

X線分析 No. X168

X-RAY ANALYSIS

X線回折法による薄膜の測定(その5)

Measurement of Thin-Films by X-ray Diffractometry

薄膜 X線回折法により薄膜の厚みの情報が得られます

近年、X線入射角度を試料面に対して低角にして、X線浸入深さを浅くすることにより表面感度を高める薄膜X線回折法が多く利用されております。本法を用いた応

用例は島津アプリケーションニュースNo. 135, 157 に示しましたが、今回は薄膜の厚みの情報を求めた例について紹介いたします。

■低角 X線入射法と膜厚の関係

Relation between Shallow Incidence Angles and Thin-Film Thickness

低角 X線入射法はFig. 1 に示すとおり低い X線入射角度(γ : $0.1^\circ \sim$ 数度)設定を行うことにより、回折される X線の深さを浅くして、表面感度の向上をはかる手法です。

表面から深さ x のところで回折される X線の強度は次式で与えられます。

$$dI_b = \frac{I_0 ab}{\sin \gamma} e^{-\mu x} (1/\sin \gamma + 1/\sin \beta) dx \dots \dots (1)$$

ただし、 I_0 : 入射 X線強度 γ : 入射角 2θ : 回折角
 a : 結晶粒の体積比率 β : 取出角 μ : 線吸収係数
 b : 回折エネルギーの入射エネルギーに対する比率 x : 浸入深さ

さらに(1)式を無限の厚さの試料によって回折された全回折強度の比として表わしますと I_0 , a , b などの定数が消去され次式になります。

$$G_x = \frac{\int_{x=0}^{x=x} dI_b}{\int_{x=0}^{x=\infty} dI_b} = [1 - e^{-\mu x} (1/\sin \gamma + 1/\sin \beta)] (2)$$

ここで X線の浸入深さの定義として、深さ x の表面層による回折強度が試料全体による強度の99%と仮定します。

すなわちこの厚み x は薄膜測定において下地の影響が約1%以下になる膜厚に相当します。種々の材質の薄膜で厚み x を計算しますとFig. 2の膜の厚み x と X線入射角 γ の関係が得られます。たとえば $\text{In}_2\text{O}_3(222)$ 面では X線入射角 1° で下地の回折強度が被膜の回折強度に対して約1%以下に減衰すれば、膜厚は約 $1 \mu\text{m}$ となります。

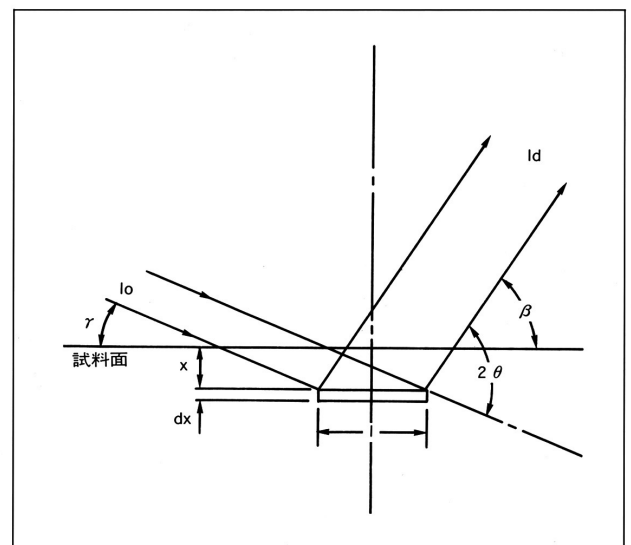


Fig. 1 X線浸入深さ
X-ray Penetration Depth

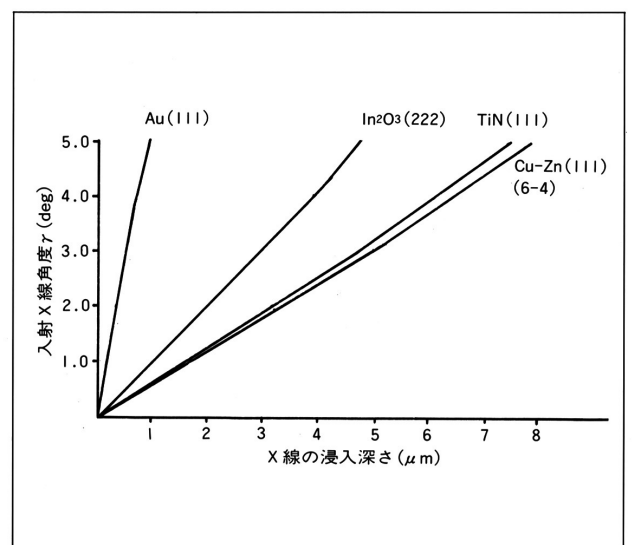


Fig. 2 入射 X線角度 γ と X線の浸入深さの関係
Relation Between Shallow Incidence Angles and X-ray Penetration Depth

