

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-71171

(P2004-71171A)

(43) 公開日 平成16年3月4日(2004.3.4)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
HO1B 5/14	HO1B 5/14 A	4F100
B32B 7/02	B32B 7/02 104	5B068
B32B 9/00	B32B 9/00 A	5B087
G06F 3/03	G06F 3/03 310C	5G307
G06F 3/033	G06F 3/03 320G	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 12 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2002-224580 (P2002-224580)	(71) 出願人	000003001 帝人株式会社 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
(22) 出願日	平成14年8月1日(2002.8.1)	(74) 代理人	100099678 弁理士 三原 秀子
		(72) 発明者	原 寛 東京都日野市旭が丘4丁目3番2号 帝人株式会社東京研究センター内
		(72) 発明者	伊藤 晴彦 東京都日野市旭が丘4丁目3番2号 帝人株式会社東京研究センター内
		(72) 発明者	御子柴 均 東京都日野市旭が丘4丁目3番2号 帝人株式会社東京研究センター内
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 タッチパネル用透明導電積層体

(57) 【要約】

【課題】本発明の目的は、タッチパネル用透明導電積層体に形成されてなる透明導電膜の結晶化に着目して、筆記耐久性を向上させたタッチパネル用透明導電積層体を提供することにある。

【解決手段】高分子フィルムの少なくとも一方の面に、実質的に結晶質の酸化インジウムから主としてなる透明導電膜が積層されてなるタッチパネル用透明導電積層体であり、該酸化インジウムの結晶に由来する(222)面からの反射強度をX線回折法により測定し、得られたX線回折強度(I)を該透明導電膜の膜厚(d)で除し、さらに、該反射強度測定におけるX線回折計のX線源の投入電力(P)で除した規格化強度(I/d)/Pが、6~60cps/nm/kWであるタッチパネル用透明導電積層体。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高分子フィルムの少なくとも一方の面に、実質的に結晶質の酸化インジウムから主としてなる透明導電膜が積層されてなるタッチパネル用透明導電積層体であり、該酸化インジウムの結晶に由来する(222)面からの反射強度をX線回折法により測定し、得られたX線回折強度(I)を該透明導電膜の膜厚(d)で除し、さらに、該反射強度測定におけるX線回折計のX線源の投入電力(P)で除した規格化強度(I/d)/Pが、6~60 cps/nm/kWであるタッチパネル用透明導電積層体。

【請求項 2】

当該透明導電積層体における透明導電膜の膜厚が、10~30nmである請求項1に記載のタッチパネル用透明導電積層体。 10

【請求項 3】

当該透明導電膜が、2~7.5重量%の酸化錫を含むこと請求項1または2記載のタッチパネル用透明導電積層体。

【請求項 4】

当該透明導電膜における結晶粒径が20~1000nmであること請求項1~3のいずれかに記載のタッチパネル用透明導電積層体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、タッチパネルに好適な透明導電積層体に関し、特に筆記耐久性に優れた結晶質の透明導電膜を有するタッチパネル用透明導電積層体に関する。 20

【0002】

【従来技術】

近年、液晶表示素子と組み合わせた入力機器としてのタッチパネルが広く普及してきている。そして、デジタル式のスイッチ素子から、ペン入力によるアナログ認識素子まで幅広くPDAデバイスとして使用されている。

【0003】

タッチパネルは、ガラス基板やプラスチック基板を用いた透明導電積層体とPET基板を用いた透明導電積層体の組み合わせで液晶表示素子の上側に重ね合わせて使用されている。このタッチパネルは、通常、液晶表示素子の外側にあるため、タッチパネルの破損時に交換が比較的容易であるが、視認性が若干悪化したり、液晶表示素子の輝度が低下したりする傾向にある。一方で、液晶表示素子の偏光板の内側にタッチパネルを形成し、視認性と輝度を向上させるというタッチパネルも開発されつつある。この場合、プラスチック基板としては光学異方性が小さいものを用いることが必要である。 30

【0004】

このように、タッチパネルは、軽量且つ視認性の向上さらには取替えの容易さなどの多機能性を要求されている。加えて、ペン入力の際にかかる、入力荷重に耐えることの指標である筆記耐久性も要求されている。

