アタッチメント、または、 $\chi\phi$ アタッチメントを使用すれば、この極点測定が可能となる。詳細な解説が文献(1)になされているので、ここでは他の極点測定との比較の上で重要となる部分にだけ言及する。

まず、前述の通り、実際の測定は χ 軸および ϕ 軸の操作だけで行うことができ、装置の動きはとてもシンプルである。また、検出器は 2θ 軸のみで設定するので、 $2\theta_B=2\theta$ であり、ゴニオメータを $2\theta/\theta$ 配置に移動し、測定を行う。しかし、試料を傾けて測定することになるので、試料が落下しないよう試料の保持には注意が必要である。また、試料を傾けて測定を行った時に入射X線が試料表面からはみ出すことや回折信号が検出器で捕らえられない状態となってしまうことを避けるため、入射X線のビーム形状を径の小さなポイント状に整形しておく必要がある。入射X線を整形する光学素子としては、Schulzスリット⁽¹⁾やコリメータなどを用いる方法もあるが、ライン状ビームをポイント状ビームに変換する光学素子であるCBO- f ^{(8),(9)}を用いると、単色性のよいきれいな入射光を効率よく利用することができる。しかしそれでも、 $\alpha < 20^\circ$ の領域では試料表面からのみ出しの影響が大きくなってしまいうため、In-plane測定に近い配置の測定では極端に信号が弱くなってしまふ。

2.3. 2次元検出器を用いた極点測定法

2次元検出器を用いた測定であれば、広い α 方向の強度分布を一度に測定することが可能である^{(1),(7)}。これは広域逆格子マップ測定において広い α 方向の情報が得られるのと同じ理由である。広域逆格子マップ測定と異なるのは、広域逆格子マップ測定においては、主に $2\theta/\omega$ 走査のTDIスキャンにより広い 2θ 角の情報を得るのに対し、2次元検出器を用いた極点測定では、異なる ϕ の値において短い露光測定(ϕ ステップの露光測定)を繰り返して極点測定データとして収集する点である⁽¹⁾。

図2に、ある ϕ の値において露光測定した、比較的配向性が弱いZnO多結晶膜の2次元画像データの例を示す。図中、アーク状の広がりがあるZnOの各反射の α スキャンで得られる信号の強度分布である。1つの画像において、 α 方向のどれだけの範囲の信号を得られるかは、検出器中心の 2θ 角とカメラ長(試料から検出器までの距離)で決まる。図2に示したデータは、カ

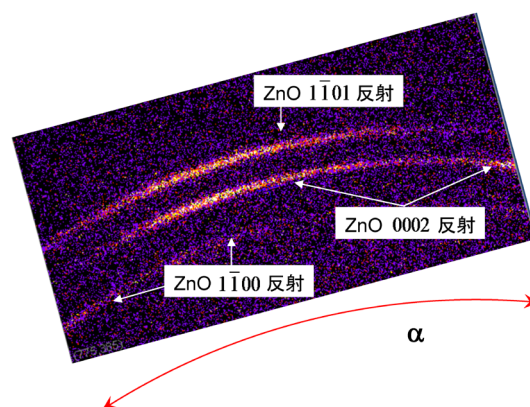


図2. ZnO配向膜の2次元画像測定例。

メラ長は実用的に良く用いられる150 mmに設定し、検出器中心の 2θ は約 34° 、 $\chi=30^\circ$ にて測定した画像である。このとき、 α の計測範囲は大体 $\pm 25^\circ$ である。したがって、例えば、 $\chi=0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$ の3箇所にて測定を行えば、十分に広い範囲をカバーした極点測定データの取得が可能である。

図2は、 $2\theta_B=25\sim 40^\circ$ の範囲が測定されており、同じ画面内に、ZnOの $1\bar{1}00$ 反射($2\theta_B=31.8^\circ$)、 0002 反射($2\theta_B=34.4^\circ$)、 $1\bar{1}01$ 反射($2\theta_B=36.3^\circ$)が同時に観測されている。したがって、これら3つの反射の極点測定データが同時に取得可能であることが分かる。例えば、数秒間の露光測定で、 ϕ スキャンを 5° ステップ程度の粗いスキャンにて測定を行えば、20分程度で3つの反射の極点測定が完了することとなり、短時間で多くの情報を得ることができる。

