

1. 課題番号: 2007B1869
2. 課題名: イオンビーム配向法によるポリイミド膜の分子配向
Polyimide molecular orientation induced by ion beam irradiation
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
共同実験者 松本 武
4. 使用ビームライン: BL19B2

【 目的 】

液晶ディスプレイの製造工程のひとつである液晶配向膜に液晶を配向させる性能を持たせるプロセスとしてラビング処理がある。このラビング法では、画像のコントラストが高い液晶配向（面内の液晶配向が高い）を実現する液晶配向膜は、放射光を用いた微小角入射X線回折の測定より膜表面近傍での結晶化度がより高いことが報告されている[1]。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である（図1、[2]）。このイオンビーム配向法で処理を行うと膜表面近傍の結晶化度等にどのような影響があるかを本実験で明らかにする。また、ラビング法を用いた現行の配向膜処理では、液晶配向膜の(1)原料溶液の塗布、(2)溶媒乾燥による固形化、(3)加熱焼成による脱水重合の3段階を経た後に配向処理を行っている。これに対し、図2のように(2)と(3)の間的高分子鎖がやわらかい時点で配向処理を行うことで、より膜に異方性を持たせやすくなるのではないかと予測した。これは、非接触で膜に液晶の配向性能をもたせることができるイオンビーム配向ならではの処理順序である。本実験では配向処理順序の違いによる配向膜表面近傍での結晶化度と面内配向の変化を調べ、配向膜形成の新規プロセスの検討も含めて行う。

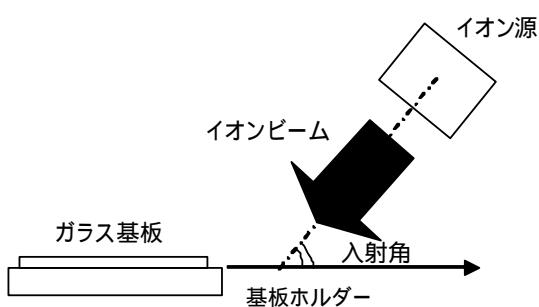


図1 ビーム配向装置の概念図

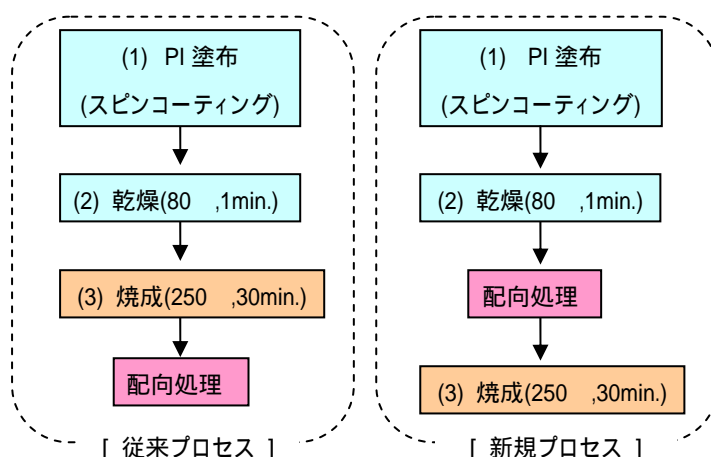


図2 サンプル作製手順

【 実験方法 】

8インチSiウエハを四分割したものにポリイミド配向膜 (PMDA-ODA, JSR株式会社製) をスピコートで成膜し、乾燥 (80 °C, 1min.) した後に、イオンビーム配向処理、焼成 (250 °C, 30min.) を行いサンプルを作製した。本実験では、配向膜を配向させるまでの処理順序を変えたものとそれぞれの処理順序でのイオンビーム条件を変えたものの膜表面近傍での結晶化度への影響を調べた。測定は、バックグラウンドを低減させるためにHeパージしてサンプルを試料台に設置し、10keVのX線を使用し、まずX線入射角を0~2deg.まで変化させて反射率測定を行い、膜の全反射臨界角を測定したのちに微小角入射X線回折測定を行った。微小角入射X線回折では、全反射臨界角近傍でX線を入射 (本実験では0.12deg.) し、検出器をサンプルの面内方向にスキャンすることにより表面に垂直な格子面での回折ピークの測定を行う。

