

- 1 . 課題番号:2006B0209
- 2 . 課題名:X 線反射率測定による液晶配向膜の表面評価
Surface of liquid crystal films studied by GIXR
- 3 . 実験責任者所属機関及び氏名
日新イオン機器株式会社 FPD 装置事業センター
開発グループ 木下 優子 / Kinoshita Yuko (0019636)
- 4 . 使用ビームライン:BL46XU

5 . 実験結果

5-1 . 目的

液晶ディスプレイの製造プロセスにおけるプラズマ CVD 配向膜成膜装置及びイオンビーム配向装置において、成膜時の原料ガス及び添加ガス量など成膜条件、イオンビーム配向処理条件によって、膜構造が変化 (FT-IR 測定)して、配向膜として重要な特性値である電圧保持率および残留 DC が変化することが確かめられている。そこで、X 線反射率測定並びに微小角入射 X 線散乱 (GIXS) において、これらの電気特性と膜密度や表面粗さ等との相関性を調べ、より直接的な電気特性の向上のための成膜条件等の最適化を図ることを目的とした。

5-2 . 概要

放射光を利用した反射率測定並びに微小角入射 X 線散乱により、各種原料ガス、および添加ガスを変えた炭素膜表面の密度、表面・界面粗さの測定を行った。これにより、配向膜としての電気的特性と成膜条件との関係を理解する上での基礎的な知見が得られた。

5-3 . 実験

120mm×30mm 厚さ 1.1mm のガラス基板上に当社プラズマ CVD 装置によって、成膜した炭素膜 (約 100 nm) をイオンビーム配向装置によって配向処理したものを SPring-8 の BL46XU を用いて微小角入射 X 線散乱測定を行った。

成膜時の原料ガスは、メタン、アセチレン、トルエンを使用し、本原料ガスに対して窒素ガスを添加し、13.56MHz の高周波によりプラズマを生成し、約 100nm 成膜した。

成膜した試料は、イオンビーム配向装置により配向性能を付与した。イオンビーム配向法は、イオン源から引き出したイオンを配向膜に斜方照射することによって、配向膜に液晶を配向させる性能を付与する方法 (図 1) である [1]。成膜方法の最適化を図る為、ビーム条件はアルゴンイオンで照射量 3.0×10^{15} ions/cm²、ビーム入射角 (ガラス基板平面上を 0deg. とする) 20deg. と一定とし、300eV 及び 500eV の 2 種類のビームエネルギーで照射処理した。

本試料の分析は、BL46XU において、サンプルを He パージした試料台に設置し、12KeV の X 線を使用して結晶配向性の確認の為に微小角入射 X 線散乱測定を行った。また、反射率測定により膜表面粗さ、界面粗さ並びに膜密度の測定を行った。

また、同バッチで成膜した試料から液晶セルを作製し、電圧保持率、および残留 DC を測定した。セルの作製方法は、ITO 電極付きのガラス基板 (20mm×25mm 厚さ 1.1mm) に成膜・配向処理を行った基板をスパーサー (5um、積水化学) を混ぜた熱硬化性接着剤で張り合わせ、液晶 (ZLI-4792、メルク) をセル間に注入してから二液硬化性接着剤でシールした。電圧保持率は室温で ±5V、60usec 電圧印加後、ホールドし 17msec. の間の電位減衰率から算出し、残留 DC はフリッカー消去法 (10V×36,000sec. 電圧印加、1sec. ショート) によって測定している。

5-4. 結果

5-4-1 異方性

図2に示す通り、微小角 X 線散乱測定によりメタン系膜(メタンガス 50ml/min.窒素ガス 12.5 ml/min.)において配向処理方向に対して水平方向と垂直方向の電子密度分布の差異が明確に現れたことから、プラズマ CVD で作製した炭素膜へイオンビーム配向処理を行うことにより膜が処理方向に分子配向していることが確認できた。

5-4-2 膜表面粗さと液晶セル電気特性

本実験において、膜の密度、膜厚、表面・界面粗さについて測定を行ったところ、メタン系膜、アセチレン系膜ともに膜密度とセルの電気的特性との相関性は明確には見られなかった。一方、メタン系膜の表面粗さと電気特性に関しては有用な結果を得られたので、ここに報告する。

