

川崎製鉄㈱ 鉄鋼研究所 ○片山道雄 工博 清水真人

1. 緒言

種々の金属材料に表面処理を施し、材料特性を向上させる素材開発が盛んである。また、通常の鋼板の薄膜酸化層が製造工程のトラブルの原因になることもある。このような、表面に形成される物質の形態を明らかにするのに古くからX線回折が用いられる。しかしながら、薄膜層が数百Å以下の超薄膜の場合、通常の $\theta-2\theta$ 法では検出不可能である。今回、薄膜用X線回折装置（理学電機）を導入し、種々の薄膜層に適用、良好な結果を得たので報告する。

2. 原理と構成

物質の同定あるいは定量などに適用されている通常のディフракトメータの機構は、十分に厚い試料を対象としており、高分解能および高強度を得るため集中ビーム法が採用されている。試料に平行に存在する結晶格子面を測定するのが一般的で、存在する相の体積比に応じて高回折強度が得られ優れた測定法である。しかしながら、極表面に薄く被覆された薄膜の測定では試料表面に対する照射X線の侵入深さが大きく、回折に寄与する薄膜の体積が余りにも小さいため回折線が得られず適用できなかつた。本装置は、照射X線を試料に対し低角入射させX線の侵入深さを極力小さくする。図1に、ディフракトメータ部の原理図を示す。図から明らかなように、平行ビームを採用して、受光スリット、分光器および検出器を一組として極力試料に近ずける。S/Nの向上を図るため検出器の前に平板分光器（グラファイト）を設置する。薄膜層の配向性を軽減させるため回転試料台を設置する。また、微弱ピークの増大を図るため強力X線源（18KW）を使用するなどの特徴がある。

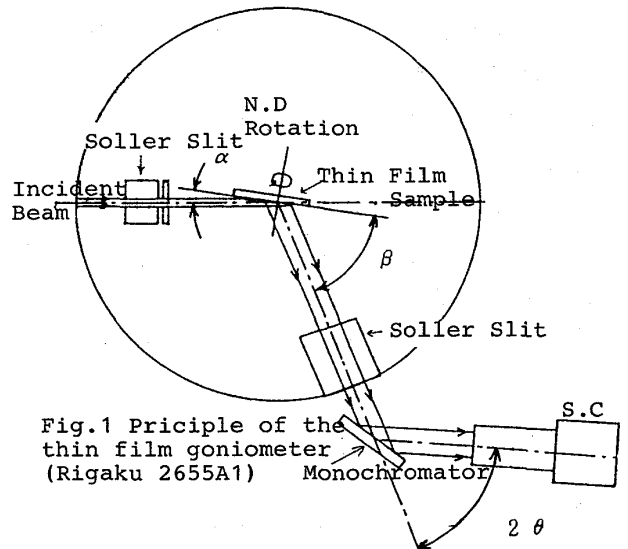


Fig.1 Principle of the thin film goniometer (Rigaku 2655A1)

3. 適用例

測定条件 X線：CuKa、電圧：55kv、電流：250 mA~280mA、入射角：2.5°、スリット：0.2mm、5mm、走査速度：4°/分、サンプリング幅：0.02°

- 1) 図2にガラス板上に100Å前後の厚さを変えて蒸着したFeの超薄膜層のX線回折パターンを示すが、100Å以下のFe(110)が認められた。
- 2) ステンレス鋼板の圧延後の表面層でもFeCr₂O₄系が確認された。
- 3) 304ステンレス鋼の酸化層はほとんどがFeCr₂O₄系であるが、430はそれにCr₂O₃系が共存する。
- 4) 304ステンレス鋼板の光輝焼鈍で生成されるFeCr₂O₄系はD. P-40℃を境に高温になるに従い酸化層は著しく増加し、低温ではほとんど変化しない。

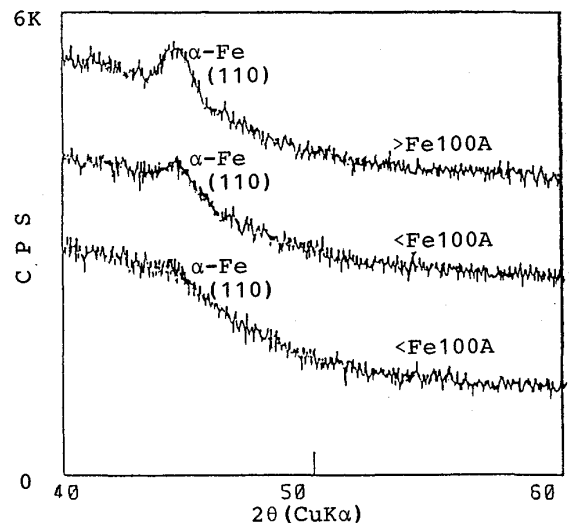


Fig.2 Diffraction spectra of iron ultra thin films deposited on glass plates