

X 線回折（極点測定）による結晶の配向評価

1. はじめに

導電膜やセンサ膜などの薄膜材料において、膜の結晶の配向性は材料の特性を大きく左右します。そのため、基板や成膜条件を最適化するなど結晶成長に関する研究開発が盛んになされています。

結晶の配向を測定する手法の一つに、X 線回折法を用いた極点測定があります。極点測定は、数 mm 角の比較的広い範囲において、結晶の配向に関する平均情報が得られ、大気下で測定できるというメリットがあります。また、得られるデータは 2 次元像となっており、視覚的に分かりやすいという特徴があります。

2. 極点測定の概要

極点測定は、ある結晶面に着目し、その面に対応した X 線の回折角を維持したまま、**図 1** で示す試料のあおり角 α と面内回転角 β の 2 つを変化させて回折強度を測定します。測定結果には、極点図を使い、2 次元平面上に α と β をスキャンして得られた強度の分布を色の濃淡で表します。

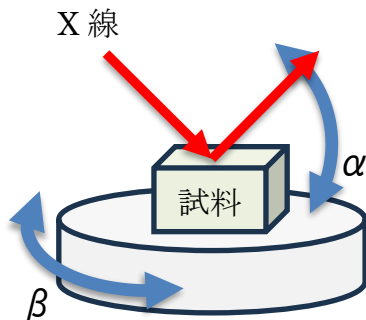


図 1 極点測定の概略図

3. 極点測定例

Si (111) ウェハ上にスパッタ法にて成膜された Ag 膜の X 線回折結果 (θ - 2θ 法) を **図 2** に示し、Ag (111) 面の極点測定結果を **図 3** に示します。測定は X 線回折装置である株式会社リガク製 SmartLab を用いて行いました。図 2 上の X 線回折パターンより、Ag 膜は様々な結晶面に対応したピークが見られていますが、各々の結晶面がこういった配向をしているかまでは分かりません。そこで、特定の結晶面（今回は Ag (111) 面）

に着目して極点測定を行うことになります。図 3 の極点図は、 α 、 β 角をスキャンして得られた強度をヒートマップで表しており、赤色の方に注目する結晶面が集中していることを示す。図の中心から見て同心円状に分布していることは、Ag (111) 面は基板垂直方向に向かって揃いつつ、その側面はランダムな向きに分布しているということを表しています。

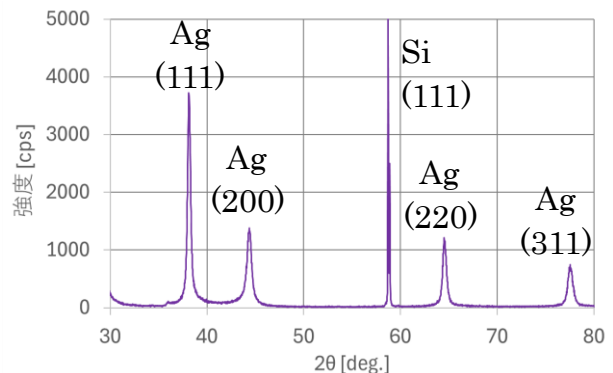


図 2 X 線回折パターン（ θ - 2θ 法）

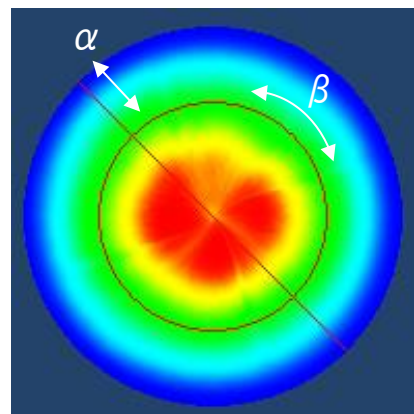


図 3 Ag (111) 面の極点図

4. おわりに

本文の極点測定以外にも、X 線回折装置を用いることで、薄膜の密度、膜厚、表面粗さ、結晶化度、結晶子サイズ、結晶相比率が分析できます。薄膜の構造解析に興味がある方は技術支援部まで御相談ください。

参考文献

- 1) 薄膜ハンドブック第2版 日本学術振興会

技術支援部 シンクロトロン光活用推進室 福岡修 (0561-76-8315)

研究テーマ： CNF 分散銅抗菌剤の化学状態分析

担当分野： X 線計測分析