■金メッキ(下地銅)の測定例

Measurement of Gold Plating on Copper Substrate

Fig. 3 に通常の θ - 2θ 法で測定した銅板表面の金メッキの測定例を示します。金メッキのAu(111)面と下地のCu(111), (200)の回折線が測定されました。なおCu(200)面の方が(111)面より強いのは圧延による配向性によるものです。Fig.4に低角入射の薄膜法の測定結果を示します。下地のCu(111)面の回折線強度はX線入射角 1.0° で著しく減衰する傾向が認められました。Fig.2のX線入射角と膜厚の関係から膜厚が約 $0.2\mu\text{m}$ が求められました。

Table 1 測定条件
Measurement Conditions

X-ray	: CuK α
Power	: 40kV-20mA
Monochromater	: Graphite
Counter	: S. C
Scan Speed	: 2 deg/min.
Time Const	: 1 sec
Full Scale	: 2 kcps
Div. Slit	: 1.0°
Scat. Slit	: 1.0°
Rec. Slit	: 0.3°

Table 2 測定条件
Measurement Conditions

X-ray	: CuK α
Power	: 40kV-30mA
Monochromater	: Graphite
Counter	: S. C
Scan Speed	: 2 deg/min.
Time Const	: 1 sec
Full Scale	: 5 kcps
Div. Slit	: 0.3°
Rec. Slit	: 0.2° (Sola)

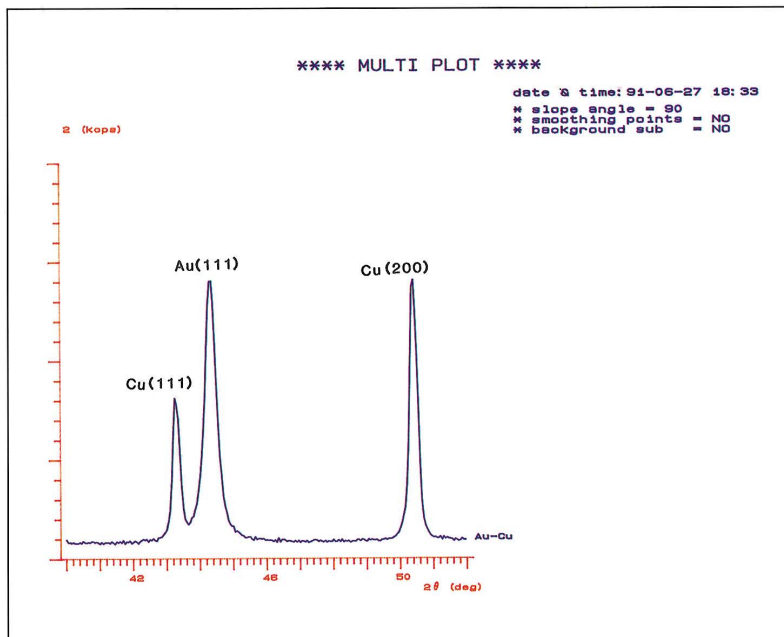


Fig. 3 金メッキの θ - 2θ 法の測定例
Measurement of Gold Plating on Copper by θ - 2θ Method

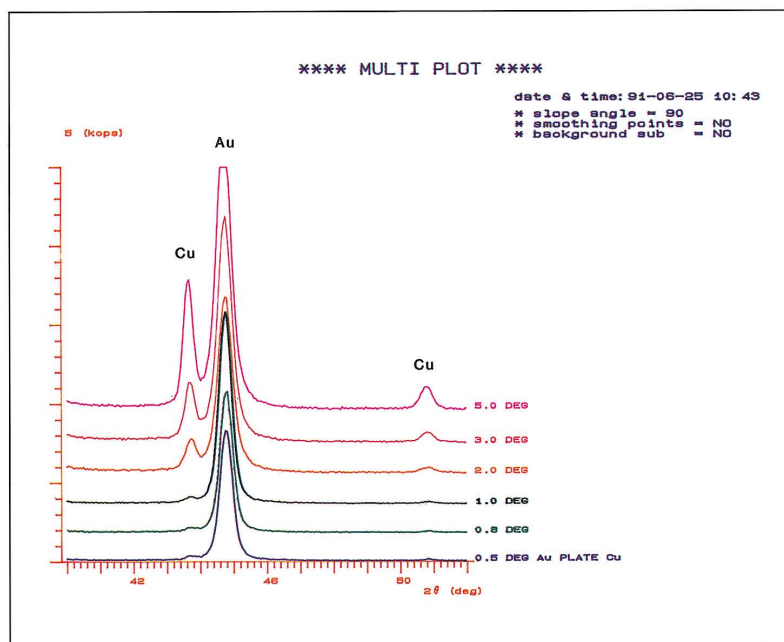


Fig. 4 金メッキの薄膜法の測定例
Measurement of Gold Plating on Copper by Thin-film Method

X線分析アプリケーションニュース No.40~194 は、発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。