

薄膜・微小領域X線回折装置 (D8 DISCOVER)

理工学研究科物質科学部門 柿崎 浩一

1. 装置概要

本装置は超高速微小領域材料評価 X 線回折システムの一環として設置されたものであり、大面積の 2 次元半導体検出器 (VÅNTEC500) と全軸自動制御の可動軸として X, Y, Z, Phi, Psi をもつ 5 軸クレードルステージ (図 2) を備え、様々な測定・解析方法に対応できることが特徴である。サンプルホルダーとしては、標準の傘型ホルダーに加えて、マグネット固定ホルダー、真空チャックホルダー、ガラスキャピラリホルダー、クランプホルダー、テンションクランプホルダー、粉末固定ホルダーが用意されており、ほぼ全ての試料形態に対応可能となっている。X 線源には高輝度アノード回転式 X 線源 (TURBO X-RAY SOURCE: 6 kW) を採用し、高輝度かつ強力な X 線をチャンネルカットモノクロメーターや人工多層膜ミラーなどのアタッチメントにより単色、平行ビーム化して試料に照射することで、薄膜、極微小領域、小角散乱、In-Plane などの高度な測定が高精度・高感度かつ高速に可能である。微小領域測定に際しては、ビデオ顕微鏡システムにより 10 μm の分解能で正確な測定位置決定が可能であり、コリメーターによって絞られた X 線をピンポイントに照射して X 線回折測定が可能となっている。加えて、X 線検出器として 0 次元シンチレーション検出器も用意されており、2 次元検出器と付け替えることにより、多層構造膜の膜厚測定や表面ラフネスの評価も可能となっている。セッティング変更は装置制御ソフトウェア (DIFFRAC.SUITE) の DAVINCI 機能により自動認識され、特別な調整を行うことなく使用することが可能である。

また、解析ソフトウェア (DIFFRAC.EVA/LEPTOS) は、データ処理・定性・定量分析機能はもとより、極点図解析、逆格子空間マッピング解析、小角散乱解析など、より高度な解析にも対応しており、測定結果から様々な情報を引き出すことが可能である。

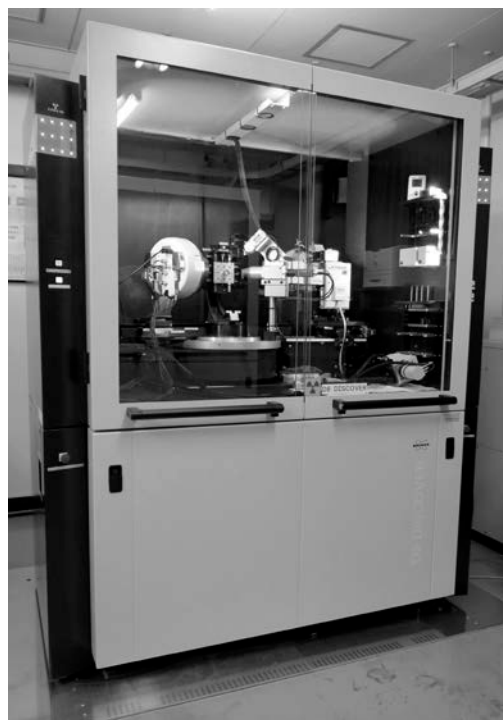


図 1 D8DISCOVER の外観

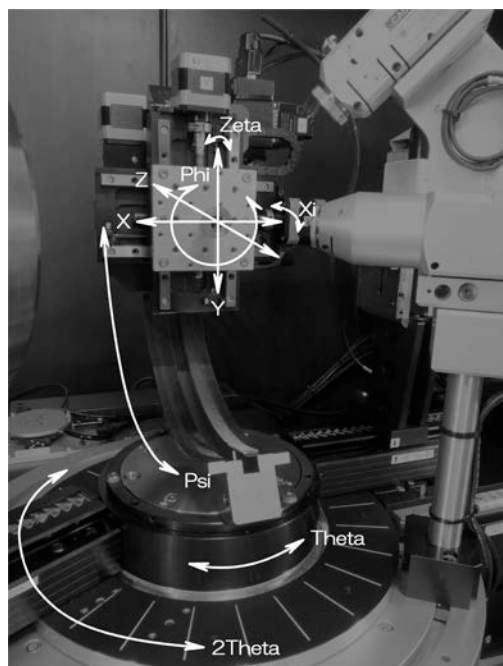


図 2 5 軸クレードルステージ

2. 2次元検出器による配向性薄膜の測定例

図3は、2次元検出器を用いて測定した配向性薄膜試料の測定結果の一例である。検出器位置を200 mmとした場合、図中に示した通り、通常の2θ軸は1回の測定で約30°をカバーできるため、短時間(この例では60 sec.)で回折パターンを得ることができる。加えて、Psi軸方向の回折、すなわちロッキングカーブを同時に測定することが可能であり、配向性を持つ薄膜の評価は大幅に省力化されることとなる。ここで、ロッキングカーブとは、結晶学的に優先配向を有する試料において、その結晶軸の分散(ゆらぎ)を示す指標としてしばしば用いられる。このようにして2次元検出器から得られた回折強度を所定方向に積分することで回折図形を得ることができる。図4(a)および(b)は、それぞれ2次元検出器の回折強度を2θ軸方向およびPsi軸方向に積分したものであり、X線回折パターンとロッキングカーブが得られている。

