

課題番号 : F-17-AT-0094
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : ポリマー薄膜の膜厚測定
 Program Title (English) : Measurement of thickness of polymer thin films
 利用者名(日本語) : 石川満
 Username (English) : M.Ishikawa
 所属名(日本語) : 城西大学理学部化学科
 Affiliation (English) : Josai University
 キーワード/Keyword : 形状・形態観察、触針式段差計、ガラス転移温度、ポリマー薄膜

1. 概要(Summary)

本課題では石英基板表面にスピコート法で展着した高分子薄膜の厚さを測定した。想定している厚さは 10～100 nm である。背景にある研究目的は、高分子薄膜のガラス転移温度(Tg)付近における構造変化を単一分子の粘度感受性蛍光色素を用いてプローブすることである。高分子薄膜の厚さに依存してガラス転移温度が異なる可能性があるため、膜厚の評価は必須である。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】

触針式段差計

【実験方法】

ポリ酢酸ビニル(PVAc; Tg = 30 °C)を高分子試料とした。PVAc を酢酸エチルに溶かして、所定の溶液を調製した: 1%, 2%, 5%(w/w)。これを利用者の研究室に設置されているスピコートを用いて石英基板表面(30×30×1t)に展着した。このスピコートは試料室が密閉可能なため、乾燥室素雰囲気で使用した。このため、高分子溶液が蒸発する際に気化熱により、基板表面が冷却されて生じる白濁の原因となる結露を防ぎ、透明な良質な薄膜を形成できた。回転条件は以下の通り: 500 rpm (5 s)/ 2500 rpm (20 s)/ 500 rpm (5 s)。その後、溶媒を蒸発させかつスピコート直後に高分子薄膜に残存すると云われている構造的なひずみを除去するために、PVAc 薄膜付の基板を 100 °C でアニーリングした。その後、真空チャンバー(5 kPa)内に一昼夜保存した。段差を形成するために、高分子溶液を展着する前の基板表面にカプトンテープを貼付して、薄膜形成後に除去した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

測定された膜厚とそのときの PVAc 溶液の重量濃度は以下の通り。55 nm@1%(w/w), 80 nm@2%(w/w), 400 nm@5%(w/w)。しかし、基板面と薄膜の段差を形成する

方法として、カプトンテープを使用する方法では段差の部分に段差よりもはるかに高い“バリ”が生成する。このため、得られた結果は現状では参考値と考えている。次回以降、段差を形成する方法として、金属の針で“けがく”方法を試す予定である。本来の目的である単一蛍光分子測定の試料配置を Fig. 1 に示す。この試料を用いビデオ顕微鏡を用いて単一分子の蛍光を観測して、温度を変えながら蛍光輝点の強度の時間変化を測定した。その結果、Tg およびその近傍で蛍光強度の特異的な変化を観測することに成功した。

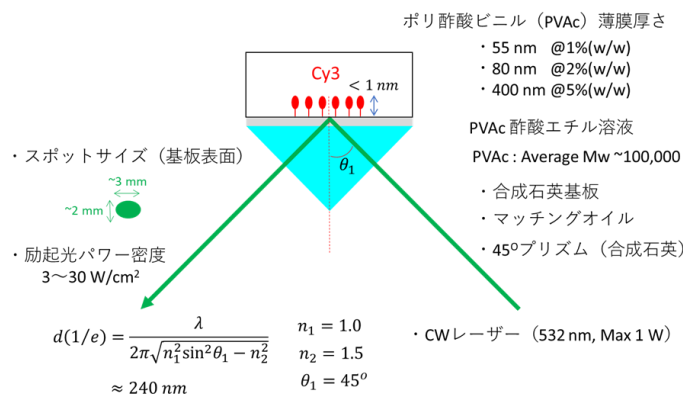


Fig. 1 Experimental set up (laser excitation and sample geometry only) for single-molecule fluorescence video microscopy to evaluate glass transition of PVAc thin films through changes in fluorescence intensity with time by changing sample temperatures.

4. その他・特記事項(Others)

なし。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

- (1) 石川満, 高橋泰平, 林雄一郎, 宇和田貴之
 ポスター発表(1PB-022) 日本化学会第 98 春季年会,
 平成 30 年 3 月 20 日

6. 関連特許(Patent)

なし。