

極小角 X 散乱法を用いた光学用ポリエステルフィルムの 散乱体構造評価

Structural characterization of polyester optical films using USAXS method

佐藤 和彦^a, 堀内 健^a, 久保耕司^b, 大宅太郎^b, 瀬尾静^b
Kazuhiko Sato^a, Ken Horiuchi^a, Kouji Kubo^b, Taro Oya^b, Shizuka Seo^b

^a 帝人(株), ^b 帝人デュポンフィルム(株)

^a Teijin Ltd., ^b Teijin Dupont Film Japan Ltd.

光学部材用途のポリエチレンテレフタレート (PET) フィルムの透明性改良を目的として, 超小角 X 線散乱法 (USAXS) により光散乱特性に影響していると考えられるサブ μm スケールの高次構造ゆらぎの評価を試みた。透明性の異なる PET フィルムについて USAXS パターンを比較した結果, 水準間の明確な差異は検出されなかった。今後, さらに透明性の低いフィルムを含めて USAXS による光散乱構造の検出を試みる予定である。

キーワード: ポリエステル, フィルム, 光散乱, 極小角 X 線散乱法, USAXS

背景と研究目的:

光学用 PET フィルムは FPD 用途等に広く応用されている素材であり, 光学的な透明性などの要求特性について更に改良が求められている。フィルム透明性は成膜プロセス条件と密接に関連し, その最適化を進めつつあるが, フィルム高次構造と光学性能との対応は未だ明らかでない。ラボ評価では, 光散乱, X 線散乱等の手法による解析を実施しているが, 広角 X 線回折による結晶サイズや X 線小角散乱による 50nm 以下スケールの散乱構造では透明性と対応する明確な構造差が検出されていない。そこで, 光散乱に影響するサブ μm スケールの散乱体構造を直接検出することが必須と考え, 放射光 BL の超小角 X 線散乱 (USAXS) 実験系を利用して PET フィルムのサブ μm ~ μm オーダーの構造ゆらぎについて定量的評価を試みた。

実験:

PET フィルムは, 溶融押し出しによる T ダイ法で成膜し二軸延伸を加えて厚み 0.2mm にしたフィルムを作製した。透明性はヘーズ値 (拡散光透過率/全光線透過率) で判定し, ヘーズ値の異なる 3 水準のフィルムを比較した。今回測定に供した PET フィルムは, あらかじめラボ実験装置により, 結晶サイズ (広角 X 線回折法), ラメラ長周期 (小角 X 線散乱法) および結晶化度 (密度法) を求めた。試料の各構造パラメータを表 1 にまとめて示す。

放射光実験は BL19B2 の USAXS 光学系を用い, X 線エネルギー 18keV (波長 λ : 0.07nm), カメラ長 35m, 検出はピクセル検出器 (PILATUS) を用いた。散乱ベクトル q ($=4\pi/\lambda \sin\theta$) の観測範囲は約 0.003~0.2 nm^{-1} で, 数 μm ~数十 nm の散乱体構造を評価できると予想した。フィルム試料は重ねて 10mm に調製した試料を測定に供した。露光時間は 10 分とした。

表 1 PET フィルム試料のヘーズ値および構造パラメータ

Sample	ヘーズ (%)	結晶サイズ(100) (nm)	長周期 (nm)	密度 (g/cm^3)	結晶化度 (%)
A	0.2	7.5	16.3	1.401	59
B	1.4	7.5	16.2	1.402	60
C	11.5	7.5	16.2	1.401	59

結果および考察：

PET フィルムの USAXS 散乱曲線を図 1 に示す。なお、データはそれぞれ比較のため縦軸をシフトして表示している。ヘーズ値の異なる 3 水準の試料で、いずれも広角側に単調減少の散乱パターンであり、ブランクの空気散乱とパターンの違いは認められず、水準間の差異も認められなかった。光散乱特性の異なる試料で X 線散乱挙動に大きな差が現れなかった理由としては、1) PET フィルムの光散乱は密度揺らぎと光学的異方性の両方に起因するため、密度揺らぎのみを検出する X 線散乱では光散乱に対応するような構造差を検出できていないこと、2) 空気散乱のバックグラウンドが高いため、詳細な散乱構造の違いを識別できないこと、などが考えられる。

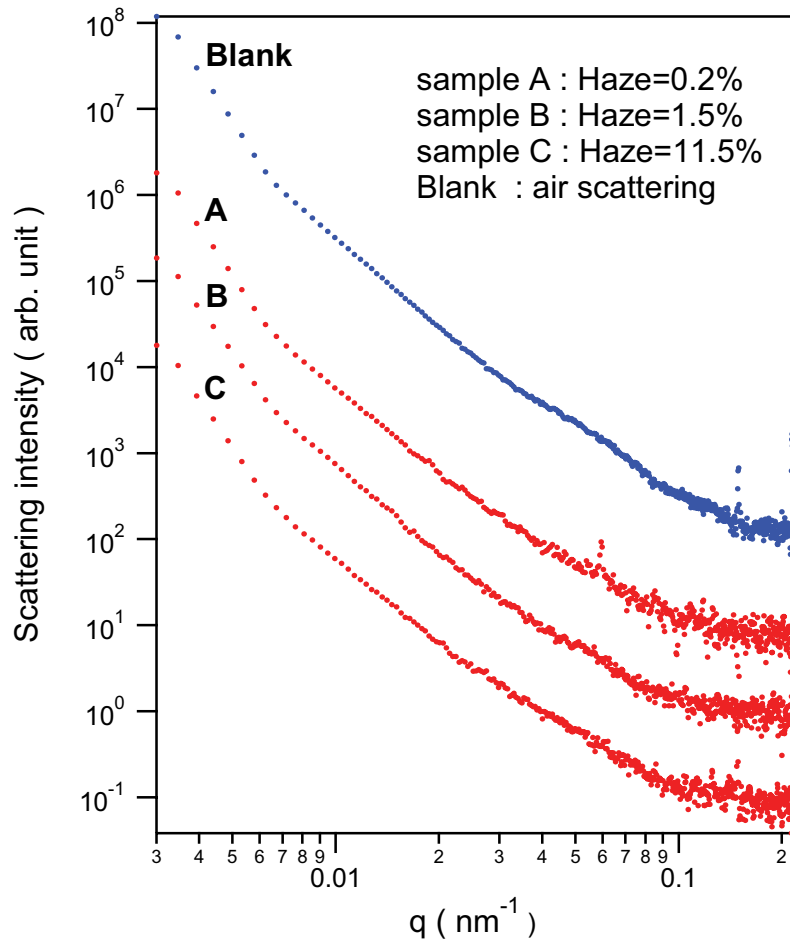


図 1 PET フィルムの USAXS 散乱曲線

今後の課題：

今回の実験では、光散乱の強度と対応するような明確な散乱体構造を検出できなかったため、より光散乱の大きな低透明性のモデル試料による実験、測定光学系のバックグラウンド低減などについて検討していく必要がある。