

粒子配列によるパターン形成とデバイスへの応用

機械システム課 本保栄治 電子技術課 角田龍則

1. 緒言

サブミクロンサイズの構造体は、その構造と整合する光機能素子やバイオデバイスへの応用が検討されている。そのパターン形成には、電子線描画が利用されているが、高コストであり、また大きな素子を作製することは困難である。そこで、光機能をもつ大面積なデバイスを簡易に作製するために、微粒子を単層で高い被覆率に配列することにより周期構造のパターン形成を試みた。

本研究では、微粒子を被覆した基板を利用して、軽量フレキシビ化が可能な拡散反射材、および可視光は透過し日射の赤外線は反射する日射低減窓材への応用を行ったので、その概要を報告する。

2. 実験方法

2.1 粒子配列した基板の作製

粒子配列のための材料として、平均粒径 $0.11\mu\text{m}$ 、 $0.18\mu\text{m}$ および $0.44\mu\text{m}$ のコロイダルシリカ(日産化学工業(株)製)を用いた。これを、エタノール、およびオルトけい酸テトラエチル(以下、TEOS)で SiO_2 重量濃度 10%に希釈して、コーティング溶液とした。コロイダルシリカを配列した基板は、ディップコート法によって、スライドガラスに引き上げ速度 $20\mu\text{m}/\text{sec}$ でコートし、 90°C で 30 分乾燥して薄膜を形成することにより準備した。さらに、TEOS によるシリカ膜を形成して表面形状を制御した。得られた基板は走査型プローブ顕微鏡(ブルカー-AXS 製 Dimension Icon)により、配列および表面形状を計測した。

2.2 拡散反射材への応用

拡散反射材は、粒子配列した基板に真空蒸着法により膜厚 $0.13\mu\text{m}$ のアルミニウム薄膜を形成することにより作製した。得られた試料は、分光光度計(島津製作所製 SolidSpec-3700DUV)により、拡散反射率を測定し可視光反射率を評価した。また、試料の着色度を白色度指数、および色み指数で評価した。

2.3 日射低減窓材への応用

日射低減窓材は、日射の波長分散を考慮して日射赤外域の光を反射し、可視光域の光は透過する様に光学設計して、基板/ TiO_2 膜(膜厚 110nm)/ SiO_2 膜(膜厚 170nm)/ TiO_2 膜(膜厚 110nm)の構造とした。薄膜は粒子配列した基板にスパッタ装置で所定の膜厚を形成した。得られた試料は、分光光度計により透過率を測定し、可視光透過率、日射透過率および日射反射率を評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 粒子配列した基板の作製

粒子配列した基板は、平均粒径 $0.11\mu\text{m}$ 、 $0.18\mu\text{m}$ および $0.44\mu\text{m}$ のコロイダルシリカにそれぞれ TEOS 濃度を 3~6%と変えた溶液を用いた。また、TEOS 濃度 3%溶液を用いた基板にさらに TEOS 濃度 3.7~7.2%の溶液をコートした基板を準備した。Table1 は粒径 $0.11\mu\text{m}$ のシリカ溶液を用いて粒子配列した基板の粒子間のピーク間隔、および段差を評価した結果である。(a)は溶液の TEOS 濃度を変化させた時、(b)は粒子配列後のコート溶液の TEOS 濃度を変化させた時の結果である。ピーク間隔はほぼ一定であり、(a),(b)ともに TEOS 濃度の増加とともに段差が低くなっていることが評価できた。

Table 1 Evaluation of roughness for ordered particles.

(a)in dipping solutions			(b)in over-coating solutions		
濃度(%)	間隔(nm)	段差(nm)	濃度(%)	間隔(nm)	段差(nm)
3.0	128.3	30.8	3.7	125.5	17.9
4.5	107.6	20.5	4.9	127.2	10.7
6.0	123.3	17.3	7.2	126.5	9.0

3.2 拡散反射材への応用

Fig.1 は、粒径 $0.44\mu\text{m}$ のシリカ溶液を用いて粒子配列した基板を用いて作製した拡散反射材の分光反射スペクトルである。また Table1 は、その拡散反射材の可視光反射率、および白色度指数、色み指数である。

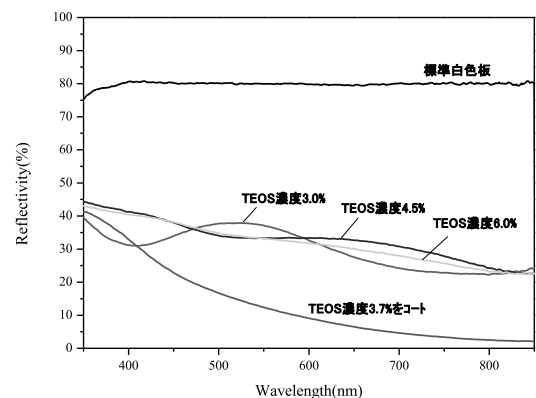


Fig.1 Reflectivity of diffuse reflectors.

