

蒸着重合法を用いたポリウレタン薄膜の作製

Fabrication of polyurethane thin films by vapor deposition polymerization.

静大院総合¹ 橋詰朋季¹, 松原亮介¹, 久保野敦史¹

Shizuoka Univ.¹ Tomoki Hashizume¹, Ryosuke Matsubara¹, Atsushi Kubono¹

E-mail: kubono.atsushi@shizuoka.ac.jp

【緒言】蒸着重合法は真空蒸着法を応用した乾式法であり、純度に優れた高分子薄膜作製法である。蒸着重合法では、ポリ尿素やポリイミドなどの反応性の高い高分子薄膜の作製が行われてきたが、一方で反応性の低いポリウレタンのような高分子薄膜作製は困難とされている^[1]。これは、反応性が低いモノマーを蒸着しても、ポリマーの形成前にモノマーが基板から再蒸発してしまうためである。そこで本研究では、試料として分子量の大きいポリエーテルグリコールを用いてモノマーの再蒸発を抑制することにより、蒸着重合法によるポリウレタン薄膜の作製を試みた。

【実験】モノマーとして平均分子量 600 のポリエチレングリコール (PEG600)、および 4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート (MDI) (いずれも東京化成より購入) を使用した。Si ウェハを有機溶媒中で超音波洗浄後、UV オゾン処理を行い蒸着基板とした。MDI はチャンバー外の蒸着源から導入管を通して、PEG600 はチャンバー内に設置した坩堝から直接供給し、それぞれ 80 °C、125 °C に制御した。基板温度は 15°C に維持し、 4.0×10^{-3} Pa 以下に減圧してからモノマー供給を開始した。水晶振動式膜厚計で膜厚をモニタしながら膜厚 100 nm となるまで蒸着後、大気中において 140°C で 10 分間の熱処理を行った。作製した薄膜は赤外吸収 (IR) スペクトルにより化学構造を、原子間力顕微鏡 (AFM) により表面モルフォロジーを評価した。

【結果・考察】Figure 1 にモノマーおよび作製した薄膜の IR スペクトルを示す。薄膜の IR スペクトルには、モノマーにみられないウレタン由来の C=O 伸縮振動 (1730 cm^{-1})、及びエーテル由来の C-O-C 逆対称伸縮振動 (1110 cm^{-1}) のピークが存在することから、ポリエーテル鎖を有するポリウレタンが形成されたことを確認した。Figure 2 に AFM 像を示す。表面には凸部が存在した。これは、ポリエーテル鎖が凝集し、その凝集体の上にポリウレタンが覆いかぶさるように形成することによって凸部が発生したと思われる。また表面には穴も存在し、これは、高い凝集力に伴う分子の拡散性の低下に起因して発生した欠陥だと考えられる。

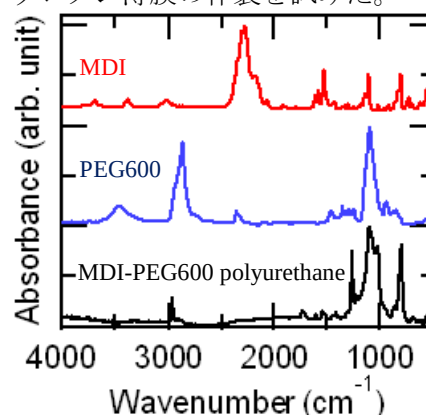


Fig. 1 IR spectra of monomers and thin film.

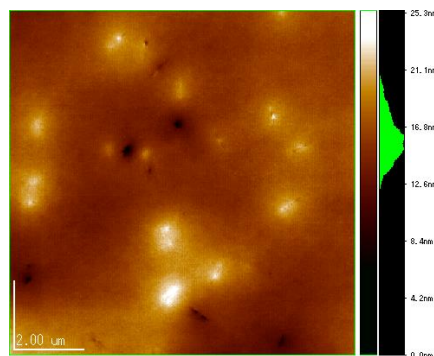


Fig. 2 AFM height image of MDI-PEG600 on Si substrate.

[Ref.] [1] 飯島正行, 浮島禎之, et al. 高分子論文集, 53.5 (1996): 317-321.