ナフテクノロジー特集



X線回折法による半導体ナノワイヤーの評価

川村朋晃	NTT 物性科学基礎研究所	〒243-0198 神奈川県厚木市森の里若宮 3-1
S. Bhunia	NTT 物性科学基礎研究所	〒243-0198 神奈川県厚木市森の里若宮 3-1
藤川誠司	兵庫県立大学 〒678-1297	兵庫県赤穂郡町光都 3-2-1
渡辺義夫	NTT 物性科学基礎研究所	〒243-0198 神奈川県厚木市森の里若宮 3-1

要 旨 近年ナノワイヤーやナノ結晶など多くの半導体ナノ材料が作製されているが,TEM/SEM 等を用いた局所構造 解析に比べ X 線回折による構造評価例は少なく,マクロスコピックな光学的・電気的特性とナノ構造を詳細に対応付け た例は多くない。その理由の一つとしてナノ材料ではそのサイズ領域から形状・サイズ分布などの外形効果の影響を本質 的に避けることができず,解析が複雑になることがある。ここでは InP 基板上にエピタキシャル成長した垂直配向ナノ ワイヤーの Bragg 反射プロファイルを詳細に解析することにより,ワイヤー内の歪み,サイズおよび分布などの種々の 構造情報が得られることを示すとともに,X線回折による構造情報が SEM による局所構造情報および光学測定結果とど のように対応しているかを示す。

1. はじめに

近年ナノテクノロジーの進展に伴い種々のナノ構造材料 の研究が進められており、一次元半導体ナノワイヤーもそ の一つとして注目されている。半導体一次元ナノワイヤー 構造には微細加工技術を用いた Si 細線や選択成長を利用 した化合物半導体の量子細線などが知られており、単電子 トランジスターや量子レーザーへの応用が進められてい る。しかしこれらはいずれもトップダウン方式で作製され ているため、室温動作するデバイスに必要な数 nm レベル のナノワイヤーを作製することは容易ではない。最近原子 ・分子レベルでの自己組織化現象を利用したナノワイヤー が注目されており、半導体以外に酸化物材料等のナノワイ ヤーも作製されている。これらの新しいナノワイヤーは(1) 触媒粒子を用いた VLS (Vapor-Liquid-Solid) 成長機構を 用いて作製されるため数 nm レベルのワイヤーを実現する ことができる,(2)エピタキシャル成長が必須ではないため 材料としての自由度が大きい,(3)格子マッチングを考慮し なくても良いため歪みフリーの結晶作製が可能である,(4) 触媒粒子のサイズを制御することによりナノワイヤーのサ イズ制御が可能である,(5)溶液中に分散させることにより ナノワイヤー単体での利用も可能であるなどの特長を持っ ている。また量子デバイス応用のみならず,光応用,バイ オ・医療のための基本ナノ構造体(Building block)¹⁾ (**Fig. 1**)としても注目されている。

VLS 成長による半導体ナノワイヤーは Wagner が1964 年に SiH₄ ガスを用いた Si のナノワイヤー作製に初めて成 功²⁾して以来, IV 族³⁻⁹⁾, III-V 族^{1,10-16)}, II-VI 族¹⁷⁾や酸 化物半導体¹⁸⁾等種々の半導体材料を用いたナノワイヤー の作製が試みられてきた。VLS 成長では触媒粒子に対す る原料ガスの取り込み確率が大きいことを利用しており, 金属のひげ結晶の成長メカニズムとしても知られてい



Fig. 1 Schematical hierechy of nanowire applications.



Fig. 2 Schematics of vapor-liquid-solid mechanism.

