

# 薄膜X線回折・散乱技術入門と SPring-8での利用事例紹介

(公財) 高輝度光科学研究センター (JASRI)

産業利用推進室 産業利用支援グループ  
材料構造解析チーム  
小金澤 智之

(BL46XU・BL19B2 X線回折計担当)



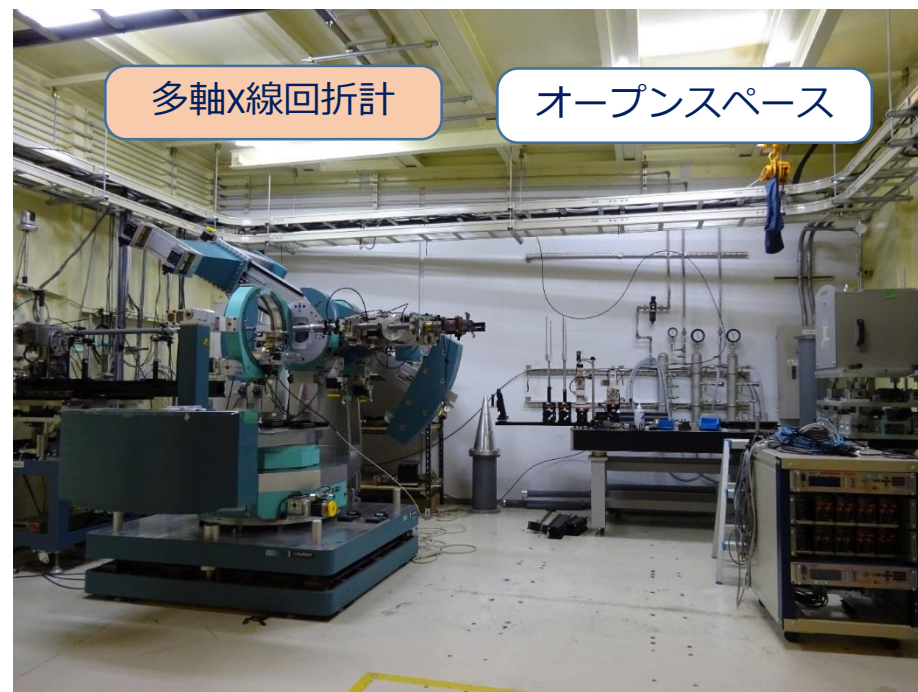
大型放射光施設 SPring-8

兵庫県佐用町 播磨科学公園都市  
理化学研究所  
1997年 共用開始

# JASRI

公益財団法人  
高輝度光科学研究センター

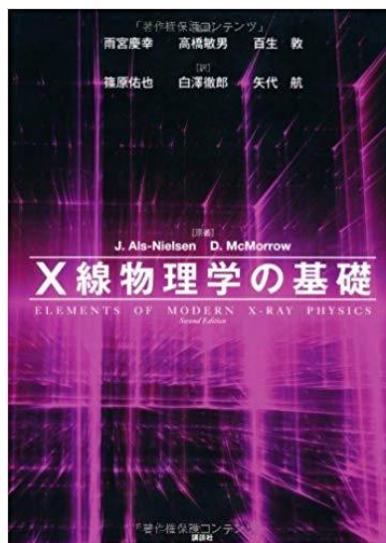
SPring-8 BL46XU (産業利用Ⅲ)  
第1実験ハッチ



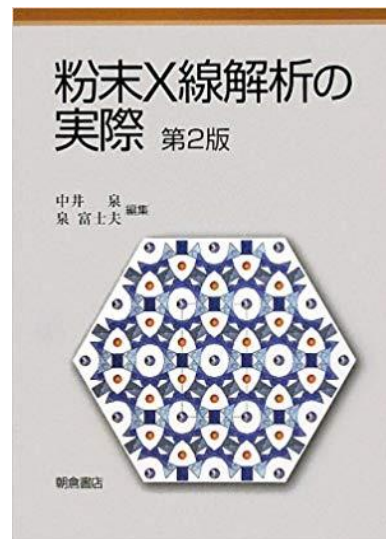
多軸X線回折計

オープンスペース

# 参考文献 (X線回折、薄膜X線回折、X線反射率)



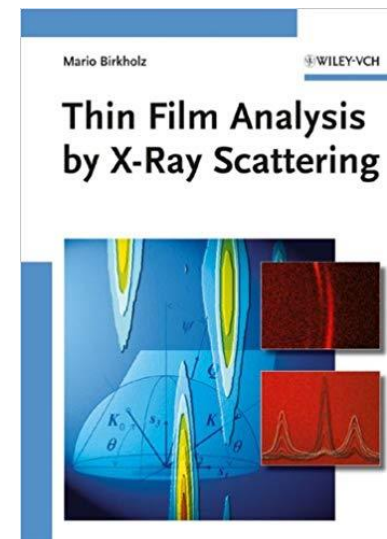
X線物理学の基礎



粉末X線解析の実際



X線反射率入門



Thin Film Analysis  
by X-ray Scattering

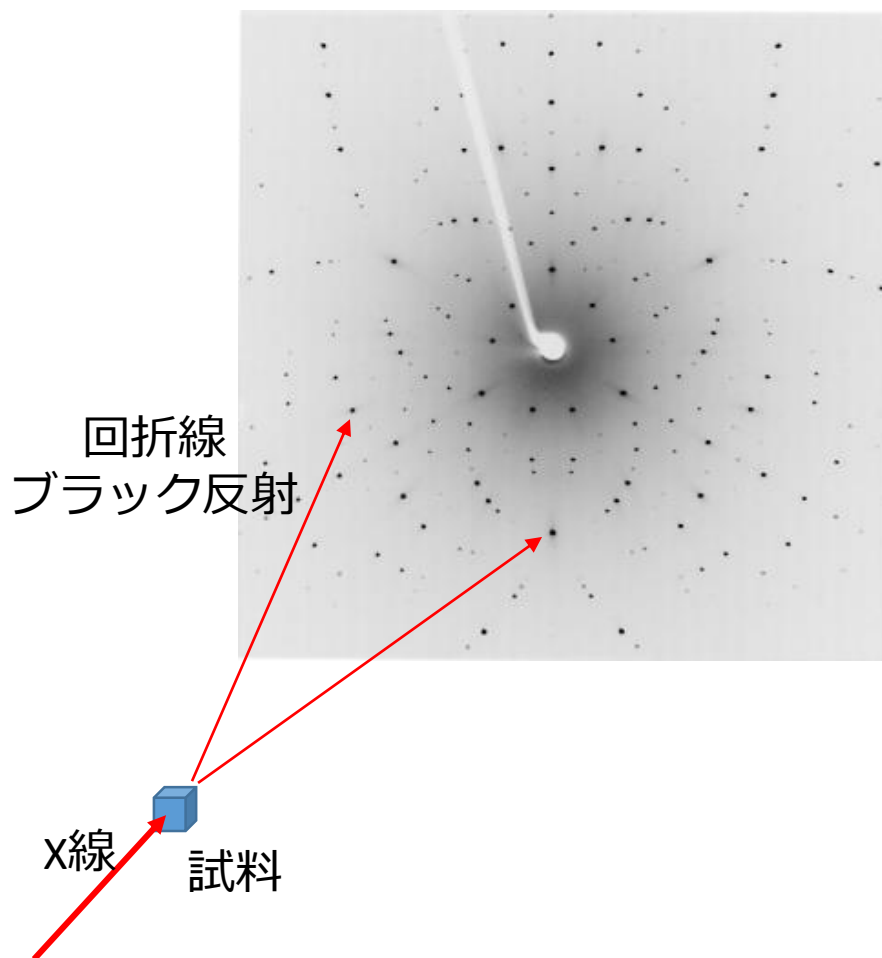
- リガクジャーナル (要会員登録)
- "Introduction to Advanced X-ray Diffraction Techniques for Polymeric Thin Films". Coatings 2016, 6, 54

## 発表内容

- 1、 薄膜X線回折・散乱技術入門
- 2、 SPring-8での利用事例紹介



# X線回折



## ①反射の有無・形状

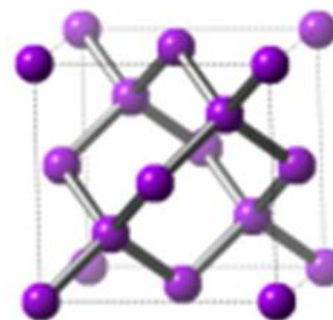
結晶 or 非晶質  
結晶性・配向性

## ②反射の位置 $2 d \sin\theta = \lambda$

面間隔・格子定数



## ③反射の強度

原子位置 (電子密度)



相同定、結晶性・配向性評価、応力・歪み評価、その場観察

# 単結晶X線回折 & 粉末X線回折

	単結晶X線回折	粉末X線回折 (放射光施設)
試料	 <p>1つの単結晶</p>	 <p>ガラスキャピラリーに粉末を詰める</p> <p>多数・方位がランダムな 微小単結晶の集まり</p>
測定	2次元検出器	1次元検出器あるいは2次元検出器

放射光施設には専用のビームラインがあり、測定自動化が進んでいる。

単結晶X線回折⇒タンパク質結晶構造解析ビームライン (PF)  
構造生物学ビームライン(SPring-8)

# 薄膜X線回折



薄膜1

薄膜2

基板

## 基板

材料：シリコン基板、(ITO付) ガラス基板  
酸化物単結晶基板、金属板

大きさ：5mm~20cm角（直径）

厚み：0.5mm~数mm

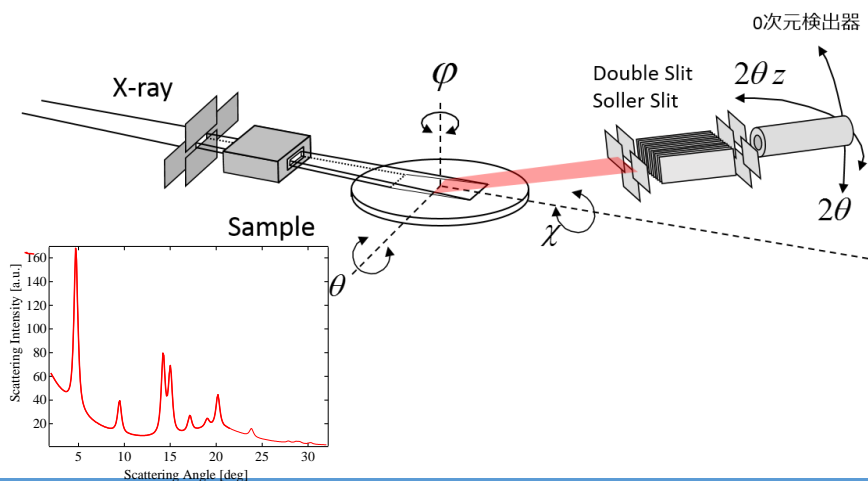
## 薄膜

膜厚：1monolayer~数百 $\mu\text{m}$

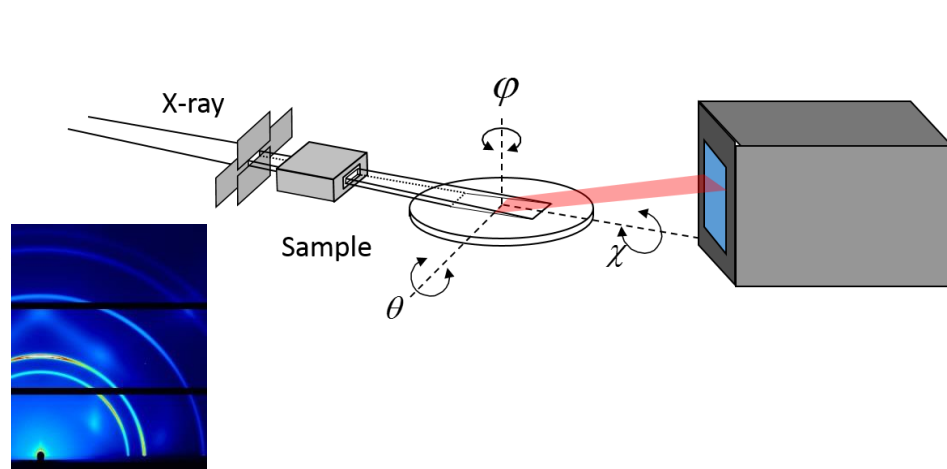
成膜方法：スピコート、ディップコート  
真空蒸着、MBE、CVD、PLD

単層、多層

## 0次元検出器



## 2次元検出器（1次元検出器）



# 薄膜X線回折 (SPring-8 BL46XU, BL19B2)

- 有機薄膜・・・有機薄膜太陽電池、有機ペロブスカイト太陽電池  
有機薄膜トランジスタ、有機EL  
液晶配向膜
- 無機薄膜・・・金属、半導体、酸化物  
太陽電池、トランジスタ【活性層、絶縁膜、電極、保護膜】  
磁性薄膜、強誘電体薄膜、

## デバイス作製

材料、分子構造  
デバイス構造  
作製プロセス

## 薄膜X線回折

結晶構造  
結晶性・配向性  
応力

## デバイス特性

変換効率・移動度  
耐久性

- + 作製プロセスや使用環境を再現したその場薄膜X線回折  
【加熱、冷却、真空蒸着、塗布乾燥、光照射、電圧印加、電気化学反応】



# 薄膜X線回折の特徴

- 試料形状が多種多様
- 基板が存在する、多層である。
- 面外（膜厚方向） or 面内
- ① • 結晶性、配向性の幅が広い
- ② • 入射角が変数
- ③ • 0 or 2次元検出器



## 最適な測定条件を選択

- x線エネルギー
- ビームサイズ
- 検出器
- 測定領域
- 測定時間
- 測定方向、測定方法

事前検討、事前相談が大切

- 膜厚が薄い（100 nm以下）
- 結晶性が低い



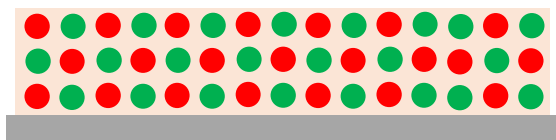
## 回折強度が弱い

放射光（高輝度X線）が有効

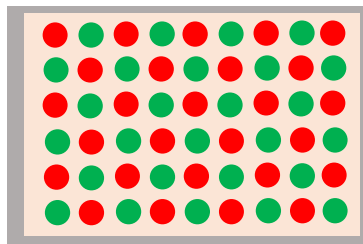
# ① 結晶性・配向性

単結晶

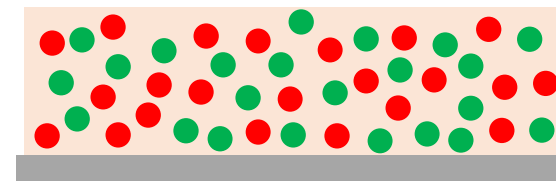
side view



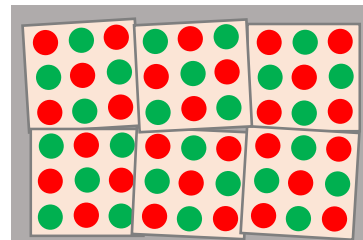
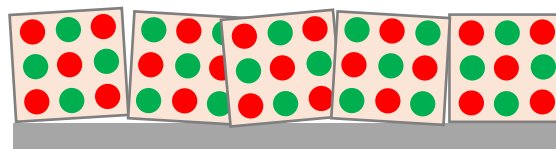
top view



非晶質 (アモルファス)

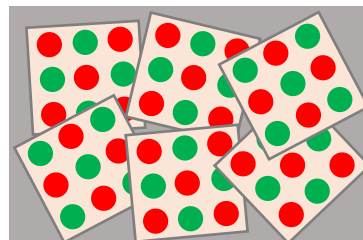
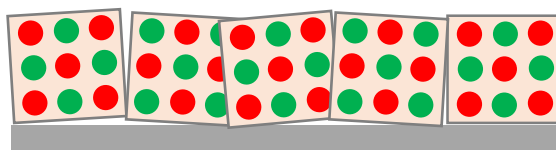


3軸配向 (1軸配向+面内配向)



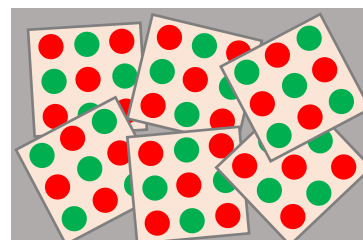
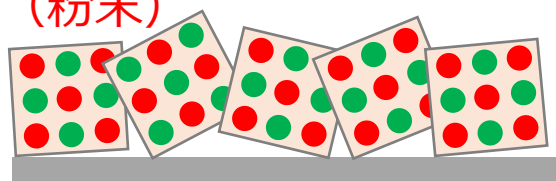
面外方向：配向あり  
 面内方向：配向あり

1軸配向 (繊維配向)



