車両等に装備するためのポリカーボネート窓の表面改質に関する研究(3)

新中 新二* 井上 成美** 大越 昌幸** 野尻 秀智** 植田 博臣*** 岩井 和史*** 中村 先男***

Study on Surface modification of Polycarbonate Windows for Vehicles

Shinji SHINNAKA^{*} Narumi INOUE^{**} Masayuki OKOSHI^{**} Hidetoshi NOJIRI^{**} Hiroomi UEDA^{***} Kazufumi IWAI^{***} Sakio NAKAMURA^{***}

1. 緒言

地球温暖化防止のため、CO2を中心とする温室効果ガス削減の取 り組みが続けられてきた. CO2全排出量の20%が自動車に代表され る車両からのものであり、燃費向上や車体の軽量化が切実なものと なっている.ハイブリッド電気自動車(HEV)やプラグインハイ ブリッド (PHV), クリーンディーゼルなど, 燃費向上や環境負荷 の低減に寄与する技術が開発され実用に供されてきたが、ここにき て欧州を代表する国々が2040年までにガソリン車を撤廃し、無排出 車両(ZEV)の販売を一定量義務付ける方針を打ち出した.これに より従来の燃費規制の枠を大幅に超えたハードルが課せられること になった. 我々は工学研究所のプロジェクトとして, 車両窓の軽量 化に取り組んできた¹. 無機ガラスをポリカーボネート樹脂 (PC) に置き換えることを目的とし、樹脂の傷付きを防ぐための方法とし て、PC上に塗布したシリコーン樹脂に光を照射しSiO2に改質する 技術を検討した²⁻⁴⁾. さらに, SiO₂層に生ずるクラック等, 本プロ セス固有の問題解決にも取り組んできたが5,シリコーン樹脂の種 類や光源の違いによる物性の差異については、これまで十分な知見 がなかった.本報告では、シリコーン樹脂の光学物性および、光源 波長の SiO2改質層への影響について、新たに得られた知見を述べ る.

2. 実験方法

2.1 シリコーン樹脂の分光透過率測定

厚さ1mm,大きさ5×5cm²の合成石英基板(東ソー,ES材)に, 2種類のシリコーン樹脂を塗布した.シリコーン樹脂AはUV吸収 剤を含まない組成のもので,シリコーン樹脂BはUV吸収剤を含み, 車両用途のハードコートとして市販されているものである.シリ コーン樹脂が所定の厚みになるよう,塗布条件を調整した.次いで, 分光光度計(日本分光,VUV-2000)により,波長150~300nmに おける分光透過率を測定した.このとき,石英基板の透過率を差し 引き,シリコーン樹脂膜のみの分光透過率を求めた.

*教授 電気電子情報工学科

Guest Professor, Research Institute for Engineering ****客員研究員 工学研究所

Guest Researcher, Research Institute for Engineering

2.2 シリコーン樹脂への真空紫外光の照射

厚さ3mmの透明 PC 基板(10×10cm²)に、プライマー層とシリ コーン樹脂の組み合わせを変えた試料1および2を作製した.各層の 厚さはメーカーの推奨範囲とし、表1に示すように設定した.次い で、これらの試料に対し、波長157nmのF₂レーザー、または波長 172nmの Xe エキシマランプを照射した.照射条件を表2に示す. 照射中は、試料表面付近が脱酸素雰囲気になるよう窒素ガスを導入 した.試料は XY ステージ上に設置し、ステージを一定速度で動か すことにより試料表面全体が所望の積算エネルギーで照射されるよ うにした.照射後の試料について、SiO₂改質層の厚さ測定および テーバー摩耗試験(ASTM D1044)を実施した.

