

X線回折法による薄膜の測定(その4)

The film measurement by X-ray Diffractometry

薄膜X線回折法により表面層の結晶状態が評価できます。

材料の薄膜化の技術の進歩はめざましく、X線回折法はこれらの薄膜材料の化合物形態、結晶性、配向性など結晶に関する情報を得る手段として多く使われています。このような薄膜の表面の分析感度を高める手法として薄膜X線回折法が活用されています。ここでは理論的な分析の深さと薄膜X線回折法の測定例について紹介します。

X線回折における分析深さ

Analysis depth of thin film

薄膜X線回折法は入射X線を低角度入射させる事により、X線の分析深さを浅くして、下地の妨害線の影響を減少させ、表面層の測定感度を高める手法です。

分析の深さについて通常の θ - 2θ 法と薄膜X線法で比較しますと、TiN薄膜をCuK α で測定するときの分析深さの

関係はFig.1に示されます。

例えば、TiNの(111)面の回折角度 $2\theta = 39^\circ$ 付近の分析深さの場合、設定の入射角度に応じて 0.5° 入射では約 $0.4\mu\text{m}$ 、 2° 入射では約 $1.6\mu\text{m}$ の分析深さになります。

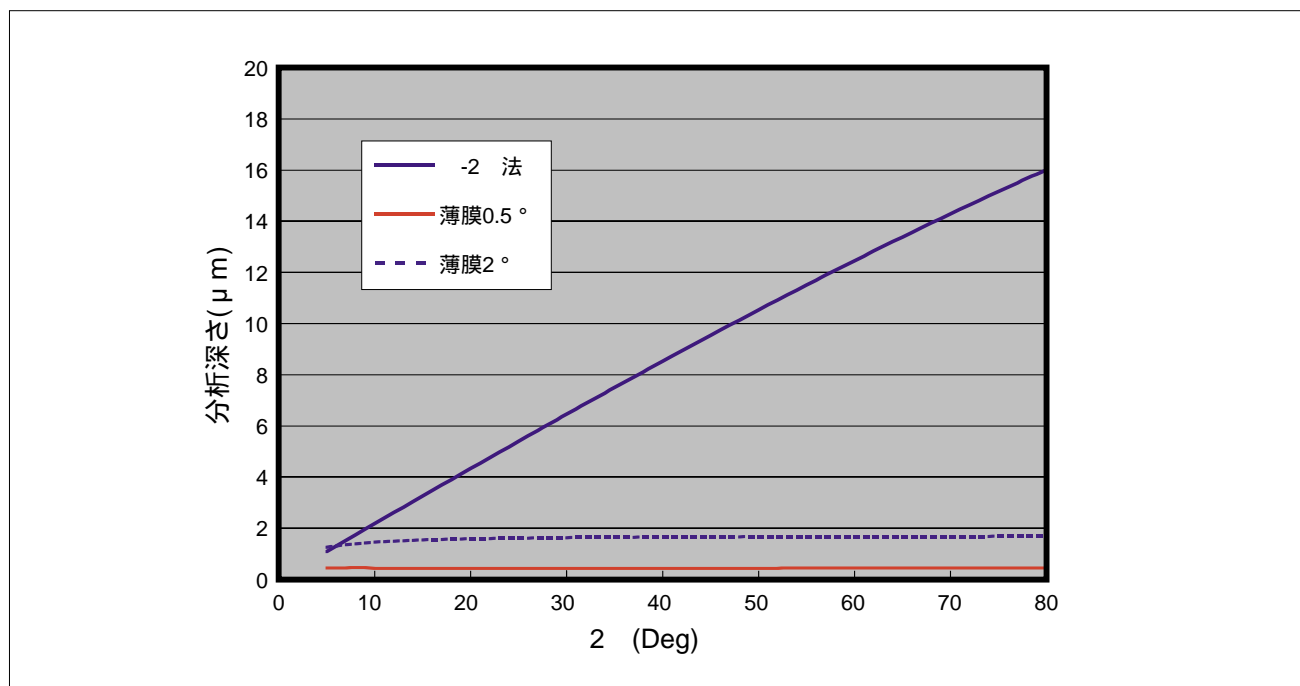


Fig.1 θ - 2θ 法と薄膜法のTiNの分析深さ
Comparison with θ - 2θ method and thin film method
about Analysis depth of TiN film

