

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6206901号
(P6206901)

(45) 発行日 平成29年10月4日(2017.10.4)

(24) 登録日 平成29年9月15日(2017.9.15)

(51) Int.Cl. F I
G O 1 N 23/205 (2006.01) G O 1 N 23/205 3 1 0

請求項の数 12 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2012-273064 (P2012-273064)	(73) 特許権者	504151365
(22) 出願日	平成24年12月14日(2012.12.14)		大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構
(65) 公開番号	特開2014-119294 (P2014-119294A)		茨城県つくば市大穂1番地1
(43) 公開日	平成26年6月30日(2014.6.30)	(74) 代理人	100121083
審査請求日	平成27年12月9日(2015.12.9)		弁理士 青木 宏義
特許法第30条第2項適用	第73回応用物理学会学術講演会予稿集(平成24年8月27日)第07-006頁に発表	(74) 代理人	100138391
			弁理士 天田 昌行
特許法第30条第2項適用	平成24年7月25~28日Hyatt Regency Kolkataにおいて開催されたThe 12th International Conference on Surface X-ray and Neutron Scatteringで発表	(74) 代理人	100132067
			弁理士 岡田 喜雅
		(74) 代理人	100150304
			弁理士 溝口 勉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 散乱強度分布の測定方法及び測定装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

X線源から放射されるX線を、試料の表面近傍において集束させるようにX線光学素子で反射させ、複数の光路を経て集束される単色化されたX線の各光路が、前記試料の表面である基準面に対してなす角度と、前記各光路が、前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対してなす角度との間に相関のある状態で、前記単色化されたX線を前記試料に対して前記各光路に応じて異なる視射角で一度に入射させ、

前記試料で散乱される前記単色化されたX線の散乱強度を2次元検出器で検出し、

前記2次元検出器で検出される散乱強度分布及び前記相関に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出することを特徴とする散乱強度分布の測定方法。

10

【請求項2】

前記相関のある状態とは、前記X線の伝播される面が、前記基準面、及び前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対して任意の角度で傾斜された状態であることを特徴とする請求項1に記載の散乱強度分布の測定方法。

【請求項3】

前記X線源、前記X線光学素子、及び前記試料を、同一の円周に沿って配置することを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の散乱強度分布の測定方法。

【請求項4】

前記X線として特性X線を用いることを特徴とする請求項1から請求項3のいずれかに記載の散乱強度分布の測定方法。

20

【請求項 5】

前記 X 線光学素子として 2 重湾曲結晶を用いることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれかに記載の散乱強度分布の測定方法。

【請求項 6】

前記 2 次元検出器で検出された散乱強度分布を前記相関に基づいて座標変換することにより、前記逆格子空間での散乱強度分布を算出することを特徴とする請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の散乱強度分布の測定方法。

【請求項 7】

X 線源と、

前記 X 線源から放射される X 線を、試料の表面近傍において集束させるように反射させ、前記試料に対して異なる視射角で単色化された X 線を一度に入射させる X 線光学素子と、

10

前記試料で散乱される前記単色化された X 線の散乱強度を検出する 2 次元検出器と、

前記 2 次元検出器で検出される散乱強度分布に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出する演算部と、を備え、

複数の光路を経て集束される前記単色化された X 線の各光路が、前記試料の表面である基準面に対してなす角度と、前記各光路が、前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対してなす角度との間に相関のある状態で、前記単色化された X 線を前記試料に入射させ、前記散乱強度分布及び前記相関に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出することを特徴とする測定装置。

20

【請求項 8】

前記相関のある状態とは、X 線束の伝播される面が、前記基準面、及び前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対して任意の角度で傾斜された状態であることを特徴とする請求項 7 に記載の測定装置。

【請求項 9】

前記 X 線源、前記 X 線光学素子、及び前記試料は、同一の円周に沿って配置されることを特徴とする請求項 7 又は請求項 8 に記載の測定装置。

【請求項 10】

前記 X 線源は、前記 X 線として用いられる特性 X 線を発生可能に構成されたことを特徴とする請求項 7 から請求項 9 のいずれかに記載の測定装置。

30

【請求項 11】

前記 X 線光学素子は、2 重湾曲結晶であることを特徴とする請求項 7 から請求項 10 のいずれかに記載の測定装置。

【請求項 12】

前記演算部は、前記 2 次元検出器で検出された散乱強度分布を前記相関に基づいて座標変換することにより、前記逆格子空間での散乱強度分布を算出することを特徴とする請求項 7 から請求項 11 のいずれかに記載の測定装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

40

本発明は、試料に X 線を照射して逆格子空間での散乱強度分布を測定する散乱強度分布の測定方法及び測定装置に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、一般的な結晶材料とは異なる物性を示す量子井戸構造の研究が盛んに行われている。例えば、半導体薄膜が積層された超格子半導体は、層の周期（厚さ）や原子の種類などに応じて異なるバンド構造を示すので、様々なデバイスへの応用が期待されている。また、3 次元的な量子閉じ込め構造である量子ドットは、状態密度（Density of states）が離散化されて特定の状態に集中されるので、理論的には極めて高効率なレーザー媒質を実現可能である。このような量子井戸構造の物性は、結晶格子の周期や乱れ具合などに

50

応じて大きく変動されるので、その評価の際には、結晶格子に関する精度の高い情報を取得する必要がある。

【0003】

結晶格子の規則性を評価するために、試料にX線（エックス線）を照射して逆格子空間での散乱強度分布を測定する方法が用いられている。逆格子マッピング（reciprocal space mapping）、又は逆格子マップ（reciprocal space map）と呼ばれるこの方法では、逆格子点近傍におけるX線の散乱強度をマッピングして散乱能の分布を得る。理想的な結晶構造では、逆格子点においてのみX線の回折強度は強くなるが、結晶格子に乱れがある場合には、逆格子点から離れた位置にも有意の散乱能が現れる。