【0005】

実はこの筆記耐久性こそ、タッチパネル用透明導電積層体にとって最も重要な機能であり、かかる現在においても、日々改良がなされている点である。 40

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

タッチパネルの筆記耐久性を向上させる方策として、現在二つの方法が検討されている。一つは基板の構成の改良である。そしてもう一つは、タッチパネル用透明導電積層体の透明電極として形成されてなる透明導電膜の改良である。前者の方法は、効果としては高いが新規に貼り合せ工程を導入しなければならない等の煩雑さは否めない。後者の場合、透明導電膜の特性をきちんと把握する必要があり、特に透明導電膜の結晶の状態に関しては十分な注意を払わなければならない。逆に、透明導電膜の結晶の状態をきちんと把握すれ 50

ば、工程での再現性を含めて、非常に筆記耐久性の高い透明導電膜を得ることができる。

【0007】

これは、換言すると良質な結晶を有する酸化インジウム錫に代表される透明導電膜を供給すれば、筆記耐久性の高い透明導電膜を付与したタッチパネル用透明導電積層体を供給できることが期待されるということを示している。さらに、これは、タッチパネルを液晶表示素子の偏光板の外側・内側のいずれに形成した場合においても共通した現象である。

【0008】

本発明は、タッチパネル用透明導電積層体に形成されてなる透明導電膜の結晶化に着目して、筆記耐久性を向上させたタッチパネル用透明導電積層体を提供することを目的としている。

10

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、液晶表示素子と組み合わせて使用されるタッチパネル用透明導電積層体において、より結晶性の高い透明導電膜を用いることが、筆記耐久性を向上させる上で重要であると考えた。そして、様々な組成の酸化インジウム系透明導電膜について鋭意検討した結果、驚くべきことに、X線回折の測定において単位膜厚当りの酸化インジウムの(222)面からの回折強度が一定値以上である透明導電膜において、筆記耐久性が向上することを見出した。

【0010】

通常、酸化インジウム系透明導電膜は酸化インジウムがb i x b i t e型結晶構造をとり、X線回折に現れる回折線は、(222)面、(400)面、(440)面が主となる。

20

【0011】

本発明では、X線回折線強度が最強である(222)面に着目した解析を行った。これは、(222)面がb i x b i t e型結晶構造の最密面であり、結晶化した酸化インジウム系透明導電膜において、最も外部応力に強いことが期待できたからである。

【0012】

本発明者らは、特定の組成範囲の酸化インジウム系透明導電膜において(222)面からのX線回折線強度を一定値以上にすることが可能であり、このときタッチパネルの筆記耐久性が著しく向上することを知見した。

【0013】

ところが、X線回折計は装置によってX線発生源への投入電力が異なり、そのため、回折線強度の絶対値での結晶性の評価が困難であった。また、理論的にX線回折強度を非化学量論的な組成物である酸化インジウム系の透明導電膜について求めることが困難であった。そこで、本発明者らは、酸化インジウムの(222)面からのX線反射強度(cps単位)をX線源への投入電力で規格化することを考えた。

30

【0014】

これは、次の理由に由来する。X線源からの特性X線の強度は、X線源がC o、F e、C u、N iのようなX線発生のための励起エネルギーが比較的小さい金属を管球としている場合、投入電力に比例する。本発明者らは、X線回折装置において発生されてなる特性X線強度がX線源への投入電力と相関していること、さらには、特性X線強度と透明導電膜から得られる(222)面の回折線強度とが比例していることを見出したこと。これは、投入電力を2倍にすると、特性X線強度が2倍になり、さらに得られる回折線強度がおおよそ2倍になることを示している。そして、この現象が装置に依存しないことを見出し、本発明を完成させるきっかけを掴んだ。

40

【0015】

さらに、測定する透明導電膜の膜厚が厚くなると(222)面からの回折強度が膜厚に比例して強くなることを見出した。そして、(222)面からの回折線強度の規格化を膜厚を用いて行えば、透明導電膜の(222)面からの回折線強度を膜厚という製造に起因したパラメータから脱却させ、製造方法に由来しない、膜本来の特性を示すパラメータへと、ステージアップさせることができる。

50

【0016】

こうして上述したX線源への投入電力という評価系のパラメーターと膜厚という製造由来のパラメーターでの2つの規格化により、透明導電膜の膜本来の構造を評価でき、さらに筆記耐久性との相関を知ることができるようになり、本発明を完成させるに至った。ただし、注意すべき点は、X線回折法が集中法であることと、X線源がCo、Fe、Cu、NiのK線を単色化せずに用いること、一定のスリットを設置すること、検出機としてシンチレーションカウンターを使用することである。

