

## 研究論文

## レーザーを用いた繊維・樹脂の表面微細加工とその効果

石川和昌\*1、三輪幸弘\*2、伊藤靖天\*2、河田圭一\*3

## Effect of Surface Micro Texture on Fiber and Resin by Using Laser

Kazumasa ISHIKAWA\*1, Yukihiro MIWA\*2, Yasutaka ITO\*2 and Keiichi KAWATA\*3

Owari Textile Research Center\*1 Industrial Research Center\*2

繊維の機能性表面加工手法として超短パルスレーザーを用いた表面微細加工の検討を行った。ピコ秒パルスレーザー加工により、ポリエステル繊維表面に幅・深さ数  $\mu\text{m}$  の溝加工ができた。また、加工条件を調整することで、ポリエステル繊維表面にナノ周期構造を形成可能であることが確認できた。微細形状付与による機能性向上を確認するため、PET 樹脂フィルム表面にレーザー加工で微細形状を作製した。その結果、微細形状により接触角の制御ができ、親水性と撥水性の制御が可能であることがわかった。

## 1. はじめに

繊維製品に必要な機能には、撥水性、撥油性、親水性、汚れ防止、耐摩耗性などがあり、その機能性付与には各種の表面処理技術が用いられる。繊維の表面処理技術には、化学薬品を用いた化学処理法が一般的に利用される。化学薬品の使用量削減にはレーザー加工やプラズマ加工を利用した物理処理法が有効であるがあまり普及していない。最近では、バイオメティクスの視点から材料表面に微細なテクスチャを形成することで機能性表面とする研究例が報告されている<sup>1)</sup>。表面加工手法としてのレーザー加工は金属材料を対象に実用化が進んでいるが、繊維の表面加工への適用は進んでいない。

当センターではこれまでの研究で超短パルスレーザーを用いた切削工具への微細形状形成や炭素繊維強化樹脂の精密切断などを行ってきた<sup>2)~4)</sup>。そこで本研究ではレーザー微細加工技術の繊維表面加工への適用を目指し、繊維表面に幅・深さ数  $\mu\text{m}$  のレーザー加工が可能な条件を検討する。また、レーザーの表面波干渉によるナノ周期構造の形成<sup>5)</sup>が繊維表面に適用可能かどうかについても検討を行う。これらのレーザー加工により繊維や樹脂の表面に微細形状を形成することで親水性や撥水性を付与しその機能向上を目指す。

## 2. 実験方法

## 2.1 ピコ秒パルスレーザー加工

レーザー加工には波長 355nm、パルス幅 8ps のピコ秒パルスレーザー(EKSPLA 社製 Atlantic6)を使用した。レーザー光は本体から発振された後、ミラーで反射されて加工ステージの上部から集光レンズを通してサンプル

に照射される。このとき加工ステージを XY 方向に駆動することでライン加工が可能となる。レーザー発振時のビーム径は 1.8mm であり、ビームエキスパンダーで 2.5 倍に拡大した後、対物レンズで集光されサンプル照射時のスポット径は約  $1\mu\text{m}$  となる。

加工サンプルにはポリエステル繊維織物を使用した。レーザーのパルスエネルギー、ショット間隔、スポット位置を表 1 の範囲で調整して加工を行い、ポリエステルの微細加工に最適な加工条件の検討を行った。なお、ショット間隔はレーザーの発振繰り返し周波数とステージの送り速度から計算した。

レーザー加工後のポリエステル繊維は電子顕微鏡を用いて加工部の観察を行い、加工部の状態から最適な加工条件を判断した。

表 1 レーザー加工条件

レンズ	対物レンズ 20 倍 (f 値 10mm)
パルスエネルギー	0.01~0.53 $\mu\text{J}$
ショット間隔	0.01~0.36 $\mu\text{m}$
スポット位置	Z:20~+60 $\mu\text{m}$ ※サンプル表面から

## 2.2 ナノ周期構造の形成

ナノメートルオーダーの微細加工の可否を確認するため、繊維表面にナノ周期構造が形成可能かどうか加工実験を行った。加工サンプルにはポリエステル繊維織物を使用した。レーザー装置は 2.1 と同様である。レンズにはレーザー光をライン状に拡散できるシリンドリカル

