

X線反射率測定を用いた薄膜構造解析

1. はじめに

半導体デバイスや光学部品、表面機能化材料など、企業における研究開発では薄膜構造の詳細な評価が欠かせません。なかでも膜厚や密度、界面粗さといった情報は、製品性能や信頼性に直結します。多軸X線回折装置(XRD)を用いたX線反射率測定(X-ray Reflectivity : XRR)は、試料を非破壊で評価でき、0.1 nm程度の精度で薄膜の構造を解析できる手法として広く利用されています。今回は、X線反射率測定の基本原理¹⁾と、実際の分析例を紹介し、企業の研究開発現場での活用イメージをお伝えします。

2. X線反射率測定の原理

X線反射率測定は、試料表面に対してごく浅い角度でX線を入射し、その反射強度を回折角 2θ に対して測定する手法です。図1に測定の概略と得られるデータを示します。X線は物質中で屈折率が1よりわずかに小さいため、臨界角以下では全反射が起こります。この臨界角は膜の電子密度、すなわち物質密度に依存します。

さらに、薄膜と基板の界面や膜表面で反射したX線同士が干渉することで、反射率曲線には周期的な振動が現れます。この振動周期から膜厚を高精度に算出することができます。また、振動の減衰や形状を解析することで、膜密度や界面粗さといった構造パラメータを同時に求めることが可能です。モデル計算とフィッティングを組み合わせることで、多層膜構造にも対応できる点がX線反射率測定の大きな特長です。

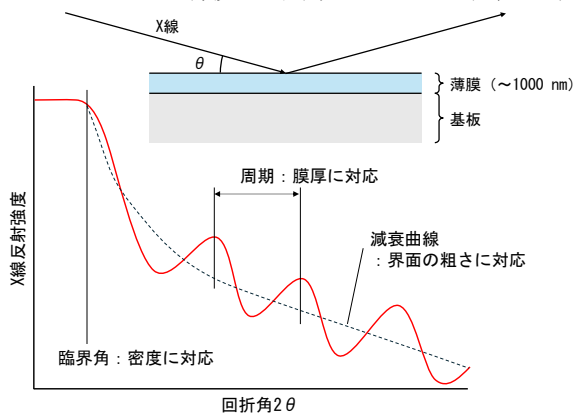


図1 X線反射率測定の原理

3. 分析例

ここでは、シリコン単結晶基板上に形成された約100 nmのシリコン酸化膜(SiO_2)の分析例を図2に示します。このような熱酸化膜は、半導体プロセス開発において頻繁に用いられます。X線反射率測定を行うと、低角度領域に明瞭な振動構造が観測され、膜が均一であることが確認できます。

得られた反射率曲線を、シリコン基板/シリコン酸化膜の二層モデルでフィッティングした結果、膜厚は99.7 nm、膜密度はバルク SiO_2 に近い値、界面粗さは1 nm以下と評価されました。このように、ほかの手法では困難な膜の情報を、X線反射率測定では簡便に精度よく求めることが可能です。また、非破壊で測定できるため、プロセス条件検討や経時変化の追跡にも有効です。

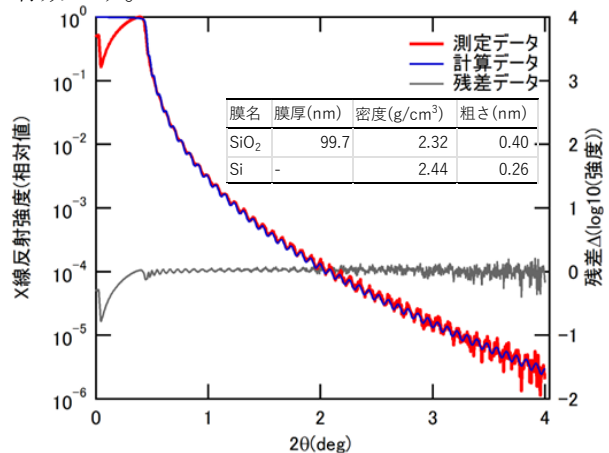


図2 シリコン酸化膜のX線反射率測定とその解析結果

4. おわりに

X線反射率測定は、薄膜の膜厚・密度・界面粗さを高精度に評価できる強力な分析手法です。特に、材料開発やプロセス開発の初期段階から品質管理まで、幅広い場面で活用できます。当センターでは、XRDを用いたX線反射率測定を行っております。薄膜評価としてX線反射率測定を検討される場合はお気軽にご相談ください。

参考文献

- 1) 佐々木明登ほか: 改訂新版X線回折ハンドブック

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

研究テーマ : 硬X線XAFSを用いた触媒分析

担当分野 : X線計測分析