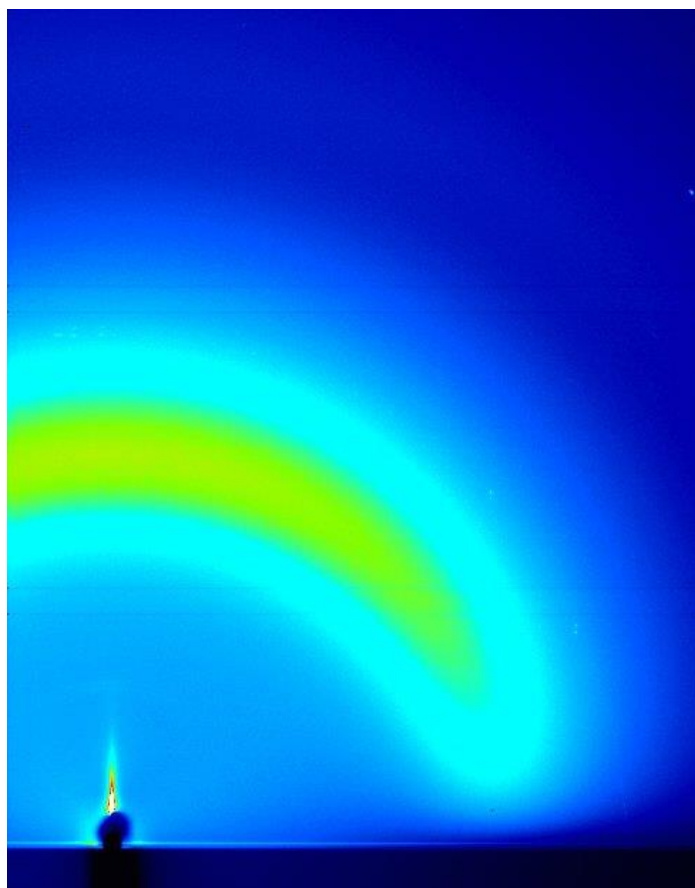
面外方向：配向あり  
 面内方向：配向なし

多結晶 (粉末)



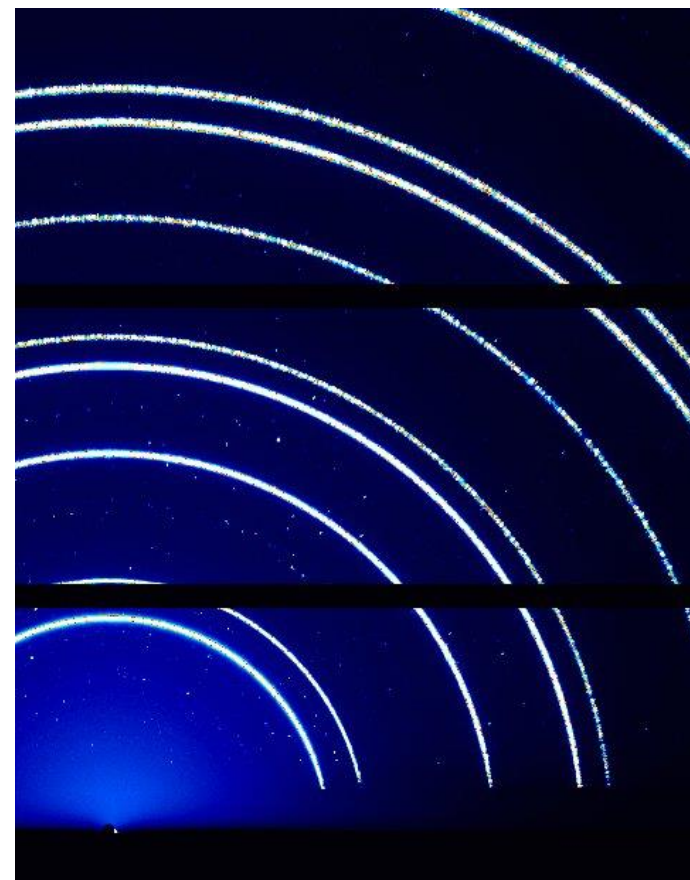
# ① 結晶性・配向性とX線回折パターン

非晶質



ガラス基板

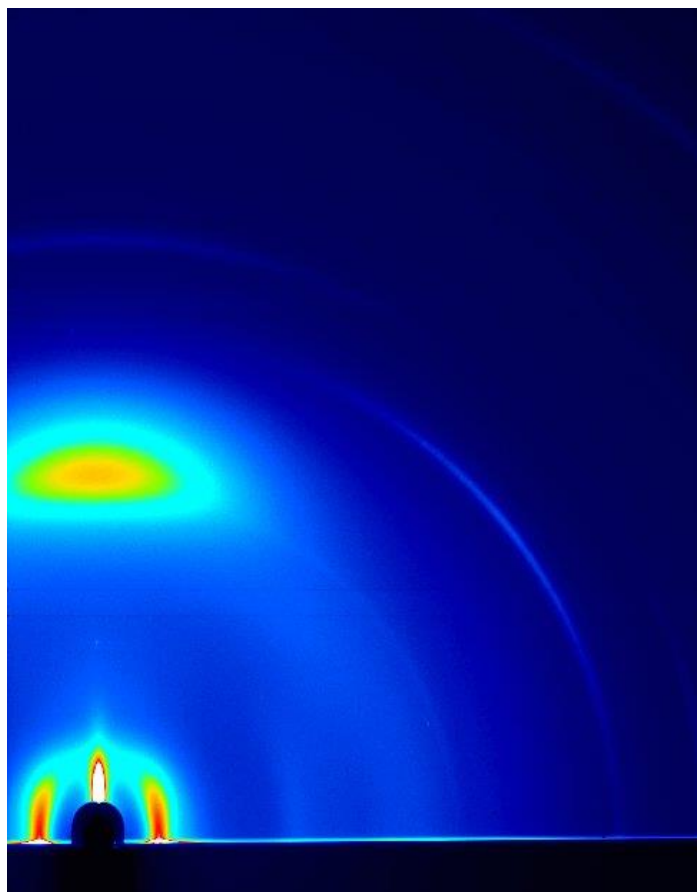
多結晶



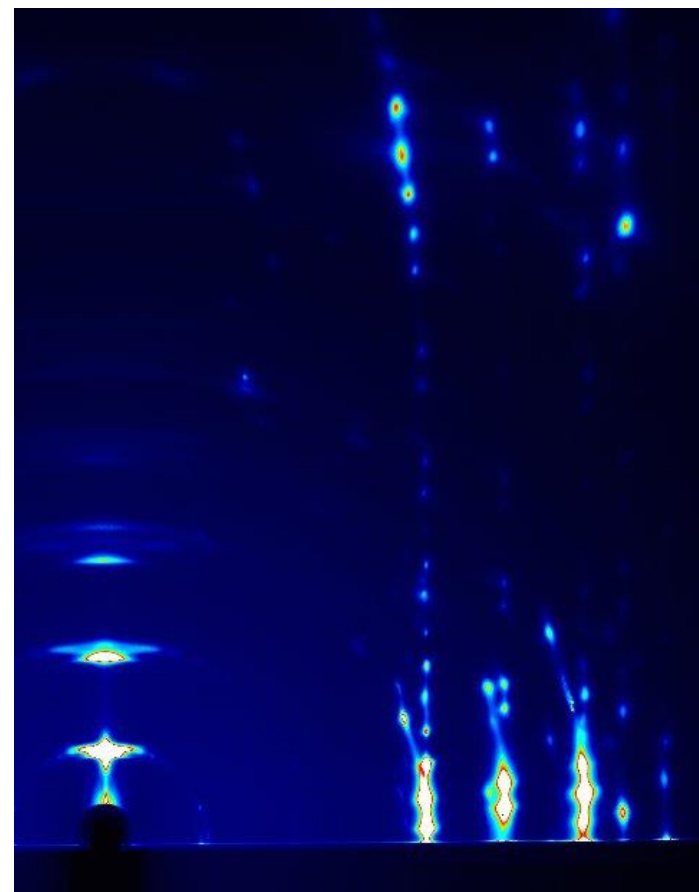
CeO<sub>2</sub>/ガラス基板

# ① 結晶性・配向性とX線回折パターン

## 1軸配向



高分子スピコート膜/ITO基板

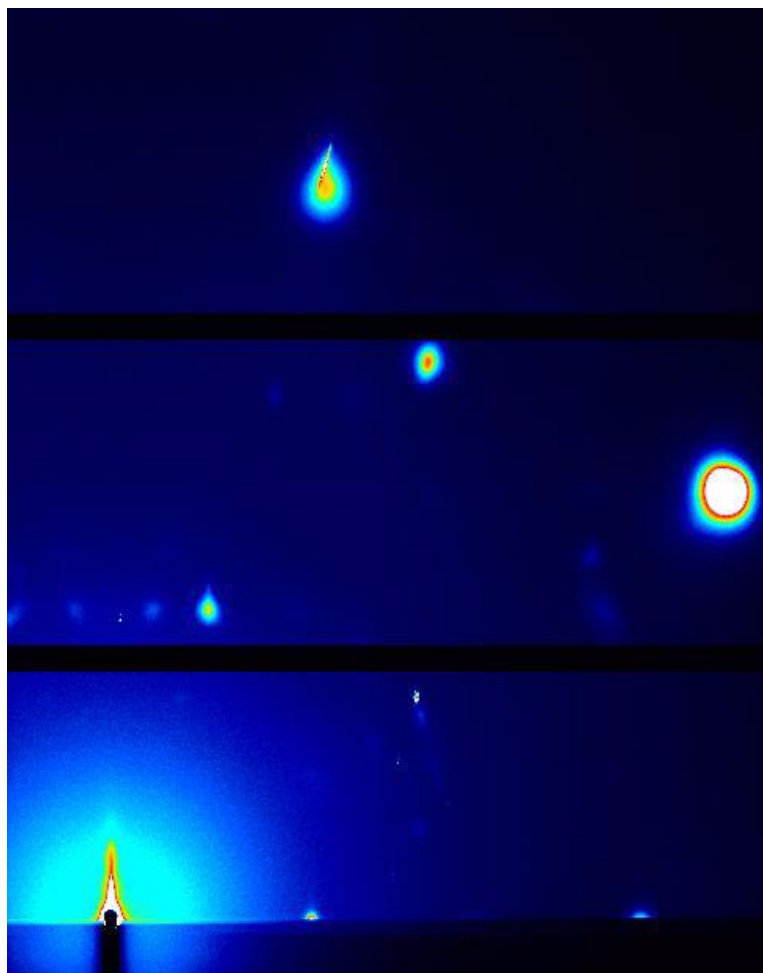


低分子蒸着膜/Si基板



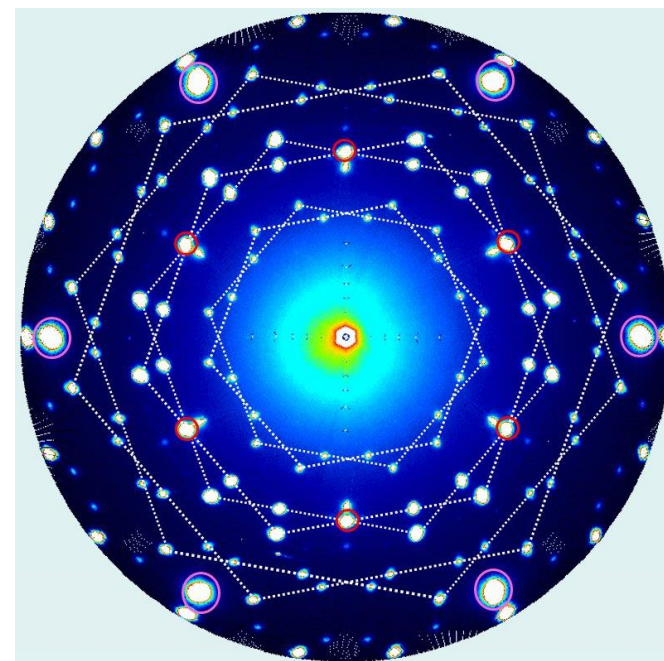
# ① 結晶性・配向性とX線回折パターン

3軸配向 (流動配向、エピタキシャル膜)



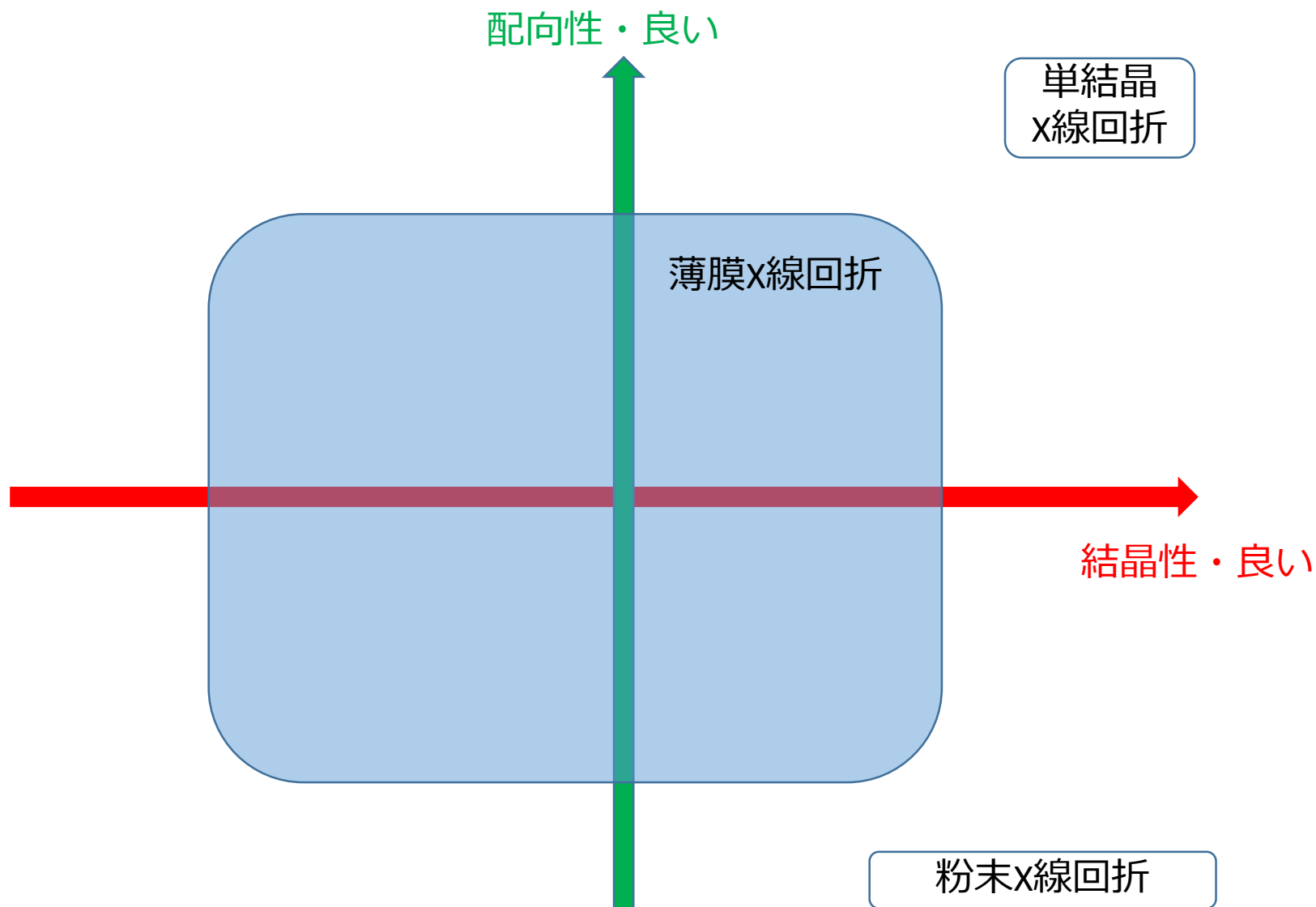
Annealed Ti/SiC

試料法線方向 ( $\phi$ 軸) を回転軸  
360°連続回転中に1800枚撮影 (0.2°刻み)  
測定時間15分 (1枚0.5秒)



TiC & Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>/SiC

# ① 結晶性・配向性

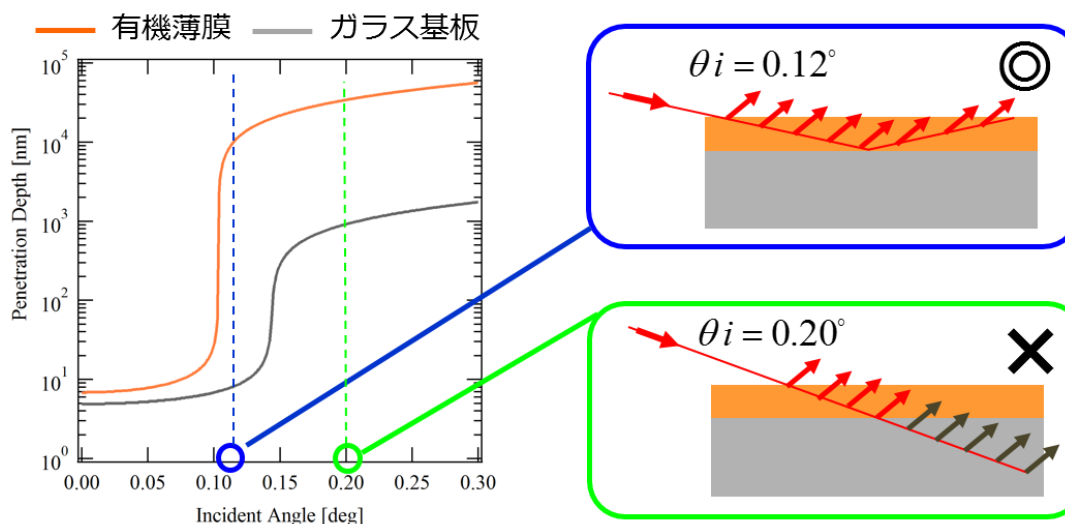


## ② 入射角

微小角入射X線回折 (散乱)  
 斜入射X線回折 (散乱)  
 すれすれ入射X線回折 (散乱)