【0004】

逆格子マッピングの基本的な考え方について説明する。まず、実空間と逆格子空間との関係について簡単に説明する。図6は、2次元結晶における実空間と逆格子空間との関係を示す模式図である。図6Aでは、原子A1～A4による結晶格子が示されている。この結晶格子において、例えば、100面の面間隔は d_{100} であり、010面の面間隔は d_{010} であり、110面の面間隔は d_{110} である。

【0005】

図6Aの結晶格子を逆格子空間に変換すると、図6Bのようになる。逆格子空間は、実空間のフーリエ変換に対応しており、逆格子点は実空間における結晶格子の情報を含んでいる。例えば、図6Bに示すように、逆格子空間の原点Oと、ある逆格子点との距離は、対応する結晶面の面間隔の逆数に相当する。具体的には、逆格子空間の原点Oと、100点との距離は、100面の面間隔 d_{100} の逆数 $1/d_{100}$ に相当し、逆格子空間の原点Oと、010点との距離は、010面の面間隔 d_{010} の逆数 $1/d_{010}$ に相当する。

【0006】

図7は、逆格子点とエヴァルト球との関係を示す模式図である。図7では、3次元結晶に対応する逆格子空間を、 q_x 軸及び q_z 軸を含む平面に垂直な q_y 軸（不図示）方向から見た様子を示している。図7において、 K_0 ベクトルは結晶構造に入射された入射X線の波数ベクトルを示し、 K ベクトルは結晶構造で散乱された散乱X線の波数ベクトルを示す。また、図7において、規則的に配列された複数の白抜き丸印は逆格子点を示している。

【0007】

結晶格子に乱れない理想的な結晶構造によるX線の散乱強度は、X線の波長（ λ ）の逆数の2倍の半径（ $2/\lambda$ ）を有するエヴァルト球 E_0 の球面上に逆格子点が存在する条件で強くなる。この場合、X線は、エヴァルト球 E_0 の中心からエヴァルト球 E_0 の球面上に位置する逆格子点を投影して得られる投影パターンで散乱される。結晶格子に乱れがある場合、その乱れの程度に応じて、逆格子点以外でも散乱強度は強くなる。このため、逆格子マッピングにより散乱強度の分布を得ることで、結晶格子の規則性を評価できる。

【0008】

具体的には、例えば、試料内に間隔の異なる複数の結晶格子が混在し、 q_z 軸上の逆格子点のエヴァルト球上にある場合には、原点と逆格子点とを結ぶ直線（図7の q_z 軸方向）に沿って散乱能が現れる。また、試料内において傾きの異なる複数の結晶面（格子面）が混在する場合には、逆格子空間において原点と逆格子点とを結ぶ直線と直交する方向（図7の q_x 軸方向）に散乱能が現れる。このように、散乱能の分布を確認することで、結晶格子の規則性を評価できる。

【0009】

逆格子マッピングでは、通常、対象となる逆格子点の近傍におけるX線の散乱強度分布が測定される。図8は、逆格子マッピングに用いられる測定装置の例を示す模式図である。図8に示す測定装置2において、X線源201から放射されてモノクロメータ202を通過した単色（単一波長）のX線は、視射角（入射角の余角） θ で試料203に入射され

10

20

30

40

50

る。試料 203 において散乱された X 線は、コリメータ 204 を通じて検出器 205 に入射する。コリメータ 204 は、試料から 2 方向に散乱される X 線のみを選択的に検出器 205 へと導く。

【0010】

測定装置 2 を用いる逆格子マッピングの測定モードの一例として スキャンがある。スキャンでは、2 を所定の値に固定した状態で を変化させ、 方向の散乱強度分布をスキャンする。この 方向のスキャンにより、逆格子空間において原点と逆格子点とを結ぶ直線と略直交する方向（図 7 の $q'x$ 軸方向）の散乱能の分布が検出される。ある 2 についての 方向のスキャンが終了すると、2 の値を僅かに変えて再び 方向のスキャンを行う。異なる 2 の値を選ぶことは、逆格子空間の qz 軸に沿って異なる qz の位置を選択することと同等の意味を持つ。このように、2 の値を異ならせては 方向のスキャンを繰り返すことにより、 $qx - qz$ 面内の領域 RSM 内の散乱能分布、すなわち逆格子マップに相当する 2 次元散乱強度分布が得られる。

10

【0011】

測定モードの他の例としては、 -2 スキャンがある。この測定モードでは、 の変化量 と 2 の変化量（2）とが、常に $1:2$ の関係を満たすように散乱強度分布をスキャンする。また、 の初期値 q_0 を異ならせては上記スキャンを繰り返す。 $1:2$ を満たすスキャンは、逆格子空間の任意の点と原点とを通る直線方向の散乱能分布を測定することに相当する。 q_0 を異ならせることは、 qx 軸上の異なる位置を指定することに相当する。このため、 q_0 を異ならせては -2 のスキャンを繰り返すことで、図 7 の領域 RSM 内での散乱能分布を測定できる。

20

【0012】

図 9 は、逆格子マッピングに用いられる測定装置の別の例を示す模式図である。図 9 に示す測定装置 3 においても、X 線源 301 から放射されてモノクロメータ 302 を通過した単色の X 線は、視射角 で試料 303 に入射される。試料 303 において散乱された X 線は、1 次元検出器 305 に入射する。1 次元検出器 305 は、広い散乱角（2 方向）を一度に測定できるように構成されている。このため、この測定装置 3 を用いる逆格子マッピングでは、2 方向のスキャンは不要となる。

【先行技術文献】

【特許文献】

30

【0013】

【特許文献 1】特開平 7 - 98286 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0014】

ところで、図 8 に示す測定装置を用いる散乱強度分布の測定方法では、視射角方向（方向）及び散乱角方向（2 方向）のスキャンが必要である。また、図 9 に示す測定装置を用いる散乱強度分布の測定方法では、少なくとも、視射角方向（方向）のスキャンを行って、視射角（）の値が異なる複数の条件で散乱強度を測定する必要がある。このため、一つの散乱強度分布を得るのに長時間（代表的には、数分～数時間）を要してしまうという問題があった。

