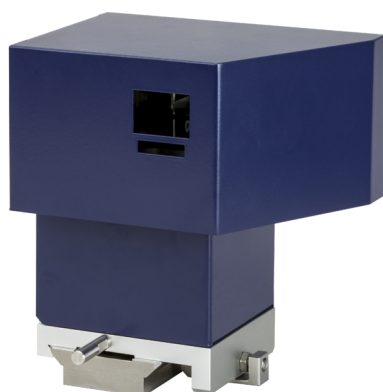


ハイブリッド型多次元ピクセル検出器 HyPix シリーズ用 高分解能受光ユニット HyRES 220, HyRES 400



1. はじめに

全自動多目的X線回折装置 SmartLab は、自動調整機能が搭載されていることから、複雑な調整作業を必要とするエピタキシャル薄膜の組成や歪、格子定数などの評価で多くの皆様にお使いいただいております。これらの高精度評価では、アナライザー結晶を用いた高分解能光学系による測定が必要となります。

HyRES ユニットは、スリット光学系と、アナライザー結晶を用いた高分解能光学系の2つの光路を備えた受光光学素子です。多次元ピクセル検出器である HyPix シリーズと組み合わせることで、スリット光学系とアナライザー結晶を用いた高分解能光学系との切り替えが、素子の手動交換を伴わず、ソフトウェアからの操作だけでシームレスに行えるようになります。

本稿では HyRES ユニットの原理・特長を、解析事例を交えながら紹介いたします。

2. 原理および特長

この章では HyRES ユニットの原理と、ソフトウェアによる自動制御についてご紹介します。

2.1. スリット・アナライザー結晶の両方を備えた内部構造

HyRES ユニットは、スリット光学系用の光路とアナライザー結晶光学系用の光路が一体となった構造になっています (図1下)。そのため、光学素子の交換なしに光学系を切り替えることができます。なお HyRES ユニットシリーズにはアナライザー結晶に

Ge220 を搭載した HyRES 220、及び Ge400 を搭載した HyRES 400 があり、測定角度により使い分けることが可能です。

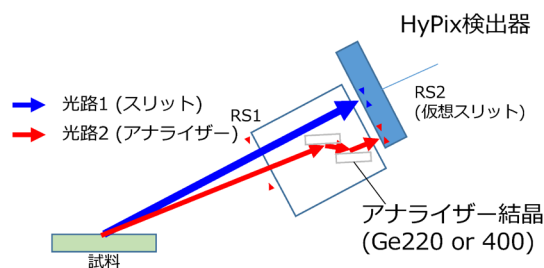
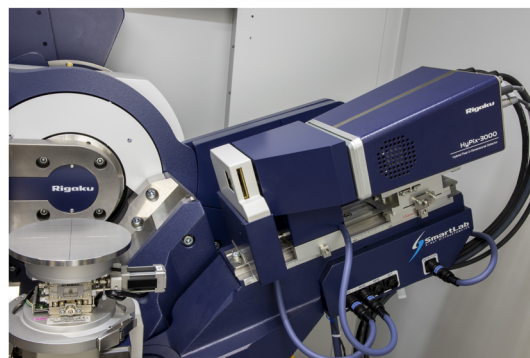


図1. HyRES ユニット装置搭載写真 (上) と内部構造 (下)。スリット光学系用の光路とアナライザー結晶光学系用の光路の両方を備えることで、光学素子交換の必要のないシームレスな光学系切り替えを実現。

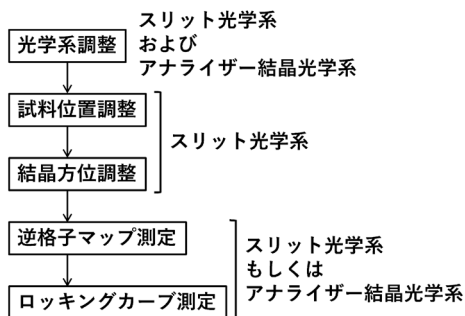


図2. 測定シーケンス例。

光学系調整で両光学系の調整を行い、試料位置・結晶方位調整はスリット光学系で調整、逆格子マップ測定やロッキングカーブ測定はいずれかの光学系で行う。光学系の切り替えはソフトウェアが自動で行うため、シーケンスの連続自動実行が可能。

