

強磁場下での非晶質体成膜装置の開発

Development of Dip-coating System for Fabrication of Amorphous Film under High Magnetic Field

産総研

北村 直之, 福味 幸平, 西井 準治

東北大・金研

高橋 弘紀, 茂木 巖, 淡路 智, 渡辺 和雄

N. Kitamura¹, K. Fukumi¹, J. Nishii¹, K. Takahashi², I. Mogi, S. Awaji² and K. Watanabe²

¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

²Institute for Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

磁気配向効果を用いた異方性複合材料の作製技術は、電極や導電膜などの電子材料、偏光子や光触媒などの光機能材料、化学機能材料など様々な分野への利用が期待できる。我々は、過年度の研究で液晶分子が配向した透明シリカハイブリッドのバルク体作製に成功した[1-2]。このようなバルク体の作製も生産方法としては有効ではあるが、連続的な成膜が可能となれば素子やデバイス作製への展開が広がる。そこで我々は、磁場中での成膜手法を確立し、磁場配向を利用した異方性機能材料を作製するために、強磁場中で運転可能なディップコーティング装置の開発を行った。本報告では、開発したディップコーティング装置の詳細と成膜実験の結果について述べる。

2. ディップコーティング装置

膜の製造方法には、気相法と液相法の二種類があるが、ハイブリッドの作製を目指すことから、液相法による成膜が適しており、かつ液相法の中でも磁場中でも比較的静的に成膜できるディップコーティング法を選択した。Fig.1に開発したディップコーティング装置のブロックダイアグラムを示す。装置は高温槽とコーティングを行うインサートで構成される。高温槽は循環水型で約 10℃から 60℃の温度で制御される。コーティング装置は駆動

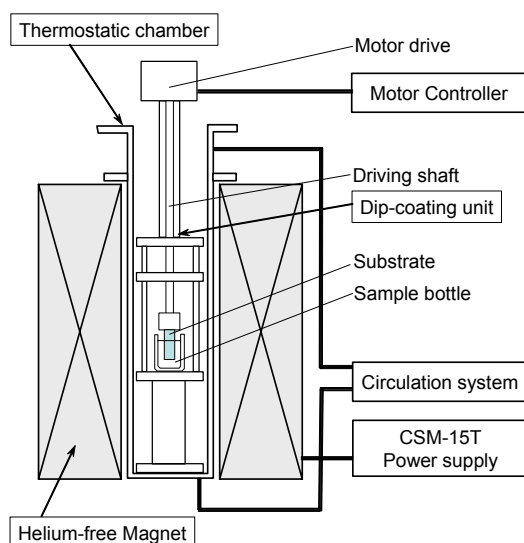


Fig.1 Block diagram of dip-coating system under high magnetic field.

系に磁場の影響を受けない超音波モーターを使用した。0.5mm ピッチのシャフトをモーターで回転させ基板の上下を行う。30～300rpm の仕様のモーターを使用したので、引き上げ速度の設計値は 0.25mm/sec～2.5mm/sec となる。我々が適用しようとしているゾルゲル膜では 1mm/sec 程度の引き上げ速度で成膜することが多く、十分な速度範囲である。駆動空間を 200mm 確保しており、成膜長は約 50mm まで可能である。また、原液を入れる容器の外径は最大 25mm であり、最大 20mm 幅程度の基板を装着することができる。ディップコーティングでは成膜時の雰囲気は膜厚や表面の平滑性に重要である。現状では基板と原液を設置する空間は開放雰囲気であり、雰囲気は原液の溶媒の揮発に頼ることになる。しかし、試料空間を覆う外筒を装着すれば湿度等の雰囲気を調整するガスの導入が可能となる。Fig.2 は実際に市販の試料瓶とガラス基板（幅 10mm、長さ 40mm、厚さ 1mm）を装着した駆動部近傍の写真である。

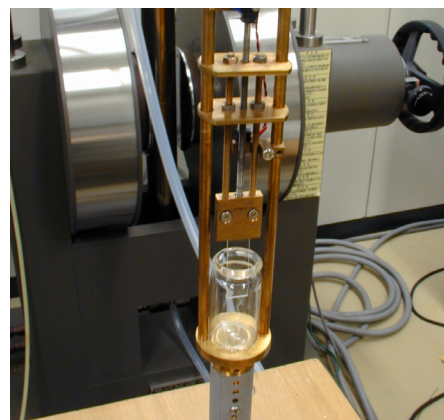


Fig.2 Photograph of the drive part of dip-coating system. A starting material (liquid) will be filled in the glass bottle.