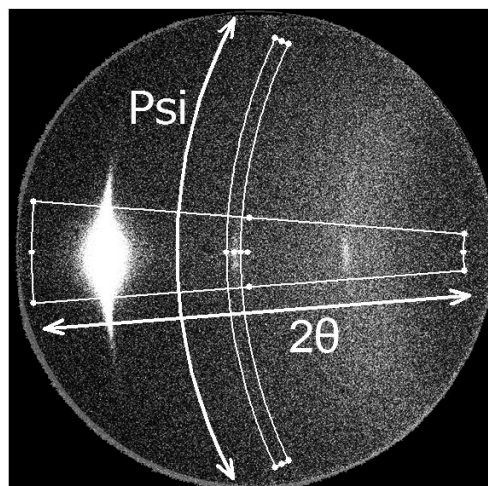


図3 配向性薄膜試料の測定結果

3. 逆格子マッピング

図5は、2次元検出器を用いて測定した配向性薄膜試料の逆格子空間マップを3D表示した例である。クレードルステージのPsi軸を変化させ、試料における回折面の角度を変えながら、その都度測定した回折パターンを連続的に重ね合わせることで逆格子空間マップを得ている。通常の0次元検出器を用いてこの測定を行うためには、3Dマップの各点を1点ずつ測定することになり、膨大な時間を費やすこととなる。しかし、2次元検出器を用いることで、2θ軸方向はスキャンする必要が無く、設定したPsi軸の測定点数分だけの測定を行えば良く、大幅に測定時間の短縮が可能となる。この例では、1測定を60 sec.とし、Psi軸の角度を5°ステップで測定しているため、約20分の測定で逆格子空間マップが得られる。この試料では結晶配向がそれほど強くないため、単結晶のようなスポット的な回折にはなっていないが、Psi軸の角度によって各回折面からの回折強度が変化していることがわかる。なお、配向面ごとの逆格子空間マップがどのようなかは、PDFデータを基にシミュレートするソフトウェア(SMAP)が付属しており、解析する上での助けとなる。

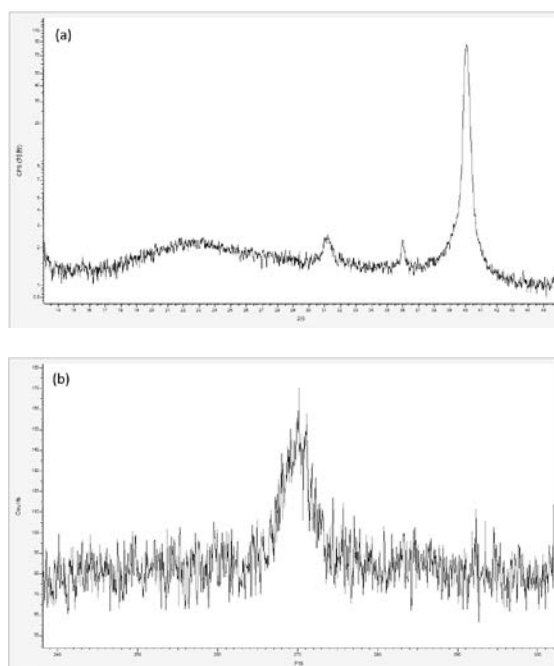


図4 配向性薄膜試料の(a)回折パターンおよび(b)ロッキングカーブ

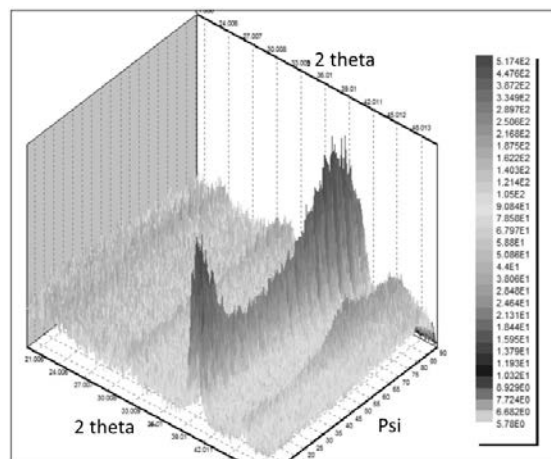


図5 逆格子空間マップの3D表示