る¹⁹⁾。Fig. 2 に VLS 成長機構の概略を示す。最初に基板 上に触媒用金属薄膜または金属微粒子を蒸着後,基板を加 熱すると触媒粒子が液滴化する。次に成長用原料ガスを供 給すると液滴化した微粒子は原料ガスを取り込むことによ り、半導体との合金を形成する。引き続き原料ガスの供給 を継続すると液滴合金は過飽和状態となり、やがて半導体 結晶の析出・成長が開始される。このとき析出は基板との 界面で起きやすいため半導体ナノワイヤーの成長方向は基 板に垂直となることが多い。またナノワイヤー成長中は原 料ガスの供給と成長が均衡しており、触媒粒子がある限り ワイヤーの成長が継続する。

初期のナノワイヤーは直径が数百 nm-数ミクロンと比較的大きく完全なワイヤー形状でないものも多かったが, 最近触媒粒子のサイズを精密に制御することにより数 nm 程度の細いナノワイヤーの作製が可能となっている³⁾。ま たナノワイヤーの構造も長軸方向に超格子構造を持つヘテ ロナノワイヤー²⁰⁻²³, コア-シェル構造ナノワイヤー⁹⁾な ど種々の構造を持つワイヤーが作製されている。さらにナ ノワイヤーを用いたデバイスへの応用も進められており, Si ナノワイヤーを用いた FET^{24,25)}や単電子トランジスタ ー²⁶⁾, 共鳴トンネルダイオード²¹⁾, クロスバースイッチ アレイ²⁷⁾への応用も提案されている。

しかしながら半導体ナノワイヤーを用いた素子・システ ムを実現するためには克服すべき課題が多く残されてお り、その一つとしてナノワイヤーサイズの精密制御技術の 確立がある。ナノワイヤーのサイズ制御の問題は触媒粒子 の大きさをどのように制御するかという点に帰着すること が多いため、パターニング11)、化学合成1)やエアロゾル21) などの方法による触媒粒子サイズ制御の試みが行われてき た。またナノワイヤーのサイズ評価は PL 発光特性や TEM, SEM によって行われることが多く,サイズの分布 については SEM イメージ解析による評価も試みられてい る²⁸⁾。ここで PL 測定によるサイズ評価の問題点として SEM/TEM 解析の結果とどう一貫性を保つかということ がある。すなわち PL 測定では測定領域が数ミクロン-数 mm 程度と比較的大きいのに対し SEM/TEM ではミクロ ン以下と小さいため両者を直接比較する場合の妥当性が保 証されていない。これに対してX線回折法では測定範囲

が PL 測定と同等であり,直接ナノワイヤーの構造情報と 光学特性を比較することが可能となる。また将来のデバイ ス応用を考えた場合,基板全体におけるナノ材料の構造把 握・マッピング等も重要となるが,これらの構造情報も X線回折により求めることが可能となる。

X線回折法によってナノ構造を解析する場合,ナノ構 造の外形効果をきちんと考慮する必要がある29)点が通常 の薄膜・粉末のX線回折と異なっている。またナノ構造 からの信号は通常基板と比較して非常に弱いため全反射領 域での測定も試みられているが、この場合は X 線の全反 射による強度の変調を考慮する必要が生じることもあ る³⁰⁻³²⁾。これらについてはヨーロッパでさかんに研究さ れており、Si 基板上に成長した SiGe ナノワイヤーやナノ ドットの歪みの解析^{30,33)}, InAs 量子ドット内の形状・歪 み解析を斜入射X線回折で行った例34)等エキタキシャル 成長で作製したナノ構造の解析に多く用いられてい る²⁹⁾。一方 VLS 成長により作製したナノワイヤーではナ ノワイヤー構造の同定に用いられた例はあるが^{35,36)},ナノ ワイヤー自体をX線回折により詳細に解析した例はな い。そこで本稿では基板上に形成した垂直配向 InP ナノ ワイヤーの構造を斜入射X線回折により解析した結果37) について述べるとともに他の手法(PL および SEM / TEM)による解析結果との比較についても述べる。