この測定は、2次元検出器を用いた測定であるので、やはり入射光学系はポイント状ビームにしておく必要がある^{(1),(4),(6),(7)}。そして、 χ 軸(または α 軸)を用いて試料を傾けて測定するので、試料が落下しないよう試料の保持に注意が必要であること、 $\alpha < 20^\circ$ の領域では試料表面からのみ出しの影響が大きくなってしまいうためIn-plane測定に近い配置の測定は極端に信号が弱くなること、といった特徴は、2.2節と同じである。

また、検出器はその中心位置(2θ)を測定条件として入力設定された $2\theta_B$ の位置に移動し、 $2\theta/\theta$ の配置にゴニオメータを移動して露光測定する。この測定は露光測定であるので、入射角度も固定されている。したがって、2次元検出器の各受光素子が $2\theta/\theta$ の条件を満たしているのは、検出器中心の一点だけであり、それ以外は入射角・出射角が等しくない、非対称な条件で測定していることになる。よって、 $\alpha=90^\circ$ の部分を含めた極点図を得ることができるのは、入力設定された $2\theta_B$ の反射のみであり、同時に計測できるそれ以外の反射についても $\alpha=90^\circ$ の部分を含めた極点図が必要な場合は個別に測定する必要がある。

2.4. In-plane測定軸を用いた極点測定法

この測定^{(1),(4),(7)}を行うには、試料を傾けるための χ 軸は必要なく、代わりにIn-plane測定軸 ($2\theta\chi$ 軸)が必要である。この測定法の名称は、正しくは“In-plane測定軸を用いた極点測定法”とかなり長い名称となるため、略して“In-Plane極点法”と呼ぶこともあるが、In-Plane測定によって極点測定ができる訳ではないので注意していただきたい。図3にIn-plane測定軸を用いた極点測定の際のゴニオメータの動き方を模式的に示した。

試料を傾ける χ 軸 (α 軸)がないのにどうして極点測定が実現できるのであろう、と疑問を持つ読者もいるかも知れない。本測定では、表面に対して斜交する方向の情報を得るために、試料を傾けるのではなく、装置側の工夫でデバイリングに沿った方向の強度分布を取得してゆく。検出器の位置は、 2θ と $2\theta\chi$ (In-plane測定軸)の2軸で操作されるため、2つの自由度がある。そこで、その2つの軸の組み合わせを $2\theta_B$ と α の値の組み合わせに変換し、軸操作することで極点測定を実現しているのである。このとき、試料を傾ける必要がないので、試料は水平に保持したままで極点測定が

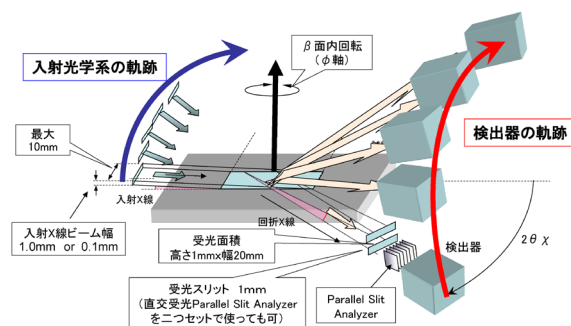


図3. In-plane測定軸を用いた極点測定の際のゴニオメータの動き。

実現できることとなる。この特徴を活かした測定事例を第3章で紹介する。

入射光学系については、前2節と同様にポイント光学系で測定しても構わないが、試料を傾ける必要がないので、ライン状のビームのまま測定を実行することができる。その場合には入射光学系はIn-plane測定を行う際と同様に、In-plane PSC光学素子を用いた光学系にて測定を行う。 α が低角度領域の測定を行う必要がなければ入射ビーム幅は1mmのままでもよいので、CBO光学系の多層膜ミラーによって作られたライン状平行ビームを有効に利用することができる。

また、図3から分かるように、In-plane測定の配置、つまり $\alpha=0^\circ$ から連続的に $\alpha=90^\circ$ の状態まで測定できるので逆空間の半球分の分布を全て測定することも大きな特徴である。但し、 $\alpha=0^\circ$ 付近では試料表面からはみ出しの影響があるため、 α の低角領域も含めた測定データを取得するには、入射スリットは0.1mm程度に細く絞って測定することが望ましい。

