光学フィルム用光弾性定数測定システムの開発*

築 地 光 雄** 高 和 宏 行** 田 實 佳 郎***

Measuring System for Photoelastic Constant of Optical Film

Mitsuo TSUKIJI, Hiroyuki KOWA and Yoshiro TAJITSU

We have developed a system for measuring the photoelastic constants of optical films using an optical heterodyne technique generally used to measure birefringence. The system included a compact tension tester and was automated by software. When measuring an optical film used for a liquid crystal display under low stress, which is difficult with conventional measurement techniques, we could determine whether the photoelastic constant was positive or negative and obtained a value of $+0.14 \times 10^{-12}/\text{Pa}$.

Key words: photoelastic constants, birefringence, optical heterodyne

1. 緒 言

最近のLCDの大型化に伴い、光学用フィルムの光弾性定数の精密な測定が要求されている。特にLCDに額縁状の光漏れの表示不良が問題となってきた¹⁾²⁾。これは、ガラス基板上に接着されている各種フィルムが、温度、湿度などの環境条件の変化から変形し、発生した応力で位相差が生じたことが原因とされている。

この問題を解明するために、応力に対する位相差の変化率、すなわち光弾性定数を精密に測定するシステムの開発が待たれていた。また、ゼロ複屈折性光学ポリマー³⁾⁴⁾と呼ばれる、非常に小さな複屈折をもつ光学フィルムの開発も進展し、これらの材料の光学特性としての光弾性定数の測定も要望されている。

従来、セナルモン補償法⁵⁾や光弾性変調法⁶⁾⁷⁾を使用して、光弾性定数が測定されているが、測定時間が長い、測定精度が低いなど、極めて小さな光弾性定数サンプルに対応できていない状況であった。

一方、測定精度は高い円盤の圧縮による光弾性定数測定方法⁸⁾では、サンプル形状が円盤($\phi 20$, $t15$)に限られ、フィルム形状では、測定できないという欠点があった。

そこで、我々は複屈折測定に使用されている光ヘテロダイン計測法⁹⁾を採用し、これに小型引張試験機を搭載したシステム構成とソフトウェアにより自動化された光学フィルム用光弾性定数測定システムを開発したので報告する。

2. 測定原理と測定システム

2.1 測定原理

図1に光弾性定数測定の概略図を示す。フィルムサンプルを伸張させ、その断面に応力(σ)を印加しつつ、複屈折(Δn)を測定し、伸張方向に沿う複屈折量を見出し、応力に対するその変化率を求める方法である。

光弾性定数(B)は、一般的に式(1)で定義されている。

$$B = \frac{\Delta n}{\sigma} \quad (1)$$

Fig.1 Outline of measuring system for photoelastic constant of optical film

測定システムにおいて、フィルムサンプルは、x方向に伸張され、応力はその断面に様に印加されるとする。一方、複屈折は、屈折率の異方性(直交する方向の屈折率の差)であり、式(2)で示される。直接的にこの複屈折を測定するのは困難である。そこで、実際には、光学的な位相差(Re)として測定され、式(3)で示される。dは、被検サンプルの厚さである。

$$\Delta n = (n_s - n_f) \quad (2)$$

$$Re = (n_s - n_f)d \quad (3)$$

ここで、 n_s , n_f は互いに直交する主屈折率であり、屈折率が高い n_s の方位が光学的な遅相軸である。本報告では、この軸を主軸方位(ϕ)として取り扱う。主軸方位は、x方向を0度、半時計方向に+90度、時計方向に-90度をとる。主軸方位は、位相差と同時に測定されることが、精密な測定に必要である。

実際の測定装置において、光弾性定数は、式(4)で表される。

$$B = Re \cdot W/P \quad (4)$$

ここで、Wは、短冊状の被検サンプル幅であり、Pは、ロードセルの荷重である。

2.2 測定システム

本測定システムの概略図を図2に示す。本システムは、位相差および主軸方位を測定する測定部、フィルムを伸張させ荷重を印加する伸張部と、それらを制御するパーソナルコンピュータなどから構成される。

測定部は、光周波数がわずかに異なり、互いに直交する二つの直線偏光成分からなる、周波数安定化ゼーマンレーザ(STZL: MOC-QQD-H, 日本マイクロ光器製)を光源に採用している。この