GIXD : Grazing incidence X-ray diffraction  
 GIWAXS : GI wide angle X-ray scattering  
 GI-XRD : GI X-ray diffraction

X線侵入深さvs入射角



X線エネルギー : 12.4 KeV (1.0 Å)  
 有機薄膜密度 : 1.2 g/cm<sup>3</sup>  
 基板密度 : 2.3 g/cm<sup>3</sup>

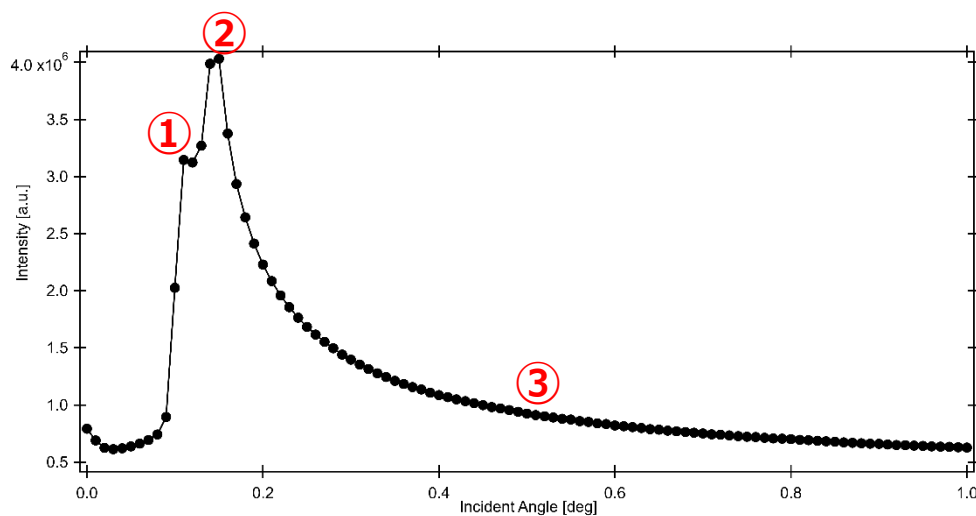
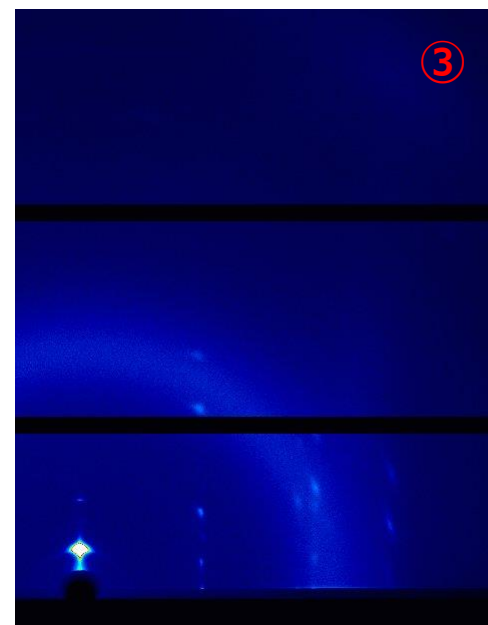
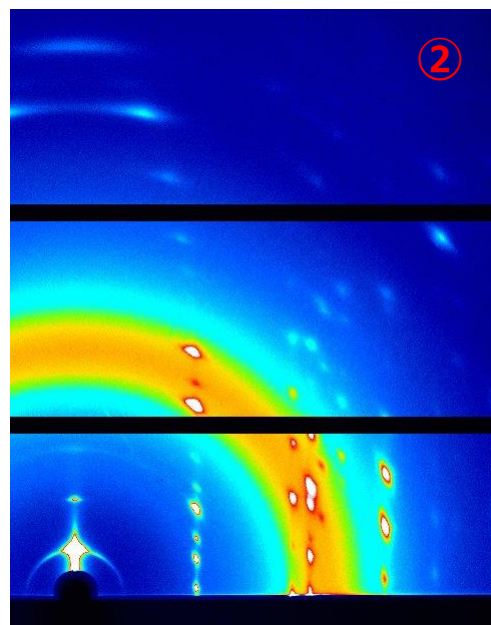
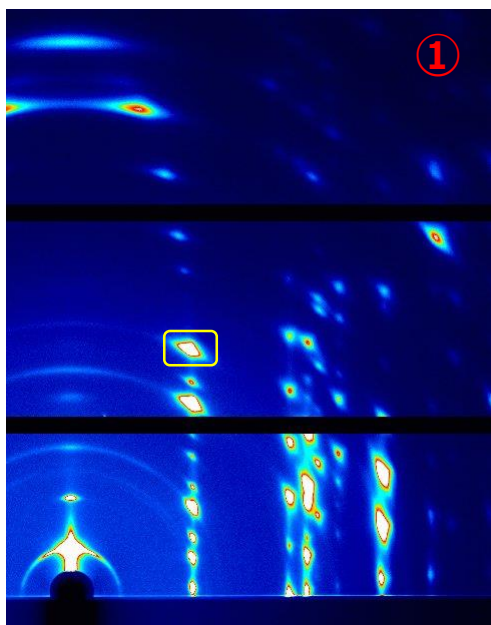


薄膜敏感な測定 (基板のシグナルを少なくできる)  
 In-planeが測定できる



フットプリント (試料上のX線照射領域) が広がる  
 回折線が広がる、BGが上昇する。

## ② 入射角



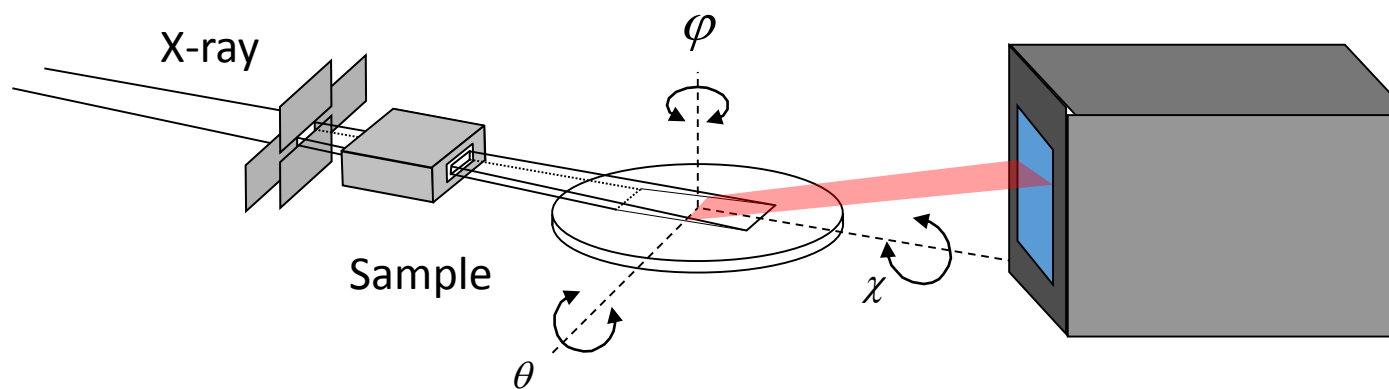
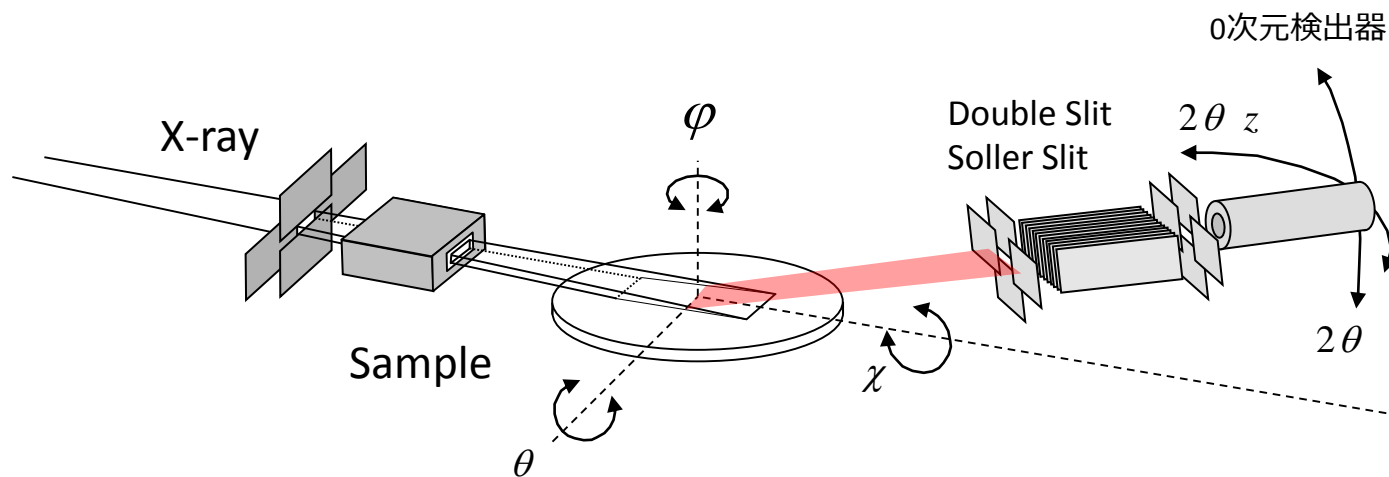
有機低分子蒸着膜/ガラス基板

結晶性の低い有機薄膜では  
入射角依存性が顕著

微小角入射が有効



# ③ スリット + 0次元検出器 or 2次元検出器



# ③ スリット + 0次元検出器 or 2次元検出器

## スリット + 0次元検出器

- ◎ 逆格子空間内 1次元スキャン  
( $Q_x, Q_y, Q_z$ )
- ◎ 高分解能測定  
スリット + 細かい検出器走査
- ◎ BGが低い



- ▲ 測定に時間がかかる  
・ 広域逆格子空間測定  
(逆格子マップ)
- ▲ 構造情報の見落とし  
木を見て森を推察する

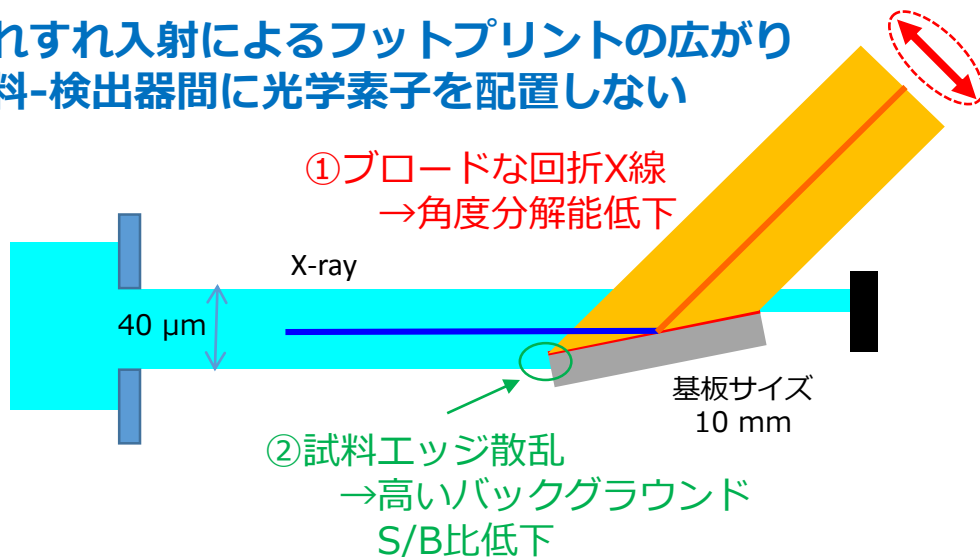
## 2次元検出器 (PILATUS)

- ◎ 高速・広域逆格子空間測定
  - ・ 結晶性・配向性評価  
⇒ 試料のスクリーニング
  - ・ In-situ測定  
⇒ 製膜・加熱・塗布乾燥
- ◎ 多数の反射を観察できる  
⇒ 格子定数決定・試料同定

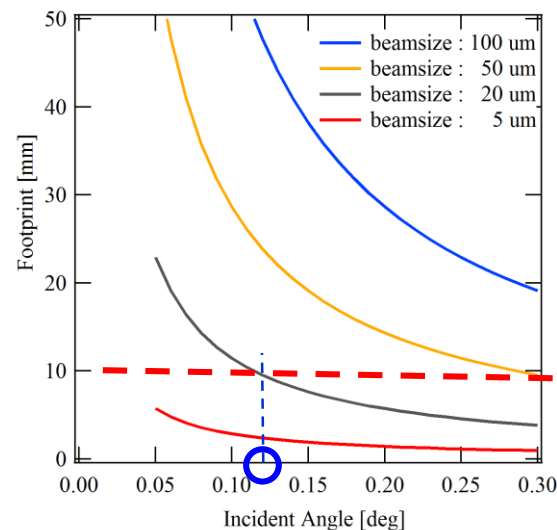
- ▲ 低角度分解能、精密な格子定数・ピーク幅を求めることは難しい  
フットプリント (試料上でのX線照射領域)  
ピクセルサイズ (PILATUS 172um)
- ▲ gapがある (PILATUS。埋めることも可能)
- ▲ BGが高い (なんでも観察してしまう、試料エッジ、空気散乱、窓材料)
- ▲  $Q_z$ 方向 (試料法線方向) は観測できない (入射角固定であれば)
- ▲ 歪んだ逆格子空間測定
- ▲ データ処理・解析

# ③ スリット + 0次元検出器 or 2次元検出器

- ① すれすれ入射によるフットプリントの広がり
- ② 試料-検出器間に光学素子を配置しない



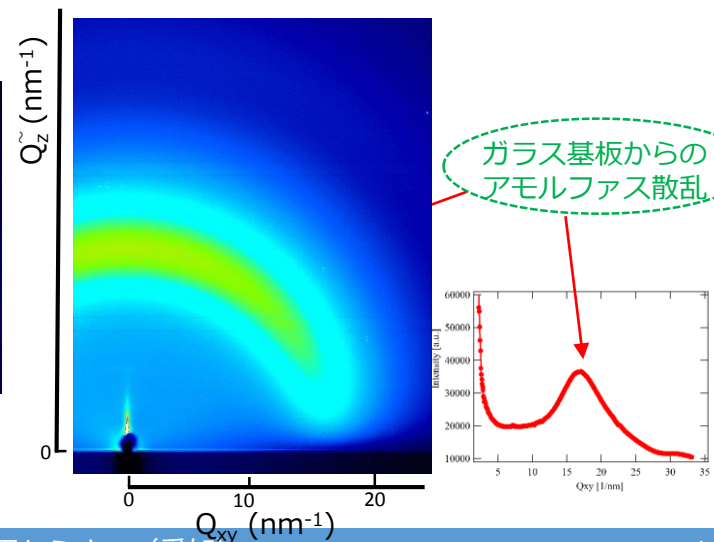
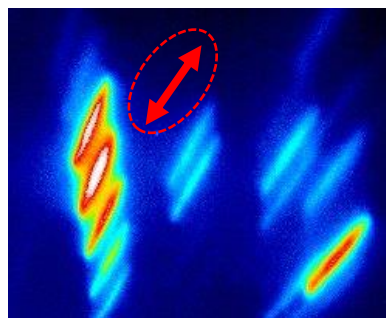
$$\text{footprint} = \frac{\text{beamsize}}{\sin\alpha}$$



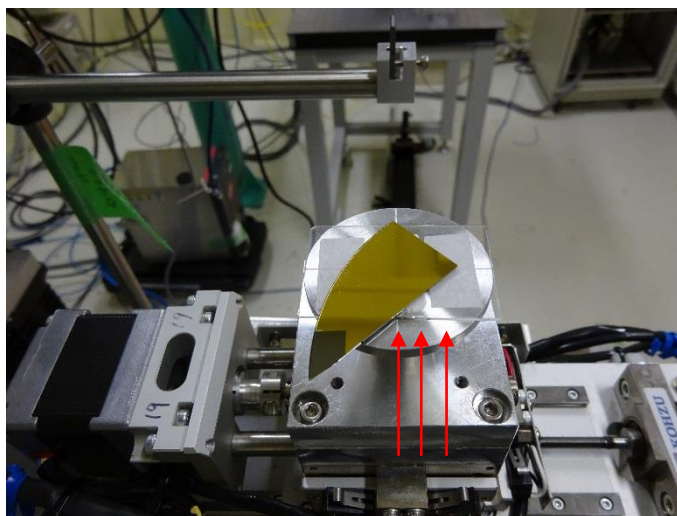
## 欠点 (0次元検出器と比べて)

