

X線分析

X-RAY ANALYSIS

NO. X157

X線回折法による薄膜の測定(その4)

Analysis of Thin-Films by X-Ray Diffractometry

薄膜X線回折法により薄膜の種々の結晶情報が得られます。

近年、薄膜技術の進歩はめざましく、すでに実用材料として種々の方面で利用されております。X線回折法はこれからの薄膜の研究開発を進めるうえで、有用な評価技術です。X線回折法により結晶形、配向性、結晶化度、残留応力、膜厚などの重要な情報が得られます。とくに、最近開発された薄膜X線回折法は、従来の θ - 2θ 法に比較

して、下地の材料から生じる妨害を少なくして、表面層に対する感度を高める効果がありますので、現在の薄膜開発の要求に適した手法といえます。今回はとくに妨害線の強い鉄板の上に成膜したTiN薄膜の測定例を紹介します。

■ 薄膜X線回折装置の特長

Features of Thin-Film X-ray Diffractometry

本装置は表面層に対する感度を高めるために、試料面へのX線の低角入射と平行線束法を組み合わせた分光方式を採用しております。試料台(Fig.1)には薄膜測定に適した次のような機能が備えられています。

- 1) 試料の固定には吸引方式を用い、直径102mm(4インチ ϕ)までの大形試料が容易に取り付けられます。
- 2) 測定面の前後微調整にはマイクロメータ(最少読み取り精度10 μ m)を用いており、高精度のセッティングができます。
- 3) 試料面の高速回転機構の採用により面内配向性や面内の不均一の平均化が行えます。
- 4) 自動測定が可能で、プログラムに登録されたX線入射角度に従ってワンタッチ操作で豊富なデータが得られます。

(XD-D1と組み合わせた場合)

Table 1 Measuring Conditions

X-ray	: CuK α
Power	: 40kV-30mA
Filter	: Graphite Monochromator
Counter	: S.C.
Scan Speed	: 2deg/min
Time Const	: 1sec
Full Scale	: 1kcps
Div.Slit	: 0.3mm
Rec.Slit	: 0.2° (Soller Slit)



Fig.1 薄膜測定装置試料ホルダー
Sample Holder for Thin-Films X-Ray Diffractometry



Fig.2 薄膜測定条件の入力画面
Input of measuring conditions

■TiN薄膜の測定

Measurement of TiN Thin-Film on SUS304 Substrate

SUS304(オーステナイト系ステンレス鋼)にイオンプ
レーティング法で成膜したTiN(膜厚約4000 Å)の測
定例を示します。下地のFeはCu管球を用いた場合、
蛍光X線を著しく発生して、バックグラウンドが高くなる
傾向があります。また、TiNとFeには近接した回折線
があり、解析が難しいという問題があります。

Fig.3に示すとおり薄膜測定装置を用いてX線入射角

(ψ)を低角に傾けていきますと $\psi=1.0^\circ \sim 0.5^\circ$ で下地の γ -
Feの回折線が検出されなくなりました。これは低角入
射によりX線の侵入深さが浅くなり、表面層に対する感
度が向上したためです。さらに、膜の情報として、TiN
以外に金属Tiも混在しており、金属Ti成分は下地のFeと
の界面付近に存在しているという推定も可能となりまし
た。

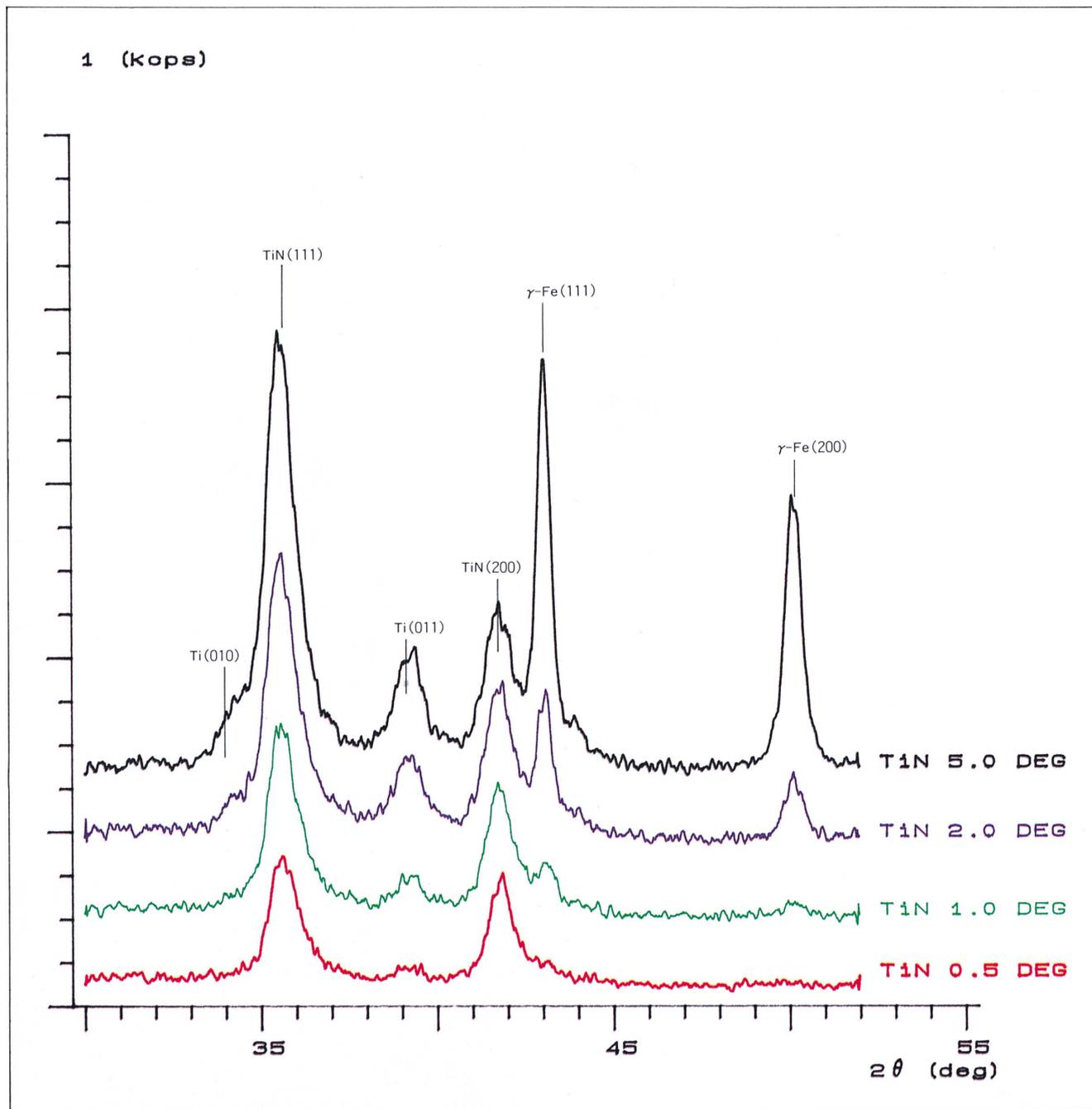


Fig.3 TiN薄膜/SUS304の測定
Measurement of TiN Thin-Film on SUS304 Substrate

X線分析アプリケーションニュース No.40~194 は、発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。