

尿素オリゴマーを用いた真空蒸着膜の薄膜作製及び構造評価

Fabrication and Characterization of Urea Oligomer vacuum-evaporated Thin Films

神戸大院工 [○]福富達也、森本勝大、小柴康子、三崎雅裕、石田謙司

Kobe Univ. [○]T. Fukutomi, M. Morimoto, Y. Koshiba, M. Misaki, K. Ishida

E-mail: kishida@crystal.kobe-u.ac.jp

背景 ポリ尿素は高温や水・有機溶媒等に対する耐久性に優れ、且つ尿素基に由来する大きな電気双極子モーメント(4.9 デバイ)を有するため優れた有機強誘電材料として期待されている。現在までにポリ尿素の構造・電気物性に関する研究は多く行われてきたが、分子量依存性についての報告は限られている。本研究では高結晶性が期待できる中間分子量体(尿素オリゴマー)に注目し、高分子材料では困難である真空蒸着による薄膜作製プロセスと膜表面形状、結晶性、分子配向について測定し、スピコート成膜したポリ尿素薄膜との比較を行った。

実験 polyundecylurea (PUA11)の中間分子量体 urea oligomer (OUA11:Mw=2500, Mn=1200)を用いて、Si、Al 電極上に真空度： 8×10^{-4} Pa、蒸着源温度：270 °C、基板温度：室温~100 °C、蒸着レート：1.8 nm/min、膜厚：200 nm の条件で真空蒸着した。薄膜構造は原子間力顕微鏡(AFM)で表面形態を観察し、フーリエ変換赤外分光法(FT-IR)と X 線回折法(XRD)を用いて分子配向及び結晶性の評価を行った。

結果・考察 OUA11 薄膜の AFM 像を Fig. 1 に示す。直径数百 nm の粒状物質が密に詰まった連続膜が観察された。また XRD プロファイルにおいて、PUA11 スピコート膜では観測されない回折ピークが観測され、OUA11 薄膜が高結晶性であることが示唆された。FT-IR 高感度反射(RAS)スペクトル測定結果より、蒸着膜と源試料の IR スペクトルに明確な差異はなく、OUA11 は熱分解せずに基板上に成膜されたことを確認した。このように尿素オリゴマーの真空蒸着膜の作製に初めて成功した。また C=O 伸縮ピーク(1630cm^{-1})と、N-H 変角ピーク(1580cm^{-1})の強度比を詳細解析することで、基板温度室温時は OUA11 の分子長軸が基板に対して平行配向することが分かった(Fig. 2)。その後基板を 140°C で 2 時間アニールすると平行配向成分が弱まると同時に、垂直配向成分が強くと現れた。以上より尿素オリゴマーを用いることでポリ尿素では困難な高結晶、配向制御可能な真空蒸着膜を作製することができた。試料を提供頂きましたユニチカ(株)に感謝いたします。

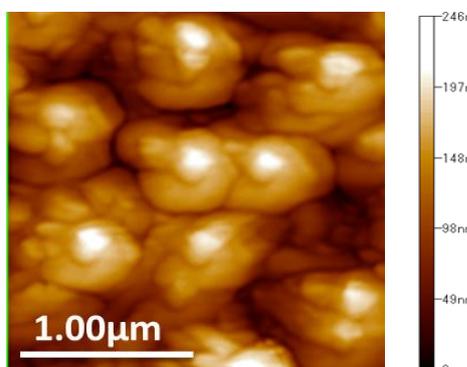


Fig. 1 AFM image of vacuum-evaporated OUA11 films.

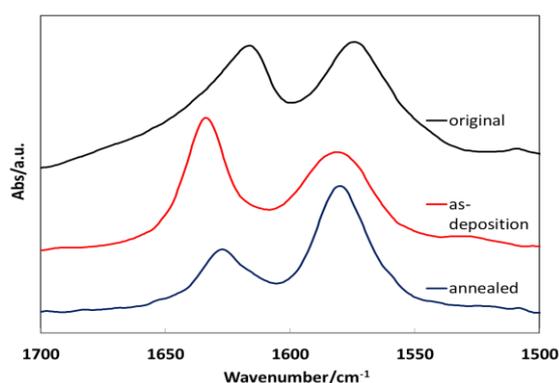


Fig. 2 FT-IR/RAS spectra of vacuum-evaporated OUA11 films.