

複合成膜手法により成膜された低屈折率 SiO₂ 光学薄膜の親水性評価[2]

Hydrophilicity evaluation of low refractive index SiO₂ Optical Thin Films by Electron Beam and Sputtering Evaporation part2

○伊藤 睦記¹, 松本 繁治², 室谷 裕志¹, (東海大工¹, (株) シンクロン²)

○Mutsuki Ito¹, Shigeharu Matsumoto², Hiroshi Murotani¹

(Sch. of Eng., Tokai Univ.¹, SHINCRON Co., Ltd.²)

Email : murotani@keyaki.cc.u-tokai.ac.jp

1. 背景・目的

光学薄膜に求められる各種特性は、年々高度化し、それに伴い光学特性と各種機能性を両立できる光学薄膜への関心が高まっている。親水膜の代表例として TiO₂ の光触媒機能がある。しかし、太陽光や紫外線が照射されないと機能を発揮しないという欠点があり夜間や暗所での使用は難しく、持続可能な親水膜が求められている。

一般に、SiO₂ 表面には OH 基が吸着しており、そこに極性有機物分子が水素結合し、さらにその上に炭化水素などの無極性有機物分子がファンデルワールス力に結合していることが知られている¹⁾。これらの原因により、従来の SiO₂ 光学薄膜では成膜直後こそ親水性を発現するが徐々に親水性は失われていく。複合成膜においてもそのような現象が発現することが考えられる。

本研究では、複合成膜により成膜された低屈折率 SiO₂ 光学薄膜の親水機能の持続性の評価を目的とした。

2. 実験方法

本実験では DC パルス(DC : Direct current)スパッタリングと EB (EB : Electron beam) 蒸着を同一真空容器内で同時に稼働させ、連続的に成膜を行う複合成膜装置を用いて SiO₂ 光学薄膜を成膜した²⁾。成膜には N-BK7 (Schott 社製) 基板、蒸着材料は SiO₂ (Merck 社製)、スパッタリングターゲットには Si (USTRON 社製)を使用した。

環境試験には環境試験機装置(ESPEC 社製, SH-641)を使用し、親水性の評価は JIS R3257 に基づいて、 $\theta/2$ 法を用いて接触角 θ を求めた。

3. 結果及び考察

Fig. 1 に EB 成膜と複合成膜の、成膜直後と室内に保管し 6 か月経過した接触角の変化を示す。EB 成膜において成膜直後の接触角は 10°以下と親水性を示したが、6 か月経過すると接触角は 34°になり親水性が低下した。それに対し複合成膜では、6 か月経過しても親水性は変わらず接触角は 6°以下を示した。EB 成膜では、炭化水素などの疎水基が表面に付着することで親水性が失われるのに対し複合成膜では、膜の空隙による毛細管現象の寄与が大きく親水性が失われなかったと考えられる。

次に 6 か月保管でも変化が見られなかった試料について、高温高湿下(85°C, 85%, 24h)の暴露試験を行った。その結果接触角は 53°になり親水性は失われた。暴露したサンプルの赤外線透過スペクトルを FT/IR(JASCO 社製, FT/IR-4200)により測定し Fig.2 に示した。暴露後のサンプルでは

2960, 2925cm⁻¹に炭化水素の吸収がみられたことから、加温と加湿により吸着が促進され、親水性が失われたと考えられる。そこで、プラズマ表面処理機(Diener electronic 社製, Femto)を用いて酸素プラズマ照射(100W, 15sccm, 10min)による表面改質を試みた。プラズマ照射後の接触角は 6°以下となり、赤外スペクトルから炭化水素のピークが消えたことが分かる。これはプラズマのエネルギーによってファンデルワールス結合が切断され、SiO₂固有の水酸基が露出し親水性状態に改質されたと考えられる。

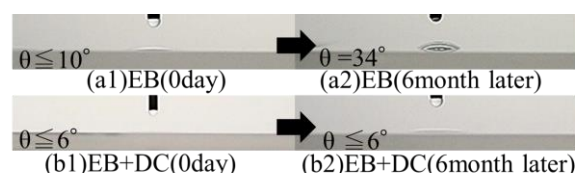


Fig. 1 Change of a contact angles.

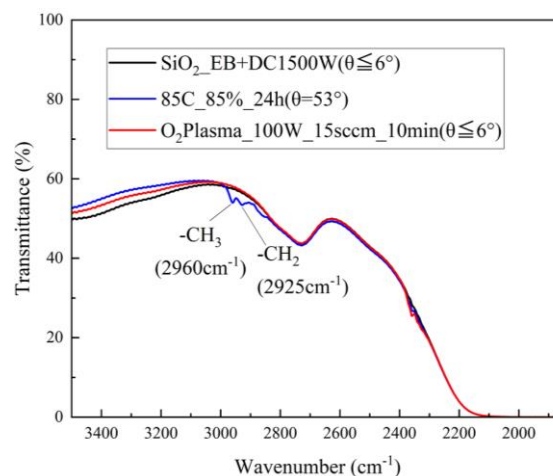


Fig. 2 Infrared spectra.

4. 結論

複合成膜により成膜された SiO₂ 光学薄膜は、成膜から 6 か月経過しても親水性は失われなかった。

環境試験下での親水性はプラズマにより表面改質を行うことで親水性は回復した。

参考文献

- 1) 東海大学, ファインクリスタル, シンクロン; 特許 JP5901571.2016-03-18.
- 2) Hiroshi Kuwahata, "Super-hydrophilization of a Fused Silica Glass Surfaces by Using an Atmospheric Pressure Plasma Jet", 表面科学 Vol. 30, No. 3, pp. 174-179, 2009.