本測定においては、 2θ と $2\theta\chi$ の2軸の操作により $2\theta_B$ と α の値を制御していると同時に、 β の角度も ϕ 軸、 ω 軸、 2θ 軸、 $2\theta\chi$ 軸の関数として表現される複雑な軸操作によって制御される。そのため、単純な α スキャンの測定であっても、上記の4軸をステップ移動して計測するという複雑な軸操作の測定の仕方となってしまう。但し、この軸操作は制御ソフトウェア側で内部計算されるので、ユーザインターフェースとしては、測定する反射の $2\theta_B$ の角度と、 α, β の測定範囲、ステップ、スキャン速度を入力するだけでよい。また、リガクの提供する表示・解析ソフトウェアである“3D Explore”には、測定データから α 軸または β 軸に沿って、ユーザ指定の幅で平均化した強度プロファイルを表示したり、テキスト出力したりする機能など、解析を支

表1. 3通りの極点測定法の特徴比較。

	従来からの極点測定	2次元検出器を用いた極点測定	In-plane軸を用いた極点測定
軸操作	・$2\theta/\theta$の配置. ・χ軸とϕ軸を走査して測定.	・$2\theta/\theta$の配置. ・複数のχ軸の位置で、ϕ軸ステップの露光測定.	・$\omega, 2\theta, 2\theta\chi$軸のステップ移動と$\phi$スキャンにより測定. ($\chi$は$0^\circ$に固定)
光学系	ポイント光学系	ポイント光学系	ライン光学系 (In-plane測定光学系) またはポイント光学系
特徴	・従来から広く用いられ操作に馴染みがある. ・試料を傾けるので試料保持に要注意. ・$\alpha < 20^\circ$以下は強度が取れない.	・2次元検出器を用いるので、一度に広いα方向の広がりが観測でき、複数の指数を同時に測定することも可能なので、短時間での測定が可能. ・試料を傾けるので試料保持に要注意. ・$\alpha < 20^\circ$以下は強度が取れない.	・試料は水平に保持できる. ・αは0°から90°まで測定可能. ・In-plane測定軸が必要.

援する多様な機能が装備されている。

ここまでに述べてきた3通りの極点測定法の比較を表1にまとめた。

3. アプリケーション例

本章では、In-plane測定軸を用いた極点測定法を活用した解析事例をいくつか紹介する。

3.1. ZnO透明導電膜

ZnO透明導電膜は、様々な方面の実応用展開がなされている注目材料の1つである。我々はこれまでに、ガラス基板上にスパッタ成膜された、Al添加、またはGa添加ZnO薄膜について、X線回折法を用いてその配向組織や結晶子サイズ、結晶歪みなどの結晶性について解析を行い⁽⁷⁾、その電気特性との相関について詳細な研究を展開してきた。成膜手法の特徴や成膜条件などは、これまでに議論してきた配向組織の制御などの内容と合わせ、文献(10)から(13)をご覧ください。

これまでの研究から、ZnO薄膜に強い配向組織を導入し特性を向上させるため、ガラス基板上への成長初期に配向組織の誘導層(CL層と呼ぶ)を形成することで配向組織制御を実現している。図4に厚さ500 nmのZnO薄膜について測定した、In-Plane極点測定データを示す。図4の(a)～(c)は、CL層を導入しないで成長させた弱配向性のZnO薄膜の測定データであり、順に、 $1\bar{1}00$ 反射、0002反射、 $1\bar{1}01$ 反射である。また、図4の(d)～(f)は、CL層を導入して成長させた強配向組織を有するZnO薄膜の測定データであり、順に、 $1\bar{1}00$ 反射、0002反射、 $1\bar{1}01$ 反射である。強度のスケールは対数表示にて示している。円盤状に表示された

データの外周部分が $\alpha=0^\circ$ (表面に直交する格子面)のデータであり、中心部が $\alpha=90^\circ$ (表面と平行な格子面)のデータである。