図3は、ビーム配向処理後の X 線反射率測定から求めた表面粗さに対する電圧保持率と残留 DC である。配向処理を行ったメタン系膜において、膜表面が平坦になるほど電圧保持率が高く、残留 DC が低いことが分かった。これは膜表面が粗い、つまり膜の表面積が大きいと表面に吸着されるイオン性不純物が多くなり、長時間電圧印加した場合に残留電圧が発生すると考えられる。さらには、その不純物が液晶中に溶出して膜の電荷保持能力を低下させているのではないかと推測される。また、図4より成膜時の窒素添加量によって表面粗さが最小値を、電圧保持率が最大値をもつような結果が得られている。これらの結果から、窒素添加量によって電圧保持率および残留 DC を制御できることが確認された。

また、窒素添加量を一定にして、イオンビーム配向処理前、ビームエネルギー300eV、500eV のときの表面粗さの変化を測定したところ、イオンビーム配向処理により、表面は若干粗くなっている様であるが、従来法であるラビング配向法のような溝はできていない。また、ビームエネルギーを変化させてもあまり変化しないという傾向が見られた(図5)。

以上のことから、膜の電気特性改善には、膜表面の平滑性がひとつの有効な手段であることが判明した。成膜原料ガスの相違による表面粗さおよび膜密度の比較を図6に示す。アセチレン系膜は、メタン系膜と比較して窒素添加量による表面粗さの変動が大きかった。今後は、更なる電気特性の向上の為、各種原料ガス、添加ガス種及び添加量など成膜条件の最適化による膜表面の平坦化、またイオンビーム配向処理による配向特性(異方性)の向上を目標に調査していく予定である。