3. 実験結果および考察

3.1 シリコーン樹脂の分光透過率

図1に、真空紫外領域における分光透過率の測定結果を示す.シ リコーン樹脂Aは200nm以下の波長においても透過率は高く、 160nm付近で透過率はゼロになった.これに対し、シリコーン樹脂 Bは190nmで透過率がほぼゼロになった.シリコーン樹脂Bには、 波長290nmの吸収が観察されたことから、フェニル基を基本構造と したUV吸収剤が添加されていると推定される.これに対し、合成 石英基板の吸収端はさらに短波長側に位置し、SiO₂改質層も同様の 特性を有するものと考えられる.以上のことから、F₂レーザーの 157nmにおいては、シリコーン樹脂A、Bともに透過率がゼロであ

表1 ノフイマー,	ンリコーン樹脂の脾厚
-----------	------------

試料の種類	膜種	膜厚(μm)
試料1	プライマーA	4
	シリコーン樹脂 A	4
試料 2	プライマーB	3
	シリコーン樹脂 B	7

表2 F2レーザーと、Xe エキシマランプの照射条件

項目	$F_2 \lor - \# -$	Xe エキシマランプ
波長	157 nm	172 nm
光子エネルギー	14 mJ/cm ² /pulse	70 mJ/cm ² /s
パルス周波数	10 Hz	連続
積算エネルギー	$1.5 \sim 9 \text{ J/cm}^2$	$1.5 \sim 5.6 \text{ J/cm}^2$

Professor, Dept. of Electrical and Electronic Information Engineering **客員教授 工学研究所

るが、エキシマランプの172nmにおいては、シリコーン樹脂Aに ついて、50%以上の透過率を有する.すなわち、172nmの光は、シ リコーン樹脂Aを透過し下地のプライマー層に到達する.プライ マー層はアクリル樹脂であり、ここに光が到達すると構造の解離が 起こる.特に、シリコーン樹脂とアクリル樹脂の界面を破壊すると、 両者の密着性が著しく低下することとなる.以上のことから、シリ コーン樹脂Bは、F₂レーザー、エキシマランプ共にSiO₂形成のた めの改質光源として使用できるが、シリコーン樹脂Aの改質は、F₂ レーザーのみに限定される.シリコーン樹脂Aに、酸化亜鉛(ZnO) ナノ粒子を、2%または5%添加した場合の特性も図1中に示した. ZnOの添加濃度の増加に従い、吸収端が長波長側に移動する様子 が認められた.このように、172nmを光源波長とするためには、 UV 吸収剤を添加するのが、密着性保持の観点で有効であると考え られる.以上のように、吸収端や光源波長を適切に選ぶことにより、 図2に示すようにSiO₂改質層を傾斜組成化することができる

3.2 レーザーとエキシマランプによる SiO₂改質層の物性比較

図3は、投入積算エネルギーに対する SiO₂改質層の厚みを示した グラフである. F_2 レーザーと Xe エキシマランプの両プロットは、 ほぼ同じ曲線上に描かれており、両者に差異はないものと考えられ る. 図4は、1000cycle におけるテーバー摩耗試験の結果である. 投 入エネルギーの増加とともに、デルタヘイズ (Δ H) の値は小さく なっている. Δ H が小さいほど、優れた耐摩耗性を示す. 自動車の 運転視界に関わる窓に使用する場合は、 Δ H₁₀₀₀≦2%が求められる が、レーザー、ランプともに2J/cm²以上の照射により、達成できる 数値である. 従って、レーザーとランプによる SiO₂改質層の物性



図1 真空紫外領域におけるシリコーン樹脂の分光透過率



図2 2種類の傾斜組成における模式的な組成プロファイル



図3 投入積算エネルギーに対する SiO2改質層の厚み



的な違いはほとんどないものと考えられる.

4. 結言

EV 等の次世代の自動車に使用する,軽量な PC 樹脂製窓の開発 において,表面保護膜として使用するシリコーン樹脂および,その 表面の SiO2改質層の形成方法として,F2レーザーと Xe エキシマラ ンプのいずれも使用できることを明らかにした.生産性や窓の形状 を考慮し,照射に適した光源を選定することができる.

謝辞

本研究は JSPS 科研費16K06754の助成を受けてなされたものです.

参考文献

- [1] 新中新二他, 神奈川大学工学研究所所報, 38, 79 (2015).
- [2] Y. Nojima, M. Okoshi, H. Nojiri, and N. Inoue: Jpn. J. Appl. Phys. 49, 072703 (2010).
- [3] 大越昌幸, 電気学会論文誌 C135, 1071 (2015).
- [4] K. Iwai, S. Honda, Y. Nojima, M. Okoshi, N. Inoue, and H. Nojiri, Proc. 79th Laser Materials Processing Conf., 133 (2013).
- [5] H. Nojiri and M. Okoshi, Jpn. J. Appl. Phys. 55, 122701 (2016).