【0017】

すなわち本発明は、高分子フィルムの少なくとも一方の面に、実質的に結晶質である酸化インジウムから主としてなる透明導電膜が積層されてなるタッチパネル用透明導電積層体であり、当該透明導電膜の酸化インジウム結晶に由来する(222)面からの反射強度を集中法により測定し、得られたX線回折強度(I)を該透明導電膜の膜厚(d)で除し、さらに、測定を実施したX線回折計のX線源の投入電力(P)で除した規格化強度(I/d)/Pが、6~60cps/nm/kWであることを特徴とし、当該透明導電積層体における透明導電膜の膜厚が、10~30nmであることが好適である。さらに当該透明導電積層体における透明導電膜が酸化インジウムを主成分とし、2~7.5重量%の酸化錫を含むこと及び、当該透明導電積層体における透明導電膜の結晶粒径が20~1000nmであることが好適であるタッチパネル用透明導電積層体である。

10

【0018】

【発明の実施の形態】

次に、本発明の実施の形態について順次説明していく。

20

【0019】

本発明に使用される高分子フィルムとしては、熱可塑性高分子、硬化性高分子が挙げられる。中でも、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン2,6ナフタレートといったポリエステル系高分子、ポリオレフィン系高分子や、ポリカーボネイト、ポリエーテルスルホン、ポリアリレート等の熱可塑性高分子が挙げられる。これらは2種類以上併用してもよい。また光学的機能または熱力学的機能を付与するために、これらの高分子に第二、第三成分を共重合した、共重合高分子を用いることができる。

【0020】

特に、タッチパネルのように筆記耐久性といった強い機械特性が必要なデバイスには、溶融押出し法でフィルムを形成したポリエチレンテレフタレートが好適である。また、光学特性を重要視されるデバイスとしてタッチパネルを用いる場合には、後述のビスフェノール成分を有する透明性が良好なポリカーボネイトが好適である。ポリカーボネイトはホスゲン法で重合し、流延法でフィルムを形成したものが好ましい。また、共重合ポリカーボネイトの重合方法、フィルムの形成方法は、WO00/26705号公報を参照した。

30

【0021】

かかるビスフェノール成分としては、例えば、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(ビスフェノールA)、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン(ビスフェノールZ)、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレン、9,9-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)フルオレンを挙げることができる。

40

【0022】

これらは2種類以上組み合わせてもよい。即ちかかるポリカーボネイトは共重合ポリカーボネイトでもブレンド体でもよい。

【0023】

さらに、新規機能を発現させるために複数の高分子をブレンドした高分子を用いることもできる。さらには、本発明に用いる高分子フィルムは、多層の共押し出し高分子フィルムを用いることもできる。

【0024】

また、高分子フィルムの厚みとしては、0.01~0.4mmのものを使用することがで

50

きるが、0.05～0.2mm程度がタッチパネル用途としては機械的強度の観点より望ましい。また、0.01mm程度の高分子フィルムに透明導電膜を形成した後、他の厚さの大きい高分子フィルムに粘着剤を介して貼り合わせ、全体の膜厚を0.1～0.2mmにして用いても構わない。

【0025】

本発明の透明導電積層体は高分子フィルムとその少なくとも一方の面に形成されるが、透明導電膜との密着性の向上、高分子フィルムの耐久性の向上或いは、高分子フィルムの透過率の向上のために、高分子フィルムと透明導電膜との間、及び/または該透明導電膜が形成された面とは反対の面に、少なくとも一層以上からなるコーティング層を有していても構わない。

10

【0026】

このコーティング層は、無機物または有機物またはそれらの複合材料からなり、その膜厚としては好ましくは0.01～20μmである。より望ましくは、10μm程度に抑制されることが望ましい。コーティング層の形成にはコーターを用いた塗布法や、スプレー法、スピコート法、インラインコート法等が用いられることが多いが、この限りではない。また、スパッタ法、蒸着法といった、Physical Vapor Deposition (以下PVD)、Chemical Vapor Deposition (以下CVD)の手法が用いられても構わない。

【0027】

コーティング層を形成する材料としては、例えばアクリル系樹脂、ウレタン系樹脂、UV硬化系樹脂、エポキシ系樹脂等の樹脂成分やこれらとアルミナ、シリカ、マイカ等の無機粒子の混合物が使われても良い。これらの混合されてなる無機粒子の粒径としては、数nm程度のサイズである超微粒子を用いることができる。或いは、前記したように、高分子フィルムを二層以上の共押し出しによりコーティング層の機能を持たせても構わない。

