

QCM/2D-GIXD 同時測定によるペンタセン薄膜成長における核形成過程の解析 Analysis of nucleation process in pentacene thin film growth by simultaneous measurement of QCM and 2D-GIXD

静大院総合¹, 岩手大院総合², 高輝度光科学研究セ³

○松原 亮介¹, 尾崎 幸潤¹, 阿部 優輝², 菊池 護²,

葛原 大軌², 吉本 則之², 小金澤 智之³, 久保野 敦史¹

Shizuoka Univ.¹, Iwate Univ.², JASRI³, °Y. Ozaki¹, R. Matsubara¹, Y. Abe², M. Kikuchi²,

D. Kuzuhara², N. Yoshimoto², T. Koganezawa³ and A. Kubono¹

E-mail: kubono.atsushi@shizuoka.ac.jp

【緒言】 真空蒸着法による有機薄膜成長において、核形成過程はその後の配向や核密度を決定づける極めて重要なプロセスである。核形成プロセスの評価のためには薄膜成長中のその場観察が必要となる。我々は水晶振動子マイクロバランス (QCM) を用いた有機半導体薄膜形成過程の in-situ 測定により核形成過程の解析を行ってきたが[1]、QCM のみでは構造に関する情報が得られないという課題があった。前回の応用物理学会において、この問題を解決するために QCM と二次元 X 線回折 (2D-GIXD) の同時測定を試みた結果について報告した[2]。今回は前回の結果を詳細に解析し、ペンタセン薄膜成長における核形成過程について考察する。

【実験】 水晶振動子金電極基板を基板として用い、QCM により付着挙動を観察しながら、同時に 2D-GIXD 測定による構造変化を追跡した。実験は X 線透過用 Be 窓を備えた真空蒸着装置を SPring-8 BL19B2 に設置されている多軸回折装置に搭載し、検出器は大面積二次元検出器 PILATUS 300K を用い、露光時間を 30 秒とした。X 線の入射角は 0.12° 、入射 X 線のエネルギーは 12.4 keV とした。

【結果・考察】 Fig.1 に QCM による付着量と 2D-GIXD による面外方向のラインプロファイルの時間変化を示す。蒸着開始後およそ 1200 秒付近から $2\theta_z = 4^\circ$ 付近に現れるピークがペンタセン薄膜相の(001)回折ピークである。蒸着初期の解析を行うため、小角領域 ($2\theta_z = 1.6^\circ$ 付近) の散乱強度と(001)回折ピークの積分強度の時間変化をプロットしたグラフを Fig.2 に示す。小角領域の散乱強度は蒸着開始直後から緩やかに立ち上がり、約 150 秒から急激に立ち上がった。一方(001)回折ピーク強度の時間変化を直線で外挿すると約 150 秒程度でゼロになる。このことから、蒸着開始直後から 150 秒程度まではペンタセン分子はアモルファス状態のクラスターとして存在しており、その後最も安定な結晶状態に遷移することが示唆される。

[1] 松原亮介, 羽生大亮, 久保野敦史, 表面と真空, 62(8), 498-503 (2019).

[2] 尾崎ほか, 2020 年応用物理学会春季学術講演会, 12a-PB3-11.

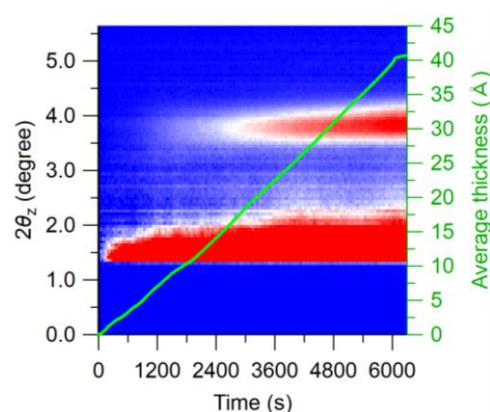


Fig. 1 Time evolution of average thickness from QCM and line profile along the Q_z direction of the 2D-GIXD result.

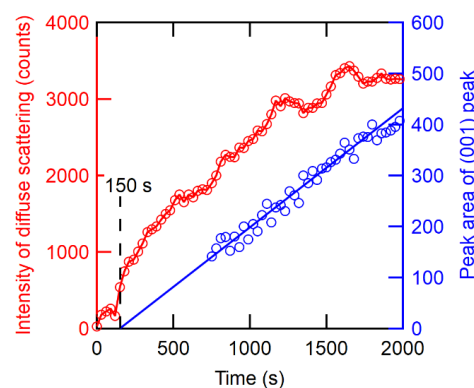


Fig.2 Time evolution of intensity of scattered x-ray at $2\theta_z = 1.4^\circ$ and peak area of (001) diffraction peak.