Table 2 Evaluation of visible reflectivity.

TEOS濃度(%)	可視光反射率(%)	白色度指数	色み指数
3.0	35.5	28.1	24.7
4.5	33.5	49.9	2.4
6.0	33.0	52.3	10.7
標準白色板	79.9	80.3	0.46

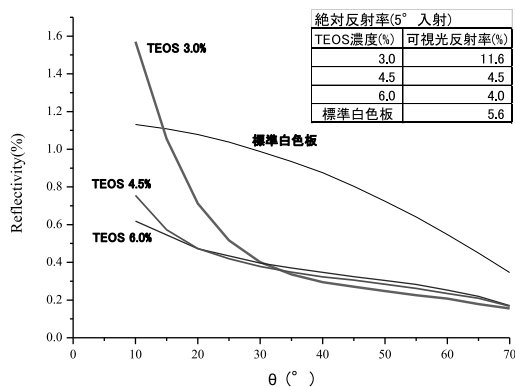


Fig.2 Light-intensity distribution of diffuse reflectors.

粒子配列した基板を用いることにより、拡散反射の可視光反射率は 33.5%と光を散乱させることができた。しかし、参照に用いた標準白色板を比較すると半分以下の値である。Fig.2 は、光散乱の角度分布を評価するために、垂直に入射した光源の反射角度による波長 550nm の反射率である。標準白色板が広い反射角まで反射率が高いのに対して、粒子配列した基板では反射は反射角 20° 以下の狭い範囲であることが、拡散反射率が低い要因と考えられる。これらの結果から粒子配列に用いる粒子サイズを調整することにより、光の広がりを制御できることが可能であると考えられる。

3.3 日射低減窓材への応用

Fig.3 は、粒径 0.11μm のシリカ溶液を用いて粒子配列した基板を用いて作製した日射低減窓材の分光透過スペクトルである。また Table3 は、溶液の TEOS 濃度を変えた時の日射低減窓材の可視光透過率、日射透過率、および白色度指数、色み指数である。

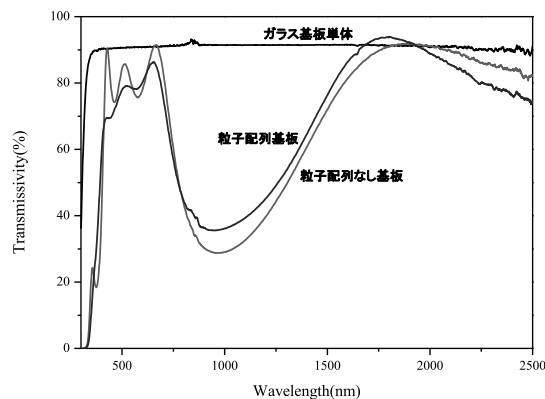


Fig.3 Transmissivity of window material for reducing solar radiation.

Table 3 Evaluation of transmissivity of window material.

TEOS濃度(%)	可視光透過率(%)	日射透過率(%)	白色度指数	色み指数
0.0	79.0	62.7	66.8	-7.3
3.7	77.3	63.1	72.5	-7.8
4.9	75.3	61.3	64.3	-8.8
7.2	78.1	61.5	71.4	-3.7
粒子配列なし	80.2	62.5	79.5	-3.4
ガラス基板単体	90.7	90.9	90.3	-0.24

多層膜を形成することにより、可視光透過率は 80%を維持して、日射透過率は 60%と低減することができた。分光スペクトルからは、粒子配列した基板を用いることにより、可視光域の干渉は抑えられているよう見える。しかし、色み指数は低くならない。これは、短波長域での透過率の低下によるものであり、粒子による散乱が原因と考えられる。

4. 結言

粒子配列した基板を用いて光機能材への応用を検討した。実用化のためには、さらに表面形状を検討することにより特性を向上させることが必要である。

キーワード：周期構造、コロイダルシリカ、拡散反射、日射低減

Formation of Periodic Pattern by Ordered Particles and Applications for Optical devices

Mechanical System Section; Eiji HONBO and Electronic Engineering Section; Tatsunori KAKUDA

Periodic patterns were formed by dip-coating colloidal-silica solutions with a diameter of 0.11μm ,0.18μm and 0.44μm added tetraethyl orthosilicate (TEOS). Substrates ordered particles were applied to diffuse reflectors and window materials for reducing solar radiation. Reflectors ordered 0.44μm diameter particle were diffused light emission. Light spread was limited within 20°. Marti-coated window materials ordered particles with a diameter of 0.11μm were reduced transmissivity of solar radiation to 60% with 80% visible transmissivity. Transmissivity of short wavelength was reduced.