

ノート

EB 蒸着により作製したフッ素系樹脂薄膜の評価

† 上村彰宏*, 嶋田一裕*, 宗本隆志*, 沢野井康成*

Evaluation of Fluorocarbon Polymer Thin Film Prepared by EB Vapor Deposition

by

Akihiro UEMURA*, Kazuhiro SHIMADA*, Takashi MUNEMOTO* and Yasunari SAWANOI*

(Received Oct. 15, 2018; Accepted Dec. 19, 2018)

Abstract

Fluorocarbon polymer film was deposited onto glass substrates using the electron beam (EB) vapor deposition method. The film was evaluated in terms of water contact angle and examined by means of scanning electron microscopy, Fourier transform infrared spectroscopy, X-ray photoelectron spectroscopy and ultraviolet-visible spectroscopy. The fluorocarbon film prepared using EB vapor deposition had a greater water contact angle than did a polytetrafluoroethylene (PTFE) film. The film was mainly composed of CF_2 bonds.

Keywords: Fluorocarbon polymer thin film, EB vapor deposition, Contact angle of water

1. 緒言

PVD による高分子薄膜の研究は 1960 年代にさかのぼり¹⁾²⁾, フッ素系樹脂^{1)~7)}, ポリイミド^{8)~10)}, ポリエーテルエーテルケトン¹¹⁾, ポリ尿素¹²⁾などがその対象とされてきた。

特に PTFE(poly (tetra fluoro ethylene))を代表とするフッ素系樹脂は, 高い撥水性, 耐薬品性, 潤滑性, 絶縁性などの特性を持つため, 工業的に重要な材料であり, PVD によるフッ素系樹脂薄膜は高周波スパッタリング法^{1)~7)}を中心に, 抵抗加熱蒸着法などの物理蒸着¹³⁾などにより形成され, 一部は実用化されている¹⁴⁾。しかし, Electron Beam (EB)蒸着法でフッ素系樹脂薄膜を成膜した事例は少なく¹⁵⁾, その特性は不明な点が多い。そこで本研究では EB 蒸着法でフッ素系樹脂薄膜を成膜し, 各種評価を行ったので報告する。

2. 実験方法

2.1 フッ素系樹脂薄膜の成膜

フッ素系樹脂薄膜の成膜は EB 蒸着装置(UEP-4000 : 株式会社 ULVAC 製)を用いて行った。蒸着時にはアルミナ製ハースライナー(株式会社 ULVAC 製)を使用した。PTFE(日本バルカー工業(株)製)を蒸着材料とし, ガラス基板(S1111: 松浪硝子工業(株)製)に成膜した。蒸着源と基板間との距離は 300 mm である。膜厚測定は CRTM-6000(株式会社 ULVAC 製)を使用し, Z-RATIO を 1.000, TOOLING を 100.0 %, 形成される薄膜の密度が不明であるため Density は $1.000 \text{ (g/cm}^3\text{)}$ に設定して in situ で行った。到達真空度は $1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下, EB ガン出力は 10 kV, 10 mA とした。EB 照射を行った際に蒸着装置内圧が 2 Pa まで上昇したため, これを操作圧力とした。接触角測定, SEM 観察, XPS, 透過率測定には 100 nm, FT-IR 測定には 500 nm の薄膜を成膜し, 各試験に供した。

2.2 水の接触角および表面自由エネルギーの測定

2.1 で成膜したフッ素系樹脂薄膜の水の接触角はマイクロシリンジ(Hamilton Company 製)で蒸留水を $1 \mu\text{L}$ 滴下¹⁶⁾し, デジタルカメラ(COOLPIX S8200 : 株式会社 ニコン製)で撮影して 2θ 法で計算した。また同様の手法で, ヨウ化メチレン, n-ヘキサデカン¹⁷⁾の接触角を求め, 拡張 Fowkes 式¹⁷⁾より, 表面自由エネルギーを求めた。

2.3 表面形状の観察

薄膜の表面観察は走査型電子顕微鏡(JSM-6510LA: 日本電

平成 30 年 10 月 15 日受付

* 石川県工業試験場 : 石川県金沢市鞍月 2-1
TEL 076-267-8086 FAX 076-267-8090
uemura@irri.jp
Industrial Research Institute of Ishikawa: 2-1 Kuratsuki,
kanazawa, Ishikawa 920-8203, Japan

† : 連絡先/Corresponding author