18a-PA5-3

等方加圧処理により高密度化されたﾍﾟﾝﾀｾﾝ低分子薄膜の力学特性

Mechanical Properties of Pentacene Low Molecular Films Densified by Cold and Warm Isostatic Presses

茨城高専 [1]，長岡技科大 [2]　○寺田　有汰 [1]，熊谷　裕太 [1]，若松　孝 [1]，井原 郁夫 [2]，金成　守康 [1]

Ibaraki College of Tech. [1], Nagaoka Univ. of Tech. [2], Yuta Terada, Yuta Kumagai, Takashi Wakamatsu, Ikuo Ihara, Moriyasu Kanari

E-mail: kanari@ss.ibaraki-ct.ac.jp

1. はじめに

ﾌﾚｷｼﾌﾞﾙな有機半導体は、EL 素子、太陽電池、ﾄﾗﾝｼﾞｽﾀなどの電子ﾃﾞﾊﾞｲｽへの応用が期待されている。有機半導体研究における多くの注目が、直近の課題である電気的特性向上に注がれる一方で、柔軟性を活かしたﾌﾚｷｼﾌﾞﾙﾃﾞｨｽﾌﾟﾚｲなどに用いるためには、有機半導体薄膜の曲げに関する力学的特性の研究が重要である。Kanari ら[*1]は、軟質な無水ﾌﾀﾛｼｱﾆﾝ薄膜(降伏応力 σ_y = 54MPa) に冷間等方加圧 (CIP) 処理を施すことで、膜中の空孔を圧壊し、膜の密度・力学特性を改善できることを示している。本研究では、硬質なﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜 (σ_y = 215MPa) を CIP 処理し、多様な膜への加圧処理の適用性を調べた。また、常温におけるﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜の降伏応力は加圧装置の最高圧力より高いため、加熱処理を併せた温間等方加圧 (WIP) も試みた。薄膜の膜厚、幾何的構造、および力学的特性への加圧の影響を調べた。

2. 実験方法

比較のため、ｱｽﾞｺｰﾄに加えて、CIP 処理、および WIP 処理した 3 種類のﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜を作製した。ﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜は、真空蒸着によりｶﾞﾗｽ基板上にｺｰﾃｨﾝｸﾞした。CIP 処理した試料は、加圧水との接触を防ぐためにあらかじめﾎﾟﾘｴｽﾃﾙ袋で真空ﾊﾟｯｸした後、室温 25℃の圧力容器中において圧力 200MPa で加圧した。一方、WIP 処理においては、加熱器内に設置した圧力容器中の加圧水温度を 80℃に 30min 保持した後に、加圧した。膜の表面ﾓﾙﾌｫﾛｼﾞｰは、SPM(SII ﾅﾉﾃｸﾉﾛｼﾞｰ, Nanocute)を用いてﾀﾞｲﾅﾐｯｸﾌｫｰｽﾓｰﾄﾞで観察した。膜厚、および力学的特性は、自製の変位制御型ﾅﾉｲﾝﾃﾞﾝﾃｰｼｮﾝ試験機を用いて測定した。力学的特性測定は、荷重 0.05,0.1,0.5,1mN で行った。

3.結果および考察

3 種類の膜において、表面からの押込み変位に対するﾏﾙﾃﾝｽ硬さの変化を連続的に示した結果を Fig.1 に示す。硬さは、圧子が硬いｶﾞﾗｽ基板に接触すると同時に急激に上昇する。この硬さが増加し始める押込み変位を薄膜の膜厚と定義し、ｱｽﾞｺｰﾄ膜が 870nm、CIP 処理膜が 860nm、WIP 処理膜の膜厚が 815nm と測定された。CIP 処理膜と WIP 処理膜の膜厚は、それぞれｱｽﾞｺｰﾄ膜より 1.1%および 6.3%減少していることから、等方加圧によってﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜が高密度化したことが確認される。また、荷重 0.05mN で測定した 3 種類の膜の押込み弾性率を比較すると、ｱｽﾞｺｰﾄ膜が 15.0GPa であるのに対して、CIP 膜と WIP 膜が 20.1GPa で等しく 32%高い。これらの測定のおける押込み深さは 50～70nm と、ﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜の結晶粒の大きさと同程度であることから、押込み弾性率には気孔の有無による特性の違いが顕著に表れていることがわかる。その一方、0.05mN 以外で測定された押込み弾性率は、加圧によって結晶粒の異方性が緩和されたことに起因してｱｽﾞｺｰﾄ膜よりも 40%低かった。

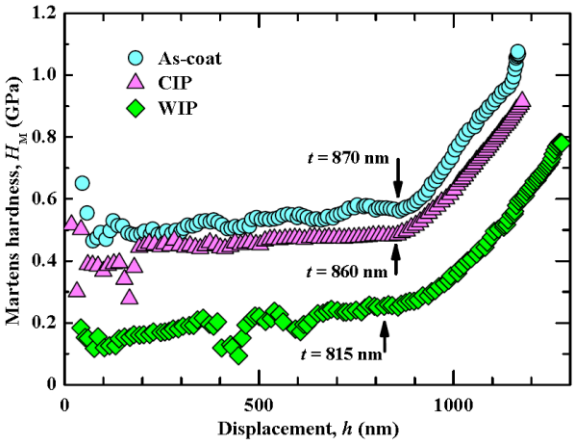

Fig.1 Continuously calculated Martens hardness against indentation displacement for as-coat films, CIP films, and WIP films.

4. まとめ

ﾍﾟﾝﾀｾﾝ薄膜は、CIP 処理、WIP 処理によって、それぞれ 1.1%、6.3%高密度化された。膜の押込み弾性率は、局所領域において 32%上昇した一方で、広範囲な領域では、加圧による結晶の異方性緩和に起因してｱｽﾞｺｰﾄ膜よりも 40%低かった。

謝辞

本研究の一部は、H22-24 年科学研究費補助金(基盤 C: No. 22560094)を用いて実施した。

参考文献

[*1]: M. Kanari, T. Wakamatsu, R.G. G. Fatt, and I. Ihara,, Appl. Phys. Express 4(2011)111603.

© 2014 年　応用物理学会