40

【0015】

本発明はかかる点に鑑みてなされたものであり、逆格子空間での散乱強度分布を短時間に測定可能な散乱強度分布の測定方法及び測定装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0016】

本発明の散乱強度分布の測定方法は、X 線源から放射される X 線を、試料の表面近傍において集束させるように X 線光学素子で反射させ、複数の光路を経て集束される単色化された X 線の各光路が、前記試料の表面である基準面に対してなす角度と、前記各光路が、前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対してなす角度との間

50

に相関のある状態で、前記単色化されたX線を前記試料に対して前記各光路に応じて異なる視射角で一度に入射させ、前記試料で散乱される前記単色化されたX線の散乱強度を2次元検出器で検出し、前記2次元検出器で検出される散乱強度分布及び前記相関に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出することを特徴とする。

【0017】

この構成によれば、所定の相関を有する状態の単色X線を試料に対して異なる視射角で一度に入射させ、試料で散乱される単色X線の散乱強度を2次元検出器で検出するので、視射角方向（方向）及び散乱角方向（2方向）のスキャンがいずれも不要となる。すなわち、所定の相関を有する状態の単色X線を試料に対して異なる視射角で一度に入射させることで、視射角が異なる複数の条件に相当する散乱を一度に生じさせることができるので、2次元検出器により、視射角及び散乱角の値が異なる複数の条件に相当する散乱を一度に検出できる。よって、2次元検出器で検出される散乱強度分布及び相関に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出できる。すなわち、視射角方向（方向）及び散乱角方向（2方向）のスキャンを行わずに済むので、逆格子空間での散乱強度分布を短時間に測定可能である。

10

【0018】

本発明の散乱強度分布の測定方法において、前記相関のある状態とは、前記X線の伝播される面が、前記基準面、及び前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対して任意の角度で傾斜された状態であることが好ましい。この構成によれば、視射角及び散乱角の値が異なる複数の条件に相当する散乱を一度に生じさせ、X線束の基準面に対する傾斜に基づき逆格子空間での散乱強度分布を算出できる。

20

【0019】

本発明の散乱強度分布の測定方法において、前記X線源、前記X線光学素子、及び前記試料を、同一の円周に沿って配置することが好ましい。この構成によれば、X線源から放射されるX線を、X線光学素子で集束させて試料に適切に入射させることができる。

【0021】

本発明の散乱強度分布の測定方法において、前記X線として特性X線を用いることが好ましい。この構成によれば、シンクロトロン放射などによる白色X線を用いる場合と比較してX線源の構成は簡略化され、散乱強度分布の測定に係るコストを低減できる。また、シンクロトロン放射などによる白色X線を用いる場合のように、測定に係る装置を大型化させずに済む。

30

【0022】

本発明の散乱強度分布の測定方法において、前記X線光学素子として2重湾曲結晶を用いることが好ましい。この構成によれば、単色X線を試料に対して異なる視射角で一度に入射させることが容易になる。

【0023】

本発明の散乱強度分布の測定方法において、前記2次元検出器で検出された散乱強度分布を前記相関に基づいて座標変換することにより、前記逆格子空間での散乱強度分布を算出することが好ましい。

【0024】

本発明の測定装置は、X線源と、前記X線源から放射されるX線を、試料の表面近傍において集束させるように反射させ、前記試料に対して異なる視射角で単色化されたX線を一度に入射させるX線光学素子と、前記試料で散乱される前記単色化されたX線の散乱強度を検出する2次元検出器と、前記2次元検出器で検出される散乱強度分布に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出する演算部と、を備え、複数の光路を経て集束される前記単色化されたX線の各光路が、前記試料の表面である基準面に対してなす角度と、前記各光路が、前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対してなす角度との間に相関のある状態で、前記単色化されたX線を前記試料に入射させ、前記散乱強度分布及び前記相関に基づいて、逆格子空間での散乱強度分布を算出することを特徴とする。

40

50

【0025】

この構成によれば、所定の相関を有する状態の単色X線を試料に対して異なる視射角で一度に入射させ、試料で散乱される単色X線の散乱強度を2次元検出器で検出するので、視射角方向（方向）及び散乱角方向（2方向）のスキャンがいずれも不要となる。よって、逆格子空間での散乱強度分布を短時間に測定可能である。

【0026】

本発明の測定装置において、前記相関のある状態とは、X線束の伝播される面が、基準面、及び前記各光路の中央に位置する光路と前記基準面の垂線とを含む面に対して任意の角度で傾斜された状態であることが好ましい。この構成によれば、X線束は基準面に対して斜めに入射されるので、視射角及び散乱角の値が異なる複数の条件に相当する散乱を一度に生じさせ、X線束の基準面に対する傾斜に基づき逆格子空間での散乱強度分布を算出できる。

10

【0027】

本発明の測定装置において、前記X線源、前記X線光学素子、及び前記試料は、同一の円周に沿って配置されることが好ましい。この構成によれば、X線源から放射されるX線を、X線光学素子で集束させて試料に適切に入射させることができる。

【0029】

本発明の測定装置において、前記X線源は、前記X線として用いられる特性X線を発生可能に構成されたことが好ましい。この構成によれば、シンクロトロン放射などによる白色X線を用いる場合と比較してX線源の構成は簡略化され、測定装置の製造コストを低減できる。

20

【0030】

本発明の測定装置において、前記X線光学素子は、2重湾曲結晶であることが好ましい。この構成によれば、単色X線を試料に対して異なる視射角で一度に入射させることが容易になる。

【0031】

本発明の測定装置において、前記演算部は、前記2次元検出器で検出された散乱強度分布を前記相関に基づいて座標変換することにより、前記逆格子空間での散乱強度分布を算出することが好ましい。