3. 成膜実験と結果

本装置を恒温循環装置とともに CSM-15T に設置し駆動試験を行った。恒温槽の温度は 20℃とした。降下速度約 1.0mm/sec、引き上げ速度約 0.5mm/sec で駆動速度を設定し、降下後に 30sec のインターバルを入れて上下駆動を繰り返した。Fig.3 に磁場 13.2T における所要時間の推移を示した。下降速度は回数には依存しなかったが、上昇にかかる時間は繰り返し回数とともに短くなり、6～7 回の繰り返し後に一定となった。超音波モーター

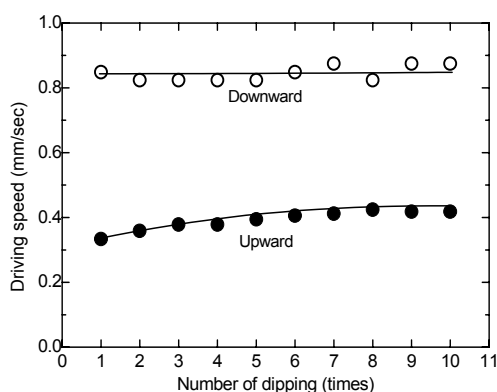


Fig.3 Downward and upward driving speeds against number of dipping. An interval after each downward operation is 30 sec.

はコントローラー、ケーブルおよびモーターが一体となった共振器となっている。駆動とともにモーター等が発熱するため振動数がシフトし、これが速度変化の原因になったと考えられる。このシフトは数回の繰り返しの後に安定化するものと推測される。下降時の回路は上昇時よりも温度に対して安定であるようで、コントローラーの調整または回転数のフィードバックによる速度の安定化が今後の課題となる。

本装置を用いてシリカゲルの成膜実験を行った。Fig.4 にシリカゲルの調合および成膜手順を示す。

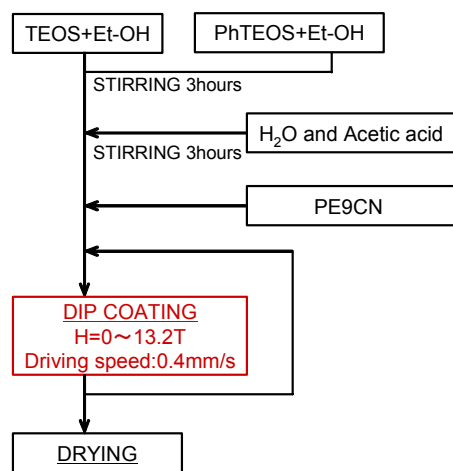


Fig.4 A flow chart of preparation of composite film by dip-coating under high magnetic field.

ガラスゲル膜には TEOS (tetraethoxysilane)や PhTEOS (phenyltriethoxysilane)を原料として用い、これらの加水分解を行い液晶分子を分散させた。分散するナノ微粒子には液晶 PE9CN p-cyanophenyl-p(nonyl)benzoate)を用いた[1-2]。飽和状態近傍に液晶分子を溶解したゾル液から、ディップコーターで成膜・縮合させ非晶質膜を得た。室温中で2回のディップコーティングを行った。マグネットは CSM-15T を用いて、13.2T までの磁場を印加した。コーティング膜の写真を Fig.5 に示す。写真左に見られるように膜が白濁し平滑性が無くなっていること

がわかった。そこで、ディップコーティングユニットを恒温槽に挿入後、1分および2分の時間が経過した後にコーティング開始した。Fig.5 中の中央と右の写真がそれぞれ1分、2分のインターバルを取って成膜した結果である。明らかに、表面の白濁化が消えて平滑な膜が形成された。この現象は引き上げ時の膜からの溶媒の揮発に関係すると考えられ、溶媒の蒸気が周囲に満たされることによって適度な成膜雰囲気を得られたものと考えられる。膜中の液晶分子の配向性については現在測定中である。今後は、雰囲気調整のための改造を行う予定である。

4. まとめ

強磁場下で使用できるディップコーティング装置を開発した。引き上げ速度は約 0.2~2.0mm/sec の範囲であるが、ユニットの運転状況により調整が必要であることがわかった。成膜時の表面からの揮発抑制が良好な膜の作製に重要であり、雰囲気の制御が可能な改造が必要であったことがわかった。

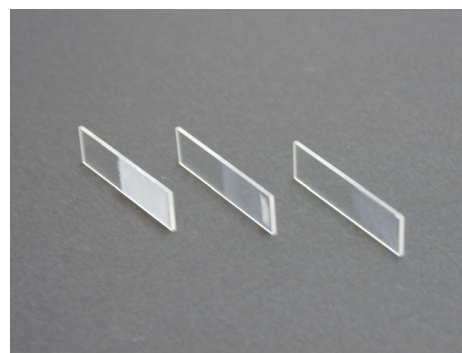


Fig.5 Photograph of dried silica gel films prepared by dip-coating under high magnetic field. (Left: dipped without interval after setting, Center: with 1 min. interval, Right: with 2 min. interval)

参考文献

- [1] 北村、福味、西井、高橋、茂木、淡路、渡辺、日本セラミックス協会 2008 年年会、3D09.
- [2] N. Kitamura, KINKEN Research Highlights 2007, p.58.