超音波によるフィルム基板液晶セル内の 微小気泡の検出に関する研究

堀 三 計^{*1}・江 口 元^{*2}

The Detection of Micro Bubbles in a Film Substrate Liquid Crystal Cell Using Ultrasonic Technique

Hori, Sankei^{*1}/Eguchi, Hajime^{*2}

A film substrate liquid crystal cell was researched and developed as an advanced display. The display has a lot of advantages, such as light, thin, and not easy to crack. It is manufactured by Roll-to-Roll process. In this manufacturing process, the automatic detecting method of the bubble in the liquid crystal layer is required. When the bubbles are in the liquid crystal layer, the part where the bubble exists cannot be displayed. It is called "missing dots". Therefore, it is very important to detect the bubble in the liquid crystal layer. But, the bubble under the black matrix cannot be detected by an optical method. Its diameter is 10 μm or less.

In this study, a method to detect the bubble of 10 μm or less in diameter using an ultrasonic technique was studied. Owing to the instability of the bubble in the crystal layer, drilled holes and silica balls were used as detection objects instead of bubbles.

As a result, it was indicated that the drilled hole of the size of about 30% of the focus diameter of the ultrasonic probe can be detected. The attenuation coefficient in the film of the ultrasonic wave of frequency 250 MHz was about 4.3. The silica balls of 5.5 μm or 5 μm in diameter was detected using the ultrasonic probe of frequency 250 MHz and of 6 μm in focal diameter. Moreover, the bubble of 10 μm or less in diameter was clearly observed.

Key words : Film based display/Bubble/Liquid crystal/Ultrasonic technology

1. 緒 言

次世代モバイルディスプレイとして薄型、軽量で割れにくい樹脂フィルムを基板としたディスプレイが研究・開発されている。このディスプレイは、Roll-to-Roll プロセスで製造することを目的としており、生産性が高く、実用化が望まれている。他方、液晶内に気泡が混入すると、画素欠陥（いわゆるドット抜け）が生じて画像を表示できなくなる。

このため、液晶内に混入した気泡をインプロセスで検出する方法が求められている。現在、ガラス基板液晶ディスプレイの画素欠陥検査には、肉眼による方法、CCD カメ

ラを利用した画像処理システムによる方法などの光学的方法^{1),2)}が主に使われている。しかし、ブラックマトリックスの下に隠れた小さな気泡は光学的方法で検出することはできない。また、気泡は液晶内を移動する可能性があり、ブラックマトリックスの下に隠れていた気泡が、RGB カラーフィルター部分へ移動すると画素欠陥の原因となる。このため、ブラックマトリックスの下に隠れている気泡を検出する必要がある。

光学的方法以外の非破壊検査方法としては、X 線³⁾や超音波を利用した方法^{4),5)}が挙げられる。しかし、X 線は人体に有害である。また、超音波を利用した方法では検出可能な気泡や異物の大きさについて系統的に調べられた例はない。

そこで、本研究では超音波で検出可能な気泡の大きさを系統的に調べ、ブラックマトリックス下にある直径 10 μm 以下の微小気泡を超音波で検出する方法について検討することを目的とした。

なお、微小気泡は消滅したり移動したりして安定しないため、微小気泡の代わりに樹脂フィルム表面にマイクロドリルであけた微小な穴を種々の焦点径や周波数の超音波プローブを使って観察した。

また、気泡の代わりにフィルム基板液晶セルの液晶に混

^{*1} 筑波大学

つくば市天王台 1-1-1 (〒305-8577)

University of Tsukuba

1-1-1, Tennodai, Tsukuba, 305-8577, Ibaraki

hori.sankei.fn@u.tsukuba.ac.jp

^{*2} 東京農工大学 産官学連携・知的財産センター

小金井市中町 2-24-16 (〒184-8588)

Tokyo Univ. of Agriculture and Technology, Center for Innovation and Intellectual Property

2-24-16, Nakacho, Koganei-shi, 184-8588, Tokyo

2011. 7. 22 受理

入した微小なシリカ球や、フィルムで挟んだ水の層に混入した気泡の観察も行った。

2. 実験装置

本研究では、株式会社日立エンジニアリング・アンド・サービスの超音波映像装置（型式：FS 300）を使用して観察を行った。取り付け可能な超音波プローブの周波数は1～300 MHz、プローブの最大走査速度は1 m/sである。

実験に使用したフィルム基板液晶セルの概略を図1に示す。フィルム基板液晶セルは、厚さ5 μm の液晶を厚さ100 μm のポリプロピレン製フィルム基板で挟んだ構造となっている。また、液晶とフィルム基板の間には、厚さ0.15 μm の透明電極と厚さ0.05 μm の配向膜がある。なお、液晶には、直径5 μm のシリカ球がスペーサとして入