\*1 尾張繊維技術センター 機能加工室(現産業技術センター室) \*3 産業技術センター 自動車・機械技術室

\*2 尾張繊維技術センター 機能加工

レンズを使用した。レーザー光をY方向に拡散して、加工ステージをX方向に駆動して1回のみ加工を行った。

表2に示す加工条件で試験を行い、加工後のポリエステル繊維を電子顕微鏡、原子間力顕微鏡を用いて観察し、ナノ周期構造形成の確認と加工部の形状・寸法の測定を行った。

表2 レーザー加工条件

レンズ	シリンドリカルレンズ (f 値 100mm)
パルスエネルギー	0.42~1.37 $\mu$ J
ショット間隔	0.01~0.1nm
スポット位置	Z+3~+4mm ※単レンズ (f 値 100mm) で焦点調整位置から

### 2.3 PET 樹脂フィルム表面への微細形状の形成

表面が平坦な材料として PET 樹脂フィルム(厚さ 50 $\mu$ m、黒)を用意してレーザー微細加工を行い、格子状の微細形状加工サンプルの作製と、加工形状の確認を行った。レーザー装置、レンズは2.1と同様であり、スポット位置は Z0mm(サンプル表面から)とした。加工条件を表3に示す A~H として8種類の微細形状サンプルを作製した。

表3 レーザー加工条件

	パルス エネルギー ( $\mu$ J)	ショット 間隔 ( $\mu$ m)	加工ライン のピッチ ( $\mu$ m)
A	0.53	0.18	10
B	0.33	0.72	10
C	0.53	0.72	10
D	0.8	0.72	10
E	0.33	0.72	7
F	0.53	0.72	7
G	0.8	0.72	7
H	0.53	0.72	15

### 2.4 PET 樹脂フィルムへ形成した微細形状の接触角評価

2.3で作成した PET 樹脂フィルムの加工部の接触角を測定し、親水性・撥水性の評価を行った。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 ピコ秒パルスレーザー加工

表1の条件でポリエステル繊維のレーザー加工を行った結果、パルスエネルギーの強弱やスポット位置によ

て加工ができない条件や繊維が損傷する条件が見られた。例としてパルスエネルギー0.53 $\mu$ J、ショット間隔0.12 $\mu$ m、スポット位置を図の上から順に Z-20~+60mm として列状にライン加工したときの電子顕微鏡写真を図1に示す。スポット位置の違いによりレーザー光のフルエンス(単位面積あたりのエネルギー)が変わるため、フルエンスが低下するデフォーカス条件では熱影響による繊維の溶融が生じた。Z0mm のフォーカス条件では、アブレーション的な加工が成立した。また、繊維径に対して加工量が大きいため、フルエンスの調整が必要であることがわかった。

パルスエネルギー0.03 $\mu$ J、ショット間隔 0.18 $\mu$ m、スポット位置 Z0mm として6 $\mu$ m ピッチの格子状に加工したときの電子顕微鏡写真を図2に示す。図から加工条件の調整により、繊維表面に幅 1~2 $\mu$ m の溝を加工部周囲の損傷を抑えて加工できることがわかった。

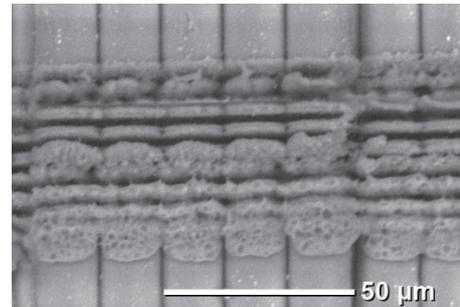


図1 レーザー加工による繊維の損傷

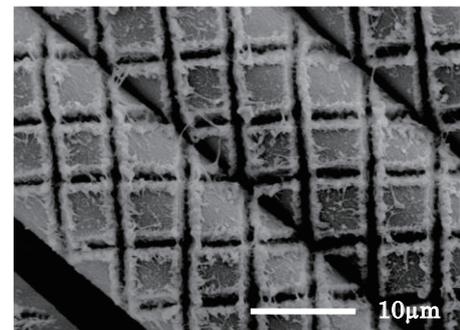


図2 繊維のレーザー微細加工

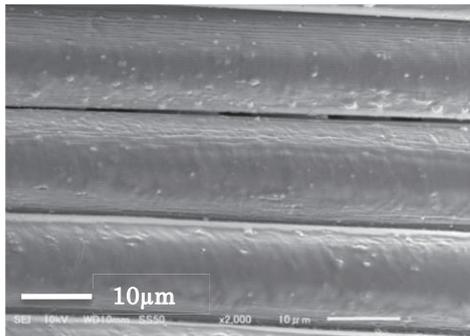
### 3.2 ナノ周期構造の形成

図3にパルスエネルギー1.0 $\mu$ J、ショット間隔0.01nm、スポット位置 Z+3.5mm で加工したときの電子顕微鏡写真を示す。加工範囲の一部に写真のようなナノ周期構造の形成が確認できた。表2の条件で加工試験を行った結果、パルスエネルギー0.8~1.1 $\mu$ J、ショット間隔0.01~0.015nm、スポット位置 Z+3.5mm で加工したときに、同様にナノ周期構造の形成が可能であった。