【発明の効果】

30

【0032】

本発明によれば、逆格子空間での散乱強度分布を短時間に測定可能な散乱強度分布の測定方法及び測定装置を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法に用いられる測定装置の構成例を示す模式図である。

【図2】2重湾曲結晶の構成例を示す模式図である。

【図3】試料に入射される単色X線について説明するための模式図である。

【図4】所定の相関を有する単色X線を、各々の光路に対応して異なる視射角で試料に入射させ、散乱されたX線が2次元検出器に入射する様子を示す模式図である。

40

【図5】本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法で超格子構造を有する試料を測定した場合に得られる散乱強度分布を示す模式図である。

【図6】実空間と逆格子空間との関係を示す模式図である。

【図7】逆格子点とエヴァルト球との関係を示す模式図である。

【図8】逆格子マッピングに用いられる測定装置の構成例を示す模式図である。

【図9】逆格子マッピングに用いられる測定装置の別の構成例を示す模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0034】

以下、図面を参照して、本発明の一実施の形態に係る逆格子空間での散乱強度分布の測

50

定方法、及び測定装置について説明する。なお、以下においては、本発明を説明するために簡略化された測定装置について説明するが、通常の測定装置が備える構成は不足なく備えるものとする。

【0035】

図1は、本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法に用いられる測定装置1の構成例を示す模式図である。測定装置1は、X線を放射するX線源101と、X線源101から放射されたX線のうち、単一波長のX線（以下、単色X線）のみを反射させて試料SAに入射させる2重湾曲結晶（X線光学素子）102と、試料SAで散乱された単色X線を検出する2次元検出器103とを備えている。X線源101と2重湾曲結晶102との間の位置、及び2重湾曲結晶102と試料SAとの間の位置には、試料SAに入射される単色X線に所定の相関を持たせるためのスリットSL1, SL2がそれぞれ配置されている。

10

【0036】

X線源101及び2重湾曲結晶102は、試料SAと共に同一の円（ローランド円）C1の円周上に配置されている。2重湾曲結晶102は、後述するように所定の曲率半径で湾曲されており、X線を単色化する単色化機能と、ローランド円C1を含む平面に対する平行方向及び垂直方向にX線を集束させる集束機能（集光機能）とを有している。これらの機能により、X線源101から放射されてスリットSL1を通過したX線は、2重湾曲結晶102で反射、単色化され、スリットSL2を通過してローランド円C1上の試料SAに集束される。なお、本実施の形態では、2重湾曲結晶102を用いる構成例について説明するが、X線の集束機能を有する他のX線光学素子を用いても良い。また、X線の単色化機能は、他の構成で実現されても良い。

20

【0037】

2次元検出器103は、試料SAでの単色X線の散乱を検出可能な任意の位置に配置されており、試料SAで散乱された単色X線の一部は2次元検出器103に入射される。なお、2次元検出器103は、試料SAからの距離が、X線源101から2重湾曲結晶102までの距離（代表的には、5cm～100cm）の0.3倍～5倍となる位置に配置するのが好ましい。または、例えば、X線源101から2次元検出器103までの距離が2m以内となるように2次元検出器103を配置しても良い。このような配置により、測定装置1の規模を小さく抑え、必要とされる測定分解能を容易に得ることができる。

30

【0038】

X線源101は、陰極で発生される熱電子を対陰極（陽極）に衝突させてX線を発生させるX線管（不図示）を備えている。このX線管は、対陰極に用いられる金属に対応する特性X線（K線, K線）を発生させる。X線管から放射されるX線には、特性X線の他に、バックグラウンドとしての白色X線が含まれている。白色X線は、単結晶や多層膜などで構成されるモノクロメータを通じて除去される。一般に、X線管の対陰極には、銅（Cu）、モリブデン（Mo）、又は銀（Ag）が使用されており、測定には、そのK線（CuK線, MoK線, AgK線）が用いられる。

【0039】

X線源101から放射される特性X線（代表的には、K線）の進行方向には、スリットSL1が配置されている。スリットSL1は、試料SAに入射される単色X線に所定の相関を持たせるように、ローランド円C1を含む平面に対して傾けて配置されている。このため、X線源101から放射されたX線は、所定の面内方向に放射される成分のみがスリットSL1を通過され、後方の2重湾曲結晶102に入射される。具体的には、スリットSL1は、ローランド円C1を含む平面に対して傾斜された所定の面内方向に放射されるX線のみを通過させる。なお、2重湾曲結晶102と試料SAとの間に配置されるスリットSL2によってバックグラウンドの強度を十分低く保てる場合には、必ずしもスリットSL1を用いなくても良い。

40

【0040】

図2は、2重湾曲結晶102の構成例（ヨハン型）を示す模式図である。図2においては、2重湾曲結晶102の反射面S1を正面から見た正面図に加え、ローランド円C1を

50

含む平面に垂直な方向から見た平面図、及び右側面図を併せて示している。図 2 に示すように、2 重湾曲結晶 1 0 2 は、平板状の結晶を、ローランド円 C 1 を含む平面に平行な第 1 の方向 D 1、及びローランド円 C 1 を含む平面に垂直な第 2 の方向 D 2 に、所定の曲率半径で湾曲させた形状を有している。