まず、図4の(b)と(e)を比較すると分かるように、どちらも0002反射の極が測定データに中心にあり、(0001)配向(c面配向)が主となっている。また、外周に沿った円弧の方向については特に分布はなく、表面面内方向については異方性のない、典型的な一軸配向性の組織であることが分かる。しかし、0002反射の極は、図4(b)よりも図4(e)の方がシャープなピークとして観測されており、CL層を導入した試料の方が強い配向であることが明瞭である。さらに、図4(b)では、外周部に近いところにもリング状の極大が弱く観測されており、同試料では(0001)配向以外の配向組織が共存している可能性が示唆される。このリング状の極は $\alpha=21^\circ$ ($\psi=69^\circ$) 付近にあることが確認された。また、図4(b)と(e)に示したデータから抽出した α スキンプロファイルを図5(a)に示した。

次に、図4の(a)と(d)を比較する。このデータは $1\bar{1}00$ 反射を測定したものである。 $\{1\bar{1}00\}$ はc面とは直交する格子面であるので、(0001)配向している場合には $\alpha=0^\circ$ 、つまり図の外周部に極大を持つリングとして観測されるものであり、図4の(a)と(d)の結果も基本的にそれと矛盾していない。なお、この結果は、 $\alpha=0^\circ$ のIn-plane測定の配置から連続的に $\alpha=90^\circ$ の状態まで測定できる、In-plane極点測定だからこそ測定できた結果であることを改めて強調しておく。しかしながら、図4(a)では、外周部から少し内側に入ったところ、および中心部に近いところにもリング状の極大が弱く観測されており、ここでも(0001)配向以

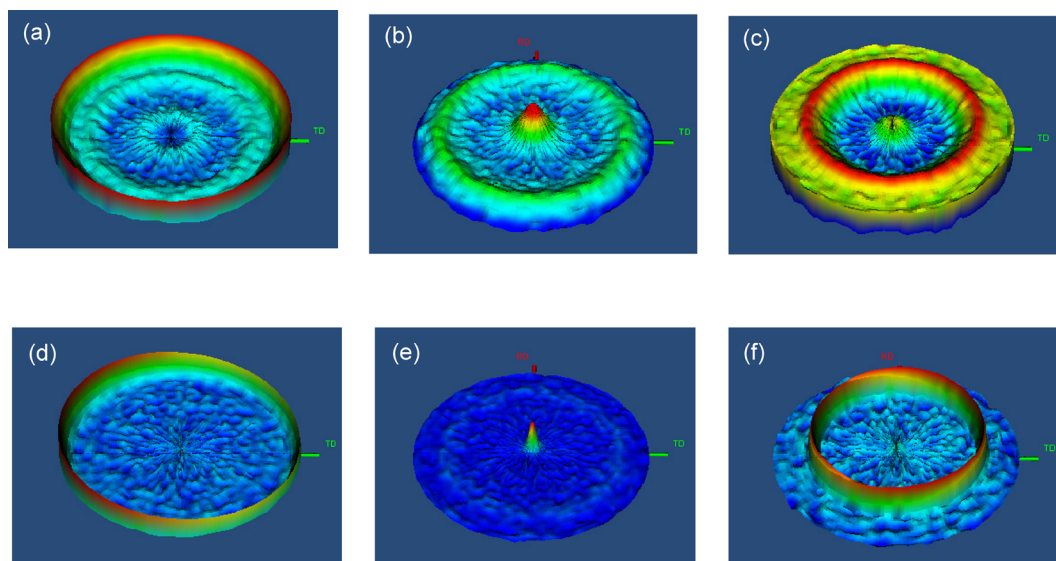


図4. ZnO薄膜のIn-plane極点測定データ。

(a) から (c) は弱配向ZnO薄膜 (CL層無し) 試料のデータ。(a) は $1\bar{1}00$ 反射、(b) は0002反射、(c) は $1\bar{1}01$ 反射。
(d) から (f) は強配向ZnO薄膜 (CL層有り) 試料のデータ。(d) は $1\bar{1}00$ 反射、(e) は0002反射、(f) は $1\bar{1}01$ 反射。
強度のスケールは対数表示。

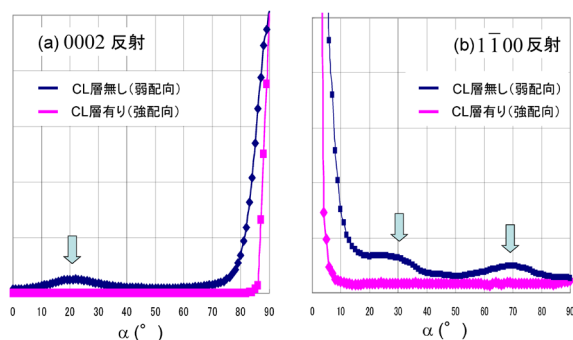


図5. α スキャンプロファイル. (a) 0002 反射, (b) $1\bar{1}00$ 反射.

