高速エリプソメータによる イオン液体ナノ薄膜蒸着過程のその場観察

In situ high-speed ellipsometry diagnosis of ionic liquid nano-thin film deposition

○鳥屋部 果穂, 丸山伸伍, 松本祐司 (東北大院工)

○Kaho Toyabe, Shingo Maruyama, Yuji Matsumoto (Tohoku Univ.)

E-mail: kaho.toyabe.q2@dc.tohoku.ac.jp

【背景】イオン液体は融点を 100°C 以下にもつ熔融塩で、蒸気圧や融点が低いという特徴をもち、電気化学などの分野において幅広く応用されている。当研究室では、真空蒸着による酸化物基板上におけるイオン液体のナノ薄膜化やその伝導度について報告[1]してきたが、イオン液体ナノ薄膜の成長過程については未解明な部分が多い。エリプソメトリは 1 nm 程度の超薄膜の膜厚や光学的特性の測定が可能な手法であり、これまで実験に用いてきた水晶振動子式膜厚計(QCM)よりも精密に実サンプル上の膜厚を規定できるだけでなく、イオン液体ナノ薄膜の成長過程を知る手がかりとなる可能性がある。そこで今回、Nb ドープ TiO_2 単結晶基板上において、イオン液体をナノスケールで蒸着しながら、高速エリプソメータによってその場観察を行ったので報告する。

【実験】0.5wt%Nb ドープ $\text{TiO}_2(110)$ 基板上にイオン液体[emim][TFSA]を滴下し、真空下で加熱蒸発させる前処理(蒸発処理)によって濡れ性を向上させた[1]。その後、Fig.(a)の概略図に示すような装置によって、赤外レーザー真空蒸着法[2]により同イオン液体を蒸着しながら、フォトニック結晶を用いた高速エリプソメータ(フォトニックラティス, SE-101)により 0.5 秒間隔でその場観察を行い、バルクの屈折率を用いて膜厚をリアルタイムで算出した。さらに、エリプソメトリで求めた膜厚の妥当性を、X線反射率法(XRR)と、同時成膜した蒸発処理を行っていない液滴サンプルの原子間力顕微鏡(AFM)観察により検証した。

【結果と考察】Fig. (b) に [emim][TFSA]薄膜を蒸着中のその場エリプソメトリによるリアルタイム膜厚測定の結果を示す。その場エリプソメトリから求めた膜厚変化はQCM 蒸着量の変化にほぼ追従し、膜厚の推移を測定できていると考えられる。80~200s 付近に見られるノイズは、蒸着に用いた赤外レーザーの散乱光の混入が原因である。また、最終膜厚が XRR 及び液滴サンプルの AFM より見積もった膜厚とほぼ一致したことから、エリプソメトリによって、リアルタイムで精密にイオン液体ナノ薄膜の膜厚が測定できていることが示された。当日は、蒸着されたイオン液体の形状の違いがエリプソメトリの測定結果に及ぼす影響についても議論する。

[1] 丸山他, 第 75 回応用物理学会秋季学術講演会, 北海道大学, 18a-A11-2, 2014 年 9 月 18 日

[2] Maruyama et al., ACS Nano 4, 5946–5952 (2010).

Fig. (a) Schematic of the system,

(b) Real-time thickness measurement by ellipsometry and QCM.