20

【0028】

PVD、CVDの手法を用いてコーティング層を設けることもできる。例えば、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、酸化珪素、酸化カルシウム、酸化バリウム、酸化錫、酸化インジウム、酸化タンタル、酸化チタン、酸化亜鉛等の酸化物や、窒化珪素、窒化チタン、窒化タンタル等の窒化物、酸化窒化珪素のような酸窒化物、あるいは、弗化マグネシウム、弗化カルシウム等の弗化物を単体あるいは混合したものを形成して用いることができる。このようなコーティング層を有する透明導電積層体は、光学特性としてレターレーションが低く、尚且つ透過率が高いことが望ましい。無論、PVD、CVDの手法で形成されるコーティング層の下地には、密着性の向上や透過率の調整、各種耐久性の向上のために、各種有機材料・無機材料、それらの混合体から構成される層を有しても良い。

30

【0029】

視認性の向上のために光線透過率を高くするために、光学干渉層を透明導電膜の直下に設けてなる構成が望ましい。より具体的には、例えば高屈折率層として超微粒子酸化チタンを含む層を設け、その上に超微粒子酸化ケイ素を含む層を形成して所望の光学干渉層とすることができる。この光学干渉層の効果により、透明導電膜を形成する前の透明積層体は90%近い全光線透過率を示すことができる。

40

【0030】

さらに、透明導電膜の筆記耐久性を補助する作用を持たせ、さらなる筆記耐久性の向上を具現化するためにハードコート層を光学干渉層の下に設置してもよい。ハードコート層としては、熱硬化型樹脂または、放射線硬化型樹脂を用いることができる。具体的には、メチルトリエトキシシラン等のオルガノシラン系熱硬化型樹脂、エーテル化メチロールメラミン等のメラミン系熱硬化型樹脂、ポリエステルアクリレート等の多官能アクリレート系紫外線硬化型樹脂を用いることができる。このハードコート層は、同時にフィラーを添加することでアンチニュートンリング層として活用してもよい。さらには、アンチグレア層として活用してもよい。

【0031】

50

本発明の透明導電積層体は、高分子フィルムの少なくとも一方の面、すなわち片面または両面上に透明導電膜が形成されてなるものである。好ましくは該透明導電膜は、酸化錫を2～7.5重量%含む酸化インジウムよりなる。酸化錫が2重量%未満になると結晶化を起ししやすいものの、室温でも容易に結晶化を起し、その結果タッチパネル製造工程において透明導電膜にクラックを発生させてしまう。一方、酸化錫が7.5重量%を越えると結晶化を起し難くなり筆記耐久性が悪化する。より望ましくは酸化錫を2～5重量%含む酸化インジウムであり、特に望ましいのは酸化錫を3～5重量%含む酸化インジウムである。

【0032】

本発明における、透明導電膜の形成手法としては、例えばDCマグネトロンスパッタリング法、RFマグネトロンスパッタリング法、イオンプレーティング法、真空蒸着法、パルスレーザーデポジション法、これらを複合した形成法等を用いることができるが、大面積に対して均一な膜厚の透明導電膜を形成するという工業生産性に着目すると、DCマグネトロンスパッタリング法が望ましい。

10

【0033】

スパッタリングに用いるターゲットは酸化インジウムに対して酸化錫が2～7.5重量%添加された酸化物焼結ターゲットを用いることが望ましいが、金属インジウムに金属錫を添加した合金ターゲットを用いる、反応性スパッタ法を用いても構わない。

【0034】

本発明では、酸化物焼結ターゲットを用いてDCマグネトロンスパッタリング法により上記透明導電膜を製膜する場合は、該透明導電膜を製膜する真空槽中の圧力(背圧)を一旦 1.3×10^{-4} Pa以下とし、次いで不活性ガス及び酸素を導入する製造方法にて形成することができる。透明導電膜を製膜する真空槽中の圧力は一旦 1.3×10^{-4} Pa以下にすることが、真空槽中に残留し、且つ透明導電膜の特性に影響を与えることが懸念される分子種の影響を低減できるので望ましい。より望ましくは、 5×10^{-5} Pa以下、さらに望ましくは 2×10^{-5} Pa以下である。

