

ステアリン酸の薄膜形成過程における入射分子温度依存性

Influence of incident molecular temperature in formation of stearic acid thin films.

東 武志, 松原 亮介, 久保野 敦史 (静大院・総合)

T. Azuma, R. Matsubara, A. Kubono

(Department of Electronics and Materials Science, Shizuoka University)

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

【緒言】 真空蒸着における有機薄膜形成初期過程を詳細に理解するためには、蒸着物質の凝集・付着挙動を観察する必要がある。薄膜形成における一般的な核形成では、入射分子が基板表面で吸着・拡散する間に基板表面と熱交換が生じることにより基板温度と分子の温度が等しくなると考えられている。しかし、有機分子においては入射分子温度の違いにより付着挙動の異なる結果が得られており^[1]、入射分子温度が薄膜形成に影響を与えていることが示唆された。そこで我々は白金フィラメントと蒸着分子の熱交換によるフィラメント抵抗値の変化を利用した入射分子温度の測定方法を考案し^[2]、基板付近における入射分子温度を測定した結果、蒸着源温度よりも低下することを確認した。本研究では、入射分子頻度および基板温度が等しい条件で、蒸着源温度を変化させた際のステアリン酸薄膜形成過程を水晶振動子マイクロバランス (QCM) 法により解析した。

【実験】 水晶振動子金基板 (鏡面, 9 MHz) をアセトンおよびエタノールで超音波洗浄後、UV-O₃ 洗浄を行った。蒸着試料としてステアリン酸 (分子長 23.4 Å) を用い、 5.0×10^{-4} Pa 以下の圧力で蒸着した。基板は 35°C に制御し、蒸着源温度 (T_{evap}) 150°C, 170°C の条件で実験を行った。試料供給は外蒸着源から導入管を通して行い、バルブの開閉により供給制御した。入射分子頻度が各蒸着源温度において目標値の 3.4 Å s^{-1} となるよう、マイクロメータ付きバルブの開閉量を制御した。

【結果・考察】 Fig. 1 にステアリン酸の付着挙動を示す。蒸着開始から約 30 Å 付着するまでの間、各条件における付着挙動に明確な差異がみられず、約 30 Å 以降蒸着源温度に依存して付着挙動が異なることが確認された。より詳細な解析を行うため、蒸着速度の膜厚依存性を検討した (Fig. 2)。1 層 (ML) 付着までは各条件における蒸着速度は同様であるが、1 ML 以降は付着挙動が異なることが確認できる。約 1 ML 付着後に蒸着速度が低下し、約 2 ML 以降は蒸着速度が増加し続ける結果となった。この結果から、2 層目までは面内方向が優先的な成長となり、2 層目以降は面外方向の成長も生じている可能性が考えられる。2 層目まで面内方向が優先的と仮定すると、基板上への吸着と分子上への吸着の差から、1 ML 付着後の蒸着速度の低下が説明できる。また、分子温度は脱離量および拡散距離に影響し、蒸着速度は脱離と拡散距離の競合により決まる。分子温度の大きい 170°C の方が蒸着速度の低下が小さいことから、今回の条件では表面拡散による影響が支配的であると示唆された。以上から、基板上へ分子が吸着した場合、基板-分子間の熱適応が十分行われることで蒸着速度が同程度になっているのに対し、分子上に吸着した場合は分子-分子間の熱適応が不十分のため蒸着速度が異なる結果になった可能性が考えられる。

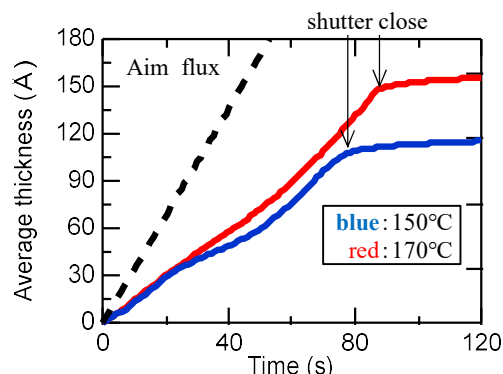


Fig. 1 Time evolution of adsorption of Stearic acid molecules.

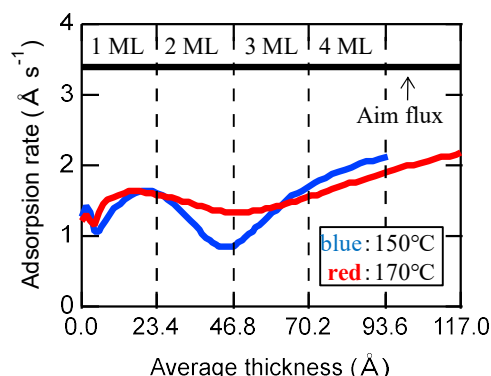


Fig. 2 Dependence of film thickness on adsorption rate of Stearic acid molecules.

[1] 萩原清史 他, 第 58 回応用物理学会関係連合講演会, 26a-CD-3 (2011).

[2] T. Abe, R. Matsubara *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **57** 03EG13 (2018).