- 1、角度分解能が低い
  - ・ ピークがブロード
  - ・ ピーク位置の決定精度が低い
  - ・ 反射が重なる
- 2、バックグラウンドが高い
  - ・ ガラス基板からの散乱が強い
  - ・ ポリマーnスタックからの回折と重なる

pentacene / Si

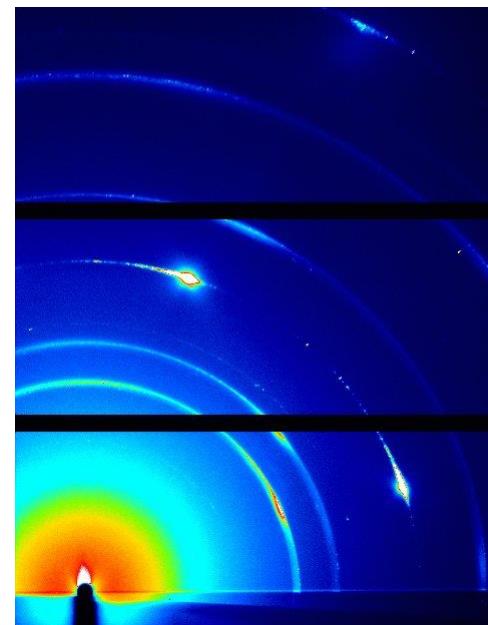
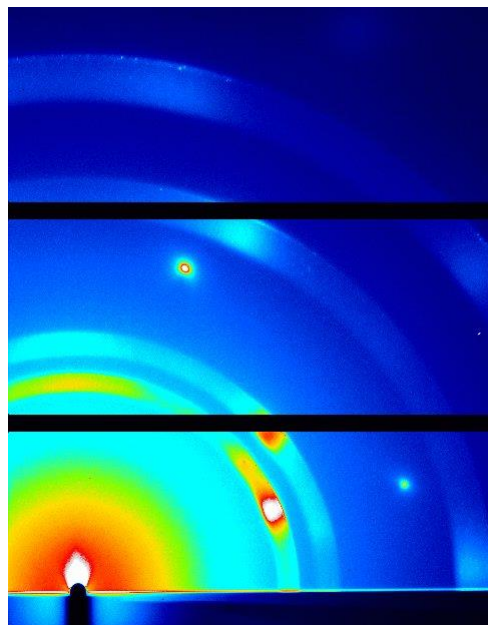
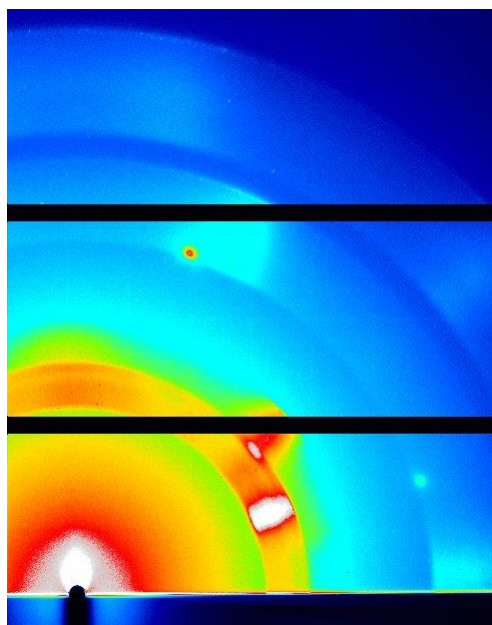


# フットプリントの影響



Au / Si基板

入射角  
 $\theta = 0.2^\circ$

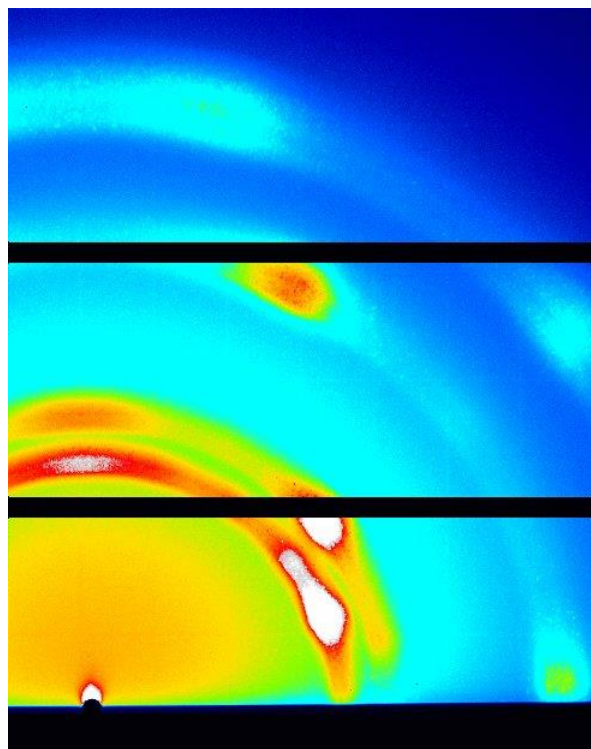




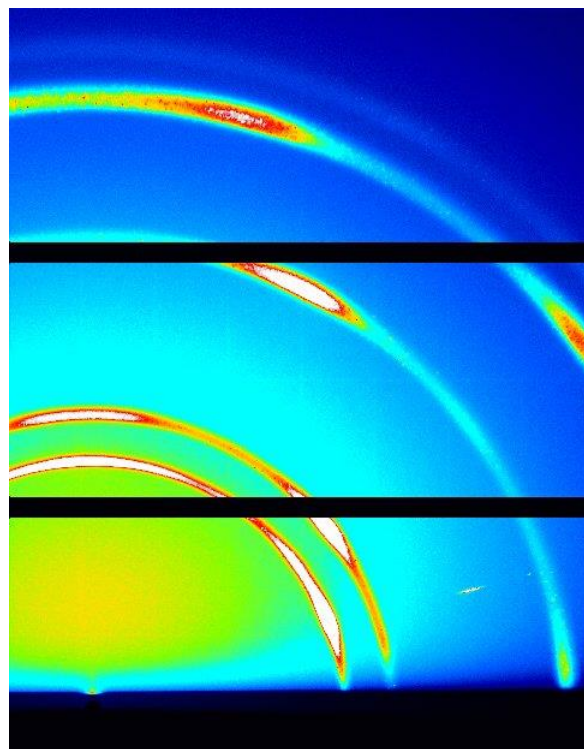
# フットプリントの影響

入射角依存性

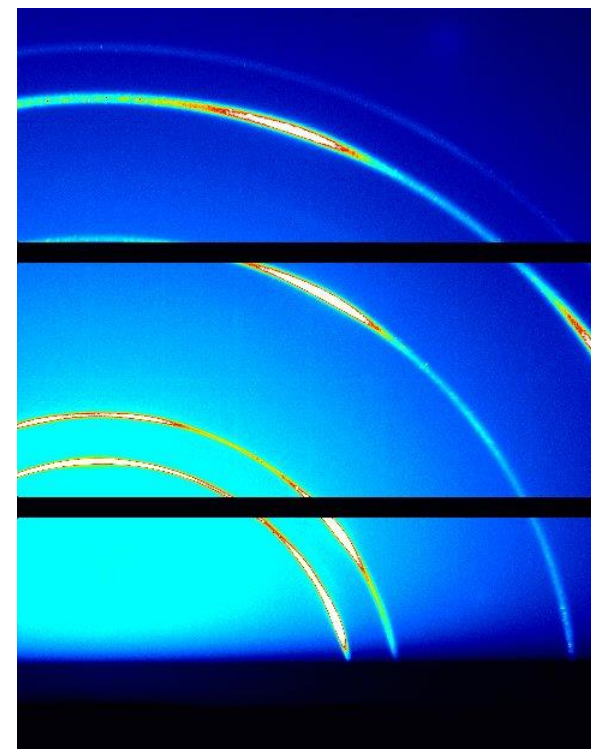
$\theta = 0.6^\circ$



$\theta = 2.0^\circ$

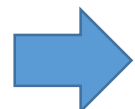
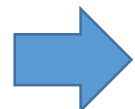


$\theta = 5.0^\circ$



# 薄膜X線回折の特徴

- 試料形状が多種多様
- 基板が存在する、多層である。
- 面外（膜厚方向） or 面内
- ① • 結晶性、配向性の幅が広い
- ② • 入射角が変数
- ③ • 0 or 2次元検出器
  
- 膜厚が薄い（100 nm以下）
- 結晶性が低い



## 最適な測定条件を選択

- x線エネルギー
- ビームサイズ
- 検出器
- 測定領域
- 測定時間
- 測定方向、測定方法
- 事前検討、事前相談が大切

## 回折強度が弱い

放射光（高輝度X線）が有効

## 回折強度



- 入射X線強度
- 回折能（結晶性）
- Bragg条件を満たしているか
- 回折線の方に検出器があること

良い実験をするには

① ご自身のサンプル ② 得たい情報（捨てて良い情報） ③ 測定手法の特徴 ④ 装置の特徴  
 を把握することが重要です。

## 発表内容

- 1、 薄膜X線回折・散乱技術入門
- 2、 **SPring-8での利用事例紹介**

# SPRING-8 運転・利用状況

共用ビームライン : 26本 (JASRIが管理・運営)

理研ビームライン : 9本

専用ビームライン : 19本

原子力機構、QST、物質材料機構、兵庫県  
東大、阪大、京大、電通大  
企業コンソーシアム、豊田  
台湾

運転時間 : 5000時間、200日運転

ユーザー利用 : 4200時間

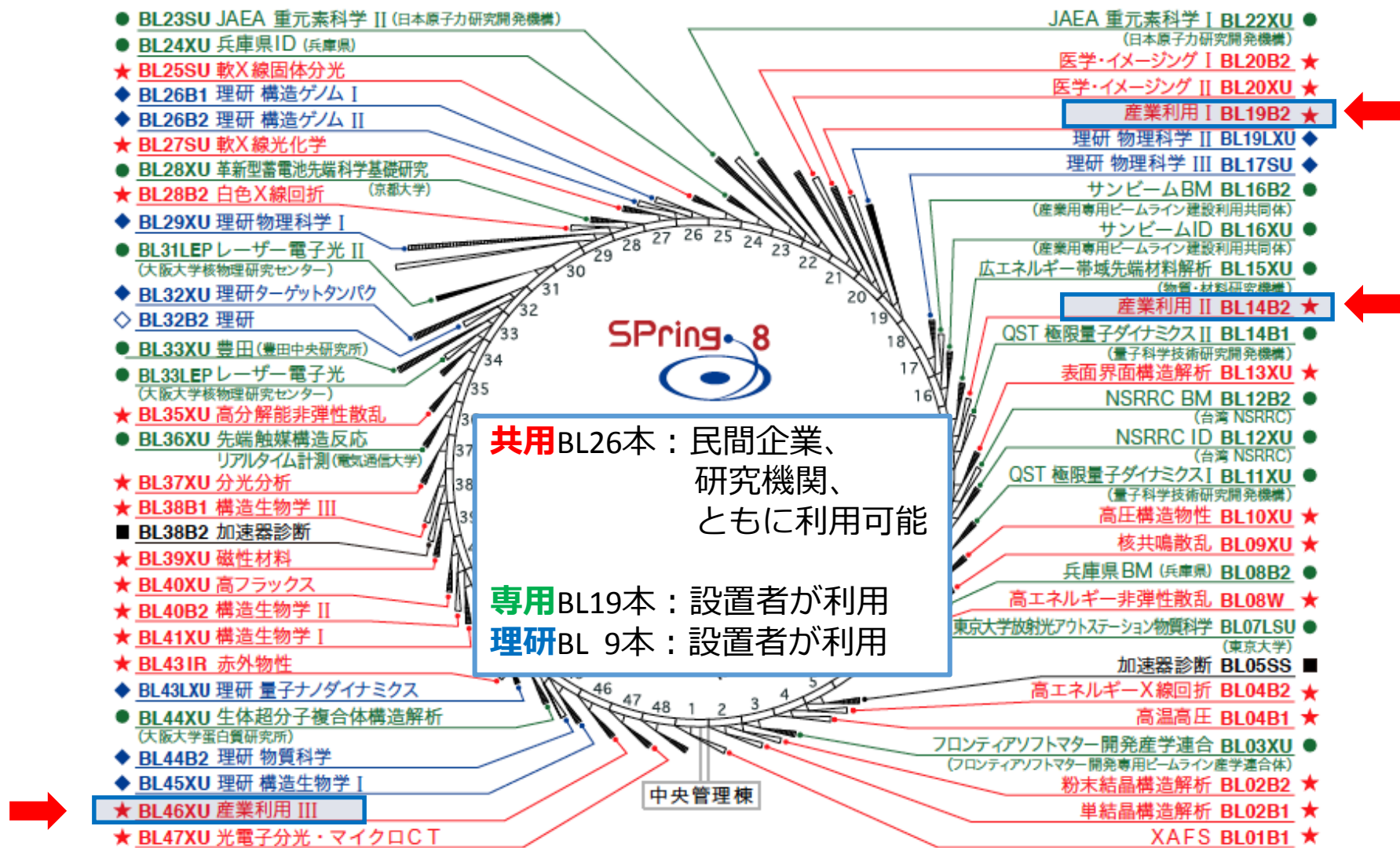
課題数 : 1000課題

年間利用者 : 約10000人

大学・公的研究所 : 80%

企業 : 20%

# SPring-8 ビームラインマップ



# JASRI産業利用推進室が運営するBL

Beamline	B/U	Mono.	E range	techniques
BL14B2	偏向電磁石	水冷二結晶分光器	3.8-72 keV	①XAFS ②X線イメージング
BL19B2	偏向電磁石	水冷二結晶分光器	5-72 keV	①粉末X線回折計 ②多軸X線回折計 ③小角・超小角散乱
BL46XU	アンジュレーター	液体窒素冷却二結晶分光器	6-35 keV	①多軸X線回折計 ②硬X線光電子分光 ③X線イメージング

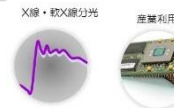
産業界からニーズの高い硬X線領域の測定手法を整備  
BL19B2とBL46XUの多軸X線回折計で薄膜X線回折を受け入れ



# BL14B2 (産業利用II)

BL14B2 (3.8 ~ 72 keV)

自動化されたXAFS計測システムによる効率的な実験を特徴とする



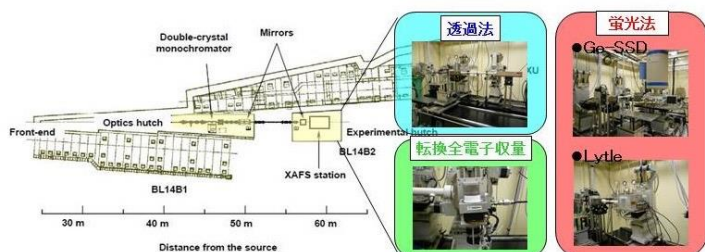
## ビームラインの特徴

BL14B2は、偏光電磁石を光源としたXAFS測定に特化したビームラインです。測定装置は実験条件の切り替えの自動化、及び試料交換のロボット化による自動測定技術による高能率な実験が可能です。また、この測定の高効率化により測定代行も実施しており、産業界の製品開発研究における材料探索などにフレキシブルに対応可能な利用形態も実現しています。

## 主要実験技術

1. XAFS

光源：偏向電磁石



## 自動測定システム

- 自動光学機器調整
- 結晶面の選択: Si(111) or Si(311)
- 吸収端の選択: 周期律表から選択



## 反応ガス雰囲気下 in-situ 測定用設備



ガス供給排気装置および除害装置

使用可能ガス種

- H<sub>2</sub>※、炭化水素、O<sub>2</sub>※
- 毒性ガス (CO※、NO※、H<sub>2</sub>S、SO<sub>2</sub>、(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>S、NH<sub>3</sub>)
- その他、ご希望のガス種に関してはご相談下さい

※ BL1に常設 (H<sub>2</sub>(G2)、O<sub>2</sub>(G2)、10% CO+He、10% NO+He)

- 自動測定
- 試料交換: 試料自動搬送装置: 試料数80個、交換時間30-50秒
- 測定方法: 透過法、蛍光法(45度配置)



# BL19B2 (産業利用I)

3つの実験ハッチで提供される多様な放射光利用技術を特徴とする

BL19B2 (6 ~ 72 keV)

回折・散乱 X線イメージング 産業利用

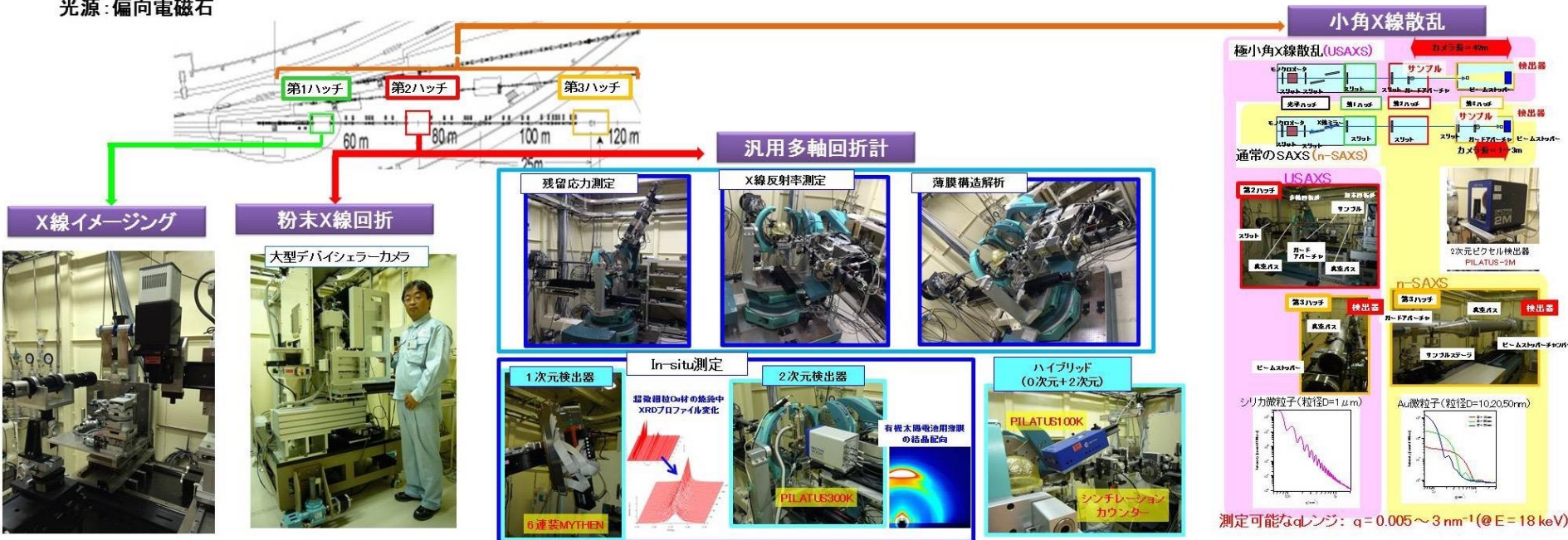
## ビームラインの特徴

BL19B2は、偏光電磁石を光源とする全長約120mの中尺ビームラインで、3つの実験ハッチを持ち、4種類)の実験装置を用意することによって、産業界の多様な分野に対応できることを特徴としております。その実験技術は測定の自動化等、高効率化を進めることによって実現した測定代行などコストパフォーマンスの高い利用から、極小角X線散乱のようにここでしか得られない情報が得られる特徴的な実験技術の利用まで、多様なニーズにもこたえられるような利用技術開発を行っています。

