

課題番号 : F-17-WS-0089
 利用形態 : 機器利用
 利用課題名(日本語) : 高分子マイクロドメインの選択エッチングと表面構造観察
 Program Title(English) : Selective Etching of the Microphase Separated Polymer Domains and their Surface Nanostructure
 利用者名(日本語) : 安藤英悟¹⁾, 須賀健雄¹⁾
 Username(English) : E. Ando¹⁾, T. Suga¹⁾
 所属名(日本語) : 1)早稲田大学大学院先進理工学研究科
 Affiliation(English) : 1) Faculty of Science and Engineering, Waseda Univ.
 キーワード/Keyword : 高分子コーティング、マイクロ相分離構造、反応性エッチング、形状・形態観察

1. 概要(Summary)

汎用 UV 硬化プロセスにおいて、対象となる光硬化樹脂にブロックコポリマーのその場生成に伴う自己組織化を組み込むことで、透明硬化膜内部に共連続ナノ相分離構造の構築が可能となる。しかし、相分離ドメインの観察にはマイクロームによる超薄膜片切り出し、適切な染色など、観察困難なことがしばしばある。本課題では、エッチング耐性を持つケイ素含有ドメインを有するコーティングを対象に CCP-RIE 装置を用いて反応性イオンエッチングすることで相分離構造の片ドメインのみ選択除去し、観察手法としての適用可能性を検討した。

2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】 CCP-RIE 装置

【実験方法】

ガラス基板上に成膜した高分子膜に対して反応性イオンエッチング(O₂)をした。エッチング条件は、以下の通り

- (i) 10 min, 20 W, 30.0 Pa, 40 scm
- (ii) 10 min, 200 W, 30.0 Pa, 40 scm
- (iii) 20 min, 200 W, 30.0 Pa, 40 scm
- (iv) 20 min, 250 W, 30.0 Pa, 40 scm
- (v) なし

エッチング後 SEM 観察することにより、形成された表面構造を観察した。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

UV 硬化により形成した透明高分子コーティング (Fig. 1) に対してエッチングした結果、i ~ v の条件においても、外観上の変化は見られなかった。表面

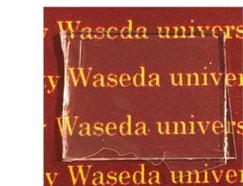


Fig. 1 Optical images of cured film.

SEM 観察では、エッチング条件の出力を 20W から 200W へと高くすることで、網目状に連続した表面凹凸形

状が鮮明に現れサイズが 80~100 nm であった。従来、断面 TEM 観察でみられるマイクロ相分離のドメインサイズと良い相関を示した。比較例として、エッチング処理前のコーティングの表面 SEM 像 (Fig. 2(v)) では、均一、平滑で特に相分離構造が見られないことより Fig. 2(i ~ iv) の構造が成膜時の表面のラフネス由来ではなく相分離構造に起因することが示された。

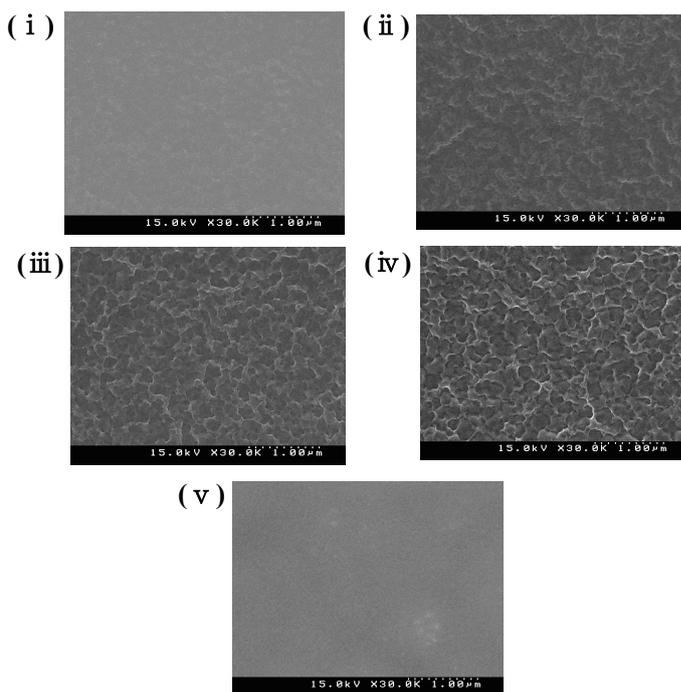


Fig. 2 SEM images of the photo-cured coatings after O₂ ion etching.

4. その他・特記事項(Others)

・参考文献 : [1] T. Hayakawa *et al.*, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, **2017**, 9, 31266–31278.

・野崎義人様(早稲田大学 ナノ・ライフ創新研究機構ナノテクノロジー研究所)に感謝申し上げます。

5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

6. 関連特許(Patent) なし。