【 結果および考察 】

X線反射率測定結果からフィッティングを行うと、ポリイミド膜の密度 1.425g/cm^3 、膜厚 20.6nm であることが分かった。ポリイミド配向膜PMDA-ODAの構造は $a=6.31\text{Å}$ 、 $b=3.97\text{Å}$ 、 $c=32\text{Å}$ の斜方晶であり、 c 軸に沿った同一平面内でジグザグの分子鎖をもつ。この c 軸方向の回折ピーク (ここでは(002)面)強度が大きければ、ポリイミド膜の結晶化度が大きく、液晶の配向性能も優れている膜である可能性が高いと考えている。回折ピークの解釈は散乱ベクトル $q (=4\pi \sin \theta / \lambda)$ の関数で行う。

図3のように、新規提案である配向処理順序 (成膜、乾燥、配向処理、焼成) で処理したサンプルで明確な結晶性の面内の異方性がみられた。サンプルに配向処理方向と平行にX線を入射させた場合、 $q=0.4\text{Å}^{-1}$ 付近のピーク位置が、配向処理を行っていないサンプルのピーク位置とほぼ一致していることから、このピークが(002)面の回折ピークであることが分かる [3]。一方、配向処理方向と垂直にX線を入射させたときには、(002)面のピークは見られず、(010)面の回折ピーク ($q=1.58\text{Å}^{-1}$) がみられた。これはイオンビームによって配向方向と平行な配向膜表面は c 軸方向の主鎖は切断されないが、垂直方向では切断されて結晶性が落ちたのではないかと推察している。一方、図4の従来の配向処理順序 (成膜、乾燥、焼成、配向処理) で作製したサンプルでは、図3のような目立った結晶性の異方性は見られなかった。この結果から、イミド化する以前の配向膜にイオンビーム照射を行い、特定の方位の化学結合を切断し、イミド化させることによって、極表面における配向処理方向の結晶化度が高くなることが分かった。また、これは乾燥・焼成で完全にイミド化させた後の膜にビーム照射するよりもサンプル方位による違い (異方性) が大きくなることも確認できた。

さらに、同じ新規プロセスで作製したサンプルでも、膜表面の単位面積あたりのビーム照射量 (ドーズ量) を少なくした場合、図5のように(002)面の回折ピークはみられたが異方性はみられず、配向処理をしていないサンプルと同様の傾向が見られた。このことから、ビーム照射量が結晶性の異方性に影響することが分かった。今後は、実際にこの配向膜に液晶を接触させたときの配向規制力の大きさと本実験で得た結晶性の異方性の大きさとの相関を得ることが課題となる。