れてある。

このフィルム基板液晶セルの液晶内に微小な気泡を混入すると、移動したり消滅したりするため、種々の大きさの気泡を安定して混入することは難しい。そこで、種々の大きさの気泡の代わりに、図2(a)に示すように、フィルム基板と同材質の厚さ210 μm のフィルムにマイクロドリルで穴をあけた試料Aの観察を行った。穴あけに使用したマイクロドリルの直径は、40 μm 、70 μm 、100 μm である。なお、本研究では穴をあけていないフィルムを試料Bとして使用した。また、図2(c)に示すように気泡の代わりに直径5.5 μm のシリカ球をフィルム基板液晶セルの液晶に混入した試料Cを使って液晶内のシリカ球の観察を行った。さらに、210 μm のフィルムをガラス板に両面テープで貼り付けてその間に液晶の代わりに水を封入し、故意

Fig. 1 Schematic view of a film substrate liquid crystal cell

Fig. 2 Test pieces

に気泡を入れた試料 D について気泡の観察を行った。

本研究で使用した超音波プローブの一覧を表 1 に示す。本研究で使用したプローブは焦点型で、その周波数は 10 MHz～250 MHz、焦点径（直径）は水中で $6\ \mu\text{m}$ ～ $410\ \mu\text{m}$ 、焦点距離は水中で 1.2 mm～25.4 mm である。本研究では、試料を水中に入れて測定する水浸法で測定した。

3. 測定原理と検討事項

フィルム基板液晶セルにはフィルム基板と液晶との間に配向膜（厚さ $0.05\ \mu\text{m}$ ）と電極（厚さ $0.15\ \mu\text{m}$ ）がある。しかし、厚さが極めて薄く均一に付着しているため、本測定方法にはほぼ影響がないと考えられる。そこで、フィルム基板液晶セルをフィルム基板－液晶－フィルム基板の 3 層で構成された物体と考える。この物体に超音波映像装置に取り付けられた超音波プローブから超音波が投射されると図 3 に示すような反射波が得られる。

具体的には、超音波プローブから投射された超音波は、水中を伝播して水とフィルム基板との境界面（境界面 I_1 ）で一部が反射して反射波 S として観察される。境界面 I_1 を透過した超音波はフィルム基板と液晶の境界面（境界面 I_2 ）で一部が反射し、反射波 F が観察される。さらに、液晶に透過した超音波の一部は液晶とフィルム基板の境界面（境界面 I_3 ）で反射して反射波 B が観察される。

このとき、境界面 I_1 、 I_2 、 I_3 における超音波の音圧反射率 r_1 、 r_2 、 r_3 の値は、次式で表される。

$$r_1 = |(Z_F - Z_W) / (Z_F + Z_W)| \quad (1)$$

$$r_2 = r_3 = |(Z_C - Z_F) / (Z_C + Z_F)| \quad (2)$$

ここで、 Z は各媒質の音響インピーダンスで、音速と密度の積である。添え字 W, F, C はそれぞれ水、フィルム基

Table 1 Frequency, focal diameter, and focal length of ultrasonic probes used in this study

Frequency (MHz)	5	10	25	50	85	140	200	250
Focal diameter (μm)	410	275	130	80	32	6	6	6
Focal length (mm)	25.4	25.4	12	12	8.1	1.7	1.2	1.2

板、液晶を示す。

水平に置かれたフィルム基板液晶セルの液晶に微小な気泡が混入した場合、気泡は浮力によってフィルム基板と液晶の境界面（境界面 I_2 ）に付着すると考えられる。空気の音響インピーダンスはほぼ $0\ \text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^3$ であるため、フィルム基板と気泡の境界面の音圧反射率はほぼ 1 となる。このため、投射された超音波はフィルム基板と空気の境界面でほぼ全反射し、液晶へは伝播しない。しかし、液晶の音響インピーダンスは $0\ \text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^3$ ではないため、液晶と接している部分では一部の超音波が液晶層へ透過し、全反射しない。

このため、フィルム基板と液晶との境界面 I_2 における反射波 F の振幅変化を測定すれば液晶内の気泡を検出できると考えられる。

本研究では、フィルム基板液晶セル内の微小気泡を超音波で検出するために、以下の 3 つの点について検討した。

①超音波の焦点径と検出可能な気泡の大きさ：微小気泡を検出する場合には、超音波プローブの焦点径と検出可能な気泡の大きさの関係を明らかにする必要がある。一般的には、焦点径が小さければ小さな物体の検出が可能である。また、焦点径が大きくなると小さな物体は焦点径内に占める面積が小さくなるために、反射波振幅の変化が小さくなり、その検出が難しくなる。しかし、検出対象の大きさと