2. InP ナノワイヤーの作製および特性評価

InP ナノワイヤーの作製は SPring8 BL24XUビームラ インに設置した MOCVD 装置^{38,39)}を用いて行った。基板 には Fe ドープ InP(111)B, 触媒として直径20 nm の金コ ロイド粒子を用い, 原料ガスとしてTBP (tertiarybutyl phosphine) および TMI (trimethylindium) を使用し二段 階成長法でナノワイヤーを作製した。なお具体的な成長条 件については Ref.^{40,41)}にその詳細が記述されている。

Fig. 3(a), (b)に作製した InP ナノワイヤーの SEM 観察 イメージを示す。高密度の InP ナノワイヤーがほぼ均一 に成長しており, またナノワイヤーの先端には触媒粒子が 存在していることから, InP ナノワイヤーは VLS 機構に より成長していることを示している。また Fig. 3(c) に垂直 方向から観察した SEM イメージとこれより求めたナノワ イヤーのサイズ分布を示す。なおここではナノワイヤーと 触媒粒子のサイズが同じであると仮定しており、実際のサ イズは若干小さい可能性がある。粒子径から求めた平均サ イズは半径12 nm となり成長に用いた触媒粒子のサイズ (直径20 nm)と定性的に一致している。またナノワイヤー の TEM 観察像および EDX によるナノワイヤーの元素分 析の結果を Fig. 4 に示す。ナノワイヤー先端部の触媒粒子 とナノワイヤーとの間に明瞭な界面が観察され、ナノワイ ヤーの成長がほぼ均一に起きていることを示している。ま た元素分析よりワイヤー先端の触媒粒子中には Au, In お



Fig. 3 Scanning electron microscopic images of InP nanowires. (a) Low and (b) high magnification images of nanowires. The images were taken at a tilt angle of 40°. (c) Size distribution of nanowires, estimated from SEM images viewd from the top, shown as inset.

よびが存在するのに対してナノワイヤー部分には In およびしか存在しておらずナノワイヤー成長時には良好な相分離が生じていることを示している。

Fig. 5 に Ar レーザーを用いて室温で測定した InP ナノ ワイヤーの PL スペクトルを示す。ナノワイヤーの発光 ピークが高エネルギー側に32 meV だけシフトしており, 量子閉じ込め効果が発現していることを示している。ナノ ワイヤーの発光ピークの半値は70 meV であり,基板から



Fig. 4 Transmission electron micrograph of a single InP nanowire with energy dispersive x-ray spectra. A top part of nanowires contains both gold and InP while bottom one has only InP composition.



Fig. 5 Photoluminescenece spectra of the InP annowires and the reference sample at room temperature.



Fig. 6 (a) An experimental layout and (b)-(d) x-ray scattering profiles of InP nanowires. (b) Bragg profiles of $(2\overline{2}0)$ for the ω and θ - 2θ scan. Inset shows the scan direction in reciprocal space for each measurment. (c) Wide range profile of $(2\overline{2}0)$. A peak at the left of InP $(2\overline{2}0)$ suggests the formation of catalystic crystal. (d) Intensity distribution at InP $(2\overline{2}0)$. The observed Bragg position shifted to q_z >0 region due to the total reflection effect.

のピーク(半値幅33 meV)と比べると大きいがこれはナ ノワイヤーのサイズのばらつきに対応すると考えられる。 またピークエネルギーのシフト量から推定したナノワイ ヤーのサイズは半径約9 nm となり,SEM 観察結果の値 よりも若干小さい。

3. X線回折による評価

3.1 測定および結果

X線回折測定は SPring8 BL24XU ビームラインに設置 した Z 軸型 X 線回折計³⁸⁾を用いて行った。**Fig. 6(a)**に測 定配置を示す。基板表面に垂直な面である(220)を測定面 として選び,基板からの散乱の寄与を減らすため全反射条 件近傍(入射角約0.2°)で測定を行った。波長として 0.124 nmを用いるとともにバックグラウンドを下げるた め検出器の前に水平方向の発散角が0.2°であるソーラース リットを設置した。また検出器として NaI および一次元 比例計数管(PSPC)を用い, in-plane および out-of-plane 方向のX線散乱強度を測定した。なお測定に用いた InP ナノワイヤー試料は一度大気に取り出し SEM 観察および PL 測定を行った後X線測定を行っており、ナノワイヤー の表面が多少酸化していた。