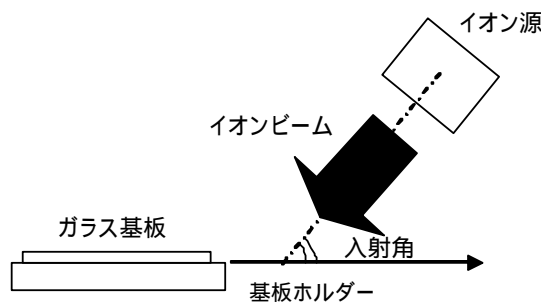


図1 ビーム配向装置の概念図

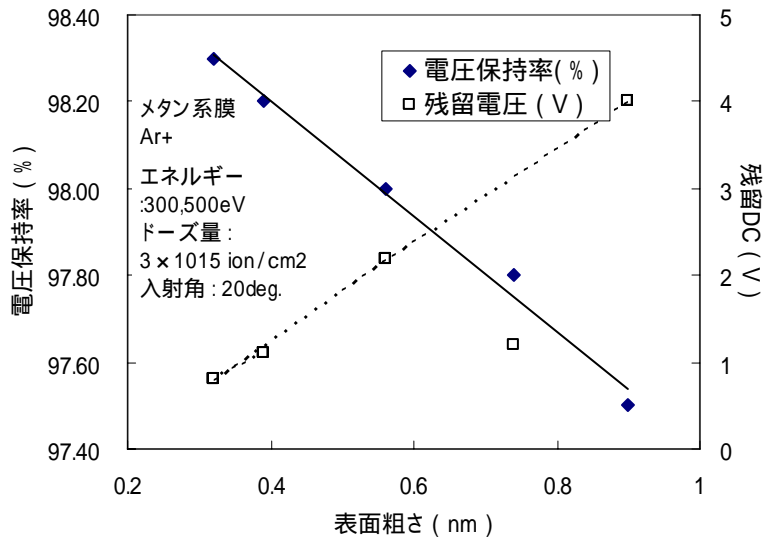


図3 表面粗さと電気特性との関係

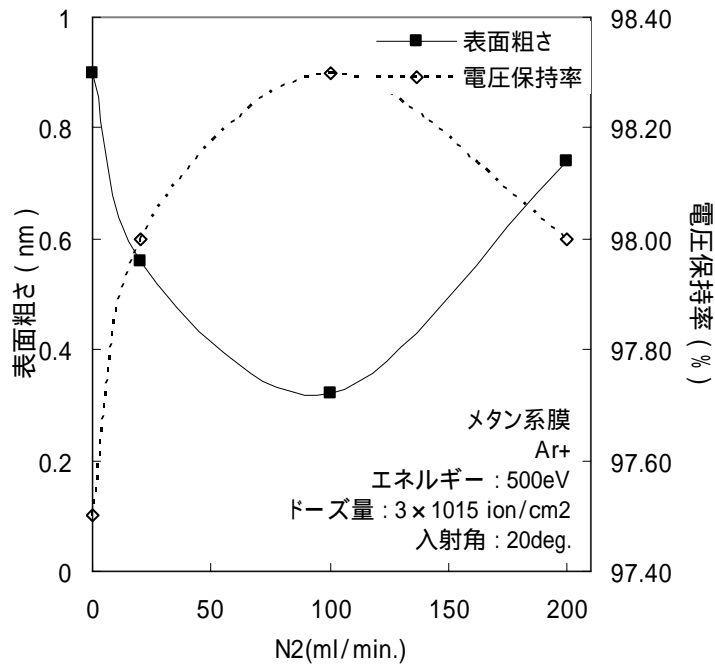


図4 N2添加量と表面粗さ・電圧保持率の関係

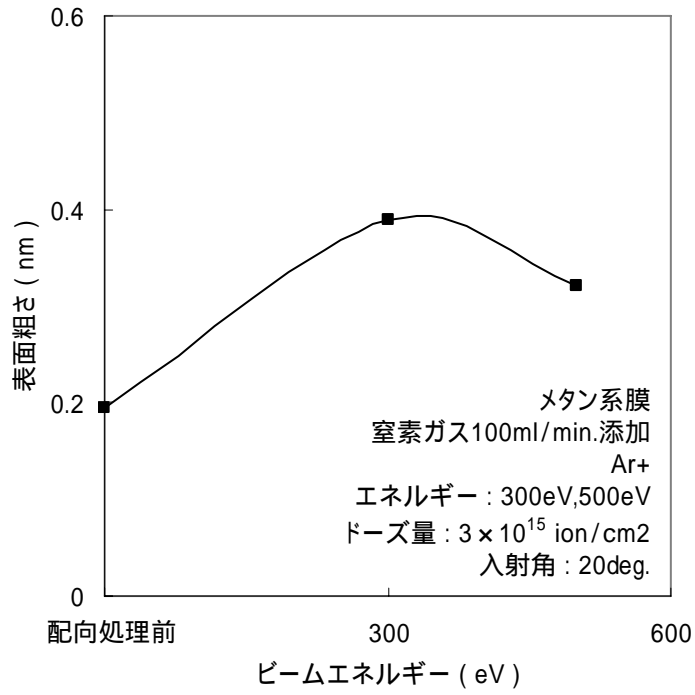


図5 ビーム照射エネルギーと表面粗さとの関係

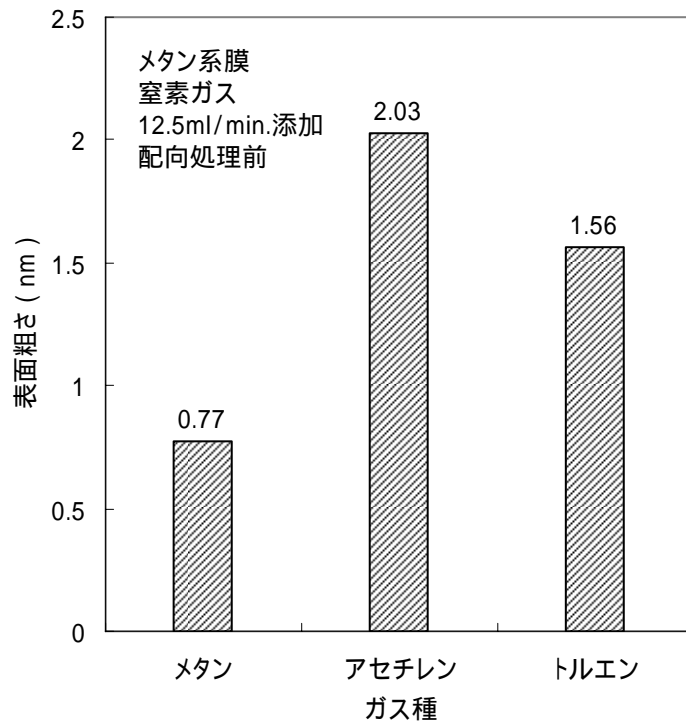


図6 ガス種による表面粗さの比較

参考文献)

[1] T. Matsumoto, N. Hattori*, Y. Matsuda, M. Tanii, M. Konishi, Y. Andoh and Y. Iimura*, IDW 06