* 原稿受付 平成18年4月25日

** 正会員 ユニオプト(株) (静岡市葵区牧ヶ谷 2102)

*** 関西大学大学院工学研究科 (吹田市山手町 3-3-35)

Fig.2 Schematic diagram of equipment

STZL : Stabilized transverse Zeeman laser
 NPBS : Non polarizing beam splitter
 RHWP : Rotating half wave plate RLP : Rotating linear polarizer
 LP : Linear polarizer PD : Photodiode
 PM : Phase Meter MD : Motor driver
 SM : Stepping motor LC : Load cell
 HE/TM : Heater/Thermostat TC : Thermo Controller
 ADC : Analog-to-digital converter PC : Personal computer

2 周波光は、無偏光ビームスプリッタ (NPBS) により二つの光路に分離され、それぞれ直線偏光子 (LP, RLP) でヘテロダイン混合される。ホトダイオード (PD: S6968, 浜松ホトニクス製) で光電変換されたビート信号は、百数十 kHz であり、電気的な位相計 (PM: MPM -551, 目黒電波工業製) で読み取れることができ、位相差 (Re) として出力される。また、1/2 波長板 (RHWP) と直線偏光子 (RLP) を同期回転させ、3.6 度毎、100 点のデータを、AD コンバータ (ADC: ADM-5698BPC, マイクロサイエンス製) を介して、パーソナルコンピュータ (PC) に取込み、フーリエ解析法によるデータ処理により、主軸方位 (ϕ) も同時に求めることができる⁷⁾。

測定部の主な仕様を表 1 に示す。極めて小さな光弾性定数をも精度良く求めるためには、複屈折分解能 0.01nm が必要と考えられる。

図 3 は、被検サンプルをセットしない状態、すなわち、空気 ($Re=0$) の複屈折を連続 800 回、約 25 分間測定した時の安定性を示す。光ヘテロダイン計測法の光学系が、安定性からの観点からも良好であることが判る。

伸張部を図 4 に、写真を図 5 に示す。短冊状の被検サンプル (幅: W /厚さ: d) の両端をチャッキングし、ステッピングモータ (SM) により、左右同時に伸張させる。そして、その時々ロードセル (LC: LUR-A-50NSAI, 共和電業製) の荷重 (P) と伸張量 (ΔL) とを、AD コンバータを介して、パーソナルコンピュータに出力する。

Table 1 Specification of birefringence measuring

Item	Retardation	The direction of a principal axis
Dynamic range	0~260nm	0±90deg.
Resolution	0.01nm	0.1deg.
Measuring time	1.8sec/point	
Measuring wavelength	632.8nm	
Diameter of a beam	$\phi 0.75\text{mm}$ ($1/e^2$)	

また、この伸張部はヒーターとサーモスタット (HE/TM) 及び温度コントローラ (TC) を備え、温度を設定し、測定することが可能なシステムとなっている。主な仕様を、表 2 に示す。

Fig.3 Stability of birefringence measuring

Fig.4 Tensile test machine

Fig.5 Photo of tensile test machine

Table 2 Specification of tensile test machine

Modification mode	Tension or Compression measuring
Drive system	Simultaneous both Driving Ball screw by Stepping motor
Tension speed	0.01~100mm/min
Tension Distance	100mm MAX
Load cell	50N MAX
Temperature cellar	RT~200±1°C

3. 評価実験

3.1 最適荷重範囲の決定

フィルムの光弾性定数の測定に際しては、応力-歪み特性を求め、弾性領域にあることを確認する必要がある。そこで、サンプルと

して、一般的な材料であるポリカーボネート (PC) で、入手可能な市販品であることが望ましく、この観点から、流延法で作製され、光学的等方性 (無延伸) であるとされるフィルム (ピュアエース WR80 μm : 帝人化成製) を選択した。これを、長さ 70mm、幅約 6mm に裁断し、幅はノギスで測定した。

これを 50mm の間隔で水平に設置し、両端とも約 10mm をチャックで固定した。この状態では、荷重が印加されていないと考えられるため、一旦 0.2N まで伸張させた後、0.0N まで後退させ、この状態を荷重 0 (ゼロ)N の初期の状態とした。

最初に、伸張速度 0.01mm/min の一定速度にて、伸長量 ΔL を変化させ、荷重 20N までの、応力-歪み特性を求めた。図 6 に示す。右辺縦軸に荷重を表記した。この時、測定時間は約 21 分を要した。

歪み (伸張量) が増すに従い、飽和していくことが判る。これは、応力緩和が生じているためであり、20N まで伸張させた後、約 2 分後には、18.9N まで荷重が減少していた。応力緩和が生じている荷重範囲での測定では、精度の高い光弾性定数の測定は困難であることから、より小さな荷重範囲での測定が必要である。