Fig. 6(b), (c) に ω -scan, $\theta/2\theta$ -scan で測定した Bragg 反 射プロファイル,(d)に PSPC で測定した面内および表面 垂直方向の散乱強度分布を示す。 ω -scan および $\theta/2\theta$ -scan で測定した散乱プロファイルは明らかに異なっており、ナ ノワイヤーの方位が成長方向でばらついているのに対しワ イヤー自体は単結晶であることを示している。ω-scanの 半値幅から求めた[111]方向のナノワイヤーの角度分散は 約0.4°程度であり、SEM イメージから判断するとこの分 散はナノワイヤーの弾性変形によるものが大きいと思われ る。また θ-2θ-scan においてナノワイヤーのピークが基板 に対して約0.07°高角側にシフトしており、ナノワイヤー が直径方向に約0.4%圧縮されていることを示している。 さらに Fig. 6(c) から判るように InP(220) 反射の低角側に 他の反射によるピークが観察されているが、このピークは 成長前には測定されないことからナノワイヤー成長に起因 する Bragg 反射と考えられる。このピークの起源につい ては明確ではないが、格子定数から推定すると触媒粒子で ある Au と InP の合金ではないかと思われる。

Fig. 6(d)に PSPC により測定した(220)近傍での面内お よび鉛直方向の散乱強度分布を示す。ここで Δq_{xy} ($\equiv q_{xy}$ q_{xv}⁽²²⁰⁾は InP(220)反射を原点としたときの面内方向の散乱 ベクトル, q₂は基板鉛直方向の散乱ベクトルを示す。な お基板の Bragg 反射が $q_z \neq 0$ で生じているが、これは全 反射領域で測定していることによるものである。さらに基 板からの CTR 散乱が $q_2 < 0$ 方向にも伸びているが、これ は基板端面からの散乱の寄与が含まれているためと思われ る。基板の Bragg 反射近傍にナノワイヤーによる散乱が 存在しており q_zが増加するとともに散乱強度が減少して いることから、ナノワイヤーは基板に対してエピタキシャ ルに成長していることを示している。また低角側(Δq_{xy} = -2.5 nm⁻¹)に観測された触媒粒子に起因すると思われ るピークもナノワイヤーと同様の強度分布を示しているこ とから、成長後の触媒粒子もほぼ単結晶の合金相となって いることを示唆している。

3.2 散乱プロファイルの解析

ナノワイヤーはそのサイズが nm オーダーであることか ら散乱プロファイルの解析にはナノワイヤーの形状・サイ ズ効果を考慮することが必要である。結晶の形状効果につ いては Laue や Patterson らによって種々の形状因子が求 められているが^{42,43)},今回測定したナノワイヤーは SEM 観察より円筒タイプであると思われることから本解析では 円筒形に対応する形状因子を用いた。またナノワイヤーや ナノ粒子のサイズの分布は SEM 観察結果からも判るよう に分散が大きく,これを正規分布で取り扱うことは誤差が 大きくなるため適当ではない。ナノ粒子の分布を記述する ための分布関数はいくつか提案されているが⁴⁴⁾,今回は high-k 材料の空孔解析⁴⁵⁾に用いられた *p*-分布関数を用い た。また今回測定したナノワイヤは円筒形かつ一軸配向で

196 ● 放射光 May 2005 Vol.18 No.3

あるため q_{xy} 方向と q_z 方向を独立に取り扱うことが可能である。以下に q_{xy} 方向での散乱強度と形状およびサイズ分布の関係を示す。

$$G(t(r, R_o), N) = \frac{t^{N-1}e^{-\frac{t}{2}}}{2^N \Gamma(N)}.$$
 (1)

$$t(r, R_o) = 2(N-1) \frac{r}{R_o}.$$
 (2)

$$\sigma_g = \frac{\sqrt{N}}{N-1} R_o. \tag{3}$$

$$I(\Delta q_{xy}, q_z) = I^B(\Delta q_{xy}, q_z) + I^{NW}(\Delta q_{xy}, q_z)$$
(4)
$$I^{NW}(\Delta q_{xy}, q_z)$$

