

化合物の特徴とその応用

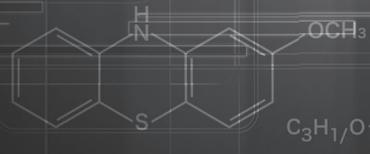
第10回 金属酸化皮膜形成剤としての応用 ～低温でできる高屈折率膜～

マツモトファインケミカル(株)

大豆生田 勉 Omameuda tsutomu

研究グループ 主任研究員

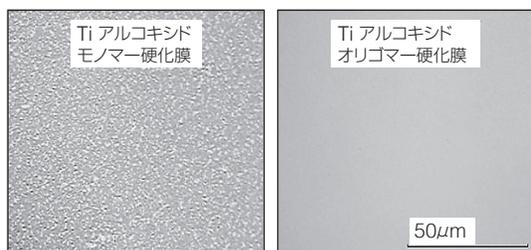
〒272-0023 千葉県市川市南八幡 5-13-2 TEL 047-393-6321



はじめに

スマートフォンを代表とするタッチパネル部材や有機EL照明などの分野において、高屈折率材料の需要が高まっている。タッチパネルにおいては、屈折率を調整することによる反射防止やITOパターンの骨見え防止に、有機EL照明においては光取り出し効率向上を目的に高屈折率材料が使用されている。また、高屈折率膜を形成する基材としては、ガラスだけではなくデバイスの軽量化やフレキシブル性を狙ってプラスチックフィルムも使用されている。

第2回でも述べたが、有機チタン、有機ジルコニウム化合物は、水分や熱による分解でM-O-M結合を成長させ、金属酸化物を形成することができる(ゾルゲル法)。これらの酸化物は高い屈折率を示すため、有機チタン、有機ジルコニウム化合物を高屈折率形成剤として利用することが可能である。



基材:PETフィルム
硬化:150°C×30秒

図1 Tiアルコキシドオリゴマーの硬化膜外観

高屈折率材料と皮膜の形成方法

高屈折率膜を形成する手段としては、①CVDやスパッタなどにより金属酸化物膜を形成するドライプロセス法、②金属酸化物微粒子分散液や高屈折率ポリマーなどを塗布・硬化することにより高屈折率膜を形成するウェットプロセス法がある。前者は真空や高エネルギーを必要とするため高価な装置が必要になるが、後者はロールコーティングなど比較的安価な装置で高屈折率膜を形成することができる。

一方、ウェットプロセス法の金属酸化物微粒子分散系においては、分散液の安定性(沈降や凝集)や、粒子による膜の平滑性・透明性に問題を生じることがある。また、高屈折率ポリマーにおいてもさまざまな研究・開発が進んではいないものの、屈折率の高さにおいては金属酸化物には及ばない。冒頭でも述べたゾルゲル法はウェットプロセス法に属し、高温焼成を必要とされてきたが、当社ではプラスチックフィルムにも使用可能な低温硬化型の高屈折率膜形成剤の開発に成功している。

Ti化合物のオリゴマー化と硬化膜

これまでに述べたようにTiキレート化合物はTiアルコキシドに比べ配位子との結合力が強く、低温硬化では配位子が残存して酸化チタンにならずに屈折率は低くなる。一方、Tiアルコキシドは、アルコキシル基が容易に脱離するため低温で酸化チタンが得られ、高い屈折率を示すことができる。ただ、実際には反応性が高すぎて酸化チタン化が

表 1 高屈折率膜形成剤向け製品

	オルガチックス PC-200	オルガチックス PC-250
主成分	チタン n -ブトキシド オリゴマー	チタンアルコキシド オリゴマー アルコキシル基の炭素数 ≤ 3
含有溶剤	1-ブタノール	エタノール 2-プロパノール
成分濃度	31wt%	7wt%
化審法	既存化学物質	新規化学物質

急激に進んでしまい、硬化収縮による微細なクラックが発生して膜が白化してしまう(図1写真左)。当社では、Tiアルコキシドを液状に保ったまま高分子化(オリゴマー化)することで、反応性と硬化収縮を抑制し、平滑でクラックによる白化のない硬化膜を得ることに成功した(図1写真右)。

高屈折率膜形成剤としての応用例

このTiアルコキシドオリゴマー製品を用いた高屈折率膜形成剤としての実験例を紹介する。用いた製品は表1に示したオルガチックスPC-200(チタン n -ブトキシドオリゴマー)とPC-250(チタンアルコキシドオリゴマー)である。PC-250は低温でより高い屈折率を発現させることができ、PC-200はPC-250に比べて厚膜化できることが特長となっている。なお、PC-250は宇都宮大学との共同研究による新手法で完成した製品であることを、ここで感謝と共に述べておく。

屈折率の評価手順は以下の通りである。製品を n -ブタノールで5倍希釈し、バーコーター No.3でスライドガラスに塗布。熱風循環乾燥機にて所定条件で加熱硬化し、フィルメトリクス社製F20-UVにて硬化膜の屈折率を測定した。硬化膜の屈折率測定結果を図2に示す。

PC-200は硬化温度による屈折率への影響は少なく、屈折率1.76を示したのに対し、PC-250は100℃硬化で屈折率1.85、140℃硬化では屈折率1.91を示した。PC-200は硬化膜中にアルコキシル基が残存し、その残存アルコキシル基の熱分解が100～140℃では進行しにくいいため、屈折率は低く、硬化温度の影響も少なかったと推測する。

一方、PC-250も同様にアルコキシル基が残存するものの、実はPC-200よりもアルキル鎖の短

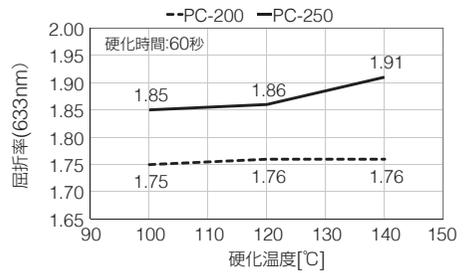


図 2 各硬化条件における膜の屈折率

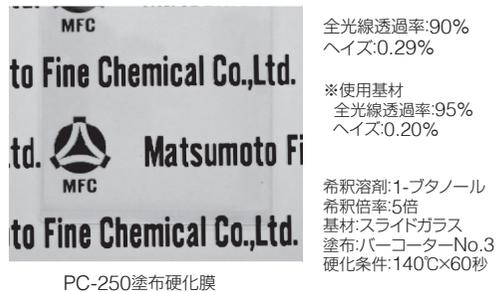


図 3 PC-250硬化膜の外観と光学特性

いアルコキシドを原料に使用していることから、アルコキシル基の残存量は少なくPC-200よりも屈折率が高い。また、この短いアルキル鎖由来の残存アルコキシル基は熱分解しやすいため、硬化温度の影響も受けやすくなったのではないかと推測する。

PC-250については光学用途への応用例として、屈折率以外の光学特性の測定結果を図3にて紹介する。

Tiアルコキシドオリゴマーによる高屈折率膜は非晶質(アモルファス)酸化チタンによって形成されるため、光触媒作用を示さないことを最後に記しておく。

今後の展開

今回は、有機チタン、有機ジルコニウム化合物における密着性向上剤としての応用例について紹介する。