そこで、荷重範囲 0~2.0N の範囲で、0.1N をセンシングしつつ測定を行った結果を、図 7 に示す。荷重が 0.5N 以下では、応力と歪みが比例していない。これは、チャッキングに問題があり、ズレが生じていると考えられる。このため、この範囲を除いた $P=0.5\sim 2.0\text{N}$ の範囲で、15 水準にて直線近似させた。平均 2 乗誤差 (R^2) は、0.999 であり、この荷重範囲であれば、応力緩和が無く、弾性領域にあると考えられる。この時、測定時間は 2 分を要した。

Fig.6 Stress-Strain curve under high load

Fig.7 Stress-Strain under low load

3.2 正の光弾性定数をもつフィルムの測定

ポリカーボネートは、正の光弾性定数をもつ代表例であるので、上述と同じ材料から裁断することとした。ただし、無延伸フィルムながら、残留配向複屈折は、約 10nm 残存しているの、この主軸方位に、ほぼ平行な方向 (WR80 $\parallel$) と直行する方向 (WR80 $\perp$) とから裁断し、被検サンプルとした。

伸張速度 0.01mm/min、荷重範囲 0~2.0N の条件で、位相差-荷重特性を取得した結果を、図 8 と図 9 に示す。

図 8 において、実測された位相差と、その主軸方位は、 $\langle \rangle$ (Δ) でプロットされている。残留配向複屈折の主軸とほぼ平行に裁断された被検サンプルであることから、位相差は、 $R_e=10.56\text{nm}$ から単調に増加し、主軸方位は $\phi=-1.0$ 度から 0.7 度へと漸近する。

これらの測定値から、残留配向複屈折を補正した結果を、それぞれ、 $\langle \blacklozenge \rangle$, ($\blacktriangle$) でプロットした。荷重範囲 0.5~2.0N で、直線近似した結果、平均 2 乗誤差 (R^2) は 0.997 であり、よく近似されていることが判る。

図 9 において、残留配向複屈折の主軸とほぼ垂直に裁断された被検サンプルであることから、位相差は、 $R_e=10.30\text{nm}$ から一旦減少し、残留配向複屈折をほぼ打ち消す伸張量に達した点から、単調に増加し、一方、主軸方位は $\phi=87.5$ 度から 0 度へと漸近する。

同様に、残留配向複屈折を補正した結果を、それぞれ、 $\langle \blacklozenge \rangle$, ($\blacktriangle$) でプロットした。この場合も、荷重範囲 0.5~2.0N で、直線近似した結果、平均 2 乗誤差 (R^2) は 0.990 であり、よく近似されていることが判る。

両被検サンプルとも、主軸方位は、伸張方向 (0 度) に漸近することから、光弾性定数は、正であることが判る。

Fig.8 Measurement result of WR80 $\parallel$ sample

Fig.9 Measurement result of WR80 $\perp$ sample

Table 3 Measurement result of photoelastic constant

Sample	Thickness (mm)	Residual retardation of orientation		B ($\times 10^{-12}$ / Pa)	
		Re (nm)	ϕ (deg.)	AVE (n=5)	3 σ (n=5)
WR80	5.80	10.56	-1.0	73.70	± 3.02
	0.085				
WR80 $\perp$	5.60	10.30	87.5	83.82	± 3.27
	0.085				

荷重範囲 0.5~2.0N において、光弾性定数を (4) 式により計算し、5 回繰返し測定した結果を表 3 に示す。被検サンプル (WR80 ||) は、 $B=73.70\pm 3.02\times 10^{-12}$ / Pa、被検サンプル (WR80 $\perp$) は $B=83.82\pm 3.27\times 10^{-12}$ / Pa の光弾性定数が得られた。残留配向複屈折の主軸の違いにより、光弾性定数の違いが見られたが、これが、いわゆるサンプルの高次構造によるものなのか、現時点では判断が付けられない。

3.3 負の光弾性定数をもつフィルムの測定

負の光弾性定数を持つ代表的な材料は、ポリメチルメタクリレート (PMMA) である。このフィルムの残留複屈折は、面内で不均一であったが、主軸方位に対して、ほぼ平行な方向 (PMMA ||) と直行する方向 (PMMA $\perp$) とから裁断し、被検サンプルとした。

前記と同様な条件にて、データを取得した結果から、応力-歪み特性を図 10 に示す。平均 2 乗誤差 (R^2) は、0.999 であり、弾性領域にあると考えられる。