外の配向組織の存在が予想される. この2つの強度の弱いリング状の極の位置は, それぞれ, $\alpha=28^\circ$ 付近, $\alpha=69^\circ$ 付近であることを確認している. 図4 (a) と (d) のデータから抽出した α スキャンプロファイルを図5(b) に示した.

同様に, 図4の (c) と (f) のデータを比較すると, どちらも, 外周部からやや内側に入った場所に極大のリングが観測されている. このリングは $\alpha=28^\circ$ ($\psi=62^\circ$) 付近に観測されており, ZnO の $\{1\bar{1}01\}$ 面が c 面となす角度が 61.6° であることとよく一致している. しかし, 図4(c) のリングの方が幅広であることから, 成長初期にCLを導入しなかったこの試料は配向性が弱いこと分かる. また, 図4(c) には $\alpha=28^\circ$ 以外にも中心部や外周部近くにも極大が存在しており, 同試料の配向組織は単純な (0001) 配向だけではないことも容易に確認できる.

次に, (0001) 配向成分以外の配向組織について解析した. この配向組織は, c 軸が表面から 21° 傾いている配向組織である可能性が高いので, c 面と約 70° の角度で交わる低次の面指数を考えると, $\{3\bar{3}02\}$ 面がある. この (3302) 面は Wurtzite 型の ZnO の結晶構造中で, ZnO_4 の四面体の1つの面とほぼ平行であるのでエネルギー的にも安定な結晶面の1つと考えられる. そこで, (3302) 面が表面と平行になっている ZnO 単結晶を考え, その 0002 反射と $1\bar{1}00$ 反射が出現する α 角, β 角を計算し, 表面面内方向ではランダムであるとして, それぞれの反射がリング状に出現すると考えて極点のシミュレーションを行った. その結果を図6に示す. 緑色のリングが 0002 反射であり, 橙色のリングが $1\bar{1}00$ 反射である. $1\bar{1}00$ 反射は, α が 28.1° と 70.2° の2本のリングとなって出現することに注意が必要である. この解析結果は, 前述の図5(b) に示した極大の出現位置 ($\alpha=28^\circ, \alpha=70^\circ$) とよい一致を示したことから, この CL 層なしの弱配向 ZnO 薄膜には, 主配向組織として (0001) 配向が存在し, それ以外に (3302) 配向組織が共存しているのではないかと考えた. その確認のため $2\theta/\theta$ 測定を行うと, 確かに 0006 反射に近い高角領域に $3\bar{3}02$ 反射が観測された (図7).

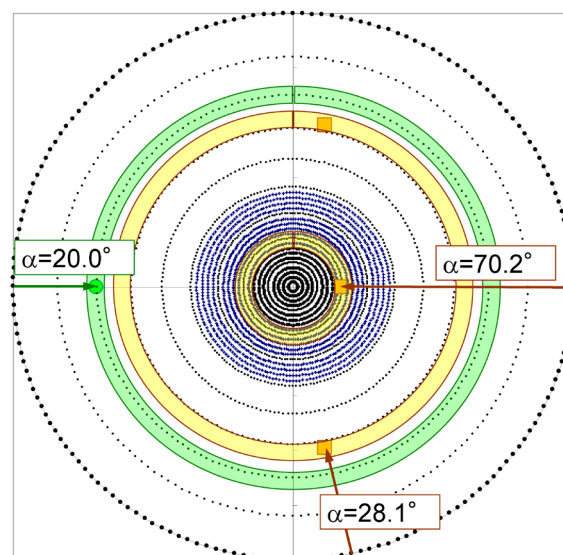


図6. (3302) 配向 ZnO の極点シミュレーション結果 (緑色が 0002 反射, 橙色が $1\bar{1}00$ 反射).