 $= Const. |F(q_{xy}, q_z)|^2$

$$\times \frac{\sin\left(2\pi q_{z}H\right)}{2\pi q_{z}H} \int_{0}^{\infty} |S(\varDelta q_{xy})|^{2} G(t(r, R_{o}), N) dr.$$
(5)

ここで R_{o} , N はそれぞれナノワイヤーの平均サイズおよび 分散パラメーター, $S(\Delta q_{xy})$ はナノワイヤーの形状因子で ある。また解析には基板の Bragg 反射からの散乱を避け るため, $q_{z}=1.0$ および 1.5 nm^{-1} で測定したデータを用い た。

ナノワイヤーの平均サイズおよび分散をパラメーターと して最適化を行ったところ,平均サイズとして半径5 nm, 分散が2.5 nm のときにベストフィットが得られた。 Fig. 7(a), (b) にそれぞれ $q_2 = 1.0$ および 1.5 nm^{-1} における 計算値を SEM および PL による計算値と併せて示す。こ の結果から SEM および PL 測定より求めたサイズパラ メーターでは測定プロファイルを再現できておらず、X 線回折によって測定したナノワイヤーのサイズパラメー ターが SEM および PL 測定で観測できるものとは異なる ことを示している。SEM と X 線回折の値が異なる理由で あるが,SEM 観察の場合触媒微粒子を測定しており直接 ナノワイヤーを観察していないことおよびナノワイヤー上 の酸化膜の影響が考えられる。一方 PL 測定については幾 つかの要因が考えられ、その一つとしてナノワイヤーの量 子効率がサイズによって異なることや欠陥・再結合などの ため発光効率が小さくなることが考えられる。もし発光強 度がナノワイヤーの体積に比例すると仮定すると大きなサ イズのナノワイヤーからの発光強度が増加し、発光ピーク 波長が見かけ上サイズが大きいほうにシフトする。この仮 定により PL 測定より求めたナノワイヤーの平均サイズを 計算すると約6.3 nm となり,X線解析による値とほぼ同 等となる。X線回折の値が PL 測定によるものより依然と して小さい原因であるが,細いナノワイヤーでは表面積の 占める割合が大きいことから表面再結合等により細いワイ ヤーでは発光効率が小さくなることが考えられる。これに 対してX線回折法ではナノイヤーの結晶部分からの散乱 がすべて Bragg 反射に寄与するためより真に近い構造情 報を求めることが可能となる。



Fig. 7 Measured and calculated profiles at (a) $q_z = 1.0$ and (b) 1.5 nm⁻¹. Profiles using size and its dispersion determined from SEM and PL shows smaller peak width, suggesting low sensivity for smaller nanowires.

4. おわりに

X線回折法はナノ構造材料の詳細な構造情報を得るこ とのできる有力な手法であるにも関わらず,X線回折法 をナノ構造の評価に用いた例は少ない。その一因としてナ ノ構造の解析の場合薄膜等とは異なり測定対象の外形・形 状効果の影響が大きいため,解析が複雑になる点が挙げら れる。通常の薄膜・粉末材料では試料の形状効果が無視で きるような測定配置を選択することが可能であるのに対 し、ナノ構造材料ではそのサイズが nm 領域にあることか ら外形効果を無視することは本質的に困難である。また外 形・サイズの分布に関してもナノ構造材料では正規分布で 取り扱えないことが多く,解析には分布関数を慎重に吟味 する必要がある。本稿では基板上に自立した InP ナノワ イヤーを斜入射 X 線回折法により解析することにより, X 線回折法によるどのような構造情報が得られるかを示 すと共にナノ構造材料における外形効果の取り扱い方の一 例を示した。また SEM や PL 測定と X 線回折法を比較す ることにより従来法に対する X 線回折法の利点・問題点 を示した。なお今回はあまり触れていないがナノ構造材料 における形状歪みや加工歪みを定量的に評価することもデ バイス応用を考えると今後非常に重要となってくる。また 今回はナノワイヤーの平均構造を解析したが,将来はナノ ビームを用い一本のナノワイヤーの構造を解析することも 重要となってくると思われる。

