

TiO₂ 光学薄膜の結晶構造と機械的特性

Crystal Structure and Mechanical Properties of TiO₂ Optical thin films

○椎名 超智¹, 羽尾 衛¹, 室谷 裕志¹, 勝俣 力² (1. 東海大工 2. (株)パルメソ)

○Taketomo Shiina¹, Mamoru Hao¹, Hiroshi Murotani¹, Tsutomu Katsumata²

(1.Dept. of Optical and Imaging Science & Teck. School of Eng. Tokai Univ., 2. Palmeso Co., Ltd.)

E-mail: murotani@keyaki.cc.u-tokai.ac.jp

1.背景・目的

タッチパネルの普及により、傷に強い光学薄膜の需要が増加している。硬度の評価方法としてナノインデントーション¹⁾がある。TiO₂は高屈折材料として広く用いられ、高硬度であるためハードコート材としても用いられている。TiO₂の結晶構造が基板温度によって異なることが知られている。本研究ではTiO₂膜の膜硬度、膜の構造及び応力の関係性について検討することを目的とする。

2.実験方法

電子ビーム蒸着法(EB: Electron Beam deposition)とイオンアシスト蒸着法(IAD: Ion Assisted deposition)を用いてTiO₂膜の成膜を行った。先行研究²⁾より、成膜条件の詳細とX線回折測定(フィリップス社製: X'Pert PRO MRD)により求めた結晶構造の結果をTable 1に示す。各サンプルを超微小押し込み硬度試験機(ナノインデントア: ELIONIX社製 ENT-1100a)を用いて、押し込み深さ50~500nmの範囲で変化させ、硬度の測定を行った。各サンプルの応力特性を干渉計(フジノン社製: レーザーフィゾー干渉計 F601)で測定を行った。

Table 1 Deposition condition and Crystal structure

Deposition method	EB method		IAD method				
	Substrate temperature(°C)	150	300	non crystal	150	300	150
Electric current and Voltage of an ion gun (V-mA)			1000-800			1000-900	
thickness(μm)			1.0				
Substrate	BK-7 (SCHOTT)						
Crystal structure	non crystal	anatase	non crystal	anatase	anatase	anatase	rutile

3.実験結果及び考察

ナノインデントアの測定結果をFig. 1に示す。Fig. 1より、EB法及びIAD法では基板温度の上昇に伴い硬度が高くなることがわかった。また、押し込み深さが増すに従い(基板に近づく)、硬度が低下することがわかった。さらに、押し込み深さ250~500nm間で硬度変化が小さくなることが観察された。この結果から深さ方向にかけて膜の構造が一定でないと考えられる。内部

応力の測定結果をFig. 2に示す。Fig. 1及びFig. 2より、膜の内部応力が圧縮になるほど膜表面の硬度が上昇している。これらのことから膜の内部応力と膜硬度には関係があると考えられる。

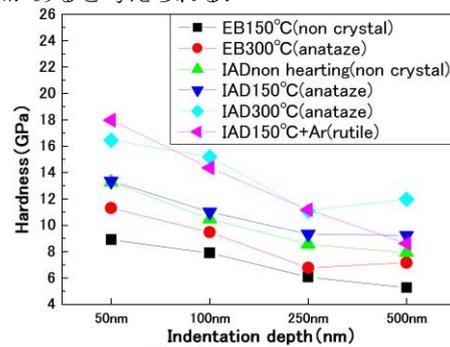


Fig. 1 Downward hardness

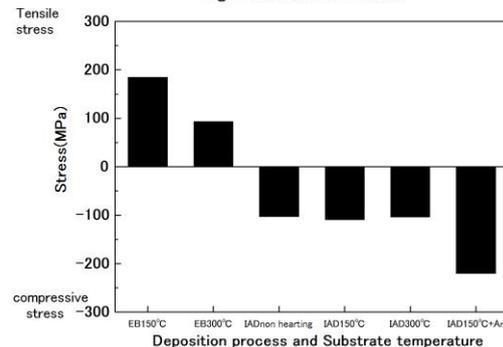


Fig. 2 Internal stress of TiO₂ films

4.まとめ

膜の厚さ方向にかけて硬度に変化があることから、膜の構造に厚み方向による不均一性があると思われる。

謝辞

サンプル製作に御協力頂いた株式会社シンクロンの松本氏、株式会社パルメソの松原氏、測定に御協力頂いた東海大学工学部精密工学科の樋谷教授、東海大学研究支援・知的財産本部技術共同管理室の宮本氏、原木氏に感謝致します。

参考文献

- 1)JISZ2555: 「超微小負荷硬さ試験方法」(2003) .
- 2) 羽尾衛, 室谷裕志: TiO₂ 光学薄膜の機械的特性, 第 62 回応用物理学会春季学術講演会公演予稿集 (2015) .