3.2. 単結晶試料の極点測定

ここまで, 多結晶薄膜試料の測定・解析手法として極点測定法を解説してきたが, バルク単結晶や単結晶基板ウェーハを測定対象としてももちろん問題はない. 例えば, 結晶方位の不明な単結晶のブロックの方位を評価したい場合などでは, これまではラウエ法の専用装置にて測定し, 方位を解析することが簡便な手法として用いられてきていると思われる. しかし, SmartLab のような汎用用途の回折装置があれば, 極点測定を行うことで結晶方位の解析は十分に可能である. このとき, 結晶構造の対称性の高い結晶軸方向の情報を捕まえられると方位の議論は分かりやすくなるので, 測定する反射指数は, 六方晶系や正方晶系であれば, 000ℓ や 00ℓ 系列の反射を使うのがよいであろう.

図8に, In-plane 極点法により測定した, Si (001) 単結晶ウェーハの 113 反射の極点測定データを示す. α, β 方向とも, $\pm 4^\circ$ の狭い領域を, 細かいステップ (0.1°) にて測定している. このように, 単結晶試料の観測の場合に, 非常にシャープなスポットとして観測することができる.

単結晶基板の結晶方位とエピタキシャル薄膜の結晶方位の関係を議論する目的で極点測定を行う場合, 基板とエピタキシャル薄膜のそれぞれについて極点測定を行って方位を解析することが多いかも知れないが, うまく反射指数を選べば1回の極点測定でこの方位関係を議論することもできる. 文献(7) では, 特殊な面方位の基板面上に複雑なドメイン組織を形成してエピタキシャル成長した薄膜の方位解析の事例を紹介しているので, 参考にさせていただきたい.

試料を水平に保持できる In-plane 極点法の特徴を活

かして行った、少し変わった事例を紹介する。図9(a)に示したのは、水熱合成法により成長したZnO単結晶の写真である。試料の大きさは差し渡し約5 mm程である。この単結晶試料では、 c 面、 m 面のファセット面が発達している他に、赤色の矢印で示した部分に錐面が発達していることが確認できる。この錐面の指数を調べるため、錐面を下にしてこの試料をSmartLab機に載せて極点測定を行うこととした。この際、図9(b)に示すように、試料は試料板上に単に載せるだけで試料の固定は何もしていない。図9(c)に示す $1\bar{1}01$ 反射の極点測定の結果から分かるように、極点測定図形の中心 ($\alpha=90^\circ$) の位置に極が観測され、これら錐面は $\{1\bar{1}01\}$ であることが確認することができた。しかし、錐面を下にして試料を設置したため、六方晶系に属するZnOの結晶構造の c 面の方位は極点測定図形の中心からは外れてしまうこととなり、図形の解釈は少し複雑なものとなった。このような場合、測

定により得られた図形の中心位置を α 方向や β 方向に回転させる処理ができると便利である。前出した“3D Explore”ソフトウェアには、測定データの中心位置を α 方向や β 方向に回転させることのできる機能も備わっている。その機能を活かした解析事例を最後に示す。

試料はSi(110)上に成長させたZnTeエピタキシャル薄膜である⁽¹⁵⁾。図10(a)にZnTeの111反射について行った極点測定データを示す。ZnTeが単結晶であると予想した場合と比べ多くの極が観測されており、複数の結晶方位が共存しているのではないかと考えた。この状況を生む1つの可能性はZnTe(111)に平行な面での双晶や積層欠陥の発生である。ここで予想した結晶方位関係が発生しているのであれば、111面法線を測定データの図形中心に置いて議論すると分かり