光源：偏向電磁石

## 主要実験技術

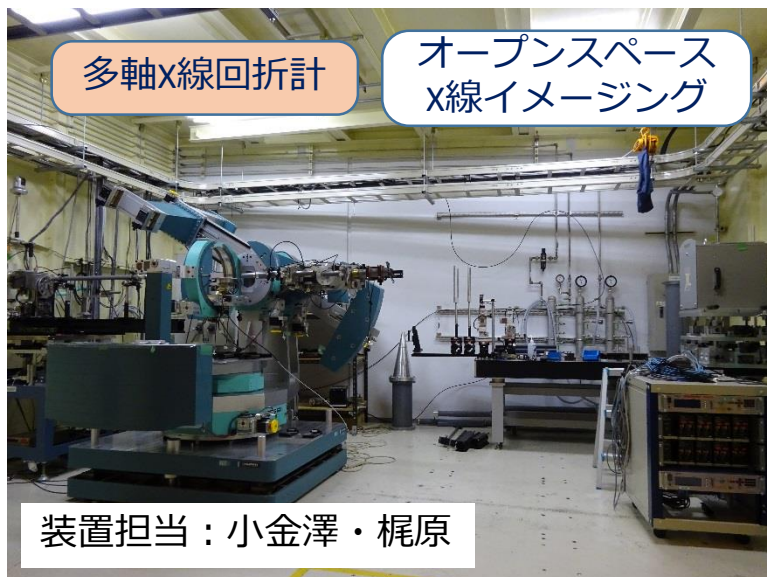
1. 多軸X線回折計
2. 粉末X線回折
3. 小角・極小角X線散乱
4. X線イメージング



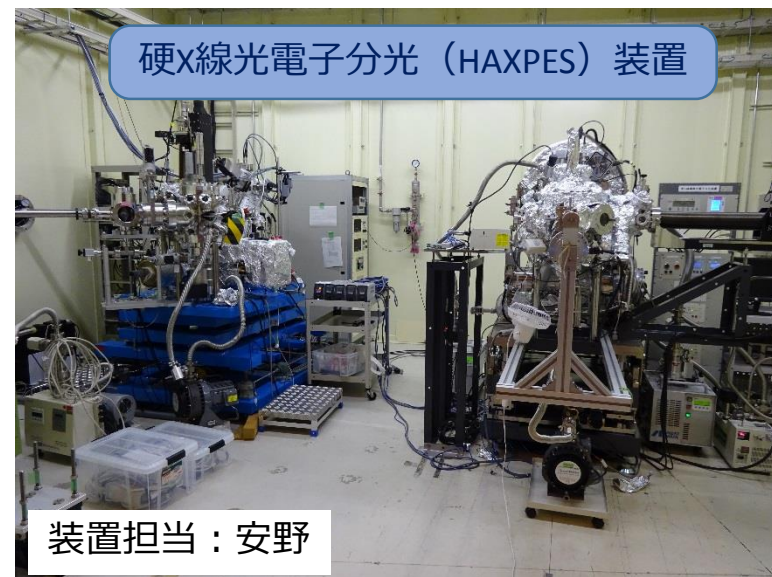


# BL46XU (産業利用Ⅲ) の概要

## 第1 実験ハッチ



## 第2 実験ハッチ



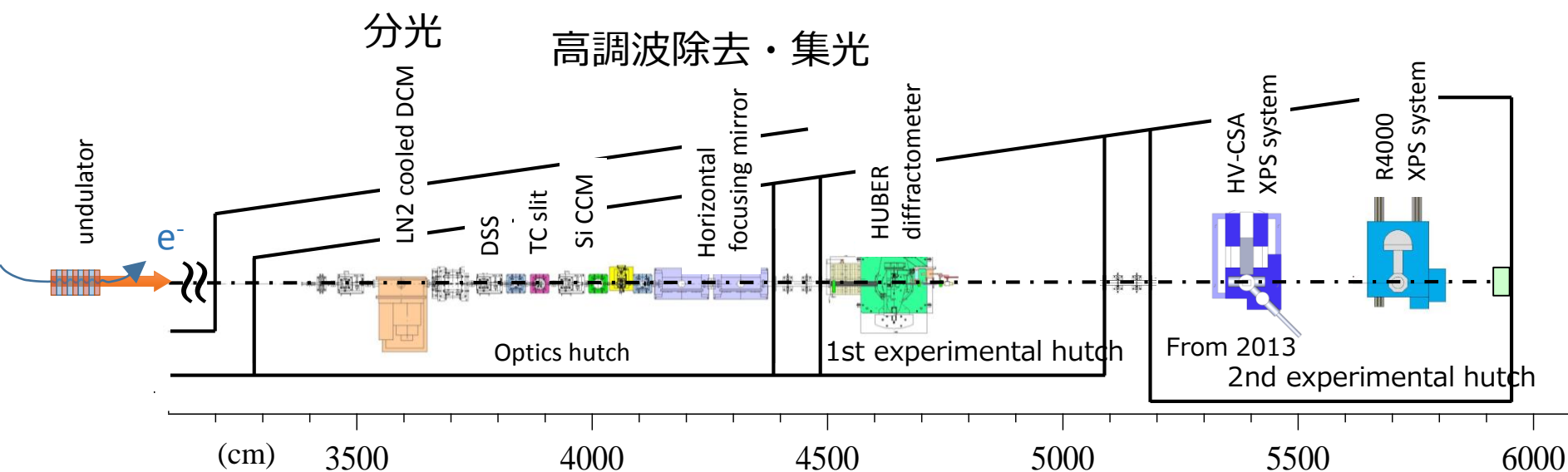
利用可能X線エネルギー : 6-35 keV

ターゲットユーザー層 : 産業界・産学連携

提供する分析手法 :

- 1、 XRD
- 2、 HAXPES
- 3、 X線イメージング

# Overview of BL46XU



## ID specifications

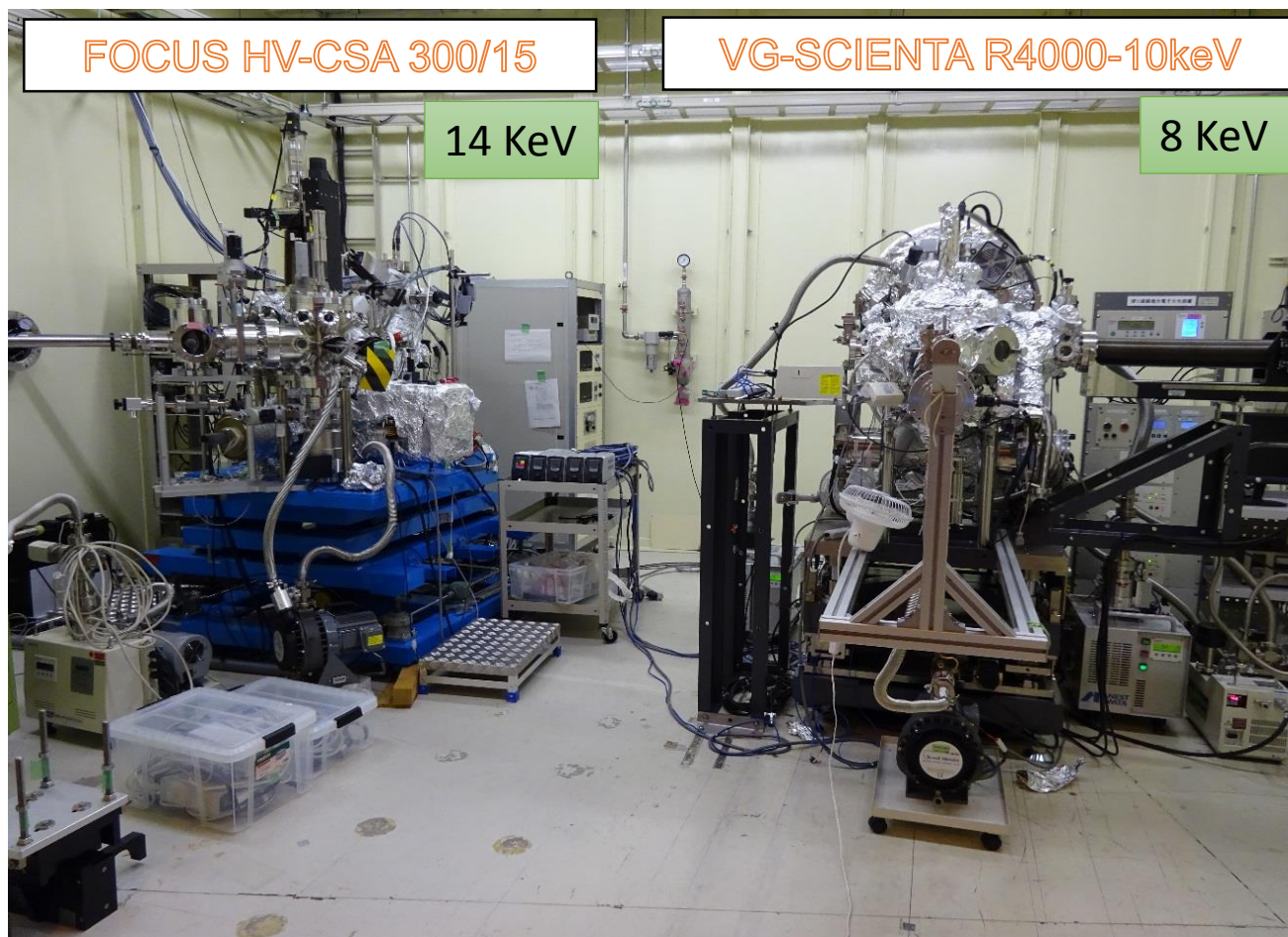
Type	SP8 standard in-vacuum undulator
Period length	32 mm
Number of Period	140
Minimum gap	9.6mm
Maximum gap	50mm

## Beamline specification

Monochromator	liquid-N2 cooled DCM Si 111
Mirrors	Rhodium coating horizontal focusing
Photon energy range	6-35 keV
Flux at 12KeV	$\sim 10^{13}$ ph/s
Energy resolution $\Delta E/E$	$10^{-4}$
Beam size at 1 <sup>st</sup> hutch	0.5mm(V) × 0.2mm(H)

# 硬X線光電子分光 (HAXPES)

## 第2 実験ハッチ



# HAXPESの特徴

## HAXPESのメリット(1): 検出深度が深い

ラボに比べてX線励起エネルギー大  
(6~14 keV)

光電子の運動エネルギー大  
( $\because E_k = h\nu - E_B - \Phi_s$ )

試料内における  
光電子の非弾性散乱の影響小  
非弾性自由行程 (IMFP) 大

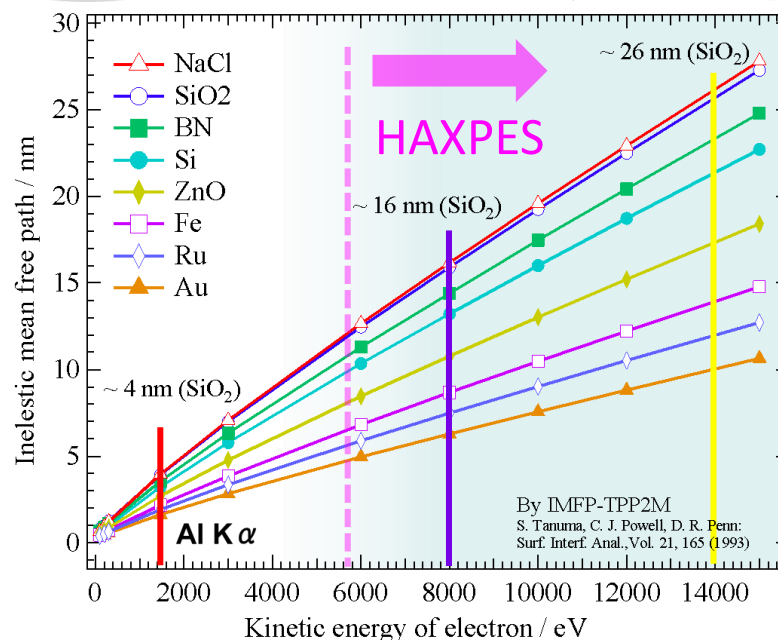
検出深度大(ラボの数倍)

- Bulk sensitive (surface insensitive)
- Low surface/contaminant effects (surface preparation is less important)
- Analysis of buried interfaces
- Depth profiling by TOA dep.

Conventional XPS

Large Probing depth

HAXPES





# HAXPESの特徴

## HAXPESのメリット(2)：測定可能なピークが多い

### ラボXPS

- 1.5 keV以下ではピークが密集  
→他のピークと重畳しやすい
- s軌道以外はピーク分裂で解析困難

### HAXPES

- 共存元素の内殻やオーজে, プラズモンロス等のピークの重畳を回避できる
- ピーク分裂がなく解析が容易な深い1s準位を使える (Al 1s: 1.65 keV, Si 1s: 1.84 keV)

Table. Binding energy for photoelectron (eV)

Element	1s	2s	2p <sub>1/2</sub>	2p <sub>3/2</sub>	3s	3p <sub>1/2</sub>	3p <sub>3/2</sub>	3d <sub>3/2</sub>	3d <sub>5/2</sub>	4s	4p <sub>1/2</sub>	4p <sub>3/2</sub>	4d <sub>3/2</sub>	4d <sub>5/2</sub>
1 H	14													
2 He	25													
3 Li	55													
4 Be	112													
5 B	188													
6 C	284													
7 N	410		37											
8 O	543	42												
9 F	697													
10 Ne	870	49	22	22										
11 Na	1071	64	31	31										
12 Mg	1303	89	50	50										
13 Al	1560	118	73	73										
14 Si	1839	150	100	99										
15 P	2146	189	136	135										
16 S	2472	231	164	163										
17 Cl	2822	270	202	200										
18 Ar	3206	326	251	248										
19 K	3608	379	297	295	29	16	16							
20 Ca	4039	438	350	346	44	25	25							
21 Sc	4492	498	404	399	51	28	28							
22 Ti	4966	561	460	454	59	33	33							
23 V	5465	627	520	512	66	37	37							
24 Cr	5989	696	584	574	74	42	42							
25 Mn	6539	769	650	639	82	47	47							
26 Fe	7112	845	720	707	91	53	53							
27 Co	7709	925	793	778	101	59	60							
28 Ni	8333	1009	870	853	111	66	66							
29 Cu	8979	1097	952	933	123	73	75							
30 Zn	9659	1196	1045	1022	140	91	89	10						
31 Ga	10367	1299	1143	1116	160	104	100	19	19					
32 Ge	11103	1415	1248	1217	180	125	121	30	29					
33 As	11867	1527	1359	1324	205	146	141	42	42					
34 Se	12658	1652	1474	1434	230	167	161	56	55					
35 Br	13474	1782	1596	1550	257	189	182	70	69					
36 Kr	14326	1921	1731	1678	293	222	214	95	94	28	14	14		
37 Rb	15200	2065	1864	1804	327	249	239	113	112	31	16	15		
38 Sr	16105	2216	2007	1940	359	280	270	136	134	39	21	20		
39 Y	17038	2373	2156	2080	392	311	299	158	156	44	24	23		
40 Zr	17998	2532	2307	2223	430	344	330	181	179	51	29	27		
41 Nb	18986	2698	2465	2371	467	376	361	205	202	56	33	31		
42 Mo	20000	2866	2625	2520	506	412	394	231	228	63	38	36		
43 Tc	21044	3043	2793	2677	544	448	418	258	254	70	42	40		
44 Ru	22117	3224	2967	2838	586	484	461	284	280	75	46	43		
45 Rh	23220	3412	3146	3004	628	521	497	312	307	81	51	47		
46 Pd	24350	3604	3330	3173	672	560	532	341	335	87	56	51		
47 Ag	25514	3806	3524	3351	719	604	573	374	368	97	64	58		
48 Cd	26711	4018	3727	3538	772	653	618	412	405	110	74	68	12	11
49 In	27940	4238	3938	3730	827	703	665	451	444	123	74	74	18	17
50 Sn	29200	4465	4156	3929	885	757	715	493	485	137	84	84	25	24
51 Sb	30491	4698	4380	4132	946	813	766	538	528	153	96	96	33	32
52 Te	31814	4939	4612	4341	1006	871	820	583	573	169	103	103	42	40
53 I	33169	5188	4852	4557	1072	931	875	631	619	186	123	123	51	49
54 Xe	34651	5453	5107	4786	1149	1002	941	689	678	213	147	146	70	68
55 Cs	35985	5714	5359	5012	1211	1071	1003	741	727	232	172	161	80	78
56 Ba	37441	5989	5624	5247	1293	1137	1063	796	781	254	192	179	93	90
57 La	38925	6266	5891	5483	1362	1209	1128	853	836	275	206	196	105	103
58 Ce	40443	6549	6164	5723	1436	1274	1187	902	884	291	223	207	109	107
59 Pr	41991	6834	6440	5954	1511	1337	1242	949	929	305	236	219	115	115
60 Nd	43569	7126	6722	6208	1575	1403	1297	1003	980	319	243	225	121	121
61 Pm	45184	7428	7013	6459	-	1471	1357	1052	1027	-	242	242	120	120
62 Sm	46834	7737	7312	6716	1723	1541	1420	1111	1083	347	266	247	139	129
63 Eu	48519	8052	7617	6977	1800	1614	1481	1159	1128	360	284	257	153	128
64 Gd	50239	8376	7930	7243	1881	1698	1564	1222	1190	379	296	271	167	143
65 Dy	51966	8708	8252	7514	1968	1788	1611	1277	1241	396	322	284	151	151
66 Ho	53789	9046	8581	7790	2047	1842	1676	1333	1293	414	334	293	154	154
67 Er	55618	9394	8918	8071	2128	1923	1741	1392	1351	432	344	308	160	160
68 Er	57486	9751	9264	8358	2207	2006	1812	1453	1409	450	366	320	168	168
69 Tm	59390	10116	9617	8648	2307	2090	1895	1515	1469	471	386	333	176	176
70 Yb	61332	10444	9978	8844	2398	2173	1980	1576	1528	481	389	340	181	182
71 Lu	63314	10870	10349	9244	2491	2264	2024	1639	1589	507	412	359	206	196
72 Hf	65351	11271	10739	9561	2601	2365	2108	1716	1662	538	438	381	220	212
73 Ta	67443	11727	11171	10000	2708	2469	2194	1793	1735	563	463	401	238	226
74 W	69597	12207	11627	10437	2820	2575	2281	1872	1809	594	489	424	256	244
75 Re	71815	12713	12144	10978	2932	2682	2387	1949	1883	625	519	447	274	261
76 Os	74097	13245	12617	11500	3049	2792	2457	2031	1960	658	549	471	293	279
77 Ir	76443	13800	13152	12000	3174	2909	2551	2116	2040	691	578	496	312	296
78 Pt	78854	14378	13670	12437	3315	3027	2645	2202	2122	725	609	519	332	315
79 Au	81332	14989	14290	12844	3425	3148	2743	2291	2206	762	643	546	353	335
80 Hg	83861	15634	14877	13239	3562	3279	2847	2385	2296	802	680	577	378	359