謝辞

本研究を BL24XU ビームラインで行うにあたり種々の サポートを頂いた兵庫県立先端科学技術支援センターの千 川純一先生および松井純爾先生,および兵庫県立大学の篭 島靖先生,津坂佳幸先生に感謝いたします。また SPring8 で本装置を使って実験するにあたって安全面でお世話頂い た多田順一郎安全室室長を初めとする安全管理室の皆さ ん,BL24XU ビームライン利用にあたってお世話頂いた ひょうご科学技術協会岩崎英雄審議役を初めとするスタッ フの皆さんに感謝いたします。さらにビーム調整,装置保 守などでお世話になった兵庫県立大学大学院物質理学研究 科 X 線光学講座の皆さんに感謝致します。

参考文献

- 1) X. F. Duan, Y. Huang, Y. Cui, J. F. Wang and C. M. Lieber: Nature **409**, 66 (2001).
- R. S. Wagner and W. C. Ellis: Appl. Phys. Lett. 4, 89 (1964).
- 3) A. M. Morales and C. M. Lieber: Science 279, 208 (1998).
- 4) H. Kohno and S. Takeda: Appl. Pjys. Lett. 73, 3144 (1998).
- 5) J. Westwater, D. Gosain, S. Tomiya and S. Usui: J. Vac. Sci. Technol. **B15**, 554 (1997).
- J. D. Holmes, K. Johnston, R. C. Doty and B. A. Korgel: Science 287, 1471 (2000).
- Y. F. Zhang, D. Yu, Y. Ding, Z. G. Bai, Q. L. Hang and S. Q. Feng: Appl. Phys. Lett. 75, 1842 (1998).
- 8) S. T. Lee, N. Wang and C. S. Lee: Mater. Sci. Eng. **A286**, 16 (2000).
- L. J. Lauhon, M. S. Gudiksen, D. Wang and C. M. Lieber: Nature 420, 57 (2002).
- 10) K. Hiruma, T. Katsuyama, K. Ogawa, G. P. Morgan, M. Koguchi and H. Kakibayahsi: Appl. Phys. Lett. 59, 431 (1991).
- K. Hiruma, M. Yazawa, T. Katsuyama, K. Ogawa, K. Haraguchi, M. Koguchi and H. Kakibayahsi: J. Appl. Phys. 77, 447 (1995).
- 12) M. Yazawa, M. Koguchi, A. Muto, M. Ozawa and K. Hiruma: Appl. Phys. Lett. 61, 2051 (1992).
- 13) X. Duan, Y. Huang, Y. Cui, J. Wang and C. M.Lieber: Na-

ture 409, 66 (2001).

