

課題番号 : F-13-FA-0007  
 利用形態 : 機器利用  
 利用課題名 (日本語) : ブロックコポリマーを用いたマイクロ相分離構造とポーラスフィルムの作製  
 Program Title (English) : Fabrication of micro-phase separation structure and porous film using a block copolymer  
 利用者名 (日本語) : 畑迫 芳佳<sup>1)</sup>, 加藤 邦久<sup>2)</sup>  
 Username (English) : Y. Hatasako<sup>1)</sup>, K. Kato<sup>2)</sup>  
 所属名 (日本語) : 1) 九州工業大学大学院工学府機械知能工学専攻, 2) リンテック株式会社  
 Affiliation (English) : 1) Kyushu Institute of Technology, Faculty of Engineering Department of Mechanical and Control Engineering. 2) Lintec Corporation.

## 1. 概要 (Summary)

近年、電子デバイスの小型化、薄膜化、高集積化が進み、それに伴うデバイスの発熱量の増加が問題となっている。そのため、効果的な排熱、放熱が求められ、デバイスの接合や部材に用いられる高分子フィルムの延伸加工や複合材料の利用によって高熱伝導率化が図られている<sup>(1)(2)</sup>。このような薄膜材料は熱物性に異方性が生じるため、材料の配向方向を加味した熱物性の評価方法や分子配向が及ぼす影響を詳細に調べることが必要である。

本研究では、高分子の分子配向が熱伝導率に与える影響を詳細に考察するために、同一材料でもプロセス変化により様々な構造の作製が可能であるブロックコポリマー (BCP) のマイクロ相分離構造体に着目した<sup>(3)</sup>。BCP を用いて基板に対して垂直に配向するシリンダー構造を作製し、さらにシリンダー構造の選択的エッチングを行うことでポーラスフィルムを作製した。

## 2. 実験 (Experimental)

材料には、polystyrene-block-poly (1,4-isoprene) を使用し、分子量や組成の異なる BCP1, 2, 3 を用いた。薄膜を成膜する基板にはガラス基板とアルミナ基板を用いた。遮光環境下で BCP1, 2, 3 をそれぞれ質量パーセント濃度 1 wt% になるようにシクロペンタノンで希釈し、ガラス、アルミナ基板上にスピニング法により膜厚 60 nm の薄膜を成膜した。BCP1, 2 薄膜はトルエン/ヘキサン、BCP3 薄膜はトルエン雰囲気下で溶剤アニール処理した。次に UV ドライストリッパーを利用してオゾン分解による PI ユニットの選択的エッチングを行い、ヘキサンで薄膜をリンス処理することでポーラスフィルムを作製した。

## 3. 結果と考察 (Results and Discussion)

作製した BCP1, 2, 3 薄膜の相分離後の AFM 像を Fig.1 に示す。Fig.1 (a), (c) の位相像から BCP1, 3 薄膜はそれぞれ PI ユニット部分の直径が 50, 160 nm の周期的なシリンダー構造を形成していることがわかった。成膜後の膜厚がそれぞれ 60 nm であったのに対して、相分離後の膜厚が 75 nm に増加していたことから、溶剤アニール処理によって膜が膨潤し、膜内で各ポリマーユニットが再配向したため自由体積が増えたことで構造が明確になったと考えられる。Fig.1 (b) の表面像より、孔径 180 nm、孔深さ 7 nm の構造が形成されていた。BCP1, 3 薄膜の表面にはほとんど凹凸が観察されなかったのに対して、BCP2 薄膜は表面に凹凸が観察され、空孔を有する構

造が形成された。

作製した BCP1, 2, 3 薄膜の相分離構造を、オゾン分解することによって作製したポーラスフィルムの SEM 像を Fig.1 (d) ~ (f) に示す。空隙率はそれぞれ 22, 20, 28 % であり、AFM より求めた各構造の孔深さは 6, 14, 25 nm であった。BCP3 薄膜は、相分離後に直径 160 nm 程度であった構造が、直径 35 nm 程度となっていた。

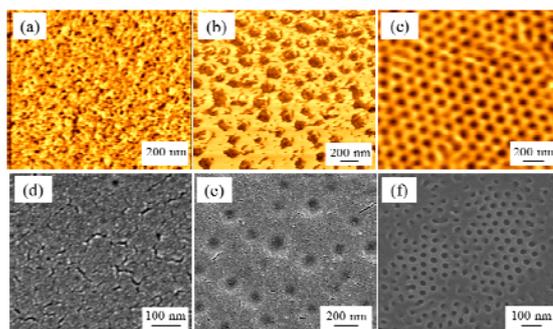


Fig. 1 Image of after solvent annealed (a) BCP1 thin film (b) BCP2 thin film (c) BCP3 thin film and SEM images of after ozone treated (d) BCP1 thin film (e) BCP2 thin film (f) BCP3 thin film.

## 4. その他・特記事項 (Others)

参考文献

- (1) 依藤大輔, 「高熱伝導性コンポジット材料」シーエムシー出版刊 (2011)
- (2) S. Ando et al., *Macromol. Chem. Phys.*, Vol. 211, 2118-2124 (2010)
- (3) 畑迫芳佳, 加藤邦久, 宮崎康次, 「マイクロ相分離を用いたポーラスフィルムの作製とポーラス熱電半導体の物性評価」日本機械学会, 第4回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 講演論文集, pp.283, (2012).

## 5. 論文・学会発表 (Publication/Presentation)

畑迫芳佳, 加藤邦久, 宮崎康次, 「マイクロ相分離によるナノ構造薄膜の作製と熱伝導率」日本機械学会, 熱工学コンファレンス 2013, 講演論文集, pp.225, (2013).

## 6. 関連特許 (Patent)

なし。