2.2. ソフトウェアによる制御

スリット光学系とアナライザー結晶光学系は、制御ソフトウェアである SmartLab Studio II で簡単に切り替えることができます。また、それぞれの光学系は自動で光学系調整が可能です。

測定手順の例として、エピタキシャル薄膜試料の測定の流れを図2に示します。一般に単結晶基板やエピタキシャル膜など結晶性が高い試料の評価を行う場合、ゴニオメーターによる測定方位を観測格子面の方位に一致させる結晶方位調整（“軸立て”とも呼ばれます）が必要になります。結晶方位調整時にアナライザー結晶光学系を用いると、試料の結晶方位が傾いている場合や格子定数が文献値と異なる場合に、光学系の分解能の高さが原因となり、観測格子面由来の反射を見つけることが困難になります。そこで、相対的に分解能の低いスリット光学系で結晶方位調整を行い、その後アナライザー結晶光学系で測定を行うことで効率よく測定を進められます。

SmartLab Studio II の画面で、実際の測定条件の設定例を紹介します。各測定パーツには、受光光学素子を指定する項目が設けてあり、スリット光学系・アナライザー結晶光学系を測定者が指定することができます（図3）。各測定パーツを実行すると自動で光学系が変更され、測定が開始されます。またシーケンスの条件設定後は試料位置調整から測定終了まで連続自動実行することもできます。このように HyRES ユニットを使用することで、試料位置調整や結晶方位調整はスリット光学系で行い、ロッキングカーブや逆格子マップの測定はいずれかの光学系（スリットもしくはアナライザー結晶）で行うことが連続かつ自動で実行できます。

3. HyRES 220 を用いた

InGaN/GaN MQW 薄膜の評価事例

窒化インジウムガリウム多重量子井戸（InGaN/GaN

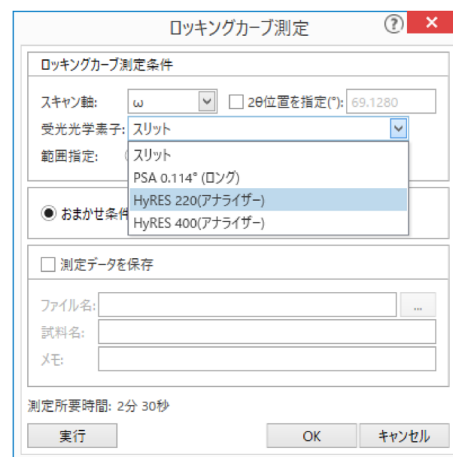


図3. SmartLab studio II のロッキングカーブ測定パーツ画面。測定パーツ内の受光光学素子選択欄によって使用光学系を簡単に指定可能。

MQW) はLEDをはじめとしてレーザー、太陽電池等に広く応用されている材料です。InGaN/GaN MQW の材料特性は、In 組成比や結晶性に依存し、LED においては In 組成比による発光波長の変化や結晶性による発光効率の変化が知られています。X線回折では、逆格子マップ測定やロッキングカーブ測定を用いることで、結晶性・歪緩和・In 組成比を評価することができます。この章では、HyRES ユニットシリーズを用いた InGaN/GaN MQW（図4）の評価事例を紹介いたします。

3.1. 逆格子マップ測定

逆格子マップ測定は、1. 格子定数、2. 結晶方位、3. 歪緩和を評価できる手法です。逆格子マップ測定は従来、検出器の0次元モードで測定され、高分解能測定にはアナライザー結晶光学系が用いられることがよくありました。一方で近年では、検出器の1次元モードを用いて短時間で逆格子マップ測定をすることが可能になり⁽¹⁾、広く活用されています。この2種類の逆格子マップ測定方法は、測定範囲・測定時間・分解能に応じて使い分けられています。