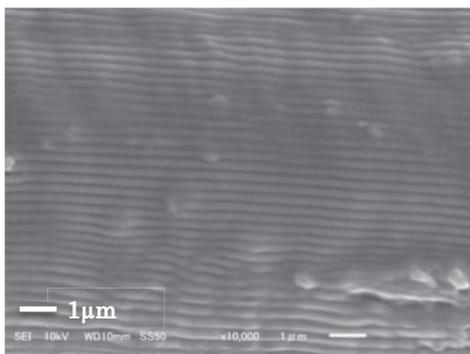
次に、上記のナノ周期構造を原子間力顕微鏡で計測したときの3D形状を図4に示す。微細形状の断面プロ

ファイルを計測したところ、幅 191nm、高さ 46nm 程度の微細形状が形成されていることが確認できた。

この結果から、加工条件を調整することでピコ秒パルスレーザーによるポリエステル繊維表面のナノ周期構造の形成が可能であることが確認できた。ただし、本加工条件では加工速度が 0.001mm/sec とかなり遅いこと、レーザー照射部全体に均一に加工できなかったことから本装置では実用的な加工速度でのナノ周期構造の形成は難しいことがわかった。



(a) 繊維表面



(b) ナノ周期構造

図3 ナノ周期構造の形成

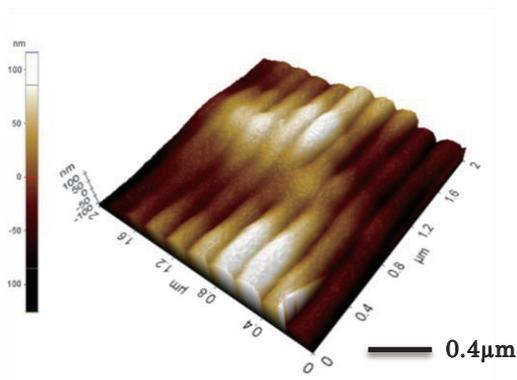


図4 原子間力顕微鏡計測結果

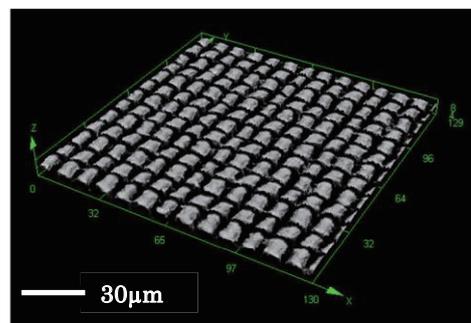
### 3.3 PET 樹脂フィルム表面への微細形状の形成

加工条件 A~D の溝形状(幅・深さ)のレーザー顕微鏡計測結果を表4に示す。なお、計測値は計測箇所による

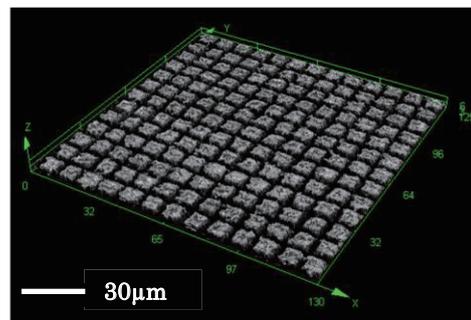
バラつきを減らすため、10箇所測定して平均値を求めた。レーザー光のフルエンスが上がると溝幅、溝深さは大きくなる傾向が見られた。加工形態の一例として加工条件 A・C の溝形状のレーザー顕微鏡観察結果を図5に示す。ショット間隔の違いにより溝部の加工量に差が見られた。

表4 溝幅・溝深さの計測結果

	溝幅 ( $\mu\text{m}$ )	溝深さ ( $\mu\text{m}$ )
A	4.2	4.2
B	3.0	1.9
C	3.2	2.1
D	3.9	3.4