20

【0035】

次いで導入される不活性ガスとしては、例えばHe、Ne、Ar、Kr、Xeを用いることができ、原子量の大きな不活性ガスほど形成される膜へのダメージが少なく表面平坦性が向上すると言われている。しかし、コスト面から考えてArが望ましい。この不活性ガスには膜中に取り込まれる酸素濃度を調整するために、分圧に換算して 1.3×10^{-4} ～ 7×10^{-2} Pa台の酸素を添加しても構わない。さらに、酸素の他に O_3 、 N_2 、 N_2O 、 H_2O 、 NH_3 等を目的に応じて用いることができる。

30

【0036】

また、本発明では、透明導電膜を製膜する真空槽中の水の分圧を 1.3×10^{-4} Pa以下とし、次いで不活性ガス及び酸素を導入する製造方法にて形成することができる。水の分圧は、より望ましくは、 4×10^{-5} Pa以下、さらに望ましくは 2×10^{-5} Pa以下に制御できる。

【0037】

本発明では、透明導電膜の結晶サイズを調整するために、水を意図的に 1.3×10^{-4} ～ 3×10^{-2} Paの範囲で導入しても構わない。この調整は、一旦真空を形成した後に、バリアブルリークバルブやマスフローコントローラーを用いて水を導入することで行っても良い。また、真空槽の背圧を制御することによっても実施することができる。基本的には、水は無いことが良質な透明導電膜の結晶を得るためには望ましい。

40

【0038】

本発明における水分圧を決定するときには、差動排気型のインプロセスモニターを用いても良い。またはダイナミックレンジが広く、0.1 Pa台の圧力下においても計測が可能な四重極質量分析計を用いても良い。また、一般的に、 1.3×10^{-5} Pa程度の真空度においては、その圧力を形成しているのは水である。よって、真空計によって計測された値をそのまま水分圧と考えることも構わない。

50

【0039】

本発明においては、基板として高分子フィルムを用いるため、基板温度を当該高分子フィルムの軟化点温度より上昇させることはまずできない。よって、透明導電膜を形成するためには、高分子フィルムの温度は室温以下程度から軟化点温度以下とする必要がある。代表的な高分子フィルムであるポリエチレンテレフタレートの場合、特別な処理を行わないときは基板温度を80以下の温度に保ったまま導電膜を形成することが望ましい。より望ましくは50以下の基板温度にて、さらに望ましくは20以下である。また、耐熱高分子の上であっても、高分子フィルムからのアウトガスの制御という観点より80以下、より望ましくは50以下、さらに望ましくは20以下に設定した基板温度で形成することが望ましい。

10

【0040】

本発明のタッチパネル用透明導電積層体は、色調・光線透過率の観点より透明導電膜の膜厚(d)を10~30nmにすることが望ましい。透明導電膜の膜厚が10nmより小さくなると、膜が不連続になり、抵抗値が著しく増大し、透明導電膜としての機能を消失してしまう。また、膜厚が30nmより厚くなると、光線透過率が著しく低下し始め、タッチパネルとしての機能を消失してしまう。より望ましくは15~25nmの範囲の膜厚であり、さらに望ましくは18~23nmの範囲の膜厚である。

【0041】

また、本発明の透明導電膜の結晶粒径は20~1000nmであることが望ましい。結晶粒径は、透過型電子顕微鏡で測定することが望ましいが、走査型電子顕微鏡での表面の観察や、X線回折法よりDebye-Scherrerの近似式を用いて求めても構わない。結晶粒径が20nmより小さくなると筆記耐久性が悪化し、逆に結晶粒径が1000nmを超えると、透明導電膜内部の結晶粒界が急激に減少し、透明導電膜の移動度の増大をもたらす、これは抵抗値の著しい低下をもたらすので、タッチパネルとしての機能を消失してしまう。

20

【0042】

本発明における透明導電膜は、実質的に結晶質であり、酸化インジウムに基づく結晶(酸化インジウム結晶)に由来する(222)面からの反射強度が強く測定される。本発明によれば、かかる反射強度をX線回折法における集中法にて測定し、得られたX線回折強度(I)を上記膜厚(d)で除し、さらに測定を実施したX線回折計のX線源投入電力(P)で除した規格化強度(I/d)/Pが、6~60cps/nm/kWであることにより、優れた筆記耐久性が実現できる。規格化強度が6cps/nm/kWを下回ると、結晶化が十分でないことが多く、筆記耐久性が悪化する。規格化強度が60cps/nm/kWを超えると、結晶粒が小さくなりすぎて、筆記耐久性が悪化する。筆記耐久性を向上させるためには、特に10~40cps/nm/kWの範囲であることが望ましい。

