

課題番号 : F-15-UT-0151
利用形態 : 技術補助
利用課題名(日本語) : 電子線重合を利用した機能性高分子薄膜の創製
Program Title (English) : Preparation of functional polymer membranes fabricated by electron-beam induced polymerization
利用者名(日本語) : 上木岳士, 一ノ瀬泉
Username (English) : T. Ueki, I. Ichinose
所属名(日本語) : 国立研究開発法人 物質・材料研究機構
Affiliation (English) : National Institute for Materials Science

1. 概要(Summary)

平滑なシリコンウエハー上に汎用線形高分子(ポリスチレン、ポリアクリロニトリル、ポリジメチルシロキサン、1,2-ポリブタジエン、ポリスチレン-*b*-ポリブタジエン-*b*-ポリスチレン)をスピコートした。得られた基板に電子線を照射したところ、照射部分のみ高分子鎖間の架橋反応が進行し、良溶媒に対して不溶な有機薄膜が得られた。架橋膜の厚みは与えた電子線照射量および高分子に固有の G 値に応じて数 10 nm ~ 数 100 nm 程度の範囲で系統的に変化し、飽和脂肪族をはじめとする各種溶質を高速に透過する機能性分離膜に利用できる可能性が示された。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

高速大面積電子線描画装置
(ADVANTEST7000S-VD02)

【実験方法】

自部門にて 5 種類の高分子(ポリスチレン、ポリアクリロニトリル、ポリジメチルシロキサン、1,2-ポリブタジエン、ポリスチレン-*b*-ポリブタジエン-*b*-ポリスチレン)が 5 wt%になるように調製した良溶媒(トルエンあるいはジメチルフォルムアミド)溶液を回転速度 5000 rpm のシリコンウエハー基板上に滴下して各種有機薄膜を形成した。得られた薄膜をナノテク・プラットフォームに持ち込み、上記装置において $100 \mu\text{C cm}^{-2} \sim 800 \mu\text{C cm}^{-2}$ の強度で 4.8 mm x 4.8 mm の面積に電子線照射した。電子線照射後、基板を自部門に持ち帰り高分子の良溶媒に浸漬、未照射部分のエッチングを行い、性状観察等を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

電子線照射後の高分子薄膜の基板を室温あるいは 100 °C で良溶媒に浸漬したところ電子線照射部分のみ

溶解せず、電子線照射による架橋反応の進行が認められた。また、電子線の照射強度に応じて膜厚は数 10 nm ~ 数 100 nm の範囲で制御可能であった。例えばポリスチレンをスピコートした薄膜上の 4 箇所(200, 400, 600, 800 $\mu\text{C cm}^{-2}$)と異なる電子線強度で照射した場合、エッチング後の照射部分は明確な構造色を呈し、その色調は青、薄緑、黄色、オレンジ色となった。すなわち与えたクーロン量の増大に伴い反射波長が系統的にレッドシフトすることが確認された。電子線照射により高分子鎖間が架橋され、エッチングにより除かれた未架橋高分子の占有体積分の厚みが減少するために構造色を呈すると考えられた。また高い照射強度条件では薄膜内部での架橋密度が上がる(エッチングに寄り除かれる未架橋高分子が減少する)ため、薄膜の構造色が長波長シフトしたと考えられる。今後、キャスト溶液の希薄化や、複数回のスピコートによる高分子基板の層構造化(電子線照射で高分子鎖間の架橋反応より分解反応が支配的に起こる物質を利用した犠牲層の形成)等により高分子の薄膜化と単離を狙い、高速透過性を示す分離機能膜の創製と評価に着手する。

4. その他・特記事項(Others)

なし。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent)

なし。