【 0 0 4 1 】

2 重湾曲結晶 1 0 2 の格子面は、第 1 の方向 D 1 において、ローランド円 C 1 (半径は R) の 2 倍の半径の円 C 2 (半径は 2 R) に沿って湾曲されている。すなわち、2 重湾曲結晶 1 0 2 の格子面は、第 1 の方向 D 1 において、2 R の曲率半径で湾曲されている。これにより、2 重湾曲結晶 1 0 2 には、ローランド円 C 1 を含む平面に平行な方向の集束機能が与えられている。また、2 重湾曲結晶 1 0 2 の格子面は、第 2 の方向 D 2 において、半径が $2 R \sin^2 \theta$ (θ は、2 重湾曲結晶 1 0 2 を構成する単結晶のブラッグ角) の円 C 3 に沿って湾曲されている。すなわち、2 重湾曲結晶 1 0 2 の格子面は、第 2 の方向 D 2 において、 $2 R \sin^2 \theta$ の曲率半径で湾曲されている。これにより、2 重湾曲結晶 1 0 2 には、ローランド円 C 1 を含む平面に垂直な方向の集束機能が与えられている。ローランド円 C 1 上に配置される X 線源 1 0 1 から放射された X 線は、この 2 重湾曲結晶 1 0 2 の反射面 S 1 で反射されて、ローランド円 C 1 上の試料 S A に 2 次元的に (ローランド円 C 1 を含む平面に平行な方向及び垂直な方向に) 集束される。

【 0 0 4 2 】

この 2 重湾曲結晶 1 0 2 は、例えば、グラファイト、シリコン、ゲルマニウム、銅などの材料で構成されている。特に、シリコンによる 2 重湾曲結晶 1 0 2 は、欠陥が少なく容易に入手可能なので、性能の良い測定装置 1 を低コストに実現できる点で好ましい。

【 0 0 4 3 】

2 重湾曲結晶 1 0 2 で反射された単色 X 線の進行方向には、スリット S L 1 と同様のスリット S L 2 が配置されている。スリット S L 2 も、試料 S A に入射される単色 X 線に所定の相関を持たせるように、ローランド円 C 1 を含む平面に対して傾けて配置されている。このため、2 重湾曲結晶 1 0 2 で反射された単色 X 線は、所定の面内方向に放射される成分のみがスリット S L 2 を通過され、後方の試料 S A に入射される。なお、ローランド円 C 1 が定義されない測定装置では、スリット S L 2 は、所定の基準面 (例えば、図 3 に示す基準面 B 1、平面 V 1 など) に対して傾けて配置されていれば良い。

【 0 0 4 4 】

試料 S A に入射された単色 X 線は、試料 S A の結晶格子を構成する原子 (電子) で散乱される。散乱された X 線の一部は、2 次元検出器 1 0 3 に入射される。2 次元検出器 1 0 3 は、所定の面積を有する受光面 S 2 を備えており、単色 X 線の入射位置と強度との関係を検出できるように構成されている。この 2 次元検出器 1 0 3 により、所定の散乱方向の範囲における試料 S A からの X 線の散乱強度分布が検出される。検出された散乱強度分布は、測定装置 1 の演算部 (不図示) により座標変換され、逆格子空間での散乱強度分布が算出される。

【 0 0 4 5 】

図 1 に示すように、X 線源 1 0 1 から放射される X 線がスリット S L 1 に入射されると、スリット S L 1 は、ローランド円 C 1 に対して傾斜された面内方向に放射される X 線のみを通過させる。これにより、2 重湾曲結晶 1 0 2 の反射面 S 1 には、図 2 に示すように、第 1 の方向 D 1 及び第 2 の方向 D 2 に対してそれぞれ傾斜された第 3 の方向 D 3 に沿う直線状の X 線束が照射される。

【 0 0 4 6 】

上述のように、2 重湾曲結晶 1 0 2 は所定の曲率半径で湾曲されており、2 重湾曲結晶 1 0 2 で反射された単色 X 線は、スリット S L 2 を通じてローランド円 C 1 上の試料 S A に集束される。このため、2 重湾曲結晶 1 0 2 で反射されて試料 S A に入射される単色 X 線は、X 線源 1 0 1 からの経路に応じて異なる視射角 (入射角の余角) で試料 S A に入射されることになる。例えば、経路 P 1 で試料 S A に到達した単色 X 線は、視射角 θ_1 で試料 S A に入射され、経路 P 2 で試料 S A に到達した単色 X 線は、視射角 θ_2 で試料 S A

10

20

30

40

50

に入射される。

【 0 0 4 7 】

また、試料 S A に入射される単色 X 線は、スリット S L 1 , S L 2 を通じて所定の相関を付与されている。図 3 は、試料 S A に入射される単色 X 線について説明するための模式図である。図 3 に示すように、スリット S L 1 , S L 2 を通過されることで、X 線束の伝播されるビーム面 X 1 は、基準面 B 1 及び基準面 B 1 に垂直な平面 V 1 に対して任意の角度で傾斜された状態になっている。平面 V 1 は、代表的には、X 線の集束角の中央に位置する X 線の経路 P 3 と、基準面 B 1 に対する垂線 L 1 とを含む平面である。基準面 B 1 は、例えば、試料 S A において X 線回折に關与する格子面であるが、試料 S A の表面を基準面 B 1 としても良い。また、ローランド円 C 1 を含む平面を基準面 B 1 としても良い。

10

【 0 0 4 8 】

図 3 に示すように、X 線束の伝播されるビーム面 X 1 が傾斜されることで、基準面 B 1 及び平面 V 1 に対して垂直な平面 V 2 に投影された X 線束の投影パターン X 2 は、傾斜された直線状になる。つまり、投影パターン X 2 が基準面 B 1 に対してなす角度と、単色 X 線の進行方向が基準面 B 1 に対してなす角度（視射角 に相当）との間には、相関が与えられる。また、複数の経路を経て集束される X 線の各経路（例えば、経路 P 4 , P 5 ）が、基準面 B 1 に対してなす角度（視射角 4 , 5 に相当）と、各経路が、各経路の中央に位置する経路 P 3 と基準面 B 1 の垂線 L 1 とを含む面に対してなす角度（角度 4 , 5 に相当）との間には、相関が与えられる。このような相関を付与することで、後の座標変換を適切に行うことが可能になる。

