

## 研究ノート

無機・有機複合体によるポリカーボネート用ハードコート<sup>1</sup>の作製山田圭二<sup>\*1</sup>、行木啓記<sup>\*2</sup>、吉元昭二<sup>\*3</sup>、加藤一徳<sup>\*3</sup>

## Preparation of Inorganic-Organic Hybrid Hardcoat on Polycarbonate Substrate

Keiji YAMADA<sup>\*1</sup>, Hirofumi NAMEKI<sup>\*2</sup>, Shoji YOSHIMOTO<sup>\*3</sup>  
and Kazunori KATOH<sup>\*3</sup>Industrial Technology Division, AITEC<sup>\*1\*2\*3</sup>

ポリビニルブチラール (PVB)、アルコキシシラン、エポキシシラン及びアミノシランを 2-プロパノール中で反応させ、それを透明ポリカーボネート基板にコーティングすることで、無機・有機複合体ハードコート試料を作製した。原料の組成比を適切な値に設定することで、良好な密着性を有し、ハードコート膜として使用可能な鉛筆硬度 H 程度を有する透明均一な薄膜を作製することができた。

## 1. はじめに

ポリカーボネートは、ガラスに比べて耐衝撃性に優れ、軽量化、かつ成形加工が容易である等の利点を有しており、これらの利点を活かして携帯電話やノートパソコンの LCD パネル等多くの分野で利用されている。しかし、ポリカーボネートは傷つき易いため用途によっては表面をハードコートで覆うことが必要となる。そのようなコート材料の一つとして、著者らは、耐衝撃性に優れた有機物質であるポリビニルブチラール (PVB) と、耐擦傷性 (硬さ) に優れた無機物質であるシリカあるいはチタニアを複合化させることにより、従来ではトレードオフの関係にある耐衝撃性と耐擦傷性を兼ね備えた新規材料を開発した<sup>1~5)</sup>。

本研究では、この新規材料にこれまで添加されていた高価なコロイダルシリカを使わず、PVB とシラン化合物のみで組成比を変えて基板上にコーティングし、外観や密着性、表面硬度の基本的特性を評価した。

## 2. 実験方法

## 2.1 試料作製

平均分子量 170,000-250,000、ブチラール度 80%、水酸基 17.5-20%、アセタール化度 0-2.5% のアルドリッチ製 PVB の 5% 2-プロパノール溶液に、所定量の信越化学製テトラエトキシシラン (TEOS)、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (GPTMS)、3-アミノプロピルトリエトキシシラン (APTES) 及び塩酸 (PVB 1.0g 当たり 50  $\mu$ l) を滴下し攪拌した。攪拌後、この溶液を透明ポリカーボネート基板にスポイトで滴下して塗布し、基板ごとシャーレに入れ、60°C で 24 時間放置させた後、

シャーレから取り出して 130°C で 24 時間乾燥させて、試料を作製した。

なお、成分量については、PVB は仕込み量、TEOS、GPTMS 及び APTES についてはすべてシリカ (SiO<sub>2</sub>) に変化したと仮定して総量を算出した。

## 2.2 密着性及び表面硬度評価

密着性及び表面硬度は、旧規格 JIS K 5400 に規定されている基盤目剥離試験及び鉛筆引っ掻き試験法に準じて評価した。

## 2.3 ナノインデンテーション法による膜の硬さ測定

ナノインデンテーション法<sup>6)</sup>による膜の硬さ (荷重/接触投影面積で定義されるマイヤー硬さ pm) は、極微小荷重を連続的に変えて三角錐型圧子を膜に押し込み、得られた除荷曲線を解析することにより圧子の接触深さ  $h_c$  での投影面積を求めて算出した。

## 3. 実験結果及び考察

PVB、TEOS、GPTMS 及び APTES の各組成比を変化させた試料の、外観、密着性及び表面硬度の評価をした。結果を表 1 に示す。外観は、PVB 20wt% 以上の組成比で良好であり、10wt% 以下は不良であった。また、APTES 10wt% は良好であったが、5wt% 以下では不良であった。この結果より、PVB 20wt% 以上かつ APTES 10wt% の組成のとき外観を透明均一にできることがわかった。密着性は、どの PVB の組成比でも GPTMS の組成比が大きいと良好となるが、TEOS の組成比が大きいと不良になり、PVB 30wt% 以下 APTES 10wt% の組成比のときは、TEOS/GPTMS  $\leq 1$  の条件で密着性を良好にできることがわかった。表面硬度は、どの PVB の組