図5に HyRES220 を用いた InGaN/GaN MQW の逆格子マップ測定の結果を示します。図5(a) は対称面の002反射、図5(b) は非対称面の105反射周囲の逆格子マップ測定結果です。(a)、(b) どちらも左側の図は、

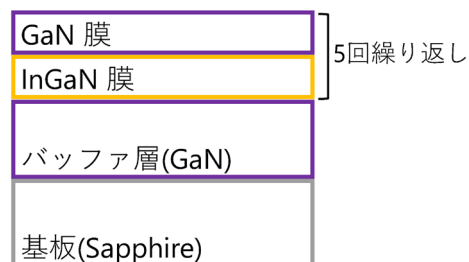


図4. 評価事例に用いた InGaN/GaN MQW 薄膜の膜構造模式図。

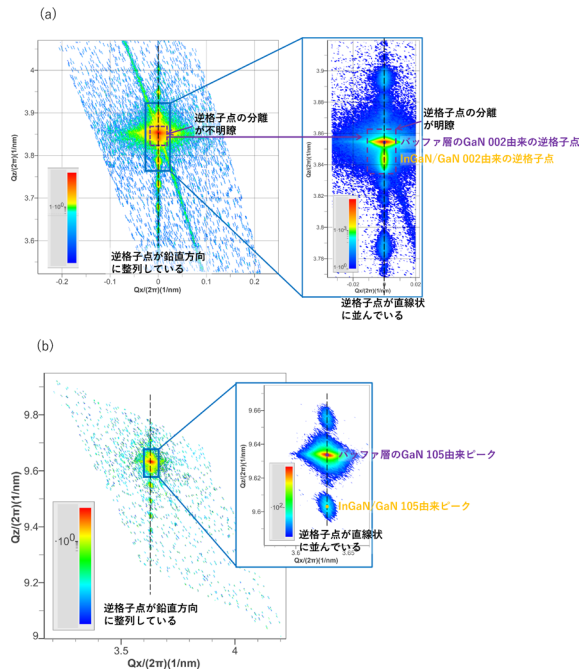


図5. InGaN/GaN MQW の (a) 002 反射, (b) 105 反射周囲の逆格子マッピング測定結果。

(a), (b) 共に左図はスリット光学系にて検出器の1次元モードを用いた逆格子マッピング測定, 右図はアナライザー結晶光学系を用いた逆格子マッピング測定の結果。

002 反射の逆格子マッピング測定結果からは, GaN および InGaN の結晶方位が試料厚さ方向に対して揃っていることが確認可能。105 反射の逆格子マッピング測定結果からは, InGaN が GaN に完全整合していること, 格子定数 (a および c) が評価可能。

スリット光学系にて検出器の1次元モードを用いた逆格子マッピング測定の結果 (測定時間: 約8分) を, 右側の図は, アナライザー結晶光学系を用いた逆格子マッピング測定の結果 (測定時間: 約160分) を示しています。

図5(a) において GaN, InGaN 由来の逆格子点の Q_x 座標が等しいことから, 両者の結晶方位が試料厚さ方向に対して揃っていることが分かります。図5(b) では, GaN, InGaN 由来の逆格子点の Q_x 座標が等しいことから, InGaN が GaN に完全に格子整合している (歪んでいる) ことが分かります。逆格子点の座標から GaN の格子定数を算出したところ, a 軸長は $3.182 \text{ \AA}$, c 軸長は $5.190 \text{ \AA}$ と求められました。MQW の GaN に格子整合した InGaN の a 軸長もこれと等しくなっています。

GaN, InGaN 由来の逆格子点の分離の明瞭さから分かるように, 格子定数の算出においては, アナライザー結晶光学系を用いた逆格子マッピング測定 (図5右) の方が精度よく算出することができます。一方で, スリット光学系にて検出器の1次元モードを用いた逆格子マッピング測定 (図5左) は, 広範囲を短時間で測定できるため, 歪緩和を短時間で評価したい時などに有効な評価手法になります。