20

【 0 0 4 9 】

なお、ここでは、スリット S L 2 を直線状として、X 線束に直線状（一次）の相関を付与しているが、スリット S L 2 は直線状に限られない。例えば、スリット S L 2 を放物線状にして、2 次の相関を付与しても良い。少なくとも、X 線束のビーム面 X 1 が、基準面 B 1 に対して平行又は垂直でなければ良い。例えば、平面 V 1 に対するビーム面 X 1 の傾斜角は、 $5^{\circ} \sim 85^{\circ}$ とすることが可能であり、 $15^{\circ} \sim 75^{\circ}$ とすると好ましい。

【 0 0 5 0 】

このように、所定の相関を有する単色 X 線を異なる視射角 で試料 S A に入射させると、視射角 の異なる複数の条件に相当する散乱を一度に生じさせることができる。試料 S A で散乱された X 線は、視射角 と散乱角 2 に応じて、試料 S A の後方に配置される 2 次元検出器 1 0 3 の異なる位置に入射される。このため、この散乱を 2 次元検出器 1 0 3 で一度に検出させることで、視射角方向（ 方向）のスキャンは不要になる。2 次元検出器 1 0 3 は、広い散乱角 2 についても一度に測定できるように構成されているので、散乱角方向（ 2 方向）のスキャンも不要である。

30

【 0 0 5 1 】

図 4 は、上述した所定の相関を有する単色 X 線を、各々の光路に対応して異なる視射角 で試料 S A に入射させ、散乱された X 線が 2 次元検出器に入射する様子を示す模式図である。図 4 では、逆格子空間及び実空間の様子を模式的に示している。試料 S A としては、超格子構造を有する半導体を想定する。図 4 の左側に示す逆格子空間において、散乱波の波数ベクトルの終端が、原点 O から q z 方向に延びるロッド部分 R に位置付けられると、X 線の散乱強度は強くなる。より詳細には、エヴァルト球とロッド部分 R とが交わる条件で、X 線の散乱強度は強くなる。

40

【 0 0 5 2 】

図 4 では、視射角 H 、 M 、 L で試料 S A に入射された X 線の波数ベクトルを、それぞれ、 K_{0H} 、 K_{0M} 、 K_{0L} で示している。エヴァルト球とロッド部分 R とが交わる条件で X 線の散乱強度は強くなるので、試料 S A に入射された X 線 K_{0H} 、 K_{0M} 、 K_{0L} の散乱強度は、エヴァルト球とロッド部分 R とが交わる領域 R_H 、 R_M 、 R_L において強くなる。ロッド部分 R の中心線（つまり、q z 軸）及びエヴァルト球の交点と、 K_{0H} 、 K_{0M} 、 K_{0L} の始点とを結ぶベクトルを、それぞれ K_{HH} 、 K_{HM} 、 K_{HL} とすると

50

、 K_{0H} と K_{HH} とを含む面、 K_{0M} と K_{HM} を含む面、 K_{0L} と K_{HL} とを含む面（散乱面）は、互いに傾いている。

【0053】

図4の右側に示す実空間において、散乱されたX線は、2次元検出器103に入射される。試料SAに対して K_{0H} 、 K_{0M} 、 K_{0L} で入射されたX線は、 K'_{HH} 、 K'_{HM} 、 K'_{HL} で表される方向を中心に散乱され、2次元検出器103において楕円で表される領域 R'_H 、 R'_M 、 R'_L に投影される。このとき、逆格子空間においてロッド部分Rの中心線（qz軸）に沿う点 C_H 、 C_M 、 C_L は、2次元検出器103において C'_H 、 C'_M 、 C'_L として記録される。また、qx - qy平面に対して平行なロッド部分Rの断面においてqxに平行な方向の端点 P_H 、 P_L は、2次元検出器103において P'_H 、 P'_L として記録される。

10

【0054】

2次元検出器103において、 C'_H 、 C'_M 、 C'_L を含む直線上の強度分布は、逆格子空間で C_H 、 C_M 、 C_L を含む直線の散乱強度（すなわちqz軸方向の散乱強度）を反映している。また、2次元検出器103において、 P'_H 、 C'_M 、 P'_L を含む直線上の強度分布は、逆格子空間で P_H 、 C_M 、 P_L を含む直線の散乱強度（すなわちqx軸方向の散乱強度）を反映している。このため、 C'_H 、 C'_M 、 C'_L を含む直線方向（Qz軸）及び P'_H 、 C'_M 、 P'_L を含む直線方向（Qx軸）を、それぞれqz軸及びqx軸に座標変換することで、逆格子空間のqx - qz面内における散乱強度分布を得ることができる。つまり、方向及び2方向のスキャンを行うことなく、逆格子空間のqx - qz面内における散乱強度分布を測定できる。

20

【0055】

図5は、本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法で超格子構造を有する試料を測定した場合に得られる散乱強度分布の測定結果を示す図であり、GaAs基板上にAlAs/GaAs超格子構造が形成された試料の散乱強度分布を示している。ここでは、単色X線として、X線源101を50kV、60mAの条件で運転して得られるCuK₁特性X線を用い、2次元検出器103として、スイスDECTRIS社製PILATUS100Kを用いた。図5Aは、上述した方法で検出された2次元検出器103上の散乱強度分布を示し、図5Bは、座標変換された散乱強度分布を示す。図5Aの縦軸及び横軸は、2次元検出器103のピクセル位置を示し、図5Bの縦軸及び横軸は、移行運動量qz及びqx（単位は共に \AA^{-1} ）を示している。試料SAに照射される単色X線において、ローランド円を含む面内方向の集束角度（集光角度）は小さい（例えば、 $\pm 2^\circ$ 程度）。このため、上述の方法で得られた図5Aの散乱強度分布は、逆格子空間におけるqx - qz平面内の散乱能として近似できる。図5に示す測定結果は、僅か10秒程度の測定時間で得られたものである。このように、本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法によって、逆格子空間での散乱強度分布を短時間に測定できるのが分かる。

