

自己組織化多孔質 SiO₂ を用いた微細構造形成の化学的条件の検討Chemical Condition of nano Structure Fabricated by using Self-assemble porous SiO₂日大理工¹°鈴木 太巳¹, 塚本 新¹, 伊藤 彰義¹Nihon Univ.¹, Toshiba CO., LTD.²°Taishi Suzuki¹, Arata Tsukamoto¹, Akiyoshi Itoh¹

E-mail: taishi_suzuki@inl.ecs.cst.nihon-u.ac.jp

はじめに 近年, 自己組織化ポリマーは困難とされているナノオーダーの微細構造作製のために注目されている. その中でもブロックコポリマーの自己組織化形態はシリンダー状, スフィア状等, 様々な形状をとることから多くの分野で応用できる可能性を示している. これまでにトリブロックコポリマーを利用して空孔径 5 nm, 規則配列構造の秩序化領域面積 0.8 μm^2 の周期的凹部を有する基板 (NDA: Nano Dent Array) を作製している[1]. 特に磁性記録媒体への応用に向け磁性微粒子の規則配列を誘導する下地として利用するためには基板全体へ同一の秩序化領域を有することが理想であるが, 一方でこれらの構造に寄与する要因の詳細は未解明である. 本報告では微細構造の pH 依存性及び固体シリカ生成反応時間(t_{sr})に着目し空孔形状及び秩序化領域と化学的条件との相関について検討を行った.

実験方法 微細構造基板作製手順として, テトラエトキシシラン (TEOS) を含む溶液 A と, トリブロックコポリマーを含む溶液 B を各々で作製, t_{sr} 後に混合する. 混合溶液を Si 基板上へスピンコートで塗布した後乾燥, 熱処理を行い作製する. 溶液 B はトリブロックコポリマー, 純水, エタノールの混合溶液である. 溶液 A は TEOS, 水(pH=x), エタノールの混合溶液であり, 混合時に加水分解反応による SiOH 生成を経て縮重合反応により固体シリカが生成される. t_{sr} , pH は各反応促進に寄与することから, これらパラメータが空孔形状及び秩序化領域形態の決定主因となると考え, 種々条件における NDA 構造の検討を行った.

結果と考察 Fig. 1(a)~(c)に t_{sr} =10, 40, 60 分の条件で作製した NDA 表面の SEM 像を示す. いずれも pH 1.4 にて作製したものである.

t_{sr} =10 分では, 全てを同時混合して作製した場合(t_{sr} =0 分に相当)と同程度の秩序化領域面積($\sim 0.05 \mu\text{m}^2$)であった. これに対して t_{sr} =40 分では約 16 倍程度の秩序化領域面積($\sim 0.81 \mu\text{m}^2$)へ拡大した. 一方, t_{sr} =60 分においては曲線状の形態へと変化した. 以上よりミセル溶液 B と, TEOS の加水分解反応及び縮重合反応を生じる溶液 A とに分けることで秩序化領域面積を拡大でき, またその形態及び面積が t_{sr} に大きく依存することが明らかとなった. 次に, 空孔形状に着目し, 最も広い秩序化領域面積が得られた Fig. 1(b)について pH 依存性の検討を行った. Fig. 2 に NDA 表面 SEM 像の pH 依存性(pH 1.0~2.0)を示す. 秩序化形態に大きな変化はなく, 空孔形状にも際立った変化は観察されなかった. 以上の結果から, 本プロセスにおいて比較的広い pH 範囲で同様の空孔を形成でき, t_{sr} が秩序化領域形態に大きく寄与することを明らかにした.

謝辞 本研究の一部は日本大学学術研究プロジェクト(N.プロ)及び情報ストレージ研究推進機構の助成により行ったものである.

また, 本研究遂行にあたり御助言頂きました株式会社東芝の鎌田芳幸氏, 稗田泰之氏, 喜々津哲氏に感謝いたします.

参考文献 [1] 小川直人, 塚本新, 伊藤彰義”ナノテンプレート自己組織化 SiO₂ 膜の秩序化領域拡大”第 35 回日本磁気学会学術講演会

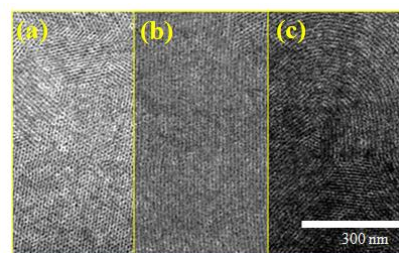


Fig. 1 SEM images of the NDA prepared with various stirring time (t_{sr}) conditions of solution A (a)10 minutes, (b)40 minutes, (c)60 minutes

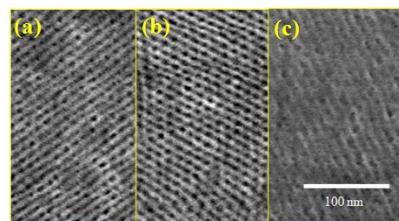


Fig. 2 SEM images of the NDA prepared with various pH condition of solution A (a)pH 1.0, (b)pH 1.4, (c)pH 2.0