



## 有機薄膜材料のC、Nに関するXAFS測定

所属	株式会社住化分析センター	ビームライン	BL05
利用者氏名	末広 省吾	利用分野	産業分析
利用年度	2015年度	活用技術	X線吸収分光

### 利用成果の概要

弊社では、以前から有機薄膜材料の分子配向性、組成比、膜の厚さ・密度などを的確に評価し得る技術を調査してきた。その中で、軟X線吸収分光の有効性に着目し、トライアルユースを通じて、配向性有無が明確な有機薄膜試料の角度依存XAS測定を行った。得られたC-K吸収端またはN-K吸収端スペクトルの状態を確認した結果、いくつかの数十nmの膜厚のテスト試料においてC-K吸収端スペクトル測定でピークが明確に観測され、試料による配向性の有無を確認する事ができた。このことから、ニュースバルBL05のXAS測定は、有機薄膜評価に有用であると言える。

### 〈利用目的〉

有機エレクトロニクス分野で使用される有機多層薄膜は、膜中の分子配向性、組成比、膜厚、密度などが製法に影響され、それらを的確に評価する事が、デバイス特性向上に重要である。放射光X線による構造解析は有力な手法の一つであるが、製造プロセスとデバイス性能をリンクさせるためには、高精度かつ信頼性の高いビームラインの選択が先ず必要である。本トライアルユースでは、配向性有無が明確な有機薄膜試料を用いて、有用な解析情報を提供できるスペクトルが得られるかの確認を行う。

### 〈実験方法〉

真空蒸着法で膜厚20nmに調整したペンタセン/Si、ペンタセン/Auおよび $\alpha$ -NPD (N,N'-Di(1-naphthyl)-N,N'-diphenylbenzidine) 薄膜について、ニュースバルビームラインBL05において全電子収量法(TEY)でXAS測定を行った。炭素のK吸収端のエネルギー範囲を270~310eVで測定した。X線エネルギー軸の校正はグラファイトを、強度校正は金を標準試料として用いた。測定時のX線入射角度 $\theta$ は、 $90^\circ$  (直入射)、 $75^\circ$ 、 $54.7^\circ$ 、 $30^\circ$  に変化させ、C-K吸収端スペクトルの $\sigma^*$ ピークトップを基準として、 $\pi$ \*ピークトップの強度変化を確認した。

### 〈実験結果〉

ペンタセン/Siは $\pi$ \*由来の284eV 付近と285.5eV 付近に観測されたピークが斜入射( $\theta=30^\circ$ 、 $54.7^\circ$ 、 $75^\circ$ )よりも直入射( $\theta=90^\circ$ )の方が強度は強く、ペンタセンは基板に対して垂直に配向していると推察される(図1)。逆にペンタセン/Auでは、同領域で観測されたピークが直入射よりも斜入射の方が強度が強く、ペンタセンは基板に対して水平に配向していると推察される(図2)。 $\alpha$ -NPDについてはC-K吸収端スペクトルで入射角度の変化に対する $\pi$ \*由来の強度変化に顕著な相関が見られないため、配向性はほぼ無いと推察される(図3)。

### 〈今後の見通し〉

数十nm程度の厚さの有機薄膜をXAS法で測定し、分子配向性の有無を確認する事が出来た。デバイス特性との相関を確認する事で、有機エレクトロニクスデバイスの製法改善等に寄与するものと期待できる。今後、本施設の利用により、他の材料系への適用や反射率測定との組み合わせによる膜質評価の多角化を図ることは、有機薄膜材料の膜質評価として一層有益になると思われる。

<図面等>

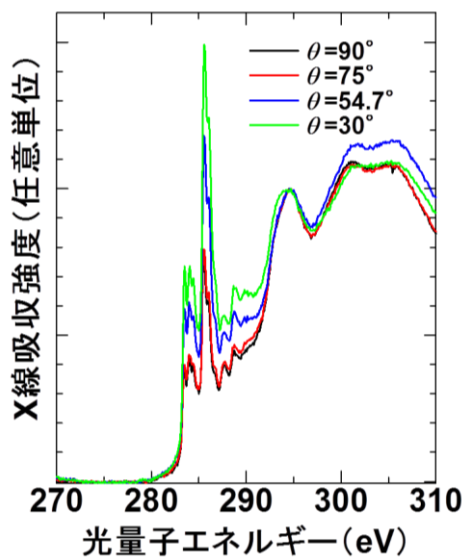
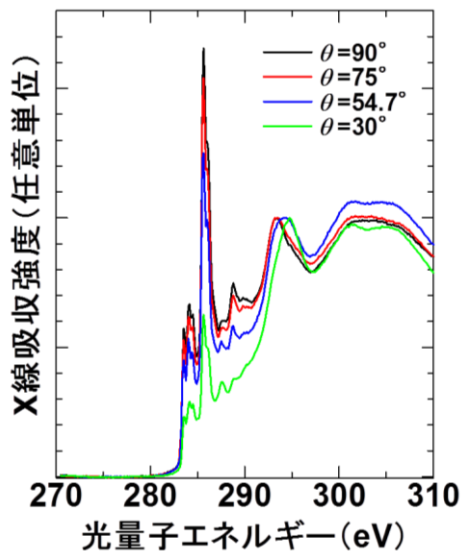


図1: ペンタセン/SiのC-K吸収端XASスペクトル

図2: ペンタセン/AuのC-K吸収端XASスペクトル

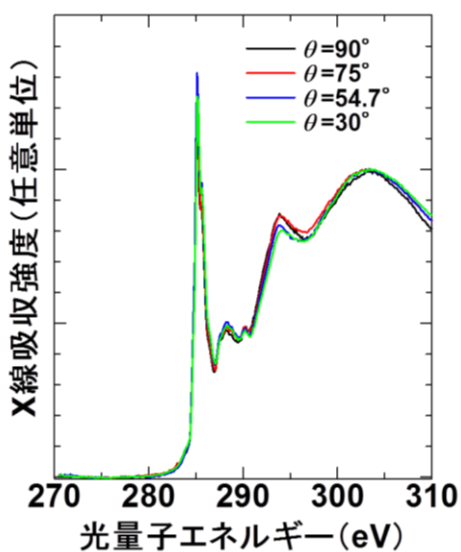


図3:  $\alpha$ -NPDのC-K吸収端XASスペクトル

問い合わせ先

兵庫県立大学 高度産業科学技術研究所  
ニュースバル放射光施設 共用促進室

〒678-1205 兵庫県赤穂郡上郡町光都1-1-2  
TEL : 0791-58-2543 FAX : 0791-58-2504  
E-mail : kyoyo@lasti.u-hyogo.ac.jp