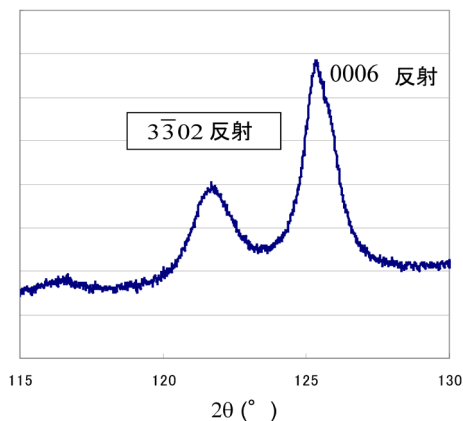


図7. 弱配向ZnO薄膜の $2\theta/\theta$ 測定プロファイル。

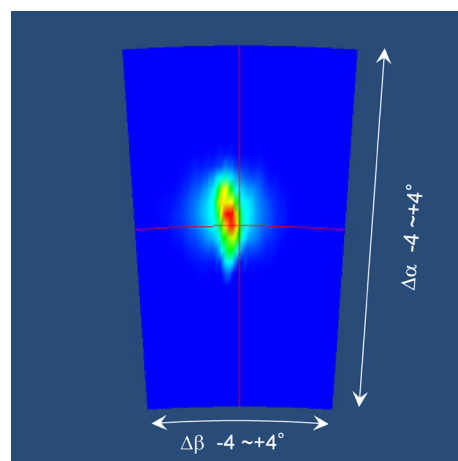


図8. Si(001)単結晶ウェーハのIn-plane極点測定例。反射指数は113。 $\Delta\alpha, \Delta\beta$ とも $\pm 4^\circ$ の範囲。強度スケールは対数表示。

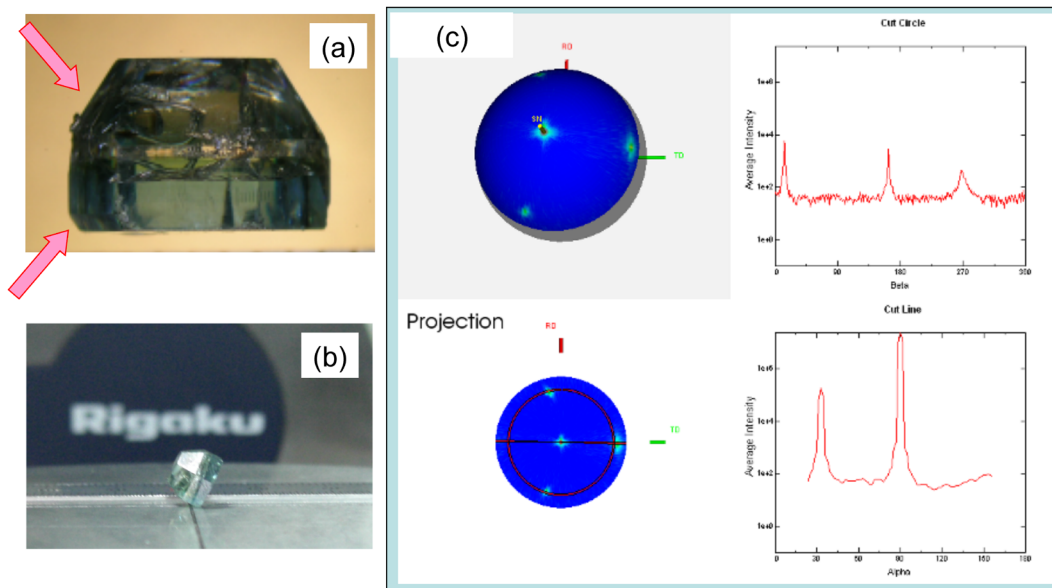


図9. (a) 水熱合成法により育成されたZnO単結晶の写真。(b) SmartLab装置に試料を乗せた状態の写真 ((a)に赤矢印で示した錐面を下にして試料板に載せている)。(c) 極点測定データ。

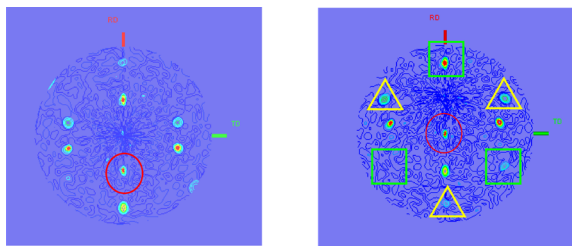


図10. (a) Si (110) 基板上にエピタキシャル成長したZnTeの111反射の極点測定図. (b) ZnTeの111反射の極の1つが図形中心にくるように回転移動処理を行ったデータ.

やすい. そこで, 図10(a)中の赤丸で示した極が図形中心にくるように“3D Explore”ソフトウェアの機能を活用してデータの回転移動処理を行った図形が図10(b)である.