3.2. 高分解能ロッキングカーブ測定

高分解能ロッキングカーブは, エピタキシャル成長

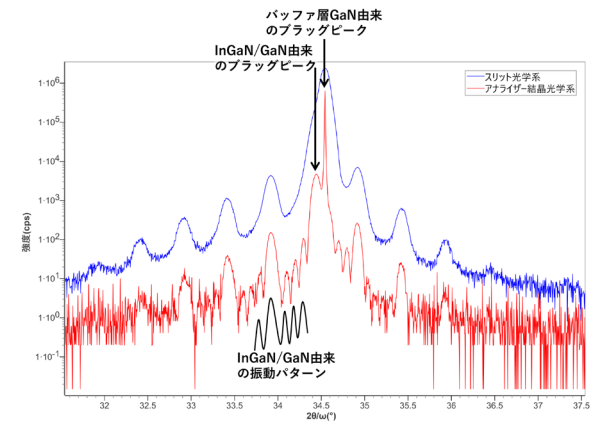


図6. InGaN/GaN MQW の高分解能ロッキングカーブ測定結果。

青: スリット光学系, 赤: アナライザー結晶光学系。

スリット光学系では試料の反りの影響を大きく受けて, InGaN/GaN 由来のブラッグピークと GaN 由来のブラッグピークの分離や, 積層膜由来の細かな振動パターンが分離できておらず, アナライザー結晶光学系での測定が必要。

した薄膜などの結晶性の高い試料の膜厚および混晶の組成比を求める手法です。InGaN/GaN MQW では, InGaN/GaN の各膜厚および $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ の組成比を評価することができます。

図6に HyRES 220 を用いた InGaN/GaN MQW の高分解能ロッキングカーブ測定の結果を示します。スリット光学系とアナライザー結晶光学系の測定結果を比較すると, 振動パターンの明瞭さが明らかに異なることが分かります。これはスリット光学系では試料の反りの影響を大きく受け, プロファイルが全体的に幅広くなっていることが原因です。一方でアナライザー結晶光学系は, 試料の反りの影響を低減することができるため, InGaN/GaN および GaN 由来のブラッグピークを明瞭に分離することができ, また InGaN/GaN MQW に由来する振動パターンも明瞭に観測することができます。アナライザー結晶光学系での測定結果を解析すると, 膜厚は InGaN: 3.37 nm , GaN: 15.21 nm , In 組成は 0.12 と求められました。

4. おわりに

HyRES ユニットシリーズは, スリット光学系とアナライザー結晶光学系が搭載され, 制御ソフトウェア上で自由に光学系を切り替えて測定できる利便性の高い光学素子です。

結晶性の高い試料の場合には, アナライザー結晶光学系で測定することがよくありますが, 試料位置調整や結晶方位調整といった調整時にはスリット光学系が有効となる場合もあります。このように異なる分解能で調整や測定を行いたい場合に, 光学素子を手動で交換することなく, ソフトウェアから自動で光学系の切り替えを行うことができる HyRES ユニットは, 測定者の作業負担を大幅に軽減することができます。

評価事例として、InGaN/GaN MQW 薄膜の評価についてご紹介しました。この事例では、1次元検出器モードでの逆格子マップ測定による歪緩和評価、アナライザー結晶光学系での高分解能ロックインカーブ測定による膜厚やIn組成の評価、といった分解能の異なる測定をご紹介しました。HyRESユニットシリーズでは、これらの測定を単独ではもちろんのこと、連続かつ自動で測定可能です。

このように、HyRESユニットシリーズは、従来であれば受光素子の載せ替えを伴っていた複雑な調整や測定手順の連続自動測定を可能にしました。これによって、HyRESユニットシリーズは、測定者の手間の大幅な短縮や測定の幅を広げることを実現し、SmartLabシステムをお使いの皆さまの測定の効率化、利便性・生産性の向上に貢献します。

参考文献

- (1) 小林信太郎, 稲葉克彦: リガクジャーナル, **42** (2011), No. 1, 9-14.