30

【0043】

酸化インジウム結晶は、bixbite型の結晶格子を有する。酸化インジウム結晶格子は、その格子定数を本発明における透明導電膜の組成範囲である酸化錫濃度の範囲においては、変化させない。特に、X線回折装置のX線源がCuK線を用いている場合には、約30.5°(2θ)に、(222)面からの反射を与える。X線回折強度は、集中法で測定する。X線回折測定の光学系は、X線源から発生したX線が、垂直方向の発散を制限するソーラスリットを通り、その後、1°の幅を持った発散スリットを通過し、試料に照射される。試料から反射された回折線は、1°の幅を持った散乱スリットを通過し、再度垂直方向の発散を制限するソーラスリットを通過し、0.15°の受光スリットを通過し、グラフィットのモノクロメーターを通過した後に検出器であるシンチレーションカウンターに到達する。シンチレーションカウンターの前には0.45°の第二受光スリットを置くことができる。ソーラスリットを除く、発散スリット、散乱スリット、受光スリットの幅は、測定装置が異なるときにも同一にすることが望ましい。

40

【0044】

X線源は、Co、Fe、Cu、Niのうちいずれかを用いることができる。しかし、X線

50

源が異なると回折線の観測される角度が異なるので、Cuを用いることが望ましい。またX線は単色化せずに用いることが望ましい。

【0045】

X線源へ投入する電力は、管球の種類にもよるが、回転対陰極の場合には10kW(50kV×200mA)の電力を投入することが望ましい。封入管の場合には1.6kW(40kV×40mA)の電力を投入することが望ましい。必ずしもこの投入電力である必要はないが、投入電力のうち、印加電圧は40kV以上が望ましい。これより小さくなると、発生させる特性X線強度が、投入電力に対して比例関係を示さなくなることがある。

【0046】

測定に用いる試料の膜厚は、一般に用いられている手法を用いて求めることができる。代表的な手法としては、一定時間の成膜を基板に実施し、基板の上に粘着テープにて成膜後に膜を剥離できるエリアを予め作っておき、そこに発生する段差を段差計或いは原子間力顕微鏡で測定し、成膜レートを求め、実際の成膜時間から、膜厚を計算するという手法である。或いは、蛍光X線分析法や、ラザフォード後方散乱法を用いて求めることもできる。

【0047】

【実施例】

以下に実施例を示すが、本発明は、これらに制限されるものではない。

【0048】

X線回折は、Rigaku製RU300を使用して測定した。X線源は回転対陰極型でCuK α 線を単色化せずに用いた。X線源への投入電力は10kW(50kV×200mA)とした。X線回折は集中法で測定した。スリットは、発散スリット、散乱スリットが1°で、受光スリットが0.15°とした。グラフアイトモノクロメーターを設置し、シンチレーションカウンターで酸化インジウムの結晶の(222)面からの回折線強度を測定した。

【0049】

全光線透過率は、日本電色社製300Aを用いた。

【0050】

比抵抗は、四端子抵抗計である三菱化学製Lorestamp MCP-T350を用いて表面抵抗を測定し、蛍光X線法で測定した膜厚の積として計算で求めた。

【0051】

結晶粒径は、日本電子製JEM-2000透過型電子顕微鏡写真から平均結晶粒径を求めた。

【0052】

筆記耐久性は、250gの荷重をかけた先端が0.8Rのポリアセタール製のペンを用いて、直線往復30万回を実施した後の、外観を観察することで評価した。

【0053】

実施例、比較例のデータは、表1にまとめた。

【0054】

[実施例1]

基板として、厚さ188 μ mのポリエチレンテレフタレートフィルム(帝人デュポンフィルムズ製OFW)を用いた。該基板の両面に、3 μ m厚のウレタンアクリル系UV硬化樹脂を用いたコーティングによるハードコート層を付与し、さらにテトラブトキシチタネートに酸化ケイ素超微粒子を加えて形成した膜厚50nmの高屈折率層とアルコキシシランを加水分解して形成した膜厚45nmの低屈折率層から構成される反射防止層をその片面に形成した。

【0055】

到達真空度を1.3E-5Pa以下とした後、酸素を1.3E-2Pa導入した。そこへ、プロセスガスとしてArを導入し全圧を0.4Paとした。そして、3wt%の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに1W/cm²の電力密度で電力を投入し、DCマ

マグネトロンスパッタリング法により、反射防止層の上に透明導電膜を20 nm積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は $1.3 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は88%であった。