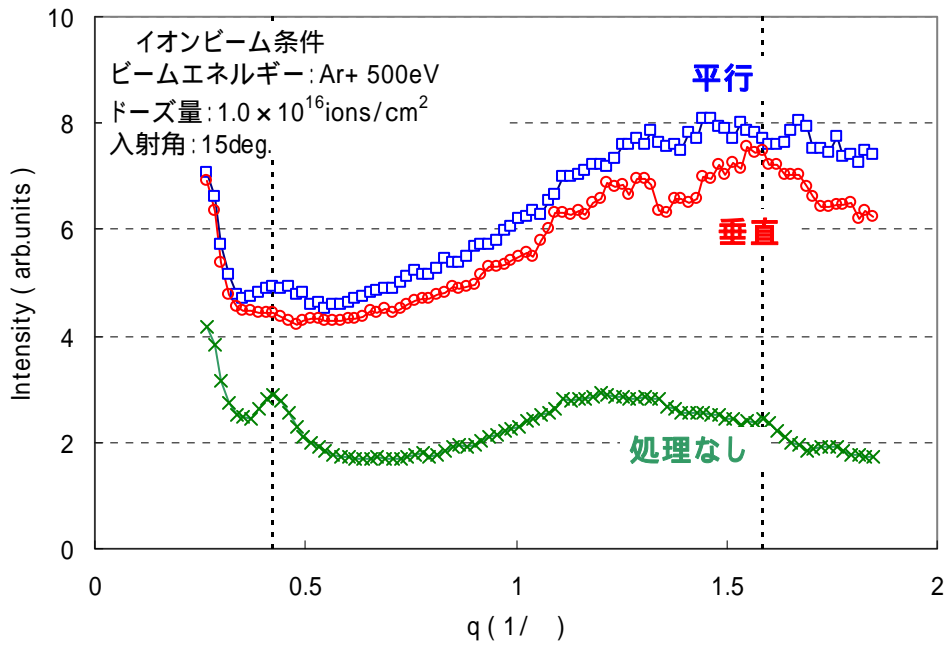


図3 新規プロセスで作製した配向膜の回折ピーク

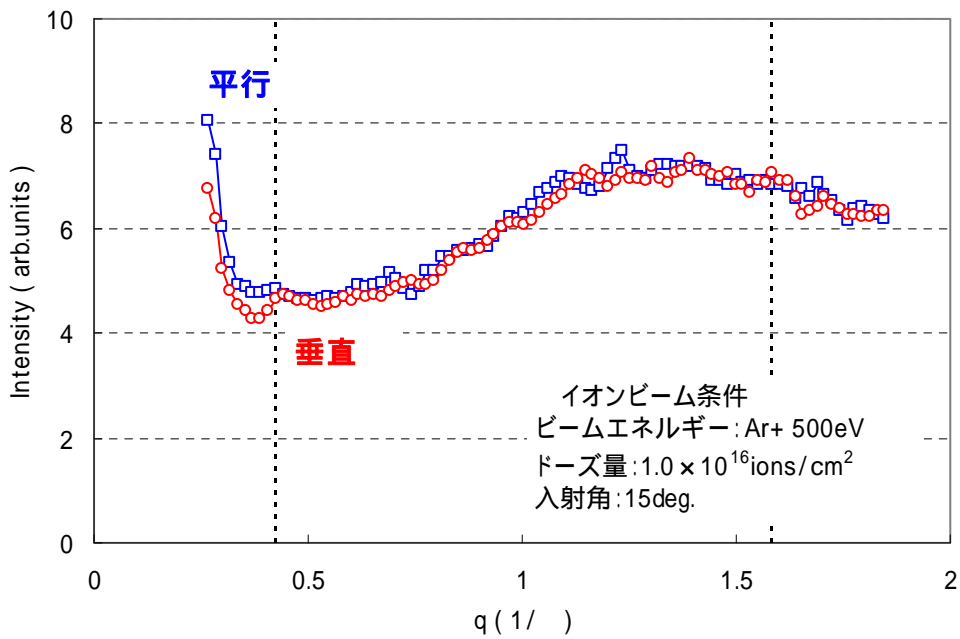


図4 従来プロセスで作製した配向膜の回折ピーク

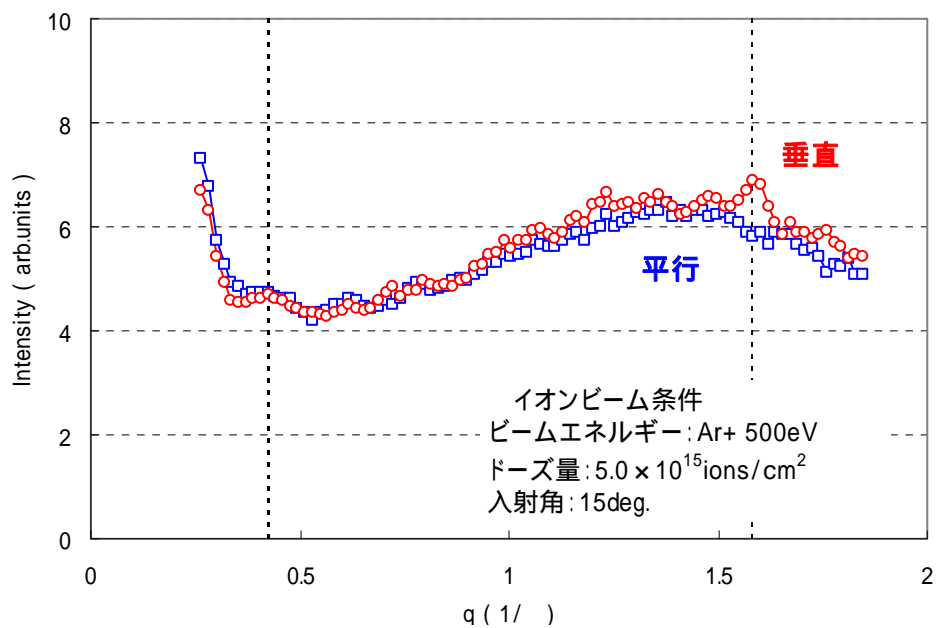


図5 ドーズ量を変化させて作製した配向膜の回折ピーク
 (新規プロセス)

参考文献)

- [1] I. Hirosawa, T. Koganezawa, T. Sakai, The 13th International Display Workshops (IDW '06) vol.1 p.55
- [2] T. Matsumoto, N. Hattori, Y. Matsuda, M. Tanii, M. Konishi, Y. Andoh and Y. Iimura, IDW '06 vol.2 p.905
- [3] Bradford J.Factor, Thomas P.Russell and Michael F.Toney, Macromolecules 1993,26, 2847-2859