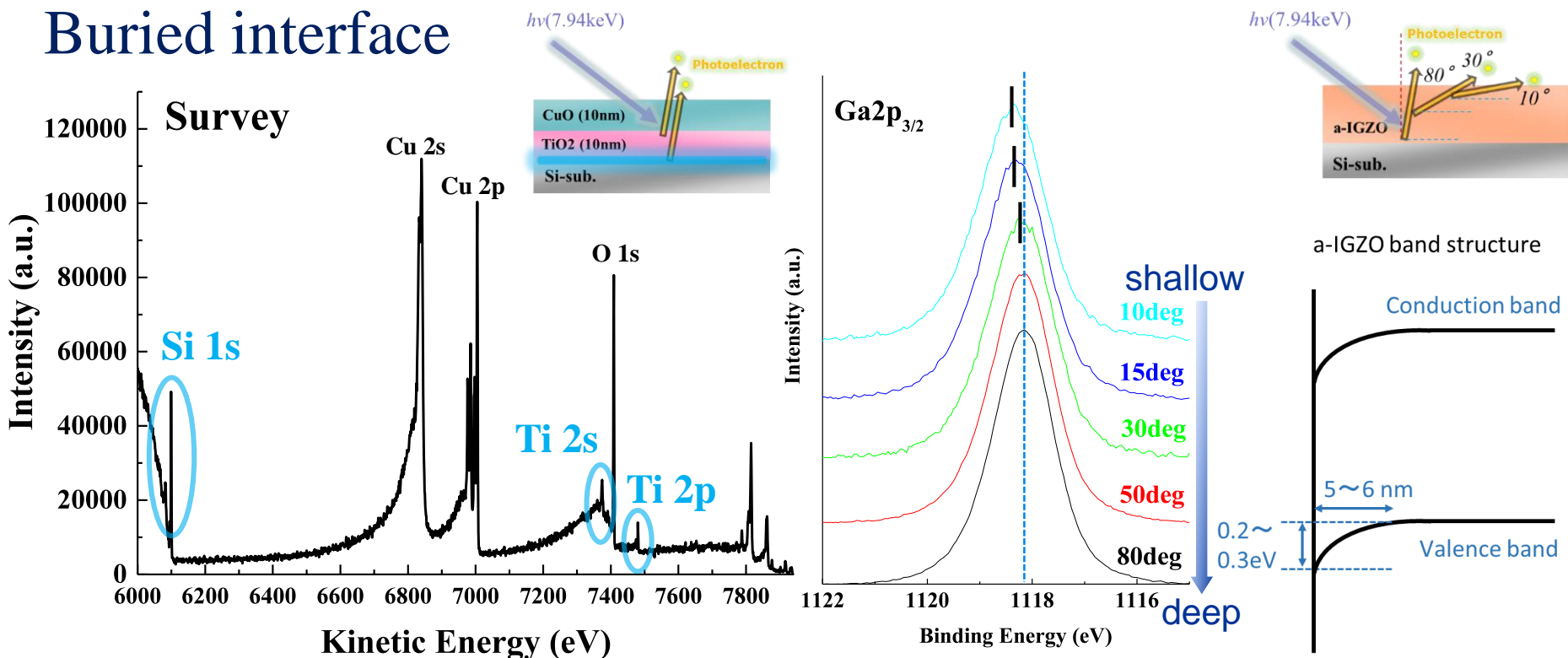
ラボXPSのAl Kα線励起で測定可能な光電子ピーク

HAXPES (8 keV) で測定可能となる

光電子ピーク

# HAXPESの特徴

## Buried interface



### ~HAXPESの特徴~

- ・検出深度が大きい→非破壊で試料深部(界面、バルク)の状態分析ができる。
- ・測定可能なピークが多い→ピーク同士の重畳の回避や解析の行いやすいピークが選択できる。

# HUBER社多軸X線回折計



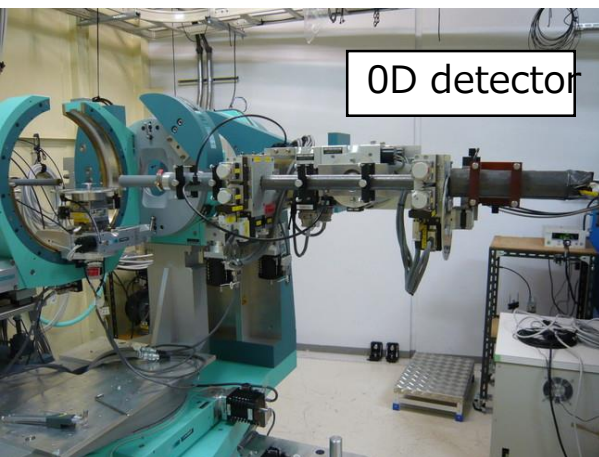
- X線エネルギー : 6-35 keV 72KeV@三倍波
- X線ビームサイズ : 3  $\mu\text{m}$  – 1 mm
- X線ビーム強度 : 最大 $10^{13}$  photons/sec  
アッテネータで減衰
  
- 試料周辺
  - 位置調整用自動ステージ : xyz、スイベル、
  - 試料環境 : 大気、He雰囲気、加熱、...
  
- 検出器 : 角度分解能・観測エリア・測定時間
  - 0次元検出器 (+スリット光学系)
  - 1次元検出器
  - 2次元検出器

幅広い測定ニーズに応えられるように測定環境整備

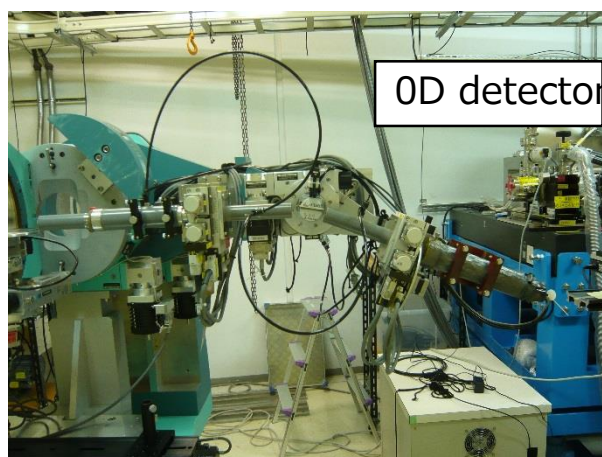
ご相談いただき、スタッフが最適な条件を提案



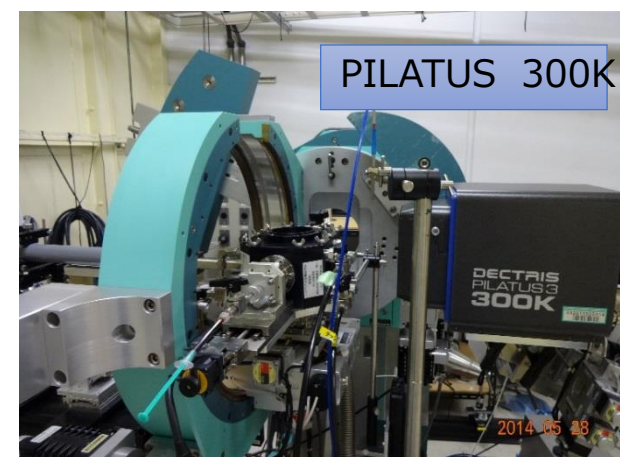
# 多軸X線回折計：検出器



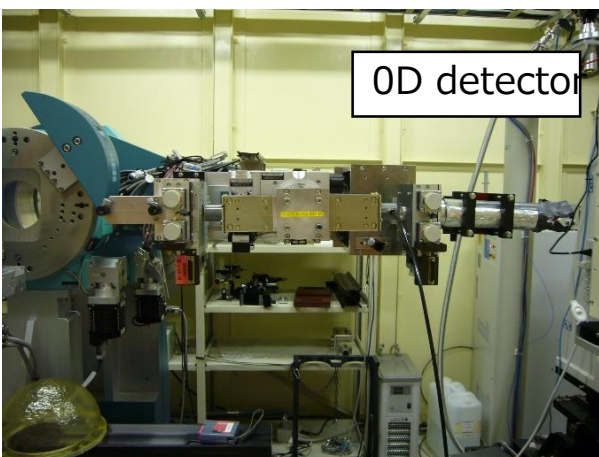
double slits + 0D detector



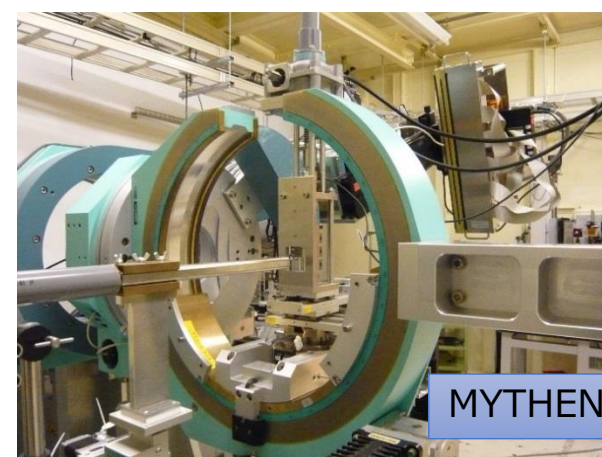
crystal analyzer+ 0D detector



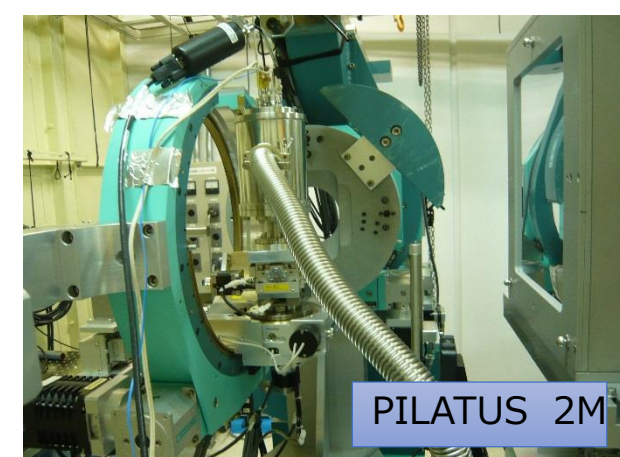
2D detector (PILATUS 300K)



sollar slits + 0D detector



1D detector( 6 modules of MYTEHN)

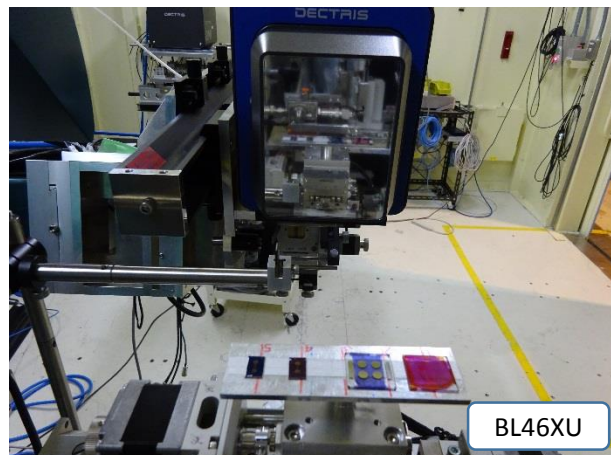


2D detector (PILATUS 2M)