【0056】

この積層体を130 °Cの恒温槽中で4時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $1.5 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は89%であった。透明導電膜の(222)面からのX線回折強度の規格化強度は 10 cps/nm/kW であった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約100 nmであった。筆記耐久性の結果は良好であった。

【0057】

[実施例2]

実施例1と同じコーティングを施したポリエチレンテレフタレート基板を用いて、到達真空度を $2.7 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 以下とした後、酸素を $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 導入した。そこへ、プロセスガスとしてArを導入し全圧を 0.4 Pa とした。そして、3 wt%の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに 4 W/cm^2 の電力密度で電力を投入し、DCマグネトロンスパッタリング法により、反射防止層の上に透明導電膜を20 nm積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は $1.0 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は89%であった。

10

【0058】

この積層体を130 °Cの恒温槽中で4時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $1.3 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は90%であった。透明導電膜の(222)面からのX線回折強度の規格化強度は 42 cps/nm/kW であった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約80 nmであった。筆記耐久性の結果は良好であった。

20

【0059】

[実施例3]

実施例1と同じコーティングを施したポリエチレンテレフタレート基板を用いて、到達真空度を $2.7 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 以下とした後、酸素を $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 導入した。そこへ、プロセスガスとしてArを導入し全圧を 0.4 Pa とした。そして、5 wt%の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに 4 W/cm^2 の電力密度で電力を投入し、DCマグネトロンスパッタリング法により、反射防止層の上に透明導電膜を20 nm積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は $1.3 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は88%であった。

30

【0060】

この積層体を130 °Cの恒温槽中で4時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $1.5 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は89%であった。透明導電膜の(222)面からのX線回折強度の規格化強度は 38 cps/nm/kW であった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約120 nmであった。筆記耐久性の結果は良好であった。

【0061】

[実施例4]

基板として、厚さ100 μm のポリカーボネイト(帝人製 ピュアエース)を用いた。基板の両面に3 μm 厚のウレタンアクリル系UV硬化樹脂を用いたコーティングによるハードコート層を付与し、さらに実施例1と同様の反射防止層をその片面に形成した。

40

【0062】

到達真空度を $1.3 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 以下とした後、酸素を $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 導入した。そこへ、プロセスガスとしてArを導入し全圧を 0.4 Pa とした。そして、3 wt%の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに 1 W/cm^2 の電力密度で電力を投入し、DCマグネトロンスパッタリング法により、反射防止層の上に透明導電膜を20 nm積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は $1.0 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ であり、全光線透過率は89%であった。

【0063】

この積層体を130 °Cの恒温槽中で4時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $1.2 \times 10^{-3} \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$

50

- 3 · c mであり、全光線透過率は90%であった。X線回折強度の規格化強度は12 cps / nm / kWであった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約110 nmであった。筆記耐久性の結果は良好であった。

【0064】

[実施例5]

実施例4と同じコーティングを施したポリカーボネイト基板を用いて、到達真空度を1.3E-4 Pa以下とした後、酸素を1.3E-2 Pa導入した。そこへ、プロセスガスとしてArを導入し全圧を0.4 Paとした。そして、5 wt %の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに4 W / cm²の電力密度で電力を投入し、DCマグネトロンスパッタリング法により、基板温度5 のポリエチレンテレフタレート基板上へ、透明導電膜を20 nm積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は0.9E-3 · c mであり、全光線透過率は89%であった。

【0065】

この積層体を130 の恒温槽中で4時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は1.0E-3 · c mであり、全光線透過率は90%であった。X線回折強度の規格化強度は25 cps / nm / kWであった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約90 nmであった。筆記耐久性の結果は良好であった。

【0066】

【表1】

	基板	ITO膜厚	比抵抗1	透過率1	比抵抗2	透過率2	規格化強度	結晶粒径	筆記耐久性
実施例1	PET	20	1.3E-04	88	1.5E-03	89	10	100	○
実施例2	PET	20	1.0E-04	89	1.3E-03	90	42	80	○
実施例3	PET	20	1.3E-03	88	1.5E-03	89	38	120	○
実施例4	PC	20	1.0E-03	89	1.2E-03	90	12	110	○
実施例5	PC	20	9.0E-04	89	1.0E-03	90	25	90	○
比較例1	PET	20	6.0E-04	84	6.5E-04	85	5	1500	△
比較例2	PET	20	2.0E-03	88	3.0E-03	88	75	60	×
比較例3	PET	20	1.0E-03	87	1.2E-03	88	3	60	×

