



X線・中性子反射率法によるシリカ薄膜の相補的構造解析

阿久津 和宏

一般財団法人 総合科学研究機構，中性子科学センター

キーワード：シリカコーティング，ハイブリッドシリカ膜，X線反射率法

1. 背景と研究目的

表面シリカコーティング法は防水・防汚などを目的としたコーティング方法として様々な場所で利用されているが、近年ではシリカ膜中に有機系の機能性材料をドープした‘ハイブリッドシリカ膜’の開発が注目されている。本研究は、X線・中性子反射率法を相補的に活用することで、ハイブリッドシリカ薄膜中における有機物の量と分布状態を評価することを目的としている。中性子反射率のデータはJ-PARC MLFの中性子反射率計『写楽』にて既に測定済みであり、本課題にて同一試料のX線反射率（XRR）を測定することで、膜内における有機物量・分布状態の定量的分析が可能になると考えている。

2. 実験内容

BL8S1に設置されているX線反射率計を用いて、シリコン基板上に成膜したハイブリッドシリカ膜試料のXRRデータを測定した。希望する測定 Q 領域は $0.1\sim 0.3\text{ \AA}^{-1}$ であり、使用するX線の波長と検出器角度はそれぞれ 9.15 keV 、 $2\theta=0.12\sim 3.7^\circ$ である。試料は全て大気中で安定なものであり、ビームラインに常備されている試料ホルダーに試料を設置し、常温常圧、大気中でデータを測定した。XRRデータの解析はAustralian Nuclear Science and Technology Organisation（ANSTO、Australia）が配布しているMotofit Software^[1]を用いて実施する。

3. 結果および考察

Si基板上に成膜したシリカ膜のXRRデータ及びそのFitting結果をFig.1に示す。XRRデータ上にはシリカ膜に由来する明確なKiessig fringeが出現しており、良質な膜が成膜できていることは明らかである。同じ試料で測定したXRR及び中性子反射率データのGlobal Curve Fittingを実施した結果、シリカ膜の膜厚と密度はそれぞれ 31 nm 及び 1.6 g/cm^3 と算出された。シリカ膜が多孔質であることは過去の研究で明らかになっていたが^[2]、今回の実験ではその多孔質性（密度）の精密な値を評価できた。今後は、ハイブリッドシリカ膜のXRR/中性子反射率データのGlobal Curve Fittingを実施し、ハイブリッドシリカ薄膜中における有機物量と分布状態の定量分析を実施する。

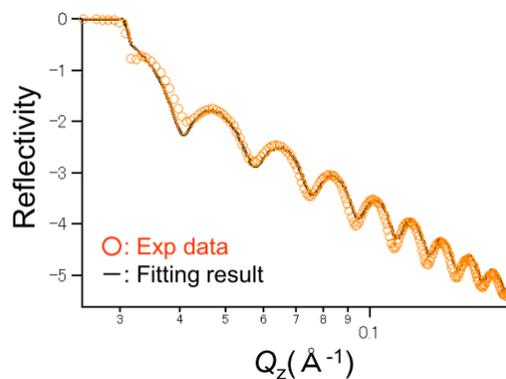


Fig.1 Si基板上に成膜したシリカ膜のXRRデータ及びそのFitting結果。

4. 参考文献

1. A. Nelson., “Co-refinement of multiple-contrast neutron/X-ray reflectivity data using MOTOFIT”, *J. Appl. Crystallogr.*, **39**, 273–276 (2006).
2. T. Niizeki, *et al.*, “Nano-Structure Studies of Perhydropolysilazane-Derived Silica Thin Layers”, *Prime Archives in Polymer Technology*, Vide Leaf-Digital Book Publishing, Hyderabad, India (2021).