30

【0056】

2次元検出器103で検出される散乱強度分布の座標系と、逆格子空間における散乱強度分布の座標系とは対応している。具体的には、逆格子空間におけるqx方向は、図5AのQx方向に相当し、逆格子空間におけるqz方向は、図5AのQz方向に相当する。このため、Qx及びQzを、それぞれqx及びqzに座標変換することで、図5Bに示す逆格子空間の散乱強度分布を得ることができる。この対応関係は、単色X線に与えられる相関に依存するので、例えば、測定装置1の演算部（不図示）において相関に基づいて、座標変換を行うことができる。

40

【0057】

以上のように、本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法及び測定装置では、複数の光路を経て集束されるX線の各光路が、基準面に対してなす角度と、各光路が、各光路の中央に位置する光路と基準面の垂線とを含む面に対してなす角度との間に相関のある状態で単色X線を試料に対して異なる視射角で一度に入射させ、試料SAで散乱される単色X線の散乱強度を2次元検出器103で検出するので、視射角方向（方向）及び散乱角

50

方向（2 方向）のスキャンがいずれも不要となる。すなわち、単色 X 線を試料 S A に対して異なる視射角 で一度に入射させることで、視射角 が異なる複数の条件に相当する散乱を一度に生じさせることができるので、2 次元検出器 1 0 3 により、視射角 及び散乱角 2 の値が異なる複数の条件に相当する散乱を一度に検出できる。よって、逆格子空間での散乱強度分布を短時間に測定できる。

【 0 0 5 8 】

また、本実施の形態に係る散乱強度分布の測定方法及び測定装置では、X 線源 1 0 1、2 重湾曲結晶（X 線光学素子）1 0 2、及び試料 S A を、ローランド円 C 1 に沿って配置するので、X 線源 1 0 2 から放射される単色 X 線を、2 重湾曲結晶 1 0 2 を介して試料 S A に適切に入射させることができる。また、単色 X 線として特性 X 線を用いるので、シンククロトン放射などによる白色 X 線を用いる場合と比較して X 線源 1 0 1 の構成は簡略化され、散乱強度分布の測定に係るコストを低減できる。また、単色 X 線を反射、集束させるための X 線光学素子として 2 重湾曲結晶 1 0 2 を用いるので、単色 X 線を試料 S A に対して異なる視射角 で一度に入射させることが容易である。

10

【 0 0 5 9 】

なお、本発明は上記実施の形態に限定されず、種々変更して実施することができる。例えば、上記実施の形態では、測定装置 1 の備える演算部で座標変換が行われる方法及び構成を例示しているが、例えば、外部の演算装置で座標変換を行わせるようにしても良い。2 次元検出器で検出された散乱強度分布を直接利用できる場合などには、必ずしも座標変換を行わせる必要はない。なお、これら場合には、測定装置 1 の演算部は省略可能である。

20

【 0 0 6 0 】

また、上記実施の形態では、X 線源 1 0 1 として X 線管を備える構成を例示しているが、X 線源 1 0 1 の構成は特に限定されない。例えば、X 線源 1 0 1 は別の X 線源から射出された X 線を何らかの方法により点状又は線状に集光した二次的 X 線源でもよい。同様に、実施の形態において説明した X 線の集束機能を備えていれば、X 線光学素子の構成も特に限定されない。例えば、2 重湾曲結晶 1 0 2 の代わりに、1 重湾曲結晶の湾曲方向に対して垂直な方向にさらにひねりを加えた結晶（bent-twisted 結晶）などを用いても良い。ローランド円 C 1 が定義されない測定装置 1 においては、少なくとも、試料 S A の回折に關与する格子面（基準面 B 1）と X 線の光路とのなす角度と、平面 V 1 と X 線の光路とのなす角度との間に相関があり、試料 S A の表面に向かって集束機能（集光機能）を有する X 線光学素子を用いれば良い。

30

【 0 0 6 1 】

また、線状の X 線源、モノクロメータ結晶、及び線状の X 線源を垂直方向に収束させる扇状の多重スリット又はキャピラリーチューブを用いる測定装置においても、試料 S A の回折に關与する格子面（基準面 B 1）と X 線の光路とのなす角度と、平面 V 1 と X 線の光路とのなす角度との間に相関のある X 線ビームを形成して同様の測定が可能である。また、上記実施の形態における各構成の配置、大きさ、形状などは適宜変更して実施することが可能である。その他、本発明は、適宜変更して実施できる。

40

【産業上の利用可能性】

【 0 0 6 2 】

本発明は、例えば、試料に X 線を照射して逆格子空間での散乱強度分布を測定する際に有用である。

【符号の説明】

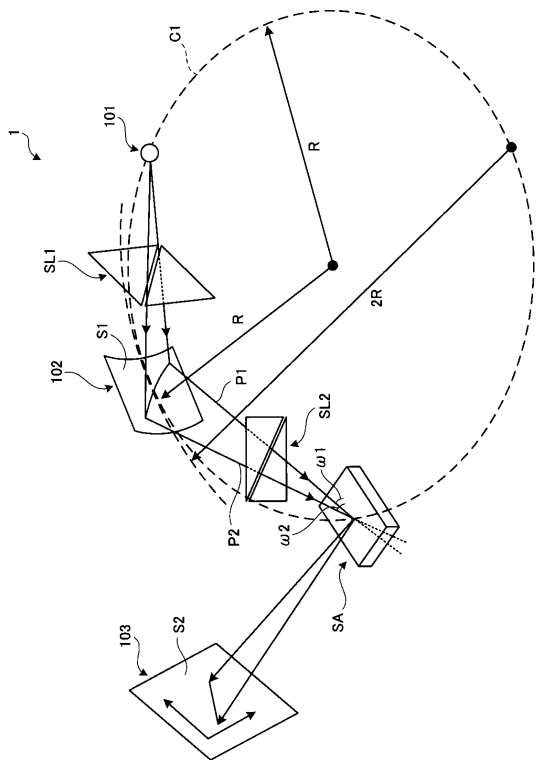
【 0 0 6 3 】

- 1 測定装置
- 1 0 1 X 線源
- 1 0 2 2 重湾曲結晶（X 線光学素子）
- 1 0 3 2 次元検出器
- A 1 , A 2 , A 3 , A 4 原子