図10(b)には, $\alpha \approx 20^\circ$ 付近に6つの極が, β 方向に 60° 間隔で観測されている. 立方晶系であるZnTeの $\{111\}$ 面同士のなす角度は 70.5° であるので $\alpha \approx 20^\circ$ に111反射の極が現れるのは妥当であるが, $[111]$ 軸は3回対称の軸であるので, ZnTeが単結晶であるならば, この極は 120° 周期の3箇所にはしか出てこないはずのものである. したがって, 図10(b)の $\alpha \approx 20^\circ$ に観測されている111反射の極は, 120° 周期の3つの極を1セットとし, 相互に 60° (または 180°) 分の周期のずれを持った2つのドメインからの信号であると考えることができる. それぞれのドメインの関係が分かるように, 図10(b)に観測されている極を黄色の△の記号または水色の□の記号で区別して示している. この2つのドメインの関係は $[111]$ 軸周りの 60° (または 180°) 双晶の関係であり, このZnTeエピタキシャル薄膜は成長途中で双晶が導入されているものと予想される. このように“3D Explore”ソフトウェアを活用することで, 極点測定データから複雑なドメイン構造や結晶組織の解析を行うことができる.

4. おわりに

SmartLab機を用いて実現できる様々な極点測定法の解説と, 実際の解析事例を紹介してきた. 極点測定法は, バルク・薄膜などの多結晶試料に限らず, 単結晶試料の評価や複雑な配向組織やドメイン構造を有する試料の方位解析にも活用できる. 既に実用化段階の様々な材料系の特性管理から, 次世代の応用を目指した新しい機能性材料の研究まで, 幅広くX線回折技術

が貢献することを期待する.

謝辞

第3章で紹介したZnO薄膜は, 高知工科大学 総合研究所 マテリアルデザインセンターの山本哲也センター長, 野本淳一特任講師からお借りしたものです. 厚く御礼を申し上げます.

参考文献

- (1) 長尾圭吾, 鏡英理奈: リガクジャーナル, **41**, (2010), No. 2, 1-8.
- (2) M. Birkholz: “*Thin Film Analysis by X-Ray Scattering*”, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., (2006).
- (3) O. Engler and V. Randle: “*Introduction to Texture Analysis—Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping—*”, CRC Press (2010).
- (4) K. Inaba, S. Kobayashi, K. Uehara, A. Okada, S. L. Reddy and T. Endo: *Adv. Mater. Phys. Chem.*, **3** (2013), 72-89. (Open Access) <http://dx.doi.org/10.4236/ampc.2013.31A010>
- (5) 紺谷貴之: リガクジャーナル, **39** (2008), No. 2, 10-17.
- (6) 小林信太郎, 稲葉克彦: リガクジャーナル, **42** (2011), No. 1, 9-14.
- (7) 小林信太郎, 稲葉克彦: リガクジャーナル, **47** (2017), No. 1, 1-11.
- (8) 長尾圭吾: リガクジャーナル, **41** (2010), No. 1, 12-17.
- (9) 刑部剛: リガクジャーナル, **47** (2016), No. 2, 7-11.
- (10) J. Nomoto, K. Inaba, S. Kobayashi, T. Watanabe, H. Makino and T. Yamamoto: *Materials*, **10**, (2017), 916-1-918-18. (Open Access) <http://www.mdpi.com/1996-1944/10/8/916>
- (11) J. Nomoto, K. Inaba, S. Kobayashi, H. Makino and T. Yamamoto: *Jour. Cryst. Growth*, **468** (2017), 645-649.
- (12) J. Nomoto, K. Inaba, S. Osada, S. Kobayashi, H. Makino and T. Yamamoto: *Jour. Appl. Phys.*, **120** (2016), 125302-1-125302-11.
- (13) J. Nomoto, H. Makino and T. Yamamoto: *Nanoscale Res. Lett.*, **11** (2016), 320-1-320-8. (Open Access) <http://nanoscalereslett.springeropen.com/articles/10.1186/s11671-016-1535-1>
- (14) K. Inaba: The 4th Asian Conf. on Crystal Growth and Crystal Technology (CGCT-4), at Sendai, Japan, (2008) N_24AM1_II_8C_3.
- (15) 小林信太郎, 稲葉克彦, 紺谷貴之, 久保富活, 櫻澤翔, 馬場俊彰, 今田将太, 小林正和: 2010年春季第57回応用物理学関係連合講演会 (2010), 19p-TW-6.