装置セットアップはスタッフが実施

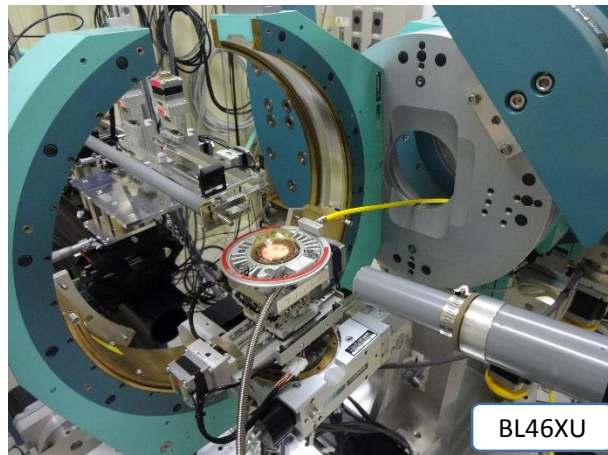


# 多軸X線回折計：試料周辺



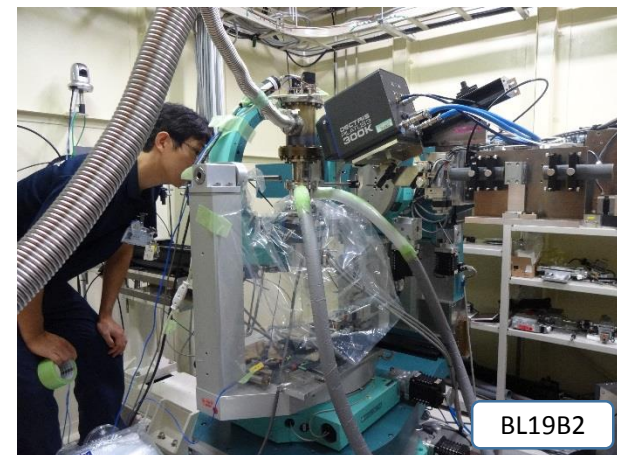
BL46XU

大気中、複数試料



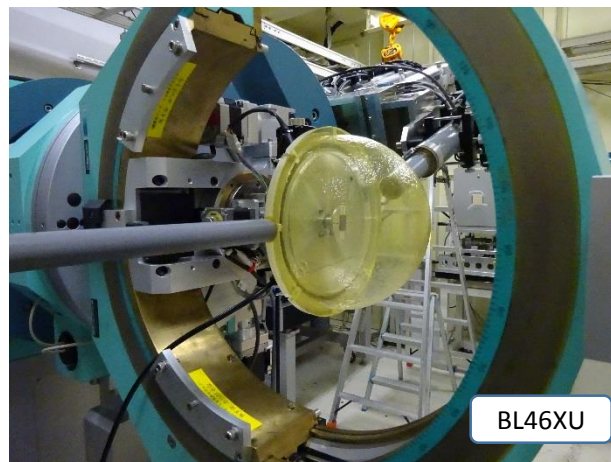
BL46XU

加熱、anton parr DHS1100



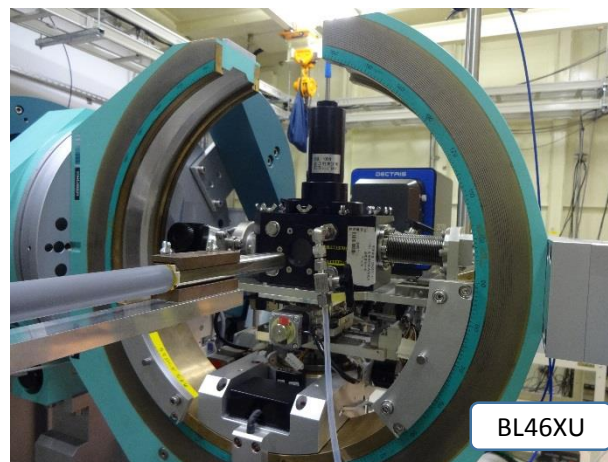
BL19B2

真空蒸着、基板冷却、TFT測定  
岩手大学吉本先生



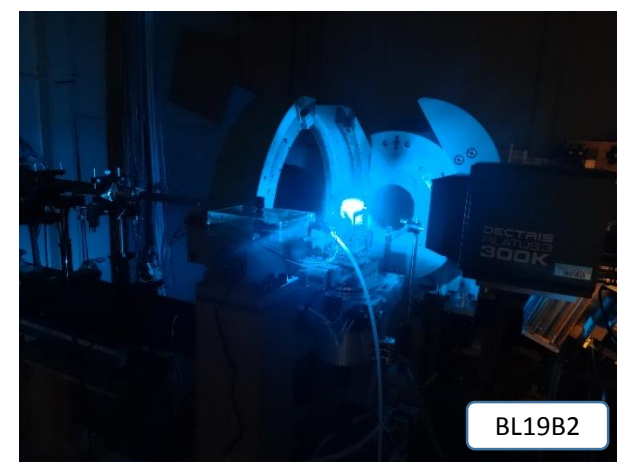
BL46XU

カプトンドーム He、N<sub>2</sub>雰囲気



BL46XU

溶媒雰囲気制御 + UV-Vis  
産総研宮寺先生



BL19B2

光照射  
NAIST鈴木先生



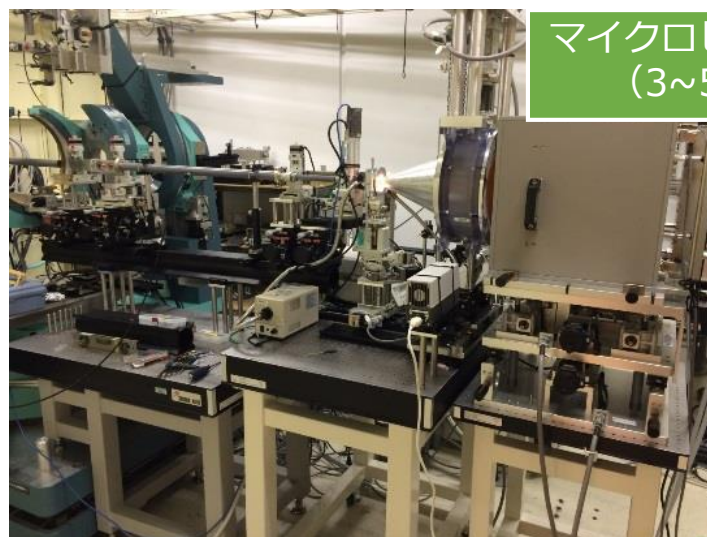
# オープンスペースの利用



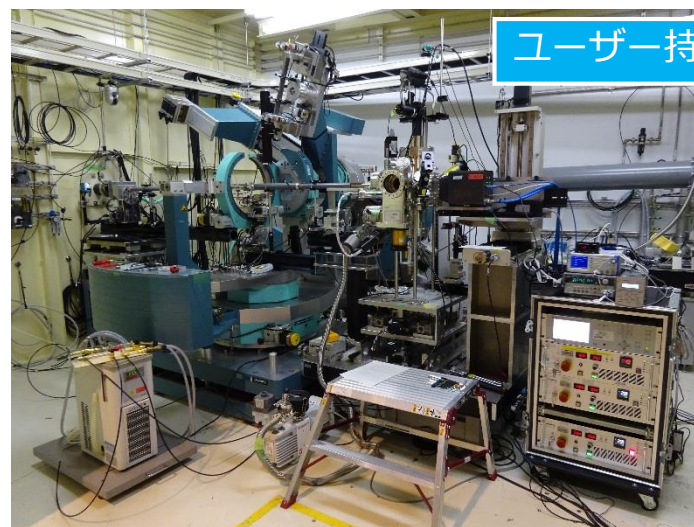
X線イメージング  
X線CT



GISAXS



マイクロビームXRD  
(3~5  $\mu\text{m}$ )

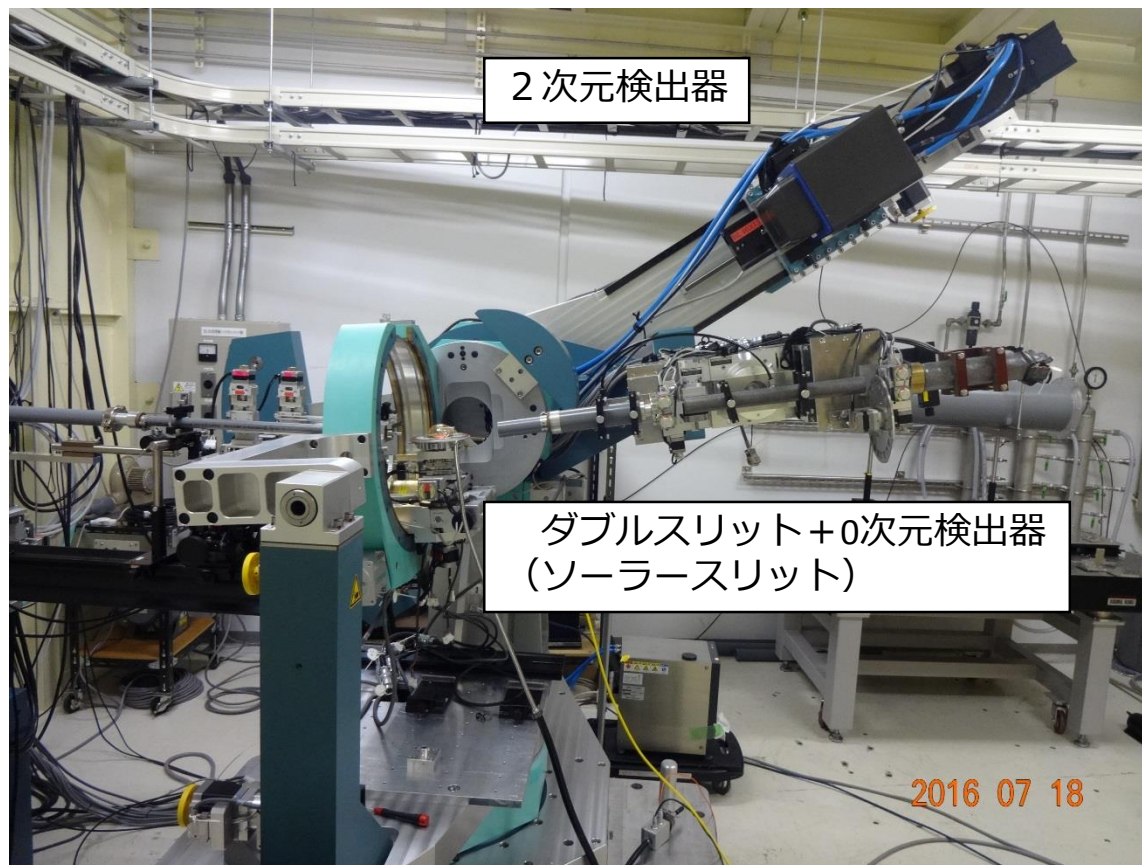


ユーザー持込装置



# ハイブリッド検出システム

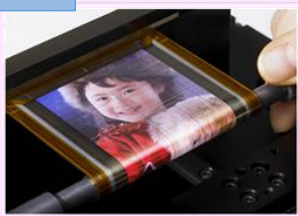
2台の独立駆動検出器軸 { 2次元検出器 同時搭載  
 光学系+0次元検出器



# organic semiconductor

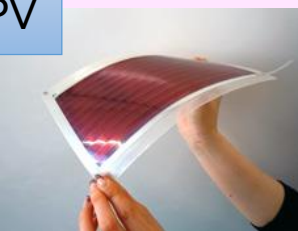
## Organic electronics

### oTFT



<http://www.sony.co.jp>

### oPV



<http://www.m-kagaku.co.jp>

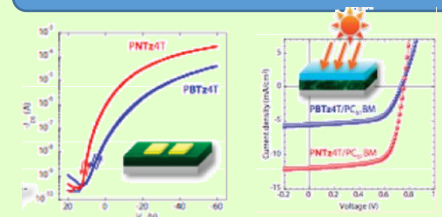
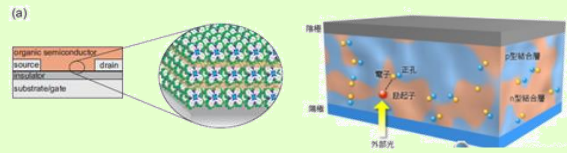
## characterization

Relationship between

thin film structure

and

electronic property



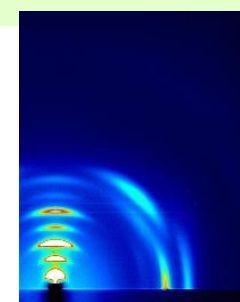
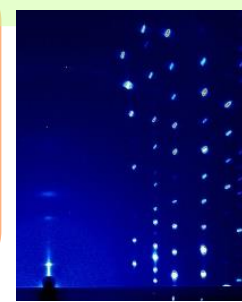
crystallinity  
orientation  
grain size  
polymorph mixture  
molecular packing

Mobility  
power conversion efficiency  
stability

Optimization of  
molecular design  
layer structure  
manufacturing process



High brilliance  
Synchrotron light source  
  
BL46XU, BL19B2  
HUBER diffractometer  
X-ray diffraction/scattering

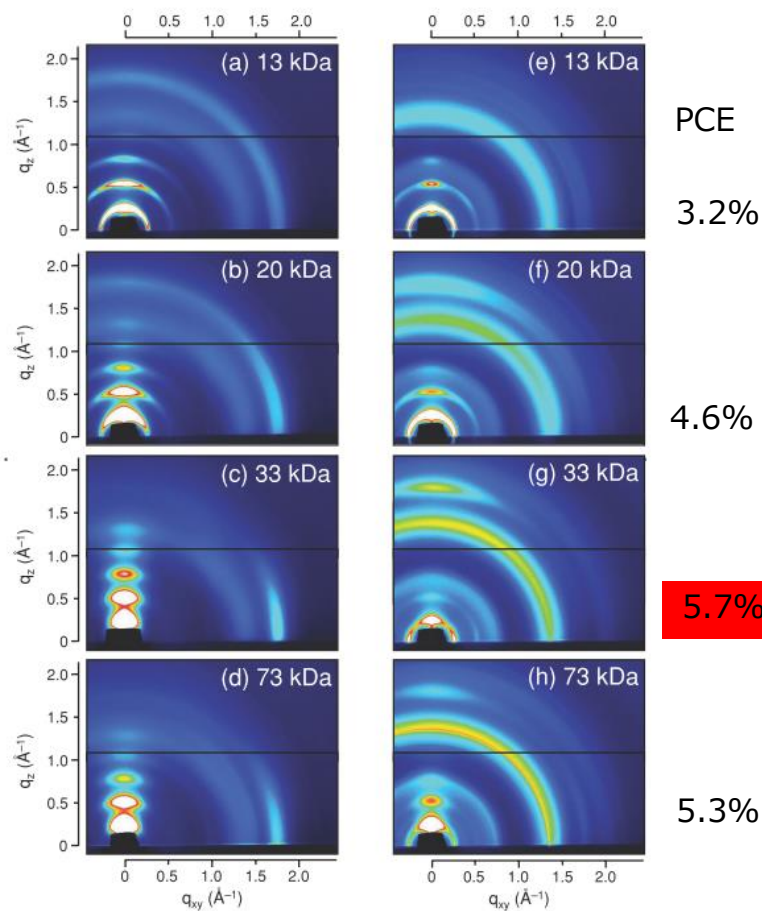


# Characterization of OPVs

広島大学 尾坂先生

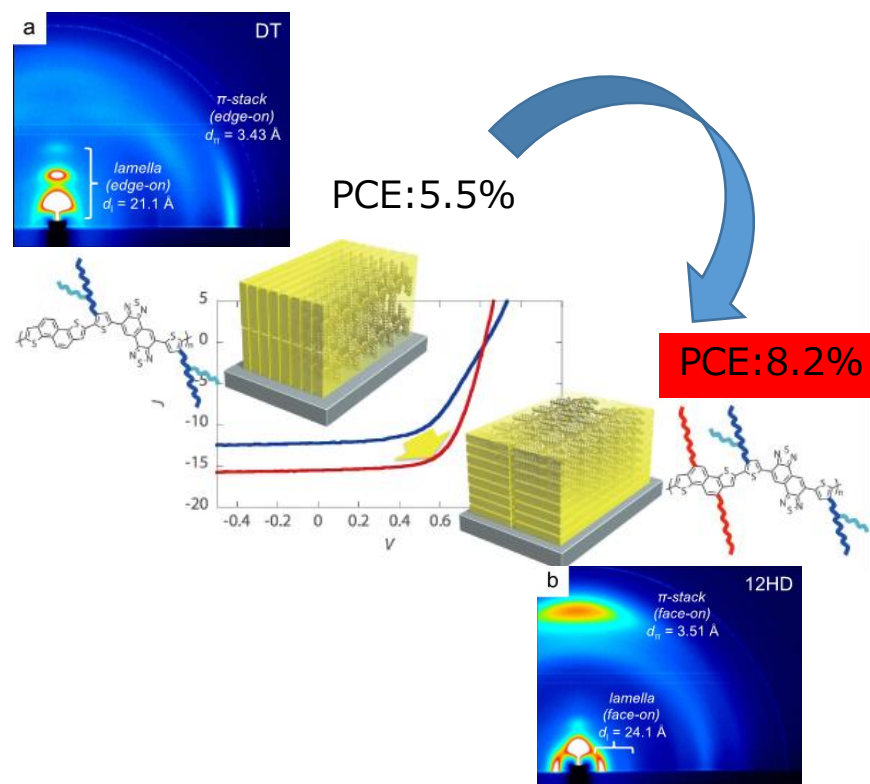
## Molecular weight dependence

I. Osaka, *et al.*, *Adv. Mater.* 2012, 24, 425–430



## Effect of additional alkyl groups

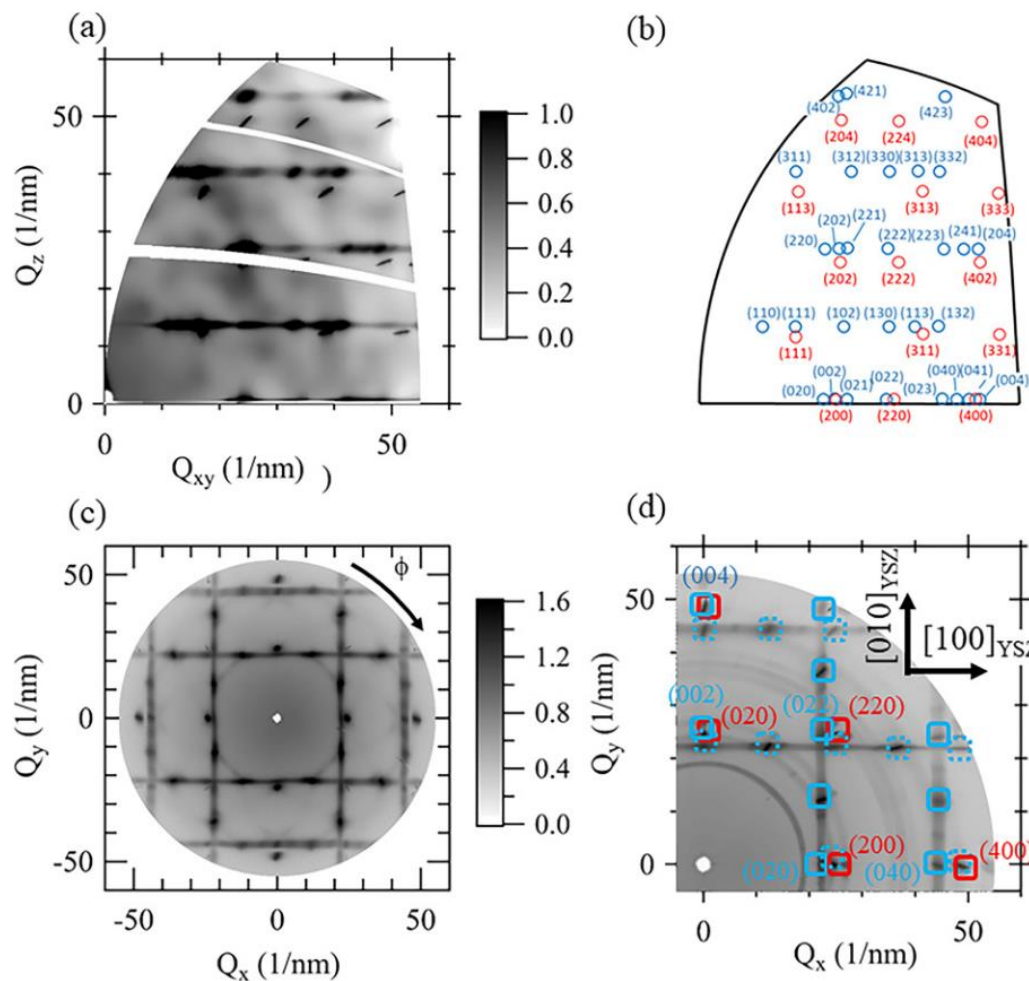
I. Osaka, *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.* 2013, 135, 8834–8837



