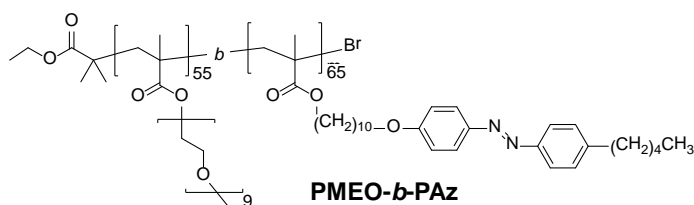


課題番号 : F-13-NU-0038  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名 (日本語) : ブロック共重合体薄膜のマイクロ相分離構造の配向制御に関する研究  
 Program Title (English) : Orientational control for microphase separated structure in block copolymer film  
 利用者名 (日本語) : 原 光生, 関 隆広  
 Username (English) : M. Hara, T. Seki  
 所属名 (日本語) : 名古屋大学大学院 工学研究科  
 Affiliation (English) : Graduate School of Engineering, Nagoya University

### 1. 概要 (Summary)

垂直配向メソポーラス膜は、触媒・分子ふるい・蓄電等の材料に有用な構造であり、簡便な調製法の開発が望まれている。今回我々は、両親媒性ブロック共重合体 **PMEO-*b*-PAz** とシリカからなるスピコート膜を調製し、この複合膜において **PMEO-*b*-PAz** のラメラ状マイクロ相分離構造が基板に対して垂直に配向することを、微細加工プラットフォームの装置を利用することで明らかとした。



### 2. 実験 (Experimental)

**PMEO-*b*-PAz**、テトラエトキシシラン、水、エタノール、塩酸、エチレングリコール、テトラヒドロフランの混合溶液からスピコート法にて石英ガラスおよびシリコン基板上に厚さ約 150 nm の **PMEO-*b*-PAz** /シリカ複合膜を調製した。この複合膜を以下の手法にて評価した。

- 走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察  
装置：日立ハイテクノロジー S-5200
- 斜入射小角 X 線散乱 (GI-SAXS) 測定  
装置：NANO-Viewer (Rigaku 製)  
パルスステージ：ATS-C316-EM/ALV-300-HM (中央精機製、角度分解能 0.0015°)  
ターゲット：Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 0.154$  nm)  
ビーム径： $\phi 0.3$  mm (サンプル位置)  
カメラ長：955 mm  
検出器：イメージングプレート  
X 線入射角：0.18–0.22°

### 3. 結果と考察 (Results and Discussion)

**PMEO-*b*-PAz**/シリカ複合膜の AFM 像を Fig. 1a に示す。約 25 nm 幅の縞状モルフォロジーが観測された。GI-SAXS 像においては、縞状モルフォロジーの幅とよく一致する約 26 nm の周期に由来する散乱が、基板面

内 (in-plane) 方向にのみ観測された (Fig. 1b)。これらの結果から、複合膜において **PMEO-*b*-PAz** のラメラ状マイクロ相分離構造が基板に垂直配向していると判断した。この有機/無機複合膜からは有機物である **PMEO-*b*-PAz** をオゾン処理にて選択的に除去することにも成功しており、製膜時のプロセスや基板に依存せず垂直配向シリカメソ多孔膜を簡便に調製する手法の開発に成功した。

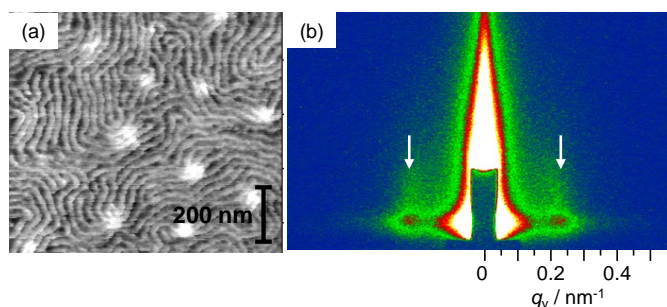


Fig. 1. AFM phase image (a) and GI-SAXS pattern (b) of the diblock copolymer/silica hybrid film on quartz.

### 4. その他・特記事項 (Others)

なし。

### 5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation) :

- Mitsuo Hara, Shusaku Nagano, Takahiro Seki, "Spontaneous Formation of Vertically Aligned Lamellae in Thin Films of Block Copolymer-Silica Hybrid Material", *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, Vol. 86 (2013) p.p. 1151-1157. [Selected Paper]
- 原 光生, 永野修作, 関 隆広, "リオトロピック液晶の分子設計に基づく垂直配向メソポーラス膜の調製", 日本化学会第 94 春季年会, 平成 26 年 3 月 27 日.

### 6. 関連特許 (Patent)

なし。