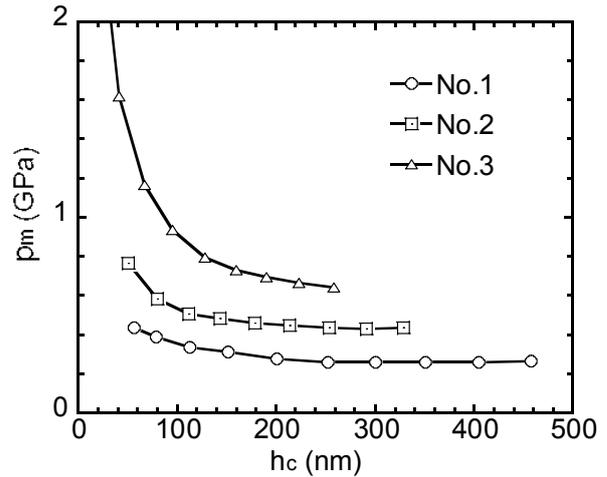
\*1 基盤技術部 \*2 工業技術部 材料技術室 (現基盤技術部) \*3 工業技術部 材料技術室

成比でも TEOS の組成比が 0wt% のときは F であったが、10wt% 以上では H になることがわかった。また、一部の TEOS と GPTMS のみの組成比を変化させた試料について、ナノインデンテーション法により膜の硬さを評価した。測定試料を表 1、測定結果を図 1 に示す。TEOS 10wt% 以上の表面硬度は H と一定であったが、ナノインデンテーション法による測定では、TEOS の組成比が大きくなるほど硬くなっていることがわかった。

**表 1** PVB、TEOS、GPTMS 及び APTES の各組成比による試料の基本的特性

有機成分	組成			* 外観	密着性	表面硬度	測定試料 No.
	PVB (wt%)	TEOS (wt%)	GPTMS (wt%)				
50	0	40	10	○	3A	F	
	10	30	10	○	3A	H	
	20	20	10	○	A	H	
	30	10	10	○	D	H	
	40	0	10	ゲル化			
	10	35	5	△	3A	H	
30	0	60	10	○	3A	F	
	10	50	10	○	3A	H	
	20	40	10	○	3A	H	
	30	30	10	○	3A	H	
	40	20	10	○	A	H	
	50	10	10	○	D	H	
	60	0	10	ゲル化			
20	0	70	10	○	3A	F	1
	10	60	10	○	3A	H	2
	20	50	10	○	3A	H	
	30	40	10	○	3A	H	3
	35	35	10	○	3A	H	
	40	30	10	○	3A	H	
	50	20	10	○	A	H	ゲル化
	60	10	10	○	D	H	
	70	0	10	ゲル化			
	35	40	5	△	3A	H	
	35	43	2	△	3A	H	
35	44	1	△	3A	H		
10	0	80	10	△	3A	F	
	10	70	10	△	3A	H	
	20	60	10	△	3A	H	
	30	50	10	△	3A	H	
	40	40	10	△	3A	H	
	50	30	10	△	A	H	
	60	20	10	△	D	H	
	70	10	10	△	D	H	
	80	0	10	ゲル化			
0	10	80	10	×	3A	H	
基板のみ				○	-	B	

\* ○透明均一、△若干白濁、×白濁



**図 1** ハードコートのマイヤー硬さ  $p_m$  と接触深さ  $h_c$

#### 4. 結び

ポリカーボネート基板上に、無機・有機複合体ハードコートを作製し、外観、密着性及び表面硬度を評価した。その結果、良好な密着性を有し、鉛筆硬度 H 程度の透明で均一なハードコート薄膜を作製することができた。得られた特性は、現在市販されているポリカーボネート用ハードコートと同程度もしくは上回っていた。市販のハードコートのほとんどが 2 層コートであるが、今回、安価なハードコート液による 1 層コートでその性能を実現することができた。本研究により開発された複合体は、既存のものとは十分に優位性があると思われる。

#### 文献

- 1) 行木啓記:プラスチック基材を中心としたハードコート膜における材料設計・塗工技術と硬度の向上, P186, P243, P300 (2005), 技術情報協会
- 2) 特開 2007-119635
- 3) 行木啓記:愛知県産業技術研究所研究報告, 2, 10 (2003)
- 4) 行木啓記, 吉元昭二:愛知県産業技術研究所研究報告, 5, 78 (2006)
- 5) 山田圭二, 行木啓記, 吉元昭二:愛知県産業技術研究所研究報告, 7, 46 (2008)
- 6) M. Suganuma and M. V. Swain: *J. Mater. Res.*, 19, 3490 (2004)