

研 究 成 果

<p>サブテーマ名：2-2 放射光による有機薄膜評価技術の開発 (放射光による液晶配向膜評価技術の開発)</p>
<p>サブテームリーダー(所属、役職、氏名) 研究統括 中前 勝彦 (神戸大学名誉教授)</p> <p>研究従事者(所属、役職、氏名) (財) 高輝度光科学研究センター 廣沢 一郎、小金澤 智之 (株) 日産化学工業 石井 秀則、遠藤 秀幸</p>
<p>研究の概要、新規性及び目標</p> <p>①研究の概要 液晶ディスプレイの重要部材であるポリイミド膜を具体的事例にとりあげ、微小角入射X線回折による有機薄膜の構造評価技術を開発する。</p> <p>②研究の独自性・新規性 放射光X線回折による有機薄膜表面近傍の結晶化度、結晶配向の評価事例は極くわずかである上、定量評価法は確立していない。本研究は定量評価技術の確立と、これまで未解明だった表面配向処理、洗浄、加熱など生産工程が液晶ディスプレイ用ポリイミド薄膜の表面状態に与える効果を明らかにする。更に、ポリイミド薄膜上に形成された液晶薄膜の状態を微小角入射X線回折で測定し、未だ明らかにされていないポリイミド膜が液晶配向に与える影響を検討することは、全く新規な試みである。</p> <p>③研究の目標(フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に) すべて phase 1</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) 微小角入射X線回折による有機薄膜表面評価法の確立 2) 微小角入射X線回折による配向処理(ラビング)がポリイミド薄膜表面に与える影響の検討 paper 投稿 3) 微小角入射X線回折による洗浄がポリイミド薄膜表面に与える影響の検討 学会発表、paper 投稿 4) 微小角入射X線回折による加熱処理がポリイミド薄膜表面に与える影響の検討 学会発表 5) ポリイミド膜表面への液晶薄膜形成技術及び微小角入射X線回折による評価技術の確立 6) 微小角入射X線回折によるポリイミド膜表面、及びその上に形成した液晶薄膜の状態の相関検討 学会発表 7) 微小角入射X線微小角散乱技術の検討 8) 微小角入射X線回折用ホットステージの開発
<p>研究の進め方及び進捗状況(目標と対比して)</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) 微小角入射X線回折最適な測定条件(偏向電磁石光源 X線エネルギー10KeV)の確立と測定の半自動化完了 2) 代表的なポリイミドPMDA-ODA膜表面の結晶配向、分子鎖長が配向処理依存を発見。(目標達成) 3) PMDA-ODA表面の洗浄による結晶化促進を発見(目標達成) 4) 加熱処理によるPMDA-ODA表面の結晶化促進を発見(目標達成) 5) 液晶薄膜形成法を確立、X線による評価可能性を確認(目標未達成 60%) 6) 膜と液晶配向の系統的な実験を開始(目標未達成 40%) 7) 測定技術確立(目標達成) 8) ホットステージ完成、利用開始(目標達成)

主な成果

具体的な成果内容：

- 1) 微小角入射 X 線回折による液晶配向膜表面の結晶状態評価技術の確立
X 線のエネルギーを 10-12KeV とし、液晶配向膜の全反射臨界角（0.14 度@10KeV、0.12 度@12KeV）未満で試料表面に X 線を入射することにより、液晶配向膜表面近傍の 7-10nm の結晶化度と結晶配向に関する知見が得られることが明らかになった。この技術を用いて、表面近傍のポリイミド分子のみがラビング（配向処理）方向に配向していることが明らかになった。また、ラビングにより配向膜表面の結晶の coherency が高くなる傾向があることを明らかにした。また、ラビングにより表面近傍の分子鎖が延伸されることが明らかになった。
- 2) 微小角入射 X 線回折により、ラビング後の有機溶媒での洗浄によって膜表面の結晶化度が高くなることが明らかになった。また、ラビング後の加熱でも同様に膜表面の結晶化度が高くなることがわかった。
- 3) 典型的なネマチック液晶5CBを100℃に設定したホットプレートで加熱することで、配向膜表面上に 1nm/1min の rate で薄膜を形成できることがわかった。
- 4) 液晶配向膜表面の結晶化度が高いほど、液晶分子を配向させる能力（配向規制力）が高い傾向にあることがわかった。
- 5) 10KeV、入射角0.11° が液晶薄膜評価の最適条件であることがわかった。
- 6) Geアナライザーを利用することにより、微小角入射の条件下で直径300nm粒子からの散乱を測定する分解能を確立
- 7) 室温から150℃まで試料温度を制御できる微小角入射X線回折用ホットステージを開発。高分子薄膜の温度による結晶化過程を観測

特許件数： 0 論文数： 3 口頭発表件数： 10

研究成果に関する評価

1 国内外における水準との対比

0.005度の精度での入射角制御によりポリイミド膜表面7-10nmの結晶化度、結晶配向の評価技術は国内唯一である。この技術により膜の表面状態の配向処理依存、洗浄、加熱による変化に関する知見を世界に先駆けて見出し、論文も英文誌（うち1篇は招待論文）に掲載されるなど、当該分野の研究開発をリードしている。

2 実用化に向けた波及効果

配向規制力が高い液晶配向膜材料開発において、膜表面の結晶化度の向上という新しいパラメータを見出した。事業性への寄与、進捗は今後の課題であるが、評価技術の確立とそれを応用した材料評価は、材料開発を進める上で必須の技術であり、それを確立できたことは社内として高い評価を得られるものである。弊社内部の研究報告会にて適時研究発表を実施、基礎的な知見として高い評価を受けるとともに、その有用性を認知することができた。売上げに関してはまだ見込める段階ではなく、基礎的な知見を生かした材料設計が優先課題である。

残された課題と対応方針について

液晶配向膜の表面状態と液晶配向の相関解明については、膜表面の結晶化度が液晶配向に影響する傾向があることを明らかにしたが、定量的、系統的な検討を完成させることができなかった。今後もひきつづき、一般課題（重点産業利用課題）での利用を通じて放射光による液晶配向膜及び配向膜上の液晶薄膜挙動を系統的に検討し、配向膜材料開発に向けた知見の蓄積を行う予定である。

	J S T 負担分 (千円)							地域負担分 (千円)							合 計
	15年度	16年度	17年度	18年度	19年度	20年度	小計	15年度	16年度	17年度	18年度	19年度	20年度	小計	
人件費					0	0	0					4,000	2,800	6,800	6,800
設備費					0	0	0								
その他研究費 (消耗品費、 材料費等)					0	0	0					1,000	570	1,570	1,570
旅費					0	0	0					120	150	270	270

その他					0	0	0								
小計					0	0	0					5,120	3,520	8,440	8,440
代表的な設備名と仕様 [既存 (事業開始前) の設備含む] J S T負担による設備 : 地域負担による設備 :															