- 14) B. J. Ohlsson, M. T. Björk, M. H. Magnusson, K. Deppert and L. Samuelson: Appl. Phys. Lett. 79, 3335 (2001).
- 15) M. T. Björk, B. J. Ohlsson, T. Sass, A. I. Persson, C. Thelander, M. H. Magnusson, K. Deppert, L. R. Wallenberg and L. Samuelson: Appl. Phys. Lett. 80, 1058 (2002).
- 16) S. Bhunia, T. Kawamura, Y. Watanabe, S. Fujikawa and K. Tokushima: Appl. Phys. Lett. 83, 3371 (2003).
- 17) X. Duan, Y. Huang, R. Aagarwal and C. M. Lieber: Nature 421, 241 (2003).
- 18) M. Kawakami, A. B. Hartanto, Y. Nakata and T. Okada: Jpn. J. Appl. Phys. Part2 42, L33 (2003).
- 19) S. M. Arnold: Am. Electroplaters Soc. 42, 26 (1956).
- 20) K. Hiruma, H. Murakoshi, M. Yazawa and T. Katsuyama: J. Cryst. Growth 163, 226 (1996).
- 21) M. T. Björk, B. J. Ohlsson, C. Thelander, A. I. Persson, K. Deppert, L. R. Wallenberg and L. Samuelson: Appl. Phys. Lett. 81 4458 (2002).
- 22) M. T. Björk, B. J. Ohlsson, T. Sass, A. I. Persson, C. Thelander, M. H. Magnusson, K. Deppert, L. R. Wallenberg and L. Samuelson: Nano Lett. 2, 87 (2002).
- 23) Y. Wu, R. Fan and P. Yang: Nano Lett. 2, 83 (2002).
- 24) Y. Cui and C. M. Liber: Science 291, 851 (2001).
- 25) Y. Cui, Z. Zhong, D. Wang, W. U. Wang and C. M. Liber: Nano Lett. 3, 149 (2003).
- C. Thelander, T. Martensson, M. T. Björk, B. J. Ohlsson, M. W. Larsson, L. R. Wallenberg and L. Samuelson: Appl. Phys. Lett. 83, 2052 (2003).
- 27) Z. Zhong, D. Wang, Y. Cui, M. W. Bockrath and C. M. Liber: Science **302**, 1377 (2003).
- 28) Y. Cui, L. J. Laihon, M. S. Gudiksen, J. Wamg and C. M. Lieber: Appl. Phys. Lett. 78, 2214 (2001).
- 29) V. Holý, U. Pietsch and T. Baumbach: "High Resolution Xray Scattering from Thin Films and Multilayers", Springer Tracts in Modern Physics, Vol. 149 (Springer Verlag, Berlin, 1999).

- 30) V. Holý, A. A. Darhuber, J. Stangl, S. Zerlauth, F. Schäffler, G. Bauer, N. Darowski, D. Lübbert, U. Pietsch and I. Vávra: Phys. Rev. B 58, 7934 (1998).
- 31) S. A. Stepanov and R. Koehler: J. Phys. D: Applied Physics 27, 1923 (1994).
- 32) S. A. Stepanov, U. Pietsch and G. T. Baumbach: Z. Physik B 96, 341 (1995).
- 33) T. Roch, V. Holý, A. Hesse, J. Stangl, T. Fromherz, G. Bauer, T. H. Metzger and S. Ferrer: Phys. Rev. B 65, 245324 (2002).
- 34) I. Kegel, T. H. Metzger, P. Fratzl, J. Peisl, A. Lorke, J. M. Grrcia and P. M. Petroff: Europhys. Lett. 45, 222 (1999).
- 35) M. H. Huang, Y. Wu, H. Feick, N. Tran, E. Weber and P. Yang: Adv. Mater. 13, 113 (2001).
- 36) W. I. Park, D. H. Kim, S.-W. Jung and Gyu-Chui Yui: Appl. Phys. Lett. 80, 4232 (2002).
- 37) T. Kawamura, S. Bhunia, Y. Watanabe, S. Fujikawa, J. Matsui, Y. Kagoshima and Y. Tsusaka: J. Appl. Phys. 97, 084318 (2005).
- 38) T. Kawamura, Y. Watanabe, Y. Utsumi, K. Uwai, J. Matsui, Y. Kagoshima, Y. Tsusaka and S. Fujikawa: Appl. Phys. Lett. 77, 996 (2000).
- 39) T. Kawamura, Y. Watanabe, S. Fujikawa, K. Uchida, J. Matsui, Y. Kagoshima and Y. Tsusaka: J. Cryst. Growth 237 –239, 398 (2002).
- 40) S. Bhunia, T. Kawamura, S. Fujikawa and Y. Watanabe: Physica E 24, 138 (2004).
- 41) S. Bhunia, T. Kawamura, S. Fujikawa, K. Tokushima and Y. Watanabe: Physica E 21, 583 (2004).
- 42) M. von Laue: Ann. Phys. 26, 55 (1936).
- 43) A. L. Patterson: Phys. Rev. 56, 972 (1936).
- M. Zinke-Allmang, L. C. Feldman and M. H. Grrabow: Surf. Sci. Rep. 16, 377 (1992).
- 45) K. Omote, Y. Ito and S. Kawamura: Appl. Phys. Lett. 82, 544 (2003).



