

# 薄膜 XRD による非対称面の解析

○杉山 博則、島村 一利

金沢大学総合技術部 機器分析部門

## 1. はじめに

本学で共用に供されている X 線回折装置「Smart Lab」(図 1) は、薄膜試料の測定に特化した構成となっている。現在本設備は筆者を含め 2 名の技術職員が管理を担当している。令和 2 年度に本学が先端研究基盤共用促進事業 (コアファシリティ構築支援プログラム) 採択されたことで、メーカーの技術者を招聘した装置講習会 (座学・実習) を実施することができ、0 次元検出器や 2 次元検出器などを用いた様々な測定についての知識や技能を習得することができた。これにより、様々な試料の測定・分析業務に対応できるようになり、設備の利用時間の増加につながった。本設備は装置内に多数の測定軸が設定されており、オフセット角がある試料の測定には非常に有効な機構が備わっている。また、オフセット角のない通常の試料に対しても、非対称面を利用した分析が可能であり、結晶構造に関する有益な情報を得ることができる。今回、このような機能を活用し薄膜試料の非対称面に対して分析を行ったので報告する。

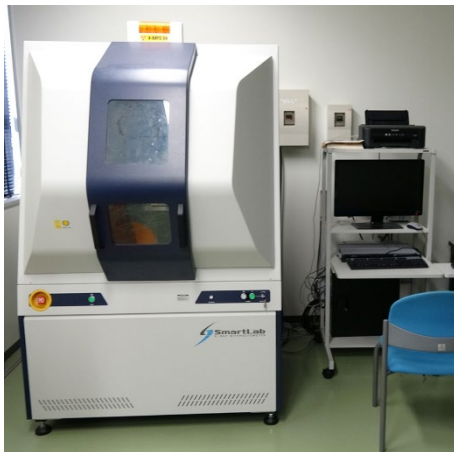


図 1 リガク Smart Lab 装置写真

## 2. Smart Lab について

Smart Lab は、株式会社リガクが製造・販売する「全自動多目的 X 線回折装置」である。ソフトウェア (Smart Lab Guidance) により最適な光学系ユニットの選択や測定条件の設定など、測定実行までの測

定シーケンスを自動的に行うことができるのが大きな特徴である。また、設備内には図に示す。 $\omega$  軸、 $2\theta$  軸、 $2\theta\chi$  軸、Z 軸、 $\Phi$  軸、 $\chi$  軸、Rx 軸、Ry 軸と多数の軸が設定されている。このため、結晶面と試料面が一致していない試料 (オフセット角がある試料) の測定では、非常に有効に機能する。また、オフセット角がない (または小さい) 試料に対しても非対称面を測定の対象とすることができ、試料分析における対応の幅を広げることができる。

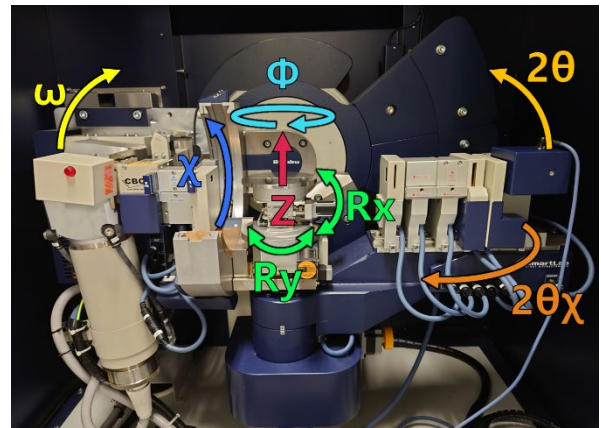


図 2 Smart Lab のゴニオメーター

## 3. 試料・測定について

測定に用いた試料は、10 mm×10 mm×0.5 mm の単結晶サファイアである。サファイアは、六方晶系に近似的に表現される。(正確には三方晶系の菱面体晶系に属する) この試料に対して、Out of Plane 測定を実施した。具体的には、 $2\theta/\omega$  Scan、 $\omega$  Scan、 $\Phi$  Scan、逆格子マップ測定、極点測定である。また、測定対象の面は、(0012)、および (024) とした。なお、検出器は 0 次元検出器を用いた。

## 4. 測定手順

試料の測定は、Smart Lab Guidance の「マクロ測定機能」を用いた。マクロ測定機能では、測定者が行いたい測定の順序を組み立てることが可能である。また、その他として、非対称面の測定を行うため「逆格子シミュレーション」を用いた。測定の手順としては、1.光学系調整、2.試料位置調整を実行した後、

3.逆格子シミュレーションを起動して非対称面を測定位置とするためにゴニオメーターを動かした。その後の4.ではロッキングカーブ予備測定内の機能である軸調整（逐次軸調整）を実行した。ここまでの操作を行った後、汎用測定、逆格子マップ測定、極点測定をセットし、各種測定を実施した。対称面に対しては、 $2\theta/\omega$  Scan、 $\omega$  Scan、逆格子マップ測定を実施した。また、非対称面に対しては、 $2\theta/\omega$  Scan、 $\omega$  Scan、逆格子マップ測定に加え、 $\Phi$  Scan、極点測定を実施した。