ITO薄膜の測定

Measurement of ITO thin film

ガラス材料表面にコートされたITO膜の測定では、下地のガラスのハローピークが妨害線となりITO膜の結晶化の評価を難しくしています。

fig.2に θ -2 法と薄膜法低角度入射 0.5° の回折線の比較を示しますが、 0.5° 入射では妨害線となるガラスのハローピークは減少し、 $2\theta = 21^\circ$ 近傍の(211)面の回折線も明瞭に検出されました。このような微少な回折線の検出感度が向上する事により、微細な構造解析が可能となります。

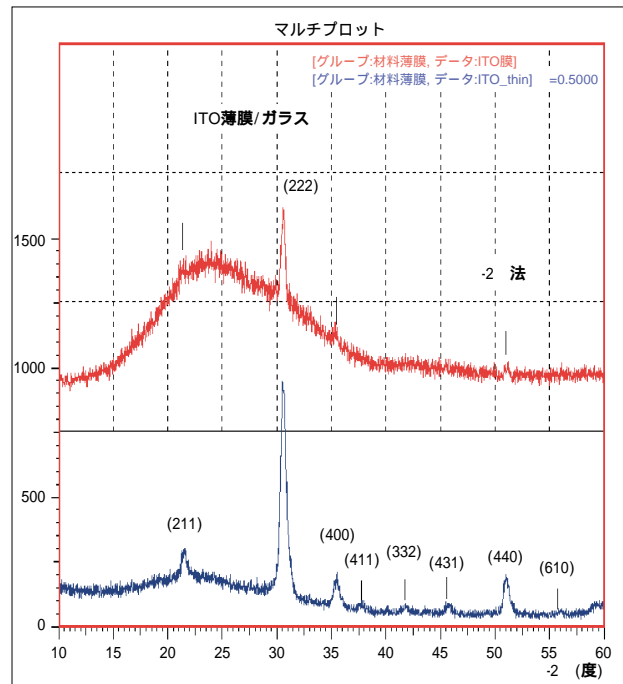


Fig.2 ITO膜の測定例
Measurement of ITO film

TiN薄膜の測定

Measurement of TiN thin film

ステンレス板表面のTiN薄膜の測定例をfig.3に示します。 θ -2法でTiNの薄膜の測定を行う場合、 $2\theta = 42^\circ$ 付近でX線の分析深さは約 $9\mu\text{m}$ 程度となります。従って、実用的なTiN被膜において、TiN(200)面の高角度側に下地の鉄が妨害線となって重なります。本品はTiNスパッタ膜の例で、試料1ではTiN(111)面の配向性が強く、試料2ではTiN(200)面の一本の回折線が検出されました。なお、TiNのJCPDSカードNo.38-1420記載のランダム方位のTi(111)面と(200)面の強度比は72:100である事からこの試料の(111)面配向は強い事が分ります。

又、TiN膜においては製膜中にCを含む場合TiCの結晶構造もTiNと同じ面心立方系を示す為、回折角度はNとCの濃度に比例してシフトします。本測定においてはTiNの角度に近くTiNの純度が高い事が確認されました。

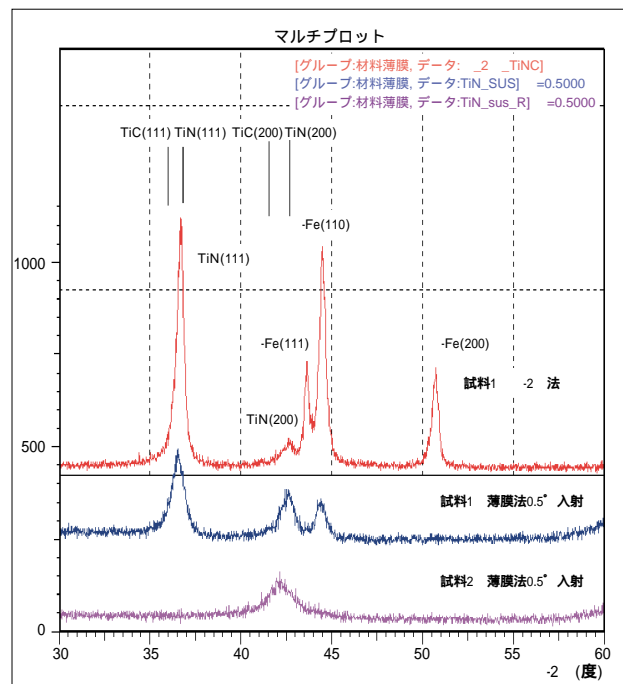


Fig.3 TiNの測定例
Measurement of TiN film