また、位相差-荷重特性を取得した結果を、図 11 と図 12 に示す。

図 11 において、実測された位相差と、その主軸方位は、同様に ($\diamond$) ($\triangle$) でプロットされている。残留配向複屈折の主軸とほぼ平行に裁断された被検サンプルであるが、位相差は、 $Re=1.63\text{nm}$ から $Re=0.59\text{nm}$ まで減少し、主軸方位は $\phi=7.9$ 度から $\phi=-46.0$ 度へ至り、 -90 度に漸近する。

これらの測定値から、残留配向複屈折を補正した結果を、それぞれ、同様に ($\blacklozenge$)、($\blacktriangle$) でプロットした。荷重範囲 0.5~2.0N で、直線近似した結果、平均 2 乗誤差 (R^2) は 1.000 であり、よく近似されていることが判る。

図 12 において、残留配向複屈折の主軸とほぼ垂直に裁断された被検サンプルであることから、位相差は、 $Re=2.16\text{nm}$ から $Re=3.55\text{nm}$ まで、ほぼ単調に増加し、一方、主軸方位は $\phi=69.4$ 度から 79.0 度へ至り、 90 度に漸近する。

同様に、残留配向複屈折を補正した結果を、それぞれ、($\blacklozenge$)、($\blacktriangle$) でプロットした。この場合も、荷重範囲 0.5~2.0N で、直線近似した結果、平均 2 乗誤差 (R^2) は 0.999 であり、よく近似されていることが判る。

両被検サンプルとも、主軸方位は、伸張方向 (0 度) に対して直交する方向に漸近することから、光弾性定数は、負であることが判る。

荷重範囲 0.5~2.0N において、光弾性定数 5 回繰返し測定した結果を表 4 に示す。被検サンプル (PMMA ||) は、 $B=-4.66\pm 0.07\times 10^{-12}$ / Pa、被検サンプル (PMMA $\perp$) は $B=-4.47\pm 0.16\times 10^{-12}$ / Pa の光弾性定数が得られた。

Fig. 10 Stress-Strain under low load

Fig. 11 Measurement result of PMMA || sample

Fig. 12 Measurement result of PMMA $\perp$ sample

Table 4 Measurement result of photoelastic constant

Sample	Width Thickness (mm)	Residual retardation of orientation		B ($\times 10^{-12}$ / Pa)	
		Re (nm)	ϕ (deg.)	AVE (n=5)	3 σ (n=5)
PMMA	6.30	1.63	-7.9	-4.66	± 0.07
	0.105				
PMMA $\perp$	6.00	2.16	69.4	-4.47	± 0.16
	0.105				

3.4 極めて小さな光弾性定数をもつフィルムの測定

光弾性定数が、極めて小さく、且つ正負も設計できる設計技術により、材料の開発が進められている。光弾性定数が正 (F4+)、負 (F6-) の被検サンプルを、旭化成ケミカルズ (株) から得た。両方とも、主軸方位に対して、ほぼ平行な方向に裁断されたものである。

前記と同様な条件にて、データを取得した結果から、応力-歪み特性を図 13、図 14 に示す。平均 2 乗誤差 (R^2) は、0.993、0.996 であり、弾性領域にあると考えられる。

また、位相差-荷重特性を、図 15 と図 16 に示す。なお残留配向複屈折を補正した位相差と、その主軸方位のみを、同様に (◆)、(▲) でプロットした。

荷重範囲 0.5~2.0N で、直線近似した結果、平均 2 乗誤差 (R^2) は 0.832、0.693 であり、ほぼ近似されていることが判る。

図 15 において、主軸方位は、伸張方向 (0 度) に向かうことから、光弾性定数は、正であることが判る。逆に、図 16 においては、伸張方向 (0 度) に対して直交する方向に向かうことから、光弾性定数は、負であることが判る。

従って、荷重範囲において、主軸方位の絶対値が増加するならば、正であり、減少するならば、負の光弾性定数と言える。

荷重範囲 0.5~2.0N において、同様に、光弾性定数 5 回繰返し測定した結果を表 5 に示す。被検サンプル (F4+) は、 $B=0.14\pm0.20\times10^{-12}/\text{Pa}$ 、被検サンプル (F6-) は、 $B=-0.15\pm0.08\times10^{-12}/\text{Pa}$ の光弾性定数が得られた。

Fig.13 Stress-Strain under low load

Fig.14 Stress-Strain under low load

Fig.15 Measurement result of F4+ sample

Fig.16 Measurement result of F6- sample

Table 5 Measurement result of photoelastic constant

Sample	Width Thickness (mm)	Residual retardation of orientation		$B (\times 10^{-12}/\text{Pa})$	
		Re (nm)	ϕ (deg.)	AVE (n=5)	3σ (n=5)
F4+	6.20 0.103	2.15	-3.3	0.14	± 0.20
F6-	6.31 0.127	1.40	1.9	-0.15	± 0.08

