



X線反射率法によるシリカハイブリッド膜の構造解析

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2021年度後期にJ-PARC MLFの中性子反射率計『写楽』にて測定予定であり、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

Polymethyl methacrylate(PMMA)/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。シリカ膜を塗布していないPMMA/Si基板試料と比較するとXRRのデータが大きく変化しており、また、Kiessig fringeの周期もそれに対応して大きく変化していることから、PMMA/Si基板上に良質なシリカ膜が成膜できていることが明らかとなった。Motofitによる解析の結果、シリカ膜の膜厚は 94 nm 程度と見積られた。事前に予想していた膜厚（ $80\sim 100\text{ nm}$ ）の範囲内であり、設計通りのシリカ膜が成膜できていることが示された。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を実施することで、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を詳細に調べる。

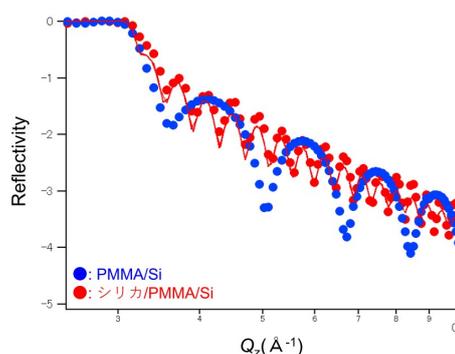


Fig.1 シリカ膜の成膜前後のPMMA/Si基板試料のXRRデータ及びそのFitting結果

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).