# ミストCVD法で製膜したSnO<sub>2</sub>/YSZ エピタキシャル膜の結晶構造評価

京都大学 菅先生、島川先生

Journal of Applied Physics **124**, 125303 (2018)



ミストCVD法製膜時の成長温度依存性  
膜厚依存性

0次元検出器では評価が難しい



2次元検出器を用いた  
3次元逆格子空間測定

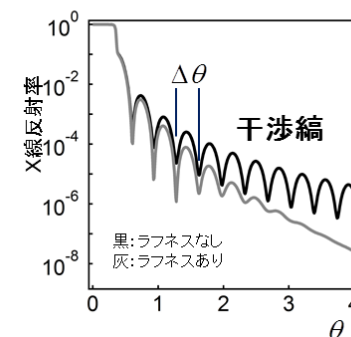
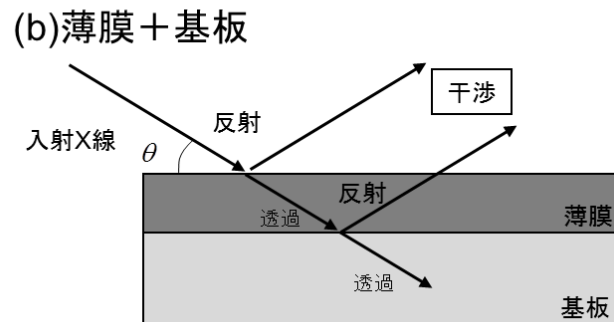
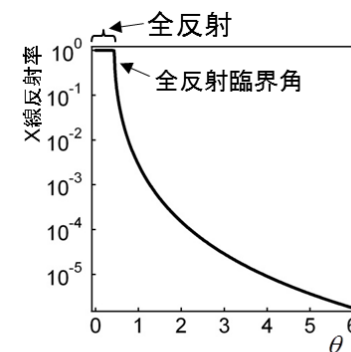
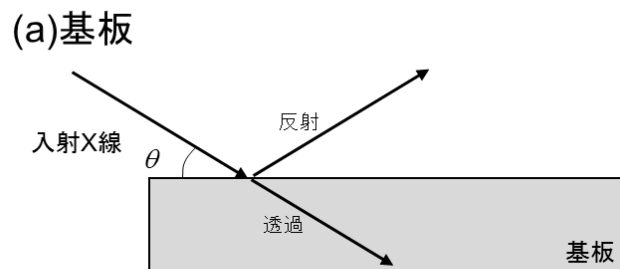
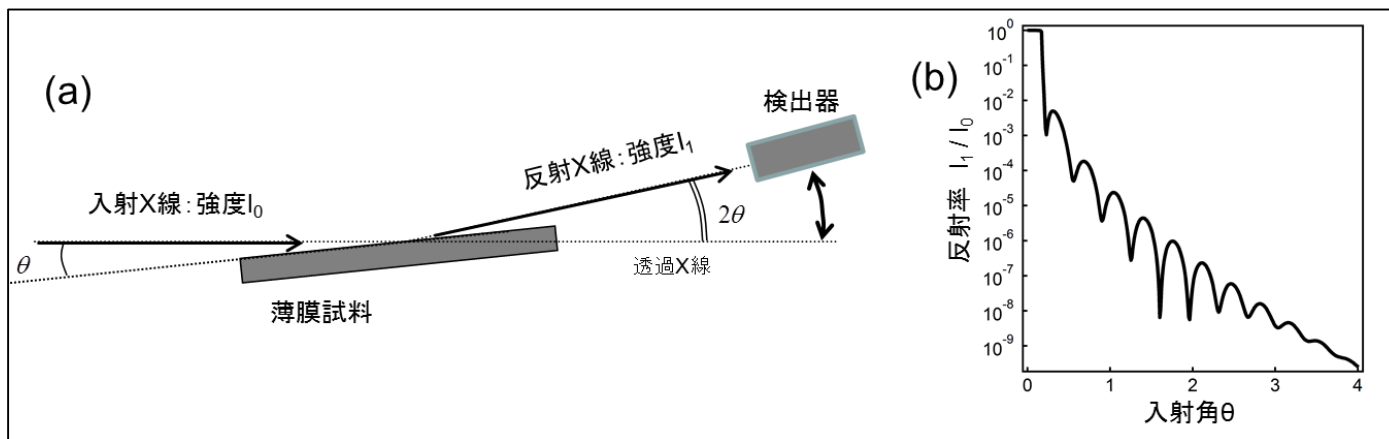
多型が混在 (コランバイト型、ルチル型)

- ・コランバイト型 : エピタキシャル成長
- ・ルチル型 : 多結晶と複数方位関係のエピタキシャル成長が混在

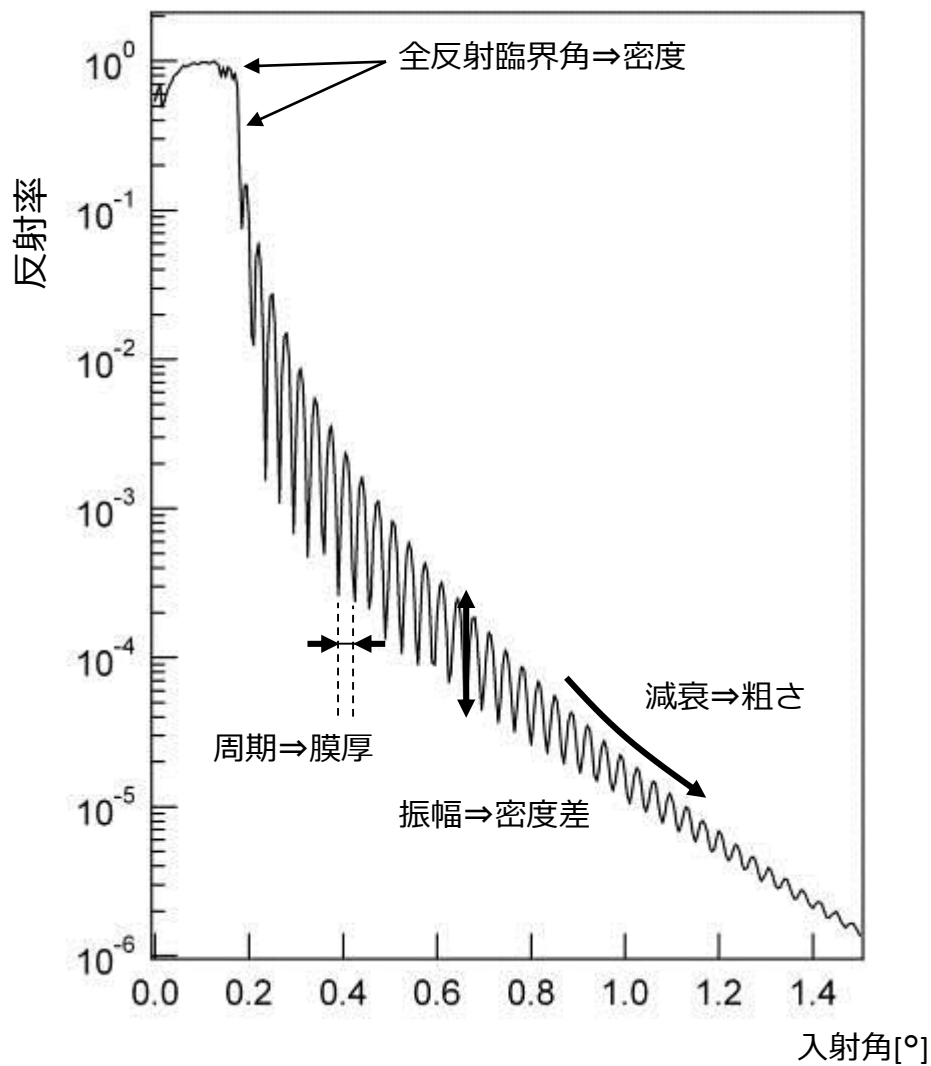
強いストリーク : 結晶の乱れ



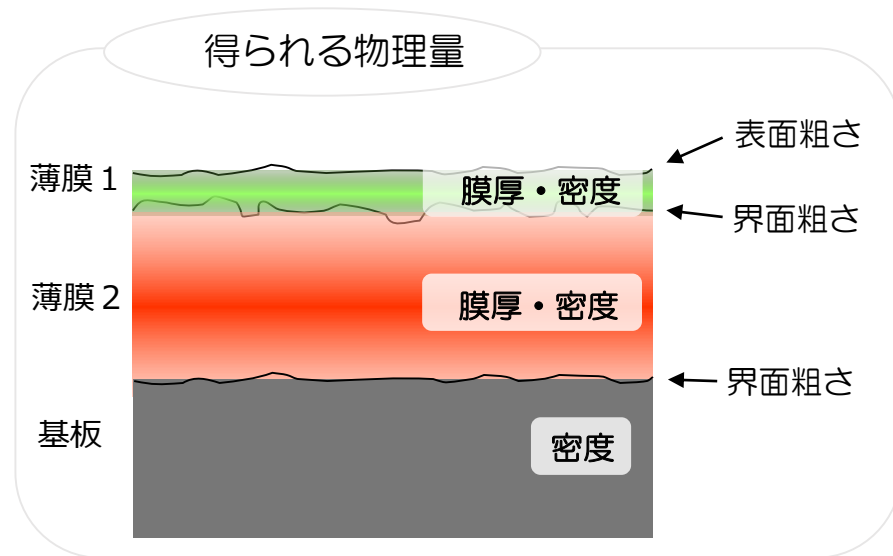
# X線反射率



# X線反射率で得られる情報



## 層構造解析 (膜厚・密度・粗さ)



## 放射光利用のメリット

- 測定ダイナミックレンジの広さ

膜厚の薄い試料

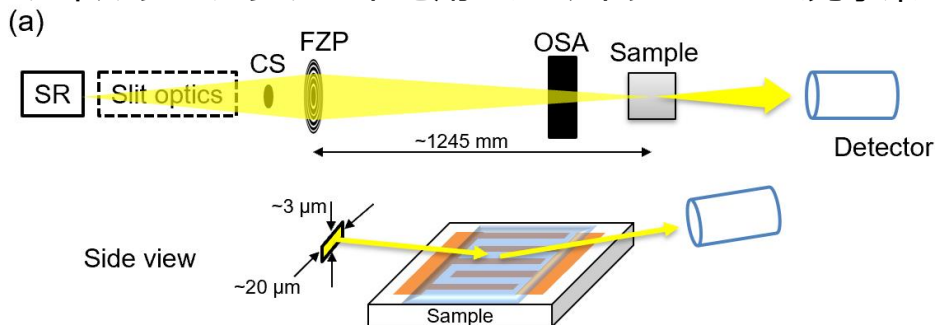
表面・界面の偏析層の検出

- 微小部膜厚測定



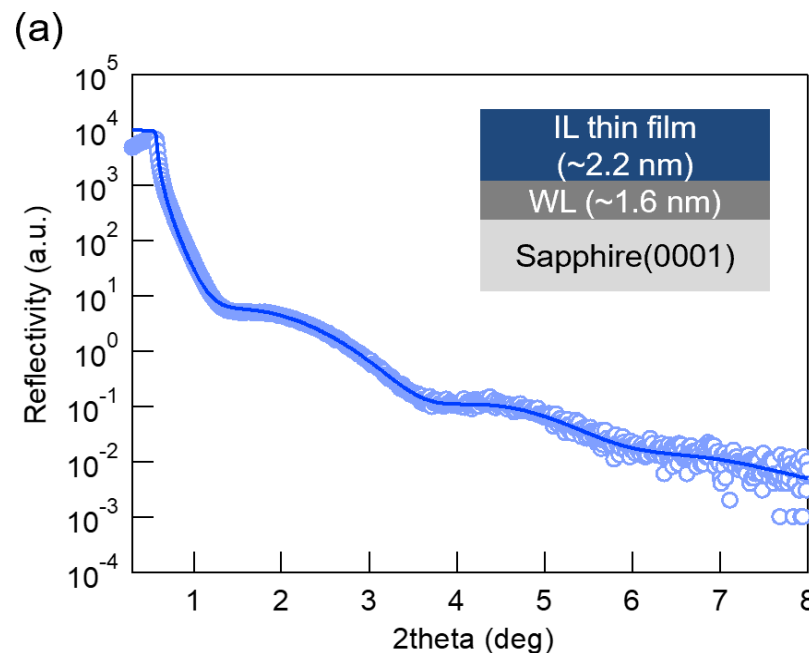
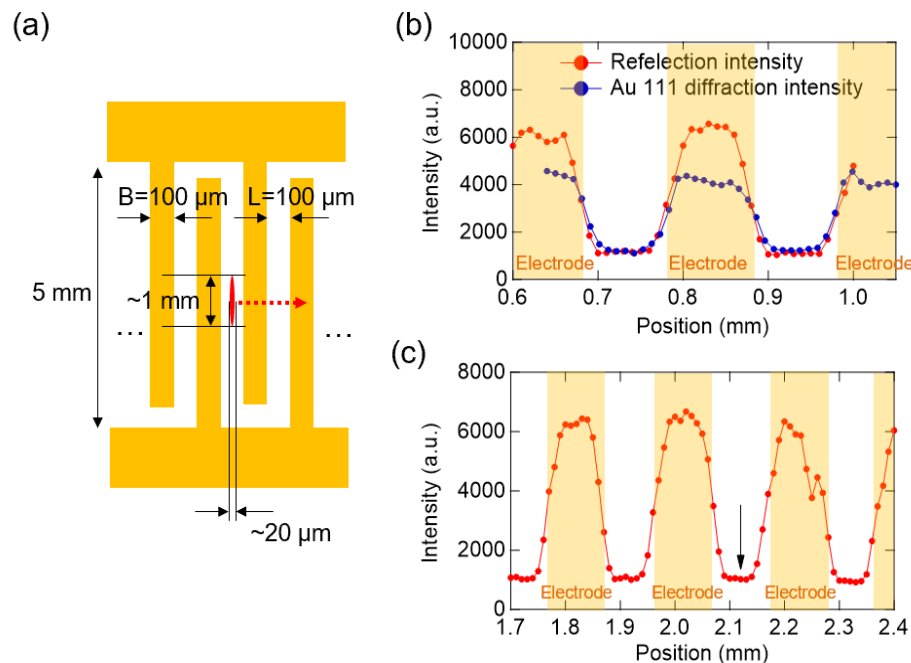
# 微小部X線反射率測定

フレネルゾーンプレートを用いたマイクロビーム光学系



東北大学 丸山先生、松本先生

ACS Nano, **12** (10), 10509-10517, 2018



楕形電極間のイオン液体薄膜の膜厚測定

# SPRING-8共用ビームライン課題申請 (産業利用BL)

- 一般課題 (産業利用分野)
- 放射光施設横断産業利用課題
- 大学院生提案型課題
- 長期利用課題 【年1回募集】

有償

- 成果公開優先利用課題
- 成果専有課題

- 時期指定成果専有課題 【随時募集】
- 測定代行 【随時募集】

年6回募集	
2019A	<del>2019A1</del>
	2019A2
	2019A3
2019B	2019B1
	2019B2
	2019B3

研修会「二次元検出器を用いた薄膜X線回折測定研修会」 年1回11 or 12月

ご質問、ご要望がございましたらお気軽にお問い合わせください  
[koganeza@spring8.or.jp](mailto:koganeza@spring8.or.jp)

# SPRING-8共用ビームライン課題申請

The screenshot shows the SPRING-8 website with the following elements:

- Header:** SPRING-8 logo and "大型放射光施設 The world's largest synchrotron radiation facility".
- Navigation Menu:** Home, About SPRING-8, News/Publications, Research Stories & Results, User Information, For Students/Postgraduates, General Information.
- Main Content:** A large image of the facility with a "Read More" button.
- Left Sidebar:**
  - 最新ニュース (Latest News) with several articles from 2019 and 2018.
  - イベント (Events) with a list of upcoming events.
- Center Content:**
  - 研究成果 (SPRING-8) (Research Results) with a list of recent publications.
  - 研究成果 (SACLA) (Research Results) with a list of recent publications.
- Right Sidebar:**
  - 利用研究課題募集 (User Research Topic Collection) - This section is highlighted with a red box and a red arrow pointing to it from the right. It contains a link for "課題申請はこちら" (Apply for topics here).
  - ソーシャルメディア (Social Media) with YouTube and Twitter links.
  - 各種リンク運転状況 (Various Link Operation Status) with buttons for "現在の運転状況" and "運転スケジュール".
  - クイックリンク (Quick Links) with links to the User Information Website, User Information, Research Results, and the Industrial User Society of SPRING-8.
  - SPRING-8 利用推進協議会 (Industrial User Society of SPRING-8) - This section is also highlighted with a red box and a red arrow pointing to it from the right. It contains a link for "ビームライン情報" (Beamline Information).

課題申請



BL情報

