



## Si 系ハードコート of XAFS 分析

野本豊和 中西裕紀 加藤一徳  
あいち産業科学技術総合センター

キーワード：ハードコート，アルコキシシラン，加水分解，XAFS

### 1. 背景と研究目的

ハードコートはプラスチックの傷付き防止といった用途でディスプレイ等に用いられ、我々の生活に欠かせないものである。特にシリコン系のハードコートは取扱いが容易で広く用いられているハードコートの一つである。シリコン系ハードコートの硬さは、4官能や3官能の有機シラン化合物を混ぜ合わせ、その量比で制御されており、この混合比が非常に重要である。そこで、本研究では Si K-edge XAFS の測定と解析により、アルコキシシランの混合比が定量的に算出可能かどうかを検討する。

### 2. 実験内容

熱硬化型ハードコートの作製はゾルゲル法で行った。アルコキシシラン（テトラエトキシシラン (TEOS)：4官能および3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン (GPTMS)：3官能)、水およびメタノールを混合した後、塩酸を加えて約1日攪拌し、硬化触媒（アセチルアセトンアルミニウム）を加えてハードコート液を作製した。これをポリカ板上にスピコートして100℃ 2時間加熱乾燥し、ハードコート膜を作製した。各試料のアルコキシシランの混合比は、図に示す比 (TEOS : GPTMS) である。Si K-edge XAFS 測定は BL6N1 において蛍光収量法で行った。

### 3. 結果および考察

図1に測定した XAFS スペクトルを示す。最下段のハードコートのスペクトルは、原料である TEOS や GPTMS とは異なり、加水分解および脱水縮合反応が十分に起こったことが分かる。また、ハードコートの試料間では2本のピークが系統的に変化しており、主に 1846 eV のピークが3官能、1848 eV のピークが4官能を示すものと考えられる。

得られたスペクトルに対し、線形結合フィッティングを行った (表1)。標準スペクトルを10:0および0:10として、間の3水準を解析し、混合比を求めたところ、仕込値に対し数%程度の精度で混合比を算出できることが明らかとなった。

ラボ装置であるラマン分光法でも同様の試料を解析したところ、同じように系統的な変化が得られた。しかし、スペクトルが単純で解析がし易い XAFS 分析の方がより、Si 系ハードコートの分析に向いていると考えられる。

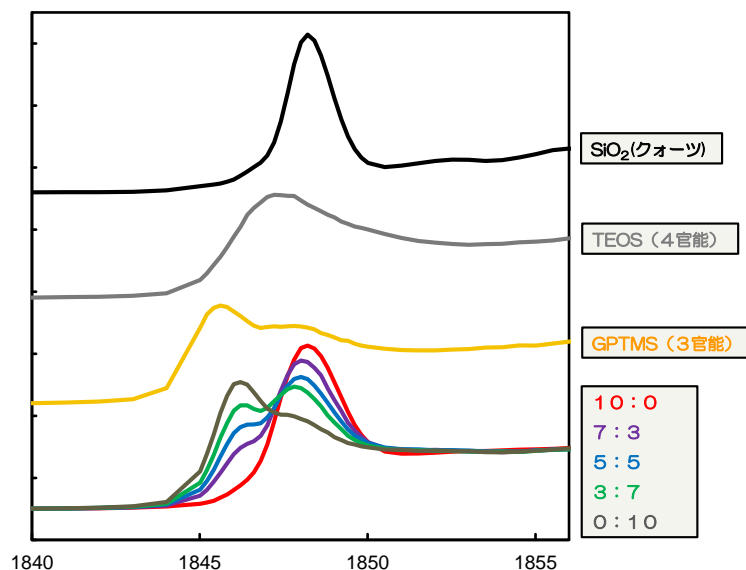


表1 フィッティング解析結果

TEOS 仕込値 (mol%)	TEOS 算出値 (mol%)
72.58	70.73
53.15	49.36
32.72	32.42