Fig. 4 Observed results of drilled holes using scanning acoustic tomograph

Fig. 3 Reflected echoes in a film substrate liquid crystal cell

し、大きな振幅の反射波が得られたため、周囲よりも白く見えたと推察される。

超音波の焦点が円形であり、焦点内の超音波強度が一樣で、穴と焦点が重なった部分の面積の大きさがフィルム上面で反射しない超音波の音圧の強さに比例すると仮定して、超音波プローブを移動したときの重なった部分の面積変化を幾何学的に求めた。結果を図5に示す。同図は、横軸が超音波の焦点と穴の中心間距離 L 、縦軸は超音波プローブの焦点の面積 S_2 と、 S_2 から穴が重なり合った部分の面積 S を引いた面積 ($S_2 - S$) の比 ($1 - S/S_2$) である。つまり、フィルム上面からの反射波振幅の大きさを表していると考えられる。同図は、穴直径 $40\ \mu\text{m}$ で、超音波の焦点径が $6\ \mu\text{m}$ 、 $130\ \mu\text{m}$ 、 $275\ \mu\text{m}$ の場合である。同図に示されるように、焦点径 $6\ \mu\text{m}$ の場合には超音波の焦点と穴の中心間距離 L が約 $23\ \mu\text{m}$ から面積比 ($1 - S/S_2$) が急激に

小さくなり 0 になる。しかし、穴を検出できなかった焦点径 $275\ \mu\text{m}$ の場合には距離 L が $157.5\ \mu\text{m}$ から面積比は小さくなり始めるが、その変化量は小さく、 0.98 までしか減少しない。しかし、輪郭が多少ぼやけるが穴を検出することができた焦点径 $130\ \mu\text{m}$ の場合には、距離 L が約 $85\ \mu\text{m}$ から面積比 ($1 - S/S_2$) が小さくなり約 0.9 まで小さくなる。図4や表2に示した結果と併せて考えると、面積比 ($1 - S/S_2$) が 0.9 以下であると検出できると考えられる。

以上のことから、図4に示すように焦点径が小さければ穴を明確に検出できるが、焦点径が大きいと穴が大きく観察され、かつ、明確に観察されにくくなったことが分かる。

4.2 超音波の減衰

フィルム基板液晶セルで使用しているフィルムの減衰定数を明らかにするために、図6に示すように水浸法で試料Bの減衰定数を測定した。

水中に置いた試料Bに超音波を投射すると、水とフィルム上面の境界面で一部が反射し、反射波Sとして観察される。フィルム内部に透過した超音波は、フィルム内を減衰しながら伝播してフィルム下面と水の境界面で反射し、反射波Bとして観察される。本研究で使用したフィルムの音速は約 $2260\ \text{m/s}$ 、密度は約 $900\ \text{kg/m}^3$ であった。水の音速を $1525\ \text{m/s}$ ⁶⁾、密度を $993\ \text{kg/m}^3$ ⁷⁾ とすると、水とフィルム、あるいはフィルムと水の境界面の反射率 r の値は、式(1)から約 0.15 となる。

フィルム上面からの反射波Sの音圧(振幅) P_s とフィルム下面からの反射波Bの音圧(振幅) P_B は、それぞれ次式のようになる。

$$P_s = P_0 \cdot r \quad (2)$$

Fig.7 Ultrasonic attenuation coefficient

Fig.8 Detected results of silica balls and bubbles

$$P_B = P_0 \cdot r(1-r)^2 \exp(-2t\alpha) \quad (3)$$

ここで、 P_0 ：送信波 I の音圧（振幅）、 α ：減衰定数、である。

式(2)と式(3)から、式(4)が得られる。

$$P_B/P_S = (1-r)^2 \exp(-2t\alpha) \quad (4)$$

フィルム上面と下面からの反射波振幅比 P_B/P_S 、水とフィルムの境界面の音圧反射率 r 、フィルムの厚さ t が明らかであれば減衰定数 α を式(4)から求めることができる。そこで、音圧反射率 r を 0.15、フィルム厚さ t を 210 μm として実験で得られた反射波振幅比 P_B/P_S から減衰定数を求めた。

超音波の周波数と減衰定数 α 、反射波の振幅比 P_B/P_S の関係を図 7 に示す。同図に示されるように、反射波振幅比は指数関数的に小さくなり、周波数 250 MHz では 0.12 となった。つまり、フィルム上面の反射波の 12% の振幅が得られた。減衰定数は周波数が高くなると指数関数的に大きくなり、周波数 250 MHz では約 4.3 Np/mm となることがわかった。