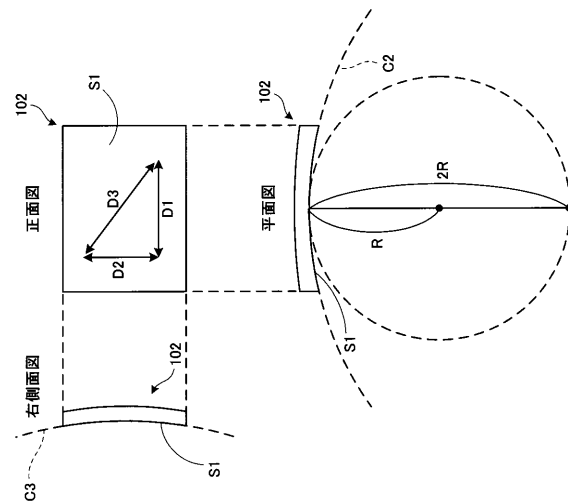
50

- B 1 基準面
- C 1 ローランド円 (円)
- C 2 , C 3 円
- D 1 第 1 の方向
- D 2 第 2 の方向
- D 3 第 3 の方向
- P 1 , P 2 経路
- R 1 , R 2 範囲
- S 1 反射面
- S 2 受光面
- S A 試料
- S L 1 , S L 2 スリット
- V 1 , V 2 平面
- X 1 ビーム面
- 2 散乱角
- , 1 , 2 視射角

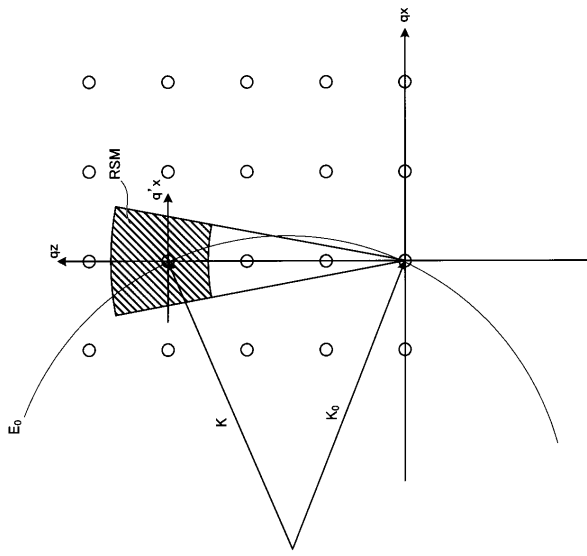
【 図 1 】



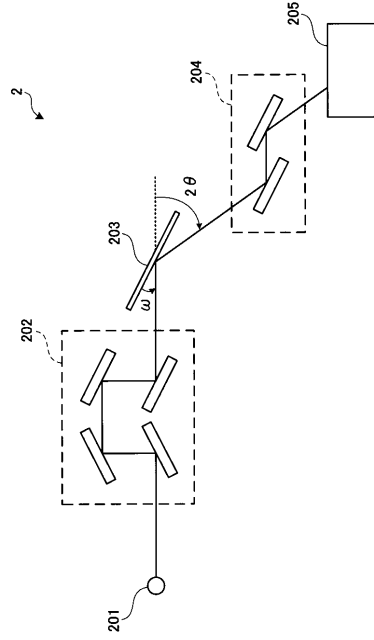
【 図 2 】



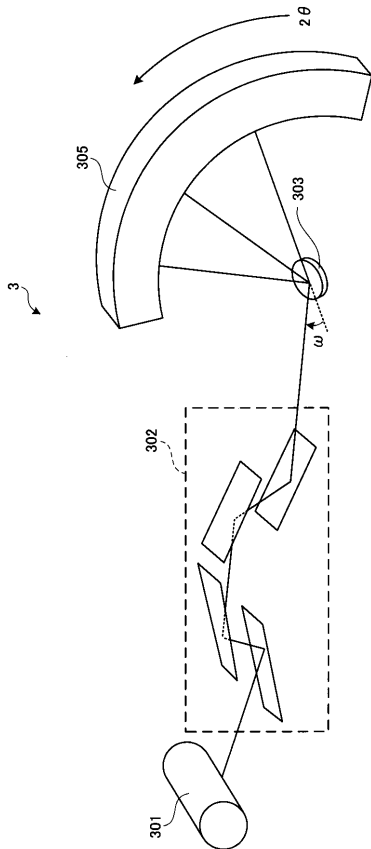
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



フロントページの続き

(出願人による申告)平成24年度、独立行政法人科学技術振興機構、研究成果展開事業(先端計測分析技術・機器開発プログラム)による委託、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願

(72)発明者 松下 正

茨城県つくば市大穂1番地1 大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構内

(72)発明者 フォグリ ヴォルフガング

茨城県つくば市大穂1番地1 大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構内

(72)発明者 白澤 徹郎

千葉県柏市柏の葉6-3-7 柏の葉第1住宅613号室

(72)発明者 高橋 敏男

東京都文京区大塚6-1-11

(72)発明者 荒川 悦雄

東京都東村山市富士見町1-2-39 村山第一住宅5-506号室

審査官 比嘉 翔一

(56)参考文献 特開平07-098286(JP,A)

特開2012-122746(JP,A)

米国特許出願公開第2012/0140890(US,A1)

白澤徹郎,外,多波長同時分散型光学系を用いた結晶トランケーションロッド散乱プロファイルの迅速測定法の開発,放射光,2012年7月31日,Vol.25, No.4, P.229-237

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)

G01N 23/00-23/227

JSTPlus(JDreamIII)