P E T : ポリエチレンテレフタレート

P C : ポリカーボネイト

比抵抗2、透過率2は130 4時間の熱処理後の値

比抵抗の単位は · c m、透過率の単位は%、X線回折強度の規格化強度の単位は cps / nm / kW、結晶粒径の単位は nm

【0067】

[実施例6]

実施例5の試料の(222)面からのX線回折強度をX線源への投入電力を6.4 kW (40 kV、160 mA)として測定した。その結果得られたX線回折強度の規格化強度は、21 cps / nm / kWであった。これは、X線源への投入電力と(222)面からのX線回折強度がほぼ比例していることを示している。

【0068】

[比較例1]

実施例1と同じコーティングを施したポリエチレンテレフタレート基板を用いて、到達真空度を1.3E-5 Pa以下とした後、酸素を3.3E-3 Pa導入した。そこへ、プロセスガスとしてArを導入し全圧を0.4 Paとした。そして、5 wt %の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに1 W / cm²の電力密度で電力を投入し、DCマグネトロンスパッタリング法により、反射防止層上へ、透明導電膜を20 nm積層した。この積

層体の、成膜直後の比抵抗は $6.0 \times 10^{-4} \text{ cm}$ であり、全光線透過率は 84% であった。

【0069】

この積層体を 130 の恒温槽中で 4 時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $6.5 \times 10^{-4} \text{ cm}$ であり、全光線透過率は 85% であった。X 線回折強度の規格化強度は 5 cps/nm/kW であった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約 1500 nm であった。筆記耐久性の結果、透明導電膜が削れ始めていた。さらに抵抗値がタッチパネル用途としては低減しすぎていた。

【0070】

[比較例 2]

実施例 1 と同じコーティングを施したポリエチレンテレフタレート基板を用いて、到達真空度を $1.3 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 以下とした後、酸素を $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 導入した。そこへ、プロセスガスとして Ar を導入し全圧を 0.4 Pa とした。そして、1 wt% の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに 1 W/cm^2 の電力密度で電力を投入し、DC マグネトロンスパッタリング法により、反射防止層上へ、透明導電膜を 20 nm 積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は $2.0 \times 10^{-3} \text{ cm}$ であり、全光線透過率は 88% であった。

10

【0071】

この積層体を 130 の恒温槽中で 4 時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $2.2 \times 10^{-3} \text{ cm}$ であり、全光線透過率は 88% であった。X 線回折強度の規格化強度は 75 cps/nm/kW であった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約 60 nm であった。透明導電積層体にクラックが発生した。筆記耐久性の結果、透明導電膜が剥がれ始めていた。

20

【0072】

[比較例 3]

実施例 1 と同じコーティングを施したポリエチレンテレフタレート基板を用いて、到達真空度を $6.7 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ 以下とした後、酸素を $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 導入した。そこへ、プロセスガスとして Ar を導入し全圧を 0.4 Pa とした。そして、5 wt% の酸化錫を含む酸化インジウム焼結ターゲットに 4 W/cm^2 の電力密度で電力を投入し、DC マグネトロンスパッタリング法により、反射防止層上へ、透明導電膜を 20 nm 積層した。この積層体の、成膜直後の比抵抗は $1.0 \times 10^{-3} \text{ cm}$ であり、全光線透過率は 87% であった。

30

【0073】

この積層体を 130 の恒温槽中で 4 時間熱処理を行った。その結果、比抵抗は $1.2 \times 10^{-3} \text{ cm}$ であり、全光線透過率は 88% であった。X 線回折強度の規格化強度は 3 cps/nm/kW であった。透過型電子顕微鏡にて観察した結晶粒径は約 60 nm であった。筆記耐久性の結果、透明導電膜が剥がれ始めていた。

【0074】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、規格化強度を一定の範囲にした透明導電膜を高分子フィルム上に形成した透明導電積層体は、筆記耐久性の良好なタッチパネル用として極めて有用である。

40

フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁷

F I

テーマコード(参考)

G 0 6 F 3/033 3 6 0 H

Fターム(参考) 4F100 AA17B AA28B AK01A BA02 BA10A BA10B GB41 JG01B JL00 JM02B
JN01B YY00B
5B068 AA22 AA33 BB06 BC08
5B087 AA04 CC01 CC13 CC14 CC16 CC37
5G307 FA02 FB01 FC02