

角度分解法による超薄膜の評価手法について

1. はじめに

膜厚を調べる手法として、X線光電子分光装置やオージェ電子分光装置のアルゴンイオンエッチングを用いて、深さプロファイルを求める方法があります。アルゴンイオンエッチングによる深さ方向分析は、簡便であり、かつ比較的広い範囲の深さを対象とできるため有用な手法です。X線光電子分光の分析深さは、約5nm程度と言われており、深さ方向で区別できる最小単位は約5nmということになります。PVDやCVDで成膜されたサブミクロン程度の膜であれば十分対応できますが、一桁のナノオーダーになると厚さの評価は困難となります。

2. 角度分解法による膜厚評価の原理

X線光電子分光装置を用いた角度分解法は、光電子の検出角度を変えて強度を求め膜の厚みを評価する手法です¹⁾。X線を照射して発生する光電子はそれぞれ運動エネルギーを持っており、ある厚みの物質を脱出できたものだけを検出器でとらえています。当然、電子の平均自由行程はそれほど長くなく、わずか数nmで、この現象が表面分析を可能としています。検出器の角度を変えると、低角度ほど光電子が進む距離が長くなり、脱出深さが浅くなります。反対に垂直では最も深くから脱出します。

これらの原理を用いるのが角度分解法で、例えば基板に作製された膜の様な場合は次式が成り立ち、計算で厚みを求めることができます。

$$d = \lambda \sin \theta [(I_f / I_s) \times \alpha + 1] \quad (\text{式})$$

ここでd:膜厚、λ:電子の平均自由行程、θ:出射角、I_f:検出される膜の光電子強度、I_s:検出される基板元素の光電子強度、α:膜と基板元素の相対感度係数比です。

3. Al酸化膜の測定

実際には対象の物質とエネルギーにより電子の平均自由行程が異なることから、どのような物質から構成される層か仮定して解析を行います。そこでAl板表面に形成された自然酸化膜について、X線光電子分光の角度分解による方法で膜厚を求めてみます。

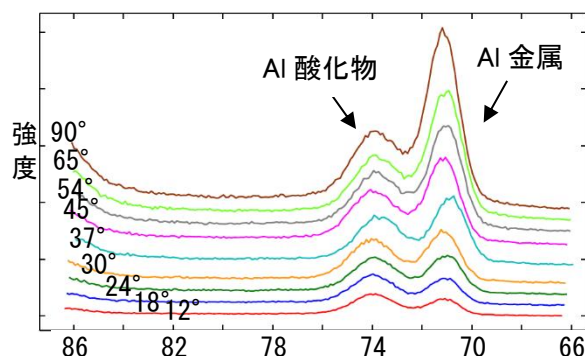


図 アルミニウム板のX線光電子分光測定 Al_{2p}光電子出射角度と強度の関係

図は角度分解法によるAl_{2p}の光電子の出射角度と強度の関係を示します。X線は電子に比べ透過力が高いためいかなる角度でも十分な深さまで到達しています。12°が最もサンプルに対して検出器が傾いた状態であり、電子の脱出深さが浅く、90°がサンプルに対して法線方向に検出器があり、電子の脱出深さは深くなります。図では出射角度が浅いほど、酸化物ピークが相対的に高く、高角度では金属ピークが高くなります。このことはAl表面の酸化物が非常に薄いことを示しています。式を用いて表面の膜厚を求めると、酸化膜の厚みは2.8nmになり自然酸化膜の値としては妥当な数値です。このように角度分解法は、数nm以下の膜でも、定性的に膜の存在を明らかにし、膜厚も求めることができます。

4. おわりに

最近の研究開発ではプラズマ処理、ガス拡散処理や蒸気処理による製膜が用いられることも多く、それらの膜は非常に薄いもので、数nm以下である場合も多いです。X線光電子分光による角度分解法を用いた膜厚評価はそうした非常に薄い膜に活用できる手法です。

参考文献

- 1) 日本表面科学会, 表面分析技術選書 X線光電子分光, 193-196, 丸善株式会社



共同研究支援部 中尾 俊章 (0561-76-8315)
研究テーマ: 表面分析・X線構造解析
担当分野: 材料評価