

受光光学系に着目した逆格子空間マップ測定データの比較

○嵩原 綱吉

大阪大学 産業科学研究所 技術室

1.はじめに

X線回折測定方法の一つに逆格子空間マップ測定 (Reciprocal space mapping, RSM) がある。本手法は、例えばエピタキシャル薄膜の構造評価を目的として、半導体や機能性酸化物等の薄膜材料研究において広く利用されている。RSM は実験室系の X 線回折装置でも必要な光学系構成を備えていれば実施可能であるが、特有の手順があり、初心者には取り組みにくい測定法でもある。大阪大学では 2024 年、RSM の技術習得を目的とした薄膜 X 線回折研修 (主催: マテリアル先端リサーチインフラ、共催: 大学連携研究設備ネットワーク) を開催した。本発表では、当該研修で得た知見として、受光側光学系に着目し、様々な条件下で取得した RSM データを比較・紹介する。

2.実験方法

測定対象には Si[111] ウェハの Si(224) 非対称面反射を用いた。装置は X 線回折装置 SmartLab (Rigaku)、測定ソフト SmartLab Guidance を使用し、Cu K α 線 (45 kV/200 mA)、入射光学系に Ge(400)2 結晶モノクロメータを用いた。受光光学系として、0 次元検出器 (シンチレーションカウンタ) では受光スリット幅 1.0, 0.5, 0.1, 0.05 mm および受光アナライザ結晶 (Ge(220) $\times$ 2) を、1 次元検出器 (D/teX Ultra) では ω ステップごとに 2θ 方向を 2° 分一括取得する方式 (Still モード) と 2θ スキャンを行う方式 (TDI モード) を用いた。 $2\theta/\omega$ および ω のステップ幅は 0.002° とし、目的反射に対しそれぞれ $\pm 1.0^\circ$ 、 $\pm 0.1^\circ$ の範囲で測定した。データ処理には 3D Explore、PDXL2 (Rigaku) を用いた。

3.結果

(1) 2 次元マップにおける逆格子点の広がり の比較

取得した 2 次元マップ画像を Fig. 1 に示す。逆格子点の広がり (streak) の大小を比較した結果、0 次元検出器では、受光スリット幅を狭めるにつれて視覚的に縮小する傾向が見られ、アナライザ結晶使用時に最も小さくなった。

(2) 測定所要時間の比較

0 次元検出器では、受光スリット幅・アナライザ結晶の有無によらず、スキャン速度・ ω ステップ数を統一した条件下で測定時間は 2h27m であった。1 次元検出器では 0 次元検出器と同等のスキャン本数で、Still モードは 24 分 (0 次元検出器の約 6 分の 1)、TDI モードは 1h13m (約 2 分の 1) で測定できた。

(3) 最大カウント数の比較

各測定で得られた回折ピークの最大カウント数を Table 1 に示す。0 次元検出器では、受光スリット幅 0.1mm 以下でカウント数がアナライザ結晶使用時を下回った。1 次元検出器では、TDI モードが Still モードを大きく上回るカウント数を示したが、これは測定時間の違いも寄与していると考えられる。

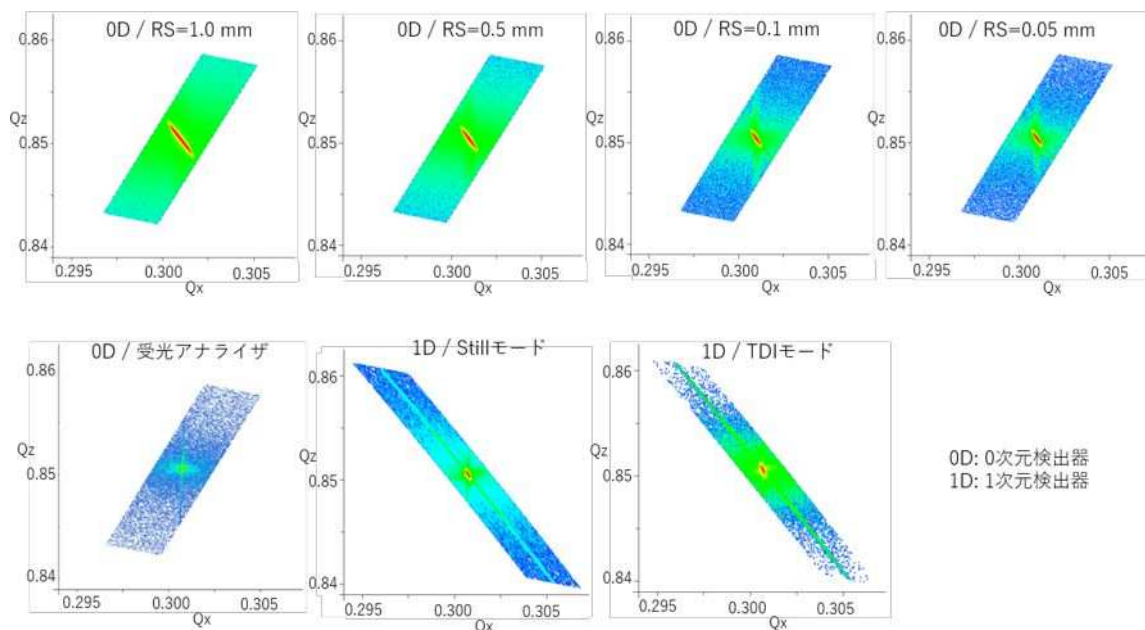


Fig.1 逆格子空間マップ測定データ

Table 1 逆格子空間マップ測定データ

条件	最大カウント数
0D / RS=1.0 mm	4.0×10^6
0D / RS=0.5 mm	3.9×10^6
0D / RS=0.1 mm	1.3×10^6
0D / RS=0.05 mm	7.1×10^5
0D / 受光アナライザ	2.3×10^6
1D / Still モード	6.5×10^5
1D / TDI モード	3.8×10^7

4.まとめ

受光スリット幅を狭める、またはアナライザ結晶を使用することで、逆格子点の広がり（streak）は視覚的に抑制され、特にアナライザ結晶との組み合わせが有効であった。測定時間は、1次元検出器のStillモードで0次元検出器の約6倍、TDIモードで約2倍高速であった。カウント数は、0次元検出器では受光スリット幅0.1mm以下でアナライザ結晶使用時を下回り、1次元検出器ではTDIモードが最も高かった。以上より、逆格子点の分離を重視する場合はアナライザ結晶、高速測定を優先する場合はStillモード、広い2θ範囲や高カウント数が必要な場合はTDIモードが有効と考えられる。本内容がRSM測定における条件選択の一助となれば幸いである。

謝辞

薄膜X線回折研修の開催にあたりご支援いただきましたマテリアル先端リサーチインフラ、大学連携研究設備ネットワークおよび関係者の皆様に感謝いたします。