

【はじめに】

現在、筆者は 10 号館（有機エレクトロニクス研究センター）内にある薄膜 X 線回折装置の装置管理を行っている。これまで多くのユーザーにご利用頂いてきたが、更なる利用拡大を目的に学内向けオペトレや簡易講習を随時行っている。今回、筆者は管理の一環として「薄膜 XRD 測定における測定講習」という実技講習会に参加した。本稿では、実技講習会の内容を踏まえながら本装置が有する性能と特徴を紹介する。

【装置の概要】

10 号館に導入されている薄膜 X 線回折装置 "SmartLab" は Rigaku 社製である。薄膜サンプル内の結晶性を評価することが主目的であるため、管球（Cu）への電圧、電流バイアス値は一般的なものと比較し高い設定である（最大 45kV, 200mA）。また、測定可能なサンプルは薄膜サンプルのほかに、粉末サンプルも可能である。

【主な測定法】

SmartLab は 5 軸縦型ゴニオメータを採用しているため、多くの測定法が可能である。それらの中から、より汎用的な測定について紹介する。

■ Out of Plane 測定（ $2\theta/\omega$ 測定）

粉末測定においても一般的な測定法であ

り、操作軸も同様である。薄膜サンプルに対し平行 X 線を照射すると、サンプル内でブラッグの式（ $2d\sin\theta=n\lambda$ ）を満たす結晶面が存在する場合に X 線が回折、反射する。この回折した X 線をディテクターで計数することでサンプル内の結晶性をスペクトル化し、評価する。なお、本測定法は結晶面がサンプル表面に対し平行方向（面外方向）の場合に用いることが多い。Fig.1 に Out of plane 測定の概要図と、有機半導体として一般的に用いられるペンタセン薄膜（50nm）の Out of plane 測定結果を示す。ペンタセン薄膜は蒸着法によって成膜し、良好な結晶性をもつことが確認された。

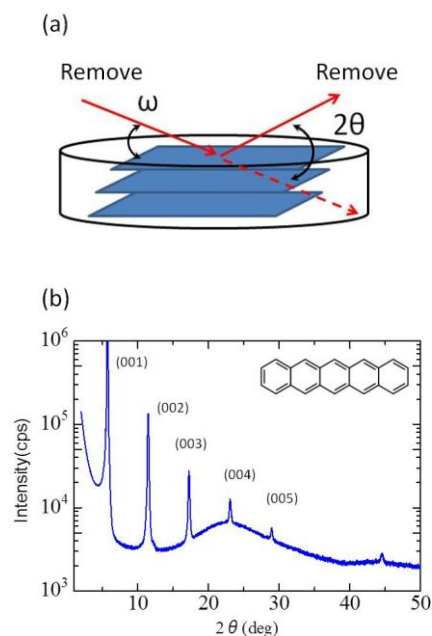


Fig.1 Model diagram (a) Out of plane measurement for XRD (b) the spectrum of Pentacene film.

■ Inplane 測定 ($2\theta/\varphi$ 測定)

Out of plane 測定では結晶面が面外方向を向いているサンプルに対し使用したが、本測定法は、結晶面がサンプル表面に対し垂直方向（面内方向）を向いている場合に用いることが多い。サンプル表面にある一定の角度 ω で平行 X 線を照射し、サンプルからの回折 X 線をディテクター、およびサンプル自体を操作することで計数する (Fig.2)。なお、Inplane 測定を用いるにあたりサンプルの X 線に対する全反射臨界角度を測定する必要がある（全反射臨界角度については反射率測定項目参照）。

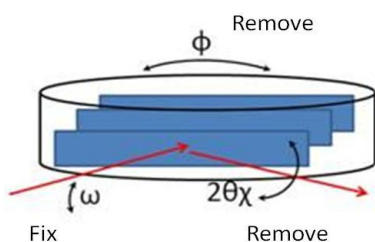


Fig.2 Model diagram of Inplane measurement for XRD.

■ 薄膜測定 (2θ 測定)

操作軸、および測定における考え方は Out of plane 測定と同一であるが、本測定は入射 X 線の角度を固定する測定法である。一般に結晶性をもつ物質を溶液化し、薄膜化すると、作製プロセスに応じて結晶性が変化することが知られている。また、未知サンプルにおいては、結晶面がどのように現れるかが分からないことがある。このようにある意味、未知の結晶性サンプルの結晶ピークを測定するとき用いられるのが本

測定法である。

■ 反射率測定

X 線の物質に対する屈折率は 1 より小さいため、X 線が固体表面すれすれの入射角で入射するとき、ある角度 θ_c 以下では全反射が起こる。この角度 θ_c は物質により固有の値であり、この角度前後で X 線の入射角度を変更することで、サンプルからの表面、および内部反射 X 線を計数することができる。反射率測定では結晶質、非結晶質に関わらずサンプル表面のラフネスがなめらかであれば測定が可能である。また、算出できるパラメータはサンプルの密度、膜厚さ、表面ラフネスがある。

■ その他

今回紹介した各測定法に加え、一般的な X 線回折装置で行える測定法は殆ど備わっている（残留応力測定、アプライドとして極点、ロッキングカーブ、逆格子マッピングなど）。また、熱印加をしながら *Insirtu* 測定を行うことも可能である。必要に応じて測定系やアタッチメントを変更することで、ニーズにあわせた測定が可能である。

【おわりに】

今回ご紹介した *SmartLab* は多くの機能をもっているが、ユーザー側がどのようなことができるかを把握したうえで使用しなければ、その利点を活かしきれない。筆者自ら多機能な本装置の能力を網羅したうえで、皆様方にオープンにしていくことが当面の目標であると考えている。本稿をご覧になり、各々方の実験、研究系に寄与することが出来れば幸いである。