(a) 加工条件 A



(b) 加工条件 C

図5 レーザー顕微鏡観察結果

### 3.4 PET 樹脂フィルムへ形成した微細形状の接触角評価

加工条件 A・C の加工部の接触角測定画像を図6に示す。未加工の PET 樹脂フィルム表面の接触角は  $78^\circ$  であった。レーザー微細加工を行った PET 樹脂フィルム表面の接触角は加工条件 A のサンプルで  $117^\circ$  となり撥水性となった。対して、加工条件 C のサンプルでは  $31^\circ$  となり親水性となった。

加工条件 A と C の違いはショット間隔の違いであり、ショット間隔が小さい加工条件 A では近接した箇所でも繰り返し加工が行われることで、溝幅、溝深さが大きくなり、溝のエッジ部も加工されており、平坦部の少ない形

状となった。接触角測定時の観察では、加工条件Aのサンプル上に近づけた水滴は丸くなるのに対して、加工条件Cのサンプル上に近づけた水滴は吸い込まれるように表面に広がった。平坦部と溝部の形状の違いにより溝の中の水の流れやすさが異なり、接触角に影響したと考えられる。

加工条件 B~H で加工したサンプルの接触角測定結果を図7に示す。パルスエネルギーの増加により接触角が低下する傾向が見られた。パルスエネルギーを上げると、表4に示すとおり溝幅・溝深さが増えるため、接触角測定時の水滴の溝部への侵入量が増えて接触角が下がると推察される。また、ピッチが小さいほど接触角が低下する傾向が見られた。ピッチを小さくすると、溝の本数が

増えるため、接触角測定時の水滴の溝部への侵入量が増えて接触角が下がると推察される。

本実験結果から、微細形状を制御することで同一の素材表面に対して親水性と撥水性の制御が可能であることが確認できた。

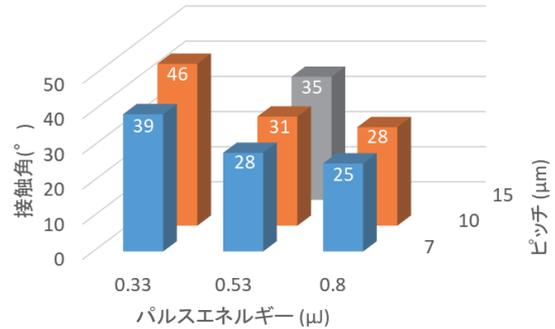


図7 接触角測定結果

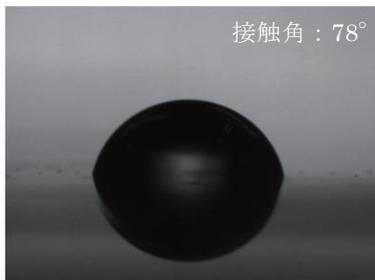
#### 4. 結び

本研究の結果は、以下のとおりである。

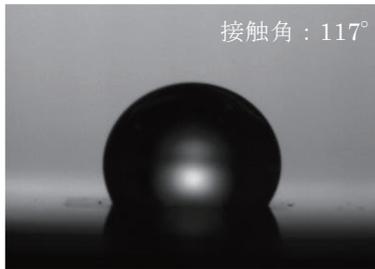
- (1) レーザー加工条件を調整することで繊維表面に幅数 μm の微細形状加工が可能であった。
- (2) ピコ秒パルスレーザー加工によりナノ周期構造の形成ができた。
- (3) PET 樹脂フィルムの表面微細加工により親水性や撥水性が向上した。また、表面微細形状により接触角の制御が可能であった。

#### 文献

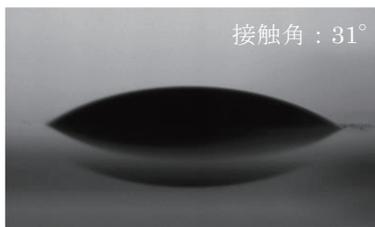
- 1) 山口昌樹: 研究開発リーダー, **14**(9), 66(2017)
- 2) 河田圭一, 山田圭二, 石川和昌: 愛知県産業技術研究所研究報告, **8**, 14(2009)
- 3) 河田圭一, 石川和昌: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **2**, 8(2013)
- 4) 石川和昌, 河田圭一, 天野和男: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **1**, 50(2012)
- 5) 沢田博司, 川原公介, 二宮孝文, 黒澤宏, 横谷篤至: 精密工学会誌, **69**(4), 554(2003)



(a) 未加工



(b) 加工条件 A



(c) 加工条件 C

図6 接触角測定画像