川村朋晃 NTT 物性科学基礎研究所機能物質科学 研究部・主任研究員

E-mail: kawamura@will.brl.ntt.co.jp 専門:X線回折,散乱による半導体材料 の構造評価 [略歴]

名古屋大学大学院工学研究科結晶材料工 学専攻修士課程修了,工学博士。日本電 信電話公社(現NTT)武蔵野研究所を 経て現職に至る。現在はX線による半 導体材料の構造評価,成長過程の実時間 観察に従事。



● 著者紹介●

藤川誠司

兵庫県立大学物質科学専攻博士後期過程 在学中

E-mail: fujikawa@sci.himeji-tech.ac.jp 専門:X線回折による表面構造評価 [略歴]

2002年姫路工業大学大学院理学研究科 博士前期課程修了。兵庫県立大学大学院 理学研究科物質科学専攻博士後期課程在 学中。現在, InP系化合物半導体表面構 造・成長メカニズムの研究に従事。



Satyaban Bhunia

Saha Institute of Nuclear Physics • Research Scientist E-mail: stbn@phy.iitb.ac.in 専門: 化合物半導体結晶成長 **[略歴]**

インド工科大学博士課程修了,理学博 士。電気通信大学博士研究員,NTT物 性科学基礎研究所博士研究員を経て現職 に至る。現在はINDUS-II,Indiaにお いて表面構造解析用ビームラインの建設 に従事。



渡辺義夫

NTT アドバンステクノロジ㈱材料分析 センタ所長

E-mail: yoshio.watanabe@ntt-at.co.jp 専門:化合物半導体結晶成長,ナノ構造 の物性計測評価

[略歴]

早稲田大学大学院理工学研究科物理学お よび応用物理学専攻修士課程修了,工学 博士。日本電信電話公社(現NTT)武 蔵野研究所,NTT物性科学基礎研究所 を経て現在に至る。

X-ray diffraction analysis of semiconductor nanowires

NTT Basic Research Laboratories,

Tomoaki KAWAMURA

Satyaban BHUNIA

Seiji FUJIKAWA Yoshio WATANABE 3-1, Morinosato Wakamiya Atugi-shi, Kanagawa 243-0198, JAPAN
NTT Basic Research Laboratories,
3-1, Morinosato Wakamiya Atugi-shi, Kanagawa 243-0198, JAPAN
University of Hyogo, 3-2-1, Kouto Kamigori Ako, Hyogo 678-1297, JAPAN
NTT Basic Research Laboratories,
3-1, Morinosato Wakamiya Atugi-shi, Kanagawa 243-0198, JAPAN

Abstract Indium phosphide (InP) nanowires epitaxially grown on InP (111) B were investigated by using grazing incidence x-ray diffraction. A broad scattering at the tail of InP (220) diffraction and an additional peak at the low angle side were observed, showing the formation of nanowires and alloys of the gold catalysts and indium. Scattering intensity along the $[1\bar{1}0]$ direction was compared with calculations based on a cylinder model. The best fit was obtained for a 5.5 nm radius with 2.5 nm deviation, which was smaller than the values determined from secondary electron microscopy (SEM) and photoluminescence spectroscopy (PL) measurements. This result is explained by an oxide layer on the nanowire sidewalls and the low quantum efficiency of photoluminescence yields for small nanowires since x-ray diffraction directly detect crystalline structure of nanowires.