フィルム基板液晶セルで使用するフィルム基板の厚さが 100 μm であるので、求められた減衰定数の値から厚さ 100 μm の場合の反射波振幅比を求めた。その結果、周波数 250 MHz の場合でも反射波振幅比は 0.41 となった。つまり、フィルム基板を伝播して液晶との境界面で反射する反射波振幅は、フィルム基板上面（水とフィルム基板の境界面）の反射波振幅の約 41% の大きさとなり、反射波の検出は十分に可能であると推察できる。

4.3 シリカ球や気泡を混入した試料の観察

フィルム基板液晶セル内部にスペーサとして直径 5 μm のシリカ球と異物として直径 5.5 μm のシリカ球が混入されている試料 C-1 を観察した結果を図 8 に示す。使用した超音波プローブは周波数 250 MHz、焦点径 6 μm である。なお、同図(a)に示すフィルム基板と液晶の境界面 I_1 に焦点を合わせた結果、シリカ球を検出できなかった。この原因としては、シリカ球がフィルム基板とほぼ点接触しており、その接触面積が非常に小さいため、シリカ球とフィルム基板との境界面からの反射波が非常に小さく、観察できなかったと推察される。

そこで、境界面 I_3 に焦点を合わせて観察した結果、同図(c)に示されるように、スペーサあるいは異物として混入されているシリカ球を黒い点として観察することができた。これは、液晶へ伝播した超音波がシリカ球の部分で散乱などのために減衰して、反射波振幅が小さくなったためと考えられる。この結果から、液晶底面（境界面 I_3 ）に焦点を合わせて振幅変化を測定すれば、シリカ球のような微小な異物やスペーサを観察できることがわかった。

次に、同図(b)に示す試料 C-2 を使って気泡検出を行った。使用した超音波プローブは、周波数 250 MHz、焦点径 6 μm である。なお、焦点はフィルムと水の境界面 I_2 に合わせて観察した。

同図(d)に示すように、フィルムと気泡の境界面で超音波がほぼ 100% 反射するため、シリカ球の場合とは異なり気泡部分は白く観察された。なお、同図に示されるように、

今回の試料では約 10 μm 以下の気泡も観察することができた。

水平に置かれた試料では、微小気泡は浮力によって上部フィルムに密着し、面接触する。また、フィルムと気泡の境界面で超音波はほぼ全反射するため、シリカ球よりも気泡の方が検出されやすいと考えられる。

今回の実験では直径 5.5 μm あるいは 5 μm のシリカ球を観察することができたので、同程度の大きさの気泡を観察することが可能であると推察される。

5. 結 言

超音波を利用したフィルム基板液晶セル中の微小気泡検出方法について検討した結果、以下のような知見が得られた。

1. 本研究の範囲内では、超音波の焦点面積の約 0.1 倍（焦点径の約 0.3 倍）の大きさの穴を観察できることがわかった。この結果より、直径 10 μm の気泡の場合には、焦点径が約 33 μm （表 1 から推定すると 85 MHz 程度）の超音波プローブで検出できると推察される。また、焦点径 6 μm の超音波プローブを使った場合には、約 1.8 μm 程度の気泡まで検出できると推察される。
2. 周波数 250 MHz の超音波がフィルムを伝播した場合、その減衰定数は 4.3 Np/mm であった。この結果、周波数 250 MHz の超音波プローブを使用した場合でも、厚さ 100 μm のフィルム基板内を伝播した反射波振幅は、フィルム基板表面からの反射波の約 41% の大きさになると推察される。
3. 液晶を伝播して液晶とフィルム基板の境界面で反射した超音波の振幅変化から、シリカ球のような微小な異物やスペーサを検出できた。
4. 気泡を入れたモデル試料を観察した結果、フィルム基板と水の境界面の反射波振幅変化から、直径約 10 μm 以下の気泡を白く明確に観察することができた。

謝 辞

測定用試料をご提供下さいました次世代モバイル用表示材料技術研究組合に心から感謝いたします。

また、超音波映像装置をはじめとする測定機器をお貸し下さいました株式会社日立エンジニアリング・アンド・サービスに謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 斎藤文彦：精密工学会誌，**63**(4)，520(1997)
- 2) 高橋一：精密工学会誌，**67**(2)，211(2001)
- 3) 池田泰，水田安俊：テレビジョン学会技術報告，**18**(29)，25(1994)
- 4) 田村賢一，小野沢元久：日本機械学会講演論文集，06-1，309(2006)
- 5) 堀純也，塩田真志，川村真未，藤井佳子，尾崎真啓：医療機器学，**79**(7)，152(2009)
- 6) 日本学術振興会製鋼第 19 委員会編：超音波探傷法(改訂新版)，日刊工業新聞社，741(1979)
- 7) 伝熱工学資料(改訂第 4 版)，日本機械学会，331(1986)