

中性子反射率法による合金多層膜の評価

株式会社レゾナック 桜井哲朗 水上麻実 内堀揚介 高橋浩 影澤幸一

1. Introduction

材料の中には、有機・無機系の材料が積層構造を有するものがある。これらの材料の構造解析法として、積層構造であることを利用した X 線または中性子反射率法という分析手法がある。どちらも積層膜の膜厚、界面粗さの評価が可能だが、分析対象の構成層が軽元素主成分とする場合は、中性子反射率法の選択が有利と考える。これは中性子のほうが材料内の散乱に際して、より軽元素の情報を捉えやすいのが理由である。ここでは、金属層と有機層からなる積層材料を提供し、本材料の構造情報を得る手段として中性子反射率法の有効性を検討する。

2. Experiment

1) 測定装置： iMATERIA (BL20)

*本装置での反射率測定系を利用した。

サンプルは 4 方形に切り出したものを指定の治具に固定した (右の写真)。

2) スリットを通過させて平行化した中性子はサンプル面にすれすれに入射する。測定系は入射中性子の入射角とサンプル面とのなす角度が

0.5deg→1.0deg→1.5deg→2.0deg

となるよう制御し、それぞれの角度において一定時間の反射中性子の強度を計測した。

強度の計測は iMATERIA 後方に設置された 2D 検出器を用いた。

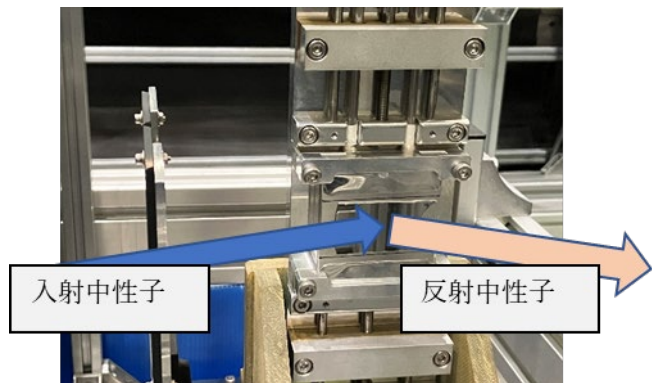
3) サンプル

金属層 (保護膜付き) と有機層からなる積層材料 (全厚約 0.5mm) 2 点

*金属層の膜厚は同じだが、有機層の膜厚 (Å相当) を変えてある

LOT 記載 sample 1 : 有機層の膜厚が厚いサンプル

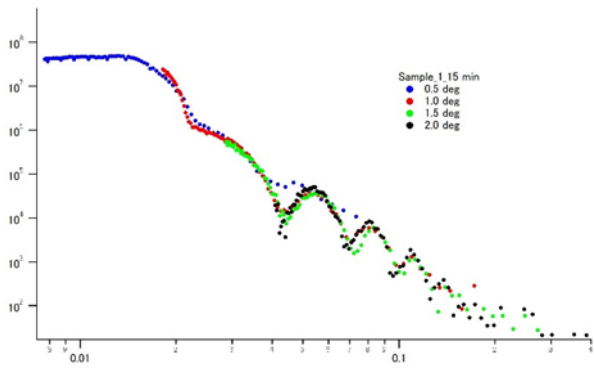
sample 2 : 有機層の膜厚が薄いサンプル



3. Results

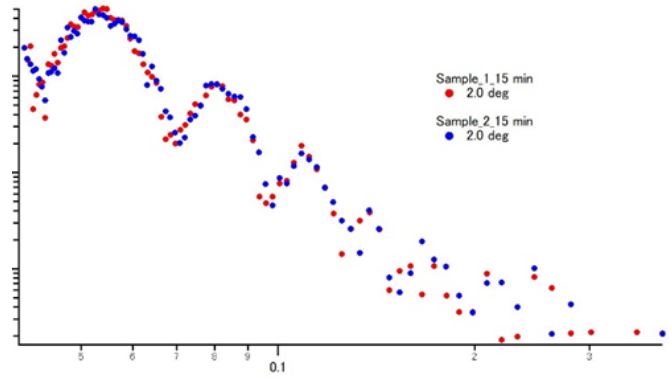
図 1 に sample 1 の測定結果を示す。図中、区別できるように角度毎で色分けをしてある。この図からは、角度が順次進行するのに従って、反射率の強度が Q の増加方向においてある周期をもって低下してゆくことがわかる。この強度低下は、sample 1 が層構造を有することが示している。

図 2 は反射率強度について sample 1 と sample 2 で比較したものである。角度毎の測定結果においてそれぞれ 2.0deg の結果を選択して、Q 方向に重ねて表示した。この図からは、両 sample の反射率強度は Q が増加する方向において、周期的に反射率強度が低下してゆくことが現れている。両者を比べると強度低下の状況は似ているが、sample 2 (図 2 中の青点) が Q 方向に若干シフトしていることがわかる。これは sample 1 に対する sample 2 の有機層の膜厚の違いが反映されているものと推測する。



$Q/\text{\AA}^{-1}$

図1 反射率強度結果 (sample 1)



$Q/\text{\AA}^{-1}$

図2 反射率強度の比較
(sample 1 vs sample 2)

4. Conclusion

金属層と有機層からなる積層材料について、中性子反射率法による測定を行った。その結果、 Q が大きくなる方向で中性子反射率強度が周期的に低下することがわかった。この結果は、本材料が層状構造を持つことを示している。また、有機層の膜厚が異なるサンプルの結果を比較すると、中性子反射率強度が周期的に低下してゆく状況は同じだが、有機層の膜厚が薄いサンプルにおいて、そのプロファイルが Q 増加の方向にわずかにシフトしていることがわかった。このシフトは有機層の膜厚の差異によるものと推測する。

今後、専用の解析ソフトを使って、シミュレーション（計算値）と実測値の比較作業から構造評価を行ってゆく。