## 5. 測定結果

図3は、対称面の測定結果である。(A:  $2\theta/\omega$  Scan、B:  $\omega$  Scan、C:逆格子マップ測定)  $2\theta/\omega$  Scanで、サファイアの006および0012の鋭い回折を確認した。このうち0012に対して $\omega$  Scanを行った。軸立て調整を未調整であったため、FWHMは $3.8 \times 10^{-2} \text{deg}$ と少し広めの値となった。(高分解能光学系を用いることで半値幅は約半分になることを確認した。) 0012付近の逆格子マップ測定の結果は、図のようなものが得られたが、解析には耐えられない図となった。この原因については、受光側の分解能が悪いことが考えられる。このため、さらに受光側のスリットを絞る必要があることが示唆された。

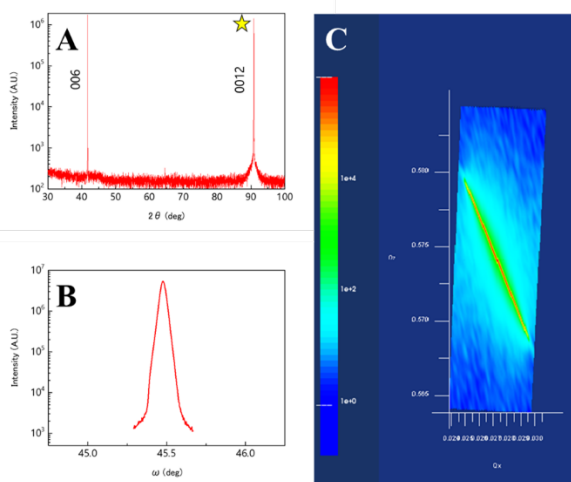


図3 対称面の測定結果

図4に、非対称面の測定結果を示した。(A:  $2\theta/\omega$  Scan、B:  $\omega$  Scan、C:  $\Phi$  Scan、D:逆格子マップ測定、E:極点測定) 逆格子シミュレーションによりゴニオメーターを移動した後、軸調整を行った。このため、いずれの結果においても非常に鋭い回折パターンが得られた。 $2\theta/\omega$  Scanにおいて確認された024面に対して $\omega$  Scanを行った。FWHMは $6.1 \times 10^{-3} \text{deg}$ であった。 $\Phi$  Scanでは、0.0deg、118.3deg、240.0degに

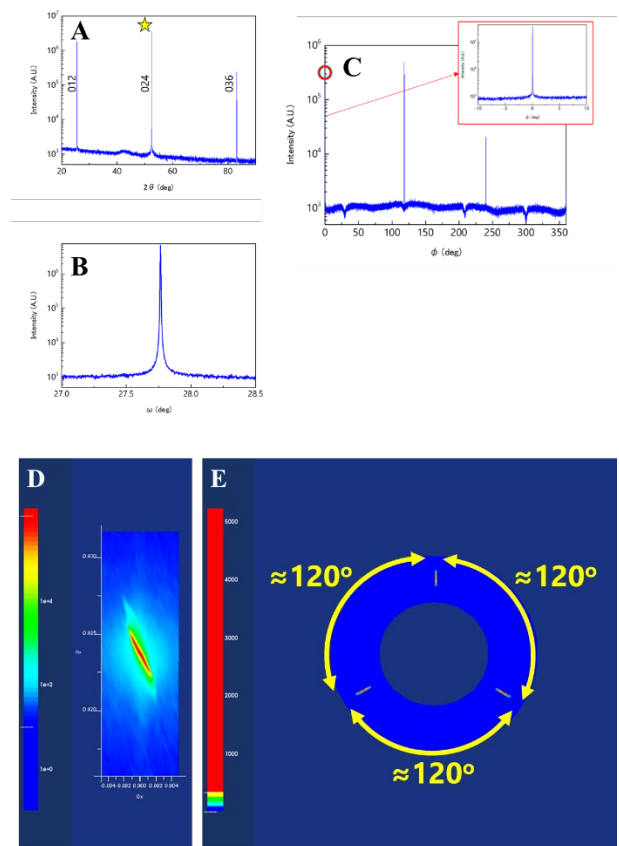


図4 非対称面の測定結果

鋭い回折パターンを確認した。

また、逆格子マップにおける測定では、高分解能光学系を用いて受光側スリットを対称面測定時より絞ったが、まだ不十分であり分解能の検討が必要であることが示唆された。極点測定においては、約120deg 間隔で等価の面が存在している事がわかり、 $\Phi$ Scanの結果を支持できる結果が得られた。

## 6. まとめ

Smart Labの機能を活用して薄膜試料の非対称面に対しての測定・分析を実施した。今回、用いた単結晶サファイア基板は、非常に素性が良い試料であったため、逆格子マップ測定においては分解能を十分考慮して測定を行う必要があることが分かった。また、非対称面の回折を測定対象することで、Out of Plane測定だけでも、様々な測定を行うことができ十分な情報を得られる事がわかった。薄膜がデポされた実際の試料においても十分に解析ができる測定結果を得られる可能性があることが示唆された。

## 謝辞

本報告のデータを取得するにあたり、リガク「Smart Lab」を使用させていただきました。設備管理者である、金沢大学電子情報通信学系 川江准教授に感謝いたします。