4. 本測定システムのソフトウェア

実際に評価実験を行った、ソフトウェアの測定画面と、再表示画面を図 17 に示す。測定画面では、伸張速度、荷重範囲、その分割数などが設定可能であり、被検サンプルをセットすれば、簡単に測定を開始し、光弾性定数を計算し、表示する、測定の完了したファイルを読み出し、再計算し表示する場合は、ファイル読み出し画面から実施する。これらの画面は、被検サンプル (F4-) の測定例である。

(a) Measurement screen

(b) Read file screen

Fig.17 Software of this measurement system

5. 結 言

本研究では、測定部に光ヘテロダイン計測法を採用し、これに小型引張試験機を搭載したシステム構成とソフトウェアにより自動化された光学フィルム用光弾性定数測定システムを開発した。

正と負の光弾性定数の被検サンプルにより、測定の評価を実施し、併せて、極めて小さな光弾性定数をもつフィルムの測定を実施し、この測定システムの有用性を示した。

以下に、光学フィルムの光弾性定数の測定に際して、本研究で得られた知見を挙げる。

- (1) 応力緩和が生じない低い荷重範囲 $P = 0.5 \sim 2.0 \text{ N}$ で、光弾性定数を計算することが必要である。
- (2) 正負の判定は、上記荷重範囲における主軸方位が、伸張方向(0 度)に平行又は、直交する方向に漸近するかによって、判定することが必要である。従って、主軸方位の絶対値が増加するならば、正であり、減少するならば、負の光弾性定数となる。
- (3) 低光弾性定数であることで知られている ARTON (JSR (株)) の光弾性定数は、 $4.1 \times 10^{-12} / \text{Pa}$ と報告されているが¹⁰⁾、今回、本測定システムによって、一桁小さな光弾性定数をもつと考えられるフィルム 2 種類 (F4+, F6-) を測定し、識別した。

また、本測定システムの主な特徴を挙げる。

- (1) 残留配向複屈折があるサンプルでも測定可能である。
- (2) 光弾性定数の測定時間は、2 分以下と短時間である。
- (3) ソフトウェアにより、正負の判定を含み、自動測定が可能となっており、測定精度が高い。

今後の課題として、LCD で使用されている多くのフィルムの光弾性定数を測定することが挙げられる。

最後に、貴重なサンプルを提供して下さい、旭化成ケミカルズ (株)、ポリマー開発研究所の渡辺克史氏に謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) 佐藤隆, 荒川公平, 山崎正宏: 位相差フィルムにおけるゼオノアフィルムの応用, 日本液晶学会誌, **9**, 4 (2005) 245.
- 2) 藤井貞男: 高分子系位相差フィルムの要求特性と材料設計, 日本液晶学会誌, **9**, 4 (2005) 227.
- 3) 小池康博, 多加谷明広: 高画質ディスプレイを支えるフォトリソグラフィ, 学術月報, **56**, 9 (2003) 61.
- 4) H. Ohkita, M. Mukoh, A. Tagaya, and Y. Koike: Synthesis of a Zero-Birefringence Optical Polymer by the Birefringent Crystal Dopant Method: Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **771**, (2003) 207.
- 5) J. F. Rudd and R. D. Andrews: Photoelastic Properties of Polystyrene in the Glassy State, J. Appl. Phys., **31**, 5 (1960) 818.
- 6) 藤田昭秀, 斎藤拓, 井上隆: ガラス状高分子の光弾性挙動, Polym. Prepr. Jpn., **41**, 11 (1992) 4451.
- 7) 伴野佳弘, 斎藤拓, 井上隆: ポリカーボネートの physical aging と応力・複屈折緩和挙動, 日本レオロジー学会誌, **27** (1999) 43.
- 8) 梅田倫弘, 高和宏行: 横ゼーマンレーザによるガラスレーザディスクの残留複屈折分布の計測, 電子情報通信学会論文誌 C-I, **J73-C-I**, 10 (1990) 652.
- 9) 高和宏行, 梅田倫弘: 周波数安定化横ゼーマンレーザによる光弾性定数測定, 光学, **20**, 2 (1991) 112.
- 10) 熊澤英明: 光学フィルム「ARTON FILM」の開発, 月刊ディスプレイ, **10**, 3 (2004) 46.