

## 複合酸化物ガスバリア膜の緻密性と均一性の評価

### Evaluation of density and uniformity of complex oxide gas barrier films

東レ株式会社<sup>1</sup>、<sup>○</sup>山王堂 尚輝<sup>1</sup>、森藤 亨<sup>1</sup>、佐藤 誠<sup>1</sup>

Toray Industries, Inc.<sup>1</sup>

<sup>○</sup>Naoki Sannoudo<sup>1</sup>, Toru Morifuji<sup>1</sup> and Makoto Sato<sup>1</sup>

E-mail: naoki.sannoudo.v8@mail.toray

#### はじめに

薄膜太陽電池や有機デバイスの封止に用いられる、水蒸気透過率 (WVTR) が  $10^{-3}$  g/m<sup>2</sup>/day 台以下の超ハイバリアフィルムにおいて、ガスバリア層はスパッタや CVD 等の成膜方法で形成されており、低コスト化が課題だった。当社は、高速成膜が可能な真空蒸着法で2種の酸化物材料を同時に蒸着することで緻密なバリア膜を形成した超ハイバリアフィルムの開発を行っている。一方真空蒸着法はスパッタに比べ薄膜の緻密性や均一性に不利と言われていた。そこで、成膜法や材料組成の異なる複合酸化物膜の酸化状態の均一性を評価し、薄膜の緻密性やバリア性との関係を調査した。

#### 実験方法

PETフィルム基材上に、酸化物を蒸着源として電子ビーム蒸着により酸化物薄膜を形成した。複合酸化物層を成膜する場合は、2種の酸化物蒸着源に照射する電子線の強度を変更することで、2つの酸化物の組成比率を調整した (Fig. 1)。バリア層の膜厚は 100 nm ~ 200 nm とした。また、比較としてスパッタ法により複合酸化物バリア層を成膜したサンプルを作製した。バリア層の緻密性の指標として、陽電子消滅寿命法 (PALS) によりナノレベルの平均自由体積を測定した。また組成の均一性の指標として、X線光電子分光 (XPS) によりバリア層中の O 1s 結合エネルギーを測定し、ピーク半値幅を算出した。

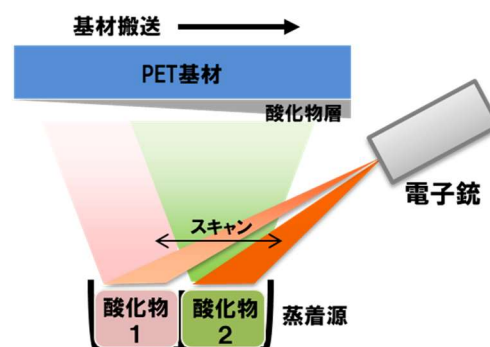


Fig.1 Schematic of the binary deposition of two types of oxides by electron beam heating.

Table 1 Measurement results of various oxide barrier layers fabricated by electron beam heating or DC sputtering.

No.	バリア層材料	成膜方法	WVTR [g/m <sup>2</sup> /day]	細孔平均体積 [nm <sup>3</sup> ]	O1s半値幅 [eV]
1	酸化物A	真空蒸着	>0.5	0.16	1.7
2	酸化物A+B	真空蒸着	$1.2 \times 10^{-2}$	0.15	2.7
3	酸化物A+B	真空蒸着	$2.6 \times 10^{-3}$	0.13	2.2
4	酸化物A+B	スパッタ	$1.2 \times 10^{-3}$	—	2.6
5	酸化物A+C	スパッタ	$3.0 \times 10^{-4}$	<0.1	2.0

#### 結果

Table 1 に作製したバリア層の各測定結果を示す。No.1 は酸化物 A の単膜、No.2、3 は真空蒸着法による酸化物 A、B の複合酸化物膜であり、No.2、3 は組成比率が異なる。No.4 はスパッタ法による酸化物 A、B の複合酸化物膜、No.5 はスパッタ法による違う組成の複合酸化物膜である。同じ成膜方法や同じ材料組合せで比較すると、O1s 半値幅が小さい方が、バリア性や緻密性が良い。2種の酸化物が混在した層であれば、O1s ピークは少なくとも2つのピークを合成したプロファイルとなるが、半値幅が小さいことは、2つの酸化物が分子レベルでアロイ化し、膜内に均一に分布している傾向を示唆している。真空蒸着法においても、これらの指標を頼りに緻密な組成状態を探索することで、スパッタ膜に近づけられる可能性がある。